



Revista Española de
**MECÁNICA DE LA
FRACTURA**

**Volumen 8
Julio 2024**

ISSN: 2792-4246

Editado por la Sociedad Española de Integridad Estructural
Grupo Español de Fractura

Fotografía titulada "CUBEMAN", autor José Manuel Artímez Encina, de la fundación ITMA (Instituto Tecnológico de Materiales) del Principado de Asturias. 1er premio del concurso de Fotografía Científica organizado en la edición del año 2011 correspondiente XXVIII Encuentro del Grupo Español de Fractura celebrado en Gijón del 6 al 8 de abril de 2011.

Esta edición de la REVISTA ESPAÑOLA DE MECÁNICA DE LA FRACTURA contiene parte de las comunicaciones presentadas en el 40 Congreso del Grupo Español de Fractura GEF2024. Todos los textos de dichas ponencias se encuentran publicados en los volúmenes 7 y 8 de la revista.

Esta edición está editada por los miembros de la Junta Directiva de la Sociedad Española de Integridad Estructural – Grupo Español de Fractura SEIE-GEF, siendo sus miembros los siguientes:

Francisco GÁLVEZ DÍAZ-RUBIO (Presidente)

Alicia SALAZAR LOPEZ (Secretario)

Luis TÁVARA (Tesorero)

Sergio CICERO GONZÁLEZ

Miriam LORENZO-PEÑUELAS

Carlos NAVARRO PINTADO

Gonzalo RUÍZ LÓPEZ

Orlando SANTANA PÉREZ

Revista Española de

MECÁNICA DE LA FRACTURA

Volumen 8 –Julio 2024

ISSN: 2792-4246

Editado por la Sociedad Española de Integridad Estructural - Grupo Español de Fractura SEIE-GEF

PRESENTACIÓN

Los primeros años las actas de los congresos se publicaron bajo el nombre de Anales de Mecánica de la Fractura, y se editaron desde 1984 hasta 2019 inclusive. En 2020 no hubo congreso y a partir de entonces, desde 2021 las publicaciones cambian de nombre a Revista Española de Mecánica de la Fractura. El contenido de los volúmenes 7 y 8 de la Revista Española de Mecánica de la Fractura, corresponde a la recopilación de los trabajos del congreso anual de la Sociedad Española de Integridad Estructural del Grupo Español de Fractura (SEIE-GEF), en su edición número 40 celebrada en Palma de Mallorca, Baleares, del 6 al 8 de marzo de 2024.

Los congresos del Grupo Español de Fractura son reuniones científicas que se celebran anualmente desde el año 1984 de forma ininterrumpida. Estos encuentros se han convertido en una cita ineludible para todos los científicos y técnicos dedicados al estudio de la fatiga y fractura de materiales y elementos estructurales y representan una oportunidad excepcional para el intercambio de impresiones, presentación de avances y divulgación de los trabajos realizados por los investigadores de este apasionante campo de la ingeniería. Los congresos del GEF sirven, además, como un foro de intercambio de ideas y de resultados de investigación, en el que se fomenta especialmente la participación de los jóvenes investigadores.

La organización del presente congreso, ha correspondido a cargo de Eugenio Giner Maravilla, de la Universidad Politécnica de Valencia (UPV) y a Orlando Santana Pérez de la Universidad Politécnica de Cataluña (UPC), que contaron con la colaboración de Norberto Feito Sánchez (UPV), Tobias Abt (UPC), Ricardo Belda González (UPV), Jose Vicente Calvo Orozco (UPV), Nicolás Candau (UPC), Diego Infante García (UPV), Noel León Albiter (UPC), M^ªLLuisa Marpoch Rulduá (UPC), Raquel Megías Díaz (UPV) Federico Olmeda de la Casa (UPV), Antonio Ramón Quiñonero Moya (UPV), y Miguel A. Sánchez Soto (UPC). Quiero destacar su gran labor y empuje, y el éxito en la organización. De igual manera mencionar el entusiasmo de asistentes y ponentes.

Quiero destacar también que en la presente edición del congreso tuvimos la ocasión especial de contar con la asistencia de D. Manuel Elices Calafat, fundador de esta serie de congresos, que dio el paso junto con D. Manuel Fuentes (†) el organizar el primer encuentro allá por el año 1984. Y es cierto que se escogió la ubicación de las Islas Baleares para el presente congreso como tributo a su persona. Además en el presente congreso y como novedad, se celebraron dos sesiones homenaje como reconocimiento a los profesores D. Jaime Planas Rosselló y D. Andrés Valiente Cancho debido a su dilatada trayectoria en esta serie de congresos. Estas estuvieron organizadas por sus proponentes, Dña. Beatriz Sanz Merino y D. Javier Gómez Sánchez.

Quiero destacar también el enorme trabajo y empuje de la junta directiva de la sociedad. La dedicación durante muchos días, horas interminables, reuniones presenciales y virtuales. Por ello no quiero dejar de citar a Alicia Salazar, Sergio Cicero, Miriam Lorenzo, Gonzalo Ruiz López, Carlos Navarro Pintado, Orlando Santana, y Luis Távara, agradeciéndoles su trabajo y dedicación a esta sociedad, sin cuyo esfuerzo estas reuniones y publicaciones no serían posibles.

He de hacer especial mención especial a Cristina Rodríguez, que durante tantos años ha sido miembro de la junta directiva y que ahora deja su puesto. Han sido muchos años apoyando a la sociedad y luchando por su éxito, por lo que estaremos siempre agradecidos por su trabajo. Su puesto en la junta lo ocupará a partir de ahora Sergio Cicero, que ha demostrado un fuerte compromiso con esta sociedad.

Finalmente, destacar un especial reconocimiento al Prof. Jesús Manuel Alegre Calderón, de la Universidad de Burgos. que, por su dedicación durante muchos años tanto a la Mecánica de la Fractura, como a la sociedad SEIE-GEF, ha recibido la *Medalla del Grupo Español de Fractura*, distinción que se otorga anualmente.

Y, para terminar, me gustaría seguir animándoos a continuar trabajando como hasta ahora, a seguir empujando a esta sociedad, y a mantener la tradición de celebrar un congreso anual que además de un importante foro de discusión científicas, constituye sobre todo una gran reunión de amigos.

Francisco Gálvez Díaz-Rubio

Presidente de la Sociedad Española de Integridad Estructural SEIE-GEF

ÍNDICE (Volumen 8)

FRACTURA DE MATERIALES METÁLICOS	1
Estudio mediante Small Punch Test (SPT) de la degeneración del grafito esferoidal en componentes de fundición de hierro. <i>I. Miguel, G. Artola, J. Sertucha</i>	3
Fragilización por hidrógeno en un acero dúplex 2205: efecto del bandeado ferrita/austenita. <i>V. Arniella Guzmán, M. M. Llera, F. J. Belzunce, M. C. Rodríguez González</i>	9
Modelling the effect of non-metallic inclusions on ductile damage in cold-drawn pearlitic steel wires: a qualitative approach. <i>J. Rodríguez Páez, J. M. Martínez Esnaola, J. Alkorta</i>	15
Efecto de la presión de ensayo y de la orientación microestructural en la fragilización por hidrógeno del acero dúplex 2205 laminado. <i>R. Rodríguez Aparicio, A. Díaz Portugal, L. Medina Herrero, J. M. Alegre Calderón, I. I. Cuesta Segura</i>	21
Tenacidad a la fractura de aceros inoxidable en presencia de hidrógeno. <i>S. Castaño Busón, M. M. Llera Prida, A. Nuñez, J. Almagro, J. Belzunce Varela, C. Rodríguez González</i>	27
Análisis de la sensibilidad a la entalla y de los micromecanismos de rotura de un acero Duplex 2205 mediante ensayos in-situ en ambiente de hidrógeno. <i>L. Medina Herrero, N. Mayoral García, R. Rodríguez Aparicio, A. Díaz Portugal, I. I. Cuesta Segura, J. M. Alegre Calderón</i>	33
Ensayos de flexión en tubos de circonio pre-hidrurados. <i>M. Cristóbal Beneyto, J. Ruiz Hervías, D. Pérez Gallego</i>	39
Simulación numérica de las tensiones residuales generadas tras un proceso de temple por inducción <i>Maialen Areitioaurtena, Aritz Goñi, Unai Segurajauregi, Jon Ander Esnaola, Mario Javier Cabello</i>	45
Modelización de la anisotropía en la fractura entallada asistida por hidrógeno en un acero inoxidable dúplex. <i>A. Díaz, R. Rodríguez-Aparicio, L. Medina, L. Borja Peral, J.M. Alegre, I. Cuesta</i>	51
Efecto de la velocidad de aplicación de carga y del estado tensional en la modelización constitutiva y la fractura del acero inoxidable dúplex 2205. <i>D. Abedul, L. Galdós, E. Sáenz De Argandoña, F. Gálvez, B. Erice</i>	57

Efecto de la repetición de celdas unidad bcc en el comportamiento de estructuras de Ti6Al4V fabricadas aditivamente. <i>Rafael Sancho Cadenas, Andrea Cardeña, Aude Baudoux, Daniel Barba, Francisco Gálvez Díaz-Rubio</i>	63
Unconventional pearlitic pseudocolonies affecting macro-, micro- and nano-structural integrity of cold-drawn pearlitic steel wires: resembling van gogh, bernini, mantegna and Picasso. <i>J. Toribio Quevedo</i>	69
Comportamiento dinámico de redes BCC y vigas elementales de Ti6Al4V impresas por fusión selectiva de polvo por láser (LPBF). <i>A. Cardeña Díaz, R. Sancho, F. Gálvez, D. Barba</i>	75
Caracterización a fractura de los aceros estructurales S355J2 y S460M mediante el uso de probetas mini-CT. <i>M. Sánchez, S. Cicero, B. Arroyo</i>	79
FRACTURA DE MATERIALES CERÁMICOS Y PÉTREOS	85
Challenges in modelling concrete-to-concrete interfaces: a comparison of cohesive zone solutions. <i>U. Eibar, A. Dorronsoro, J. M. Martínez Esnaola</i>	87
Impact of lamination direction on glass strength: an experimental analysis. <i>D. Díaz Salamanca, M. Muñiz-Calvente, M.J. Lamela, A. Fernández-Canteli</i>	93
Modelo constitutivo de junta basado en la mecánica de daño, plasticidad y fractura. <i>C. López, L. Puiggròs, I. Carol</i>	99
Improvements in the brazilian test: a novel approach and comprehensive analysis with DIC and strain gauges. <i>Vaibhav W. Masih, Gonzalo Ruiz, Rena C. Yu, Ángel De La Rosa</i>	105
FRACTURA DE MATERIALES POLIMÉRICOS Y COMPUESTOS	111
Aplicación del diagrama de fallo a placas de PLA reforzado con grafeno fabricadas mediante impresión 3D. <i>S. Cicero, S. Arrieta, M. Sánchez</i>	113

Anisotropic rate-dependent modeling of material extrusion additive manufactured amorphous polymers. <i>M. Lorenzo Bañuelos, W. M. H. Verbeeten</i>	119
Análisis viscoelástico de la fractura de hidrogeles poliacrilamida-alginato. <i>A. Salazar, M. Martínez, C. Reinhardts, J. Rodríguez</i>	125
Efecto del envejecimiento mecánico, por temperatura y por ozono en el comportamiento a fractura de propulsores sólidos de material compuesto de base CTPB. <i>M. Martínez Sánchez, R. López Sánchez, J. Rodríguez Pérez, A. Salazar López</i>	131
Comportamiento a fatiga de caucho natural conteniendo reciclado desvulcanizado para la mejora de su efecto elastocalorico. <i>N. Candau, A. Lewandovski, G. Lara Casanova, M. Ll. MasPOCH Rulduà</i>	137
Comportamiento a fractura de composites reforzados con fibras naturales. <i>L. Távara, A. Vega, T. Aranda, G. Moreno, A. Castillo</i>	143
Comportamiento a fractura de mezclas PP/rPET-O compatibilizadas. <i>L. Martínez Orozco, N. León, C. Biancalana, M. Ll. MasPOCH, O. Santana Pérez</i>	149
Evaluación experimental del efecto de las tensiones residuales en la iniciación de grietas en laminados cruzados. <i>I. García, J. Gutiérrez, J. Justo Estebaranz, A. Blázquez, J. Cañas, V. Mantic</i>	157
Fractura de paneles sandwich fabricados mediante impresión 3D integral con fibra continua de carbono. <i>Itxaro Sukia, Aritz Esnaola, Jon Aurrekoetxea, Borja Erice</i>	163
¿Por qué las grietas se evitan entre sí? –siguiendo los pasos de Solveig Melin. <i>Diego Infante-García, Antonio Ramón Quiñonero-Moya, José Enrique Tarancón, Eugenio Giner</i>	169
Identificación de mecanismos de fallo en piezas fabricadas mediante impresión 3d utilizando emisión acústica e inteligencia artificial. <i>Byron Barriga-Machado, Álvaro Hernández-Casamayor, Diego Infante-García, Eugenio Giner</i>	175
Estudio de modelos para la predicción de la vida a fatiga en laminados gruesos de CFRP con daño por mecanizado mediante termografía infrarroja. <i>José Vicente Calvo, Norberto Feito, María Henar Miguélez, Eugenio Giner</i>	181
Análisis del comportamiento mecánico de probetas de UHMWPE sometidas a impacto de baja velocidad <i>J. I. Rubio Díaz, B. Valverde Marcos, M. H. Miguelez Garrido, C. Santiuste Romero, J. A. Loya Lorenzo</i>	187

FRACTURA DE BIOMATERIALES

193

Diseño y caracterización de soluciones paciente-específicas basadas en estructuras triplemente periódicas con mínima superficie con propiedades no isotropas para el tratamiento de fracturas óseas de gran tamaño.

Ricardo Belda, Raquel Megías, Ana Vercher-Martínez, Eugenio Giner

195

Modelado numérico y predicción de fractura mediante el método phase-field para sustitutos de costilla fabricados con PLA por impresión 3D

Mario Álvarez-Blanco, Diego Infante-García, Miguel Marco, M. Henar Miguélez, Eugenio Giner²

201

Análisis del daño de andamios óseos paciente-específicos basados en estructuras triplemente periódicas con mínima superficie mediante ensayos cuasi-estáticos a compresión para el tratamiento de fracturas óseas de grandes dimensiones.

Andrea Fresquet Monter, Ricardo Belda, Ana Vercher-Martínez, Raquel Megías, Eugenio Giner

207

Estudio experimental del efecto de la respuesta biomecánica en la pared arterial bajo la condición de hipoxia hipobárica.

Álvaro Navarrete, Andrés Utrera, Claudio García-Herrera, Emilio A. Herrera

213

Efecto de la morfología, refuerzo y reticulación sobre las propiedades mecánicas de aerogeles de biopolímero.

Lucía G. De la Cruz, Tobias Abt, Noel León, Nicolas Candau, Miguel Sánchez-Soto

217

Influencia de la morfometría y las propiedades aparentes en la integridad estructural del hueso trabecular humano enfermo y sano.

Raquel Megías, Ricardo Belda, Ana Vercher-Martínez, Eugenio Giner

223

FRACTURA DE MATERIALES METÁLICOS

ESTUDIO MEDIANTE SMALL PUNCH TEST (SPT) DE LA DEGENERACION DEL GRAFITO ESFEROIDAL EN COMPONENTES DE FUNDICION DE HIERRO

I. Miguel^{1*}, G. Artola¹, J. Sertucha¹

¹ AZTERLAN, Basque Research and Technology Alliance (BRTA), Durango, Spain.

* Persona de contacto: imiguel@azterlan.es

RESUMEN

En el presente estudio se lleva a cabo una investigación en la cual se analizan los cambios morfológicos de las partículas de grafito debido al desvanecimiento de magnesio (Mg) en fundiciones de hierro con grafito esférico y su efecto en las propiedades mecánicas. Para ello, se fabricaron cuñas Y2, usando fundición de hierro, en intervalos de 30 min aproximadamente. De las cuñas fabricadas, se analizan las microestructuras para observar los cambios en la forma del grafito y se realizan ensayos de tracción y SPT para determinar las propiedades mecánicas de cada material. Finalmente, se obtienen los parámetros de correlación del ensayo SPT específicos para este tipo de aleaciones y se comparan con parámetros de correlación ya publicados.

PALABRAS CLAVE: Fundición de hierro, morfología grafitica, propiedades mecánicas, Small Punch Test.

ABSTRACT

In this study, the morphological changes of graphite particles due to magnesium (Mg) fading in iron castings with spheroidal graphite and their effect on the mechanical properties are analysed. For this purpose, Y2 keel blocks were fabricated, using iron castings, at approximately 30 min intervals. From the fabricated keel blocks, the microstructures are analysed to observe the changes in the shape of the graphite and tensile and SPT tests are performed to determine the mechanical properties of each material. Finally, SPT test correlation parameters specific to this type of alloy are obtained and compared with already published correlation parameters.

KEYWORDS: Cast iron, graphitic morphology, mechanical properties, Small Punch Test.

1. INTRODUCCIÓN

La fundición de hierro con grafito esférico se utiliza ampliamente en sectores como la automoción, energía eólica, ferrocarril, etc. En el proceso de fabricación de estos materiales, el contenido de Mg es un parámetro fundamental para conseguir la formación de partículas de grafito con forma esférica y su control resulta clave en la metalurgia de estas aleaciones. Mantener almacenada una masa fundida de hierro provoca el desvanecimiento del Mg debido a su oxidación progresiva y esto origina una evolución de la forma esférica (nódulos), a grafito compacto y finalmente a láminas (flakes) durante la solidificación [1]. Estos cambios morfológicos en las partículas de grafito generan cambios en las propiedades térmicas y mecánicas [2], por lo que el desvanecimiento del Mg se utiliza para fabricar componentes con propiedades acorde a la aplicación requerida.

Estos cambios en las propiedades mecánicas han sido estudiados con métodos tradicionales como son los ensayos de tracción y con las microestructuras de las muestras para diferentes formas de grafito. El estudio llevado a cabo por Ceschini et al. [3] investiga, utilizando ensayos de tracción, cómo afecta el tamaño de pieza a la microestructura y las propiedades mecánicas de las

fundiciones con grafito esférico y compacto. Otros estudios, realizados por Geier et al. [4] analizan las formas del grafito en su evolución desde la forma laminar a la compacta, utilizando diferentes elementos de aleación.

Recientemente se ha estandarizado el ensayo en miniatura de SPT, el cual permite estimar las propiedades mecánicas de materiales metálicos [5]. Este ensayo se ha empleado satisfactoriamente para caracterizar las propiedades mecánicas de soldaduras [6], estudiar el efecto de tratamientos térmicos [7], analizar la fragilización debido al hidrógeno [8], entre otras aplicaciones.

Es por ello por lo que, en este estudio, se analiza la evolución de las propiedades mecánicas mediante ensayos de tracción y SPT en un grupo de fundiciones de hierro fabricadas con contenidos decrecientes de Mg. Además, se comparan diferentes métodos de estimación de las propiedades mecánicas mediante la técnica de SPT y se obtienen valores del parámetro de correlación (β) para este tipo de materiales.

2. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

2.1. Elaboración de los materiales

Los materiales empleados en este estudio se obtuvieron fabricando cuñas Y2 (EN 1563) con el metal fundido contenido en una unidad de colada presurizada con nitrógeno y con capacidad para 8 t. Habitualmente, este dispositivo se utiliza para colar el metal en el interior de moldes fabricados con arena en verde. Los lotes de metal fundido se prepararon tratando unos 2000 kg con 17-18 kg de una aleación FeSiMg (tamaño de grano 5-25 mm, Si = 45,7; Mg = 5,50; Al = 0,43; Ca = 2,16; Ce = 1,45; La = 0,79 y Fe resto, % en masa), 8 kg de una aleación FeSi (tamaño de grano 2-15 mm, Si = 74,6; Al = 0,89; Ca = 0,38; C = 0,10; P = 0,02 y Fe resto, % en masa) y 5 kg de recortes de acero (material cubriente) en una cuchara, de acuerdo con el método “tundish-cover”. Este tratamiento se lleva a cabo introduciendo las aleaciones y el material cubriente en una cámara situada en el fondo de la cuchara antes de verter el metal fundido en su interior. Una vez finalizado el tratamiento con FeSiMg,

los lotes del metal resultante se introdujeron en el interior de la unidad de colada indicada.

Una vez finalizada la producción regular de la planta, se dejaron almacenados 4 t de metal en el interior de la unidad de colada, manteniendo su temperatura en el intervalo 1400-1420°C. En estas condiciones, se obtuvieron 22 muestras del metal cada media hora aproximadamente y se coló un molde de arena aglomerada químicamente por cada muestra, para fabricar la correspondiente cuña Y2. Previamente, en cada uno de estos moldes se adicionaron 10,5 g de un inoculante (tamaño de grano 0,2-0,5 mm, Si = 69,9; Al = 0,93; Ca = 1,38; Bi = 0,49; RE = 0,37 y Fe resto, % en masa).

De las 22 cuñas Y2 fabricadas, para llevar a cabo el presente estudio se seleccionaron 5 de ellas. La Tabla 1 muestra las composiciones químicas del material utilizado para fabricar estas cuñas junto con el tiempo de muestreo (el tiempo cero corresponde al momento en el que se para la fabricación regular de la planta).

Tabla 1. Composición química de las aleaciones seleccionadas (% en masa) y tiempo de muestreo.

Aleación	Tiempo (min)	C	Si	Mn	P	S	Cu	Mg	Ti	Ce	La
N2	24,1	3,68	2,39	0,63	0,015	<0,005	0,49	0,026	0,029	0,009	0,0022
N4	75,4	3,68	2,41	0,62	0,016	<0,005	0,49	0,026	0,030	0,0066	0,0015
N6	126,2	3,65	2,42	0,63	0,014	<0,005	0,48	0,022	0,030	0,0054	0,0013
N7	154,9	3,66	2,42	0,62	0,015	<0,005	0,48	0,019	0,030	0,0044	0,001
N16	372,5	3,52	2,40	0,62	0,016	<0,005	0,49	0,006	0,030	0,0006	<0,0005

De los resultados obtenidos en la composición química, se puede observar cómo el contenido de C y Mg disminuye a medida que la masa fundida permanece más tiempo en el interior de la unidad de colada (ver figura 1).

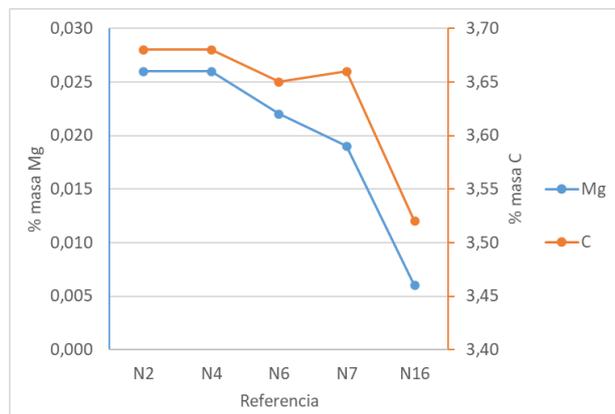


Figura 1. Evolución del contenido de C y Mg en las muestras analizadas.

2.2. Ensayo de SPT

Este ensayo, recientemente estandarizado en la norma ASTM E3205-20 [5], se utiliza para evaluar el comportamiento mecánico de materiales con probetas de dimensiones reducidas. El ensayo consiste en amarrar la periferia de la probeta ($\varnothing = 8\text{mm}$ y $h = 0,5\text{mm}$) entre dos matrices y deformarla axialmente hasta su rotura con un punzón de cabeza esférica de 2,5 mm de diámetro. Durante el ensayo se mide la fuerza y desplazamiento realizados, cuando se da una caída del 20% de la carga máxima se finaliza el ensayo y se obtiene una curva característica F-v similar a la de la figura 2. Esta curva contiene los puntos característicos que permiten estudiar las propiedades mecánicas del material.

Los puntos característicos de la curva F-v son, la fuerza elasto-plástica (F_e), la fuerza máxima (F_m), el desplazamiento hasta el punto de máxima carga (U_m) y el desplazamiento hasta el final del ensayo (U_f).

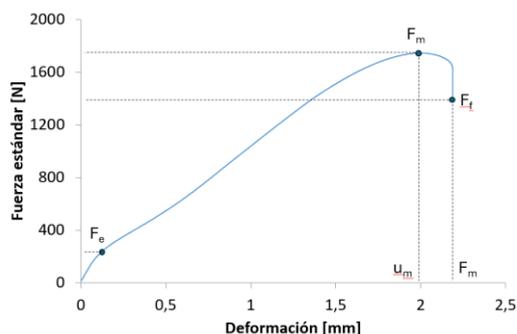


Figura 2. Curva F-v característica de los ensayos de SPT.

La ASTM E3205-20 especifica como estimar las propiedades mecánicas con correlaciones empíricas. Para ello, se correlacionan los resultados de SPT con los de los ensayos de tracción mediante las fórmulas (1) y (2) para el límite elástico y resistencia mecánica respectivamente.

$$YS = \beta_{YS} \frac{F_e}{h_0^2} \quad (1)$$

$$UTS = \beta_{UTS} \frac{F_m}{h_0 \cdot u_m} \quad (2)$$

En estas ecuaciones, h_0 es el espesor inicial de la probeta y los parámetros β_{YS} y β_{UTS} son constantes empíricas dependientes del material.

2.3. Extracción probetas tracción y probetas de SPT

De cada cuña Y2 se mecanizan 2 probetas de tracción según norma UNE-EN-ISO 6892-1 de 10 mm de diámetro. En este estudio se utilizan 5 probetas de tracción obtenidas de cuñas con distintos tiempos de extracción. Una vez realizados los ensayos de tracción, se utilizan las cabezas de las probetas de tracción para obtener las probetas de SPT. Cortando mediante electroerosión 1 cilindro de diámetro $8 \pm 0,01$ mm en cada cabeza de las probetas de tracción y posteriormente cortando 3 discos de espesor $0,6 \pm 0,05$ mm se obtienen 3 probetas de SPT de cada condición (ver figura 3). Los discos se lijan con papel abrasivo de grano 600 y 1200 hasta un espesor de $0,5 \pm 0,005$ mm, posteriormente se pulen para reducir la rugosidad. Para cada una de las 5 condiciones analizadas se extraen 3 probetas de SPT, obteniendo en total 15 probetas.



Figura 3. Extracción de las muestras de SPT.

3. RESULTADOS Y DISCUSION

3.1. Caracterización metalográfica

La Figura 4 muestra la distribución y morfología de las partículas gráficas presentes en las 5 aleaciones sometidas a estudio. A medida que avanza el tiempo de muestreo disminuye la cantidad de esferoides gráfiticos y empiezan a formarse partículas de grafito compacto (ver micrografía N6 en adelante).

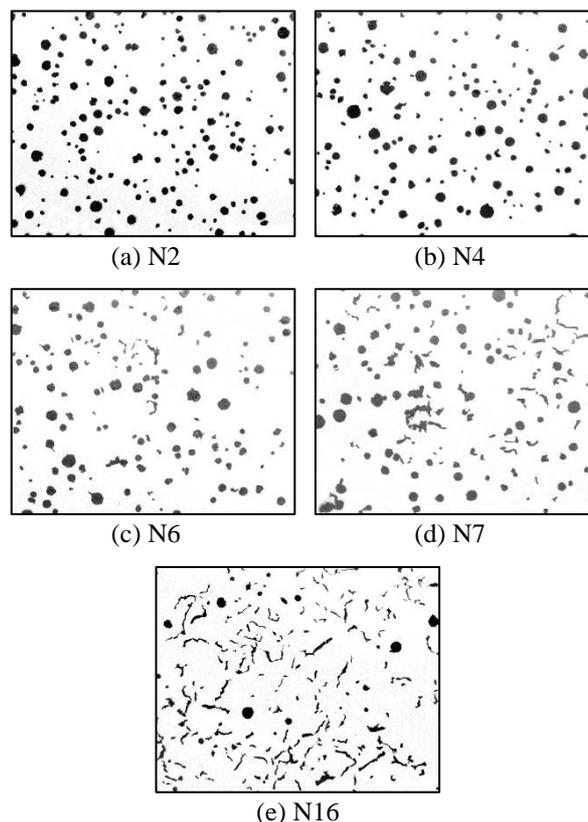


Figura 4. Morfologías gráficas en las aleaciones: (a) N2, (b) N4, (c) N6, (d) N7 y (e) N16.

3.2. Ensayos de tracción

Las probetas de tracción se ensayan con la maquina universal de ensayos Zwick All Round Z250 según la especificación UNE-EN-ISO 6892-1. Los resultados de resistencia mecánica (UTS), límite elástico (YS) y alargamiento (A) obtenidos para cada condición se muestran en la tabla 2.

Tabla 2. Resultados de las propiedades mecánicas obtenidas en los ensayos de tracción para las distintas condiciones analizadas.

Referencia	UTS (MPa)	YS (MPa)	A (%)
N2	596	364	12.6
N4	575	353	11.9
N6	525	340	9.4
N7	422	311	5.4
N16	341	268	5.3

Como se observa en la tabla 2, tanto las propiedades mecánicas (YS y UTS) como el alargamiento disminuyen a medida que el tiempo mantenimiento de la colada aumenta.

Con estos resultados y analizando las micrografías, se puede afirmar que la forma del grafito influye notablemente en las propiedades mecánicas. Por lo que es de vital importancia controlar el tiempo de mantenimiento de la colada para obtener componentes con propiedades mecánicas adecuadas a la aplicación correspondiente.

3.3. Ensayos SPT

Los ensayos de SPT se realizan en base a la norma ASTM E3205-20 [5] en una máquina de ensayos universal Zwick All Round Z100 con una célula de carga de 5 kN. De cada condición se ensayan 3 muestras de SPT y se obtienen en total 15 curvas F-v, en la figura 5 se visualiza únicamente una curva de cada condición.

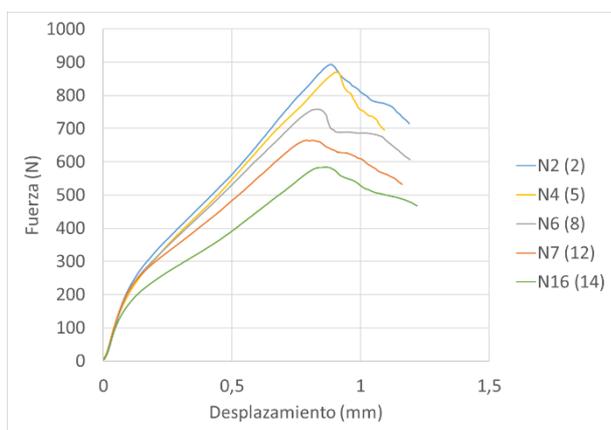


Figura 5. Curvas de SPT de las probetas ensayadas.

Cada curva se procesa mediante la hoja de cálculo facilitada por el NIST [9], de donde se obtienen los puntos característicos del ensayo; F_e , F_m , u_m y u_f que permiten estimar las propiedades mecánicas.

En este estudio, se utilizan 3 métodos para calcular los parámetros de correlación que permiten estimar UTS y YS. Por una parte, el método denominado M1 emplea las fórmulas propuestas por la ASTM E3205-20, las cuales ajustan linealmente por mínimos cuadrados los puntos de correlación teniendo en cuenta que el ajuste lineal pase por el origen (punto 0,0). El segundo método utilizado para estimar las propiedades mecánicas, denominado M2, consiste en ajustar la correlación SPT y tracción con un ajuste lineal por mínimos cuadrados sin tener en cuenta el origen de coordenadas. Por último, el método denominado M3, estima las propiedades mecánicas en base a algunos de los resultados obtenidos en el artículo de la literatura [10], en el cual se analizan diversos materiales y se obtienen parámetros de correlación genéricos de SPT.

Los resultados de correlación entre SPT y tracción en base a los criterios de M1 se presentan en la figura 6, como se ha mencionado anteriormente, en este caso se tiene en cuenta el origen de coordenadas para el ajuste lineal. Las ecuaciones 3 y 4 son las obtenidas para la estimación de las propiedades mecánicas según M1.

$$YS = 0,397 \frac{F_e}{h_0^2} \quad (R^2 = 0,997) \quad (3)$$

$$UTS = 0,276 \frac{F_m}{h_0 \cdot u_m} \quad (R^2 = 0,993) \quad (4)$$

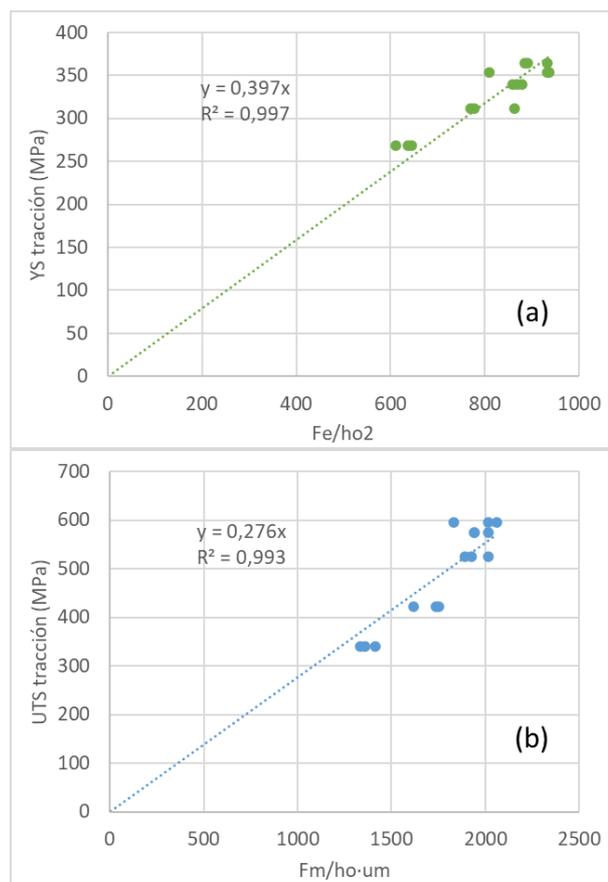


Figura 6. Correlación entre SPT y ensayo de tracción según M1: (a) límite elástico, (b) resistencia mecánica.

Los resultados de la correlación obtenida para M2, sin tener en cuenta el origen de coordenadas, se muestran en la figura 7, de donde se obtienen las ecuaciones 5 y 6.

$$YS = 0,301 \frac{F_e}{h_0^2} + 80,479 \quad (R^2 = 0,860) \quad (5)$$

$$UTS = 0,371 \frac{F_m}{h_0 \cdot u_m} + 173,025 \quad (R^2 = 0,866) \quad (6)$$

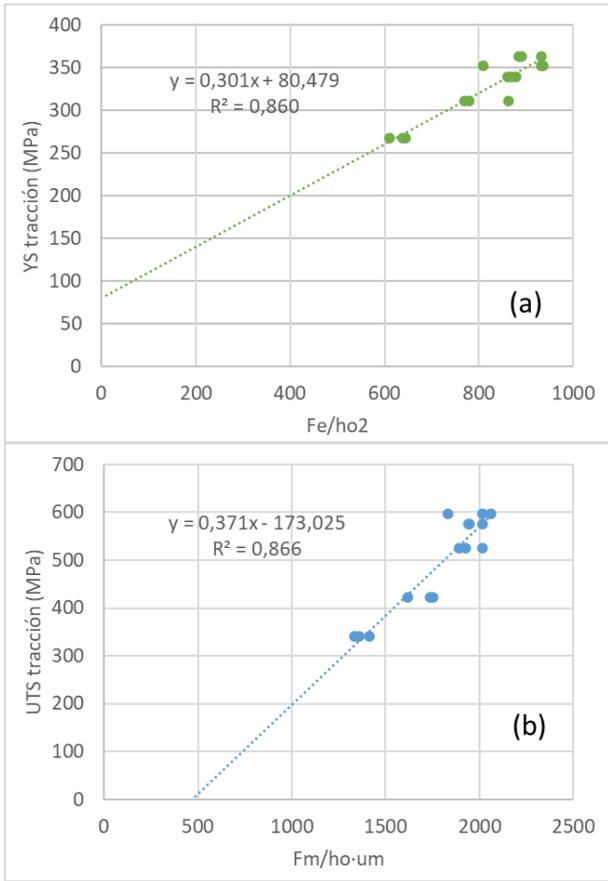


Figura 7. Correlación entre SPT y ensayo de tracción según M2: a) límite elástico. b) resistencia mecánica.

Por último, el M3 utiliza los parámetros de correlación genéricos de SPT [10] que se corresponden con las ecuaciones 7 y 8.

$$YS = 0,476 \frac{F_e}{h_0^2} \quad (R^2 = 0,889) \quad (7)$$

$$UTS = 0,277 \frac{F_m}{h_0 \cdot u_m} \quad (R^2 = 0,940) \quad (8)$$

Los promedios y desviaciones típicas de los resultados de las propiedades mecánicas estimados mediante estos 3 métodos de cálculo se resumen en la tabla 3.

Estos resultados junto con los obtenidos en los ensayos de tracción se comparan en la figura 8a y 8b para YS y UTS, respectivamente.

En los resultados mostrados en la figura 8, se observa cómo, tanto YS como UTS, decaen a medida que aumenta el tiempo de mantenimiento del metal fundido en la unidad de colada. Por ello, la técnica de SPT se puede considerar un ensayo apropiado para caracterizar la evolución de la forma del grafito desde el nódulo a la morfología compacta.

Tabla 3. Valores de YS y UTS (MPa) obtenidos con SPT utilizando diferentes métodos de cálculo.

Ref.	M1		M2		M3	
	YS	UTS	YS	UTS	YS	UTS
N2	358 ± 10	544 ± 34	352 ± 8	558 ± 45	430 ± 12	546 ± 34
N4	354 ± 29	543 ± 11	349 ± 22	557 ± 15	425 ± 34	545 ± 11
N6	345 ± 4	537 ± 18	342 ± 3	549 ± 24	414 ± 5	539 ± 18
N7	319 ± 21	470 ± 20	322 ± 16	458 ± 27	383 ± 25	471 ± 20
N16	251 ± 7	378 ± 11	270 ± 5	335 ± 15	300 ± 9	379 ± 11

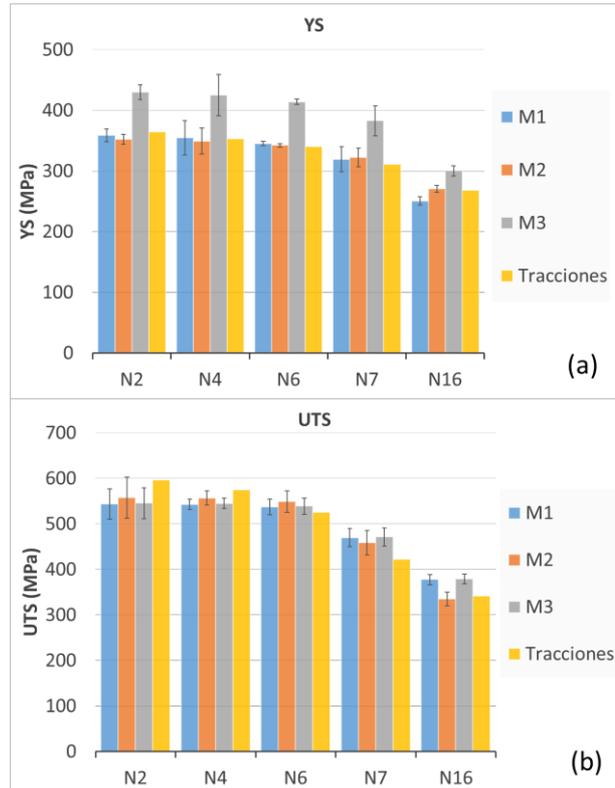


Figura 8. Resultados de la estimación de las propiedades mecánicas con SPT según distintos métodos de cálculo. (a) YS; (b) UTS.

Con los resultados obtenidos y tomando como referencia las tracciones, se calculan los errores de cada estrategia. Los errores calculados para YS y UTS se muestran en la figura 9.

Los errores obtenidos para YS con las correlaciones del M1 y M2, en la mayor parte de las muestras, son inferiores al 5%. Sin embargo, el error obtenido mediante M3 se eleva hasta un 10-25%. Teniendo en cuenta que los errores cometidos en las correlaciones de M1 y M2 son muy bajos, los valores de M2 para el cálculo de YS son mejores.

Por otro lado, en el cálculo de UTS, los errores de las 3 correlaciones estudiadas son similares y apenas existen diferencias notables. En la mayoría de los casos el error es muy bajo, inferior a un 10% en el peor de los casos.

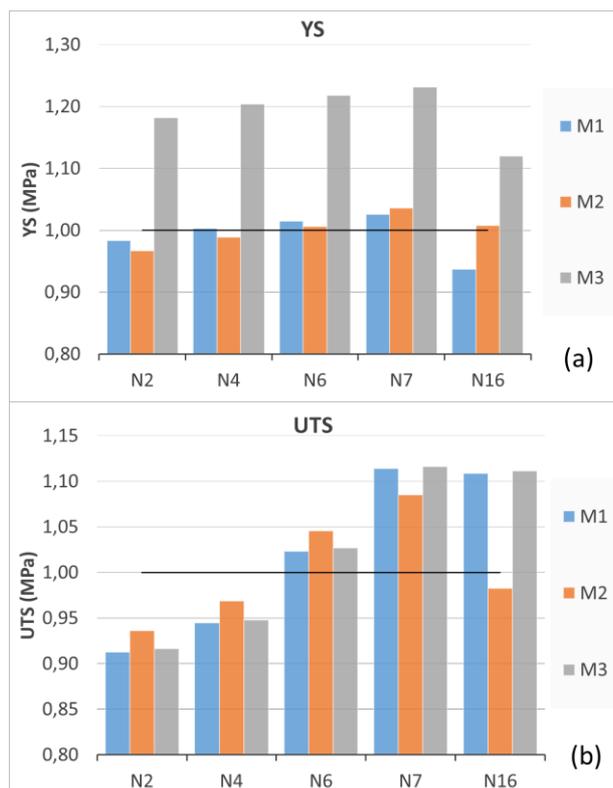


Figura 9. Errores obtenidos para cada método teniendo en cuenta los resultados de tracción como referencia: (a) YS; (b) UTS.

4. CONCLUSIONES

Tras analizar los resultados del estudio, se obtienen las siguientes conclusiones:

- Existe una clara relación entre los resultados de SPT, las micrografías, los ensayos de tracción llevados a cabo.
- La técnica de ensayo en miniatura SPT demuestra tener capacidad para detectar los cambios en las propiedades mecánicas producidos por la degeneración del grafito.
- Los valores de correlación genéricos de SPT son un buen punto de referencia para realizar estudios mediante SPT, pero en determinados casos los errores cometidos pueden ser excesivos si se quiere estimar las propiedades mecánicas concretas del material.
- Los errores cometidos utilizando la correlación mediante M1 y M2 son muy bajos. Aun así, se considera un mejor estimador el método de correlación M2.

AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen a Betsaide S.A.L. las facilidades para llevar a cabo la fabricación de las aleaciones en una de sus plantas de producción.

REFERENCIAS

- [1] G. Alonso, J.R. Olaizola, D.M. Stefanescu, R. Suarez, The effects of holding time in the heating/pouring unit on the metallurgical quality of spheroidal graphite iron, *Int. J. Met.* 17 (2022).
- [2] D. Boldyrev, S. Nefed 'ev, R. Amirov, A. Koldin, Ductile iron with nodular and compact graphite as a rational alternative to malleable cast iron, *E3S Web of Conferences* 389 (2023) 02019.
- [3] L. Ceschini, A. Morri, A. Morri, Effects of casting size on microstructure and mechanical properties of spheroidal and compacted graphite cast irons: Experimental results and comparison with international standards, *J. Mater. Eng. Perform.* 26 (2017) 2583-2592.
- [4] G. F. Geier, W. Bauer, B. J McKay, P. Schumacher, Microstructure transition from lamellar to compacted graphite using different modification agents, *Mater. Sci. Eng. A.* 413 (2005) 339-345.
- [5] ASTM E3205, Standard Test Method for Small Punch Testing of Metallic Materials, ASTM International, West Conshohocken, PA, USA, (2020).
- [6] X. Geng, J. Peng, L. Jiang, X. Liu, Y. Tu, Z. Xue, Experimental study of mechanical properties and fracture modes in different regions of the nickel-based welding joint based on small punch test. *World Weld.* 67 (2023) 637-650.
- [7] Z. Li, Y. Hu, T. Chen, X. Wang, P. Liu, Y. Lu, Microstructural evolution and mechanical behavior of thermally aged cast duplex stainless steel. *Materials* 13 (2020) 5636.
- [8] H. S. Shin, J. Yeo, U.B. Baek, Influence of specimen surface roughness on hydrogen embrittlement induced in austenitic steels during in-situ small punch testing in high-pressure hydrogen environments. *Metals*, 11(10) (2021) 1579.
- [9] E. Lucon, J. Benzing, N. Hrabec, Development and validation of small punch testing at NIST, National Institute of Standards and Technology NISTIR 8303, *Natl. Inst. Stand. Technol. Interag. Intern.* 8303 (2020) 55.
- [10] 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.

FRAGILIZACIÓN POR HIDRÓGENO EN UN ACERO DÚPLEX 2205: EFECTO DEL BANDEADO FERRITA/AUSTENITA

Víctor Arniella*, Marcos Llera, Javier Belzunce, Cristina Rodríguez

Grupo de investigación SIMUMECAMAT, Escuela Politécnica de Ingeniería. Universidad de Oviedo.

Campus Universitario, 33203 Gijón, España

* arniellavictor@uniovi.es

RESUMEN

En este trabajo se estudió el comportamiento a fractura de un acero inoxidable dúplex 2205 bajo carga electroquímica *in-situ* de hidrógeno. Como la microestructura de un acero dúplex se caracteriza por la presencia de bandas de ferrita y austenita, se analizó el efecto de la orientación de las bandas respecto a la dirección de propagación de la grieta. Para ello se utilizaron probetas tipo SENB con grietas orientadas en dos direcciones: en las Probetas-L, la grieta crecía en la misma dirección del bandeo (dirección de laminación), mientras que en las Probetas-N la grieta se orientó en la dirección del espesor de la chapa (perpendicular al bandeo). Tras obtener la cantidad de hidrógeno introducida bajo unas determinadas condiciones de carga gaseosa consideradas realistas, se midió la introducida en varias condiciones de carga electroquímica correspondientes a tres escenarios diferentes: realista, severo y extremadamente severo. Para ello, se utilizaron diferentes tipos de electrolitos (ácido y salino) y diferentes densidades de corriente. Los resultados obtenidos indicaron que la tenacidad a la fractura disminuía al aumentar la densidad de corriente y/o al utilizar un ambiente más agresivo. Respecto al efecto de la dirección del bandeo respecto al de avance de la grieta, los valores de la tenacidad para cada condición ensayada fueron siempre mayores cuando la grieta crecía en dirección perpendicular al bandeo (probetas-N). El estudio detallado de las superficies de fractura reveló la presencia de grietas secundarias debidas a deslaminaciones, que eran especialmente notables en las condiciones más agresivas. El origen y propagación de dichas deslaminaciones fue evaluado a través de análisis EBSD, detectándose que estas deslaminaciones propagan principalmente a través de la intercara ferrita/austenita.

PALABRAS CLAVE: Fragilización por hidrógeno, dúplex 2205, tenacidad a la fractura, carga de hidrógeno *in-situ*, micromecanismo de fallo.

ABSTRACT

Hydrogen embrittlement of a 2205 duplex stainless steel (DSS) was evaluated in this work by means of *in-situ* hydrogen charging fracture toughness tests. As DSS's microstructure is characterized by the presence of ferrite and austenite bands, the influence of its directionality on the steel toughness was also studied. Then, specimens were machined in two directions: longitudinal specimens (L-specimen), where crack growth was parallel to the bands, and along thickness specimens (N-specimens), where crack growth was perpendicular to the bands. Hydrogen content on electrochemically and gaseous pre-charged samples were measured to assess the aggressiveness of the environment. Three environments were evaluated: realistic, severe and highly severe. Different electrolytes were used (acid and saline) as well as different current densities. In both types of specimens, it was observed that toughness decreased with increasing current density or with the use of a more aggressive environment. Regarding band directionality, it was found that toughness increased when the crack growth is perpendicular to the bands (N-specimens). The fracture surface was also evaluated, revealing splits along the band direction in all *in-situ* hydrogen charged tests. Origin and propagation of these splits were studied by EBSD analysis, showing that splits mainly propagated through ferrite/austenite interfaces.

KEYWORDS: hydrogen embrittlement, 2205 duplex stainless steel, fracture toughness, *in-situ* hydrogen charged, failure micromechanisms.

1. INTRODUCCIÓN

En la búsqueda de alternativas a las fuentes de energía convencionales, el hidrógeno destaca como una de las principales candidatas. Su gran versatilidad y disponibilidad, junto a las nulas emisiones de CO₂, son sus grandes valedores [1]. Para que el hidrógeno sea efectivo energéticamente, debe ser utilizado a alta presión por lo que se requieren infraestructuras (tuberías

y recipientes a presión) capaces de resistir estas situaciones. En este contexto, y partiendo de la base de que el material utilizado debe ser necesariamente un acero, se debe prestar especial atención a su susceptibilidad a la fragilización por hidrógeno. La fragilización por hidrógeno se traduce básicamente en la pérdida de propiedades mecánicas, especialmente aquellas relacionadas con la ductilidad/tenacidad [2].

El hidrógeno puede ser introducido en el material en el proceso de fabricación (hidrógeno interno) o, ya en servicio, a través de una fuente externa ya sea electroquímica o gaseosa [3]. Una vez dentro del material, el hidrógeno difunde a través de la microestructura del acero pudiendo quedar atrapado en lugares específicos, como juntas de grano, dislocaciones y/o intercaras, denominados trampas [4], y que serán responsables, en mayor o menor medida, de la cantidad de hidrógeno disponible para que el mecanismo de fragilización sea más o menos severo [5].

El acero inoxidable dúplex 2205 (DSS2205), con contenidos aproximadamente iguales de ferrita y austenita, combina las mejores cualidades de ambas familias, ferríticos y austeníticos, siendo así un candidato atractivo para su uso en la contención y/o transporte de hidrógeno. En este trabajo se analiza el comportamiento a fractura de uno de estos aceros, bajo condiciones de carga electroquímica de hidrógeno *in-situ* y se determina el mecanismo de fractura responsable del fallo [6,7]. Además, debido a la característica microestructura bandeada de las dos fases constitutivas, se estudió el efecto de la dirección de las bandas respecto a la del crecimiento de la grieta en el mecanismo de fragilización por hidrógeno del acero 2205.

2. MATERIAL Y METODOLOGÍA

2.1. Material

Se utilizó una chapa de acero inoxidable dúplex 2205 suministrada por la Acerinox Europa SAU (Algeciras, España). La composición química del acero se muestra en la tabla 1. El acero fue laminado en caliente y posteriormente recocido a 1080°C y enfriado en agua, obteniéndose una chapa con un espesor final de 10 mm.

Tabla 1. Composición química DSS2205 (% peso)

%C	%Mn	%Si	%P	%S	%Cr	%Ni
0.025	1.38	0.372	0.018	0.001	22.67	5.43
%N	%Mo	%Nb	%V	%Ti	%Al	%Cu
0.17	3.48	0.016	0.13	0.027	0.007	0.17

2.2. Carga de hidrógeno gaseosa y electroquímica

Con objeto de conocer la cantidad de hidrógeno presente en el acero bajo condiciones de servicio realistas, se precargaron muestras de 10x10x1 mm en un reactor de hidrógeno a una temperatura de 40°C y 19 MPa de presión durante 24 horas, siguiendo la norma ISO 17081 [8]. Una vez terminada la carga, las muestras se sumergieron en nitrógeno líquido para prevenir pérdidas de hidrógeno hasta el momento de la medida. Por otro lado, se hicieron también precargas electroquímicas utilizando dos electrolitos diferentes: uno ácido (1M H₂SO₄ + 0.25 g/L As₂O₃) y otro salino (3.5 % NaCl). Además, también se utilizaron diferentes densidades de

corriente (0.02, 0.05, 0.1 y 0.5 mA/cm²). El objetivo de estas cargas fue establecer una relación entre la condición de carga y la concentración de hidrógeno y así simular la precarga gaseosa y explorar condiciones más agresivas.

Tras las precargas, se midió el contenido de hidrógeno en un analizador LECO DH630. Las medidas se obtuvieron manteniendo la muestra a 1100°C durante 5 minutos.

2.3. Ensayos de fractura con carga de hidrógeno *in-situ*

La fragilización por hidrógeno del acero se analizó comparando los valores de la tenacidad a la fractura en ambiente normal de laboratorio (aire) con los obtenidos bajo carga electroquímica de hidrógeno *in-situ*. Para ello se utilizaron probetas SENB que fueron preagrietadas por fatiga hasta alcanzar una ratio $a/W = 0.5$. Una vez preagrietadas, se procedió al mecanizado de dos entallas laterales de 1 mm de profundidad. La figura 1 muestra, la geometría general de las probetas utilizadas. En esta figura también se muestra, esquemáticamente, el dispositivo utilizado para la realización de los ensayos *in-situ*, que se montó en una máquina universal de ensayos MTS de 100 kN de capacidad de carga. Para los ensayos realizados al aire se utilizó una velocidad de 1 mm/min, mientras que en los ensayos en ambiente de hidrógeno, a sabiendas del efecto de este parámetro en la fragilización, la velocidad utilizada fue 100 veces más lenta, 0.01 mm/min.

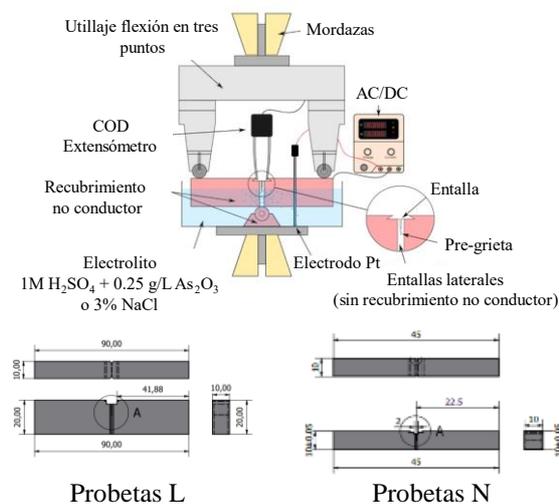


Figura 1. Utillaje de los ensayos de fractura y geometrías de las probetas SENB.

Durante el ensayo de fractura se registraron los valores de carga (P), desplazamiento del punto de carga (LLD) y apertura de la boca de la grieta (COD). Utilizando el método de la flexibilidad, se calculó el valor de la tenacidad J_i y del crecimiento de la grieta, Δa_i , en cada descarga, lo que permite obtener una curva J-R completa con cada probeta ensayada. Una vez ajustadas las curvas J-R, se calculó el valor de J para el inicio del crecimiento estable de la grieta, correspondiente a un crecimiento real de grieta de 0.2 mm, $J_{0.2}$.

La fragilización por hidrógeno se evaluó a través del índice de fragilización (IFH), utilizando la expresión (1).

$$IF [\%] = \frac{J_{0.2} - J_{0.2H}}{J_{0.2}} \times 100 \quad (1)$$

Donde $J_{0.2}$ y $J_{0.2H}$, son, respectivamente, los valores de J en el inicio del crecimiento de la grieta en ensayos realizados al aire y bajo condiciones de carga de hidrógeno *in-situ*.

2.4. Microestructura y análisis de fractura

Se observó la microestructura del acero en un microscopio óptico. Para ello, se preparó metalográficamente la muestra de acero con papel abrasivo de SiC y puliéndola con pasta de diamante de 6 y 1 μm . Una vez pulidas, se procedió a un ataque electroquímico de las muestras con 56 g/100mL KOH a un potencial de 2 V durante 3 segundos.

En cuanto al análisis fractográfico, todas las superficies de fractura se observaron en un microscopio electrónico de barrido (JEOL-JSM5600) a un voltaje de 20 kV. Además, en algunas de las muestras se realizó un análisis microestructural más exhaustivo, utilizando un microscopio electrónico de barrido Quanta FEG 450 al que se le acopló un analizador EBSD. Los datos del análisis EBSD se obtuvieron a una distancia de trabajo de 16 mm y un ángulo de 70° .

3. RESULTADOS

3.1. Microestructura

La figura 2 recoge la microestructura del acero DSS2205 obtenida en una sección perpendicular a la dirección de laminación (Figura 2.a) y a la dirección transversal (Figura 2.b). Las fracciones volumétricas de cada fase, calculadas manualmente, fueron 54% ferrita (fase matriz) y 46% austenita (fase dispersa). Como puede observarse, las bandas de ferrita y austenita se orientan en la dirección longitudinal y muestran un espesor, en la dirección del espesor de la chapa de unos 10 μm .

3.2. Contenido de hidrógeno

En un estudio previo, Arniella et al. [7], a través de un análisis por elementos finitos, habían obtenido que la saturación completa de las probetas de DSS2205 de 1 mm de espesor se alcanza tras 40 días de carga. En nuestro caso, las cargas gaseosas y electroquímicas fueron solo de 24 horas, por lo que en ningún caso se alcanzó la saturación.

La tabla 2 recoge los valores medios de la concentración de hidrógeno obtenidos tras aplicar las diferentes condiciones de carga. Como puede observarse, la cantidad de hidrógeno introducido utilizando el medio salino y una densidad de corriente de 0.02 mA/cm^2 , aunque ligeramente superior, puede considerarse

semejante a la introducida por carga gaseosa en unas condiciones de servicio realistas. Además, utilizando el mismo tipo de electrolito, conforme crece la densidad de corriente aplicada también lo hace la concentración de hidrógeno introducida, lo que representarían escenarios de trabajo ligeramente más agresivos. Con el electrolito ácido se llega a conseguir concentraciones de casi 25 ppm, lo que representaría unas condiciones de trabajo extremadamente exigentes.

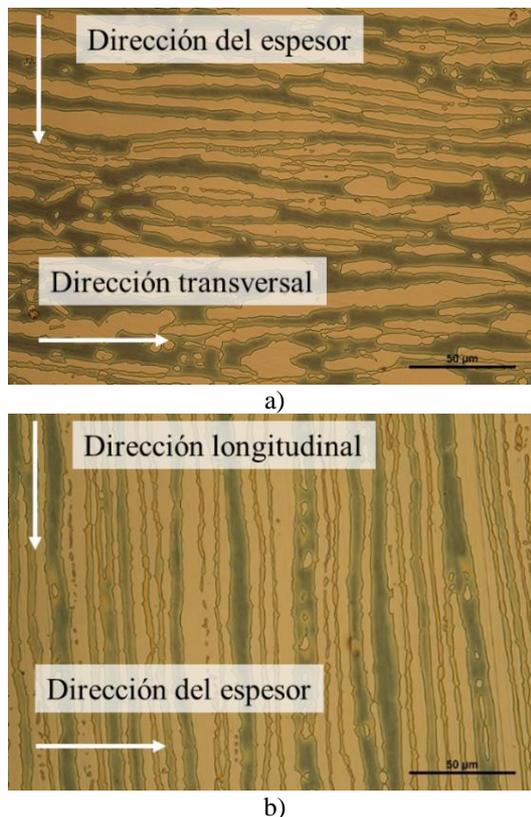


Figura 2. Microestructura DSS2205: a) plano S-T, b) plano L-S.

Tabla 2. Contenido de hidrógeno después de 24 horas de carga de hidrógeno en ausencia de tensión

Condición de carga de hidrógeno	ppm H
Gaseosa 19 MPa 40°C	1.1±0.2
Electroquímica, 3.5% NaCl $i=0.02 \text{ mA}/\text{cm}^2$	2.9±0.04
Electroquímica, 3.5% NaCl $i=0.05 \text{ mA}/\text{cm}^2$	4.5±1.3
Electroquímica, 3% NaCl $i=0.1 \text{ mA}/\text{cm}^2$	6.1±0.7
Electroquímica 1M H ₂ SO ₄ + 0.25 g/L As ₂ O ₃ $i=0.5 \text{ mA}/\text{cm}^2$	24.2±4.1

Por su parte, a través de los resultados obtenidos con el electrolito salino, se pudo establecer una correlación entre contenido de hidrógeno (C_H) y la densidad de corriente aplicada (j), que se recoge en la ecuación (2). Con la ayuda de esta correlación se puede estimar la

concentración de hidrógeno media en el acero para cualquier densidad de corriente en el electrolito salino.

$$C_H = 17.97 \cdot j^{1/2} + 0.4031 \quad (2)$$

3.3. Tenacidad a la fractura

Como ya se comentó anteriormente, el estudio del efecto del hidrógeno en la tenacidad a la fractura de este acero se planteó utilizando dos orientaciones de grieta diferentes, de modo que fuese posible analizar el efecto de la posición de las bandas de austenita/ferrita respecto a la dirección del crecimiento de las grietas.

3.3.1. Probetas L

En las probetas L, la dirección del crecimiento de la grieta coincidía con la de laminación, es decir, la grieta crecía paralelamente a las bandas de austenita/ferrita. La figura 3 muestra las curvas J-R obtenidas con estas probetas bajo las distintas condiciones de ensayo. Aunque al menos se han ensayado dos probetas en cada condición, sólo se ha representado una curva representativa de cada condición de carga. Por su parte, la tabla 3 recoge los valores medios de la tenacidad a la fractura obtenidos, así como los índices de fragilización correspondientes. Asimismo, se muestran los valores de concentración de hidrógeno en cada caso: los correspondiente al medio salino se estimaron a través de la ecuación (2).

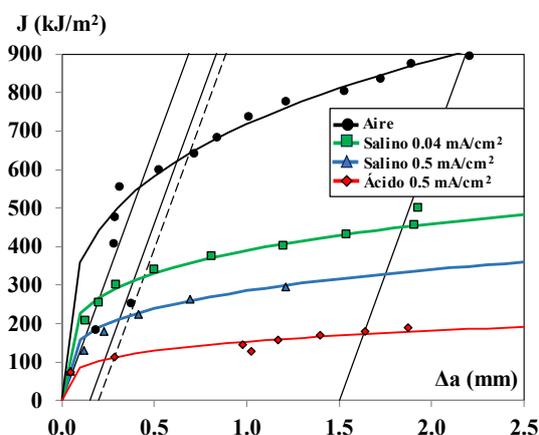


Figura 3. Curvas J-R para probetas L bajo diferentes condiciones de ensayo.

La tenacidad a la fractura de estas probetas, en los ensayos al aire fue de 638 kJ/m², valor que cae drásticamente cuando el ensayo se realiza en condiciones de carga de hidrógeno *in-situ*, siendo la fragilización cada vez más importante conforme la concentración de hidrógeno aumenta. Así en el medio salino se alcanzaron índices de fragilización del 48% y del 65% con densidades de corriente de 0.04 mA/cm² y 0.5 mA/cm², mientras que la fragilización superó el 82% cuando se utilizó el electrolito más agresivo (ácido, 0.5 mA/cm²).

Tabla 3. Tenacidad a la fractura. Probetas L.

Condición	C _H (ppm)	J _{0.2} (kJ/m ²)	IF _{J0.2} (%)
Aire	0	636±8	---
Salino, j = 0.04 mA/cm ²	4	330±2	48.1
Salino, j = 0.5 mA/cm ²	13	220±7	65.4
Ácido, j = 0.5 mA/cm ²	24	113±11	82.2

3.3.2. Probetas N

La figura 4 muestra las curvas J-R obtenidas con esta geometría de probeta bajo las diferentes condiciones de ensayo. Por su parte, los valores de J_{0.2} se recogen en la tabla 4. La orientación de las bandas de austenita/ferrita en este tipo de probeta es perpendicular al avance de la grieta, lo que dificulta su crecimiento y proporciona valores de tenacidad al aire mayores que en el caso anterior. En la condición de carga de hidrógeno menos agresiva (salino, 0.04 mA/cm²), la tenacidad baja solo muy ligeramente. No obstante, cuando la densidad de corriente utilizada en el medio salino es mayor, el índice de fragilización supera el 70% y casi llega a alcanzar el 80% cuando se utiliza el electrolito ácido.

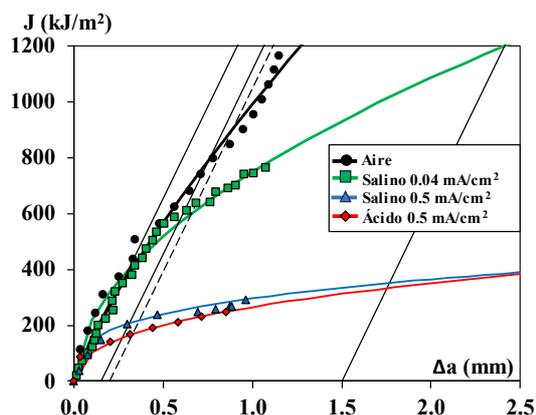


Figura 4. Curvas J-R para probetas N bajo diferentes condiciones de ensayo.

Tabla 4. Tenacidad a la fractura. Probetas N.

Condición	J _{0.2} (kJ/m ²)	IF _{J0.2} (%)
Aire, 1 mm/min	900±18	---
Salino, i = 0.04 mA/cm ²	628±40	30
Salino, i = 0.5 mA/cm ²	224±9	75
Ácido, i = 0.5 mA/cm ²	184±20	79

3.4. Análisis fractográfico

Las figuras 5 y 6 recogen imágenes SEM de las superficies de fractura de las probetas L y N tras los ensayos. En ambas figuras se representa, mediante una flecha amarilla, la dirección de crecimiento de la grieta y con flechas blancas las deslaminaciones observadas.

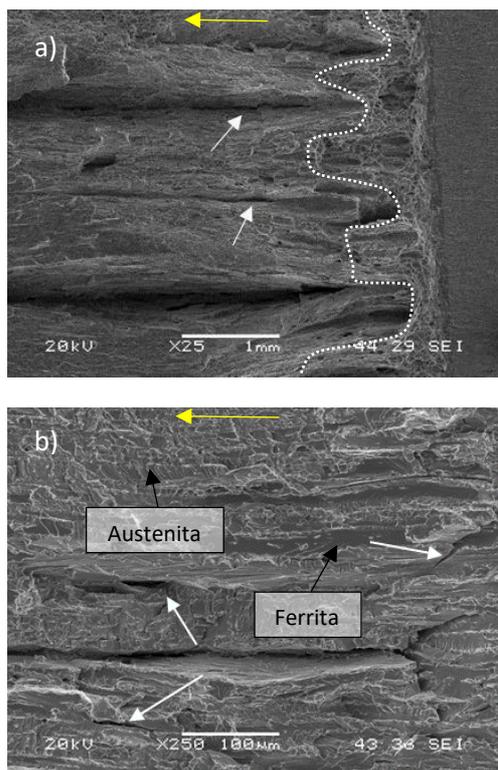


Figura 5. Probetas L en a) medio salino, b) ácido

En las probetas L ensayadas al aire se observó un mecanismo de fractura totalmente dúctil caracterizado por la coalescencia de microhuecos, si bien se observaba la presencia de alguna deslaminación aislada centrada en el espesor de la probeta. Cuando los ensayos se realizaron en ambiente de hidrógeno (Figura 5), la presencia de estas deslaminaciones, en la dirección longitudinal, era mucho más notable, distribuyéndose por todo el espesor de la probeta. La presencia de hidrógeno también se visualizó en el micromecanismo de fractura, que paso a ser mayoritariamente frágil. En el caso de la probeta ensayada bajo la condición de hidrógeno menos severa (Figura 5.a, salino, 0.04 mA/cm^2) se puede observar, delimitada por una línea blanca punteada, una primera zona donde se aprecia un micromecanismo dúctil, que pasa a ser frágil más adelante. Esta primera zona dúctil ya no se observó en las probetas ensayadas bajo condiciones más severas, en las que el micromecanismo de fallo operativo era ya frágil desde el principio. Tal y como se puede ver en la Figura 5.b) (medio ácido), este mecanismo de fallo permite diferenciar con claridad las dos fases presentes: clivaje en la ferrita, caracterizado por superficies planas y zonas más rugosas, que denotan una cierta plasticidad, que corresponden a la austenita.

En cuanto a las probetas N (Figura 6), en la probeta ensayada al aire, tras la zona estirada, apenas se observó crecimiento de grieta, sin embargo, se aprecia la existencia de una deslaminación, que se

extendía en un plano perpendicular al de avance de la grieta (Figura 6.a). Por otro lado, en los ensayos con carga de hidrógeno *in-situ*, la deslaminación antes del inicio del crecimiento de la grieta era aún más evidente, no obstante, en estos casos, la condición de ensayo era lo suficientemente agresiva como para que la grieta principal creciese mediante un micromecanismo de fractura frágil, similar al observado en la Figura 5.b) (Figura 6)).

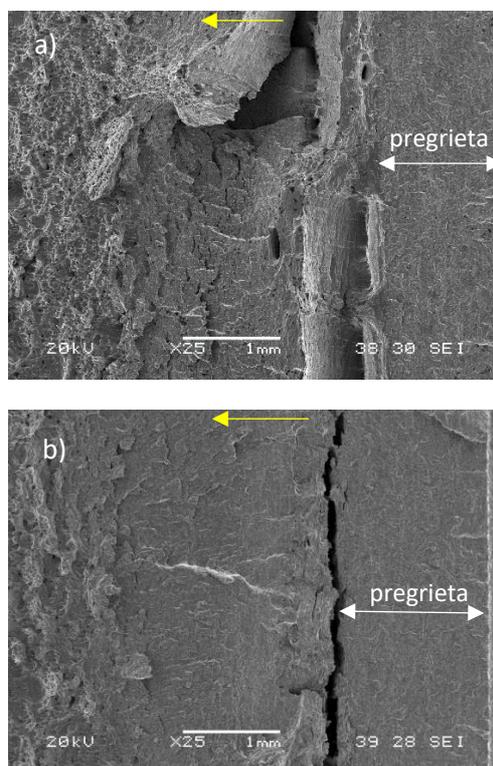


Figura 6. Probeta N en medio: a) aire, b) ácido.

La aparición y propagación de las deslaminaciones se estudió a través de análisis EBSD, observándose que éstas se originaban y crecían mayoritariamente a lo largo de las intercaras ferrita/austenita. En la figura 7 se muestra una de estas deslaminaciones (ferrita en rojo y austenita en verde).

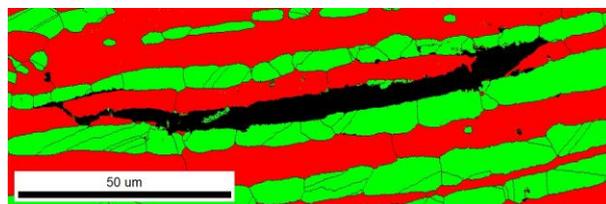


Figura 7. Propagación de una deslaminación en la probeta L, medio ácido, 0.5 mA/cm^2 .

4. DISCUSIÓN

Además de estudiar el efecto del hidrógeno en la tenacidad a la fractura del acero dúplex 2205, otro de los objetivos del trabajo era estudiar la influencia de la orientación de las bandas de ferrita/austenita en la fragilización. Se ha observado que, en todos los

escenarios evaluados, los valores $J_{0.2}$ fueron mayores en el caso de las probetas N. Este comportamiento se puede explicar desde dos puntos de vista. Por un lado, las deslaminaciones presentes en las probetas N actúan como barreras al crecimiento de la grieta, del mismo modo que ocurre en los materiales anisótropos. Por otro lado, considerando la entrada de hidrógeno, en las probetas N, como las bandas de ferrita/austenita están orientadas perpendicularmente a la entrada de hidrógeno, la difusión del mismo, preferentemente por la ferrita (recuérdese que el coeficiente de difusión del hidrógeno es varios órdenes de magnitud inferior en la austenita), es mucho más tortuoso que en las probetas L, hecho éste que retarda significativamente la difusión (figura 8). Además, durante el ensayo, las fuertes acumulaciones de hidrógeno en las intercaras entre ambas fases promueven la aparición de las deslaminaciones ya mencionadas. En las probetas N, debido a que la difusión es más lenta, estas deslaminaciones ocurren cerca o inmediatamente después de la pre-grieta, entorpeciendo el inicio del crecimiento de la grieta.

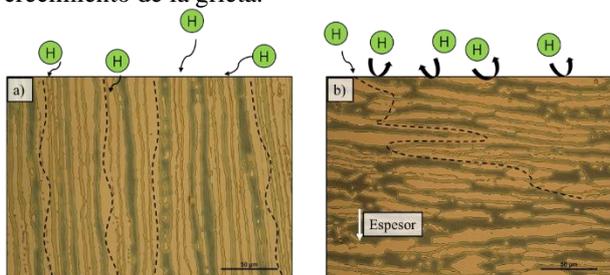


Figura 8. Esquema de la difusión de hidrógeno en, a) probetas L y b) probetas N (camino de difusión)

5. CONCLUSIONES

El comportamiento en un ambiente de hidrógeno del acero inoxidable dúplex 2205 se evaluó a través de ensayos de tenacidad a la fractura con carga electroquímica de hidrógeno *in-situ*. Las conclusiones extraídas del trabajo son las siguientes:

La fragilización medida mediante el parámetro $J_{0.2}$ aumenta conforme lo hace la agresividad del medio, llegando a obtenerse un índice de fragilización superior al 80% con el medio más agresivo cuando la grieta crece en la dirección de laminación.

Mientras que el mecanismo de fallo observado en los ensayos realizados al aire es dúctil, en los ensayos con carga de hidrógeno *in-situ* aparece un mecanismo frágil en el que la ferrita se rompe por clivaje, dando lugar a superficies planas, mientras que la austenita exhibe una superficie rugosa, indicando una cierta plasticidad antes del fallo.

Resulta evidente que el hidrógeno se acumula en las intercaras ferrita/austenita, provocando la fractura de aquellas y dando lugar a la aparición de deslaminaciones.

El carácter anisótropo del acero dúplex proporciona valores de la tenacidad a la fractura significativamente diferentes en función de la dirección de crecimiento de la grieta. En este sentido, cuando la grieta crece en la dirección del espesor de la chapa se encuentra en su avance con bandas de austenita perpendiculares, lo que incrementa la tenacidad del acero, en virtud de las deslaminaciones y del mucho más tortuoso camino del hidrógeno a su través.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecer al Ministerio de Ciencia, Innovación y Universidades por la financiación recibida a través de los proyectos RTI2018-096070-B-C31 y PID2021-124768OB-C22 y por la beca FPI recibida por Víctor Arniella PRE2019-088533. A los Servicios Científico Técnicos de la Universidad de Oviedo por el uso del microscopio electrónico de barrido.

REFERENCIAS

- [1] *Hydrogen Roadmap Europe Report* (2019).
- [2] J. P. Hirth, *Effects of Hydrogen on the Properties of Iron and Steel*, 11 (1980).
- [3] B. N. Popov, J. Lee, and M. B. Djukic, *Hydrogen Permeation and Hydrogen-Induced Cracking*, Third Edit. Elsevier Inc., (2018).
- [4] R. Silverstein, D. Eliezer, B. Glam, S. Eliezer, and D. Moreno, *Evaluation of hydrogen trapping mechanisms during performance of different hydrogen fugacity in a lean duplex stainless Steel*, *J. Alloys. Compd.*, 648 (2015) 601–608.
- [5] M. B. Djukic, G. M. Bakic, V. Sijacki Zeravcic, A. Sedmak, and B. Rajicic, *The synergistic action and interplay of hydrogen embrittlement mechanisms in steels and iron: Localized plasticity and decohesion*, *Eng. Fract. Mech.*, 216 (2019).
- [6] L. Claeys, I. De Graeve, T. Depover, and K. Verbeken, *Hydrogen-assisted cracking in 2205 duplex stainless steel: Initiation, propagation and interaction with deformation-induced martensite*, *Materials Science and Engineering: A*, 797 (2020) 140079.
- [7] V. Arniella, G. Álvarez, J. Belzunce, and C. Rodríguez, *Hydrogen embrittlement of 2205 duplex stainless steel in in-situ tensile tests*, *Theoretical and Applied Fracture Mechanics*, 124 (2023)
- [8] British standards, “*BS EN ISO 17081:2008-Method of measurement of hydrogen permeation and determination of hydrogen uptake and transport in metals by an electrochemical technique*, (2014) 1–16.

MODELLING THE EFFECT OF NON-METALLIC INCLUSIONS ON DUCTILE DAMAGE IN COLD-DRAWN PEARLITIC STEEL WIRES: A QUALITATIVE APPROACH

J.R. Páez^{1,2*}, J.M. Martínez-Esnaola^{1,2}, J. Alkorta^{1,2}

¹ CEIT-Basque Research and Technology Alliance (BRTA), Manuel Lardizabal 15, Donostia - San Sebastian, 20018, Spain

² Universidad de Navarra, Tecnun, Manuel Lardizabal 13, Donostia - San Sebastian, 20018, Spain

* Persona de contacto: jrpaez@ceit.es

RESUMEN

La presencia de inclusiones no metálicas en los alambres de acero perlítico puede ser un factor importante que contribuya a fallos dúctiles prematuros durante el proceso de trefilado. Por lo tanto, es crucial comprender en profundidad el efecto de dichas inclusiones en la tasa de generación de daño dúctil durante este proceso de conformado en frío. Para ello, se han realizado simulaciones de elementos finitos con modelos axisimétricos 2D de un trefilado de alambre de una sola pasada. Las simulaciones consideran una gama de formas y tamaños de inclusión de Al_2O_3 . La evolución del daño se ha modelizado mediante un modelo de Lemaitre modificado de acuerdo al enfoque de la Mecánica de Daño Continuo acoplado a un modelo constitutivo elastoplástico basado en la microestructura de la perlita. Los resultados numéricos demuestran la relevancia de las diferentes variables consideradas en la tasa de generación de daño, siendo las inclusiones con formas elipsoidales de orientación axial las que causan el daño más severo en el centro del alambre.

PALABRAS CLAVE: Perlita; Inclusiones no metálicas; Daño dúctil; Trefilado de alambres; Análisis de elementos finitos

ABSTRACT

The presence of non-metallic inclusions in pearlitic steel wires can be a major factor contributing to premature ductile failures during the drawing process. Therefore, an in-depth understanding of the effect of such inclusions on the rate of ductile damage generation during this cold forming process becomes of paramount importance. For this purpose, 2D axisymmetric finite element simulations of a single-pass wire drawing have been performed. The simulations encompass a range of shapes and sizes of Al_2O_3 inclusions. Damage evolution has been simulated through a modified Lemaitre's model within Continuum Damage Mechanics coupled to a microstructure-based elastoplastic constitutive model for pearlite. Numerical results show the effect of the considered variables on the damage generation rate, with the inclusions featuring axial-oriented ellipsoid shapes causing the most severe damage to the wire core.

KEYWORDS: Pearlite; Non-metallic inclusions; Ductile damage; Wire drawing; Finite Element analysis

1. INTRODUCTION

Pearlitic steel wires stand out for their high strength combined with relative ductility. These properties make these products one of the most in-demand alternatives for structural applications such as suspension bridge cables or tire wires. The outstanding mechanical strength exhibited is a result of the various hardening mechanisms occurring in the microstructure during the cold-drawing process.

The final quality of the product will be determined by both the initial quality of the starting material and the configuration of the drawing series. In particular, the presence of non-metallic inclusions within the steel matrix can result in products failing to meet minimum quality standards or even causing premature fractures of the wires during the manufacturing process. Several

studies have indeed highlighted the significant role of non-metallic inclusions in most wire drawing breakages (e.g., [1–3]). For instance, during his experimental campaign, Yilmaz [3] observed that non-metallic inclusions were fully or partially responsible for 81% of the failure cases.

Experimental studies have yielded valuable insights by characterizing the different nature of non-metallic inclusions (e.g., [4]) and their evolution during cold drawing of pearlitic steels (e.g., [5–7]). However, it remains experimentally difficult to quantitatively relate the presence of inclusions to wire fracture.

To address this, numerical modelling through finite element simulations has emerged as a promising alternative. For instance, Zhang et al. [8] performed 2D and 3D simulations of a single-pass wire drawing series

with both rectangular, spherical and elliptical inclusions. In this study, the authors employed a phenomenological elastoplastic model for the steel and a simplified failure criterion for damage modelling. They concluded that elliptical axial inclusions located at the wire core exhibit a higher probability of failure. Ji et al. [9] studied the effect of inclusions with different sizes on the damage evolution in a wire subjected to a multi-pass drawing series. For this purpose, the authors used a phenomenological elastoplastic model for steel and a Cockcroft and Latham's failure criterion for damage [10]. Their analysis demonstrated that larger inclusions pose a higher risk of ductile fracture of the wire around the inclusion. On the other hand, Ma et al. [11] carried out multi-pass wire drawing simulations with cylindrical inclusions of different sizes in the wire core. For the steel, the authors employed a Gurson–Tvergaard–Needleman (GTN) model in which damage is related to the plastic deformation of the matrix material. They observed that the increasing size of the inclusion has a greater impact in the first two drawing passes, with a diminishing effect thereafter.

According to the aforementioned studies, the correlation between non-metallic inclusions and fracture of pearlitic steel wires during drawing remains a challenging aspect not fully understood. In this study, finite element simulations of a single-pass drawing series with different sizes and shapes of Al_2O_3 inclusions in the wire core are presented. For the elastoplastic behaviour, and adaptation of the microstructure-based pearlitic model reported in [12,13] has been implemented together with a modified Lemaitre's model within Continuum Damage Mechanics (CDM) approach based on the works from [14] and [15].

In the following section, an overview of the above models is provided. Then, a detailed description of the setup for the single-pass drawing finite element simulations is addressed. And finally, the numerical results are shown and discussed in terms of damage and stress evolution in the wire.

2. MATERIAL MODEL

2.1. Elastoplastic model

In order to assess the influence of inclusions in the damage evolution during wire drawing, it is essential to accurately reproduce the evolution of stresses around them. For this purpose, the microstructure-based model for pearlite from [12,13] offers an in-depth description of the strengthening mechanisms occurring at the mesoscopic scale (for detailed information on the model formulation the reader is referred to [12]). However, since this model addresses the stress state of a single colony at each material's point, its validity is limited to mesoscopic scales. Therefore, it is necessary to adapt the model to ensure its applicability to macroscopic scales, such as those encountered in wire drawing simulations.

Consequently, a homogenisation procedure based on a multi-colony approach has been implemented.

2.1.1. Multi-colony homogenisation procedure

This approach consists of calculating the stress state of 21 representative colonies at each integration point. The orientation and effective weight of each of these colonies in the undeformed state are selected according to the 42-point integration scheme over a sphere from Bažant and Oh [16]. This scheme achieves an isotropic response similar to that observed experimentally in a patented state, in which the colonies are randomly oriented. The distribution of the selected points together with their associated weights are depicted in Figure 1, where only an octant of the sphere is shown. When dealing with the colony aggregate, only 21 points are used, as the inverted orientations in the opposite hemisphere correspond, in fact, to the same colony.

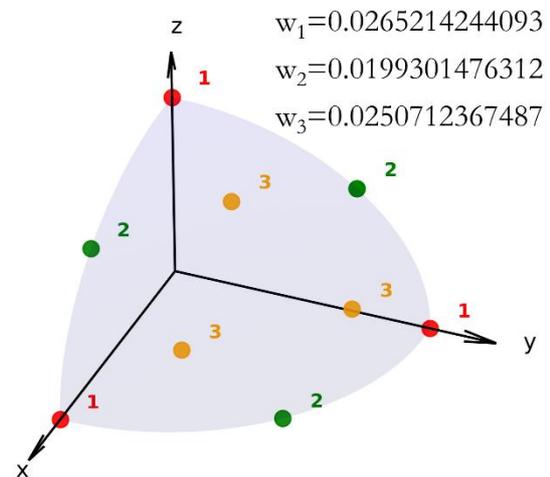


Figure 1. Point distribution and associated weights in an octant of a unit sphere in the 42-point integration scheme from Bažant and Oh (adapted from [16]).

In addition, at each time increment, every colony in the representative aggregate is assumed to undergo the same strain. In this sense, a Taylor-like iso-strain approach is followed [17]. Thus, the orientation of each colony is given according to the following expression,

$$\mathbf{n}_k = \frac{\mathbf{F}^{-T} \mathbf{n}_{k,0}}{\|\mathbf{F}^{-T} \mathbf{n}_{k,0}\|} \quad (1)$$

and the interlamellar spacing,

$$s_k = \frac{s_{k,0}}{\det(\mathbf{F}) \|\mathbf{F}^{-T} \mathbf{n}_{k,0}\|} \quad (2)$$

with $k = 1, 2, \dots, 21$ being the colony index, \mathbf{F} the deformation gradient, $\mathbf{n}_{k,0}$ the initial unit vector normal

to the colony and $s_{k,0}$ the initial interlamellar spacing of the colony.

The initial weights of the colonies have to be updated accordingly. Note that in Bažant's approach, the weights represent the effective surface associated to a given direction. Therefore, as the deformation evolves the effective surface evolves according to the deformation gradient \mathbf{F} as follows,

$$\bar{w}_k = w_{k,0} \det(\mathbf{F}) \|\mathbf{F}^{-T} \mathbf{n}_{k,0}\| \quad (3)$$

After deformation, the new weights \bar{w} have to be renormalized (note that after applying a certain deformation to a sphere the resulting ellipsoid's surface changes),

$$w_k = \frac{\bar{w}_k}{\sum_{k=1}^{21} \bar{w}_k} \quad (4)$$

Finally, once the weights, orientations and interlamellar spacings are determined, the stress tensor for each representative colony is derived and the overall stress state is determined as follows,

$$\langle \sigma_{ij} \rangle = \sum_{k=1}^{21} w_k \sigma_{ij}(s_k, \mathbf{n}_k) \quad (5)$$

The homogenized model has been implemented through Abaqus user subroutines UMAT and VUMAT to be used in finite element simulations.

2.2. Damage model

In this study, the development of ductile damage within the steel matrix, as microvoids and microcracks, is modelled through a modified Lemaitre's model that integrates the developments proposed in [14] for the damage evolution law and in [15] for the microdefect closure effect.

Cao's damage evolution law from [14] accounts for the impact of the third stress invariant via the Lode angle parameter $\bar{\theta}$,

$$\dot{D} = \left(\frac{Y}{S}\right)^s \dot{\epsilon}_p \frac{1}{\alpha_1 + \alpha_2 \bar{\theta}^2} \quad (6)$$

with Y being the energy density release rate, $\dot{\epsilon}_p$ being the plastic strain rate and S , s , α_1 and α_2 being material parameters, with $\alpha_2 = 1 - \alpha_1$.

Lode angle parameter $\bar{\theta}$ has been experimentally demonstrated to be significant, particularly under conditions of low stress triaxiality η such as those typically encountered in wire drawing [18,19]. Stress

triaxiality is defined as the ratio of the hydrostatic stress to the von Mises equivalent stress,

$$\eta = \frac{\sigma_H}{\sigma_{VM}} \quad (7)$$

On the other hand, the microdefect closure effect under compressive stresses is accounted for through the microdefect closure parameter h acting in the effective stress $\bar{\sigma}$ as,

$$\bar{\sigma}_{ij} = \frac{\sigma_{ij}}{1 - hD} \quad (8)$$

with the microdefect closure parameter h being dependent on the stress triaxiality η as in [15],

$$h(\eta) = \frac{1}{1 + \exp(-\lambda\eta)} \quad (9)$$

where λ is a fitting parameter.

This solution has been proved to enhance both the prediction capabilities under compressive stresses and to be computationally more efficient [15].

The damage model has been coupled to the elastoplastic model and incorporated into the Abaqus subroutines UMAT and VUMAT to be used in finite element simulations.

3. FINITE ELEMENT SIMULATION SETUP

A single-pass drawing simulation in Abaqus has been used to address the analysis. The selected case study involves reducing the diameter of a wire from 5.5 mm to 4.85 mm, resulting in a 12% reduction in area with a semi-die angle of 6°.

For this purpose, the submodelling technique has been applied. The procedure was as follows: First, a global model accounting for the whole configuration wire-die was constructed without the presence of any inclusion. Then, different submodels were defined taking only a small portion of the wire core and applying the boundary conditions from the global model. In each of these submodels, different kinds of inclusions, in terms of size and shape, were added in order to assess their effect on material's degradation.

Figure 2 shows the aspect of both the global model and the different submodels used in the inclusion size study. In both cases, axisymmetric models with four-node axisymmetric elements with reduced integration (CAX4R, in Abaqus nomenclature) were employed. For the global model a coarse mesh of 1200 elements was used, whereas fine meshes comprising approximately 7000 elements were employed for the submodels. The finer mesh resolution was essential to capture detailed information regarding the formation of damage around

the inclusions. For the die, an ideally rigid analytical surface with a friction coefficient of 0.03 was adopted.

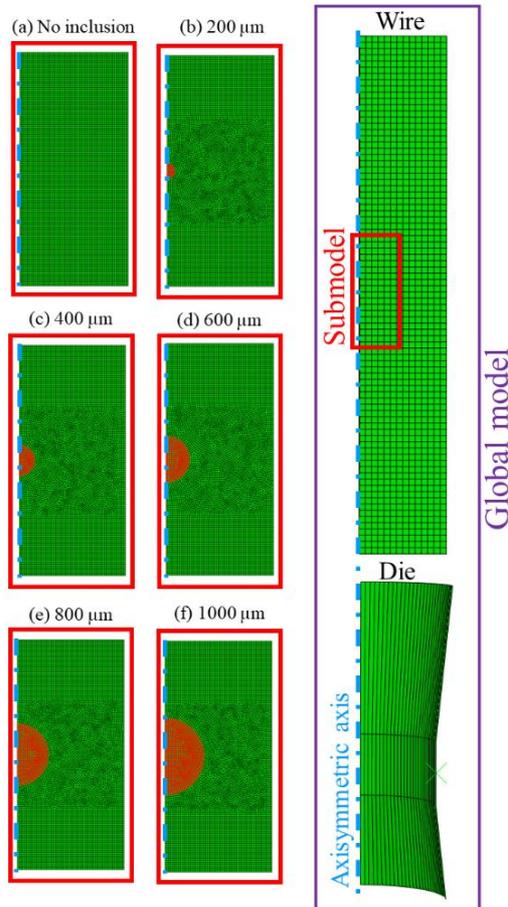


Figure 2. Single-pass wire drawing simulation setup. The different submodels used in the inclusion size study are shown from (a) to (f).

For the shape study, spherical and ellipsoidal inclusions as those depicted in Figure 3 were employed. For a more meaningful comparison, the volume of all inclusions was maintained, 0.033 mm³.

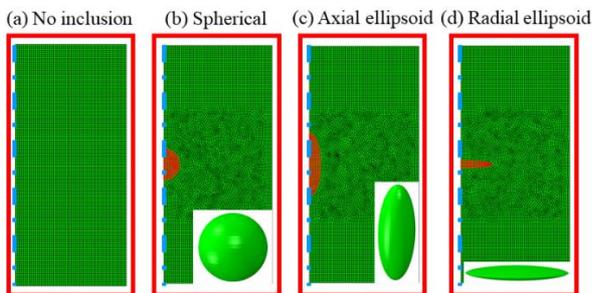


Figure 3. Submodels used in the inclusion shape study.

Given that the present study aims to provide a qualitative comparison of the effect of inclusions, the parameters of the damage model were selected to generate sufficient damage during the single-pass wire drawing series. These parameters are gathered in Table 1.

Table 1. Parameters of damage model.

Parameter	Symbol	Value
Damage evolution denominator	S	35 MPa
Damage evolution exponent	s	1
Lode function parameter	α_1	0.35
Damage threshold	D_{th}	0.1
Critical damage to fracture	D_c	0.9
Coefficient in microdefect closure parameter	λ	12

In regard to inclusions, they were assumed to be Al₂O₃ with elastic properties as those listed in Table 2.

Table 2. Inclusion material properties.

Material	Elastic modulus	Poisson ratio
Al ₂ O ₃	402 GPa	0.223

4. RESULTS AND DISCUSSION

Figure 4 depicts colour maps illustrating the distribution of the damage variable after single-pass wire drawing simulations with varying spherical inclusion sizes. As can be seen in this figure, the alumina inclusions act as critical points of stress concentration, resulting in maximum degradation around these areas. In addition, the pattern of damage accumulation around these features exhibits a consistent trend regardless of their size, with the most severe damage observed at the front and back ends. However, as the size of the inclusion increases, the affected area expands accordingly, ultimately resulting in the most significant damage being observed in the largest inclusions. Figure 5 shows the evolution of the maximum damage reached with each inclusion size.

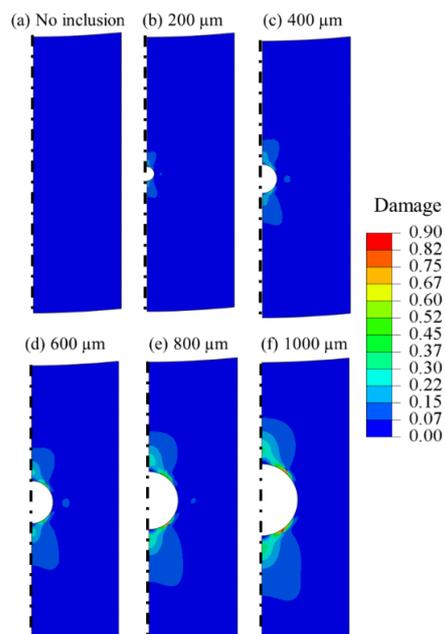


Figure 4. Damage distribution colour maps after single-pass drawing simulations with different spherical inclusion sizes.

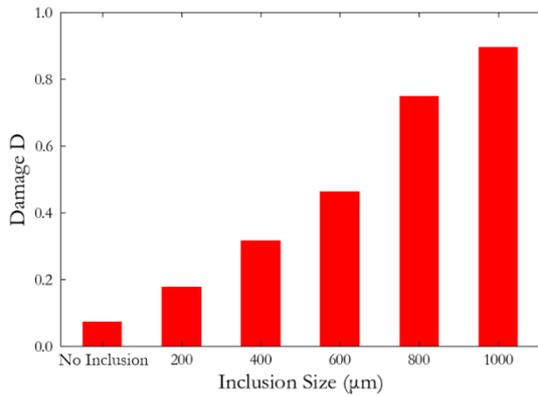


Figure 5. Maximum damage reached with different inclusion sizes.

In relation to the study on the shape of inclusions, Figure 6 shows colour maps illustrating the distribution of damage for three types of inclusions at the wire core: sphere, axial ellipsoid and radial ellipsoid. It can be seen that the pattern retains some similarities regardless of the shape. In the case of ellipsoidal inclusions damage tends to be more severe at their sharpest sides, with negligible damage in their smooth sides. Upon analysis of the maximum damage reached with each inclusion shape (see Figure 7), some evident conclusions can be derived. The axial inclusions exhibit the largest damage accumulation, with a significant difference compared to the other shapes. This is related to the fact that the sharpest side of the ellipsoid lies on the wire core. This scenario results in a combined effect where the centre of the wire, experiencing the highest triaxialities, coincides with the stress concentration induced by the ellipsoid's sharpest side. On the other hand, the radial ellipsoid inclusion shows the lowest damage as the sharpest side is located at a point closer to the surface and therefore the stress triaxiality at that point is not as critical.

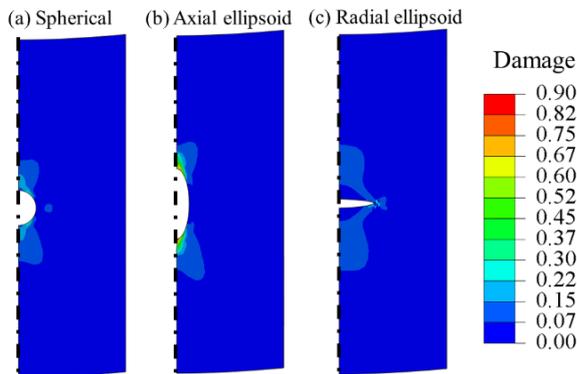


Figure 6. Damage distribution colour maps after single-pass drawing simulation with different inclusion shapes.

Additionally, a trial was performed using a modified drawing configuration featuring a semi-die angle of 12°. In this trial, more aggressive damage parameters were employed, with S set at 5 MPa and s at 2. The aim of this

trial was to assess the model's capability in predicting chevron-type cracks and the impact of inclusions on their localization. As shown in Figure 8, under these conditions, chevron cracks clearly appear with their characteristic V-shape. In addition, the presence of a spherical inclusion with diameter of 400 µm acts as the initiation point for one of the cracks. The presence of inclusions at the tip of conical fracture resulting from chevron cracks has been experimentally observed in several works (e.g., [7,20]).

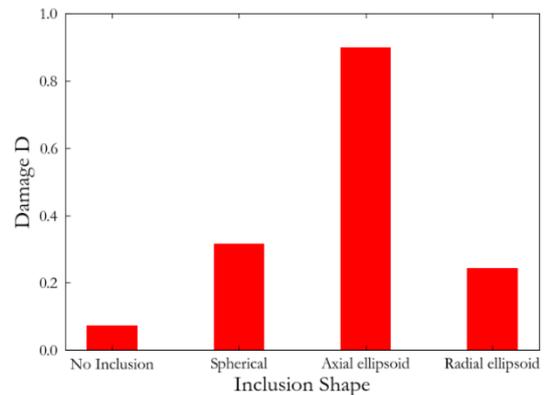


Figure 7. Maximum damage reached with different inclusion shapes.

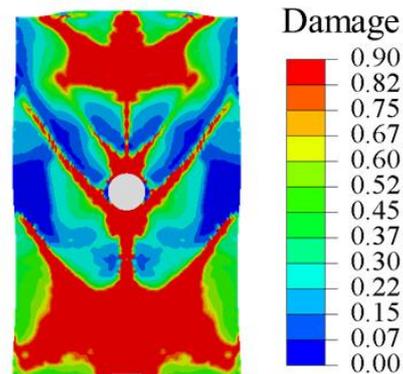


Figure 8. Effect of inclusion on chevron crack location under severe damage conditions.

5. CONCLUSIONS

The effect of non-metallic inclusions has been assessed through a homogenised version of the microstructure-based model for pearlite from [12,13] coupled to a modified Lemaitre's damage model based on the advances from [15] and [14]. Finite element simulations of a single-pass drawing have demonstrated that the influence of spherical inclusions located at the wire core increases with their size. Moreover, it has been observed that inclusions featuring axial ellipsoidal shapes at the wire core become critical for damage accumulation, with the maximum damage located at their sharpest sides. Finally, a trial using a higher semi-die angle together with more aggressive damage parameters has effectively showcased the model's predictive capability concerning the formation of chevron cracks and their correlation with inclusion locations.

ACKNOWLEDGEMENTS

The authors would like to thank NV Bekaert SA for funding this research and for their continued support and valuable comments throughout the development of the work.

REFERENCES

- [1] J. Toribio, F.J. Ayaso, B. González, Role of non-metallic inclusions in the fracture behavior of cold drawn pearlitic steel, *Metals (Basel)* 11 (2021). <https://doi.org/10.3390/met11060962>.
- [2] A.L.V. Da Costa E Silva, The effects of non-metallic inclusions on properties relevant to the performance of steel in structural and mechanical applications, *Journal of Materials Research and Technology* 8 (2019) 2408–2422.
- [3] M. Yilmaz, Failures during the production and usage of steel wires, *J Mater Process Technol* 171 (2006) 232–239. <https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2005.07.007>.
- [4] W. Yan, H.C. Xu, W.Q. Chen, Study on inclusions in wire rod of tire cord steel by means of electrolysis of wire rod, *Steel Res Int* 85 (2014) 53–59.
- [5] J. Toribio, F.J. Ayaso, R. Rodríguez, Drawing-induced evolution of inclusions in cold-drawn pearlitic steel, *Metals (Basel)* 11 (2021). <https://doi.org/10.3390/met11081272>.
- [6] J. Toribio, F.J. Ayaso, R. Rodríguez, Evolution of non-metallic inclusions with cold drawing in progressively cold drawn eutectoid pearlitic steel wires, in: *Procedia Structural Integrity*, Elsevier B.V., 2021: pp. 1209–1214. <https://doi.org/10.1016/j.prostr.2021.10.137>.
- [7] L. Zhang, C. Guo, W. Yang, Y. Ren, H. Ling, Deformability of oxide inclusions in tire cord steels, *Metallurgical and Materials Transactions B: Process Metallurgy and Materials Processing Science* 49 (2018) 803–811.
- [8] G.L. Zhang, T.Z. Zhao, S.H. Zhang, Finite element analysis of inclusion effects on high strength steel cord wire drawing, in: *AIP Conf Proc*, 2013: pp. 1131–1136.
- [9] Ji SI, Lee KH, Yang YS, Lee CY, Bae CM, Kim BM, The Effects of Non-metallic Inclusion on Ductile Damage of High Carbon Steel Wire in Multi-pass Dry Drawing Process, *Key Eng Mater* 622–623 (2014) 155–161.
- [10] M.G. Cockcroft, D.J. Latham, Ductility and the Workability of Metals, *Journal of the Institute of Metals* 96 (1968) 33–39.
- [11] A. Ma, J. Cheng, D. Wei, F. Fang, Z. Li, Numerical analyses of damage behavior of wire with inclusion in multipass drawing process, *Fatigue Fract Eng Mater Struct* 44 (2021) 2538–2553.
- [12] J.R. Páez, A. Dorronsoro, J.M. Martínez-Esnaola, J. Gil Sevillano, J. Alkorta, A microstructure-based constitutive model for eutectoid steels, *Acta Mater* 263 (2024). <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2023.119533>.
- [13] J.R. Paez, A microstructure-based constitutive model for pearlite, Ph.D. thesis, Universidad de Navarra, 2023.
- [14] T.S. Cao, J.M. Gachet, P. Montmitonnet, P.O. Bouchard, A Lode-dependent enhanced Lemaitre model for ductile fracture prediction at low stress triaxiality, *Eng Fract Mech* 124–125 (2014) 80–96.
- [15] J.R. Páez, A. Dorronsoro, J.M. Martínez-Esnaola, J. Alkorta, A Damage Model for Wire Drawing, *Revista Española de Mecánica de La Fractura* 3 (2022) 95–100.
- [16] P. Bažant, B.H. Oh, Efficient Numerical Integration on the Surface of a Sphere, *ZAMM - Journal of Applied Mathematics and Mechanics / Zeitschrift Für Angewandte Mathematik Und Mechanik* 66 (1986) 37–49.
- [17] G.I. Taylor, Plastic strain in metals, *Journal of the Institute of Metals* 62 (1938) 307–324.
- [18] I. Barsoum, J. Faleskog, Rupture mechanisms in combined tension and shear-Experiments, *Int J Solids Struct* 44 (2007) 1768–1786.
- [19] M. Dunand, D. Mohr, Optimized butterfly specimen for the fracture testing of sheet materials under combined normal and shear loading, *Eng Fract Mech* 78 (2011) 2919–2934. <https://doi.org/10.1016/j.engfracmech.2011.08.008>.
- [20] K. Wang, M. Jiang, X. Wang, W. Wan, Y. Wang, Behavior of Dual-Phase (MnO-SiO₂-Al₂O₃) + (SiO₂) Inclusions in Saw Wire Steels During Hot Rolling and Cold Drawing, *Metallurgical and Materials Transactions B: Process Metallurgy and Materials Processing Science* 51 (2020) 95–101.

EFFECTO DE LA PRESIÓN DE ENSAYO Y DE LA ORIENTACIÓN MICROESTRUCTURAL EN LA FRAGILIZACIÓN POR HIDRÓGENO DEL ACERO DUPLEX 2205 LAMINADO

R. Rodríguez-Aparicio^{1*}, A. Díaz¹, L. Medina¹, J. M. Alegre¹, I.I. Cuesta¹.

¹Universidad de Burgos. Escuela Politécnica Superior. Av Cantabria s/n, 09006, Burgos, Spain.

* Persona de contacto: rraparicio@ubu.es

RESUMEN

El crecimiento del uso del hidrógeno como vector energético lleva asociado el estudio de numerosos aceros que puedan soportar trabajar en ambientes de hidrógeno a altas presiones y temperaturas para poder fabricar componentes fiables bajo estas exigentes condiciones. La combinación de altas propiedades mecánicas y su comportamiento ante la corrosión hace que los aceros dúplex sean actualmente una solución ampliamente aceptada en la industria en ambientes sin hidrógeno, siendo necesario ampliar los estudios en ambiente de hidrógeno para conocer su susceptibilidad a la fragilización en este tipo de entornos. En el presente trabajo se ha estudiado el comportamiento mecánico del acero dúplex 2205 mediante ensayos de tracción en ambiente de hidrógeno gaseoso a diferentes presiones. Se han empleado probetas cilíndricas lisas y entalladas según la norma ASTM G142. Las probetas han sido extraídas en las orientaciones longitudinal y transversal de una plancha laminada para analizar el efecto de la anisotropía en la susceptibilidad al hidrógeno. Los resultados obtenidos muestran la influencia de la orientación y de la presión del ensayo in-situ sobre las propiedades mecánicas del acero empleado.

PALABRAS CLAVE: Fragilización por hidrógeno, Acero Inoxidable Dúplex, Ensayos in-situ H₂, Anisotropía.

ABSTRACT

The rapid growth in the use of hydrogen as an energy carrier is linked to the study of steels that can withstand hydrogen atmospheres at high pressure and high temperature to build reliable components under these tough conditions. The mix of high mechanical properties and a good behaviour facing corrosion of duplex stainless steels (DSS) make them a wide implemented solution in the industry without hydrogen. But it is still necessary to broaden the knowledge of this material in hydrogen environments to know its susceptibility to embrittlement. This paper focuses on studying the mechanical behaviour of DSS grade 2205 by means of tensile tests in pure hydrogen gas environment at different pressures (in-situ testing). Standard smooth and notched specimens following ASTM G142 have been used. Specimens have been machined in longitudinal and transversal directions from a hot-rolled plate to study the anisotropy. The results show the influence of orientation and pressure on the mechanical properties.

KEYWORDS: Hydrogen embrittlement, Duplex Stainless Steel, H₂ in-situ testing, Anisotropy.

1. INTRODUCCIÓN

Los aceros inoxidables dúplex (DSS, duplex stainless steel) son un tipo de material estructural ampliamente extendido en la industria química y nuclear por su combinación de buenas propiedades mecánicas y su comportamiento a la corrosión. Prueba de ello son los estudios que existen sobre sus propiedades mecánicas en diferentes ambientes corrosivos y temperaturas [1–3].

Generalmente, los aceros dúplex son tratados térmicamente entre 1000 y 1200°C formando una microestructura con una proporción definida de ferrita y austenita. Mediante un templado, se consigue una microestructura de entre un 40 y un 60% en volumen de austenita [4].

Existen algunos estudios que exponen que el DSS 2205 presenta cierta susceptibilidad a la fragilización por

hidrógeno como consecuencia de la presencia de la fase ferrítica [5,6]. Cabe destacar que la difusión del hidrógeno en su microestructura dúplex tiene propiedades muy diferenciadas. Mientras la difusión en la ferrita es alrededor de 4 a 5 órdenes de magnitud mayor que en la austenita, el estudio de la difusión en el material macro es complejo debido a la posible variabilidad de los contenidos de ferrita/austenita.

Existe un número limitado de estudios centrados en la investigación de cómo se ven afectadas las propiedades mecánicas del DSS 2205 en contacto con hidrógeno [7,8]. Estos estudios suelen mantener previamente las probetas del material durante horas en ambientes de hidrógeno para permitir que el hidrógeno entre en la red cristalina del material (precarga). Estas precargas se realizan generalmente en disoluciones acuosas ricas en hidrógeno lo que comúnmente es llamado precarga electroquímica de hidrógeno [8]. Actualmente, también

se realizan precargas directamente en ambientes de hidrógeno gas [7]. Aun así, si durante el ensayo mecánico se quiere reproducir el ambiente de hidrógeno para que este siga entrando en la red cristalina del material (ensayos in-situ), habitualmente se realiza en un baño electroquímico [7,8] siendo muy escasos los ensayos in-situ en ambiente gaseoso.

El presente artículo pretende avanzar en esta última situación estudiando el comportamiento mecánico a tracción del DSS 2205 en ambiente de hidrógeno gas a diferentes presiones utilizando probetas lisas y entalladas. Para estudiar la anisotropía del material y cómo la direccionalidad de las bandas de ferrita y austenita pueden afectar el comportamiento mecánico, se han mecanizado probetas en dirección longitudinal y transversal.

2. MATERIAL Y MÉTODOS

2.1. Material

El material estudiado en este artículo es el DSS 2205. La composición química certificada por el fabricante se recoge en la Tabla 1. Las probetas han sido extraídas a partir de una plancha de acero laminada en caliente de 20 mm de espesor, recocida a 1050°C y templada en agua durante 5 minutos.

Tabla 1: Composición química DSS 2205 (% en masa)

%C	%Si	%Mn	%P	%Ni
0.015	0.560	1.810	0.026	5.700
%Cr	%Mo	%Cu	%N	%Nb
22.500	3.070	0.190	0.170	0.010

2.2. Preparación de probetas

Se han mecanizado diferentes probetas con su eje longitudinal paralelo a las dos direcciones de la plancha de acero, transversal (T) y longitudinal (L) como se muestra en la Fig. 1.

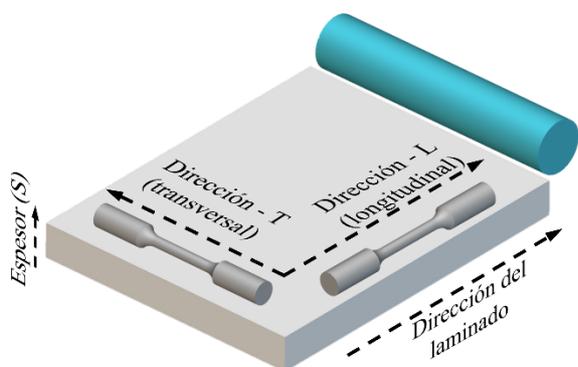


Fig. 1. Dirección de probetas en la plancha de DSS 2205.

Se han obtenido 10 probetas lisas en dirección transversal y 10 probetas lisas en dirección longitudinal. Para observar como fragiliza el material bajo concentradores

de tensiones, se han obtenido también 10 probetas entalladas longitudinales y 10 transversales. Las dimensiones de ambas probetas se muestran en la Fig. 2. Un diámetro de 6 mm para la probeta plana y un radio de entalla de 0.22 mm para la probeta entallada.

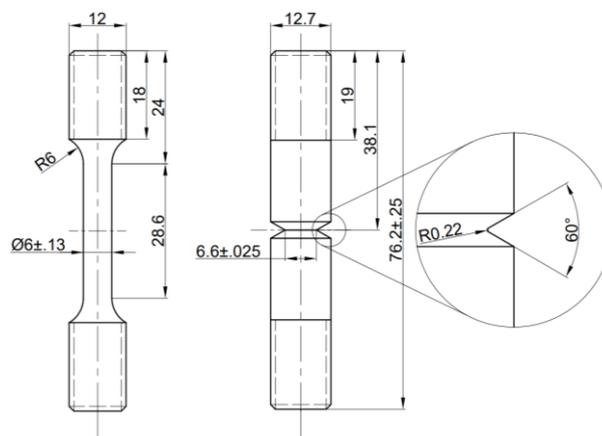


Fig. 2. Dimensiones de probeta lisa y entallada

2.3. Ensayos de tracción con hidrógeno gas in-situ

Los ensayos se llevaron a cabo con un sistema de ensayos en hidrógeno de la compañía Cortest en el H₂Lab del Grupo de Integridad Estructural (Universidad de Burgos). El sistema de tracción está equipado con una célula de carga de 44.4 kN, dos LVDT para medir el desplazamiento con un rango de 20 mm y resolución 0.0001 mm, y un autoclave hermético que permite realizar ensayos en ambientes de hidrógeno con presiones y temperaturas hasta 300 bar y 300°C, respectivamente.

Todos los ensayos se han realizado a temperatura ambiente utilizando una velocidad de desplazamiento de las mordazas de 0.002 mm/s. Respecto a la presión, primero se ensayaron las probetas a condiciones ambientales, denominadas probetas a 0 bar. Posteriormente, todas se han ensayado en ambiente de hidrógeno gas (> 99% H₂) a 35, 70 y 140 bar sin precargar las probetas previamente, es decir, introducir hidrógeno en el autoclave, aumentar la presión y seguidamente comenzar el ensayo de tracción.

La susceptibilidad a la fragilización por hidrógeno se ha cuantificado mediante el índice de fragilización por hidrógeno (HEI, hydrogen embrittlement index) según la ecuación (1). El HEI tiene un rango de 0% (no hay efecto) a 100% (daño máximo).

$$HEI(\%) = \frac{X - X_H}{X} \cdot 100 \quad (1)$$

Donde X y X_H son las propiedades mecánicas evaluadas en condiciones ambientales en ausencia de hidrógeno y en ambiente de hidrógeno gas a la correspondiente presión, respectivamente.

2.4. Fractografías ópticas y SEM

Las superficies de fractura se han analizado ópticamente mediante una lupa modelo S9i Stereozoom de Leica Microsystems Ltd. (Suiza) con 5.5 aumentos. La microestructura ha sido analizada con un microscopio óptico modelo DMi8-M de Leica Microsystems Ltd. (Suiza) con hasta 100 aumentos. Para la captura y procesamiento de imágenes se ha utilizado el programa Leica Application Suite (version 4.12.0).

2.5. Ataque electroquímico para revelar microestructura

Se ha empleado una disolución de NaOH al 5 molar y una diferencia de potencial de 10 V durante 30 segundos para revelar las fases de austenita y ferrita en el acero estudiado en función de la orientación.

3. RESULTADOS

3.1. Microestructura del DSS 2205

La Fig. 3 muestra la microestructura del DSS 2205. Se han tomado imágenes de los tres planos de la chapa del material y se han ensamblado en un cubo 3D. Su microestructura en volumen calculada mediante análisis de imágenes es un 42.17% de austenita y un 57.83 % de ferrita, respectivamente.

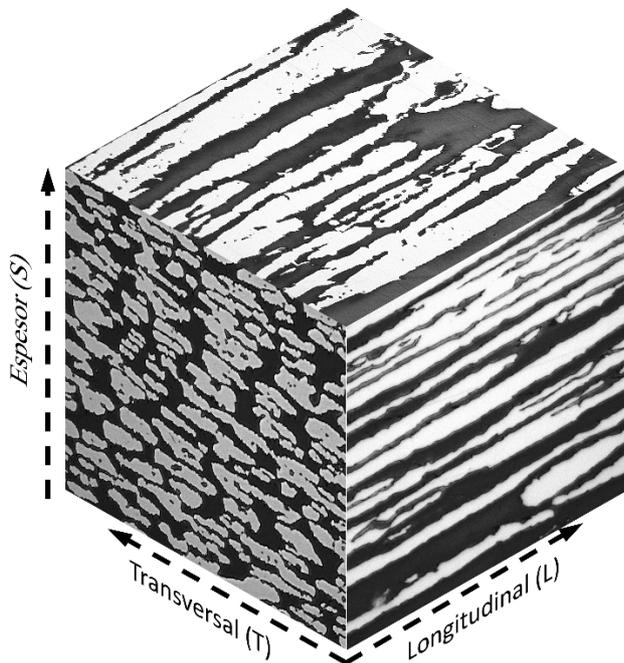


Fig. 3. Ensamblaje 3D de micrografías ópticas.

3.2. Ensayos de tracción in-situ en ambiente de hidrógeno gas

3.2.1. Probetas cilíndricas lisas

En la Fig. 4 se presentan algunos resultados representativos de los ensayos de tracción sobre la

probeta lisa, a partir de las curvas carga frente a desplazamiento del cabezal, para todas las condiciones estudiadas.

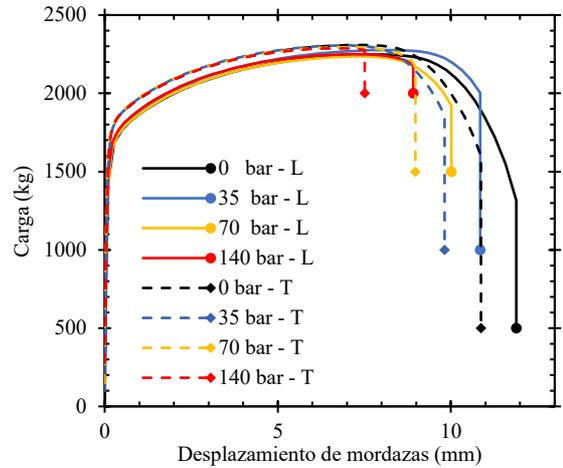


Fig. 4. Curvas de tracción representativas de probetas lisas.

De las probetas cilíndricas lisas, se han obtenido la resistencia última a tracción (UTS, Ultimate Tensile Strength), la reducción de área medida mediante micrografías ópticas (RA) y la elongación final de cada probeta medida sobre unas marcas iniciales colocadas a 25 mm (Elong). La media y la desviación típica de todos los ensayos realizados quedan recogidos en la Tabla 2 junto a los índices de fragilización por hidrógeno (HEI). En la Fig. 5 se grafican la UTS y la RA frente a las diferentes presiones en los ensayos. Se observa un ligero descenso de la UTS al aumentar la presión y una gran disminución en la RA al aumentar la presión. La UTS es menor a cualquier presión para la dirección en L mientras que la reducción de área es menor para la dirección en T. En la Fig. 6 se representa la elongación final frente a la presión de ensayo. Al aumentar la presión, la elongación continúa reduciéndose aunque se observa una saturación ya que la diferencia entre el valor a 70 y 140 bar es más pequeña como indica la línea de tendencia.

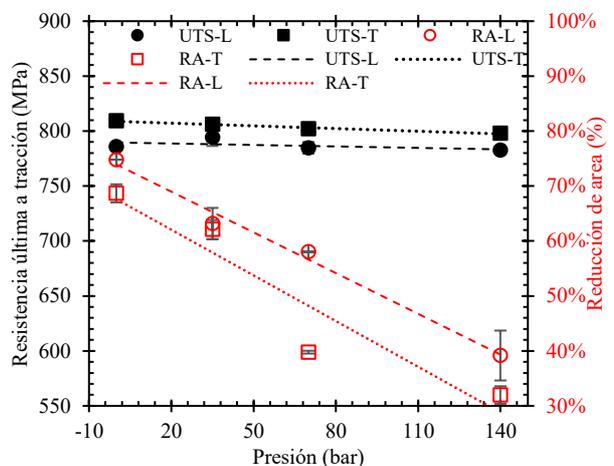


Fig. 5. UTS y reducción de área de probetas lisas en función de la presión y dirección.

Tabla 2. Resultados del ensayo de tracción in-situ de probetas lisas.

Orientación de la probeta	Presión	UTS (Mpa)	HEI _{UTS} (%)	RA (%)	HEI _{RA} (%)	Elongation (%)	HEI _{Elongation} (%)
Longitudinal	0	785.9 ± 2.0	--	74.8 ± 0.0	--	39.1 ± 0.0	--
	35	794.1 ± 7.6	-1.0 ± 1.0	63.2 ± 2.9	15.6 ± 4.5	39.4 ± 2.7	-0.8 ± 6.7
	70	784.7 ± 5.3	0.1 ± 0.7	58.0 ± 0.1	22.4 ± 0.2	34.6 ± 0.8	11.4 ± 2.4
	140	782.7 ± 2.6	0.4 ± 0.3	39.2 ± 4.5	47.6 ± 11.6	30.7 ± 3.5	21.4 ± 11.5
Transversal	0	809.3 ± 0.0	--	68.7 ± 1.6	--	35.8 ± 0.8	--
	35	806.1 ± 0.5	0.4 ± 0.1	62.1 ± 1.7	9.6 ± 2.8	35.2 ± 0.6	1.9 ± 1.7
	70	802.0 ± 3.1	0.9 ± 0.4	39.8 ± 0.3	42.1 ± 0.7	29.5 ± 0.4	17.6 ± 1.4
	140	797.9 ± 1.0	1.4 ± 0.1	32.0 ± 1.6	53.5 ± 5.0	25.5 ± 4.6	28.9 ± 18.1

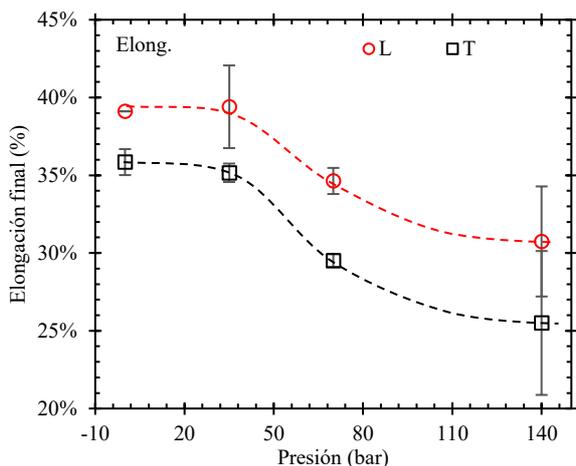


Fig. 6. Elongación en función de presión y dirección para probetas lisas L y T.

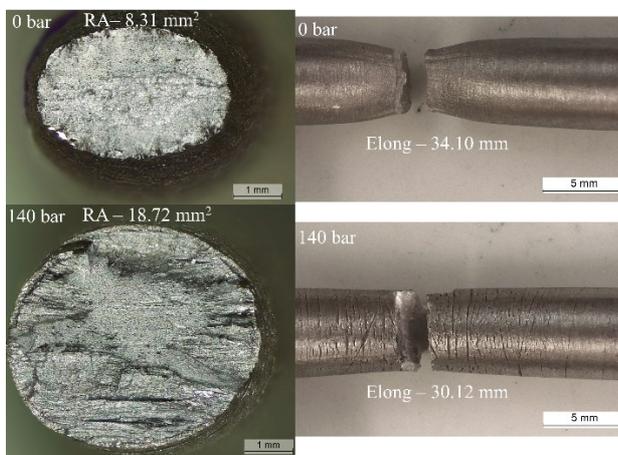


Fig. 7: Fractografías de fracturas de probetas lisas transversales a 0 y 140 bar (Misma escala).

En la Fig. 7, se muestran dos imágenes de las superficies de fractura de las probetas lisas a 0 y 140 bar y sus correspondientes imágenes de la zona de estricción. Se observa cómo la sección de rotura de la probeta a 0 bar se reduce aproximadamente el doble que la probeta a 140 bar. En la probeta a 0 bar se forma un cuello en la zona de estricción, mientras que en la probeta a 140 bar la estricción en esa zona es prácticamente inexistente además de que se observan numerosas grietas alrededor de la zona de rotura.

Los índices de fragilización por hidrógeno respecto a la UTS (HEI_{UTS}, Tabla 2) son muy bajos (menores al 1.4%)

indicando que prácticamente no hay fragilización respecto de la UTS. Sin embargo, para la reducción de área y elongación final llegan aproximadamente al 30 y 50%, respectivamente. En la Fig. 8 se representan los HEI transversales frente a los longitudinales para la reducción de área y elongación. La línea diagonal representa la independencia de la dirección en los resultados. Como se aprecia, los resultados de la elongación indican que la dirección transversal fragiliza ligeramente más que la longitudinal (debido a que se encuentran por encima de la diagonal). Respecto a la reducción de área no se observa una tendencia clara sobre si una dirección sufre mayor fragilización que otra.

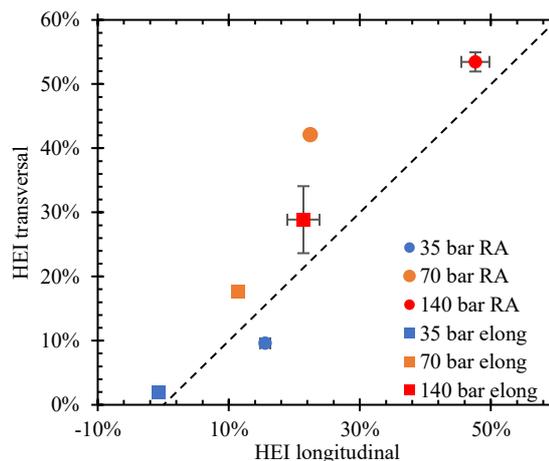


Fig. 8. HEI de reducción de área y elongación de probetas lisas transversales y longitudinales.

3.2.2. Probetas cilíndricas entalladas

En la Fig. 9 se han presentado algunos resultados representativos de los ensayos de tracción sobre la probeta entallada. Se han graficado las curvas carga frente a desplazamiento del cabezal, desplazadas por presiones para una mejor visualización.

De las probetas cilíndricas entalladas, se obtuvo la resistencia entallada a tracción (NTS, notched tensile strength) y la reducción de área (RA) mediante micrografías ópticas como se muestra en la Fig. 10. La media y la desviación típica de todos los ensayos realizados se recogen en la Tabla 3. Los resultados de la NTS quedan graficados en la Fig. 11 y los correspondientes a la RA en la Fig. 12.

Tabla 3. Resultados del ensayo de tracción in-situ de probetas entalladas.

Orientación de la probeta	Presión	NTS (Mpa)	HEI _{NTS} (%)	RA (%)	HEI _{RA} (%)
Longitudinal	0	1293.9 ± 0.0	--	13.9 ± 0.0	--
	35	1202.7 ± 83.5	7.1 ± 6.9	9.6 ± 2.1	31.0 ± 21.5
	70	1147.7 ± 125.9	11.3 ± 11.0	6.4 ± 1.7	54.0 ± 26.3
	140	1135.2 ± 79.0	12.3 ± 7.0	3.3 ± 1.5	76.1 ± 45.8
Transversal	0	1306.7 ± 0.4	--	11.6 ± 0.2	--
	35	1012.0 ± 41.1	22.5 ± 4.1	5.9 ± 0.5	49.0 ± 8.1
	70	970.0 ± 12.7	25.8 ± 1.3	5.2 ± 0.0	55.3 ± 0.1
	140	936.2 ± 11.6	28.4 ± 1.2	4.8 ± 0.1	58.3 ± 3.0

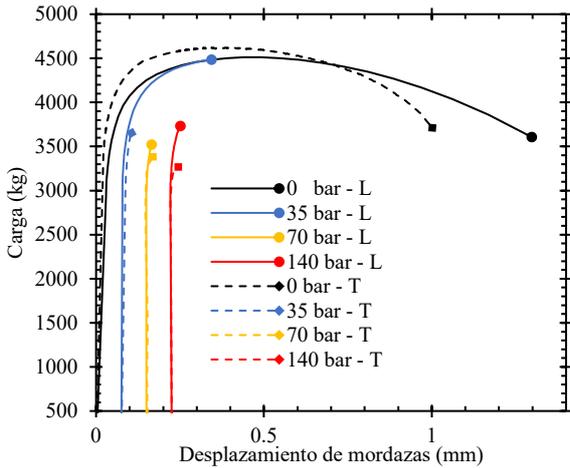


Fig. 9. Curvas de tracción de probetas entalladas.

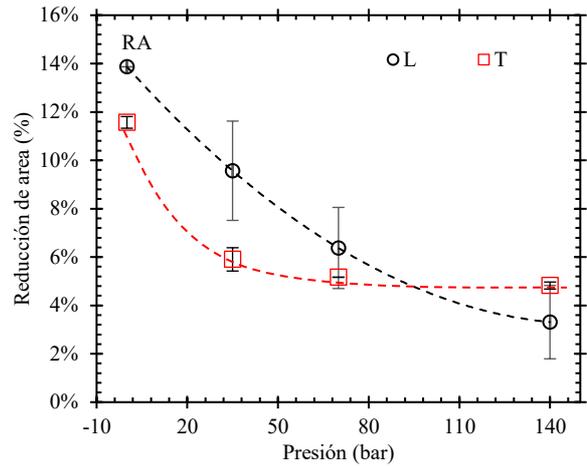


Fig. 12. Reducción de áreas de probetas entalladas en función de la presión y dirección.

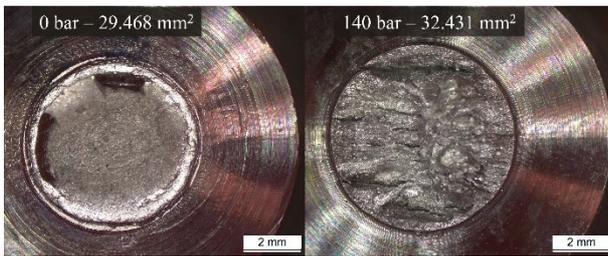


Fig. 10: Fractografías de fracturas de probetas entalladas longitudinales a 0 y 140 bar (Misma escala).

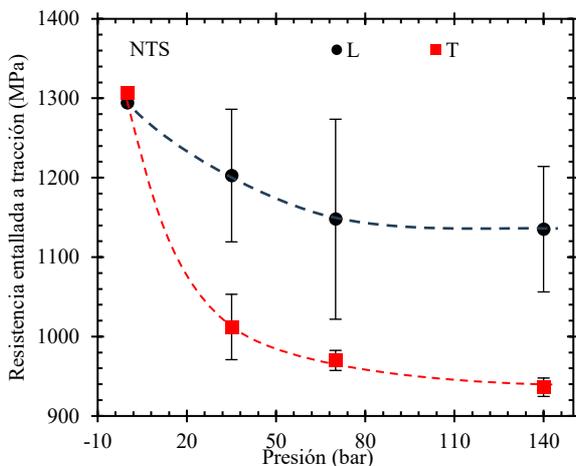


Fig. 11. Resistencia entallada a tracción de probetas entalladas en función de la presión y dirección.

La NTS decrece al aumentar la presión de ensayo, siendo más acusada esta caída para las probetas transversales. Además, se observa una saturación de la fragilización respecto a la presión lo que indica que aumentar por encima de 140 bar no reducirá en gran medida la NTS. De la misma forma, la reducción de área se ve reducida al aumentar la presión independientemente de la dirección L o T, como se observa en la Fig. 10 en dos probetas a 0 y 140 bar. Solo en las probetas en dirección T se observa una saturación de la fragilización respecto al aumento de la presión por encima de los 70 bares. Los índices de fragilización por hidrógeno (HEI, Tabla 3) quedan representados en la Fig. 13.

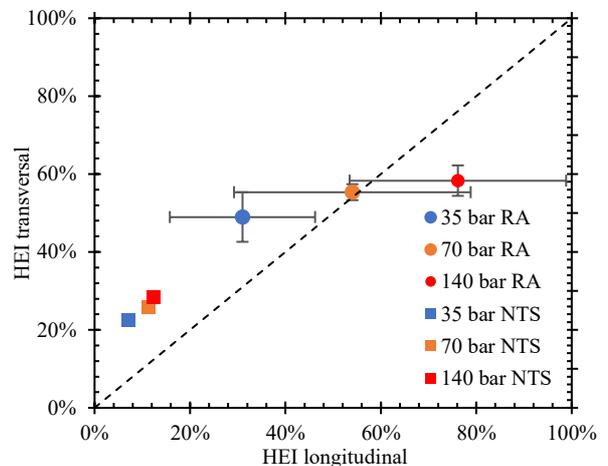


Fig. 13. HEI de NTS y reducción de área de probetas entalladas transversales y longitudinales.

La NTS se ve fragilizada en mayor medida en la dirección transversal, a 140 bar el HEI transversal es de un 28.4% frente al 12.3% de la dirección longitudinal. La RA, en cambio, se ve mayormente afectada en la dirección longitudinal a altas presiones, siendo el HEI transversal a 140 bar un 58.3% frente al 76.1% de la dirección longitudinal.

La saturación de la fragilización observada en algunas propiedades mecánicas por encima de 70 bar es debida a que el hidrógeno se difunde a través de las bandas de ferrita y se acumula en las intercaras ferrita-austenita pudiendo llenarse (saturarse) a partir de determinada presión [7].

4. CONCLUSIONES

La direccionalidad del material y el efecto del hidrógeno a diferentes presiones han sido estudiados en el DSS 2205 laminado mediante ensayos de tracción in-situ. Las principales conclusiones son:

- Los índices de fragilización por hidrógeno (HEI) aumentan al aumentar la presión de hidrógeno gas durante los ensayos.
- En probetas lisas, la resistencia última a tracción (UTS) apenas se ve afectada por la presión y la direccionalidad alcanzando una fragilización máxima de 1.4%. Mientras, la reducción de área (RA) disminuye al incrementarse la presión del ensayo y se ve ligeramente más fragilizada en la dirección transversal como se muestra en la Fig. 5.
- La elongación (Elong.) en probetas lisas sufre una disminución al aumentar la presión alcanzando a 140 bar un 30.7% y un 25.5% en las direcciones longitudinal y transversal, respectivamente. Además, la tendencia indica una posible saturación del efecto del hidrógeno a partir de 140 bar.
- En probetas entalladas, la resistencia a tracción entallada (NTS) se ve afectada en gran medida por la presencia de hidrógeno siendo mayormente afectada en la dirección T, alcanzando, en ambas direcciones, una posible saturación a partir de 140 bar. A 140 bar el HEI transversal es de un 28.4% frente al 12.3% de la dirección longitudinal.
- La reducción de área (RA) en probetas entalladas también se ve reducida por el aumento de la presión del hidrógeno gas. La dirección T tiende a saturarse a partir de 140 bar mientras que la dirección L no exhibe una tendencia clara. A 140 bar se alcanza un HEI de 76.1% en dirección longitudinal y un 58.3% en dirección transversal.
- De las diferencias entre la Fig. 4 y la Fig. 9 se obtiene que la presencia de un concentrador de tensiones aumenta la susceptibilidad a la fragilización por hidrógeno. Esto es debido a la acumulación de hidrógeno en el frente de grieta donde existe una alta triaxialidad tensional.

AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen la financiación de MCINN/AEI a través de los proyectos PID2021-124768OB-C21 y TED2021-130413B-I00. Este trabajo también ha sido financiado por la Junta de Castilla y León, el MCINN y los fondos NextGenerationEU/PRTR mediante el proyecto MA²TEC (MR4W.P2 // C17.I01)

REFERENCIAS

- [1] C. Örnek, D.L. Engelberg, *Towards understanding the effect of deformation mode on stress corrosion cracking susceptibility of grade 2205 duplex stainless steel*, Materials Science and Engineering: A 666 (2016) 269–279. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2016.04.062>.
- [2] J. Li, C.W. Du, Z.Y. Liu, X.G. Li, M. Liu, *Effect of microstructure on the corrosion resistance of 2205 duplex stainless steel. Part 1: Microstructure evolution during isothermal aging at 850 °C and evaluation of anticorrosion properties by methods of cyclic potentiodynamic polarization and electrochemical impedance tests*, Constr Build Mater 189 (2018) 1286–1293. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2018.08.186>.
- [3] Z. Han, C. He, J. Lian, Y. Zhao, X. Chen, *Effects of temperature on corrosion behaviour of 2205 duplex stainless steel in carbon dioxide-containing environments*, Int J Electrochem Sci 15 (2020) 3627–3645. <https://doi.org/10.20964/2020.05.73>.
- [4] C.R. de Farias Azevedo, H. Boschetti Pereira, S. Wolyneć, A.F. Padilha, *An overview of the recurrent failures of duplex stainless steels*, Eng Fail Anal 97 (2019) 161–188. <https://doi.org/10.1016/j.engfailanal.2018.12.009>.
- [5] V. Olden, A. Saai, L. Jemblie, R. Johnsen, *FE simulation of hydrogen diffusion in duplex stainless steel*, Int J Hydrogen Energy 39 (2014) 1156–1163. <https://doi.org/10.1016/j.ijhydene.2013.10.101>.
- [6] W. Wu, S. Liu, W. Li, J. Li, *Identification of microstructure factors affecting hydrogen embrittlement of a 2205 duplex stainless steel*, Corros Sci 208 (2022). <https://doi.org/10.1016/j.corsci.2022.110643>.
- [7] V. Arniella, G. Álvarez, J. Belzunce, C. Rodríguez, *Hydrogen embrittlement of 2205 duplex stainless steel in in-situ tensile tests*, Theoretical and Applied Fracture Mechanics 124 (2023). <https://doi.org/10.1016/j.tafmec.2023.103794>.
- [8] T. Zakroczyński, A. Glowacka, W. Swiatnicki, *Effect of hydrogen concentration on the embrittlement of a duplex stainless steel*, Corros Sci 47 (2005) 1403–1414. <https://doi.org/10.1016/j.corsci.2004.07.036>.

TENACIDAD A LA FRACTURA DE ACEROS INOXIDABLES EN PRESENCIA DE HIDRÓGENO

S. Castaño^{1*}, M. Llera¹, A. Núñez², J. Almagro², J. Belzunce¹, C. Rodríguez¹

¹ SIMUMECAMAT Research Group, Universidad de Oviedo, Campus Universitario, 33203 Gijón, Asturias, Spain

²Acerinox Europa SAU, Los Barrios, 11379 Cádiz, Spain

* Persona de contacto: castanosofia@uniovi.es

RESUMEN

Los aceros inoxidable se perfilan como una de las opciones más idóneas para la fabricación de equipos capaces de soportar con seguridad hidrógeno a presión. Por esta razón es muy importante conocer la respuesta de los mismos bajo cargas mecánicas en presencia de hidrógeno en situaciones concretas de servicio. En este trabajo se analiza el comportamiento de dos tipos distintos de aceros inoxidable en entornos que contienen hidrógeno. Para ello, se ha determinado de tenacidad a la fractura bajo diferentes condiciones de carga electroquímica de hidrógeno (ensayos con carga de hidrógeno in-situ). Las condiciones de carga electroquímica utilizadas se eligieron en base a que la cantidad de hidrógeno introducido durante el ensayo fuese similar al introducido bajo condiciones reales en servicios bajo hidrógeno a presión. Así, los ensayos se realizaron utilizando tanto un electrolito salino (3%NaCl) como otro ácido (1 M H₂SO₄ + 0.25 g/L As₂O₃) bajo una densidad de corriente de 0.5 mA/cm² en ambos casos. Comparando los valores de tenacidad obtenidos en ambiente de hidrógeno con los correspondientes a ensayos de fractura realizados al aire a temperatura ambiente se define el índice de fragilización por hidrógeno (IFH) de cada uno de los de aceros inoxidable analizados. El comportamiento mostrado por cada material se ha relacionado con su microestructura y con los micromecanismos de fallo operativos en cada caso.

PALABRAS CLAVE: Fragilización por hidrógeno, aceros inoxidable, ensayo de tenacidad a fractura, micromecanismos de fallo.

ABSTRACT

Stainless steels are now considered to be one of the best options in the manufacture of facilities able to deliver secure services under pressurized hydrogen. For this reason, it is crucial to know their response in the presence of hydrogen in specific working situations. This work analyses the behaviour of two different stainless steels in environments containing hydrogen. This analysis was performed using fracture toughness tests under various conditions of simultaneous electrochemical hydrogen charging (in-situ tests). The electrochemical charging conditions were chosen based on the amount of hydrogen introduced during the test to attain similar contents as under real conditions of pressurized hydrogen. Thus, the tests were performed using both a saline electrolyte (3% NaCl) and an acidic one (1 M H₂SO₄ + 0.25 g/L As₂O₃) under a current density of 0.5 mA/cm² in both cases. By comparing the toughness values obtained in a hydrogen environment with those corresponding to fracture tests in air at room temperature, the hydrogen embrittlement index (HEI) of each analysed stainless steel is defined. The behaviour shown with each steel was related to its microstructure and to the operative failure micromechanisms present in each case.

KEYWORDS: Hydrogen embrittlement, stainless steel, fracture toughness test, failure micromechanisms.

1. INTRODUCCIÓN

La creciente demanda actual mundial de energía depende en gran medida de combustibles fósiles, lo que está amenazando al medio ambiente. El hidrógeno se perfila como un sustituto sostenible, al no generar emisiones de CO₂ [1]. Diferentes estudios aseguran que el hidrogeno jugará un papel importante en la transición energética en Europa a mediados de este siglo [2].

La construcción de recipientes a presión, tuberías y del resto de componentes auxiliares necesarios para almacenar y mover hidrógeno a presión exige utilizar aceros resistentes a la fragilización por hidrógeno. En

estas aplicaciones se produce un deterioro de las propiedades mecánicas de los materiales metálicos, particularmente de la ductilidad, la tenacidad y la resistencia a la fatiga. En este sentido, los aceros inoxidable austeníticos son hoy día la mejor opción, pero tienen el inconveniente de su alto coste y bajo límite elástico. Por esta razón es conveniente estudiar el comportamiento mecánico de otros aceros inoxidable en presencia de hidrógeno, sabiendo que el fenómeno de fragilización por hidrógeno es complejo, estando influenciado por factores microestructurales, micromecánicos y por la difusión y atrapamiento de hidrógeno en la microestructura propia de cada acero

particular [3, 4]. Aunque el fenómeno mencionado es conocido, el mecanismo específico que lo explica en cada situación particular sigue siendo motivo de discusión en la actualidad [5]. En definitiva, se trata de evitar fallos prematuros en servicios reales bajo cargas que serían soportables en ausencia de hidrógeno [6, 7].

La mejor opción a la hora de fabricar las infraestructuras necesarias para el almacenamiento y el transporte de hidrógeno a presión es a partir del conformado plástico y el soldeo de aceros. Siendo inevitable en mayor o menor medida que en el curso de estos procesos se generen pequeños defectos o grietas, la tenacidad a la fractura se convierte en la propiedad más importante a la hora de diseñar estos componentes. Es entonces fundamental conocer cómo se modifica la tenacidad a la fractura de los aceros con la entrada de hidrógeno en la microestructura del material, con objeto de diseñar y fabricar componentes duraderos y seguros [8, 9].

En este trabajo se ha determinado la tenacidad a la fractura de dos aceros inoxidable con distinta microestructura y la variación de esta propiedad respecto al valor obtenido en ensayos al aire, cuando se introducen diferentes concentraciones de hidrógeno. También se ha puesto en evidencia la modificación de los micromecanismos de fallo operativos. Los resultados obtenidos se han justificado atendiendo al modo como el hidrógeno difunde en cada uno de los aceros estudiados.

2. MATERIALES Y MÉTODOS

2.1. Materiales

Los materiales empleados en este estudio fueron los aceros inoxidable dúplex 2205 y ferrítico 430, cuyas composiciones químicas se muestran en la tabla 1.

Tabla 1. Composición química de los aceros (% en peso).

Material	C	Cr	Ni	Mo	Si
SS2205	0.021	22.6	5.4	3.2	0.52
SS430	0.044	16.16	0.3	0.03	0.34
Material	Mn	P	N	Cu	V
SS2205	1.37	0.026	0.16	0.22	0.12
SS430	0.35	0.025	0.04	0.22	0.1

Utilizando procesos de colada continua se han obtenido sendos desbastes de 200 mm de espesor, que a continuación, se han laminado en caliente hasta obtener una chapa con un espesor final de 8 mm. El acero ferrítico se sometió después a un recocido en campana a 760°C durante 9 h y se enfrió bajo condiciones controladas en el interior del horno hasta 550°C y al aire hasta temperatura ambiente (TA). Por otro lado, el acero dúplex 2205 se calentó hasta 1032°C durante 4.5 minutos, siendo posteriormente enfriado con duchas de agua hasta TA.

Partiendo de chapas de 8 mm de espesor, se mecanizaron probetas de tracción normalizadas de sección circular de

4 mm de diámetro y de 128 mm de longitud en la región calibrada, cuyo eje coincidía con la dirección transversal a la de laminación. Los ensayos fueron realizados al aire a TA, utilizando dos velocidades de desplazamiento diferentes: 0.4mm/min y 0.01mm/min, que teniendo en cuenta la longitud calibrada de las probetas, equivaldrían a velocidades de deformación de $2.4 \cdot 10^{-4}$ y de 6.10^{-6} s^{-1} en la zona elástica. La tabla 2 recoge los valores del límite elástico al 0.2%, σ_{ys} , la resistencia a la tracción, σ_{ut} , el alargamiento a tracción, A y la reducción de área, Z, obtenidos con cada material y velocidad de ensayo. Se hace notar un ligero descenso de las propiedades resistentes en ambos aceros al disminuir la velocidad de desplazamiento, especialmente en el acero dúplex.

Tabla 2. Resultados de tracción. Acero ferrítico 430.

Material	v (mm/min)	σ_{ys} (MPa)	σ_{ts} (MPa)	A (%)	Z (%)
SS2205	0.4	401	537	18.9	51
	0.01	371	520	16.4	43
SS430	0.4	701	868	26.1	52
	0.01	627	814	22	47

2.2. Ensayos de Fractura

La figura 1 muestra la geometría tipo SENB y dimensiones de las probetas utilizadas en los ensayos de fractura, donde la grieta se hizo crecer en la dirección de laminación (Probetas TL). Una vez concluido el proceso de prefisuración por fatiga y con el fin de aumentar la triaxialidad de tensiones en el frente de grieta, se mecanizaron dos entallas laterales, de modo que el espesor efectivo de las mismas era aproximadamente, $B_n=6 \text{ mm}$.

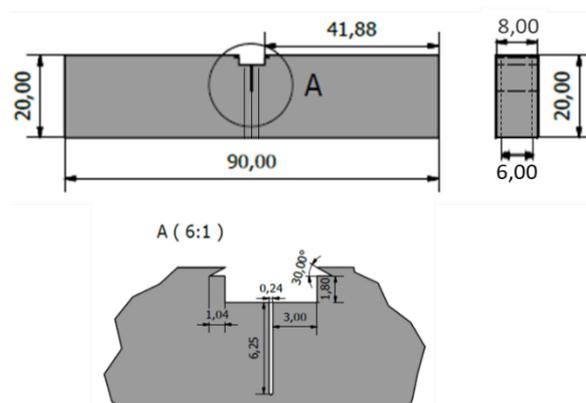


Figura 1. Dimensiones y geometría de las probetas SENB utilizadas.

Con cada uno de los dos aceros se llevaron a cabo ensayos de fractura en condiciones ambientales de laboratorio (aire) y bajo dos condiciones de carga electroquímica de hidrógeno diferentes. En un caso se empleó una solución acuosa salina con un 3% de NaCl bajo una densidad de corriente de 0.5 mA/cm² y en el otro caso, se utilizó una solución ácida 1M H₂SO₄ con 0.25 g/l de As₂O₃, bajo la misma densidad de corriente. El

As₂O₃ inhibe la recombinación de átomos de hidrógeno en moléculas de H₂, favoreciendo así la absorción de hidrógeno atómico en la probeta. Se ensayaron 2 probetas en cada una de las condiciones descritas.

En la figura 2 se expone un esquema del dispositivo utilizado para realizar los ensayos de tenacidad a la fractura bajo carga electroquímica de hidrógeno aplicada in-situ, donde la probeta que se ensaya actúa como cátodo. El circuito eléctrico se cierra a través de la solución acuosa utilizando un electrodo auxiliar de platino. Previamente, es necesario aplicar una pintura aislante sobre la superficie de la probeta, excepto en la región de la grieta, y medir con precisión la superficie total expuesta al medio, con el fin de determinar la intensidad de corriente a aplicar para conseguir la densidad de corriente objetivo (0.5 mA/cm²).

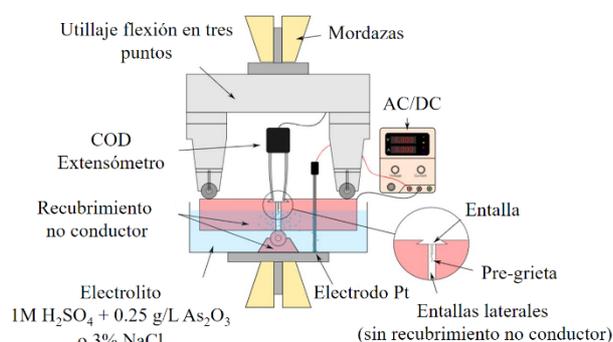


Figura 2. Esquema del ensayo de fractura bajo carga electroquímica de hidrógeno in-situ.

Los ensayos al aire se realizaron utilizando una velocidad de desplazamiento igual a 0.5 mm/min, mientras que los ensayos que se hicieron bajo carga electroquímica de hidrógeno se ensayaron a una velocidad reducida de 0.01 mm/min, con objeto de dar tiempo a la entrada y difusión del hidrógeno y potenciar así el mecanismo fragilizador. Se utilizó un extensómetro tipo COD para medir el crecimiento de la grieta en el curso del ensayo utilizando para ello el método de la flexibilidad, que contempla la norma ASTM E1820 [10].

En estos ensayos se monitoreó continuamente la carga aplicada, el desplazamiento del punto de carga, v, y la apertura del extensómetro, COD. Finalmente, se obtuvieron los correspondientes gráficos P-v y P-COD, se calculó la curva de resistencia J-R o J-Δa, utilizando las expresiones de la citada norma y se determinó el valor de la integral J (J_{0.2}) para el inicio del crecimiento de la grieta (crecimiento real de 0.2 mm).

El impacto de la fragilización por hidrógeno se evaluó utilizando el índice de fragilización (IF), definido por la expresión (1).

$$IF (\%) = \frac{J_{0.2} - J_{0.2H}}{J_{0.2}} \cdot 100 \quad (1)$$

Siendo, J_{0.2} y J_{0.2H} los valores de la tenacidad a la fractura en el inicio del crecimiento estable obtenidos, respectivamente, al aire y bajo carga de hidrógeno. Este

índice fluctúa desde 0 (J_{0.2} = J_{0.2H}, indicando ausencia total de fragilización), hasta un máximo del 100% o fragilización total (J_{0.2H} = 0).

Una vez concluido el ensayo, se realizó un minucioso análisis fractográfico utilizando un microscopio electrónico de barrido (SEM JEOL-JSM5600), operando bajo condiciones estrictamente controladas bajo un voltaje de 20 kV, con objeto de determinar los micromecanismos de fallo operativos en cada caso.

3. RESULTADOS

3.1. Tenacidad a la fractura

La tenacidad a la fractura de los dos aceros se ha medido tanto en condiciones ambientales normales como bajo las condiciones de carga electroquímica de hidrógeno in-situ que, para mayor claridad, se resumen en la tabla 3.

Tabla 3. Condiciones de ejecución de los ensayos de tenacidad a la fractura.

Medio ambiente	Condición
Aire	v = 0.5 mm/min
Salino	v = 0.01 mm/min j = 0.5mA/cm ² 3%NaCl
Acido	v = 0.01 mm/min j = 0.5mA/cm ² 1M H ₂ SO ₄ + 0.25 g/l As ₂ O ₃

3.2.1. Acero inoxidable dúplex 2205

La figura 3 expone tres curvas Carga-COD representativas de los ensayos realizados en los tres ambientes con el acero SS2205. Se aprecia claramente que a medida que el entorno se vuelve más agresivo, el máximo de carga se alcanza antes, su valor disminuye y la pendiente de la curva superado dicho máximo es cada vez mayor. Bajo el supuesto de que el máximo de estas curvas indica el comienzo del crecimiento real de la grieta tras el enromamiento y que la pendiente posterior está relacionada con la velocidad a la que se propaga, estas curvas ya indican que el efecto fragilizador del hidrógeno se incrementa con la cantidad de hidrógeno que entra en la probeta (mayor en el medio ácido) y que se acumula en la región del frente de la grieta.

Esto se ve más claramente en la figura 4, donde se han representado las curvas de resistencia al avance de la grieta, J-Δa, obtenidas con este acero. En ellas también se incluyen la línea de enromamiento y el resto de las líneas paralelas a ésta que delimitan la zona de cálculo de la curva J-R. De acuerdo con la norma ASTM E1820, estas líneas responden a la expresión (2).

$$J = (\sigma_{ys} + \sigma_{is})\Delta a \quad (2)$$

Como puede observarse, el valor de J en el inicio del crecimiento estable (intersección de la curva J-R con la línea de enromamiento desplazada 0.2 mm) cae ya de

manera abrupta con el medio salino y el descenso es aún más acusado cuando se utiliza el medio ácido.

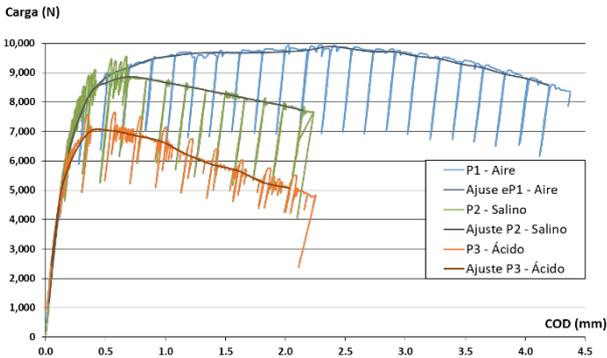


Figura 3. Curvas Carga-COD (Acero dúplex, 2205).

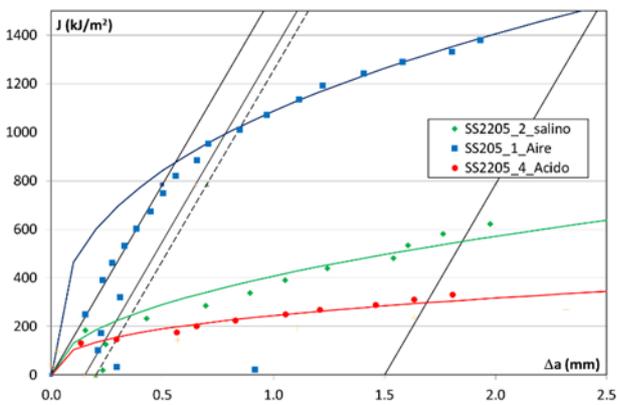


Figura 4. Curvas J- Δa (Acero inoxidable dúplex 2205).

Por su parte, la figura 5 recoge, de manera conjunta, imágenes de los micromecanismos de fractura observados en los tres ambientes.

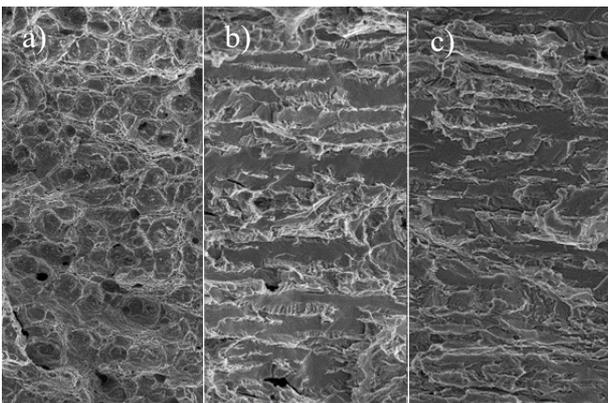


Figura 5. Superficies de fractura del acero SS2205: a) al aire, b) ambiente salino, c) en ambiente ácido.

Como puede observarse, ensayado al aire (figura 5.a) el acero muestra el típico micromecanismo de fractura dúctil, consistente en la nucleación, crecimiento y coalescencia de microhuecos (CMV). Ensayado en ambiente salino, el micromecanismo es ya frágil, observándose clivaje en la ferrita (zonas más planas), pero conservándose una cierta plasticidad en la austenita (figura 5.b). Esta combinación se repite en ambiente

ácido, pero con menos plasticidad en la austenita (figura 5.c).

3.2.2. Acero inoxidable ferrítico 430

La figura 6 muestra las curvas de Carga-COD obtenidas en los ensayos realizados con este acero en los tres mismos ambientes (aire, salino y ácido). Al igual que en el caso anterior, conforme aumenta la agresividad del medio, el valor de carga máxima se alcanza antes y las pendientes de las curvas, tras dicho máximo, son más abruptas. Por otro lado, si se comparan estas curvas con las obtenidas con el acero dúplex (figura 3), se aprecia que el nivel de carga alcanzado es en estos casos significativamente menor, lo que se explica en virtud de los menores valores del límite elástico y de la resistencia a la tracción medidos en este acero (véase la tabla 2).

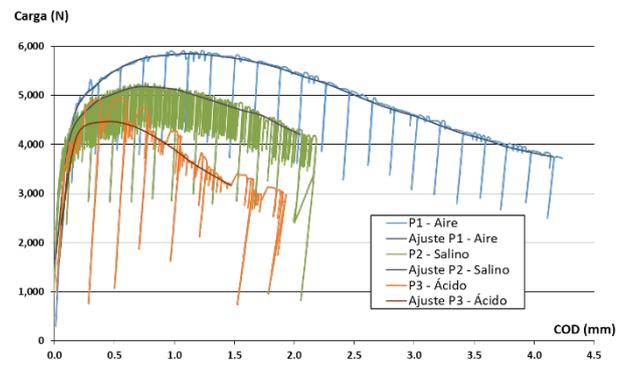


Figura 6. Curvas Carga-COD (Acero ferrítico 430).

Por su parte, la figura 7 muestra tres curvas J- Δa representativas de las obtenidas con este acero en los tres ambientes.

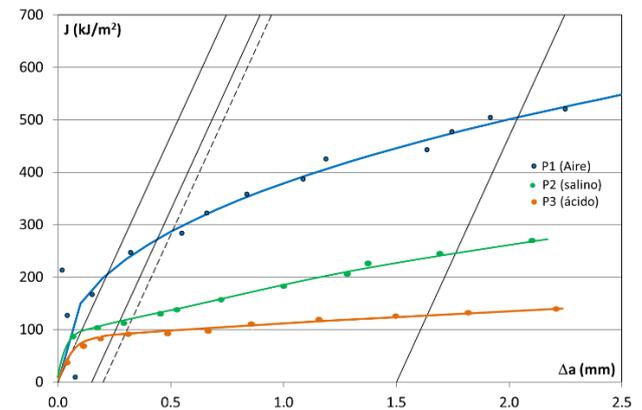


Figura 7. Curvas J- Δa (Acero ferrítico 430).

Como puede observarse, la tenacidad de este acero en los ensayos al aire es una tercera parte de la del acero dúplex y este valor cae a valores que apenas alcanzan los 100 kJ/m^2 en presencia de hidrógeno. Obviamente, cuando más agresivo es el medio utilizado en la carga electroquímica, mayor es la caída de la tenacidad, pero la diferencia entre los dos medios empleados en este estudio es muy poco significativa, lo que denotaría que se hubiera alcanzado ya prácticamente la saturación de hidrógeno en

la región del frente de grieta en el ensayo realizado en el medio salino.

Por último, la figura 8 recoge, de manera conjunta, imágenes de los micromecanismos de fractura observados en los ensayos realizados en los tres ambientes. Como puede observarse, ensayado al aire (figura 8.a), este acero muestra también el típico micromecanismo de fractura dúctil (CMV), pero el micromecanismo pasa a ser mixto cuando se ensaya en ambiente salino (figura 8.b): siguen viéndose zonas con microhuecos, pero abundan también zonas planas, representativas de roturas por clivaje. Si la cantidad de hidrógeno introducido es aún mayor (ambiente ácido), el micromecanismo de fallo es ya totalmente frágil (clivaje) y se aprecian también grietas secundarias (figura 8.c).

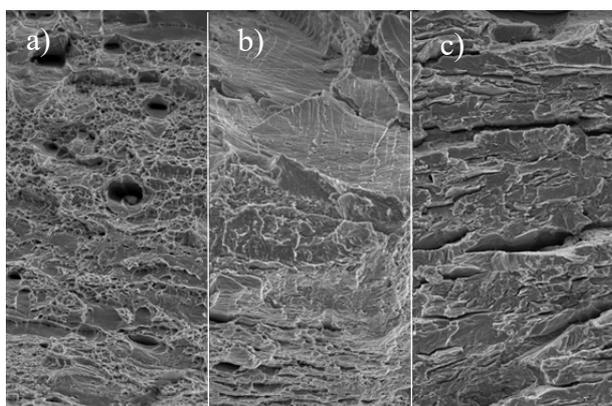


Figura 8. Superficies de fractura del acero SS430: a) al aire, b) ambiente salino, c) en ambiente ácido.

4. DISCUSIÓN DE RESULTADOS

En la tabla 4 se muestran los valores de la tenacidad, $J_{0.2}$, y los índices de fragilización, IF, correspondientes a cada material en función de la condición de carga de hidrógeno in-situ utilizada.

Tabla 4. Tenacidad a la fractura e índice de fragilización para cada material y medio ensayado.

ID Probeta	Condición	$J_{0.2}$ [kJ/m ²]	IF [%]
Dúplex 2205	Aire	1063	-
	Salino	200	84
	Ácido	148	86
Ferrítico 430	Aire	290	-
	Salino	118	60
	Ácido	83	72

Debe señalarse que en el caso del acero inoxidable dúplex, con una tenacidad inicial muy elevada en virtud de su microestructura mixta austenita/ferrita, la presencia de hidrógeno supone una fragilización muy alta, que

supera el 80% tanto en medio salino como en medio ácido. No obstante, se trata de valores de la tenacidad relativamente altos, ya que en el medio salino el valor de $J_{0.2H}$ supera los 200 kJ/m² y en medio ácido casi se alcanzan los 150 kJ/m².

Por su parte, la microestructura totalmente ferrítica del acero 430, le confiere una tenacidad de partida mucho más reducida, por lo que, aunque la fragilización no es tan importante como la observada en el acero dúplex (60% en medio salino y 72% en medio ácido), en este caso justo se superan los 100 kJ/m² en el medio salino y los 80 kJ/m² en el medio ácido.

5. CONCLUSIONES

Se ha analizado el impacto que tiene la entrada de hidrógeno en la tenacidad a la fractura de dos tipos de acero inoxidable, un acero dúplex 2205 y un acero ferrítico 430. A partir de los datos obtenidos, se extraen las siguientes conclusiones:

- La entrada de hidrógeno durante la realización del ensayo empleado para la determinación de la tenacidad a la fractura se traduce en una disminución muy significativa de esta propiedad, que en el caso del acero dúplex 2205 es tanto mayor cuanto mayor es la cantidad de hidrógeno introducida, mientras que en el acero ferrítico 430 parecería que ya en el medio salino se alcanzase la saturación de hidrógeno en la región del frente de grieta.
- El acero dúplex ensayado al aire muestra una tenacidad extraordinaria, registrando unos 1063 kJ/m². Este valor es notablemente superior al de la tenacidad del acero ferrítico 430, con el que se ha medido una tenacidad igual a 290 kJ/m². Tal disparidad pone de manifiesto la excepcional resistencia del acero dúplex frente a condiciones atmosféricas normales.
- Al evaluar los materiales en un ambiente salino, la tenacidad del acero dúplex experimenta una gran disminución, situándose ahora en 200 kJ/m². En paralelo, en el acero ferrítico 430 se ha medido una tenacidad de 118 kJ/m² bajo las mismas condiciones. Estos resultados indican cómo el entorno salino afecta la integridad estructural de ambos aceros, aunque comparativamente el acero dúplex sigue mostrando un comportamiento mejor.
- El impacto corrosivo de un medio ácido sobre la tenacidad es aún más pronunciado. En el acero dúplex se ha medido una tenacidad de 148 kJ/m², mientras que la tenacidad del acero ferrítico 430 en este mismo medio es significativamente inferior, 83 kJ/m². La comparativa subraya la vulnerabilidad del acero ferrítico 430 frente a la agresividad del medio ácido y confirma la relativa robustez del acero dúplex cuando la cantidad de hidrógeno que introduce el medio es muy alta.

- La agresividad del ambiente determina el micromecanismo de fallo operativo. En los dos aceros se evidencia una transición desde un comportamiento completamente dúctil en los ensayos realizados al aire a un comportamiento frágil a medida que se incrementa la entrada de hidrógeno en la microestructura de los aceros.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecer la financiación recibida del Ministerio de Economía, Industria y Competitividad a través del proyecto MICINN-23-CPP-008986 (2022-2025). Asimismo, agradecemos a los Servicios Científico-Técnicos de la Universidad de Oviedo por el uso del MEB.

REFERENCIAS

- [1] A. Pareek, R. Dom, J. Gupta, J. Chandran, V. Adepur, and P. H. Borse, “Insights into renewable hydrogen energy: Recent advances and prospects,” *Mater. Sci. Energy Technol.*, vol. 3, pp. 319–327, Jan. 2020, doi: 10.1016/J.MSET.2019.12.002.
- [2] “Hydrogen roadmap for sustainable path to Euro energy transition,” *Fuel Cells Bull.*, vol. 2019, no. 3, p. 13, Mar. 2019, doi: 10.1016/S1464-2859(19)30121-X.
- [3] J. Hirth, “Effects of hydrogen on the properties of iron and steel,” *Metall. Trans. A*, vol. 11, pp. 861–890, 1980.
- [4] R. Singh, V. Singh, A. Arora, and M. Dhiraj K., “In-situ investigations of hydrogen influenced crack initiation and propagation under tensile and low cycle fatigue loadings in RPV steel,” *Nucl. Mater.*, vol. 529, 2019.
- [5] T. Michler and J. Naumann, “Microstructural aspects upon hydrogen environment embrittlement of various bcc steels,” *Int. J. Hydrogen Energy*, vol. 35, no. 2, pp. 821–832, 2010, doi: 10.1016/j.ijhydene.2009.10.092.
- [6] V. Arniella, G. Álvarez, M. Llera, C. Rodríguez, and F. J. Belzunce, “Influencia del hidrógeno en la tenacidad a la fractura del acero 42CrMo4 templado y revenido y del acero inoxidable dúplex 2205,” *Rev. Mecánica la Fract.*, vol. 6, pp. 3–8, 2023.
- [7] I. O. Shim and J. G. Byrne, “A study of hydrogen embrittlement in 4340 steel I: Mechanical aspects,” *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 123, no. 2, pp. 169–180, Feb. 1990, doi: 10.1016/0921-5093(90)90281-7.
- [8] T. Neeraj, R. Srinivasan, and J. Li, “Hydrogen embrittlement of ferritic steels: Observations on deformation microstructure, nanoscale dimples and failure by nanovoiding,” *Acta Mater.*, vol. 60, no. 13–14, pp. 5160–5171, Aug. 2012, doi: 10.1016/J.ACTAMAT.2012.06.014.
- [9] P. Novak, R. Yuan, B. P. Somerday, P. Sofronis, and R. O. Ritchie, “A statistical, physical-based, micro-mechanical model of hydrogen-induced intergranular fracture in steel,” *J. Mech. Phys. Solids*, vol. 58, no. 2, pp. 206–226, Feb. 2010, doi: 10.1016/J.JMPS.2009.10.005.
- [10] International ASTM, “Standard Test Method for Measurement of Fracture Toughness,” 2010. doi: 10.1520/E1820-09.2.

ANÁLISIS DE LA SENSIBILIDAD A LA ENTALLA Y DE LOS MICROMECHANISMOS DE ROTURA DE UN ACERO DUPLEX 2205 MEDIANTE ENSAYOS IN-SITU EN AMBIENTE DE HIDRÓGENO

L. Medina^{1*}, N. Mayoral¹, R. Rodríguez-Aparicio¹, A. Díaz¹, I.I. Cuesta¹, J.M. Alegre¹.

¹ Universidad de Burgos. Escuela Politécnica Superior. Av Cantabria s/n, 09006, Burgos, Spain.

* E-mail: lmherrero@ubu.es

RESUMEN

Los aceros inoxidable austeníticos, como el acero 316L, son conocidos por su insensibilidad a la fragilización por hidrógeno. Sin embargo, presentan el inconveniente de tener una baja resistencia mecánica. Uno de los retos actuales es estudiar la susceptibilidad a la fragilización por hidrógeno de materiales de alto límite elástico. En este sentido, dentro de los materiales con mayor proyección encontramos los aceros austeno-ferríticos o aceros dúplex, los cuales exhiben unas buenas propiedades mecánicas, pero presentan cierta sensibilidad en ambiente de hidrógeno, asociada a la presencia de la fase ferrítica. En este trabajo se analiza la sensibilidad a la entalla, tanto al aire como en ambiente de hidrógeno, del acero dúplex 2205. Para ello, se realizan ensayos de probetas de tracción entalladas con diferentes radios de entalla, abarcando un amplio rango de factores de concentración de tensiones desde $k_t=2$ hasta $k_t=6$, tanto al aire como en ambiente de hidrógeno a una presión de 140 bar. Se ha realizado una simulación numérica para conocer las condiciones tensionales y de deformación en cada configuración y se han analizado los mecanismos de rotura en cada uno de los casos, determinándose las condiciones críticas y estableciendo de esta forma el comportamiento de este material frente a distintos tipos de entalla al aire y en ambiente de hidrógeno.

PALABRAS CLAVE: Fragilización por hidrógeno, sensibilidad a la entalla, acero dúplex, micromechanismos de rotura.

ABSTRACT

Austenitic stainless steels, such as 316L steel, are known for their insensitivity to hydrogen embrittlement. However, they have the disadvantage of having low mechanical resistance. One of the current challenges is to study the susceptibility to hydrogen embrittlement of high elastic limit materials. In this sense, among the materials with the greatest projection we find austeno-ferritic steels or duplex steels, which exhibit good mechanical properties, but present a certain sensitivity in a hydrogen environment, associated with the presence of the ferritic phase. In this work, the notch sensitivity is analyzed, both in air and in hydrogen environment, of 2205 duplex steel. To do this, tests are carried out on notched tensile specimens with different notch radius, covering a wide range of factors of stress concentration from $k_t=2$ to $k_t=6$, both in air and in a hydrogen environment at a pressure of 140 bar. A numerical simulation has been carried out to calculate the stress and deformation conditions in each configuration and the failure mechanisms have been analyzed in each of the cases, determining the critical conditions and thus establishing the behavior of this material against different types of notching in air and in a hydrogen environment.

KEYWORDS: Hydrogen embrittlement, notch sensitivity, duplex steel, failure micro mechanisms.

1. INTRODUCCION

La creciente demanda de energía a nivel mundial es un hecho irrefutable. A raíz de esta crecida se está planteando el uso de nuevos vectores energéticos como el hidrógeno. Sin embargo, para la implantación de este se necesitan crear nuevas infraestructuras para su almacenamiento y transporte [1], [2]. Es por este motivo que el fenómeno de fragilización por hidrógeno se ha convertido en un campo de gran interés. Este fenómeno, típicamente experimentado por metales, consiste en la difusión de átomos de hidrógeno en la estructura cristalina del metal. Para paliar este efecto se han utilizado tradicionalmente aceros austeníticos como el 316L. Este tipo de aceros presentan el problema de su

elevado coste económico y de entrar en la categoría de aceros de media-baja resistencia mecánica. Es por este motivo que se están estudiando otros tipos de aceros como los aceros inoxidable dúplex, que presentan aproximadamente un 50% de contenido en austenita, con unas propiedades mecánicas más elevadas respecto a los mayoritariamente austeníticos. Dentro de este tipo de aceros destacan el 2207 o el 2205.

Otro aspecto importante a considerar es que debido a la baja densidad volumétrica del hidrógeno se suele almacenar y transportar en recipientes a presión, desde 30 bares hasta muy altas presiones de hasta 1000 bares, de manera que los recipientes se pueden someter a múltiples estados tensionales. Estos componentes suelen estar sometidos a ciclos de carga y descarga, por lo que

la susceptibilidad a la entalla es un factor que debe ser conocido para diseños adecuados en fatiga en dichos componentes. Este fenómeno se estudia variando el factor de concentración de tensiones K_t [3] de diferentes configuraciones entalladas.

En la actualidad, para realizar ensayos de fragilización por hidrógeno destacan los ensayos mediante ataques electroquímicos. El objetivo de este estudio es ver cómo se comporta el acero dúplex 2205 en ambiente de hidrógeno gas y para distintas configuraciones de entalla. Adicionalmente, se estudiarán los micro mecanismos de rotura en hidrógeno y su relación con el radio de entalla. Para este último cometido, se han realizado simulaciones numéricas para comprobar los estados tensionales y de deformación.

2. MATERIALES Y METODOS

2.1. Material

El material estudiado en esta investigación es el acero inoxidable dúplex (DSS) grado 2205. La composición química se muestra en la Tabla 1. La plancha de acero fue laminada en caliente, recocida a 1050°C y templada en agua.

Tabla 1. Composición química (% en peso)

%C	%Si	%Mn	%P	%Ni
0.015	0.560	1.810	0.026	5.700
%Cr	%Mo	%Cu	%N	%Nb
22.500	3.070	0.190	0.170	0.010

En la Tabla 2 se recogen las propiedades mecánicas fundamentales: el módulo de Young (E), el límite elástico (σ_{ys}), la resistencia última (σ_{uts}), el alargamiento a rotura (A) y la reducción de área (RA).

Tabla 2. Propiedades mecánicas fundamentales

E (MPa)	σ_{ys} (MPa)	σ_{uts} (MPa)	A%	RA%
195000	544	783	51.85	84.6

En la Figura 1 se muestra la microestructura del acero inoxidable dúplex. Para revelar la microestructura se recurrió a un desbaste con un posterior pulido con polvos de 6 y 1 μm respectivamente. Posteriormente, se realizó un ataque electroquímico con NaOH 5 molar y una diferencia de potencial de 10 V durante 30 segundos. De la microestructura hay que destacar las dos zonas que se diferencian, siendo la zona clara la austenita (42.17%) y la zona oscura la ferrita (57.83%).

2.2. Probetas entalladas

Las probetas ensayadas han sido probetas de tracción entalladas con radios de entalla variables, mecanizadas en la dirección longitudinal de la plancha. Las dimensiones de estas se pueden encontrar en la Figura 2. Se han mecanizado 16 probetas en total, 6 de radio de entalla 0.1 mm, 4 de radio de entalla 0.22 mm y 6 de

radio de entalla 1 mm. Se ha seguido la norma ASTM G 142-98. El factor de concentración de tensiones se ha obtenido analíticamente mediante (1)[4], donde r es el radio de entalla de la probeta y ρ es el radio de entalla.

$$K_t = \frac{\frac{r}{\rho} \cdot \left(\frac{r}{\rho} + 1\right)^{\frac{1}{2}} + 0.8 \cdot \frac{r}{\rho} + 1.3 \cdot \left[\left(\frac{r}{\rho} + 1\right)^{\frac{1}{2}} + 1\right]}{\frac{r}{\rho} + 0.6 \cdot \left(\frac{r}{\rho} + 1\right)^{\frac{1}{2}} + 2} \quad (1)$$

Los valores para los diferentes radios de entalla mecanizados han sido de 2 para $R=1$ mm, de 4 para $R=0.22$ mm y de 6 para $R=0.1$ mm respectivamente.

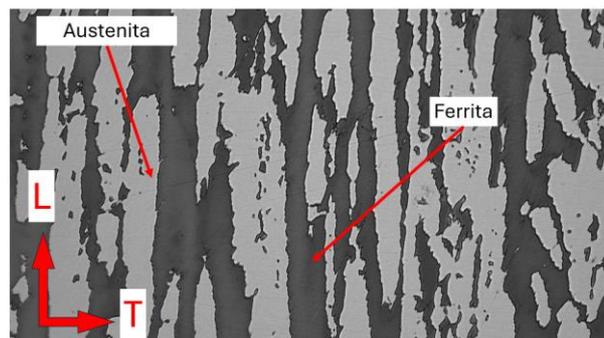


Figura 1. Microestructura DSS 2205, plano L-T extraído de la plancha de la que se sacaron todas las probetas

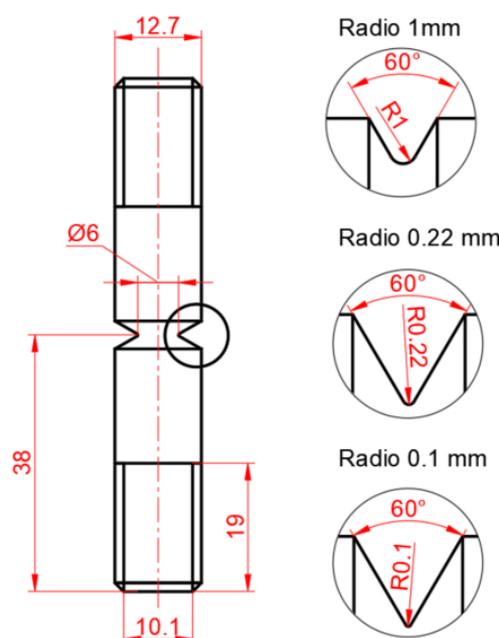


Figura 2. Geometrías de las probetas ensayadas.

2.3. Ensayos con hidrógeno in-situ

Los ensayos en ambiente de hidrógeno se realizaron en el Laboratorio de Tecnologías del Hidrógeno de la Universidad de Burgos (H2-lab) en un equipo de la compañía Cortest. Este dispositivo cuenta con un autoclave hermético que permite ensayos hasta temperaturas de 300°C y presiones de 300 bar. Adicionalmente, se dispone de una célula de carga de 50 kN y de dos LVDT de rango 20 mm y resolución 0.0001 mm para la medida del desplazamiento.

Todos los ensayos fueron realizados a una velocidad de 0.002 mm/s y a temperatura ambiente. Los ensayos en hidrógeno (de pureza 99.9999%) se realizaron a una presión de 140 bar sin precarga, es decir, se introdujeron en el autoclave, se aumentó la presión con hidrógeno hasta 140 bar y fueron ensayadas.

2.4. Fractografías ópticas y SEM

Las superficies de fractura se han analizado ópticamente mediante una lupa modelo S9i Stereozoom de Leica Microsystems Ltd. (Suiza) con 5.5 aumentos. La microestructura ha sido analizada con un microscopio óptico modelo DMi8-M de Leica Microsystems Ltd. (Suiza) con hasta 100 aumentos. Para la captura y procesado de imágenes se ha utilizado el programa Leica Application Suite (version 4.12.0). Las fractografías microscópicas se han tomado con un microscopio electrónico de barrido (SEM) Jeol JSM-6460LV con una configuración de 20 kV.

2.5. Simulación numérica

El análisis de elementos finitos se ha llevado a cabo con Ansys Parametric Design Language (APDL). Para la simulación, se ha implementado el elemento PLANE182, elemento plano y definido por 4 nodos. El tamaño de la malla varía de 0.066 a 0.66 mm desde la entalla al centro de la probeta.

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

3.1. Ensayos de tracción en ambiente de hidrógeno

En la Figura 3 se pueden observar los resultados obtenidos en los ensayos de tracción. En todas las curvas se representa la tensión en la sección neta frente al desplazamiento de los extremos de la probeta. Se ha descontado la rigidez del utillaje. Destaca la obtención de una menor tensión máxima conforme aumenta el radio de entalla, siendo las tensiones máximas 1354 MPa (para 0.1 mm de radio de entalla), 1293 MPa (para 0.22 mm de radio de entalla) y 1250 MPa (para 1 mm de radio de entalla).

Por su parte, en la Figura 4 se representan el alargamiento final de cada probeta (mm) y la resistencia a tracción en muesca (MPa) en función del factor de concentración de tensiones (K_t). Para la resistencia a la tracción en muesca (Notched Tensile Strength o NTS en inglés) se considera la máxima fuerza registrada por la máquina durante el ensayo y se divide entre área inicial de la sección reducida. Como se observa, el decremento del alargamiento final depende únicamente del factor de concentración de tensiones (K_t) independientemente de que se encuentren las probetas en ambiente de hidrógeno o no. Si se aprecia que en ambiente de hidrógeno todas las probetas ensayadas se alargaron menos ya que fragilizaron. Como se aprecia en la Figura 4, el alargamiento es mayor cuanto aumenta el radio de entalla. Una evolución más interesante es la que se produce en la resistencia a tracción en muesca. Esta crece en aire conforme se aumenta el K_t (disminuye el

radio de entalla), mientras que en ambiente de hidrógeno esta decrece de manera lineal. Otra observación interesante es la variación de esta en valores absolutos. En aire varía 147 MPa del valor mínimo al máximo mientras que en hidrógeno la variación es de 329 MPa, suponiendo una variación de más del doble.

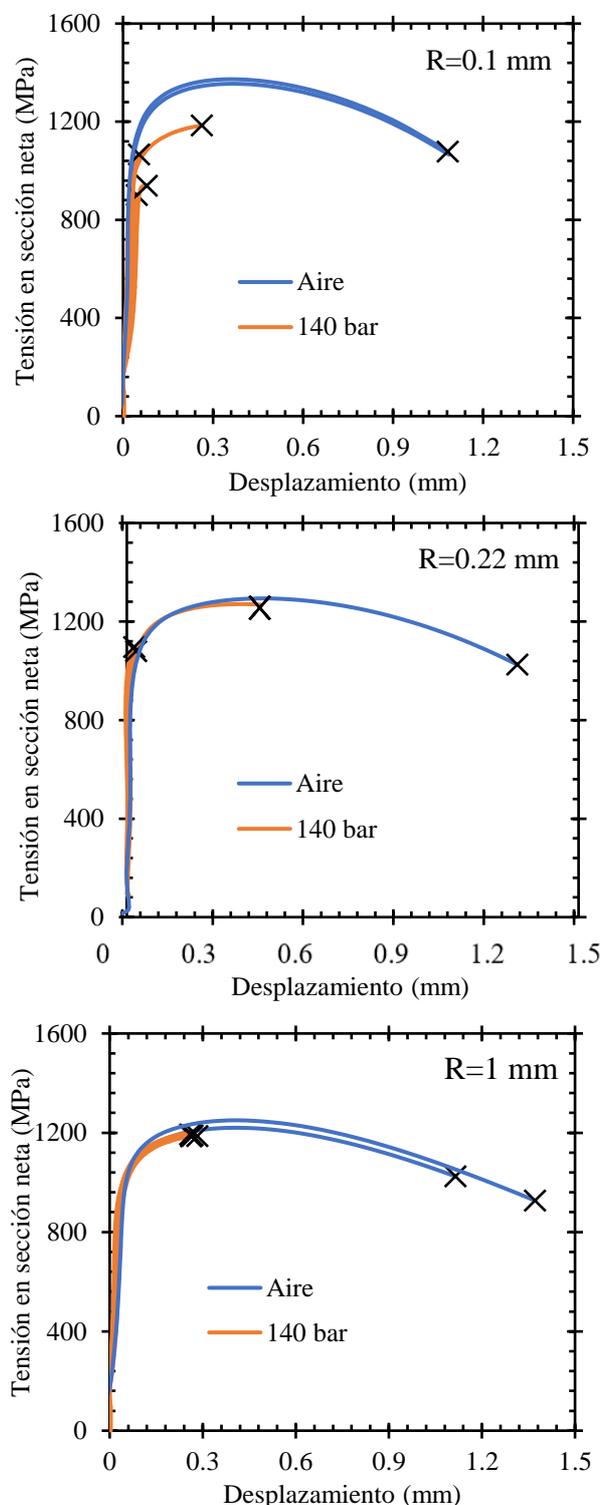


Figura 3. Resultados ensayos a tracción. Los resultados se corresponden con las entallas de 0.1 mm, 0.22 mm y 1 mm.

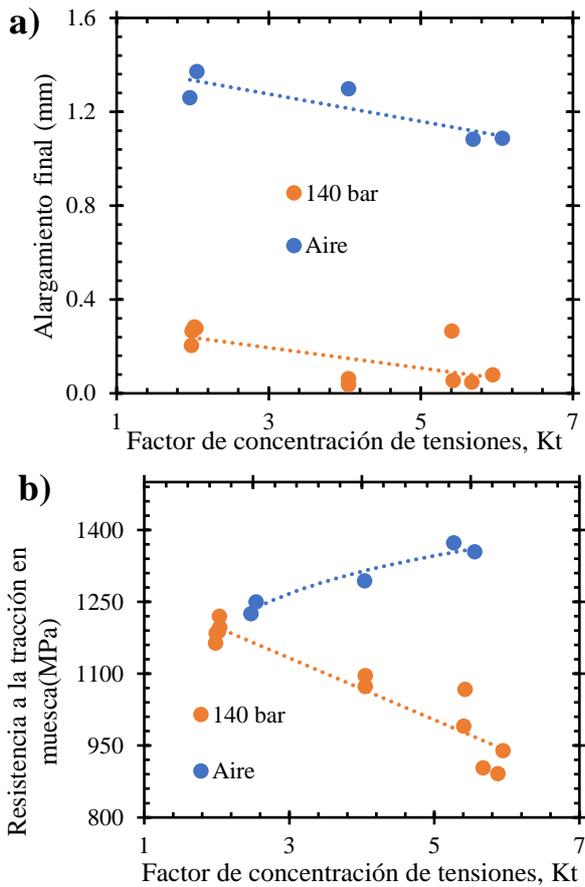


Figura 4. Alargamiento final (a) y resistencia a la tracción en muesca (b).

También se observa que para valores bajos de K_t (acercándose a condiciones de tracción lisa), la resistencia a tracción es prácticamente la misma al aire y a 140 bares, ya que las probetas rompen prácticamente al alcanzar el medio de la curva. Sin embargo, para K_t mayores, la concentración de tensiones en la punta de entalla hace que las probetas rompan prácticamente en la zona de subida, lo cual revela la elevada susceptibilidad del material a la entalla.

Por su parte, el alargamiento a rotura sigue un patrón descendente muy similar tanto en aire como a 140 bares, de manera que se descarta la susceptibilidad del material a la entalla respecto a este factor.

3.2. Análisis de los mecanismos de rotura

Para realizar el análisis de los mecanismos de rotura se recurrió al análisis mediante el microscopio electrónico de barrido (SEM). En primer lugar, se observaron los distintos tipos de rotura en los casos estudiados, como se muestra en la Figura 5. Se observa que las probetas ensayadas en aire tienen una mayor reducción de área (32.40%) que las probetas ensayadas en hidrógeno (7.87%).

En la Figura 6 se observan los 3 mecanismos típicos de rotura en este tipo de probetas. En la zona exterior de la probeta se encuentra la zona donde se manifiesta el mecanismo HEDE (Hydrogen-Enhanced Decohesion), típico de zonas en las que el hidrógeno ha penetrado en abundancia. De este mecanismo es típico la rotura de las islas de ferrita como se aprecia en la Figura 7.

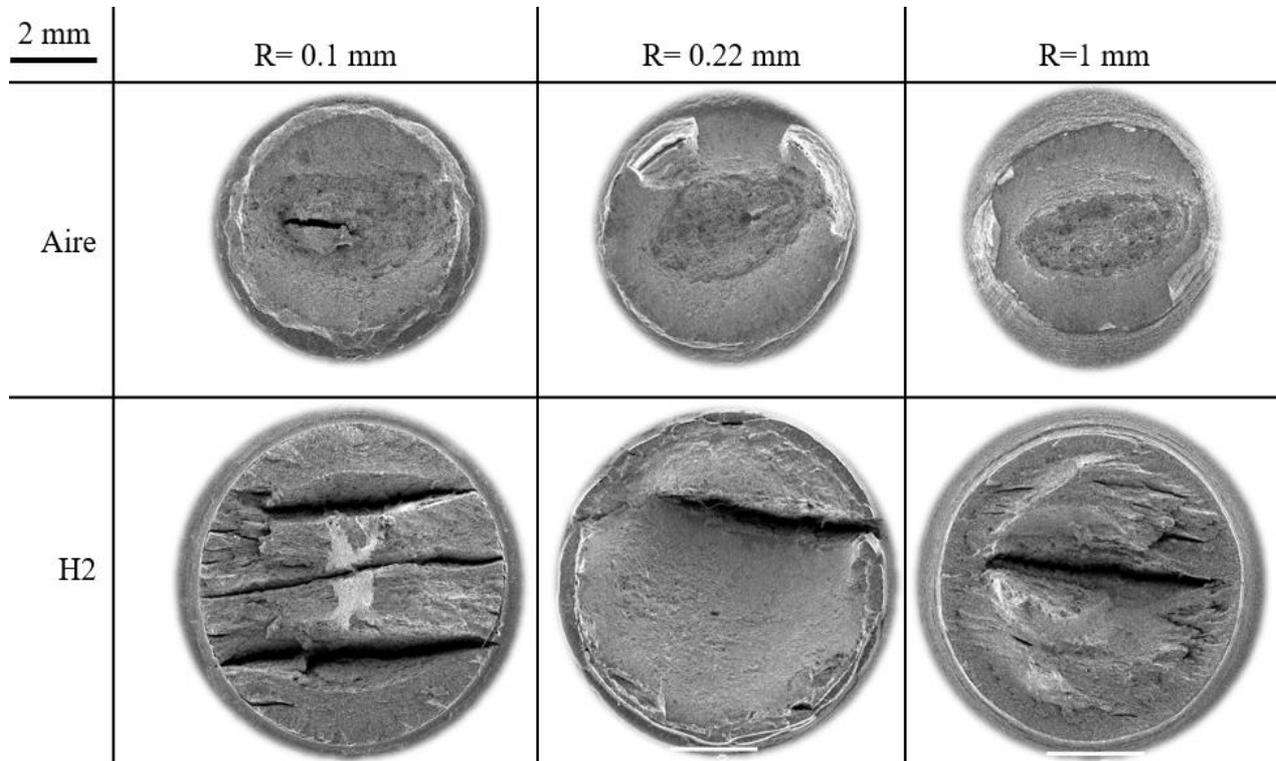


Figura 5. Comparativa de probetas ensayadas con y sin hidrógeno.

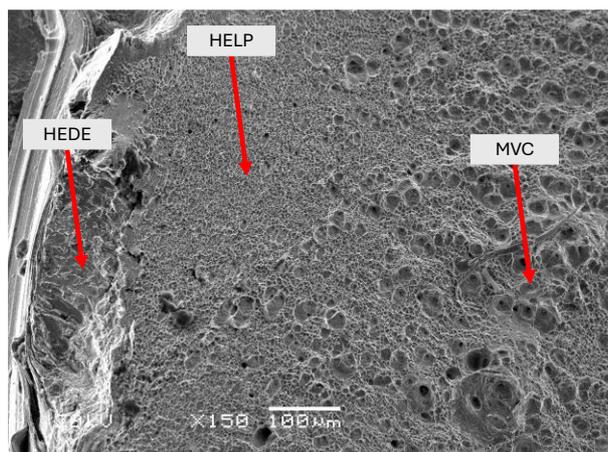


Figura 6. Mecanismos de rotura encontrados.

A la derecha de esta zona, avanzando hacia el centro de la probeta, se encuentra el segundo mecanismo de rotura, el HELP (Hydrogen-Enhanced Localised Plasticity). Este segundo mecanismo es común en zonas donde el hidrógeno ha comenzado a penetrar, pero no a unos niveles tan altos como en el caso anterior. De este mecanismo es típico la creación de micro huecos como se observa en la Figura 7. Por último, en el interior, donde no ha penetrado el hidrógeno, se observa una rotura del tipo MVC (Microvoid-Coalescence). Esta rotura es común en los aceros, y se manifiesta por la acumulación de energía resultando en una nucleación, crecimiento y coalescencia de los micro huecos. Este mecanismo se asocia a una rotura dúctil. Estos resultados de mecanismos de rotura encontrados son análogos a los obtenidos por otros autores [5], [6]. Como se ha mencionado antes, la principal diferencia radica en que los ensayos se están realizando con hidrógeno gas in-situ en lugar de realizando un ensayo in-situ de carga de hidrógeno electroquímicamente.

3.3. Resultados de la simulación y comparativa con los resultados experimentales

Para realizar la simulación numérica se han implementado en APDL las geometrías de las probetas. Se ha realizado un mallado más fino en la entalla, de manera que se observe bien cuál es la tensión en esa zona. Con esta simulación se obtiene la tensión distribuida a lo largo de la línea que une el centro de la probeta con la entalla.

Como se observa en la Figura 8, se ha graficado la tensión hidrostática y la deformación plástica en función de la distancia al centro de la probeta. En la imagen se intuye que cuando empieza a aumentar la deformación plástica es cuando se produce el cambio de mecanismo de rotura (se pasa de HEDE a HELP). Sin embargo, no se puede aseverar que el cambio de mecanismo de rotura dependa únicamente de la aparición de la deformación plástica. Para realizar un buen análisis numérico se deben tener en cuenta otros factores como pueden ser la difusión de hidrógeno o el tiempo de ensayo. Para el caso de la difusión de hidrógeno, esta

determinará cuando hidrógeno hay dentro del material, permitiendo así la aparición de unos mecanismos de rotura u otros [7]:

$$C_S = C_0 \cdot \exp\left(\frac{\sigma_h \cdot V_H}{RT}\right) \quad (2)$$

Donde C_S es la concentración de hidrógeno sometida a tensión hidrostática, C_0 la concentración de hidrógeno sin tensión hidrostática, σ_h tensión hidrostática, V_H el volumen molar del hidrógeno, R la constante de los gases ideales y T la temperatura.

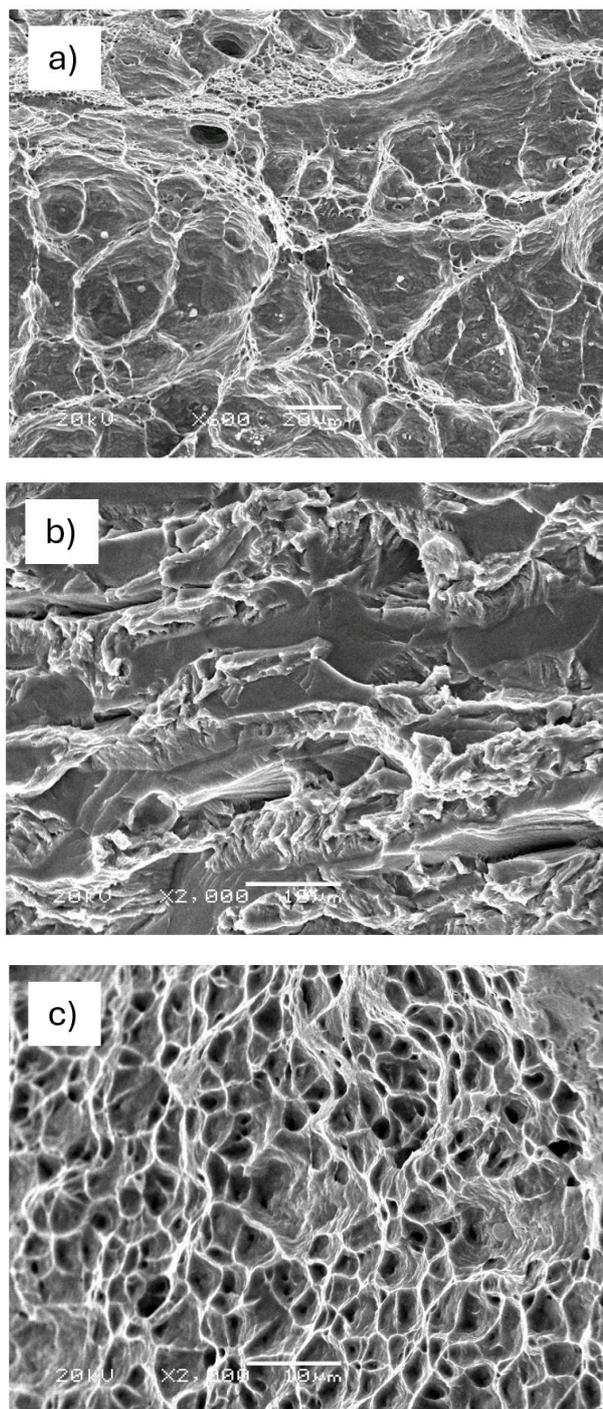


Figura 7. Mecanismos de rotura en detalle. Mecanismos de rotura MVC (a), HEDE (b) y HELP (c).

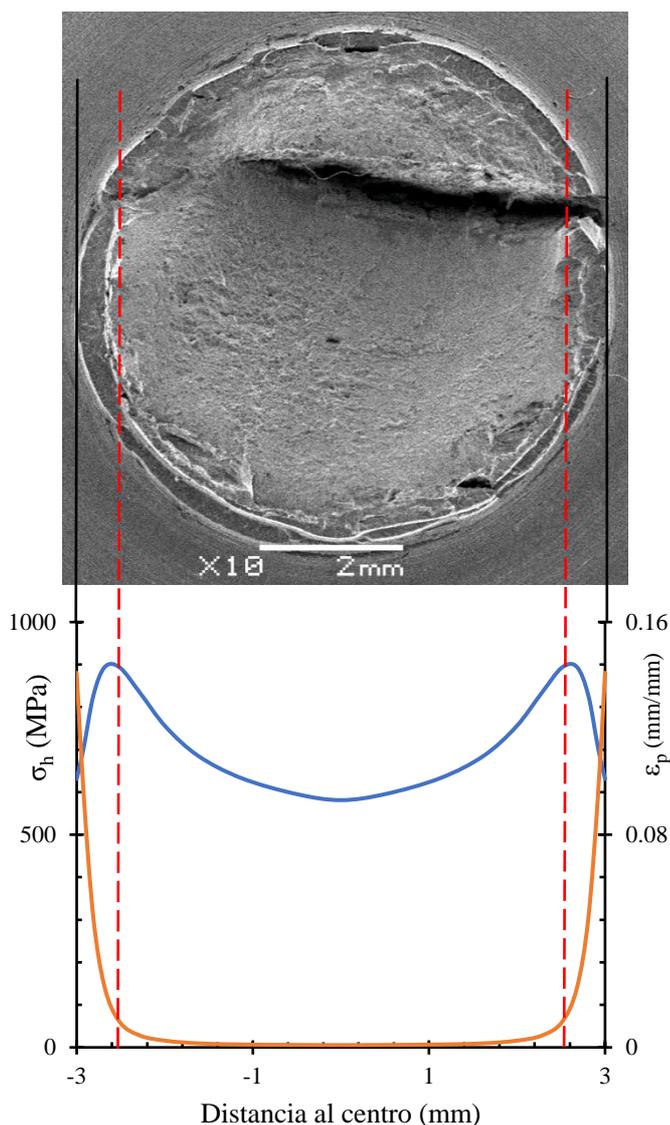


Figura 8: Tensión hidrostática y deformación plástica para una probeta $R=0.22$ mm.

Muy relacionado se encuentra el tiempo de ensayo, ya que contra mayor sea este, más tiempo se le dará al hidrógeno para que pueda penetrar en la estructura del material y propicie el fenómeno de la fragilización.

4. CONCLUSIONES

A través de este trabajo se ha estudiado el comportamiento de probetas entalladas del acero dúplex 2205 en ambiente de hidrógeno. Además, se han analizado los mecanismos de rotura y se ha realizado una simulación para determinar la correlación entre la distribución de la tensión y los mecanismos de rotura asociados. De esta forma, se extraen las siguientes conclusiones:

- La resistencia a tracción en las probetas entalladas presenta una elevada variación dependiendo de si se encuentran las probetas en aire o en hidrógeno. Para el caso del aire esta resistencia aumenta un poco conforme se aumenta el factor de concentración de tensiones

mientras que, para el caso del hidrógeno, conforme se aumenta el factor de concentración de tensiones la resistencia a la tracción en muesca decrece en mayor medida.

- La fuerte dependencia del mecanismo de rotura según la distancia al centro de la probeta y según la cantidad de hidrógeno que ha penetrado en esta. Se observa que justo en la zona del borde se encuentra el mecanismo HEDE, si te adentras hacia al centro de la probeta más aparece el mecanismo HELP y si te adentras aún más aparece el mecanismo MVC.
- Los mecanismos de rotura están relacionados con el estado tenso-deformacional que hay en cada parte de la probeta. Sin embargo, no se pueden relacionar únicamente a este factor ya que los mecanismos de rotura dependen de otros factores como la concentración de hidrógeno en la probeta y el tiempo de ensayo.

AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen la financiación de MCIN/AEI a través de los proyectos PID2021-124768OB-C21, TED2021-130413B-I00 y el Safe H2 (BU-040-P23) de la Junta de Castilla y León cofinanciado con fondos FEDER.

REFERENCIAS

- [1] «A SUSTAINABLE PATHWAY FOR THE EUROPEAN ENERGY TRANSITION HYDROGEN ROADMAP EUROPE», doi: 10.2843/249013.
- [2] A. Martin, M. F. Agnoletti, y E. Brangier, «Users in the design of Hydrogen Energy Systems: A systematic review», *International Journal of Hydrogen Energy*, vol. 45, n.º 21. Elsevier Ltd, pp. 11889-11900, 17 de abril de 2020. doi: 10.1016/j.ijhydene.2020.02.163.
- [3] H. Arashima y S. Masada, «Effect of hydrogen on the notch tensile strength of JIS SNCM439 steel», *Mater Trans*, vol. 62, n.º 8, pp. 1133-1140, 2021, doi: 10.2320/matertrans.MT-M2021046.
- [4] H. NEUBER, «Theory_of_Notch_Stresses», 1937, Accedido: 20 de febrero de 2024. [En línea]. Disponible en: https://books.google.es/books/about/Theory_of_Notch_Stresses.html?id=9hoIAQAAIAAJ&redir_esc=y
- [5] V. Arniella, G. Álvarez, J. Belzunce, y C. Rodríguez, «Hydrogen embrittlement of 2205 duplex stainless steel in in-situ tensile tests», *Theoretical and Applied Fracture Mechanics*, vol. 124, abr. 2023, doi: 10.1016/j.tafmec.2023.103794.
- [6] S. P. Lynch, «Hydrogen embrittlement (HE) phenomena and mechanisms», en *Stress corrosion cracking: Theory and practice*, Elsevier Ltd, 2011, pp. 90-130. doi: 10.1533/9780857093769.1.90.
- [7] M. R. Jr. Louthan y R. G. Derrick, «Permeability of Nickel to high pressure hydrogen isotopes», 1976.

ENSAYOS DE FLEXIÓN EN TUBOS DE CIRCONIO PRE-HIDRURADOS

M. Cristóbal-Beneyto^{1*}, J. Ruiz-Hervías¹, D. Pérez-Gallego¹

¹ Universidad Politécnica de Madrid. Centro de Investigación de Materiales Estructurales (CIME). ETSI de Caminos, Canales y Puertos. Departamento de Ciencia de Materiales. C/ Profesor Aranguren 3. 28040, Madrid.

*Persona de contacto: miguel.cristobal@upm.es

RESUMEN

Los reactores nucleares de agua presurizada (PWR) utilizan como combustible pastillas de UO_2 contenidas dentro de tubos de circonio denominados vainas. Estos tubos absorben hidrógeno durante su estancia en el reactor, que precipita como hidruro de circonio al superarse el límite de solubilidad. Los hidruros pueden influir en la integridad estructural de los tubos en caso de accidente de caída durante su transporte o manipulación. El objetivo de este trabajo es analizar el comportamiento mecánico de tubos de circonio pre-hidrurados sometidos a flexión, simulando un posible accidente. Para ello se han cargado muestras de tubo de circonio con hidrógeno mediante carga catódica hasta aproximadamente 100 partes por millón (wppm), y se han precipitado hidruros de circonio en dirección circunferencial mediante un tratamiento térmico. Se han realizado ensayos de flexión en tres puntos en muestras de tubo en estado de recepción y pre-hidruradas, tanto huecas como con insertos cerámicos simulando las pastillas de UO_2 . Se han realizado ensayos a tres temperaturas: 20, 135 y 300 °C. Los resultados indican que el procedimiento de carga catódica es repetitivo. Se observa que los hidruros de circonio en dirección circunferencial apenas influyen en el comportamiento mecánico de las muestras en este ensayo. Por lo que respecta a las muestras con insertos, el comportamiento está dominado por estos, independientemente de la presencia de hidruros.

PALABRAS CLAVE: Hidruros, circonio, flexión, combustible nuclear, accidentes, transporte.

ABSTRACT

Pressurized water nuclear reactors (PWR) use UO_2 fuel pellets contained inside zirconium cladding tubes. These tubes absorb hydrogen during operation that will precipitate as hydrides when the solubility limit is reached. The hydrides may compromise the structural integrity of cladding in case of accidents during transport and handling operations. The objective of this work is to evaluate the structural integrity of pre-hydrided zirconium tubes subjected to bending, simulating a possible accident scenario. Zirconium tubes have been charged with hydrogen using cathodic charge up to approximately 100 wppm. Then, zirconium hydrides have been precipitated in circumferential direction using a thermal treatment. Three-point bending tests have been carried out in as-received and pre-hydrided tube samples, both hollow and with ceramic inserts simulating UO_2 pellets. Tests have been conducted at three different temperatures: 20, 135 and 300 °C. Results show that the hydrogen charging process is repetitive. In addition, hydrides oriented along the circumferential direction seem not to affect the mechanical behavior of the samples in the bending test. In the case of samples with ceramic inserts, mechanical behavior is dominated by them, regardless of the presence of hydrides.

KEYWORDS: Hydrides, zirconium, bending, nuclear fuel, accidents, transport.

1. INTRODUCCIÓN

Actualmente existen más de 400 reactores nucleares en 32 países. De estos, alrededor del 96% son reactores refrigerados por agua (WCR). Dentro de este tipo de reactores la mayoría son reactores de agua presurizada (PWR) que utilizan U-235 como combustible, en forma de pastillas de UO_2 . El combustible se encuentra contenido dentro de tubos de circonio -vainas- cuyo propósito es contener tanto el combustible como los productos de fisión y aislarlos del agua del sistema de refrigeración primario. Al conjunto vaina-pastilla se le

denomina barra de combustible. Estas barras se unen mediante rejillas para formar los elementos de combustible. Durante su estancia en el reactor, las vainas se ven sometidas a diferentes mecanismos de degradación, entre los cuales se encuentran la irradiación, la fluencia o la corrosión del circonio por el contacto con el agua de refrigeración. La corrosión no solo produce una reducción del espesor de la vaina como consecuencia de la formación de óxido de circonio. También se produce hidrógeno que entra en la vaina en forma de protones [1] y precipita en forma de hidruros de circonio al alcanzarse el límite de solubilidad. Estos hidruros

tienen forma de pequeñas plaquetas alineadas en dirección circunferencial en el caso de las aleaciones trabajadas en frío con alivio de tensiones [2].

Los hidruros de circonio son una fase frágil que puede afectar a la integridad estructural de las vainas en ciertas condiciones de carga [3]. En caso de accidente de caída de contenedor, las vainas pueden verse sometidas a esfuerzos de flexión en las zonas situadas entre las rejillas [4], por lo que es necesario conocer cómo pueden afectar los hidruros de circonio a la integridad estructural del combustible gastado en esta situación. Pero el uso de material irradiado implica numerosos riegos, y realizar ensayos con él es caro, su disponibilidad es limitada, y es difícil separar la influencia de diferentes parámetros - temperatura, contenido en hidrógeno, estado de oxidación o grado de irradiación-. El uso de material no irradiado permite desarrollar protocolos de ensayo que sean transferibles a material irradiado (para maximizar el aprovechamiento de los resultados) y modelos que tengan en cuenta los parámetros de ensayo.

El principal objetivo de este trabajo es analizar el comportamiento mecánico de tubos de circonio en condiciones de accidente de caída de contenedor simulado. Para ello se han cargado con hidrógeno muestras de tubo de circonio hasta 100 wppm mediante carga catódica. Después se han precipitado hidruros de circonio -en dirección circunferencial- mediante un tratamiento térmico. Se han realizado ensayos de flexión en tres puntos con muestras de en estado de recepción y pre-hidruadas usando para ello un nuevo dispositivo de flexión en tres puntos para muestras en forma de tubo. Se han utilizado muestras huecas y muestras con insertos cerámicos de ZrO_2 para simular las pastillas de UO_2 . Los ensayos se han realizado a tres temperaturas representativas de distintas etapas del ciclo de combustible (20, 135 y 300°C).

2. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

2.1 Material

Se han empleado muestras de tubo de aleación de circonio del tipo 1Sn1Nb cuyas dimensiones son 9,52 mm de diámetro exterior y 0,57 mm de espesor de pared.

2.2 Carga de hidrógeno

Se introdujo hidrógeno en muestras de tubo de 160 mm de longitud mediante el procedimiento de carga catódica hasta un contenido aproximado de 100 wppm. Para mejorar el control sobre la carga de hidrógeno, éste se introdujo solo a través de los 40 mm centrales de la superficie exterior de la muestra. Para ello se recubrieron con barniz 60 mm en cada extremo del tubo y la muestra se selló con tapones de silicona para evitar que la disolución entrase en contacto con la pared interior.

Cada muestra se introdujo en una disolución 0,1M de KOH junto con un electrodo de platino en forma de bobina alrededor de la zona a cargar. Se aplicó una densidad de corriente de 0,25 mA/cm² -teniendo en cuenta solo la superficie no barnizada- conectando la muestra como cátodo y el electrodo de platino como ánodo, durante 3 horas. Posteriormente se realizó un tratamiento térmico de precipitación de hidruros (PT) en un horno eléctrico. Este tratamiento consistió en calentar las muestras hasta 450 °C durante 7 horas, para después enfriar a 60 °C/h hasta 200 °C, tras lo cual se apagó el horno.

El contenido de hidrógeno se midió mediante la técnica de fusión en gas inerte con un analizador LECO OHN 836 usando argón como gas portador. Los 60 mm centrales de la muestra -40 mm correspondientes a la zona cargada y 10 mm adicionales a cada lado- se cortaron en 24 anillos de aproximadamente 2 mm de espesor. Adicionalmente, alguno de los anillos se preparó mediante técnicas metalográficas y se observó la sección transversal del tubo en el microscopio óptico.

2.3 Ensayo de flexión en tres puntos

Se diseñó y construyó un dispositivo de flexión en tres puntos para muestras de tubo en el cual tanto los rodillos laterales como el rodillo central tienen un canal de 10 mm de diámetro en el que encaja la muestra. La Figura 1 muestra una representación esquemática del dispositivo. La distancia entre los apoyos laterales era de 140 mm. El ensayo se hizo controlando el desplazamiento del rodillo central, que se movía a una velocidad de 0,5 mm/min. Los ensayos se realizaron en una máquina de ensayos universal SUZPECAR equipada con una célula de carga INSTRON de 5 kN. Durante el ensayo se registró la carga y el desplazamiento del rodillo central. Además, en los ensayos a temperatura ambiente se tomaron imágenes cada segundo.

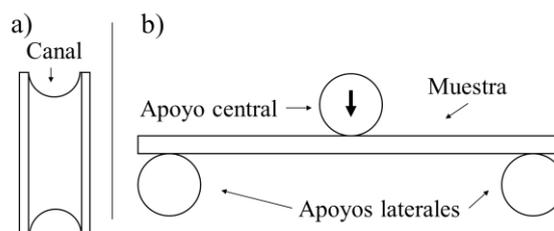


Figura 1. Esquema del dispositivo de flexión: a) vista lateral de los rodillos y b) vista general.

Se realizaron ensayos a 20, 135 y 300 °C. En los ensayos a alta temperatura se introdujo el dispositivo de carga dentro de un horno de resistencias. La temperatura del dispositivo fue monitorizada mediante termopares. También además se realizaron ensayos de calibración con muestras equipadas con termopares para determinar la relación entre la temperatura del horno y la temperatura de la muestra. El horno se llevó a temperatura de ensayo y se mantuvo durante 3 horas

antes de comenzar el ensayo para dejar que la temperatura se estabilizase por completo.

Se ensayaron 4 tipos distintos de muestras: muestras en estado de recepción y pre-hidruadas huecas y muestras en estado de recepción y pre-hidruadas con insertos cerámicos. Estos insertos, cuyo fin es simular el efecto de la pastilla de combustible, eran cilindros de ZrO_2 de 10 mm de longitud y 8,3 mm de diámetro. Se introdujeron 16 insertos en cada muestra, y se utilizó adhesivo cerámico para pegar los dos insertos de los extremos con objeto de limitar su movimiento en dirección axial. Los insertos se colocaron de tal forma que en todos los casos la separación entre dos insertos coincidiese con el centro de la muestra, al considerarse la situación más desfavorable en caso de accidente.

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

3.1 Carga de hidrógeno

La Figura 2 muestra el contenido de hidrógeno de dos muestras (160 mm de longitud) cargadas con hidrógeno en función de la distancia al centro de la muestra. El contenido de hidrógeno es bastante homogéneo en los 30 mm centrales de la muestra, con un valor de 105 ± 3 wppm. Disminuye al llegar al límite de la zona no barnizada (los 40 mm centrales de la muestra), hasta casi anularse a unos 30 mm del centro por cada lado de la muestra. Puesto que el diámetro del rodillo central es de aproximadamente 28 mm, el contenido es homogéneo en la zona situada bajo el rodillo.

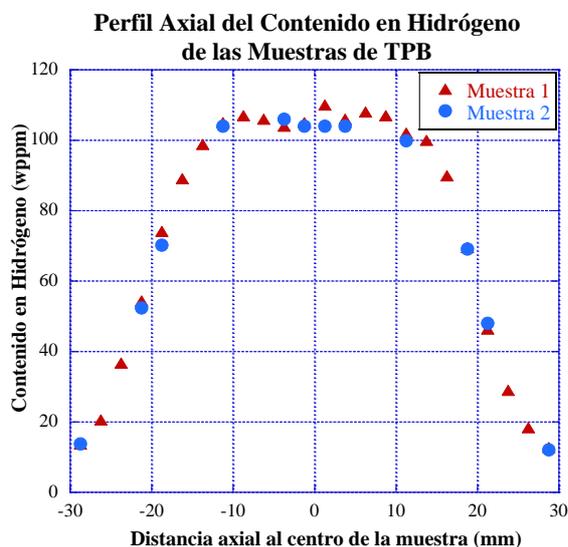


Figura 2. Perfil axial de contenido de hidrógeno (en wppm) en muestras de 160 mm

Se prepararon secciones transversales de la muestra 2 mediante técnicas metalográficas (para revelar los hidruros de circonio) y se observaron mediante microscopia óptica. Estas secciones se encontraban a aproximadamente 5, 12,5 y 22,5 mm del centro de la muestra, por lo que las dos primeras corresponden a la

zona cargada y homogénea y la tercera se encuentra fuera de la zona cargada. La Figura 3 muestra tres micrografías correspondientes a cada una de las secciones antes mencionadas. Las micrografías de la Figura 3a y Figura 3b corresponden a la zona cargada, con una concentración de hidrógeno de aproximadamente 100 wppm, y son muy similares. La matriz de circonio tiene color gris claro y en su interior están los hidruros de circonio, que son las líneas más oscuras. Están alineados en dirección circunferencial, son relativamente largos y predominan en el centro del espesor del tubo. Por el contrario, en la imagen de la Figura 3c los hidruros de circonio son mucho más cortos, con orientación aleatoria y homogéneamente distribuidos. Esta sección se encuentra fuera de la zona cargada y la concentración de hidrógeno es de aproximadamente 20 wppm.

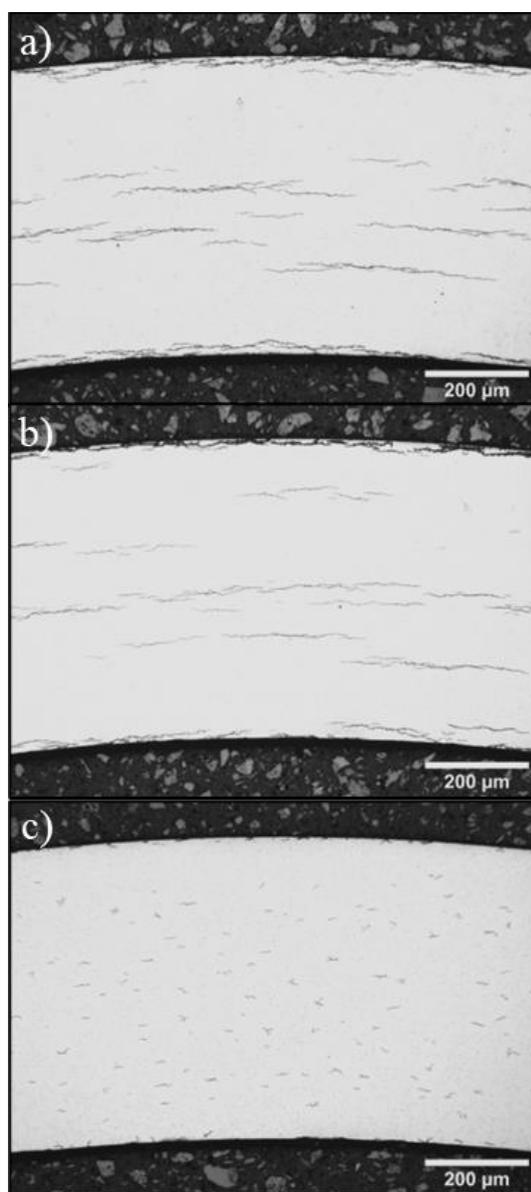


Figura 3. Micrografías de una muestra pre-hidruada correspondientes a secciones transversales situadas a: a) 5, b) 12,5 y c) 22,5 mm del centro de la muestra.

Las micrografías y las medidas del contenido de hidrógeno permiten afirmar que el proceso de carga catódica es repetitivo y da como resultado una concentración de hidrógeno y una distribución de hidruros homogénea en los 30 mm centrales de la muestra. Los hidruros son relativamente largos, se encuentran principalmente en el centro del espesor y orientados en dirección circunferencial del tubo.

3.2 Ensayos de flexión en tres puntos

Se han realizado ensayos en muestras huecas y con insertos cerámicos, pre-hidruradas y en estado de recepción, y a tres temperaturas distintas. El código utilizado en la nomenclatura de las distintas muestras ensayadas es el siguiente:

TPB_XX_Y_ZZZ_VV

Donde:

- **TPB** indica que son ensayos de flexión en tres puntos, por sus siglas en inglés.
- **XX** corresponde al tratamiento de la muestra: AR (*as-received*) para las muestras en estado de recepción y PT (*precipitation treatment*) para las muestras pre-hidruradas tras el tratamiento de precipitación de hidruros.
- **Y** corresponde al relleno de la muestra: H (*hollow*) para las muestras huecas y P (*pellet*) para las muestras con insertos cerámicos
- **ZZZ** corresponde a la temperatura de ensayo: 020, 135 y 300 correspondiente a 20, 135 y 300 °C respectivamente.
- **VV** corresponde al número de ensayo dentro de su mismo tipo.

La Figura 4 compara las curvas carga-desplazamiento correspondientes a las muestras huecas a las tres temperaturas de ensayo.

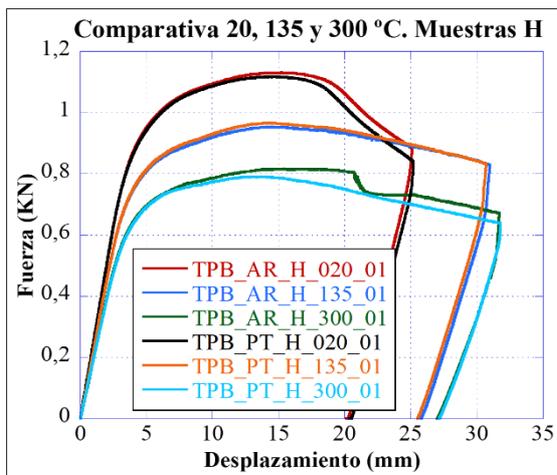


Figura 4. Curvas carga-desplazamiento comparativas de los ensayos TPB a 20, 135 y 300 °C correspondientes a muestras huecas

En la Figura 4 podemos apreciar tres grupos de curvas, cada uno correspondiente a una temperatura de ensayos. Las muestras ensayadas presentan un comportamiento similar a cada temperatura. La carga aumenta de forma monótona al aumentar el desplazamiento, hasta alcanzar la carga máxima. Después, la carga disminuye lentamente de forma continua sin que se produzcan caídas bruscas de carga. La caída final se debe a la finalización del ensayo y la descarga de la muestra.

La Figura 5 compara las curvas fuerza-desplazamiento de las muestras con insertos cerámicos a las tres temperaturas de ensayo. La Figura 5a corresponde a muestras en estado de recepción (AR-P), mientras que la Figura 5b corresponde a muestras pre-hidruradas (PT-P).

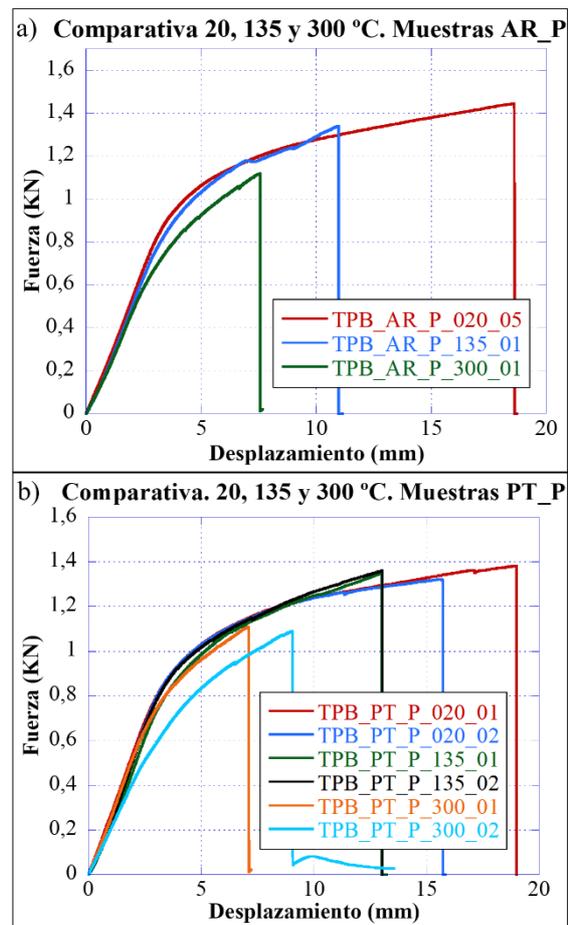


Figura 5. Curvas carga-desplazamiento comparativas de los ensayos TPB a 20, 135 y 300 °C correspondientes a: a) muestras huecas, b) muestras AR-P y c) muestras PT-P

Si observamos la Figura 5a y la Figura 5b, correspondientes a muestras con inserto cerámico en estado de recepción y pre-hidruradas respectivamente, podemos observar la misma tendencia en ambos materiales, siendo el comportamiento distinto al de las muestras huecas. La carga también aumenta de forma monótona con el desplazamiento, hasta que llega un punto en el que se produce el fallo de la muestra y la carga

cae de forma brusca hasta cero. Se ha observado que esta caída de carga está asociada a la aparición de una grieta en el plano transversal de la vaina. Dicha grieta está situada en la región central de la muestra y coincide con la zona de separación entre dos insertos. La grieta se inicia en la parte inferior de la vaina, en el punto contrario al apoyo con el rodillo central, y se propaga hacia arriba. En muestras con insertos cerámicos, el comportamiento mecánico está dominado por la presencia de éstos y la influencia de los hidruros es menor.

En la Figura 4 se puede observar que para todas las muestras huecas la carga máxima registrada disminuye al aumentar la temperatura, variando entre 1,1 kN aproximadamente para las muestras ensayadas a 20 °C y 0,8 kN para las muestras ensayadas a 300 °C, aunque el desplazamiento al cual se produce la carga máxima se mantiene aproximadamente constante. Por el contrario, en la Figura 5a y en la Figura 5b se puede observar que en las muestras con insertos cerámicos tanto la carga máxima como el desplazamiento al que se alcanza disminuyen al aumentar la temperatura.

La Figura 6 muestra curvas carga-desplazamiento de los ensayos de flexión en tres puntos realizados a: a) 20 y b) 300°C.

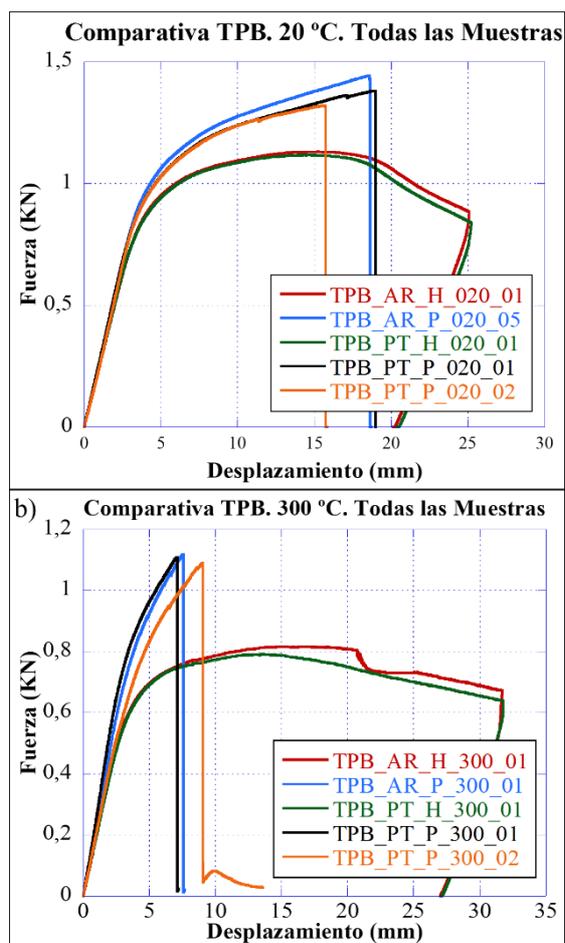


Figura 6. Curvas carga-desplazamiento comparativas de los ensayos TPB todas las muestras ensayadas a: a) 20 y b) 300 °C

A una misma temperatura (20, 135 o 300°C), el comportamiento de las muestras huecas es similar, independientemente de si se encuentran en estado de recepción o pre-hidruadas. En el caso de las vainas con insertos, la presencia de hidruros tampoco influye decisivamente en el comportamiento a una determinada temperatura. Esto se debe a la orientación de los hidruros respecto a la dirección de la máxima tensión en el ensayo. La zona donde la tensión de tracción es máxima se encuentra en la parte central del tubo en el lado opuesto al apoyo central. Dicha tensión (axial) es paralela al plano de los hidruros circunferenciales (radial-axial).

La Figura 7 muestra cuatro fotografías de la zona central de la muestra, bajo el apoyo central, tomadas durante ensayos realizados a 20 °C en muestras pre-hidruadas (PT). La Figura 7a y la Figura 7b corresponden a una muestra hueca al inicio del ensayo y tras el momento en el que se alcanza la carga máxima. La Figura 7c y la Figura 7d corresponden a una muestra con insertos cerámicos al inicio del ensayo y tras el momento en el que se alcanza la carga máxima respectivamente.

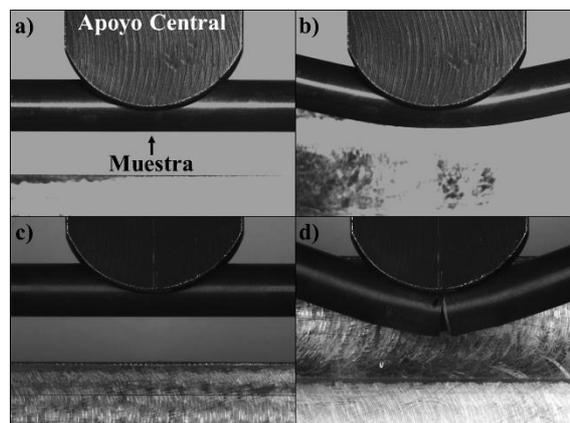


Figura 7. Imágenes tomadas durante los ensayos en muestra hueca (TPB_PT_H_020_01) a): al inicio del ensayo y b): tras la carga máxima, y en muestra con insertos cerámicos (TPB_PT_P_020_01) c): al inicio del ensayo y d): tras la carga máxima.

En el caso de la muestra hueca (Figura 7b), tras la carga máxima la muestra está claramente deformada, pero no se aprecian grietas. En este punto, la carga valía aproximadamente 1,12 kN mientras que el desplazamiento era de aproximadamente 15 mm. Al aumentar el desplazamiento, la carga disminuye lentamente sin que se produzca fallo catastrófico. Por el contrario, en la Figura 7d, correspondiente a una muestra con insertos cerámicos, se puede apreciar una grieta que se inicia en la parte opuesta al apoyo central. El momento de carga máxima se produce para un valor de carga de 1,4 kN y 19 mm de desplazamiento. En el momento en el que se ha recogido la imagen la carga cayó prácticamente a cero. La grieta que se aprecia aparece justo en la zona entre dos insertos cerámicos. Tal como se ha descrito previamente, tanto el comportamiento

mecánico durante el ensayo como el modo de fallo están dominados por los insertos cerámicos en este caso.

4. CONCLUSIONES

En este trabajo se han cargado muestras de tubo de circonio de 160 mm con hidrógeno mediante el procedimiento de carga catódica, optimizando el proceso utilizado habitualmente por este grupo en muestras más cortas. Las muestras se han cargado con aproximadamente 100 wppm de hidrógeno en su parte central, y luego se han realizado un tratamiento de precipitación para obtener hidruros en dirección circunferencial. El proceso ha demostrado ser repetitivo, obteniéndose una concentración y morfología de hidruros homogénea en la zona central de las muestras.

Se han realizado ensayos de flexión en tres puntos en muestras de tubo usando un dispositivo diseñado para este tipo de muestras. Se han realizado ensayos en muestras en estado de recepción y pre-hidruadas, huecas y con insertos cerámicos de ZrO_2 , a tres temperaturas representativas de distintas etapas del ciclo de vida del combustible nuclear: 20, 135 y 300 °C. Las conclusiones obtenidas a partir de los resultados son las siguientes:

- Los hidruros de circonio en dirección circunferencial no tienen un efecto significativo en el comportamiento mecánico de las muestras durante el ensayo para ninguna de las temperaturas de ensayo, ni en muestras huecas ni en muestras con insertos cerámicos. Esto se debe a que dichos hidruros se encuentran en un plano paralelo a la dirección de la máxima tensión de tracción durante el ensayo.
- La presencia de insertos cerámicos domina completamente el comportamiento de las muestras que cuentan con ellos. En los ensayos con este tipo de muestra, la carga aumenta de forma monótona hasta alcanzar su valor máximo, tras lo cual la carga cae inmediatamente a cero debido a la aparición de una grieta en la muestra. Por el contrario, en las muestras huecas, tras la carga máxima, la carga disminuye lentamente al aumentar el desplazamiento, sin que se produzca un fallo catastrófico.
- En las muestras huecas, el fallo se produce por plastificación de la muestra. En las muestras con insertos, el fallo se produce por la aparición de una grieta en dirección transversal, en la zona entre dos insertos, que se origina en el lado opuesto al apoyo central y crece en dirección a éste.

AGRADECIMIENTOS

Este trabajo ha sido financiado por el programa de investigación e innovación Horizonte 2020 de la Unión Europea (acuerdo 847593 [Proyecto EURAD]). El material utilizado ha sido suministrado por ENUSA Industrias avanzadas S.A. Los autores desean expresar su agradecimiento a Manuel Quecedo Gutiérrez y Cristina Muñoz-Reja por su apoyo.

REFERENCIAS

- [1] A. T. Motta, A. Couet, y R. J. Comstock, «Corrosion of Zirconium Alloys Used for Nuclear Fuel Cladding», *Annu Rev Mater Res*, vol. 45, n.º 1, pp. 311-343, 2015, doi: 10.1146/annurev-matsci-070214-020951.
- [2] A. T. Motta *et al.*, «Hydrogen in zirconium alloys: A review», *Journal of Nuclear Materials*, vol. 518, pp. 440-460, 2019, doi: <https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2019.02.042>.
- [3] J. Ruiz-Hervias, K. Simbruner, M. Cristobal-Beneyto, D. Perez-Gallego, y U. Zencker, «Failure mechanisms in unirradiated ZIRLO® cladding with radial hydrides», *Journal of Nuclear Materials*, vol. 544, p. 152668, nov. 2021, doi: 10.1016/j.jnucmat.2020.152668.
- [4] T. L. Sanders *et al.*, «A Method for Determining the Spent-Fuel Contribution to Transport Cask Containment Requirements», n.º November, pp. 53-67, 1992, [En línea]. Disponible en: <https://www.nrc.gov/docs/ML0427/ML042710347.pdf>

SIMULACIÓN NUMÉRICA DE LAS TENSIONES RESIDUALES GENERADAS TRAS UN PROCESO DE TEMPLE POR INDUCCIÓN

Maialen Areitioaurtena¹, Aritz Goñi^{1*}, Unai Segurajauregi¹, Jon Ander Esnaola², Mario Javier Cabello¹

¹ Ikerlan Technology Research Centre, Basque Research and Technology Alliance (BRTA), Paseo J.M. Arizmendiarieta 2, 20500 Arrasate-Mondragon, Spain

² Department of Mechanics and Industrial Manufacturing, Mondragon Unibertsitatea, Loramendi 4, 20500 Arrasate-Mondragon, Spain

* Persona de contacto: agoni@ikerlan.es

RESUMEN

El temple por inducción es un proceso de fabricación que se aplica para mejorar las propiedades mecánicas de los materiales y optimizar el comportamiento a fatiga, fractura y desgaste de los componentes. A diferencia de los temple convencionales, la inducción localiza el calentamiento en la superficie, generando una capa de alta dureza. Uno de sus principales efectos que impacta en la vida a fatiga de los componentes son las tensiones residuales. Estas presentan un patrón de compresión en la superficie, transformándose en tracción en el límite de la capa templada y disminuyendo gradualmente en la zona sin templar. Este trabajo presenta un modelo térmico-metalúrgico-mecánico acoplado de elementos finitos en ANSYS® para simular el temple por inducción y predecir las tensiones residuales y durezas generadas durante el proceso. Se ha abordado el estudio de una probeta cilíndrica de acero 42CrMo4. Se muestra el impacto de la deformación de plasticidad inducida por transformación (TRIP) en el estado tensional. La validación experimental muestra que la consideración de la plasticidad inducida por transformación en las simulaciones de temple por inducción mejora las predicciones de tensión residual, concluyendo que este efecto debería incluirse para conseguir buenas predicciones de tensiones residuales, especialmente en la región subsuperficial.

PALABRAS CLAVE: Temple por inducción, Tensiones residuales, Modelo numérico, Fatiga.

ABSTRACT

Induction hardening is a manufacturing process applied to improve the mechanical properties of materials and enhance the fatigue, fracture and wear behaviour of components. Unlike conventional hardening, induction heating locates the heat on the surface, generating a layer of high hardness. One of its main effects that impacts the fatigue life of components is residual stresses. These present a compressive pattern on the surface, transforming into tensile at the boundary of the hardened layer and gradually decreasing in the unhardened zone. This work presents a coupled thermal-metallurgical-mechanical finite element model in ANSYS® to simulate induction hardening and predict the residual stresses and hardnesses generated during the process. The study of a cylindrical specimen of 42CrMo4 steel has been addressed. The impact of transformation-induced plasticity deformation on the stress state is shown. Experimental validation shows that the consideration of transformation-induced plasticity (TRIP) in induction hardening simulations improves residual stress predictions, concluding that this effect should be included to achieve good residual stress predictions, especially in the subsurface region.

KEYWORDS: Induction hardening, Residual stresses, Numerical model, Fatigue.

1. INTRODUCCIÓN

El temple por inducción es un tratamiento térmico utilizado para obtener una capa martensítica de gran dureza en la superficie de los componentes. Esto se consigue elevando la temperatura de la pieza por encima de su punto de austenización mediante las corrientes inducidas por un inductor ubicado próximo a la pieza y por el cual fluye una corriente alterna [1]. La capa templada puede tener una profundidad de hasta 10 mm, dependiendo de la corriente, la frecuencia y el tiempo.

Aunque el principal objetivo del temple por inducción es la generación de una capa endurecida de alta resistencia mecánica, existen otros efectos asociados al proceso que deben tenerse en cuenta. De entre ellos, uno de los más importantes por su impacto en la resistencia a fatiga de los componentes son las tensiones residuales. Éstas generalmente presentan un patrón de compresión en los primeros milímetros de profundidad que se transforma en tracción en el límite de la capa templada y disminuye gradualmente en la zona sin templar. De esta manera, las

propiedades a fatiga se ven mejoradas ya que las tensiones de compresión retardan la iniciación de grieta y contienen su crecimiento [2]. La correcta predicción de las tensiones residuales generadas en un temple por inducción es, por lo tanto, clave para realizar posteriores análisis de fatiga.

Muchos autores han focalizado sus esfuerzos en desarrollar modelos para la simulación del temple por inducción y la predicción de las tensiones residuales y las durezas tras el proceso. Li *et al.* (2014) [3] realizó un análisis que incluía la predicción de la dureza en una probeta cilíndrica, obteniendo buena correlación con los datos experimentales. Hömberg *et al.* (2016) [4] incorporó las fases microestructurales en el modelo acoplado con buena correlación numérico-experimental. Coupard *et al.* (2018) [5] por su parte, desarrolló un modelo para simular los campos electromagnético, térmico, microestructural y mecánico usando los softwares comerciales Flux2D®, Metal7® y MSC Marc® de una manera secuencial. El análisis de estos trabajos muestra que la simulación del proceso de temple por inducción, debido a su alta interacción multifísica, es compleja en términos computacionales, sobre todo si se analizan geometrías y procesos industriales reales.

Varios autores han investigado recientemente el impacto de la deformación de Plasticidad Inducida por Transformación (TRIP de sus siglas en inglés) en el estado tensional de probetas endurecidas por inducción. Brunbauer *et al.* (2019) [6] investigaron la evolución de las tensiones durante el proceso, así como las tensiones residuales finales, concluyendo que la deformación TRIP juega un papel importante, relajando las tensiones a valores más cercanos a cero, especialmente para la zona no endurecida. Sin embargo, el cálculo de la deformación TRIP dificulta la simulación numérica de las tensiones residuales. Por ello, hoy en día sigue siendo un reto la simulación computacionalmente eficiente y precisa de las tensiones residuales y durezas generadas por un proceso de temple por inducción.

En este trabajo se presenta un modelo acoplado electromagnético-térmico-mecánico-metalúrgico válido para calcular las tensiones residuales y el perfil de durezas de una pieza templada por inducción. Se muestra la validación numérico-experimental de las tensiones y las durezas de un cilindro de acero 42CrMo4 de baja aleación concluyendo que la concordancia entre la simulación y las mediciones experimentales es buena. Además, se analiza el impacto del TRIP en el estado tensional global del componente.

2. TRABAJO EXPERIMENTAL

Los ensayos experimentales se han realizado en cilindros laminados y templados de acero 42CrMo4 con un diámetro de 20 mm y una longitud de 150 mm. De acuerdo con el proveedor, el material base tiene un

proceso previo de temple y revenido en horno y presenta una dureza inicial de 320 HV. La composición química del acero se muestra en la Tabla 1 en porcentaje de masa.

Tabla 1. Composición química del acero 42CrMo4 medida mediante Espectrometría de Emisión Óptica.

%C	%Mn	%Cr	%Mo
0.45	0.90	1.20	0.30
%Si	%P	%S	%Cu
0.40	0.025	0.035	≤0.4

Los ensayos de temple por inducción se han llevado a cabo utilizando una bobina de cobre de seis espiras y se ha obtenido una capa endurecida cercana a 2.5 mm. La corriente media durante el ensayo ha sido de 450 A (RMS) con una frecuencia de 31 kHz. Posteriormente, se ha templado mediante inmersión en agua propiciando la formación de martensita en la zona austenizada debido al rápido enfriamiento. Durante este proceso de calentamiento y enfriamiento se ha medido la temperatura superficial en un punto central de la probeta mediante un termopar tipo K y que sigue la tendencia que se observa en la siguiente Figura 1.

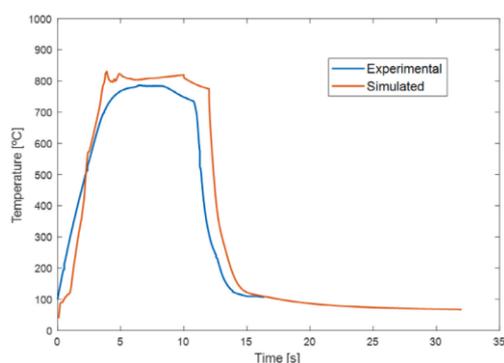


Figura 1. Temperatura experimental y numérica.

Las probetas templadas se cortaron radialmente y se realizaron mediciones de microdurezas Vickers de acuerdo con el Estándar Internacional ISO 6507-1:2018. Se hicieron indentaciones Vickers (0.5 HV) cada 0.25 mm en la capa templada y en la zona de transición y cada 0.5 mm en la zona sin templar. En cuanto a las tensiones residuales, se midieron en el primer milímetro de profundidad mediante la técnica del *Hole Drilling* con rosetas tipo B siguiendo el procedimiento de tensión no uniforme de la norma ASTM E837-13a.

3. CARACTERIZACIÓN Y PROPIEDADES DE MATERIAL

Para modelizar el proceso de temple por inducción, es necesario conocer varias propiedades de material. En primer lugar, es necesario conocer la permeabilidad magnética y la resistividad eléctrica, ambas en función de la temperatura. La obtención de estas propiedades se muestra en un trabajo previo de los autores [7].

La conductividad térmica y el calor específico son propiedades críticas para la solución térmica durante el proceso. Por ello, estas propiedades, también dependientes de la temperatura, se han obtenido del trabajo de Montalvo-Urquiza *et al.* (2013) [8].

Con el fin de obtener un diagrama de Transformación de Enfriamiento Continuo (CCT) para el material utilizado en este estudio, se realizaron ensayos de dilatometría. Los ensayos de dilatometría proporcionan tres medidas importantes sobre la cinética de transformación: temperaturas críticas de transformación ($Ac1$, $Ac3$ y Ms), cambio de volumen de transformación y coeficientes de expansión térmica de las diferentes fases microestructurales. En este trabajo se ha utilizado la técnica del Coeficiente de Expansión Térmica (CTE) equivalente, donde el CTE se obtiene a partir de los ensayos de dilatometría. Como se muestra en la Figura 2, se han obtenido dos CTE diferentes, en función de la fase microestructural existente y de su transformación. Este enfoque de CTE equivalente considera la expansión o contracción volumétrica debida a las transformaciones de fase, así como los CTE específicos de cada fase.

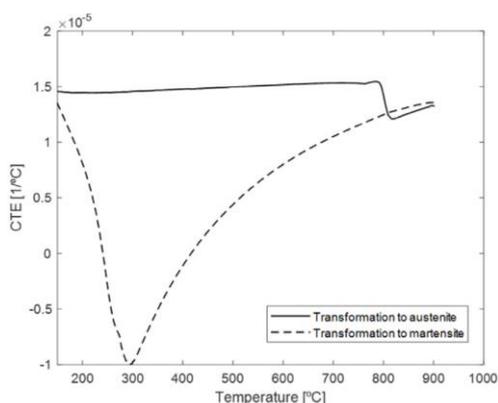


Figura 2. Coeficiente de Expansión Térmica equivalente que incluye la expansión térmica y el cambio de volumen debido a transformación de fase.

Por último, con el objetivo de calcular las propiedades mecánicas del material, se ha utilizado la correlación entre el límite elástico y la dureza mostrada en la ecuación (1) [9] donde HV se refiere a la dureza Vickers. Además, el límite elástico decrece con la temperatura siguiendo la ecuación ajustada de Guo *et al.* (2008) [10]. Estas ecuaciones se incorporan en el modelo numérico.

$$\sigma_{Y_0} = -90.7 + 2.88HV \quad (1)$$

4. MODELO NUMÉRICO DE TEMPLE POR INDUCCIÓN

Son varias las físicas (electromagnética, térmica, microestructural y mecánica) que participan en el proceso de temple por inducción entre las cuales existen numerosas interacciones que hay que considerar en un modelo de simulación numérica.

El apartado electromagnético se rige por las ecuaciones de Maxwell. Estas describen los fenómenos electromagnéticos que ocurren durante el calentamiento por inducción, a través de las cuales es posible calcular el calor generado en el interior de la pieza [11]. Posteriormente, se resuelve la ecuación de conducción de calor que describe la distribución de temperatura.

La solución por elementos finitos del campo electromagnético requiere de un alto coste computacional, sobre todo cuando se analizan casos industriales complejos. Para ello, los autores desarrollaron y validaron un modelo semi-analítico en el cual se resuelven una única vez las ecuaciones de Maxwell, a temperatura ambiente. Posteriormente el modelo calcula las propiedades electromagnéticas analíticamente en función de la temperatura de la pieza. Para una mejor comprensión del modelo semi-analítico mencionado, se remite al lector al trabajo de Areitioaurtena *et al.* (2021) [7].

Para la fase de enfriamiento se ha implementado un coeficiente de transferencia de calor por convección obtenido a través de mediciones de temperatura experimentales siguiendo el método presentado por Liščić and Filetin [12]. La fracción de austenita transformada se ha descrito mediante la ecuación de Koistinen y Marburger modificada [13]. Además, la relación establecida por Koistinen y Marburger [14] se ha usado para calcular la transformación martensítica no difusiva.

La dureza del material depende de las fases y de la composición química del material. Utilizando las ecuaciones presentadas en el trabajo de Maynier *et al.* (1977) [15] es posible calcular la dureza Vickers para cada fase.

Para el cálculo de las tensiones residuales generadas en el temple por inducción se utiliza el tensor de velocidad de deformación total que viene dado por la siguiente ecuación (2):

$$\dot{\varepsilon}_{ij} = \dot{\varepsilon}_{ij}^{el} + \dot{\varepsilon}_{ij}^{th} + \dot{\varepsilon}_{ij}^{tr} + \dot{\varepsilon}_{ij}^{pl} + \dot{\varepsilon}_{ij}^{tp} \quad (2)$$

Donde $\dot{\varepsilon}_{ij}^{el}$ representa la deformación elástica, $\dot{\varepsilon}_{ij}^{th}$ la deformación térmica, $\dot{\varepsilon}_{ij}^{tr}$ la deformación de transformación, $\dot{\varepsilon}_{ij}^{pl}$ la deformación plástica convencional y $\dot{\varepsilon}_{ij}^{tp}$ la plasticidad inducida por la transformación (TRIP).

Deformación elástica. La relación constitutiva entre tensiones sigue la ley de Hooke, que depende del módulo de Young y de la relación de Poisson del material. Como el material experimenta transformaciones de fase, se utiliza una regla lineal de mezcla para evaluar las propiedades del material basándose en la fracción de fases microestructurales y sus propiedades.

Deformación térmica. Las deformaciones térmicas están causadas por la dilatación y contracción isotrópica del material debido al cambio de temperatura. Cada fase microestructural tiene un Coeficiente de Expansión Térmica (CTE) diferente, que se evalúa mediante los ensayos de dilatometría realizados.

Deformación de transformación. Al producirse una transformación de fase, se da un cambio volumétrico debido a la reordenación de la estructura atómica. El enfoque del CTE equivalente utilizado en este trabajo permite considerar las deformaciones térmicas y de transformación combinadas.

Deformación plástica convencional. En este trabajo se utiliza un modelo de endurecimiento isotrópico bilineal. El modelo de endurecimiento por deformación puede simplificarse como se muestra en la ecuación (3). El módulo de Young se actualiza para cada incremento de tiempo siguiendo la ecuación (4).

$$\sigma = K\varepsilon_p \quad (3)$$

$$\sigma_Y = \sigma_{Y_0} + K\varepsilon_p \quad (4)$$

Donde σ_{Y_0} es el límite elástico inicial dependiente de la temperatura para cada fase microestructural y K equivale al módulo tangente del material. En este trabajo se ha considerado que el módulo tangente es el 10% del módulo de Young.

Plasticidad inducida por transformación (TRIP). La plasticidad inducida por transformación, o deformación TRIP, es una deformación plástica que puede observarse durante transformaciones microestructurales bajo tensiones distintas de cero [16]. La expresión generalizada para los estados de tensión multiaxial puede formularse como en la siguiente ecuación (5). La ecuación (6) se describe en el estudio de Kaiser *et al.* (2020) [17]. En este trabajo, el TRIP solo se calculará en la fase de enfriamiento.

$$\dot{\varepsilon}_{ij}^{tp} = \frac{3}{2} K \sigma'_{ij} g(f) \frac{df}{dt} \quad (5)$$

$$g(f) = f(2 - f) \quad (6)$$

Donde σ'_{ij} indica el tensor de tensiones desviatorio, f la fracción de la fase microestructural existente y K el parámetro de Greenwood-Johnson. Para el 42CrMo4 se utiliza un valor de K de $42 \cdot 10^{-6} \text{ MPa}^{-1}$ [16].

Por último, el modelo de simulación multifísico se ha implementado en la versión 2020R1 de ANSYS® combinando el lenguaje de programación APDL y las subrutinas desarrolladas en el lenguaje Fortran (UPF). Se utiliza un modelo de elementos finitos axisimétrico compuesto por 10k nodos. Debido a las grandes deformaciones durante la transformación de fase, el modelo requiere unos incrementos de tiempo pequeños

en algunos pasos del proceso para posibilitar la convergencia. El coste computacional de resolver el proceso completo llevó aproximadamente 2h.

5. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

La Figura 3 ilustra la representación esquemática del caso de estudio y tres de los principales resultados: temperatura máxima, martensita transformada y tensiones residuales en dirección axial. En la transición entre las zonas templada y no templada se observa un gran gradiente de tensiones, mientras que en la zona templada se observan tensiones residuales de compresión.

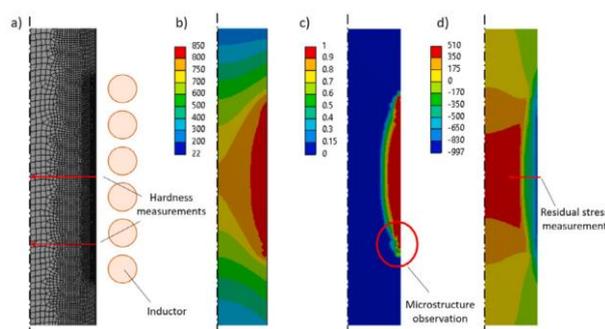


Figura 3. (a) Representación del modelado en el modelo termo-mecánico, (b) temperatura máxima obtenida durante el calentamiento, (c) martensita final y (d) tensiones residuales axiales en MPa.

El perfil de dureza calculado en la profundidad de la probeta se muestra en la Figura 4 y se compara con los valores de dureza medidos experimentalmente observando una buena correlación. Se detalla la evolución de dos puntos de referencia, uno situado en el centro de la bobina, y otro situado 15 mm por debajo. Estas trayectorias se pueden observar en la Figura 3(a). La transición entre la capa templada y la zona no endurecida es mayor para la dureza medida experimentalmente. Este error de predicción en la zona de transición podría deberse al efecto de la velocidad de calentamiento en las temperaturas de austenización, que no se tuvo en cuenta en los modelos desarrollados.

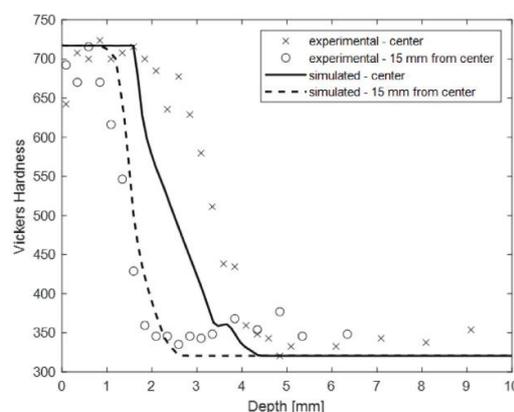


Figura 4. Distribución experimental y numérica de las durezas

En la Figura 5 se muestra la evolución numérica de las tensiones en la superficie y en el núcleo de la probeta, con y sin tener en cuenta las tensiones producidas por la deformación TRIP. En la superficie, se puede observar que, al iniciar el calentamiento, aparecen tensiones de compresión ya que su expansión se ve frenada por las temperaturas más bajas en el núcleo. Debido al equilibrio de tensiones, el núcleo alcanza tensiones de tracción. Una vez que la temperatura es más similar en ambas zonas, las tensiones se relajan y se desplazan hacia la dirección opuesta mientras se produce el cambio de volumen debido a la austenización. Cuando comienza el proceso de enfriamiento, las tensiones de tracción en la superficie aumentan, ya que el núcleo caliente no permite la contracción de la zona superficial. Cuando se produce la transformación martensítica, se produce un notable cambio volumétrico, pasando las tensiones a compresión en la superficie y a tracción en el núcleo. En la figura se puede observar que la deformación TRIP produce tensiones ligeramente inferiores, ya que existe cierta acomodación plástica en las zonas circundantes. De esta forma se permite la expansión de volumen durante la transformación martensítica.

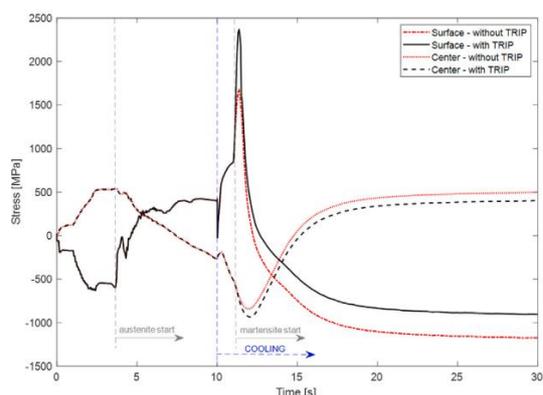


Figura 5. Evolución de la tensión axial en la superficie y en el centro incluyendo la deformación TRIP (líneas negras) y sin incluir la deformación TRIP (líneas rojas).

En la Figura 6 se muestran los perfiles de tensión residual axial comparados con las tensiones residuales calculadas numéricamente con y sin tener en cuenta el efecto del TRIP. La posición del punto de medición puede verse en la Figura 3(d).

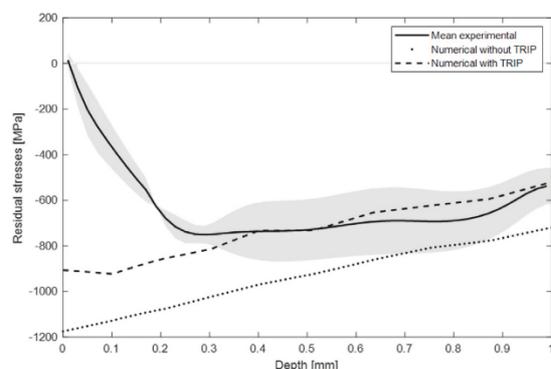


Figura 6. Distribución experimental y numérica de tensiones residuales.

En la Figura 6 se observa que el modelo numérico que incluye las deformaciones TRIP da resultados más precisos cuando se compara con los datos experimentales en la región subsuperficial (a partir de 0.2 mm) y resulta en una buena correlación. La incertidumbre se encuentra en la región cercana a la superficie cuando se utiliza la técnica de *Hole Drilling* para evaluar las tensiones residuales. Esta incertidumbre corresponde a los incrementos iniciales del ensayo, y podría deberse a la rugosidad de la superficie o al ajuste incorrecto del cero de referencia en la superficie, así como a la curvatura de la pieza en esta probeta en particular. La mayor magnitud en compresión (750 MPa) se observa entre 0.2 y 0.3 mm en las tensiones determinadas experimentalmente. Considerando el TRIP se predice correctamente la evolución de las tensiones residuales en profundidad. Sin embargo, los resultados numéricos muestran valores muy dispares en la región superficial (entre 0 y 0.2 mm). Para estudiar la idoneidad del modelo desarrollado en la zona cercana a la superficie, deberían utilizarse otras técnicas de medida de tensiones residuales, como la Difracción de Rayos X.

6. CONCLUSIONES

Se ha desarrollado un modelo de elementos finitos para simular el temple por inducción y calcular las tensiones residuales de probetas cilíndricas de 42CrMo4 junto con las transformaciones microestructurales y la evolución de la dureza. Para ello, se ha desarrollado un modelo acoplado electromagnético, térmico, microestructural y mecánico utilizando el software ANSYS® y las subrutinas de usuario. Así, se han ampliado las capacidades del software en cálculo microestructural, dureza y tensiones residuales derivadas de las transformaciones de fase. El tiempo de cálculo del modelo desarrollado se ha reducido gracias a la utilización del modelo semi-analítico en combinación con el cálculo mecánico y microestructural.

La microestructura y la dureza se calculan utilizando el modelo desarrollado con una buena correlación numérico-experimental, especialmente en la capa templada. Las tensiones residuales se han calculado con éxito y se han comparado con las medidas experimentales con una buena correlación en la zona subsuperficial. Por último, se ha estudiado el impacto del TRIP en el estado tensional de la probeta durante el proceso, habiéndose observado que este efecto debería incluirse para conseguir buenas predicciones de tensiones residuales.

AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen la financiación recibida por el programa BIKAINTEK 020-B2/2023 del Gobierno Vasco a través del programa de ayudas a la formación de Doctorados industriales 2023.

REFERENCIAS

- [1] V. Rudnev, D. Loveless, R.L. Cook. *Handbook of Induction Heating*, 2nd ed. CRC Press – Taylor & Francis Group (2017).
- [2] J. Schijve. *Fatigue Structures and Materials*, 2nd edition. Springer (2009).
- [3] Z. Li, B.L. Ferguson, V. Nemkov, R. Goldstein, J. Jackowski, G. Fett. *Stress generation in an axle shaft during induction hardening*, Journal of Materials Engineering and Performance 23 (2014) 4170-4180.
- [4] D. Hömberg, Q. Liu, J. Montavo-Urquizo, D. Nadolski, T. Petzold, A. Schmidt, A. Schulz. *Simulation of multi-frequency-induction-hardening including phase transitions and mechanical effects*, Finite Elements in Analysis and Design 121 (2016) 86-100.
- [5] D. Coupard, T. Palin-luc, P. Bristiel, V. Ji, C. Dumas. *Residual stresses in surface induction hardening of steels: Comparison between experiment and simulation*, Material Science and Engineering A 487 (2008) 328-339.
- [6] S. Brunbauer, G. Winter, T. Antretter, P. Staron, W. Ecker. *Residual stress and microstructure evolution in steel tubes for different cooling conditions – Simulation and verification*. Material Science and Engineering A 747 (2019) 73–79.
- [7] M. Areitioaurtena, U. Segurajauregi, V. Akujarvi, M. Fisk, I. Urresti, E. Ukar. *A semi-analytical coupled simulation approach for induction heating*. Advanced Modeling and Simulation in Engineering Sciences 8 (2021).
- [8] J. Montalvo-Urquizo, Q. Liu, A. Schmidt. *Simulation of quenching involved in induction hardening including mechanical effects*. Computational Materials Science 79 (2013) 639-649.
- [9] E.J. Pavlina, C.J. Van Tyne. *Correlation of yield strength and tensile strength with hardness for steels*. Journal of Materials Engineering and Performance 17 (2008) 888–893.
- [10] Z. Guo, N. Saunders, J.P. Schille. *Modelling phase transformations and material properties critical to simulation of heat treatment distortion in steels*. Proceedings of the 17th IFHTSE Congress 2 (2008) 753-756.
- [11] M. Fisk, L.E. Lindgren, W. Datchary, V. Deshmukh. *Modelling of induction hardening in low alloy steels*. Finite Elements in Analysis and Design 144 (2017) 61-75.
- [12] B. Liščić, T. Filetin. *Measurement of quenching intensity, calculation of heat transfer coefficient and global database of liquid quenchants*. Materials Engineering 19 (2012) 52-63.
- [13] J. Xia, H. Jin. *Numerical modeling of coupling thermal – metallurgical transformation phenomena of structural steel in the welding process*. Advances in Engineering Software 115 (2017) 66-74.
- [14] D. Koistinen, R. Marburger. *A general equation prescribing the extent of the austenite-martensite transformation in pure iron-carbon alloys and plain carbon steels*. Acta Metallurgica 7 (1959) 59-60.
- [15] P. Maynier, B. Jungmann, J. Dollet. *Creusot-loire system for the prediction of the mechanical properties of low alloy steel products*. Hardenability concepts with applications to steel (1977) 518-545.
- [16] J. Rohde, A. Jeppson. *Literature review of heat treatment simulations with respect to phase transformation, residual stresses and distortion*. Scandinavian Journal of Metallurgy 29 (2000) 47-62.
- [17] D. Kaiser, J. Damon, F. Mühl, B. de Graaf, D. Kiefer, S. Dietrich, V. Schulze. *Experimental investigation and finite-element modeling of the short-time induction quench-and-temper process of AISI 4140*. Journal of Material Processing Technologies 279 (2020) 1193-1198.

MODELIZACIÓN DE LA ANISOTROPÍA EN LA FRACTURA ENTALLADA ASISTIDA POR HIDRÓGENO EN UN ACERO INOXIDABLE DÚPLEX

A. Díaz^{1*}, R. Rodríguez-Aparicio¹, L. Medina¹, L.B. Peral², J. M. Alegre¹, I.I. Cuesta¹

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

²Universidad de Oviedo. Escuela Politécnica Superior de Ingeniería de Gijón, 33203, Gijón, España

* Persona de contacto: adportugal@ubu.es

RESUMEN

En el presente trabajo se presenta la modelización de la difusión y fractura asistidos por hidrógeno en un acero inoxidable dúplex con una microestructura ferrítico-austenítica. Este modelo se ha implementado en el software de elementos finitos Comsol Multiphysics e incluye una formulación de fractura phase field. El modelo se ha calibrado mediante ensayos in situ con probetas de tracción entallada de un acero 2205 laminado, en un ambiente de H₂ gas a presión a diferentes presiones y en dos orientaciones. La capacidad del modelo de predecir fracturas dúctiles ha permitido ajustar mediante un modelo axisimétrico no solo las energías de fractura sino también la contribución del daño plástico en cada orientación. Los valores de difusividad y atrapamiento se asumen de la literatura y la degradación se ajusta mediante una expresión en función de la ocupación de las intercaras ferrita/austenita. A pesar de la reducida distancia de difusión, la alta degradación de las intercaras produce una iniciación temprana de daño en la punta de entalla. La descohesión es más pronunciada en la orientación transversal por lo que el coeficiente de degradación es mayor. Finalmente se muestra la capacidad del modelo desarrollado para capturar la fractura anisótropa en 3D.

PALABRAS CLAVE: Fragilización por hidrógeno, Difusión de hidrógeno, Modelización numérica, Phase field

ABSTRACT

In the present work, hydrogen diffusion and hydrogen-assisted fracture modelling is presented for a duplex stainless steel with a ferritic-austenitic microstructure. This model has been implemented in the finite element software Comsol Multiphysics and includes a phase field fracture formulation. The model has been calibrated through in situ tests with notched tensile specimens of a hot-rolled 2205 steel, in a H₂ gas environment at different pressures and two orientations. The capability of the model to predict ductile fractures enables the determination of fracture energies but also of the contribution of plastic damage in each orientation, using an axisymmetric model. Diffusivity and trapping values are assumed from the literature and the degradation is fitted using an expression based on the occupation of the ferrite/austenite interfaces. Despite the reduced diffusion distance, the high interface degradation produces an early initiation of damage at the notch tip. Decohesion is more pronounced in the transverse orientation and thus the degradation coefficient is greater. Finally, the capacity of the developed model to capture the anisotropic fracture in 3D is shown.

KEYWORDS: Hydrogen embrittlement, Hydrogen diffusion, Numerical modelling, Phase field

1. INTRODUCCIÓN

La fragilización por hidrógeno en aceros inoxidables dúplex es un fenómeno complejo debido a: (i) la existencia de dos fases con susceptibilidad y parámetros de difusión/solubilidad muy diferenciados [1]; (ii) la anisotropía de la difusión y la fractura [2]; (iii) el atrapamiento y descohesión de las intercaras entre la fase ferrítica y la austenítica [3]. En este trabajo se presenta un marco numérico que permite capturar la difusión, atrapamiento y fractura inducida por hidrógeno en un acero inoxidable dúplex 2205. Además, se calibra este modelo mediante ensayos de tracción entallada realizados in situ en H₂ gaseoso a presión en el H2Lab de la Universidad de Burgos en un acero 2205 laminado en

caliente [4] y se exponen las capacidades del modelo para capturar la anisotropía.

2. MODELO NUMÉRICO

2.1. Difusión y atrapamiento

El modelo de difusión sigue el marco propuesto por Sofronis & McMeeking (1989) [5] con dos particularidades: (i) el atrapamiento está gobernado por la fase austenítica y por las intercaras ferrita/austenita (ii) se incluye la posibilidad de una difusión anisótropa, por lo que se considera un tensor de difusividades \mathbf{D} . El balance de masa se establece en función de la concentración de hidrógeno intersticial en la fase ferrítica (C_α) y del hidrógeno atrapado (C_T):

$$\frac{\partial C_\alpha}{\partial t} + \frac{\partial C_T}{\partial t} + \nabla \cdot \left(-\mathbf{D}\nabla C_\alpha + \mathbf{D} \frac{\bar{V}_H C_\alpha}{RT} \nabla \sigma_h \right) = 0 \quad (1)$$

donde \bar{V}_H es el volumen parcial molar del hidrógeno, σ_h la tensión hidrostática, R la constante de gases y T la temperatura. El ratio de atrapamiento se explica en función de C_α asumiendo equilibrio termodinámico y dos tipos de trampas:

$$\frac{\partial C_T}{\partial t} = \left(N_T^\gamma \frac{\partial \theta_T^\gamma}{\partial C_\alpha} + N_T^I \frac{\partial \theta_T^I}{\partial C_\alpha} \right) \frac{\partial C_\alpha}{\partial t} \quad (2)$$

donde N_T^i es la densidad de trampas y θ_T^i la ocupación. El superíndice γ se refiere al atrapamiento en la austenita y el superíndice I a la intercara α/γ . El modelo de atrapamiento está basado en el trabajo de Turnbull & Hutchings (1994) [6]: N_T^γ es función del contenido de austenita, en este caso $f_\gamma = 0.42$ (42 % de austenita) y N_T^I depende del área interfacial (m^2/m^3) y aquí se asume igual a 4.6×10^{25} trampas/ m^3 [6]. El posible atrapamiento en los defectos, e.g. dislocaciones o inclusiones, en la ferrita (N_T^α) se desprecia en este trabajo. La ocupación θ_T^γ se determina mediante la relación de solubilidades entre fases austenítica y ferrítica (K_γ/K_α):

$$\theta_T^\gamma = \frac{\theta_\alpha K_\gamma / K_\alpha}{1 + \theta_\alpha K_\gamma / K_\alpha} \quad (3)$$

donde θ_α es la ocupación intersticial de la ferrita (C_α/N_α). La ocupación de las intercara también se considera en equilibrio en función de su energía de atrapamiento E_B^I :

$$\theta_T^I = \frac{\theta_L \exp(E_B^I/RT)}{1 + \theta_L \exp(E_B^I/RT)} \quad (4)$$

En cuanto a la anisotropía en la difusión, se sigue también un basado en “tortuosidades” en las diferentes direcciones [6]. Debido a la alineación y forma de las islas de austenita, la tortuosidad es mayor en la dirección S (dirección del espesor de la chapa laminada) y por tanto ω_S será menor que ω_L y ω_T (longitudinal y transversal).

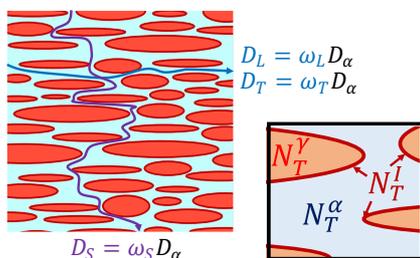


Figura 1. Esquema del modelo de difusión anisotrópica y del atrapamiento considerado en la fase austenítica y en las intercara ferrita/austenita.

Este comportamiento se captura mediante la sustitución del coeficiente de difusión por un tensor \mathbf{D} que incluye

las tres componentes, que corresponden a cada tortuosidad multiplicada por la difusión ideal en la fase ferrítica (D_α):

$$\mathbf{D} = \begin{bmatrix} \omega_L D_\alpha & 0 & 0 \\ 0 & \omega_T D_\alpha & 0 \\ 0 & 0 & \omega_S D_\alpha \end{bmatrix} \quad (5)$$

Esta anisotropía de la difusión en aceros dúplex no se implementa en el modelo axisimétrico ya que la microestructura no sigue un sistema de coordenadas cilíndrico, y solamente se considera en el modelo 3D de fragilización. Debe destacarse también que en este trabajo se reproduce la entrada de hidrógeno en ensayos in situ con carga gaseosa a diferentes presiones, p_{H_2} . Además, por consistencia termodinámica [7], se considera la influencia de la tensión hidrostática (σ_h^B) en esta concentración en el contorno:

$$C_\alpha^B = K_\alpha \sqrt{p_{H_2}} \exp\left(\frac{\sigma_h^B \bar{V}_H}{RT}\right) \quad (6)$$

2.2. Fractura asistida por hidrógeno

El modelo de iniciación y propagación de daño se basa en un modelo tipo phase field de fractura. El campo de fase o phase field ϕ describe un sólido sin daño cuando $\phi = 0$ y totalmente dañado cuando $\phi = 1$. La pérdida de resistencia se captura mediante una función $g(\phi) = (1 - \phi^2) + k$ que degrada las tensiones, siendo $k = 10^{-5}$ un parámetro que evita inestabilidades numéricas. Aunque en los enfoques clásicos del phase field solamente se consideran análisis elásticos, en el presente trabajo se considera una extensión dúctil por lo que se incluye un modelo de plasticidad J2. El criterio de plastificación se puede expresar en función de una tensión equivalente de Von Mises ($|\boldsymbol{\sigma}|$) y el límite elástico sin dañar ($\bar{\sigma}_y$):

$$|\boldsymbol{\sigma}| - h(\phi) \bar{\sigma}_y = 0 \quad (7)$$

En este caso la función de degradación plástica $h(\phi)$ se considera también cuadrática, pero en función del coeficiente β_p que pondera el daño plástico.

$$h(\phi) = \beta_p (1 - \phi)^2 + 1 - \beta_p \quad (8)$$

La evolución de la fractura está gobernada por la densidad de energía de deformación ψ , que a su vez se expresa mediante un término elástico (ψ_e^0), otro plástico (ψ_p^0) y otro disipado en la fractura:

$$\psi = g(\phi) \psi_e^0 + \beta_p h(\phi) \psi_p^0 + \frac{G_c^0}{2\ell} (\phi^2 + |\nabla \phi| \mathbf{A} |\nabla \phi|) \quad (9)$$

La densidad de energía plástica se determina integrando la expresión del límite elástico en función de la deformación plástica equivalente (ε_p). En este trabajo se

ha escogido un endurecimiento de Ludwik, $\bar{\sigma}_y = \bar{\sigma}_{y0} + \bar{k}(\varepsilon_p)^n$. El término de fractura en la ecuación (9) incluye una energía crítica de fractura isotrópica G_c^0 y una longitud característica ℓ . Este término ha sido modificado mediante un tensor \mathbf{A} para considerar una posible anisotropía [8]:

$$\mathbf{A} = \ell^2 \begin{bmatrix} G_{c,L}/G_c^0 & 0 & 0 \\ 0 & G_{c,T}/G_c^0 & 0 \\ 0 & 0 & G_{c,S}/G_c^0 \end{bmatrix} \quad (10)$$

donde $G_{c,L}$, $G_{c,T}$ y $G_{c,S}$ corresponden a las energías críticas de fractura para cada orientación. Este marco permite capturar diferentes mecanismos de fragilización en las distintas orientaciones del material. Aquí se asume que la fragilización está gobernada por la descohesión entre las intercaras ferrita/austenita, por lo que se establece una reducción lineal [9] de la energía en cada orientación en función de la ocupación de las intercaras:

$$G_{c,i} = G_c^0(1 - \chi_i \theta_T^i) \quad (11)$$

donde χ_i es un coeficiente de degradación que dependerá de cada orientación. Debe también tenerse en cuenta que cuando el daño alcanza un umbral, esto se traduce físicamente en la existencia de microgrietas en la fase ferrítica, que provocan la entrada de hidrógeno en el frente dañado. Para capturar este fenómeno, se implementan las denominadas *moving boundary conditions* a partir de un $\phi_{th} = 0.5$ [9]. Este valor umbral supone que cuando haya un 50 % de daño el hidrógeno penetra a través de la fase ferrítica agrietada.

3. CALIBRACIÓN DEL MODELO AXISIMÉTRICO

El modelo se calibra mediante resultados experimentales de probetas entallada ensayadas en H_2 gaseoso a tres niveles de presión (35, 70 y 140 bar) y en dos orientaciones (longitudinal: L; y transversal: T). El procedimiento y los resultados experimentales se detallan en [4]. En esta sección se calibran de manera independiente los resultados de tracción entallada en L y en T mediante el modelo axisimétrico con las dimensiones mostradas en la Figura 2.

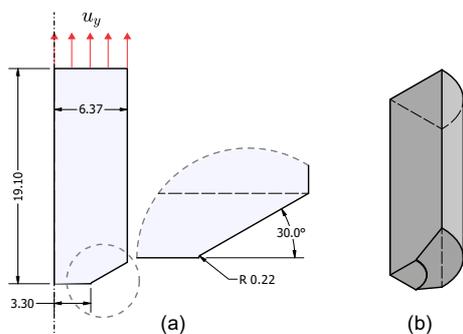


Figura 2. Geometría de la probeta ensayada y simulada para modelo axisimétrico (a) y para modelo 3D (b).

3.1. Calibración de parámetros de fractura

Antes de calibrar la degradación por hidrógeno, se realiza un ajuste de los parámetros de fractura, es decir, G_c^0 , ℓ y β_p . Los parámetros de endurecimiento para cada orientación se han ajustado mediante ensayos de tracción al aire con probeta lisa y extensómetro. El límite elástico $\bar{\sigma}_{y0}$ es 549.4 y 591.3 MPa para orientaciones L y T, respectivamente. Sin embargo, las curvas de endurecimiento son paralelas y por tanto se ha seleccionado $\bar{k} = 1050$ MPa y $n = 0.6$ para ambas orientaciones.

Fijando la longitud característica ℓ igual al radio de entalla (0.22 mm) se ha variado la energía de fractura G_c^0 mostrando una reducción en la ductilidad en la orientación L (Figura 3). Para $G_c^0 = 40$ N/mm se observa una gran elongación mientras que $G_c^0 = 10$ N/mm corresponde a un comportamiento frágil.

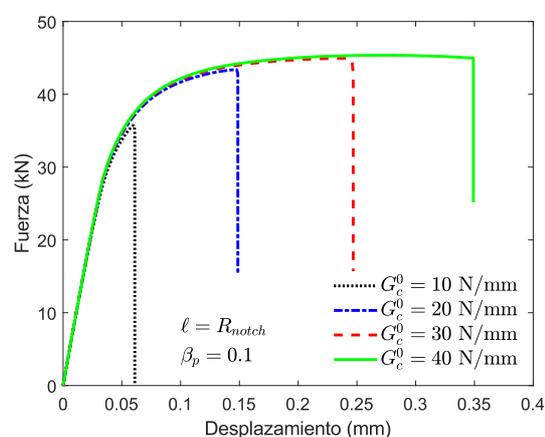


Figura 3. Curvas fuerza-desplazamiento simuladas sin hidrógeno con diferentes energías de fractura (parámetros para orientación L).

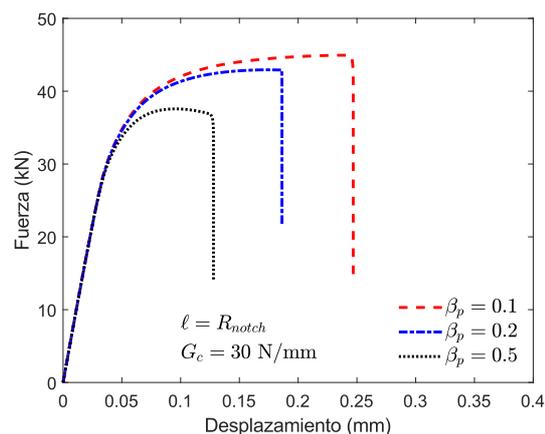


Figura 4. Influencia del coeficiente β_p en las curvas fuerza-desplazamiento simuladas sin hidrógeno (parámetros para orientación L).

El coeficiente β_p se asume como 0.1 a priori ya que se considera habitualmente en literatura que el 90 % del trabajo plástico se disipa en forma de calor y solo el 10 % contribuye a la fractura [10]. Sin embargo, su valor

depende del material y del estado de triaxialidad, por lo que se simula su influencia en la Figura 4. Un valor de β_p mayor, e.g. 0.5, supone que se disipa menos energía plástica y por tanto contribuye más a la fractura.

El modelo permite capturar las características dúctiles de la fractura. Por tanto, no solamente se emplea la tensión última (NTS) obtenida experimentalmente para calibrar el modelo, también se ajustan los parámetros de fractura para predecir la reducción de área (RA). El cálculo de esta reducción de área en el modelo axisimétrico se ilustra en la Figura 5. En esa figura se muestra como el daño se inicia en la punta de la entalla y propaga reduciendo el ligamento remanente.

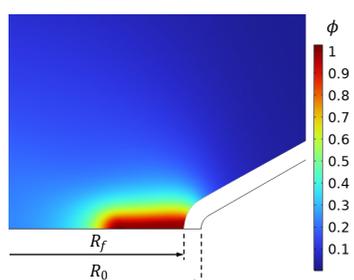


Figura 5. Propagación del daño a partir de punta de entalla y esquema del cálculo de reducción de área (RA) mediante radio inicial (R_0) y radio final (R_f).

Variando G_c^0 y ℓ para $\beta_p = 0.1$ se obtienen las curvas de la Figura 6 para la orientación L. Un mayor valor de ℓ parece indicar curvas más dúctiles (mayor RA), pero todas son similares y además hay una cierta influencia del mallado ya que el tamaño del elemento menor es aproximadamente $\ell/4$. Por tanto, se asume $\ell = R_{notch}$ con valor fijo y se ajusta la contribución plástica a la fractura, β_p .

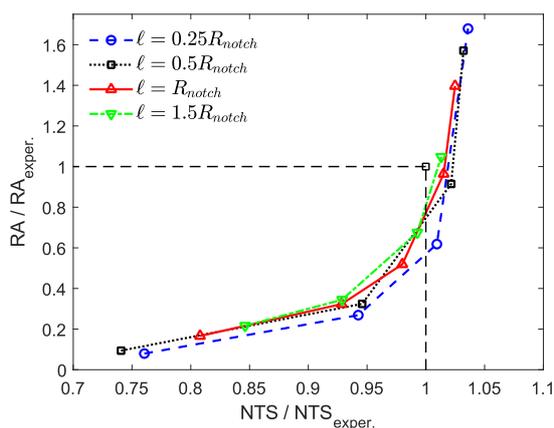


Figura 6. Relación entre RA y NTS (en comparación con valores experimentales) para $\beta_p = 0.1$ y diferentes ℓ . Cada punto corresponde a un valor de G_c^0 .

Fijando $\ell = R_{notch}$, la curva en la Figura 7 que pasa por el punto experimental, i.e. $RA = RA_{exper.}$ y $NTS = NTS_{exper.}$ es la correspondiente a $\beta_p = 0.15$, y el punto corresponde a $G_c^0 = 36.1$ N/mm, en la orientación L. De

manera similar, se ajusta para la orientación transversal $\beta_p = 0.26$ y $G_c^0 = 37.0$ N/mm.

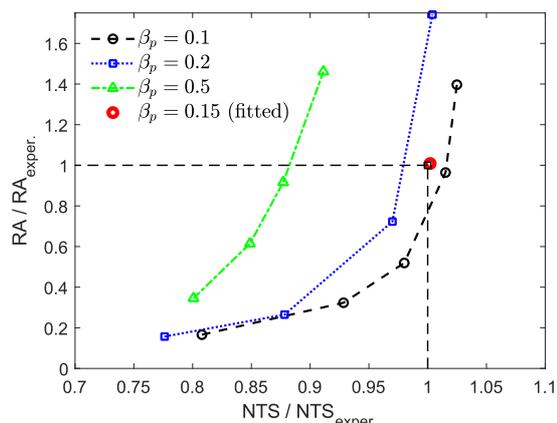


Figura 7. Influencia del β_p y ajuste de parámetros para capturar RA y NTS para orientación L.

Puede concluirse que la energía de fractura (G_c^0) en ausencia de hidrógeno es relativamente independiente de la orientación, lo que se observa también experimentalmente. Aunque el parámetro β_p es diferente para L y T, hay que tener en cuenta que el límite elástico se ha considerado dependiente de la orientación.

3.2. Calibración de degradación por hidrógeno

Los parámetros de difusión y atrapamiento no han sido obtenidos experimentalmente, sino que se han extraído de la literatura.

Tabla 1. Parámetros de difusión y atrapamiento.

Parámetro	Valor	Referencia
\bar{V}_H [m^3/mol]	2×10^{-6}	[5]
D_α [m^2/s]	1.27×10^{-8}	[5]
N_α [sitios/ m^3]	5.1×10^{29}	[5]
K_α [$mol \cdot m^{-3} \cdot MPa^{-0.5}$]	0.0137	[7]
K_γ/K_α [-]	2500	[6]

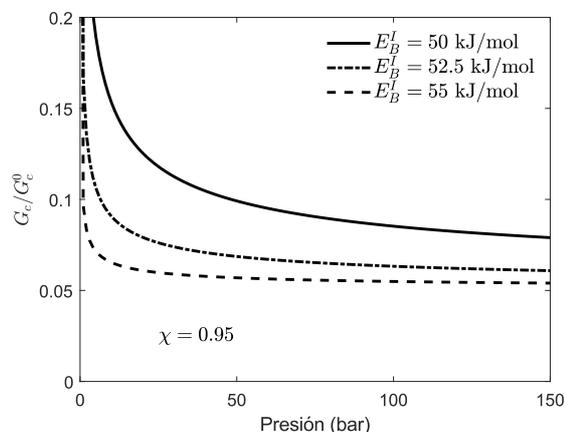


Figura 8. Reducción en la energía de fractura para la concentración correspondiente a cada presión.

Además, en el modelo axisimétrico se ha considerado $T = 300$ K y una tortuosidad media de 0.39 [6]. Los parámetros influyentes en la degradación son el coeficiente de daño χ y la energía de las intercaras (E_B^I). La reducción en G_c respecto a G_c^0 se muestra en la Figura 8 para distintas energías de intercara. La reducción máxima está determinada por χ y la forma de la curva por la saturación de las intercaras.

El modelo captura la entrada de hidrógeno por la punta de entalla, la correspondiente ocupación de intercaras y la reducción local de G_c . Los ensayos experimentales empleados para la calibración se realizaron con una velocidad de desplazamiento del cabezal de 0.002 mm/s, lo que resultó en ensayos de entre 10 y 25 minutos. A pesar de que en esos tiempos el H solo alcanza las primeras 50 micras desde punta de probeta cuando se desencadena la fractura (Figura 9), con coeficientes de degradación entre 0.9 y 0.99 se observa una fragilización de las curvas fuerza-desplazamiento. En la orientación L para 35 bar y una $E_B^I = 50$ kJ/mol, se puede ver la influencia del coeficiente de degradación (Figura 10).

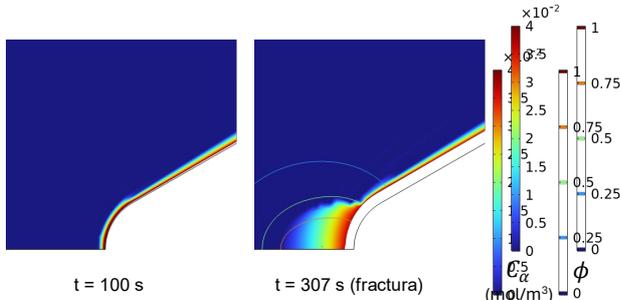


Figura 9. Concentración C_α en mol/m^3 y contornos de daño para $p = 70$ bar, $E_B^I = 50$ kJ/mol y $\chi = 0.95$.

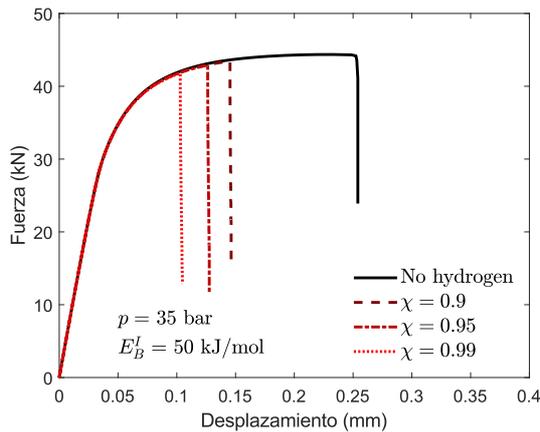


Figura 10. Influencia de χ en las curvas fuerza-desplazamiento para orientación L.

Según aumenta la presión de ensayo, aumenta C_α en el contorno y por tanto θ_T . Esto produce una degradación de los elementos cercanos a la superficie y una iniciación temprana de daño. En la Figura 11 se observa que la reducción en NTS según aumenta la presión aumenta con valores altos de χ , aunque para $E_B^I = 50$ kJ/mol las trampas en las intercaras no llegan a saturarse en ese rango de presiones. Para $E_B^I = 52.5$ kJ/mol (Figura 12),

esas intercaras se saturan a menores presiones y se captura la estabilización en la reducción de NTS obtenida experimentalmente, ajustando $\chi = 0.95$ para la dirección longitudinal. El valor de la energía de las intercaras debe ser independiente de la microestructura, por lo que en la Figura 13 se fija 52.5 kJ/mol y se obtiene un valor de degradación mayor en la orientación transversal ($\chi = 0.99$).

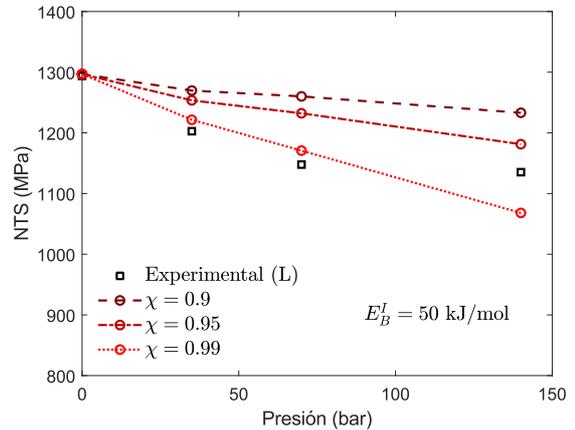


Figura 11. Reducción en NTS en función de la presión para distintos χ en la orientación L y $E_B^I = 50$ kJ/mol.

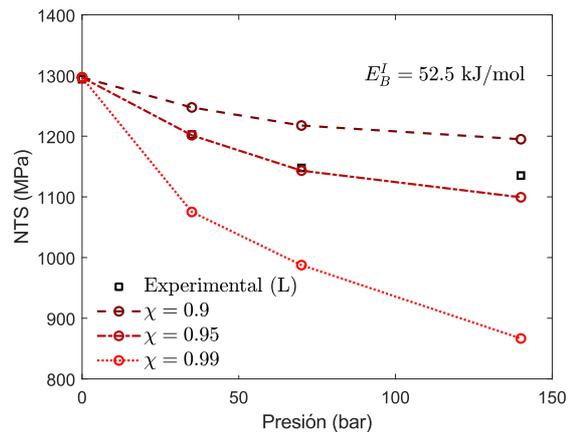


Figura 12. Reducción en NTS en función de la presión para distintos χ en la orientación L y $E_B^I = 52.5$ kJ/mol.

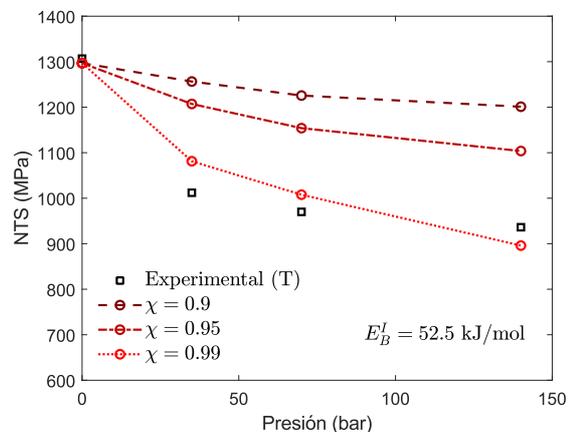


Figura 13. Reducción en NTS en función de la presión para distintos χ en la orientación T y $E_B^I = 52.5$ kJ/mol.

4. MODELO 3D DE FRACTURA

La modelización axisimétrica tiene grandes limitaciones a la hora de capturar la anisotropía local en la fractura, y la calibración realizada en el apartado anterior ha obtenido parámetros de fractura (G_c^0 , β_p y χ) isotrópicos para cada orientación de la probeta. Además, no se han podido realizar ensayos en la dirección S (espesor de la chapa laminada). No obstante, se muestra en la Figura 15 que, en un modelo 3D con $\chi_S \gg \chi_L$, χ_T , se captura la anisotropía de la fractura y la delaminación de las bandas ferríticas y las intercaras debido a la descohesión inducida por hidrógeno.

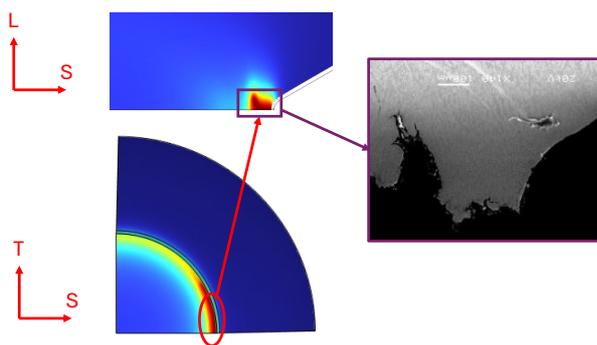


Figura 15. Propagación de grieta perpendicular a la dirección S capturada numéricamente mediante modelo 3D con anisotropía.

5. CONCLUSIONES

Se ha presentado un modelo de fragilización por hidrógeno basado en una microestructura dúplex (ferrítico-austenítica) en el que la difusión tiene lugar a través de la fase ferrítica. Se tiene en cuenta la tortuosidad en función de la orientación y el atrapamiento en la austenita y en las intercaras. La fractura se captura mediante un modelo phase field que incluye contribución plástica y una degradación en función de la ocupación de las intercaras.

El modelo se ha calibrado con ensayos de tracción entallada, fijando la longitud característica igual al radio de entalla y obteniendo unas energías de fractura muy similares al aire en las dos orientaciones analizadas. No obstante, la contribución del daño plástico es mayor en la orientación transversal y también el coeficiente de degradación por hidrógeno. Una energía de intercaras de 52.5 kJ/mol permite capturar la saturación de los sitios de iniciación de la fractura y la influencia de la presión en la fragilización.

Finalmente, se ha demostrado que un modelo 3D con características anisótropas permite predecir los mecanismos de fractura. En investigaciones futuras se caracterizará experimentalmente la difusión y atrapamiento en las diferentes orientaciones y se calibrará este modelo 3D.

AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen la financiación de MCIN/AEI a través de los proyectos PID2021-124768OB-C21 y TED2021-130413B-I00. Este trabajo también ha sido financiado por la Junta de Castilla y León y el MCIN mediante el proyecto H2MetAmo (C17.I01.P01.S21) y MA2TEC (C17.I01), por la Junta de Castilla y León a través del proyecto SAFEH2 (BU040P23) y por la Unión Europea – Horizon Europe (PilgrHYm: 101137592).

REFERENCIAS

- [1] Olden V, Saai A, Jemblie L, Johnsen R. FE simulation of hydrogen diffusion in duplex stainless steel. *Int J Hydrogen Energy* 2014;39:1156–63.
- [2] Wu W, Liu S, Li W, Li J. Identification of microstructure factors affecting hydrogen embrittlement of a 2205 duplex stainless steel. *Corros Sci* 2022;208:110643.
- [3] Wu W, Zhang X, Li W, Fu H, Liu S, Wang Y, et al. Effect of hydrogen trapping on hydrogen permeation in a 2205 duplex stainless steel: Role of austenite–ferrite interface. *Corros Sci* 2022;202:110332. <https://doi.org/10.1016/J.CORSCI.2022.110332>.
- [4] Rodríguez-Aparicio R, Díaz A, Medina L, Alegre JM, Cuesta II. Efecto de la presión de ensayo y de la orientación microestructural en la fragilización por hidrógeno del acero duplex 2205 laminado. *Revista española de Fractura*, 2024.
- [5] Sofronis P, McMeeking RM. Numerical analysis of hydrogen transport near a blunting crack tip. *J Mech Phys Solids* 1989;37:317–50.
- [6] Turnbull A, Hutchings RB. Analysis of hydrogen atom transport in a two-phase alloy. *Materials Science and Engineering: A* 1994;177:161–71.
- [7] Marchi CS, Somerday BP, Robinson SL. Permeability, solubility and diffusivity of hydrogen isotopes in stainless steels at high gas pressures. *Int J Hydrogen Energy* 2007;32:100–16.
- [8] Bleyer J, Alessi R. Phase-field modeling of anisotropic brittle fracture including several damage mechanisms. *Comput Methods Appl Mech Eng* 2018;336.
- [9] Kristensen PK, Niordson CF, Martínez-Pañeda E. A phase field model for elastic-gradient-plastic solids undergoing hydrogen embrittlement. *J Mech Phys Solids* 2020;143:104093.
- [10] McAuliffe C, Waisman H. A coupled phase field shear band model for ductile–brittle transition in notched plate impacts. *Comput Methods Appl Mech Eng* 2016;305:173–95.

EFFECTO DE LA VELOCIDAD DE APLICACIÓN DE CARGA Y DEL ESTADO TENSIONAL EN LA MODELIZACIÓN CONSTITUTIVA Y LA FRACTURA DEL ACERO INOXIDABLE DÚPLEX 2205

David Abedul^{1*}, Lander Galdos¹, Eneko Sáenz de Argandoña¹, Francisco Galvez², Borja Erice^{1,3}

¹ Mondragon Unibertsitatea, Facultad de Ingeniería, Departamento de Mecánica y Producción Industrial, Loramendi 4, 20500 Arrasate-Mondragón, España

² Departamento de Ciencia de Materiales, E.T.S.I. de Caminos, Canales y Puertos, Universidad Politécnica de Madrid (UPM), Profesor Aranguren 3, 28040 Madrid, España

³ IKERBASQUE, Basque Foundation for Science, Bilbao, España

* Persona de contacto: dabedul@mondragon.edu

RESUMEN

Este estudio se centra en analizar el comportamiento termo mecánico de una chapa de acero inoxidable dúplex 2205, haciendo énfasis en la tensión de fluencia, la deformación plástica y el comportamiento a fractura del material para su aplicación en procesos de corte. Se han realizado diversos ensayos en probetas con distintas orientaciones con respecto a la dirección de laminación con el objetivo de evaluar el comportamiento anisótropo del material. Además, también se ha investigado la influencia de la velocidad de carga y la temperatura en el comportamiento plástico mediante ensayos a distintas temperaturas y velocidades. De igual modo, se ha estudiado el comportamiento a fractura del material a través de ensayos realizados bajo distintas condiciones en varias geometrías de probeta. Para modelar el comportamiento anisótropo y el endurecimiento por deformación, se han utilizado la función de fluencia Hill48 y la ley de endurecimiento Swift-Hockett-Sherby. En cuanto al comportamiento a fractura del material, se ha utilizado el modelo de Hosford-Coulomb, modificándolo para considerar el efecto de la temperatura y de la velocidad de carga. La combinación de estos modelos ha permitido una reproducción precisa del comportamiento mecánico de la chapa de acero inoxidable dúplex 2205.

PALABRAS CLAVE: Acero inoxidable dúplex 2205, Fractura dúctil, Estado tensional, Velocidad de deformación, Temperatura.

ABSTRACT

This study focuses on analysing the thermo-mechanical behaviour of a 2205 duplex stainless steel sheet, with emphasis on the yield strength, plastic deformation and fracture behaviour of the material for its application in cutting processes. Various tests are conducted on specimens with different orientations relative to the rolling direction to assess the material's anisotropic behaviour. Additionally, the influence of the loading rate and temperature on plastic behaviour is investigated through tests at different temperatures and speeds. Similarly, the material's fracture behaviour is studied performing tests on various specimen geometries under different test conditions. Hill48 yield function and Swift-Hockett-Sherby hardening law are used to model the anisotropic behaviour and the strain hardening, respectively. Concerning fracture behaviour, Hosford-Coulomb model is employed, modified to account for temperature and loading rate effects. The combination of these models enabled an accurate reproduction of the thermo-mechanical behaviour of the 2205 duplex stainless steel sheet.

KEYWORDS: 2205 duplex stainless steel, Ductile fracture, Stress state, Loading rate, Temperature.

1. INTRODUCCIÓN

Los procesos de corte se caracterizan por alcanzar altas velocidades y por producir grandes deformaciones en el material, cuya combinación da lugar al calentamiento adiabático [1]. Además, hay que tener en cuenta que los procesos de corte separan el material en dos o más partes, haciendo necesario tomar en consideración la fractura del material.

A menudo, a la hora de realizar simulaciones de Elementos Finitos (EF) de este tipo de procesos, se utilizan modelos de material que no tienen en cuenta el efecto de la temperatura ni el de la velocidad de deformación [2,3]. En la última década, aquellos investigadores que han analizado este tipo de procesos numéricamente han tendido a utilizar modelos de fractura dependientes del estado tensional [3-5]. Algunos de ellos incluso han considerado los efectos de la temperatura [6]

o de la velocidad de deformación [7], tanto en la fractura como en el endurecimiento del material. Sin embargo, solo se ha encontrado un caso en el que se considerase el efecto de ambos fenómenos, aunque únicamente en el endurecimiento por deformación [8].

Es por ello, que en este trabajo se ha llevado a cabo la caracterización y modelización de una chapa de acero inoxidable dúplex 2205 con 5 mm de espesor. El modelo de material desarrollado tiene en cuenta el comportamiento anisótropo del material, así como su endurecimiento por deformación y su comportamiento a fractura, siendo los dos últimos dependientes de la temperatura y de la velocidad de deformación.

2. METODOLOGÍA

2.1. Procedimiento experimental

Para ejecutar la caracterización de la chapa de acero inoxidable dúplex 2205 con 5 mm de espesor, se ha realizado una campaña experimental con múltiples geometrías de probeta. El comportamiento anisótropo del material se ha caracterizado ensayando probetas de tracción (UT), compresión (UC), cizalladura (SH) y deformación plana (PS) fabricadas a distintas orientaciones con respecto a la dirección de laminación, todas ellas ensayadas a baja velocidad (0.01 s^{-1}) y a temperatura ambiente (20°C). El endurecimiento por deformación del material se ha determinado a través de ensayos de tracción con probetas entalladas (NT). En este caso, las probetas se han ensayado tanto a velocidades bajas, medias y altas (0.01 s^{-1} , 100 s^{-1} y $1,000 \text{ s}^{-1}$) y a distintas temperaturas (20°C , 100°C , 300°C y 500°C). Por último, el comportamiento a fractura del material se ha obtenido mediante ensayos con probetas de tracción entalladas, con un agujero central (CH), de cizalladura y de deformación plana (PS), todas ellas ensayadas a baja velocidad y temperatura ambiente. Además, tres de estas geometrías (tracción entallada, cizalladura y deformación plana) se han ensayado también a las velocidades y temperaturas mencionadas anteriormente.

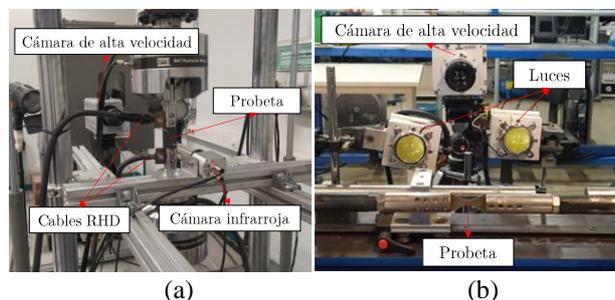


Figura 1. Montajes experimentales para los ensayos a (a) baja, media y (b) alta velocidad.

Para llevar a cabo esta exhaustiva campaña experimental, se han utilizado las dos instalaciones que se muestran en la figura 1. Por un lado, una máquina de ensayos universal MTS equipada con cámaras de alta velocidad e

infrarrojos y con un sistema de calentamiento por resistencia eléctrica (RHD). Esta máquina se ha utilizado para los ensayos a baja (incluyendo a distintas temperaturas) y media velocidad. Por otro lado, para los ensayos realizados a máxima velocidad se ha utilizado una barra Hopkinson de tracción equipada con una cámara de alta velocidad.

2.2. Procedimiento numérico

Para representar el comportamiento del material numéricamente, se han escogido una serie de modelos que permiten reproducir con precisión los resultados experimentales obtenidos.

El comportamiento anisótropo del material se ha representado a través de la función de fluencia Hill48 [9], dada por la expresión (1). Esta función de fluencia se ha ajustado minimizando un error que considera la distancia de los puntos experimentales a la superficie de fluencia predicha y la diferencia entre las tensiones de fluencia de tracción uniaxial y los coeficientes de Lankford obtenidos a distintas orientaciones experimentalmente con los valores predichos por el modelo [10].

$$\bar{\sigma}[\sigma] = \sqrt{\frac{H(\sigma_{11} - \sigma_{22})^2 + F(\sigma_{22} - \sigma_{33})^2 + G(\sigma_{11} - \sigma_{33})^2}{+2N\sigma_{12}^2 + 2L\sigma_{23}^2 + 2M\sigma_{13}^2}} \quad (1)$$

Para representar el endurecimiento por deformación se ha utilizado la ley de endurecimiento de Swift-Hockett-Sherby [11]. Además, esta ley ha sido modificada utilizando los términos propuestos por Johnson & Cook para tener en cuenta el efecto de la temperatura y de la velocidad de deformación [12], dando lugar a la expresión (2). La calibración de este modelo se ha realizado a través de un proceso de simulación inversa utilizando el software de EF FORGE NxT 4.0. Para ello se ha minimizado el error entre las curvas de fuerza-desplazamiento experimentales y numéricas. El tamaño de malla para las zonas de interés se ha fijado en 0.1 mm.

$$\sigma_y[\bar{\epsilon}_p, \dot{\bar{\epsilon}}_p, T] = \left\{ (1 - \alpha)K(\epsilon_0 + \bar{\epsilon}_p)^n + \alpha(\sigma_{sat} - (\sigma_{sat} - \sigma_i)e^{-\alpha\bar{\epsilon}_p}) \right\} \left\{ 1 + C \ln \left[\frac{\dot{\bar{\epsilon}}_p}{\dot{\epsilon}_0} \right] \right\} \left\{ 1 - \left(\frac{T - T_r}{T_m - T_r} \right)^m \right\} \quad (2)$$

Por último, para el comportamiento a fractura se ha utilizado el modelo proporcional de iniciación de fractura dúctil Hosford-Coulomb [13], definido a través de las expresiones (3-6).

$$\bar{\epsilon}_f^{pr}[\eta, \bar{\theta}] = b \left(\frac{1+c}{\left(\frac{1}{2}(|f_I - f_{II}|^a + |f_{II} - f_{III}|^a + |f_I - f_{III}|^a) \right)^{1/a} + c(2\eta + f_I + f_{III})} \right)^{1/n} \quad (3)$$

$$f_I[\bar{\theta}] = \frac{2}{3} \cos \left[\frac{\pi}{6} (1 - \bar{\theta}) \right] \quad (4)$$

$$f_{II}[\bar{\theta}] = \frac{2}{3} \cos \left[\frac{\pi}{6} (3 + \bar{\theta}) \right] \quad (5)$$

$$f_{III}[\bar{\theta}] = -\frac{2}{3} \cos \left[\frac{\pi}{6} (1 + \bar{\theta}) \right] \quad (6)$$

Este modelo es dependiente del estado tensional, el cual viene representado por la triaxialidad (η) y por el parámetro del ángulo de Lode (θ), dados por las expresiones (7) y (8).

$$\eta = \frac{\sigma_I}{3\bar{\sigma}_M} \quad (7)$$

$$\bar{\theta} = 1 - \frac{2}{\pi} \arccos \left[\frac{27 \det[\sigma]}{2 \bar{\sigma}_M^3} \right] \quad (8)$$

Para tener en cuenta la no proporcionalidad de la carga a la hora de utilizar este modelo, cuantificar el daño acumulado e iniciar la fractura en el modelo numérico se ha utilizado el indicador de daño dado en la expresión (9).

$$D = \int_0^{\bar{\epsilon}_p^f} \frac{1}{\bar{\epsilon}_p^{pr}[\eta, \bar{\theta}, \bar{\epsilon}_p, T]} d\bar{\epsilon}_p \quad (9)$$

La calibración del modelo Hosford-Coulomb se ha llevado a cabo obteniendo numéricamente las trayectorias de carga y la evolución de la deformación plástica equivalente en el nodo que alcanza el valor máximo de esta variable de las probetas utilizadas. Estos datos se han utilizado para calcular el indicador de daño D y se han ajustado los parámetros del modelo hasta obtener un valor lo más cercano posible a uno en el instante que se inicia la fractura en los ensayos experimentales.

Para tener en cuenta el efecto de la temperatura en el comportamiento a fractura, se ha repetido el proceso de calibración con los datos extraídos de los ensayos realizados a distintas temperaturas. Esto, ha sido posible gracias al control de temperatura a través de la cámara infrarroja, el cual ha permitido realizar los ensayos a una temperatura controlada. A la hora de considerar las temperaturas no ensayadas, se ha interpolado linealmente entre los coeficientes obtenidos.

En los ensayos realizados a distintas velocidades no se han obtenido velocidades de deformación constantes en las probetas. Por lo tanto, es necesario considerar su evolución a lo largo del ensayo. Para ello, se ha modificado el modelo añadiendo funciones tangentes hiperbólicas, dadas por las expresiones (10-15). Estas funciones modifican el valor de los parámetros del modelo Hosford-Coulomb en función de la velocidad de deformación ajustándolo al comportamiento observado experimentalmente.

$$a'[\dot{\epsilon}_p] = a[T] k_1[\dot{\epsilon}_p] \quad (10)$$

$$b'[\dot{\epsilon}_p] = b[T] k_1[\dot{\epsilon}_p] k_2[\dot{\epsilon}_p] \quad (11)$$

$$c'[\dot{\epsilon}_p] = c[T] k_1[\dot{\epsilon}_p] \quad (12)$$

$$n'[\dot{\epsilon}_p] = n[T] k_1[\dot{\epsilon}_p] \quad (13)$$

$$k_1[\dot{\epsilon}_p] = 1 + C_2 \tanh \left[\frac{\dot{\epsilon}_p}{C_1} \right] \quad (14)$$

$$k_2[\dot{\epsilon}_p] = 1 + C_3 \exp \left[- \frac{(\log[\dot{\epsilon}_p] - C_4)^2}{2C_5^2} \right] \quad (15)$$

3. RESULTADOS

3.1. Anisotropía

Tras realizar una cantidad significativa de ensayos se ha obtenido experimentalmente el comportamiento anisótropo del material para distintos estados tensionales y distintas orientaciones con respecto a la dirección de laminación, siempre a baja velocidad y a temperatura ambiente. Estos datos se han utilizado para calibrar la función de fluencia Hill48 siguiendo el procedimiento explicado en el apartado anterior, dando lugar a los coeficientes mostrados en la tabla 1.

Tabla 1. Constantes del criterio de fluencia Hill48.

F	G	H	N
0.439	0.801	0.296	1.495

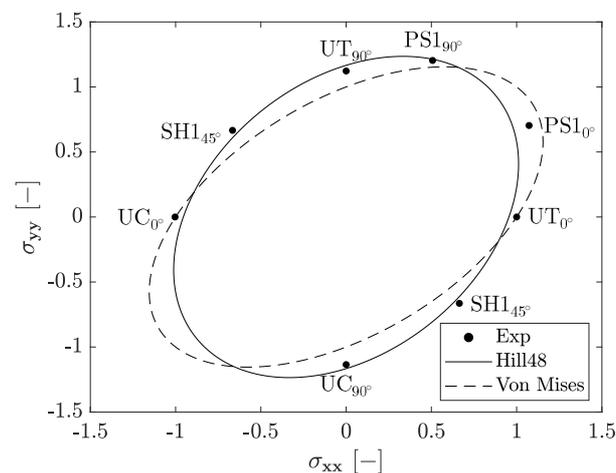


Figura 2. Comparación entre las superficies de fluencia predichas por las funciones Hill48 y Von Mises y los datos obtenidos experimentalmente.

Esta combinación de coeficientes da lugar a predicciones precisas de la superficie de fluencia, tal y como se muestra en la figura 2. La superficie generada con la función Hill48 se ajusta correctamente a todos los puntos experimentales excepto al punto de deformación plana ensayado en la dirección de laminación (PS10°), para el cual se ha obtenido una cierta desviación.

3.2. Endurecimiento por deformación

El endurecimiento por deformación del material se ha calibrado utilizando probetas de tracción entalladas ensayadas a distintas velocidades (0.01 s⁻¹, 100 s⁻¹ y 1,000 s⁻¹) y temperaturas (20°C, 100°C, 300°C y 500°C), obteniendo los coeficientes que se muestran en la tabla 2.

Tabla 2. Constantes de la ley de endurecimiento Swift-Hockett-Sherby modificada.

Endurecimiento por deformación	α	K	ϵ_0	n	σ_{sat}	σ_i	a	p
	0.4	1840.5	0.04	0.3	669.5	195.0	100.2	0.7
Ablandamiento térmico	T_r		T_m		m			
	20		7202.2		0.5			
Endurecimiento por velocidad de deformación	$\dot{\epsilon}_0$			C				
	0.009			0.03				

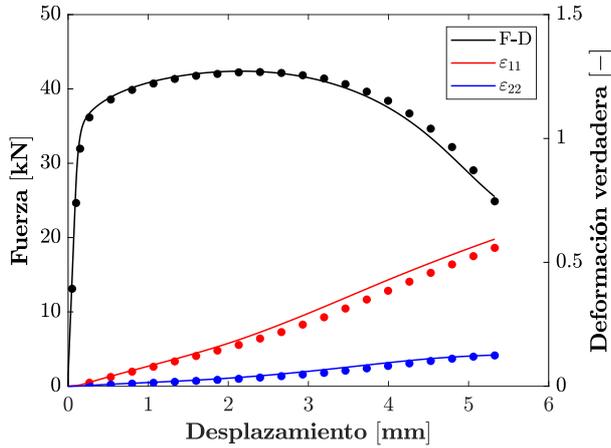


Figura 4. Comparación de la curva de fuerza-desplazamiento y de las deformaciones locales longitudinales y transversales obtenidas experimental (puntos) y numéricamente (líneas) a baja velocidad y temperatura ambiente.

La figura 4 muestra los resultados de la calibración del modelo a velocidad baja y a temperatura ambiente. Tanto la curva de fuerza-desplazamiento como la evolución de las deformaciones locales longitudinales y transversales muestran un buen ajuste de los modelos de anisotropía y endurecimiento con el comportamiento observado experimentalmente.

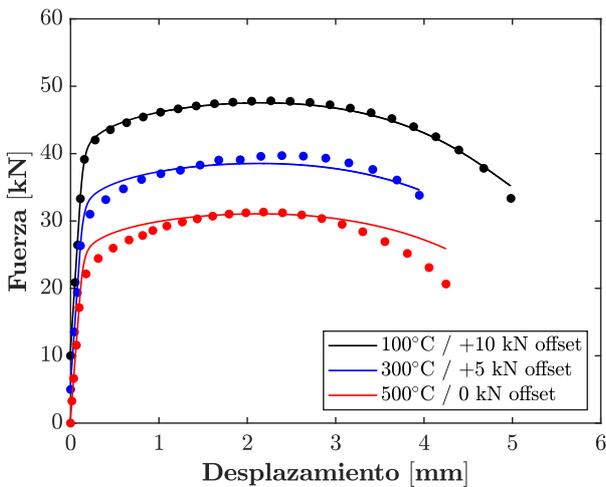


Figura 5. Comparación de las curvas de fuerza-desplazamiento obtenidas experimental (puntos) y numéricamente (líneas) a 100 °C, 300 °C y 500 °C.

Una vez ajustada la ley de endurecimiento a velocidad baja y temperatura ambiente se ha procedido a calibrar los coeficientes del término que añade el efecto de la temperatura. La figura 5 muestra la comparación entre las curvas de fuerza-desplazamiento obtenidas experimental y numéricamente a temperaturas de 100°C, 300°C y 500°C. El ajuste del término permite reproducir correctamente el ablandamiento térmico sufrido por el material. Sin embargo, la simplicidad de este término no permite modificar la forma de las curvas, dando lugar a pequeños errores al inicio y final de las mismas.

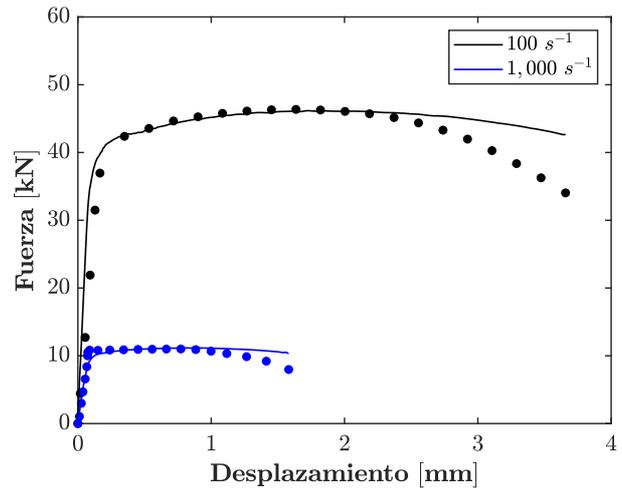


Figura 6. Comparación de las curvas de fuerza-desplazamiento obtenidas experimental (puntos) y numéricamente (líneas) a velocidad media y alta.

Por último se ha procedido a ajustar el término que incluye el efecto de la velocidad de deformación. Para la velocidad media se ha utilizado la misma probeta de tracción entallada empleada hasta ahora. Sin embargo, los ensayos a alta velocidad requerían de una reducción de las dimensiones de la misma por la limitación en cuanto a capacidad de carga de la barra Hopkinson de tracción utilizada. Los resultados del ajuste del término dependiente de la velocidad se muestran en la figura 6. El endurecimiento debido a la elevada velocidad es capturado correctamente por la ley utilizada. Sin embargo, el ablandamiento sufrido al final de las curvas experimentales no ha podido ser reproducido, dando lugar a errores no despreciables en este sentido.

3.3. Fractura

El modelo de iniciación de fractura dúctil se ha calibrado en primer lugar a velocidad baja y temperatura ambiente. Las trayectorias de carga obtenidas por simulación inversa mostradas en la figura 7 demuestran haber logrado puntos de fractura a lo largo de un amplio rango de triaxialidad y del parámetro del ángulo de Lode. Con estas trayectorias se han calibrado los coeficientes del modelo, mostrados en la tabla 3, logrando un buen ajuste a las deformaciones de fractura obtenidas combinando los ensayos experimentales con las simulaciones.

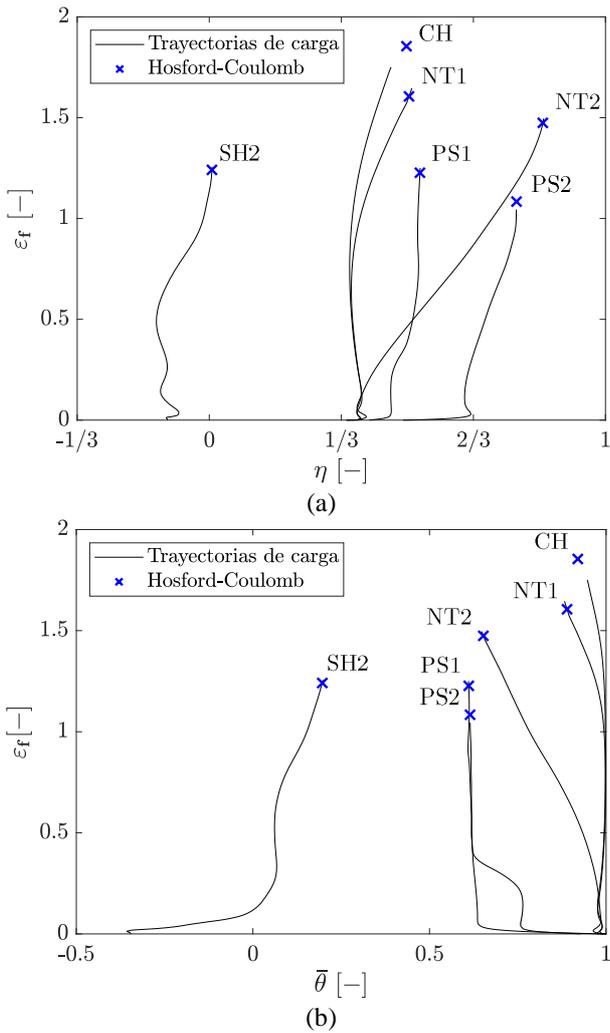


Figura 7. Trayectorias de carga obtenidas a baja velocidad y a temperatura ambiente en función de (a) la triaxialidad y (b) del parámetro del ángulo de Lode.

Utilizando el mismo procedimiento de calibración, pero esta vez únicamente con probetas de tracción entallada, de cizalladura y de deformación plana, se han obtenido los coeficientes del modelo de iniciación de fractura dúctil a distintas temperaturas (100°C, 300°C y 500°C) que se muestran en la tabla 3. En la figura 8 se comparan las superficies de fractura obtenidas a temperatura ambiente y a una temperatura de 500°C. Estos resultados muestran una disminución de la deformación a fractura a medida que la temperatura aumenta. Sin embargo, la forma de la superficie se mantiene a lo largo del rango de temperaturas ensayado.

Tabla 3. Constantes del modelo de iniciación de fractura dúctil Hosford-Coulomb a distintas temperaturas.

Temperatura [°C]	a	b	c	n
20	1.643	2.102	0.004	0.032
100	1.621	2.053	0.000	0.029
300	1.909	0.793	0.002	0.023
500	1.632	1.433	0.001	0.026

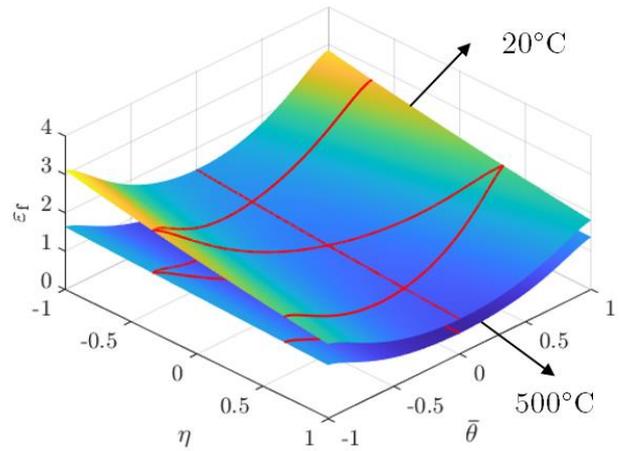


Figura 8. Superficies de fractura obtenidas a 20°C y a 500°C.

A la hora de calibrar las funciones propuestas para incluir la dependencia del modelo de fractura a la velocidad de deformación, se han considerado también los efectos térmicos ajustados previamente. De esta manera, el calentamiento adiabático sufrido por las probetas durante los ensayos se tiene en cuenta en la calibración. Este proceso ha dado lugar a los coeficientes mostrados en la tabla 4, que modifican los parámetros del modelo Hosford-Coulomb en función de la velocidad de deformación.

Tabla 4. Constantes del modelo de iniciación de fractura dúctil Hosford-Coulomb modificado para tener en cuenta el efecto de la velocidad de deformación.

Parámetros	a'	b'	c'	n'
C ₁	28.865	2.754	36.329	23.996
C ₂	0.200	0.926	1.616	0.375
C ₃	-	4.415	-	-
C ₄	-	1.843	-	-
C ₅	-	1.020	-	-

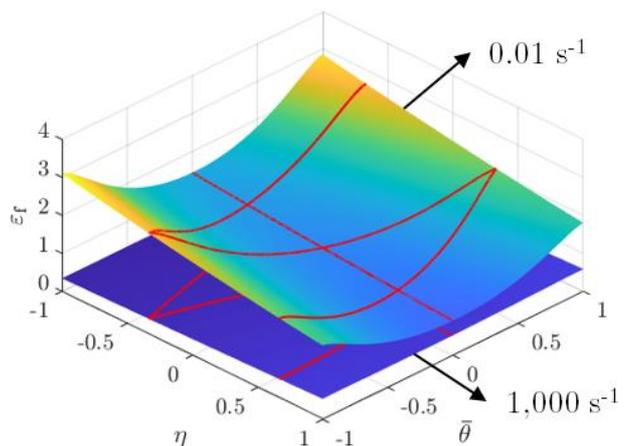


Figura 9. Superficies de fractura obtenidas (a) a baja y (b) alta velocidad.

Estos coeficientes conducen a las superficies de fractura que se muestran en la figura 9, las cuales corresponden a las obtenidas a la velocidad más baja ensayada y a la más alta. Los resultados muestran una mayor influencia de la

velocidad de deformación en el comportamiento a fractura del material en comparación con el efecto de la temperatura observado anteriormente en la figura 8. Además, la superficie obtenida a alta velocidad muestra una importante reducción de la influencia del estado tensional descrito por la triaxialidad y el parámetro del ángulo de Lode al mostrar un aplanamiento de la superficie de fractura.

4. CONCLUSIONES

Se ha llevado a cabo una exhaustiva caracterización experimental de una chapa de acero inoxidable dúplex 2205 con 5 mm de espesor. Estos ensayos experimentales han permitido determinar el comportamiento anisótropo del material, su endurecimiento por deformación y su comportamiento a fractura para distintos estados tensionales, temperaturas y velocidades. Además, se ha propuesto un modelo de material capaz de representar con precisión el comportamiento observado del material utilizando una combinación de funciones de fluencia, leyes de endurecimiento y modelos de iniciación de fractura dúctil. El siguiente paso consistiría en llevar a cabo simulaciones de EF de procesos de corte ejecutados a distintas velocidades para así verificar la validez del modelo de material propuesto en este trabajo.

AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen el respaldo financiero proporcionado por "European Commission Research Fund" al proyecto: INTELLCUTPROCESS (899331), y por el Gobierno Vasco al proyecto: DIGICUT (KK-2019/00071) a través del programa ELKARTEK. El autor Borja Erice quisiera expresar también su agradecimiento por el apoyo recibido a través de la Beca RYC2021-033241-I financiada por MCIN/AEI/10.13039/501100011033 y por "European Union NextGenerationEU/PRTR".

REFERENCIAS

[1] P. Demmel, H. Hoffmann, R. Golle, C. Intra, and W. Volk, *Interaction of heat generation and material behaviour in sheet metal blanking*, CIRP Ann. - Manuf. Technol., vol. 64, no. 1, pp. 249–252, 2015.

[2] N. Hatanaka, K. Yamaguchi, and N. Takakura, *Finite element simulation of the shearing mechanism in the blanking of sheet metal*, J. Mater. Process. Technol., vol. 139, no. 1-3 SPEC, pp. 64–70, 2003.

[3] N. Habibi, F. Pütz, M. Könnemann, V. Brinzel, S. Münstermann, M. Feistle, and W. Volk, *Numerical quantification of damage accumulation resulting from blanking in multi-phase steel*, IOP Conf. Ser. Mater. Sci. Eng.,

vol. 418, no. 1, 2018.

[4] K. Nothhaft, J. Suh, M. Golle, I. Picas, D. Casellas, and W. Volk, *Shear cutting of press hardened steel: Influence of punch chamfer on process forces, tool stresses and sheared edge qualities*, Prod. Eng., vol. 6, no. 4–5, pp. 413–420, 2012.

[5] F. Gutknecht, F. Steinbach, T. Hammer, T. Clausmeyer, W. Volk, and A. E. Tekkaya, *Analysis of shear cutting of dual phase steel by application of an advanced damage model*, Procedia Struct. Integr., vol. 2, pp. 1700–1707, 2016.

[6] B.-A. Behrens, K. Brunotte, H. Wester, C. Kock, and D. Kildonavičiute, *Determination of temperature dependence in Modified-Mohr-Coulomb failure model for process simulation of shear cutting*, IOP Conf. Ser. Mater. Sci. Eng., vol. 1238, no. 1, p. 012028, 2022.

[7] H. Marouani, A. Ben Ismail, E. Hug, and M. Rachik, *Numerical investigations on sheet metal blanking with high speed deformation*, Mater. Des., vol. 30, no. 9, pp. 3566–3571, 2009.

[8] B. A. Behrens, A. Bouguecha, M. Vucetic, R. Krimm, T. Hasselbusch, and C. Bonk, *Numerical and experimental determination of cut-edge after blanking of thin steel sheet of DPI1000 within use of stress based damage model*, Procedia Eng., vol. 81, no. October, pp. 1096–1101, 2014.

[9] R. Hill, *A theory of the yielding and plastic flow of anisotropic metals*, Proc. R. Soc. London. Ser. A. Math. Phys. Sci., vol. 193, no. 1033, pp. 281–297, 1948.

[10] D. Banabic, *Sheet Metal Forming Processes*. 2010.

[11] M. Tisza, Z. Lukács, P. Kovács, and D. Budai, *Some recent developments in sheet metal forming for production of lightweight automotive parts*, J. Phys. Conf. Ser., vol. 896, no. 1, 2017.

[12] G. R. Johnson and W. H. Cook, *A Computational Constitutive Model and Data for Metals Subjected to Large Strain, High Strain Rates and High Pressures*, Seventh Int. Symp. Ballist., pp. 541–547, 1983.

[13] D. Mohr and S. J. Marcadet, *Micromechanically-motivated phenomenological Hosford-Coulomb model for predicting ductile fracture initiation at low stress triaxialities*, Int. J. Solids Struct., vol. 67–68, pp. 40–55, 2015.

EFFECTO DE LA REPETICIÓN DE CELDAS UNIDAD BCC EN EL COMPORTAMIENTO DE ESTRUCTURAS DE Ti6Al4V FABRICADAS ADITIVAMENTE

Rafael Sancho^{1*}, Andrea Cardaña^{1,2}, Aude Baudoux¹, Daniel Barba², Francisco Gálvez¹

¹ Departamento de Ciencia de Materiales, ETSI Caminos, Canales y Puertos, Universidad Politécnica de Madrid, C/Profesor Aranguren, 3, Madrid, España

² Departamento de Materiales y Fabricación Aeroespacial, ETSI de Aeronáutica y del Espacio, Universidad Politécnica de Madrid, Plaza Cardenal Cisneros 3, 28040 Madrid, Spain

* Persona de contacto: rafael.sancho@upm.es

RESUMEN

La fabricación aditiva es una técnica que genera un gran interés en la comunidad investigadora y en la industria debido a que permite crear geometrías complejas, también llamadas *metamateriales*, con propiedades que mejoran a las del material base para una cierta aplicación. Normalmente, este tipo de estructuras están compuestas por celdas unidad que se repiten de forma periódica en el espacio (estructuras reticulares), y a su vez, estas celdas unidad están compuestas por elementos básicos como son los puntales y los nodos. La mayor parte de las investigaciones comparan estructuras, formadas por la repetición n veces de una celda unidad, con el fin de elegir aquella celda unidad que es capaz de absorber más energía. Sin embargo, no analizan qué número n asegura obtener una respuesta homogeneizada de la probeta. En este trabajo, se analiza la influencia n , con $n=1$, $n=2$, $n=4$, $n=6$, para la celda unidad tipo BCC. Se observan diferencias de comportamiento tanto al nivel macroscópico de tensiones y absorción de energía, como en el tipo de deformación y los tipos de mecanismo de colapso que aparecen. A raíz de los resultados, se observa que la estructura empieza a tener un comportamiento homogeneizado desde $n=4$.

PALABRAS CLAVE: Fabricación aditiva, estructuras reticulares, absorción de energía, homogenización.

ABSTRACT

Additive manufacturing is a technique that generates significant interest in the research community and industry because it allows the creation of complex geometries, also known as metamaterials, with properties that enhance those of the bulk material for a specific application. Typically, these structures are composed of unit cells that periodically repeat in space (lattice structures), and these unit cells are made up of basic elements such as struts and nodes. Most research compares structures formed by repetition of n times of a unit cell to choose the unit cell capable of absorbing more energy. However, they do not analyse which number n ensures obtaining a homogenised response from the specimen. In this work, the influence of n is analysed, with $n=1$, $n=2$, $n=4$, $n=6$, for the BCC-type unit cell. Differences in behaviour are observed both at the macroscopic level of stresses and energy absorption and in the type of deformation and collapse mechanisms that occur. As a result of the findings, it is observed that the structure begins to exhibit homogenised behaviour from $n=4$.

KEYWORDS: Additive manufacturing, strut-based lattice, energy absorption, homogenization.

1. INTRODUCCIÓN

La fabricación aditiva es una técnica que genera un gran interés en la comunidad investigadora y en la industria debido a que permite crear geometrías complejas, también llamadas metamateriales, con propiedades que mejoran a las del material base para una cierta aplicación. Ejemplos de aplicación de los metamateriales los encontramos en el diseño de prótesis médicas con rigidez similar a la del hueso y cavidades que favorecen la osteointegración, o en el diseño de estructuras optimizadas para la absorción de energía frente a impactos. Conseguir estructuras con menor rigidez y que

permitan absorber, por unidad de masa, grandes cantidades de energía es esencial para mejorar la seguridad y obtener vehículos ligeros, tanto en el mundo civil como en el militar.

Normalmente, este tipo de estructuras están compuestas por celdas unidad que se repiten de forma periódica en el espacio (estructuras reticulares), y a su vez, estas celdas unidad están compuestas por elementos básicos como son los puntales (“struts”) y los nodos (“nodes”). En función de los parámetros de diseño de cada metamaterial, estos elementos básicos pueden tener dimensiones características del orden de cientos de micras o del orden de decenas de milímetro, y diferentes

orientaciones (0-90°) con respecto a la de impresión; dando lugar a una importante heterogeneidad en sus propiedades mecánicas [1].

Una parte importante de los estudios realizados sobre los metamateriales se centran en comparar estructuras con diferentes tipos de celda unidad con el fin de elegir aquella que es capaz de absorber más energía [2,3,4]. En estos tipos de redes reticulares, la celda unidad se repite n veces en cada una de las direcciones, habiendo estudios que obtienen resultados con valores muy diferentes de n . Llegados a este punto, surge la duda de saber qué número de veces n se tiene que repetir la celda unidad para obtener una respuesta homogeneizada de la probeta y, por lo tanto, poder asegurar que el comportamiento observado se va a repetir en la aplicación industrial que corresponda. Sin embargo, hasta donde los autores han podido comprobar, este análisis no aparece recogido en la literatura. En el presente trabajo, se pretende abordar dicho análisis realizando un estudio preliminar del comportamiento mecánico a compresión de estructuras reticulares con celda unidad tipo BCC y diferente número de repeticiones de la celda unidad $n=1, n=2, n=4, n=6$. El material empleado para fabricar las estructuras reticulares ha sido el Ti6Al4V.

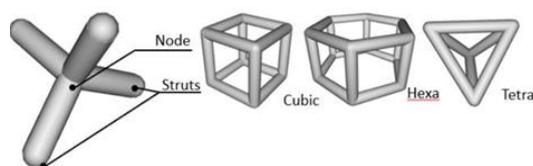


Figura 1. Ejemplo de celdas unidad que forman estructuras reticulares.

2. METODOLOGÍA EXPERIMENTAL

2.1. Material y fabricación

Las estructuras reticulares fueron fabricadas aditivamente mediante la técnica de fusión selectiva por láser (SLM por sus siglas en inglés), utilizando una máquina Aconity Mini. Los parámetros de impresión fueron los mismos para todas las piezas y se citan a continuación. La potencia del láser utilizada fue de 130W, con una velocidad de escaneo de 900 mm/s y una distancia entre pasadas de 0,08 mm. El grosor de capa se estableció en 30 μm .

La arquitectura de las diferentes piezas se basó en la celda unidad tipo BCC. Se fabricaron piezas con diferente número de repeticiones de dicha celda unidad en las tres direcciones del espacio ($n \times n \times n$). Más concretamente, se fabricaron cuatro tipos de probetas diferentes con $n=1, n=2, n=4, n=6$, con tres repeticiones para cada tipo de probeta. En todas las probetas, el diámetro de los puntales y el tamaño de la celda unidad se mantuvo constante. Durante la fase de diseño, se estableció un tamaño de celda unidad de 5.77 mm, teniendo los puntales una longitud de 5 mm y un diámetro de 1 mm. La figura 2 muestra en detalle la celda unitaria y un ejemplo de una de las estructuras reticulares para $n=2$.

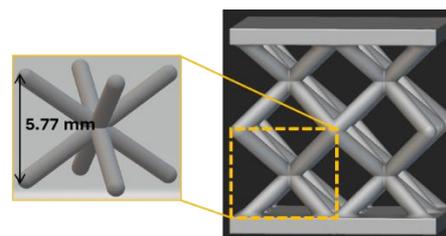


Figura 2. Celda unidad tipo BCC y modelo CAD de la estructura fabricada con $n=2$ repeticiones de la celda unidad.

Las dimensiones de cada muestra son directamente proporcionales al número de celdas unidad que contienen. El espesor de las bases se estableció en 1 mm para todos los casos. Es importante mencionar que la dirección de fabricación coincide con la perpendicular a las bases. Una vez terminado el proceso de fabricación aditiva, las probetas se sometieron a un tratamiento térmico con el fin de aliviar las tensiones residuales y eliminar la estructura martensítica α' , descomponiéndola en una microestructura $\alpha+\beta$ [5]. El tratamiento térmico aplicado consistió en exponer los especímenes a una temperatura de 800°C durante 4 horas con una atmósfera de argón.

Finalmente, se realizó un estudio de porosidad, además de medir y pesar cada una de las probetas fabricadas con el fin de obtener su densidad relativa final $\rho_{re} = \rho_{latt} / \rho_{bulk}$. El estudio de porosidad realizado sobre ocho puntales reveló una porosidad media del 0.24%. En cuanto a la densidad relativa real de cada probeta, estos valores aparecen recogidos en la Tabla 1.

Tabla 1. Densidades relativas de cada muestra

Probeta	Densidad relativa (-)
$n = 1$	0.071
	0.077
	0.112
$n = 2$	0.138
	0.140
	0.130
$n = 4$	0.153
	0.155
	0.155
$n = 6$	0.153
	0.157
	0.159

2.2. Ensayos experimentales

Las probetas se ensayaron a compresión en régimen cuasi-estático utilizando una máquina INSTRON servohidráulica. La velocidad de desplazamiento del pistón se calculó en función de la altura de cada probeta para conseguir una velocidad de deformación de $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ en todos los casos. Los ensayos mecánicos se grabaron con una cámara de vídeo para analizar la deformación de la probeta y los modos de fallo y colapso de cada una de las estructuras reticulares. Los datos de fuerza F

registrados por la célula de carga de la máquina y los desplazamientos relativos ΔL entre las bases de las estructuras reticulares, se utilizaron para calcular la curva tensión-deformación ingenieril (s - e) de acuerdo con las fórmulas:

$$s = \frac{F}{A_0} \quad (1)$$

$$e = \frac{\Delta L}{L_0}$$

donde A_0 es la sección inicial de la base de la probeta y L_0 la distancia inicial entre las bases.

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Los resultados de los tres ensayos realizados para cada tipo de estructura reticular fueron bastante repetitivos. Por este motivo, en la figura 3 se recogen directamente las curvas tensión-deformación ingenieril más representativas para cada tipo de estructura ensayada. Las curvas muestran tres regiones diferenciadas que se corresponden a diferentes etapas durante el proceso de deformación de la probeta. Al principio, las curvas muestran un comportamiento lineal que se corresponde con la respuesta elástica de la estructura. A continuación, los puntales de la misma empiezan a deformarse plásticamente y a sufrir deformación por pandeo, traduciéndose en la asíntota horizontal o zona de *plateau* que sigue inmediatamente a la respuesta lineal inicial. En esta segunda región, se pueden observar algunas caídas en los registros de la tensión como consecuencia del colapso y fallo de algunas vigas o nodos. Durante el avance de la deformación, diferentes zonas de la probeta que habían fallado o colapsado vuelven a entrar en contacto (ver Figura 4), dando lugar a la recuperación de capacidad de carga de la probeta. Cuando esta recuperación en la capacidad de carga de la estructura es muy pronunciada, se dice que la probeta ha densificado (ver parte final de las curvas tensión-deformación; especialmente en el caso $n=1$).

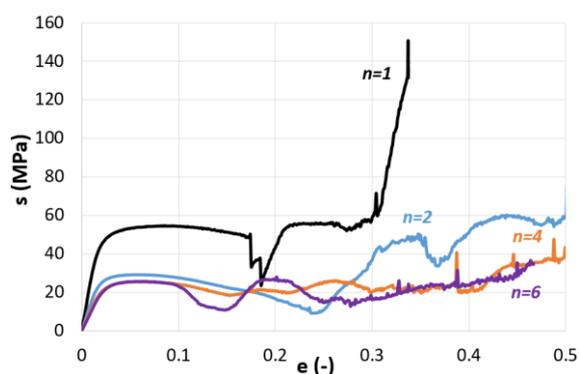


Figura 3. Curva tensión-deformación ingenieril de las probetas ensayadas

Como información adicional, el proceso de deformación y rotura de las estructuras se recoge en la figura 4. Se puede observar que el modo de colapso depende del número de repeticiones de la celda unidad. En el caso de $n=1$ y $n=2$, las vigas colapsan por pandeo en planos perpendiculares a la dirección de aplicación de la carga, mientras que en el caso de $n=4$ y $n=6$ la estructura colapsa plásticamente en un plano a 45° . Aparentemente, estas diferencias en el modo de colapso se traducen en una menor densificación en la curva tensión-deformación.

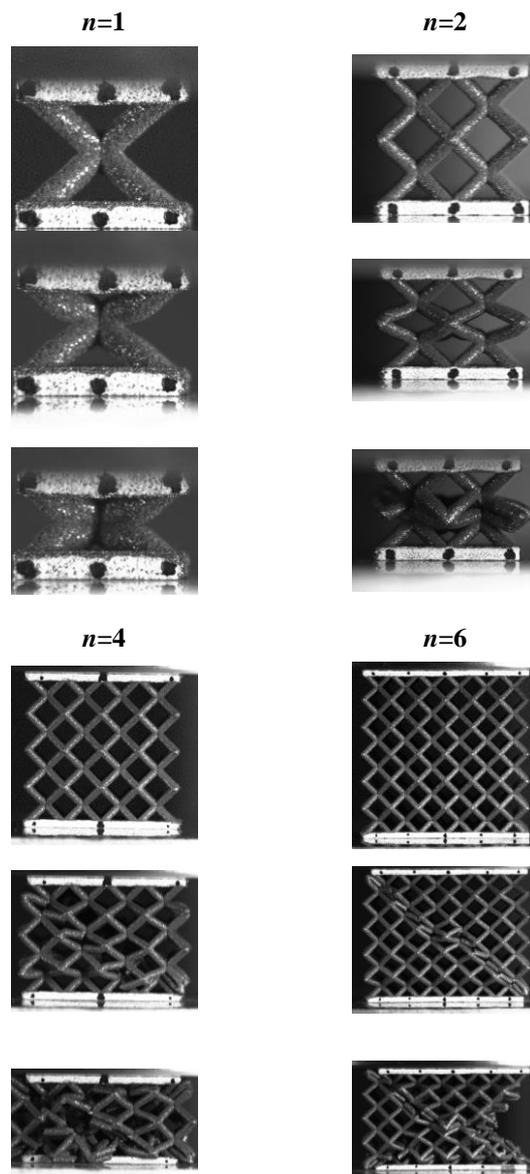


Figura 4. Proceso de deformación y rotura durante el ensayo. De arriba a abajo: antes de ensayar, a mitad del ensayo y al finalizar el ensayo.

Un análisis más detallado de la evolución de diferentes parámetros mecánicos frente al número n de repeticiones de las celdas unidad aparece recogido en las figuras 5, 6 y 7. Los gráficos muestran un mayor valor de la tensión máxima antes de densificación (UTS) y del módulo de elasticidad (E) para la estructura con $n = 1$; pero dichos valores tienden a estabilizarse rápidamente en torno a un valor constante para $n > 2$. En cuanto a la absorción de energía, se representó en la figura 7 la eficacia para la absorción de energía (EAE), un parámetro adimensional que se calcula de la forma [6]:

$$EAE = \frac{1}{\sigma(\epsilon_d)} \int_0^{\epsilon_d} \sigma d\epsilon \quad (2)$$

siendo ϵ_d la deformación a la que ocurre la densificación y que maximiza la ecuación (2).

La evolución del factor eficiencia de absorción de energía frente n muestra un peor rendimiento de la estructura $n=1$ y una mayor eficiencia en el caso $n=2$; y al igual que en los casos anteriores, la EAE tiende a un valor constante para $n=4$ y $n=6$.

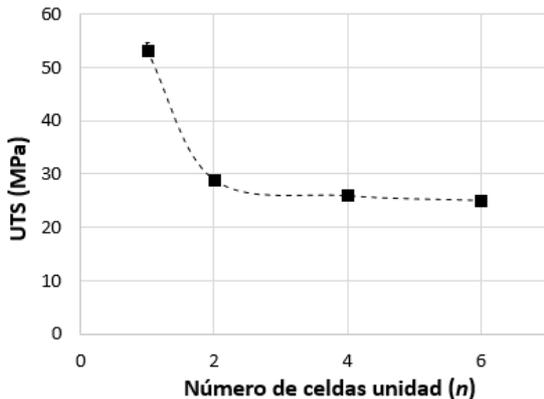


Figura 5. Variación de la tensión máxima antes de densificación frente al número de celdas unidad.

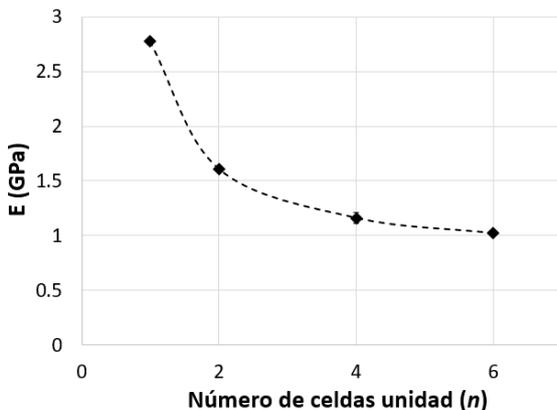


Figura 6. Variación del límite elástico a compresión frente al número de celdas unidad.

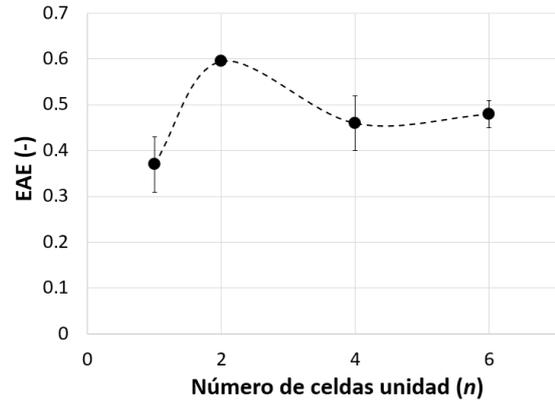


Figura 7. Variación de la eficiencia de absorción de energía frente al número de celdas unidad.

4. CONCLUSIONES

En este trabajo se hace un estudio preliminar de la influencia del número de veces que se repite una celda unidad, en este caso la celda unidad BCC, en la respuesta mecánica de las estructuras reticulares que forman. A partir de los datos presentados, se extraen las siguientes conclusiones.

- La curva tensión-deformación de la estructura reticular, y los valores mecánicos obtenidos a partir de ellas, se ve influenciada por el número de repeticiones de la celda unidad. La mayor diferencia de comportamiento se registra para $n=1$.
- El modo de colapso y fallo de las estructuras reticulares depende del número de repeticiones de la celda unidad. En el caso de $n=1$ y $n=2$, la estructura colapsa en planos perpendiculares a la aplicación de carga, mientras que en el caso de $n=4$ y $n=6$ se observa que el colapso ocurre en una banda a 45° .
- Los valores relacionados con comportamiento mecánico de la estructura reticular, como son la tensión máxima antes de densificación, el módulo elástico y la eficiencia de absorción de energía, tienden a estabilizarse en torno a un valor constante para $n = 4$ y $n=6$; pudiendo decir que la respuesta homogeneizada se consigue a partir de ese punto.

AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen el apoyo recibido para este trabajo bajo la subvención PID2020-116440RA-I00 financiada por MCIN/AEI/10.13039/501100011033.



REFERENCIAS

- [1] [5] Barba D, Alabort C, Tang YT, Viscasillas MJ, Reed RC, Alabort E. *On the size and orientation effect in additive manufactured Ti-6Al-4V*, Mater. Des. 186 (2020) 108235:1–20.
- [2] Jin, N., Wang, F., Wang, Y., Zhang, B., Cheng, H., & Zhang, H. *Failure and energy absorption characteristics of four lattice structures under dynamic loading*, Mater. Des. 169 (2019) 107655:1-11.
- [3] AlMahri, S., Santiago, R., Lee, D. W., Ramos, H., Alabdouli, H., Alteneiji, M., ... & Alves, M. *Evaluation of the dynamic response of triply periodic minimal surfaces subjected to high strain-rate compression*, Addit. Manuf. 46 (2021) 102220: 1-15.
- [4] Smith, M., Guan, Z., & Cantwell, W. J. *Finite element modelling of the compressive response of lattice structures manufactured using the selective laser melting technique*, Int. J. Mech. Sci. 67 (2013): 28-41.
- [5] Tao, P., Li, H. X., Huang, B. Y., Hu, Q. D., Gong, S. L., & Xu, Q. Y. *Tensile behavior of Ti-6Al-4V alloy fabricated by selective laser melting: Effects of microstructures and as-built surface quality*, China Foundry. 15 (2018): 243-252.
- [6] Harris, J. A., & McShane, G. J. *Impact response of metallic stacked origami cellular materials*, Int. J. Impact. 147 (2021) 103730: 1-19.

**UNCONVENTIONAL PEARLITIC PSEUDOCOLONIES AFFECTING MACRO-, MICRO- AND NANO-STRUCTURAL INTEGRITY OF COLD-DRAWN PEARLITIC STEEL WIRES:
*RESEMBLING VAN GOGH, BERNINI, MANTEGNA AND PICASSO***

Jesús Toribio

Fracture & Structural Integrity Research Group (FSIRG), University of Salamanca (USAL)
Campus Viriato, Avda. Requejo 33, 49022 Zamora, Spain
E-mail: toribio@usal.es

ABSTRACT

Prestressing steel wires are manufactured by cold drawing during which a preferential orientation is achieved in the matter of pearlitic colonies and lamellae. In addition to this general trend, special (unconventional) *pearlitic pseudocolonies* evolve during the heavy-drawing manufacture process, thus affecting the posterior *macro-, micro- and nano-structural integrity* of the material. This paper discusses the important role of such a special microstructural unit (*the pearlitic pseudocolony*) in the fracture process in air (inert) environment in the presence of crack-like defects, as in the case of environmentally assisted cracking (stress corrosion cracking by localized anodic dissolution) or hydrogen embrittlement. Results clearly demonstrate the key role of *pearlitic pseudocolonies* in promoting crack deflection (and mixed-mode propagation).

KEYWORDS: pearlitic steel; cold drawing; microstructural orientation; pearlite curling; pearlitic pseudocolonies; crack deflection.

RESUMEN

Los alambres de acero de pretensado se fabrican mediante trefilado progresivo durante el cual se logra una orientación preferencial en lo que se refiere a colonias y láminas perlíticas. Además de dicha tendencia general, *pseudocolonias perlíticas* especiales (no convencionales) evolucionan durante la fabricación mediante trefilado intenso, afectando de este modo a la posterior *integridad macro-, micro- and nano-estructural* del material. Este artículo discute el importante papel de dicha unidad microestructural especial (*la pseudocolonia perlítica*) en el proceso de fractura en ambiente inerte (aire) en presencia de defectos de tipo fisura, así como en el caso de fisuración asistida por el ambiente (fisuración por corrosión bajo tensión mediante disolución anódica localizada) o fragilización por hidrógeno. Los resultados demuestran claramente el papel clave de las *pseudocolonias perlíticas* en la promoción de la deflexión del camino de fisuración (y la propagación en modo mixto).

PALABRAS CLAVE: acero perlítico; trefilado; orientación microestructural; curvatura de la perlita; pseudocolonias perlíticas; deflexión del camino de fisuración.

1. INTRODUCTION

In cold drawn pearlitic steels for prestressed concrete, the manufacturing process by cold drawing generates an effect on material microstructure [1]. Apart from the general trends of microstructural evolution in drawn pearlite (progressive orientation of pearlitic colonies and lamellae in the wire axis or cold drawing direction and decrease of interlamellar spacing), special features appear during cold drawing, so that the new concept of *microstructural integrity* could be introduced [2].

Between the most relevant phenomena taking place during the cold drawing process, it is worth to mention the appearance of the so-called *pearlitic pseudocolony* [3] a special pearlitic colony in which, although the colony itself is almost fully oriented, the lamellae are not oriented along the wire axis or cold drawing direction, thereby producing an anomalous (extremely high) pearlitic interlamellar spacing. These features make the pseudocolony a weakest area or potential fracture initiation unit, i.e., a place able to produce fracture path deflection, as described by Toribio [3].

2. PEARLITIC PSEUDOCOLONIES AFFECTING MICRO- AND NANOSTRUCTURAL INTEGRITY OF COLD DRAWN PEARLITIC STEEL

Fig. 1 shows a typical slender pearlitic pseudocolony and Fig. 2 offers an enlarged view at high magnification, showing evidence of cementite lamellae that are not properly oriented following a direction parallel to the wire (drawing) axis (they remain transverse to the wire), curling of the otherwise plane cementite lamellae and *anomalous local interlamellar spacing* (extremely high when compared to the average bulk spacing), and even some evidence of local fracture of specific lamellae.

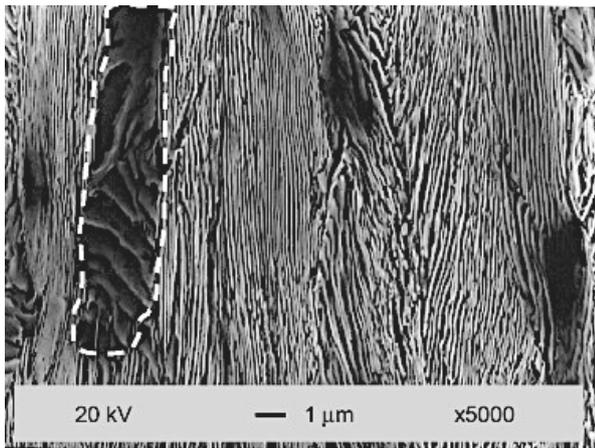


Fig. 1. *Pearlitic pseudocolony* in a heavily cold drawn pearlitic steel wire after six drawing steps (longitudinal section). The boundaries of the *pseudocolony* are marked in the micrograph through a white dashed line. The vertical side of the micrograph is parallel to the wire axis or cold drawing direction, while the horizontal side is associated with the radial direction of the wire.

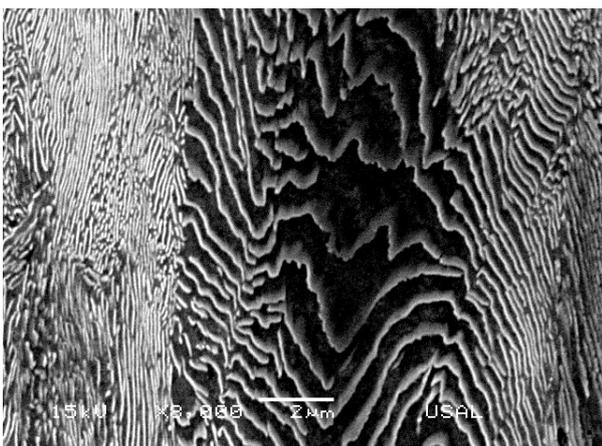


Fig. 2. Enlarged view (x8000 magnification) of a *pearlitic pseudocolony* in a heavily cold drawn pearlitic steel after six drawing steps (longitudinal section). The vertical side of the micrograph is parallel to the wire axis or cold drawing direction, while the horizontal side is associated with the radial direction of the wire.

3. PEARLITIC PSEUDOCOLONIES AFFECTING MACROSTRUCTURAL INTEGRITY OF COLD DRAWN PEARLITIC STEEL

The role of pearlitic pseudocolonies promoting *anisotropic fracture* and *crack path deflection* in heavily cold drawn pearlitic steel fractured in inert (air) and harsh environment (in particular hydrogen atmosphere) has been studied thoroughly by Toribio [4-7].

3.1. Role of pearlitic pseudocolonies promoting anisotropic fracture in air

As reported by Toribio [4-5], hot rolled and slightly cold drawn pearlitic steels behave isotropically, i.e., cracking develops in mode I following the initial plane of fatigue crack propagation (Fig. 3a), while heavily drawn steels exhibit a clearly anisotropic fracture behaviour in the form of crack deflection after the fatigue precrack (and some mode I propagation in certain cases) with a deviation angle of almost 90° from the initial crack plane and further propagation in a direction close to the initial one (Fig. 3b).

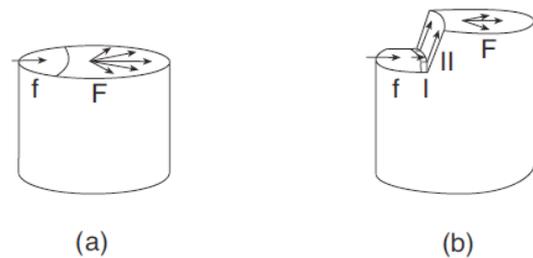


Fig. 3. Crack paths (propagation profiles) produced by axial fracture in air environment in steels with 0 (a) and 6 (b) cold-drawing steps; f: fatigue crack growth; I: mode I propagation; II: mixed mode propagation (90° propagation step in heavily drawn steels); F: final fracture.

Fig. 4 sketches the micromechanics of fracture in heavily cold drawn pearlitic steel. As explained above, the pseudocolonies represent weakest units promoting fracture, so that crack deflection appears when the macroscopic fracture path reaches a pseudocolony that itself fails by shear cracking of pearlite if not previously pre-cracked or pre-damaged as a consequence of the manufacture process by heavy cold drawing.

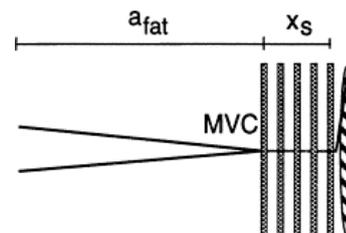


Fig. 4. Microstructure-based model of fracture in the case of heavily cold drawn pearlitic steel (on the basis of the pearlitic pseudocolony as the weakest fracture unit promoting crack deflection).

3.2. Role of pearlitic pseudocolonies promoting anisotropic fracture by hydrogen assisted cracking (HAC)

Toribio [5,6] studied the hydrogen assisted cracking (HAC) behaviour in cold drawn pearlitic steels. Fig. 5 summarizes the results in the matter of crack paths (propagation profiles), where a progressively anisotropic HAC behaviour (with increasing crack deflection) is observed.

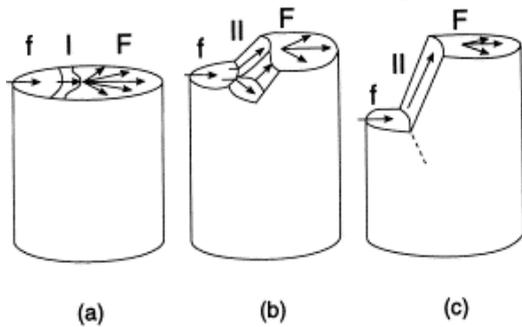


Fig. 5. Crack paths (propagation profiles) produced by hydrogen assisted cracking (HAC) in steels with 0 (a), 3 (b) and 6 (c) cold-drawing steps; f: fatigue crack growth; I: mode I propagation; II: mixed mode propagation (propagation step in heavily drawn steels); F: final fracture.

Fig. 6 sketches the micromechanics of HAC in the case of heavily cold drawn pearlitic steel. The lamellar structure of the steel (markedly oriented) produces anisotropy regarding fracture and hydrogen diffusion, so that hydrogen diffuses mainly in the direction of the plates and can weaken the bonds or interfaces between the ferrite and the cementite lamellae (which are the weakest links even before the hydrogen presence) thus contributing to the hydrogen-induced fracture by delamination or debonding.

Such a phenomenon of delamination (or debonding) takes place between two similar microstructural units, i.e., at the ferrite/cementite interface or at the pearlitic colony boundaries, as sketched in Fig. 6. Thus the micromechanism of HAC is hydrogen-enhanced decohesion (HEDE) in the cold drawn wire (strongly anisotropic).

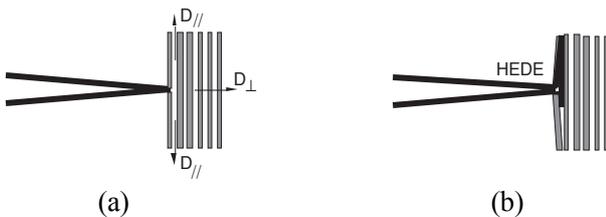


Fig. 6. Micromechanism of HAC: (a) hydrogen diffusion in longitudinal and transverse directions, (b) fracture by hydrogen enhanced delamination or debonding (HEDE).

3.3. Role of pearlitic pseudocolonies promoting anisotropic fracture by localized anodic dissolution (LAD)

Toribio [5,7] studied the localized anodic dissolution (LAD) behaviour in cold drawn pearlitic steels. Fig. 7 summarizes the results in the matter of crack paths (propagation profiles), where a progressively anisotropic LAD behaviour (with increasing crack deflection) is observed.

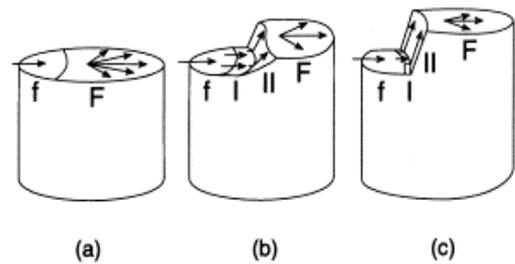


Fig. 7. Crack paths (propagation profiles) produced by localized anodic dissolution (LAD) in steels with 0 (a), 3 (b) and 6 (c) cold-drawing steps; f: fatigue crack growth; I: mode I propagation; II: mixed mode propagation (propagation step in heavily drawn steels); F: final fracture.

Fig. 8 sketches the micromechanics of LAD in the case of heavily cold drawn pearlitic steel. The crack changes its propagation direction after a certain subcritical crack growth by LAD in mode I because of the presence in the heavily drawn material of pearlitic pseudocolonies extremely slender, with anomalous (too large) local interlamellar spacing and even with pre-damage that makes them preferential fracture paths with minimum local resistance.



Fig. 8. Micromechanism of LAD by anodic dissolution of the fibers or plates (mode I crack growth) and posterior mechanical fracture of a slender pearlitic pseudocolony.

4. CONCLUSION

Results show the key role of the non-conventional pearlitic pseudocolonies (generated in the steel wires after manufacturing by heavy cold drawing) in promoting anisotropic fracture with the associated crack deflection (and thus mixed-mode propagation) in the most heavily cold drawn pearlitic steel wires. This happens in the particular cases of fracture in air, hydrogen assisted cracking (HAC) and localized anodic dissolution (LAD).

5. EPILOGUE 1. CURLING OF CEMENTITE LAMELLAE IN COLD DRAWN PEARLITE: RESEMBLING VAN GOGH AND BERNINI

Curling of pearlitic lamellae (see this phenomenon in the longitudinal section of Fig. 2) in heavily cold drawn pearlitic steels produces a curved structure that, from the geometrical perspective, can be analysed in two-dimensional (2D) section and, in general terms, according to the full three-dimensional (3D) viewpoint.

In a simple 2D geometrical analysis, such a curved arrangement resembles the appearance of the sky in the painting of Vincent van Gogh so that it could be called, in certain sense, *van Gogh sky* (VGS) or, more properly, *van Gogh texture* (VGT), and it is represented by the van Gogh painting of Fig. 9.

In a more advanced 3D geometrical analysis, curling of pearlite (ferrite/cementite) resembles the texture of Bernini sculpture, so that it could be called, in certain sense, *Bernini sculpture texture* (BST), and a superb example is the *Ecstasy of Saint Teresa* in the beautiful *Cornaro Chapel* in *Santa Maria della Vittoria* church in the wonderful city of Rome (Fig. 9).



Fig. 9. *Noon rest* by Vincent van Gogh and *Ecstasy of Saint Teresa* by Gian Lorenzo Bernini.

6. EPILOGUE 2. CRACK DEFLECTION IN COLD DRAWN PEARLITIC STEEL WIRES: RESEMBLING MANTEGNA AND PICASSO

Crack deflection in heavily cold drawn pearlitic steel (Figs. 3-8) takes place with an angle close to 90°, so that it resembles the change of angle in the beautiful painting *Dead Christ* by Andrea Mantegna (Fig. 10), so that the term *Mantegna's Dead Christ Perspective* (MDCP) could be coined.

The described painting contains a relevant and innovative change of point of view in the figure of the *Dead Christ* (rotated an angle of 90° from the traditional perspectives in classical painting) with the body axis of Jesus Christ thus being perpendicular to the canvas (*foreshortening perspective*).

The kinked crack path in heavily cold drawn pearlitic steel (Figs. 3-8) can also be associated with the kinked line and the change of viewpoint characteristic of the cubist painting by *Picasso* (Fig. 10), so that a new concept could be coined with regard to this point: the *Picasso painting perspective* (PPP).



Fig. 10. *Dead Christ* by Andrea Mantegna and *Three Musicians* by Pablo Picasso.

Scientific Acknowledgements

The approach between art and science developed in this paper is the result of the kind and warm support provided by prominent scientists in the field of fracture mechanics and structural integrity who organized relevant scientific conferences during which this sort of mixed (art & science) papers were presented, mostly in the form of Invited Keynote and Plenary Lectures.

The author warmly acknowledges Professors Petros Sofronis and Alberto Carpinteri (ICF 11, Torino, 2005); Dr. Giovanna Gabetta and Professor Gabriella Bolzon (NATO Workshop, Biskra, 2010); Professors Robert Goldstein, Valery Shlyannikov and Yury Matvienko (ECF19, Kazan, 2012); Professors Masahiro Endo and Ryuichiro Ebara (University of Fukuoka, 2013); Professor Yukitaka Murakami (HYDROGENIUS & I2CNER MEETING, Fukuoka, 2013); Professor Yury Matvienko (NT2F, Moscow, 2013), Professors Masao Sakane and Andrea Carpinteri (ICMFF 10; Kyoto, 2013); Professor Zhiliang Zhang (ECF20, Trondheim, 2014); Professors Francesco Iacoviello, Luca Susmel, Donato Firrao and Giuseppe Ferro (IGF24, Urbino, 2017); Professors Gabriella Bolzon and Hryhoriy Nykyforchyn (NATO Workshop, Lviv, 2017); Professor Ferri Aliabadi (FDM 2017, Florence, 2017); Doctors Pedro Moreira and Paulo Tavares (ICSI 2017, Madeira, 2017); Ms. Carrie K. Tsui (CCESG 2018, ICACAR 2018 & CMSME 2018, Bangkok, 2018); Professor Nao-Aki Noda (MSAM 2018, Kitakyushu, 2018); Professor Paulo Reis (PCF 2018; Covilhã, 2018); Ms. Emma Wang (ICEMA 2018 & ICSREE 2018, Zamora, 2018); Professor Francesco Iacoviello (IGF25, Cassino, 2018); Professor Magd Abdel Wahab (FFW 2018, Ghent, 2018); Ms. Nancy Huang (ICDMM 2018 & ICMESM 2018, Okinawa, 2018); Ms. Anita Mathews (Energy Meeting ICRNE, Las Vegas, 2018); Professor Ferri Aliabadi (FDM 2018, Sevilla, 2018); Ms. Emma Wang (ICEMA 2019 & ICSREE 2019, Beijing, 2019); Prof. Valery Kharchenko (MSAM 2019, Kiev, 2019); Professor Esteban Broitman (PCM 2019, Bangkok, 2019); Ms. Tammy Luo (ICDMM 2019 & ICMESM 2019, Salamanca, 2019); Doctors Pedro Moreira and Paulo Tavares (ICSI 2019, Madeira, 2019); Professor Gabriella Bolzon and Professor Hryhoriy Nykyforchyn (NATO Workshop, Lviv, 2019); Professors Francesco Iacoviello and Stavros Kourkoulis & Dr. Ermioni Pasiou (*Noni*) (MedFract1, Athens, 2020); Ms. Emma Wang (ICEMA 2020 & ICSREE 2020, Virtual, 2020); Professor Luis F Borrego (VIbCS11, Virtual, 2020); Professor Francesco Iacoviello (VECF1 & VESS1, Virtual, 2020), Professor Francesco Iacoviello (IGF26, Virtual, 2021), Doctors

Pedro Moreira and Paulo Tavares (ICSI 2021, Madeira, Virtual, 2021); Professors Francesco Iacoviello and Sabrina Vantadori (CP 2021, Virtual, 2021), Professor Hryhoriy Nykyforchyn (VDMDP1, Lviv, Virtual, 2021); Professor Francesco Iacoviello (MedFract2, Catania and Virtual, 2022); Professor Magd Abdel Wahab (FFW 2022, Ghent, Virtual, 2022), Professor Francesco Iacoviello (IGF27, Rome, 2023); Ms. Sasha Pan (ICEMA 2023, Nice, 2023), Ms. Lucy Tong & Ms. Nancy Wang (CMPSE 2023; Tokyo, Virtual, 2023), Professor Magd Abdel Wahab (FFW 2023, Ghent, 2023); Prof. Hryhoriy Nykyforchyn and Prof. Halyna Krechkovska (MSSE 2023, Lviv, Virtual, 2023), Ms. Carina Liu (PEEE 2023, Kuala Lumpur, 2023).

Personal Acknowledgements

The article was written during the month of February 2024. The author wishes to warmly dedicate it to his wife Lourdes Menárguez Palanca, to his daughter Ana Lym Toribio Menárguez and to his son Juan Sun Toribio Menárguez for the love, patience and support they have always provided and for very joyful moments between the rigorous scientific work.

In Memoriam

The paper is dedicated to the memory of two prominent scientists: Professors Keith Miller and Dominique Francois, masters and friends, whose enthusiastic and forward-looking action allowed the development of the European Structural Integrity Society (ESIS), formerly the European Group on Fracture (EGF), cf. Fig. 11. The paper is also dedicated to the memory of another two prominent scientists: Professors Paulo Lazzarin and Robert Goldstein, masters and friends, whose relevant scientific work contributed to the development of fracture mechanics and structural integrity in Italy and Russia respectively, cf. Fig. 11.

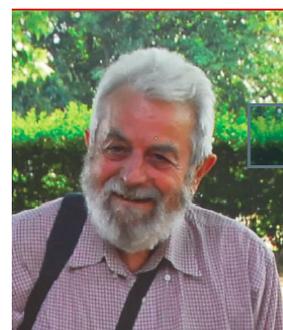




Fig. 11. Professors Keith Miller (UK), Dominique Francois (France), Paulo Lazzarin (Italy) and Robert Goldstein (Russia).

In addition, a final tribute is dedicated to another prominent scientist who passed away in 2023: Professor Volodymyr Panasyuk (Fig. 12), master and friend, whose enthusiastic and forward-looking action allowed the development of fracture mechanics and structural integrity in Ukraine, where he is respectfully considered as the *father of the science of fracture mechanics*.



Fig. 12. Professor Volodymyr Panasyuk (Ukraine).

REFERENCES

- [1] Toribio, J. Structural Integrity of Progressively Cold-Drawn Pearlitic Steels: *From Raffaello Sanzio to Vincent van Gogh*. Procedia Structural Integrity 3 (2017) 3-10.
- [2] Toribio, J. Towards a New Concept of Structural Integrity. Procedia Structural Integrity 26 (2020) 354-359.
- [3] Toribio, J. Identification of a New Microstructural Unit in Cold Drawn Pearlitic Steel: *The Pearlitic Pseudocolony*. Procedia Structural Integrity 26 (2020) 360-367.
- [4] Toribio, J. 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.
- [5] Toribio, J. 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.
- [6] Toribio, J. Hydrogen Effects on Progressively Cold-Drawn Pearlitic Steels: *Between Donatello and Michelangelo*. Procedia Structural Integrity 5 (2017) 1446-1453.
- [7] Toribio, J. Stress Corrosion Cracking of Progressively Cold-Drawn Pearlitic Steels: *From Tintoretto to Picasso*. Procedia Structural Integrity 5 (2017) 1439-1445.

Comportamiento dinámico de estructuras reticulares BCC de Ti6Al4V fabricadas por LPBF

A. Cardeña^{a,b*}, R. Sancho^a, F. Gálvez^a, D. Barba^b.

^a Departamento de Ciencia de Materiales, ETSI Caminos, Canales y Puertos, Universidad Politécnica de Madrid, C/ Pf. Aranguren, 28040 Madrid, Spain

^b Departamento de Materiales y Producción Aeroespacial, E.T.S de Ingeniería Aeronáutica y del Espacio, Universidad Politécnica de Madrid, Plaza Cardenal Cisneros, 3, 28040, Madrid, Spain.

* Persona de contacto: andrea.cdiaz@upm.es

RESUMEN

Este estudio se centra en el comportamiento dinámico de estructuras reticulares BCC de Ti6Al4V fabricadas mediante fusión selectiva de polvo por láser (LPBF), siendo ensayadas mediante la técnica de la barra Hopkinson a altas velocidades de deformación. A pesar de las limitaciones del LPBF, como la necesidad de optimización de parámetros, el estudio mantiene dichos parámetros de impresión fijos y optimizados previamente para centrarse en otras variables específicas como el diámetro de la viga de las redes y el posible efecto del tratamiento térmico en sus propiedades finales. La investigación revela una fuerte correlación entre el diámetro de la viga (o puntal) con la tenacidad y el modo de fractura. A mayores diámetros, más alta la tensión de rotura pero menor la deformación máxima. El modo de fractura es más dúctil para diámetros más pequeños, con una mayor densificación y una deformación más homogénea a lo largo de las piezas.

PALABRAS CLAVE: Fractura, Integridad estructural, Propiedades dinámicas, Manufactura aditiva, Ti6Al4V.

ABSTRACT

This study explores the dynamic behavior of Ti6Al4V BCC lattices manufactured by laser powder bed fusion (LPBF), using the Hopkinson bar technique at high strain rates. Despite LPBF's limitations, such as the need for parameter optimization, the study maintains fixed and optimized printing parameters to focus on variables like beam diameter and heat treatment effect. The research reveals a strong correlation between beam diameter with toughness, and fracture mode. Larger beam diameters result in higher mechanical strength but lower maximum strain. Dynamic testing shows greater energy absorption in lattices with larger beam diameters. Smaller diameters exhibit a more ductile fracture mode with uniform deformation and higher densification.

KEYWORDS: Fracture, Structural Integrity, Dynamic properties, Additive manufacturing, LPBF, Ti6Al4V.

1. INTRODUCCIÓN

La fabricación aditiva (AM) permite la concepción de geometrías complejas con baja densidad relativa, como las estructuras reticulares compuestas por puntales. Esto presenta importantes ventajas para la reducción del peso de los componentes y la personalización y optimización de estructuras complejas. Esta técnica es especialmente importante en comparación con los métodos de fabricación tradicionales debido a la mayor libertad de diseño y un menor consumo de material junto con menores tiempos de fabricación, ya que no requieren métodos de pre- o post-procesamiento. Las piezas “impresas” tienen una geometría muy cercana a la ideal (CAD) y, por lo tanto, se necesita un mínimo mecanizado como quitar soportes y perfeccionar el acabado superficial si es necesario [1,2].

Una de las técnicas más establecidas en la fabricación aditiva de metales es la fusión selectiva de polvo por láser (LPBF), también referida como SLM por sus siglas en

inglés. La técnica de SLM produce piezas metálicas de alta calidad fabricadas con aleaciones como aceros, aluminios y aleaciones de titanio, que comparan o incluso superan el rendimiento de las piezas fabricadas tradicionalmente debido a las microestructuras que se generan de este proceso [2,3]. Sin embargo, también es fundamental considerar los inconvenientes y actuales desafíos de esta técnica de impresión como es la importancia de la optimización de los parámetros de impresión para reducir la concentración de defectos, entre otros factores. Dichos defectos en las piezas dependen de muchas variables, como los parámetros del láser (potencia del láser, distancia de barrido, velocidad de escaneo, distancia focal, entre otros), la orientación de impresión y la arquitectura o geometría de las piezas. Dentro de esta libertad proporcionada por el gran número de variables ajustables también está la necesidad de analizarlas y controlarlas para minimizar los defectos de las piezas y conseguir el resultado deseado [4]. Las aleaciones de titanio se utilizan principalmente en los campos aeroespacial, biomédico y de producción de

energía por sus excelentes propiedades mecánicas en condiciones extremas como altas velocidades de deformación, temperaturas de hasta 400°C y muy buena resistencia a la corrosión [3,5]. Por otro lado, el alto costo del material afecta al costo total de los métodos de fabricación tradicionales donde se presentan ratios de consumo de material muy altos. La fabricación aditiva puede abordar esto reduciendo el gasto económico. Dentro de las aleaciones de titanio, Ti6Al4V es una de las más utilizadas e interesantes para la fabricación aditiva debido a su rendimiento mecánico excepcional, excelente resistencia a la corrosión y buena capacidad de impresión [6,7], lo que la hace perfecta para el sector aeroespacial y biomédico. En condiciones extremas, es muy importante comprender el efecto de la geometría y variables dentro de la estructura reticular (diámetro de la viga y tamaño de la celda unidad) en la resistencia a altas velocidades de deformación para mejorar la absorción de energía en futuras aplicaciones de protección contra impactos.

En este documento se estudian las propiedades dinámicas del Ti6Al4V fabricado por SLM y ensayado mediante la técnica de la barra Hopkinson. Las piezas estudiadas tienen una geometría basada en celdas unidad cúbicas centradas en el cuerpo (BCC). Se analizan dos diámetros diferentes de puntales dentro de la misma arquitectura para evaluar el comportamiento en función de la densidad relativa. También se realiza un tratamiento térmico estándar en la mitad de las muestras para analizar el efecto en su comportamiento mecánico.

2. MÉTODO EXPERIMENTAL

2.1. Material, geometría y método de fabricación

Las estructuras reticulares de Ti6Al4V fueron impresas mediante SLM utilizando una máquina Aconity Mini. Para poder hacer un estudio comparativo, los parámetros de impresión fueron los mismos para todas las piezas, de modo que el estudio pueda centrarse en el efecto del diámetro de las vigas y el tratamiento térmico en las propiedades mecánicas. El conjunto de parámetros utilizado en este estudio ya se ha optimizado en una etapa previa de estudio. La potencia del láser utilizada es de 130W, con una velocidad de escaneo de 900 mm/s y una distancia entre pasadas de 0,08 mm. El grosor de capa se estableció en 30 μm .

La arquitectura de las piezas es de tipo estructura reticular compuesta por puntales o vigas, conformada por celdas unidad tipo BCC. La figura 1 muestra en detalle la celda unitaria y el tamaño de las muestras con dos diámetros de puntales diferentes: 0,5 mm y 1,5 mm. La altura de la muestra (H) de 24 mm es paralela a la dirección de impresión y la base es de 18x18 mm en todos los casos, limitada por la sección de la barra Hopkinson de ensayo. Para estudiar la influencia del tratamiento térmico en la respuesta mecánica, solo la mitad de las muestras se sometieron a él. El tratamiento térmico aplicado consistió en exponer los especímenes a

una temperatura de 800°C durante 4 horas con una atmósfera de Ar. Dicho tratamiento tiene la función de aliviar las tensiones residuales y eliminar la microestructura martensítica. En este tratamiento térmico, la martensita α' se descompone en una microestructura $\alpha+\beta$. [8]

La tabla 1 recoge la información principal sobre el diseño de las piezas: las variables AB (según se imprimen), HT (tratadas térmicamente), el diámetro de la viga individual y la nomenclatura utilizada para designarlas.

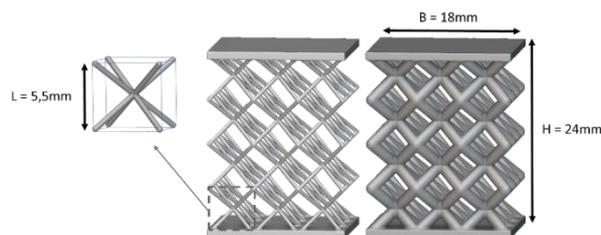


Figura 1. Celda unidad de tipo BCC y modelos CAD de las redes impresas. La pieza a la izquierda tiene un diámetro de 0,5mm y la de la derecha, de 1,5mm.

Tabla 1. Nomenclatura y variables de las piezas.

Sets	Diámetro de puntal (mm)	Tratamiento térmico (800°C 4h)	Densidad relativa (ρ/ρ_{bulk})
1-AB	0,5	No	0,08
2-AB	1,5	No	0,3
1-HT	0,5	Sí	0,08
2-HT	1,5	Sí	0,3

2.2. Ensayos mecánicos

Las piezas se sometieron a ensayos dinámicos utilizando la técnica de la barra Hopkinson para evaluar sus propiedades bajo altas velocidades de deformación. En este estudio, todas las piezas se han ensayado a temperatura ambiente a una velocidad de deformación de 600 s^{-1} y los ensayos fueron registrados por una cámara de alta velocidad Phantom Veo 710, a 100k FPS con una resolución de 256x168. También se llevaron a cabo ensayos cuasiestáticos de compresión a 10^{-3} s^{-1} como referencia para analizar posteriormente los efectos dinámicos.

El sistema de ensayo dinámico conocido como Split Hopkinson Bar se basa en la teoría de propagación de ondas elásticas uniaxiales, a partir de la cuales es posible extraer la curva de tensión-deformación del material. El sistema está compuesto por dos barras (en este caso de diferentes materiales), siendo la barra de entrada de acero maraging y la barra de salida de Al7075 para tener una mayor resolución en la señal transmitida. Ambas barras tienen una longitud de 4 m y un diámetro de 25,4 mm.

Las ondas elásticas fueron medidas por dos parejas de bandas extensiométricas, instrumentadas siguiendo una configuración de puente de Wheatstone tanto para la barra de entrada como para la de salida. Dichas bandas están ubicadas a 200 cm y 50 cm desde la interfaz barra-probeta respectivamente, para evitar superposición de ondas.

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

La figura 2 muestra un ejemplo de una curva extraída directamente del ensayo de impacto en gris. En todas las curvas, es común observar una región inicial de mayores oscilaciones junto con el ruido de la propia señal. Dado que no se encontraron fracturas visibles en las grabaciones durante la región inicial de las curvas, los autores han asumido que estas oscilaciones iniciales corresponden con las sucesivas reflexiones y transmisiones de las ondas a lo largo de la estructura debido a la variación de impedancia. Debido a estas dos regiones diferentes en términos de nivel de ruido, las curvas se han interpolado de manera diferente, con un rango de interpolación mayor dentro de la región de oscilaciones iniciales y un rango menor en el resto de la curva. Se llevó a cabo una selección cuidadosa de los parámetros de interpolación para ambas regiones con el fin de eliminar el ruido sin perder información, como se puede ver en negro.

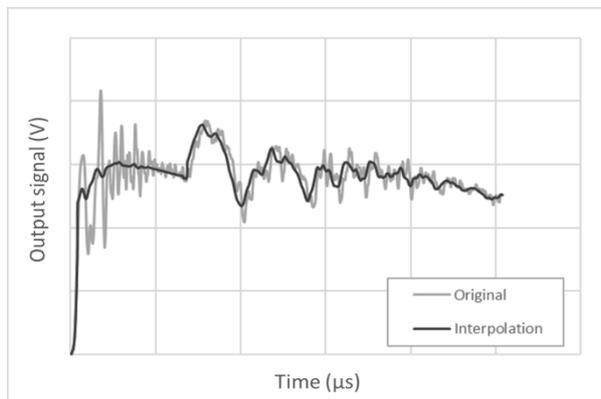


Figura 2. Comparación entre la curva original (gris) y la interpolada (negro).

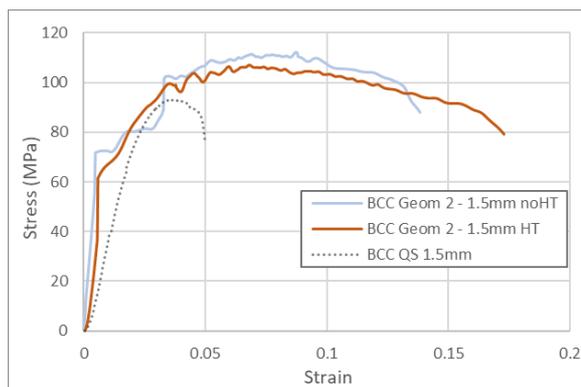
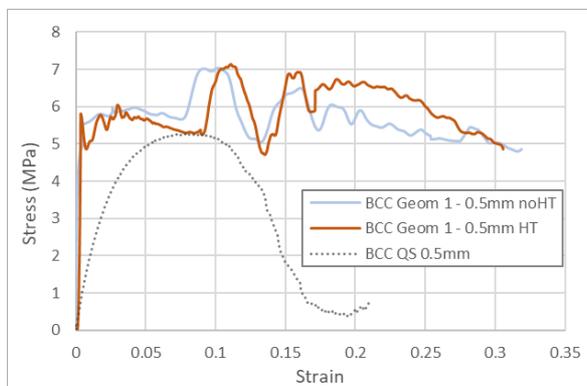


Figura 3. Curvas tensión – deformación cuasiestáticas (punteado) y dinámicas (azul y marrón) de las redes BCC con el mismo diámetro de viga individual.

La Figura 3 muestra las curvas dinámicas de tensión-deformación para ambos grupos de muestras (diferente diámetro), tanto con tratamiento térmico como sin él, junto con la respuesta cuasiestática, esta última sin tratamiento térmico.

Este análisis preliminar muestra que no hay una influencia significativa del tratamiento térmico en el comportamiento dinámico. Sin embargo, es notable que el régimen plástico comienza a una tensión ligeramente menor en las piezas tratadas térmicamente. La deformación máxima no se ve afectada en el caso de la geometría 1. Sin embargo, en la geometría 2, es mayor para las muestras tratadas térmicamente. En comparación con la respuesta cuasiestática, el comportamiento dinámico muestra un gran aumento en la deformación máxima y en la tenacidad, especialmente en la geometría 2.

En la Figura 4, se muestran los modos de fractura para ambos grupos. En todos los casos, el fallo estructural ocurre en los nodos, lo que indica una mayor concentración de tensión en estas áreas, independientemente de la densidad relativa.

La geometría 1 muestra menos densificación después del ensayo cuasiestático, con una fractura claramente a 45°. La deformación y la fractura son claramente heterogéneas, limitadas a una banda central de 45°.

En el modo de fractura dinámica, la deformación está más distribuida a lo largo de todos los puntales, pero el ángulo de 45° sigue siendo visible. Esto concuerda con el comportamiento macroscópico observado en la Figura 3, donde la muestra en estado dinámico llega a una mayor deformación máxima y mayor absorción de energía que en el caso cuasiestático.

En el caso de las muestras con puntales de diámetro 1,5 mm (geometría 2), la deformación total es mucho menor que para las muestras con puntales más pequeños. Además, el ángulo de fractura de 45° es muy claro para las muestras de mayor diámetro en ambos tipos de ensayo, tanto estáticos como dinámicos, mostrando un comportamiento mucho menos dúctil. Este ángulo de fractura corresponde al máximo esfuerzo cortante

aplicado cuando se carga la pieza, acorde con la literatura [11].

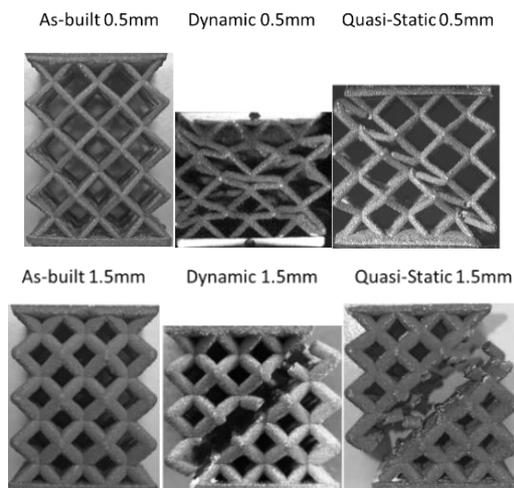


Figura 4. Perfiles de fractura en el caso de ambas geometrías. De izquierda a derecha: antes de ensayar, ensayo dinámico y ensayo cuasiestático.

4. CONCLUSIONES Y TRABAJO FUTURO

En este estudio, se analiza el efecto del tamaño de los puntales individuales o vigas de las redes teniendo en cuenta en todo caso el mismo tipo de arquitectura (BCC) para Ti6Al4V impreso por SLM. También se lleva a cabo un tratamiento térmico estándar para alivio de tensiones, sin cambios notables en el rendimiento mecánico de las piezas.

El diámetro de las vigas juega un papel importante en la variación de la densidad relativa de las muestras y, por lo tanto, en el rendimiento mecánico. Se observa una mejora significativa en las muestras con un diámetro de puntal de 1,5 mm en comparación con las de 0,5 mm. La tensión máxima cae de 110 MPa a menos de 7 MPa, respectivamente.

Sin embargo, la deformación máxima de las muestras con puntales de menor diámetro es el doble del valor de las muestras con puntales de mayor diámetro. En comparación con los ensayos cuasiestáticos, las curvas dinámicas muestran una mayor deformación máxima y absorción de energía, especialmente en el caso de las redes con un diámetro de 1,5 mm. Respecto al modo de fractura, la geometría 2 (1,5mm) también muestra un comportamiento menos dúctil con una deformación más localizada, haciendo visible claramente una banda central de 45° tanto en el comportamiento estático como dinámico. La geometría 1 (0,5 mm) muestra una deformación más distribuida en el caso dinámico, alcanzando una mayor densificación en comparación con el caso estático. En todos los casos, se observa una

banda de 45°, especialmente después de los ensayos estáticos.

En el futuro, se estudiarán diferentes tratamientos térmicos, geometrías y tamaños de puntales, junto con diferentes parámetros y orientaciones de impresión para ampliar la ventana de análisis y estudiar la relación entre todas estas variables y las propiedades mecánicas de redes impresas mediante SLM de Ti6Al4V.

AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen el apoyo recibido para este trabajo bajo la subvención PID2020-116440RA-I00 financiada por MCIN/AEI/10.13039/501100011033.



REFERENCIAS

- [1] Hung Dang Nguyen et al. (2022) Journal of materials research and technology 18, 4641-4661.
- [2] Shunyu Liu, Yung C. Shin (2019) Materials and Design 164, 107552.
- [3] D. Herzog et al. (2016) Acta Materialia 117, 371-392.
- [4] D. Barba et al. (2020) Materials and Design 186, 108235.
- [5] Shijie Chang et al. (2023) Metals 2023, 13, 163.
- [6] B. Dutta, F.H. Froes (2017) Metal Powder Report 72, 2.
- [7] H. Shipley et al. (2018) International Journal of Machine Tools and Manufacture 128, 1-20.
- [8] Pan Tao et al. (2018) Research & Development 15, No.4. 1672-6421(2018)04-243-10
- [9] H. Kolsky (1949) Proceedings of the Physical Society. Section B, 62, 676-700.
- [10] M. Isakov et al. (2015) Eur. Phys. J. Special Topics 225, 231-242.
- [11] Jiang Bi et al. (2022) Journal of materials research and technology 19, 391-403.

CARACTERIZACIÓN A FRACTURA DE LOS ACERO ESTRUCTURALES S355J2 Y S460M MEDIANTE EL USO DE PROBETAS MINI-C(T)

M. Sánchez^{1*}, S. Cicero¹, B. Arroyo¹

¹ Universidad de Cantabria, LADICIM (Laboratorio de Ciencia de Materiales e Ingeniería), Spain

* Persona de contacto: sanchezmam@unican.es

RESUMEN

Las probetas miniaturizadas, como las mini-C(T), son una alternativa sólida a la hora de caracterizar el comportamiento a fractura de materiales estructurales. Son especialmente útiles cuando existen restricciones relacionadas con la cantidad de material disponible, problemas de irradiación o heterogeneidades del material, entre otras posibles dificultades. Además, en aceros ferríticos-perlíticos, la caracterización a fractura es de particular interés dentro de la región de transición dúctil-frágil, realizándose a menudo a través de la definición de la Temperatura de Referencia (T_0) y la metodología de la Master Curve (MC). En este contexto, el uso de probetas mini-C(T) ha sido validado en numerosos aceros utilizados en la industria nuclear, pero su aplicación en otros tipos de aceros ferríticos-perlíticos es muy limitada. Con todo ello, este trabajo proporciona una visión general de los resultados de caracterización a fractura (T_0) en los aceros estructurales S355J2 y S460M, obtenidos mediante el uso de probetas convencionales estandarizadas (1T-C(T) y 0.6T-SE(B)) y probetas mini-C(T). Aquí se muestra cómo, para estos aceros estructurales en particular, el uso de probetas miniaturizadas proporciona estimaciones de T_0 que son comparables a los valores obtenidos con probetas convencionales de mayor tamaño.

PALABRAS CLAVE: Mini-C(T); Región Transición Dúctil Frágil; Temperatura de Referencia; Master Curve; Aceros Estructurales.

ABSTRACT

Miniaturized specimens, such as the mini-C(T), are a robust alternative for characterizing the fracture behavior of structural materials. They are particularly useful when there are constraints related to the amount of available material, irradiation issues, or material heterogeneities, among other possible concerns. Moreover, in ferritic-pearlitic steels, fracture characterization is of particular interest within the ductile-to-brittle transition region, and it is often conducted through the definition of the Reference Temperature (T_0) and the Master Curve (MC) methodology. The use of mini-C(T) test samples has been validated in various steels used in the nuclear industry, but its application in other types of ferritic-pearlitic steels is very limited. In this context, this work provides an overview of the fracture characterization results (T_0) in the structural steels S355J2 and S460M, obtained using conventional standardized specimens (1T-C(T) and 0.6T-SE(B)) and mini-C(T) test samples. It is demonstrated how, for these particular structural steels, the use of miniaturized specimens provides T_0 estimations that are comparable to values obtained with larger conventional specimens.

KEYWORDS: Mini-C(T); Ductile-to-Brittle Transition Region; Reference Temperature; Master Curve; Structural Steels

1. INTRODUCCIÓN

La Master Curve es actualmente una de las herramientas más ampliamente utilizadas para proporcionar una caracterización completa del comportamiento a fractura de la región de transición dúctil-frágil de los aceros ferríticos. La Master Curve permite, mediante el ensayo de pocas probetas (generalmente de 6 a 12), obtener la temperatura de referencia (T_0), que corresponde a la temperatura en la cual la mediana de la tenacidad a la fractura, $K_{Jc(\text{med})}$, para probetas 1T (25.4 mm) de espesor, es igual a $100 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ [1,2]. Típicamente, T_0 se determina utilizando probetas de fractura de gran tamaño (por ejemplo, SE(B) o C(T)), o en su defecto probetas

Charpy pre-agrietados. Dicho esto, el enfoque de la Master Curve no establece ningún espesor específico de probeta, permitiendo así la implementación de probetas miniaturizadas. Un ejemplo serían las probetas C(T) de espesor 0.16T (o probetas mini-C(T)) (e.g., [3–5]), cuyas dimensiones típicas son $10 \times 9.6 \times 4 \text{ mm}^3$, y que pueden obtenerse por ejemplo a partir de mitades ya ensayadas de probetas Charpy. De esta manera, a partir de la mitad de una probeta Charpy fracturada, se pueden llegar mecanizar hasta 4 probetas mini-C(T). Los resultados de T_0 determinados a través de probetas mini-C(T) ya han sido ampliamente validados en aceros nucleares tanto en condiciones irradiadas como no irradiadas, sin embargo, su aplicación en aceros estructurales es limitada.

En este contexto, este trabajo pretende comparar los valores de T_0 obtenidos utilizando probetas convencionales (tanto C(T) como SE(B)), con los resultados obtenidos mediante probetas mini-C(T). El análisis se realiza con los aceros estructurales S355J2 y S460M, ampliamente utilizados en aplicaciones de ingeniería civil. El objetivo es determinar si la precisión de los resultados obtenidos a través de probetas mini-C(T) es (al menos) tan buena como los obtenidos en acero de grado nuclear.

2. MATERIALES Y MÉTODOS

El acero S355J2 fue suministrado en forma de chapa laminada de 25 mm de espesor, mientras que el acero S460M se suministró en chapa laminada de 15 mm de espesor. Por este motivo la caracterización a fractura de la región de transición se realizó mediante probetas convencionales 1T-C(T) en el caso del acero S355J2, y 0.6T-SE(B) en el caso del S460M. Las tablas 1 y 2 recogen las composiciones químicas de los aceros S355J2 y S460M, respectivamente. La Tabla 3 presenta las propiedades a tracción a temperatura ambiente y las temperaturas de referencia (T_0) obtenidas con probetas convencionales para ambos aceros.

Tabla 1. Composición química del acero S355J2 (wt. %).

C	Si	P	S	Cr	Mn
0.200	0.320	0.012	0.008	0.050	1.390
Ni	Cu	Mo	V	Al	Ti
0.090	0.060	0.120	0.020	0.014	0.022

Tabla 2. Composición química del acero S460M (wt. %).

C	Si	P	S	Cr	Mn
0.120	0.450	0.012	0.001	0.062	1.490
Ni	Cu	V	Nb	Al	Ti
0.016	0.011	0.066	0.036	0.048	0.003

Tabla 3. Propiedades mecánicas de los aceros estudiados a temperatura ambiente (TA).

Material	$\sigma_{y,TA}$ (MPa)	$\sigma_{u,TA}$ (MPa)	$\epsilon_{max,TA}$ (%)	T_0 (°C)	Tipo probeta
S355J2 [6]	376	558	15	-133	1T-C(T)
S460M [7]	473	595	30.0	-92	0.6T-SE(B)

La caracterización de la región de transición dúctil-frágil mediante probetas convencionales se realizó en trabajos anteriores [6] para el S355J2 y [7] para el S460M, de acuerdo a la normativa ASTM E1921 [1]. Aquí basta con señalar que para el acero S355J2 se realizaron un total 13 ensayos, a tres temperaturas diferentes (-100, -120 y -150 °C), resultando una T_0 de -133 °C. Por otro lado, para el

acero S460M, se llevaron a cabo 14 ensayos, de nuevo a tres temperaturas diferentes (-100, -120, -140 °C), calculando una T_0 de -92 °C.

Este trabajo se centra en la caracterización a fractura empleando el método de la Master Curve junto con probetas mini-C(T), siguiendo nuevamente las indicaciones de la ASTM E1921 [1]. El procedimiento de la Master Curve requiere de un único parámetro del material, K_0 (el parámetro de escala), para ser definido. Además, K_0 solo depende de la temperatura de referencia del material (T_0), que como ya se explicó anteriormente, representa la temperatura a la cual la mediana de la tenacidad a fractura ($K_{Jc,med}$), en probetas de espesor 1T (25.4 mm), es 100 MPa√m. Una vez definida la T_0 para el material a analizar, la Master Curve se puede calcular para cualquier probabilidad de fallo (P_f) utilizando la ecuación:

$$K_{Jc,Pf} = 20 + \left[\ln \left(\frac{1}{1-P_f} \right) \right]^{1/4} \cdot \{11 + 77 \cdot \exp[0.019 \cdot (T - T_0)]\} \quad (1)$$

Además, cuando T_0 se calcula mediante ensayos con probetas de un espesor distinto a 1T (25.4 mm), la Master Curve propone una corrección para convertir el valor real de K_{Jc} en el equivalente $K_{Jc(1T)}$ correspondiente. Para ello se utiliza la siguiente ecuación (siendo B el espesor real de la probeta ensayada):

$$K_{Jc(1T)} = 20 + [K_{Jc} - 20] \left(\frac{B}{25.4} \right)^{1/4} \quad (2)$$

Las probetas mini-C(T) de este trabajo fueron extraídas de los remanentes de las probetas de fractura convencionales ensayadas (i.e., 1T-C(T) y 0.6T-SE(B)). Para ambos aceros se obtuvieron un total de 19 probetas mini-C(T), que fueron fabricadas siguiendo la geometría mostrada en la Figura 1. Es importante tener en cuenta que las probetas mini-C(T) siguen la misma orientación que las probetas de gran tamaño (i.e., T-L) y que además el material empleado no ha sufrido ningún tipo de plastificación proveniente de los ensayos originales.

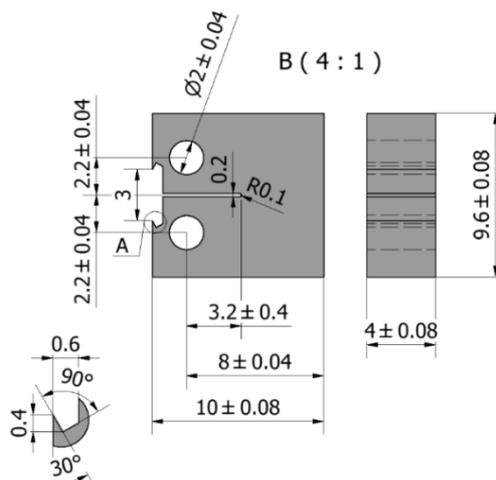


Figura 1. Dimensiones (mm) de las probetas mini-C(T) empleadas.

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Las tablas 4 y 5 recogen los resultados de $K_{Jc,0.16T}$ obtenidos en los diferentes ensayos realizados con probetas mini-C(T) (4 mm de espesor, 0.16T)) para los aceros S355J2 y S460M, respectivamente. En las mismas tablas se añaden los principales datos necesarios para realizar el análisis de la Master Curve, incluyendo la conversión de resultados de 0.16T a valores equivalentes de 1T ($K_{Jc,1T}$) y la medición de las longitudes iniciales de la fisura (a_0). Además, la tabla recopila los valores correspondientes de K_{Jc} límite ($K_{Jc,limit}$) establecidos por la ASTM E1921 [1] (ver ecuación (3)) utilizados para la censura de datos. Los valores de δ_i se refieren a la condición censurada/no censurada del resultado de la prueba, con $\delta_i=1$ para resultados no censurados y $\delta_i=0$ para los censurados.

$$K_{Jc,limit} = \left(\frac{E \cdot b_0 \cdot \sigma_y}{30 \cdot (1 - \nu^2)} \right)^{1/2} \quad (3)$$

Donde b_0 es el ligamento remanente y ν es el coeficiente de Poisson. Es importante destacar que en el caso del S355J2, 16 ensayos fueron válidos, ya que 2 probetas tenían un valor de a/W ligeramente superior a 0.55 (límite de la norma) y otra se encontraba fuera del rango de temperaturas establecido por la ASTM E1921 ($T_0 \pm 50^\circ\text{C}$) [1]. El acero S460M presenta únicamente 6 ensayos válidos debido a que la gran mayoría presentaban un valor $a/W > 0.55$.

Tabla 4. Resultados de fractura usados para el análisis de la Curva Maestra para el S355J2. Valores de K_{Jc} en $\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$.

Code	T (°C)	$K_{Jc,0.16T}$	$K_{Jc,limit}$	a_0 (mm)	δ_i	$K_{Jc,1T}$
02	-145	68.3	122.0	4.31	1	50.4
03	-155	66.6	127.1	4.27	1	49.4
05	-120	112.8	112.8	4.38	0	78.5
06	-130	115.2	115.2	4.40	0	80.0
07	-145	75.8	118.2	4.53	1	55.2
08	-145	56.5	124.3	4.17	1	43.0
09	-135	118.9	118.9	4.26	0	82.3
10	-145	98.4	121.6	4.33	1	69.4
11	-145	117.1	126.5	4.03	1	81.2
13	-145	107.4	120.4	4.40	1	75.0
14	-165	81.4	136.7	4.05	1	58.7
15	-145	64.0	120.9	4.37	1	47.7
16	-140	70.8	118.5	4.40	1	52.0
17	-140	108.4	118.7	4.39	1	75.7
18	-140	81.1	120.6	4.27	1	58.5
19	-155	83.9	129.1	4.16	1	60.2
20	-140	74.9	120.7	4.27	1	54.6
21	-140	81.2	115.9	4.56	1	58.5
22	-135	78.7	117.0	4.38	1	57.0

Tabla 5. Resultados de fractura usados para el análisis de la Curva Maestra para el S460M. Valores de K_{Jc} en $\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$.

Code	T (°C)	$K_{Jc,0.16T}$	$K_{Jc,limit}$	a_0 (mm)	δ_i	$K_{Jc,1T}$
01	-100	269.0	127.1	4.54	0	84.4
02	-120	151.2	138.3	4.19	0	94.5
03	-130	224.7	134.5	4.55	0	92.1
04	-135	186.9	136.3	4.53	0	93.3
05	-145	99.3	142.2	4.40	1	70.0
06	-145	45.8	143.9	4.31	1	36.3
08	-140	166.4	137.7	4.54	0	94.1
09	-145	171.0	143.9	4.31	0	98.0
10	-150	100.9	141.9	4.51	1	70.9
11	-150	122.2	136.1	4.78	1	84.4
12	-155	95.2	139.6	4.71	1	67.4
13	-155	92.4	143.1	4.54	1	65.6
14	-155	47.1	143.7	4.51	1	37.1
15	-150	81.4	139.2	4.63	1	58.7
16	-150	70.1	143.2	4.44	1	51.5
17	-150	91.3	146.0	4.30	1	64.9
18	-150	76.6	140.0	4.60	1	55.6
19	-150	103.4	141.2	4.54	1	72.5
20	-150	104.0	137.8	4.70	1	72.9

T_0 fue finalmente determinado siguiendo la metodología multi temperatura definida en [1]. En este sentido, la T_0 para el acero S533J2 fue de $-105^\circ\text{C} \pm 6.9^\circ\text{C}$. Sin embargo, para el caso del S460M, debido al alto número de datos descartados, se determinó un T_{0Q} de $-123^\circ\text{C} \pm 10.2^\circ\text{C}$ (T_{0Q} indica que la temperatura de referencia obtenida no cualifica como T_0 según ASTM E1921). Si comparamos estos valores con los T_0 obtenidos con probetas convencionales (mostrados en la Tabla 3), el acero S355J2 presenta una diferencia de $+27.5^\circ\text{C}$, mientras que el acero S460M tiene una diferencia de -30.4°C .

La literatura muestra cómo las probetas mini-C(T) obtenidas con acero nuclear presentan desviaciones de T_0 en el rango de $\pm 30^\circ\text{C}$ al compararlos con los valores de T_0 obtenidos con probetas convencionales [8]. En este sentido, los T_0 obtenidos con los aceros S355J2 y S460M se encuentran cerca de estos límites máximos. Las figuras 2 y 3 muestran el resultado de los análisis Master Curve, junto con los resultados experimentales individuales, para los aceros S355J2 y el S460M, respectivamente. Las ecuaciones de las diferentes curvas (5%, 50% y 95%) se derivan de la ecuación (1). Puede observarse cómo la metodología de la Master Curve proporciona en ambos casos un buen ajuste de los resultados experimentales.

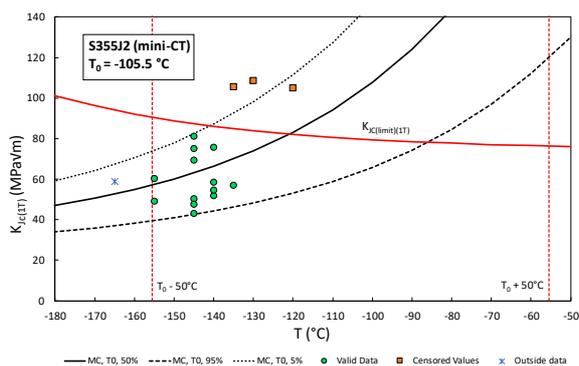


Figura 2. Análisis Master Curve con probetas mini-C(T) para el acero S355J2.

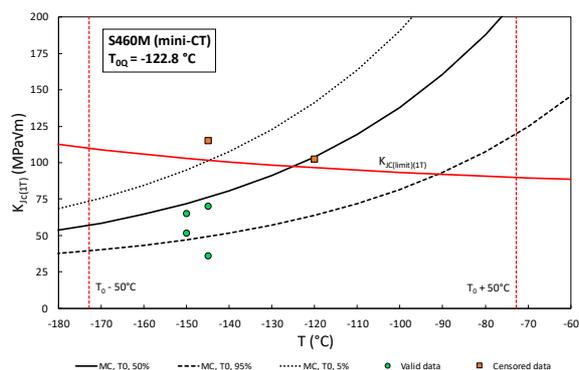


Figura 3. Análisis Master Curve con probetas mini-C(T) para el acero S460M.

Finalmente, las superficies de fractura de las probetas mini-C(T) fueron analizadas mediante microscopía electrónica de barrido (SEM). El objetivo era verificar que las premisas básicas del enfoque de la Master Curve se cumplían también en probetas mini-C(T): en primer lugar, que la fractura es causada por micromecanismos de clivaje siguiendo la teoría del eslabón más débil, implicando, entre otras cosas, que existe un solo punto de iniciación; en segundo lugar, que el punto de iniciación se encuentre alrededor de la mitad del espesor de la probeta, donde las condiciones de confinamiento son máximas (i.e., alta triaxialidad). Las Figuras 4 y 5 muestran un ejemplo de las superficies de fractura observadas en las probetas mini-C(T) para los aceros S355J2 y el S460M. En ellas se puede observar un solo punto de iniciación relativamente centrado. Este patrón se observó en todas las probetas sometidas al análisis fractográfico.

4. CONCLUSIONES

Este trabajo analiza la aplicación de la metodología de la Master Curve para la caracterización a fractura de los aceros estructurales de resistencia media S355J2 y S460M utilizando probetas mini-C(T) (0.16T o 4 mm de espesor). El programa experimental desarrollado con probetas mini-C(T) proporcionó un valor de T_0 de -105 °C para el S355J2 y un T_{0Q} de -123 °C en el caso del S460M. Estos resultados presentan una desviación

razonable con el valor de T_0 derivado de probetas convencionales (25 y 15 mm de espesor), indicando el potencial de esta geometría de probetas para caracterizar T_0 en aceros estructurales.

Finalmente, se ha observado que los micromecanismos de fractura observados en las probetas mini-C(T) analizados están en consonancia con los supuestos de la Master Curve.

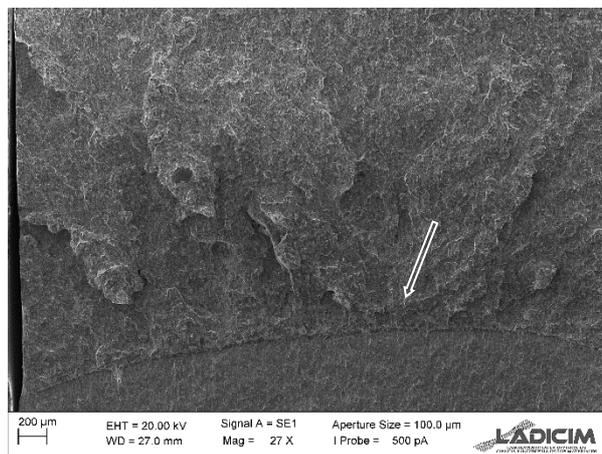


Figura 4. Ejemplo de la superficie de fracture observada en la probeta S355J2_13.

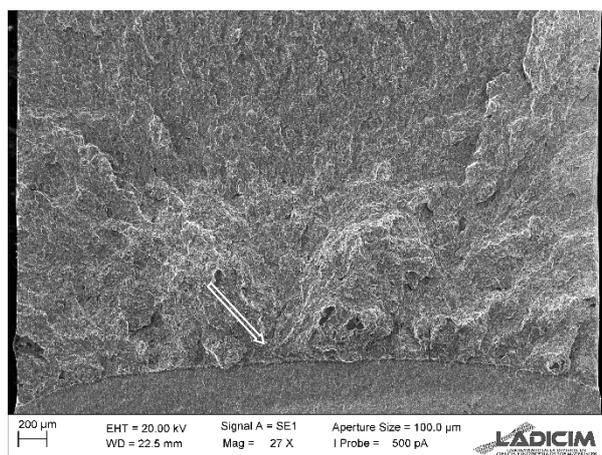


Figura 5. Ejemplo de la superficie de fracture observada en la probeta S460M_05.

AGRADECIMIENTOS

Este trabajo ha recibido financiación de: “Euratom research and training programme 2019-2020 under grant agreement N° 900014.”

REFERENCIAS

- [1] ASTM E1921-21, *Standard Test Method for Determination of Reference Temperature, T_0 , for Ferritic Steels in the Transition Range*, ASTM International, (2021) West Conshohocken, PA, USA.
- [2] Wallin, K. *The Master Curve Method: A New Concept for Brittle Fracture*, Int. J. Mater. Prod. Technol., (1999) 14, p. 342.

- [3] Yamamoto, M., Kimura, A., Onizawa, K., Yoshimoto, K., Ogawa, T., Chiba, A., Hirano, T., Sugihara, T., Sugiyama, M., Miura, N., and Soneda, N. *A Round Robin Program of Master Curve Evaluation Using Miniature C(T) Specimens: First Round Robin Test on Uniform Specimens of Reactor Pressure Vessel Material*, Proceedings of ASME PVP 2012 Conference (2012), pp. 73–79.
- [4] Miura, N., and Soneda, N. *Evaluation of Fracture Toughness by Master Curve Approach Using Miniature C(T) Specimens*, Proceedings of ASME PVP 2010 Conference (2010), pp. 593–602.
- [5] Chaouadi, R., Walle, E. V., Scibetta, M., and Gérard, R. *On the Use of Miniaturized Ct Specimens for Fracture Toughness Characterization of RPV Materials*. Proceedings of ASME PVP 2016 Conference (2016), pp. 1–10.
- [6] Cicero, S., Madrazo, V., García, T., Cuervo, J., and Ruiz, E. *On the Notch Effect in Load Bearing Capacity, Apparent Fracture Toughness and Fracture Mechanisms of Polymer PMMA, Aluminium Alloy Al7075-T651 and Structural Steels S275JR and S355J2*, Eng. Fail. Anal. (2013) 29, pp. 108–121.
- [7] Cicero, S., García, T., and Madrazo, V. *Application and Validation of the Notch Master Curve in Medium and High Strength Structural Steels*, J. Mech. Sci. Technol. (2015) 29(10), pp. 4129–4142.
- [8] Sánchez, M., Cicero, S., Kirk, M., Altstadt, E., Server, W., and Yamamoto, M. *Using Mini-CT Specimens for the Fracture Characterization of Ferritic Steels within the Ductile to Brittle Transition Range: A Review*, Metals (2023), 13(1).

**FRACTURA DE MATERIALES
CERÁMICOS Y PÉTREOS**

CHALLENGES IN MODELLING CONCRETE-TO-CONCRETE INTERFACES: A COMPARISON OF COHESIVE ZONE SOLUTIONS

U. Eibar^{1,2*}, A. Dorronsoro^{1,2}, J.M. Martínez-Esnaola^{1,2}

¹CEIT-Basque Research and Technology Alliance (BRTA), Manuel Lardizabal 15,
20018 Donostia/San Sebastián, España.

²Universidad de Navarra, Tecnun, Manuel Lardizabal 13,
20018 Donostia/San Sebastián, España.

* Persona de contacto: ueibar@ceit.es

RESUMEN

El daño en la interfase de los diferentes constituyentes en un material compuesto ha sido ampliamente investigado y caracterizado previamente, sobre todo la ley de tracción-separación y su implementación en softwares de elementos finitos. Sin embargo, la caracterización del comportamiento mecánico de las interfases hormigón-hormigón, especialmente a compresión, sigue suponiendo un reto. En este trabajo se estudia la interfase entre un hormigón estructural de alta resistencia con un hormigón de bajas propiedades mecánicas sin fines estructurales. La gran diferencia entre propiedades mecánicas complica el análisis estructural de la interfase. Para su modelización, se comparan la solución de elementos cohesivos disponible en ABAQUS con métodos alternativos para estudiar su validez y poder ampliar el repertorio de posibles soluciones.

PALABRAS CLAVE: Elementos cohesivos, modelo de zona cohesiva (MZC), método de elementos finitos (MEF), interfase hormigón-hormigón.

ABSTRACT

Damage at the interface of different constituents in a composite has been extensively investigated and characterised previously, especially the traction-separation law and its implementation in various finite element packages. However, the characterisation of the mechanical behaviour of concrete-to-concrete interfaces, especially in compression, remains challenging. In this work, the interface between a high-strength structural concrete and a concrete with low mechanical properties for non-structural purposes is studied. The large difference in mechanical properties complicates the structural analysis of the interface. For modelling it, the cohesive element solution available in ABAQUS is compared with alternative methods in order to study their validity and expand the repertoire of possible solutions.

KEYWORDS: Cohesive elements, cohesive zone model (CZM), finite element method (FEM), concrete-to-concrete interface.

1. INTRODUCTION

Modelling the interfaces between two different components using finite elements can be challenging, as they are not assumed to have finite size. Moreover, obtaining the mechanical properties of the interface requires specific mechanical tests, which are often not feasible. The mechanical properties of the interface may depend on various factors such as friction, adhesion, and the size of aggregates in the case of concrete. Due to these factors, the union between two materials can vary in different scenarios, making their study complex.

This article aims to explore the numerical feasibility of different solutions for modelling concrete-to-concrete interfaces. This study is particularly important for future implementations in models with a large amount of

degrees of freedom and multiple non-linearity sources, as a sub-optimal solution may slow down simulations or even cause them to fail to converge.

The motivation for this study lies behind the SUREWAVE project (surewave.eu). In order to assess the mechanical reliability of the breakwaters surrounding a floating photovoltaic farms, structural simulations need to be carried out. These breakwaters are made using a combination of a high-strength structural concrete and a lower density concrete with low mechanical properties, to address buoyancy issues caused by the weight of the block. In ABAQUS, various cohesive zone models were applied to an interface between C8/10 concrete (used as filler) and C90/105 concrete (with excellent mechanical properties) to emulate this joint.

This paper is structured as follows. First, an explanation and formulation of the cohesive elements available in ABAQUS is carried out. Then, the same procedure is applied to alternative models to the cohesive elements that can be found in literature. After that, the finite element model is explained, including a description of the materials and cohesive layers. Lastly, the obtained results are presented and discussed, and some brief concluding remarks are made.

2. COHESIVE ELEMENTS FORMULATION

The cohesive zone was modelled using cohesive elements available in ABAQUS software [1], more precisely the two-dimensional elements COH2D4. These elements are controlled by a traction-separation law that assumes linear elastic behaviour at first and then proceeds to the initiation and evolution of damage. Various models with different constitutive laws are available in literature, such as cubic polynomial, trapezoidal, exponential, bilinear and linear and exponential softening [2]. ABAQUS considers linear and exponential softening for damage evolution, while only a linear relationship can be used for the elastic part. This law applies to both the normal (thickness) and the shear direction of the element, as shown in Figure 1.

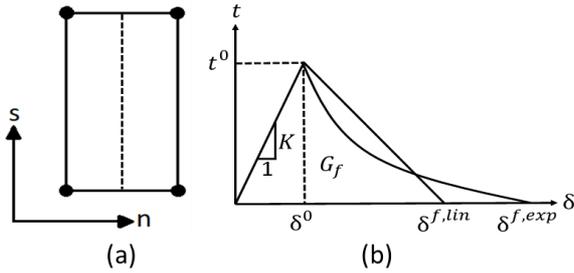


Figure 1. COH2D4 element in ABAQUS (a) and traction-separation law with linear and exponential damage evolution (b).

2.1. Linear elastic traction-separation behaviour

In elastic regime the response depends on the stiffness of the element in both directions:

$$\mathbf{t} = \begin{Bmatrix} t_n \\ t_s \end{Bmatrix} = \begin{bmatrix} K_{nn} & 0 \\ 0 & K_{ss} \end{bmatrix} \begin{Bmatrix} \varepsilon_n \\ \varepsilon_s \end{Bmatrix} = \mathbf{K} \boldsymbol{\varepsilon} \quad (1)$$

where \mathbf{t} is the traction vector, \mathbf{K} is the stiffness matrix of the interface, $\boldsymbol{\varepsilon}$ is a deformation vector and the n and s indices are the normal and shear directions.

This is not properly a traction-separation relationship, so the deformation measure above must be translated into displacements:

$$\boldsymbol{\varepsilon} = \begin{Bmatrix} \varepsilon_n \\ \varepsilon_s \end{Bmatrix} = \begin{Bmatrix} \delta_n/T_0 \\ \delta_s/T_0 \end{Bmatrix} = \boldsymbol{\delta}/T_0 \quad (2)$$

where $\boldsymbol{\delta}$ is the displacement vector and T_0 the initial cohesive element thickness.

2.2. Damage initiation

Different criteria exist in ABAQUS to determine the point at which the traction-separation relationship transitions from linear elastic to damage-dependent. Some of these stress-dependent criteria are the maximum nominal stress criterion and the quadratic nominal stress criterion:

$$\max \left\{ \frac{\langle t_n \rangle}{t_n^0}, \frac{t_s}{t_s^0} \right\} = 1 \quad (3)$$

$$\left(\frac{\langle t_n \rangle}{t_n^0} \right)^2 + \left(\frac{t_s}{t_s^0} \right)^2 = 1 \quad (4)$$

where t_n^0 and t_s^0 are the traction and shear limits for the elastic regime respectively.

In (3) and (4) the Macaulay brackets are used, that is, compression is not considered. This occurs because cracks propagate in tension, in compression this phenomenon does not happen and the law of traction-separation obviates it.

$$\langle t_n \rangle = \begin{cases} t_n & \text{if } t_n > 0 \\ 0 & \text{if } t_n \leq 0 \end{cases} \quad (5)$$

Apart from (3) and (4), two other criteria can be found with the same form, substituting stresses for strains obtaining the maximum nominal strain criterion and the quadratic nominal strain criterion.

2.3. Damage evolution

Once the selected damage initiation criterion is reached, damage evolution until final failure must be defined. This can be done in terms of an effective displacement or in terms of energy. The effect of the damage on the stress can be defined by equations (6) and (7):

$$t_n = \begin{cases} (1-D)\bar{t}_n & \text{if } \bar{t}_n \geq 0 \\ 0 & \text{if } \bar{t}_n < 0 \end{cases} \quad (6)$$

$$t_s = (1-D)\bar{t}_s \quad (7)$$

where D is the damage parameter and \bar{t}_n and \bar{t}_s are the stress components predicted by the elastic traction-separation law for the current strains without damage.

Each element has a specific damage value associated with it. In cases where mixed modes occur, the damage must be calculated as a combination of both directions. This is done by determining an effective displacement, which takes into account both normal and shear displacement across the interface:

$$\delta = \sqrt{\langle \delta_n \rangle^2 + \delta_s^2} \quad (8)$$

Depending on the decision to use linear or exponential softening, one of the following expressions should be used for the damage modelling based on effective displacement:

$$D_{lin} = \frac{\delta^f (\delta^* - \delta^0)}{\delta^* (\delta^f - \delta^0)} \quad (9)$$

$$D_{exp} = 1 - \left\{ \frac{\delta^0}{\delta^*} \right\} \left\{ 1 - \frac{1 - \exp\left(-\alpha \left(\frac{\delta^* - \delta^0}{\delta^f - \delta^0}\right)\right)}{1 - \exp(-\alpha)} \right\} \quad (10)$$

where δ^f is the effective displacement at complete failure, δ^0 is the effective displacement at damage initiation, δ^* is the maximum value of the effective displacement attained during the loading history and α is a dimensionless material parameter that defines the rate of damage evolution in the case of exponential softening.

The effective displacements at complete failure for linear and exponential softening can be calculated from the fracture energy, which is the area under the traction-separation curve. In case of modelling damage based on energy, ABAQUS obtains these values internally.

$$\delta^{f,lin} = \frac{2G_f}{t^0} \quad (11)$$

$$\delta^{f,exp} = \frac{G_f (\exp(\alpha) - 1)\alpha}{t^0 (\exp(\alpha) - \alpha - 1)} \quad (12)$$

where G_f refers to the fracture energy of the interface.

The effective displacement and its graphic meaning in mixed modes can be easier understood in Figure 2.

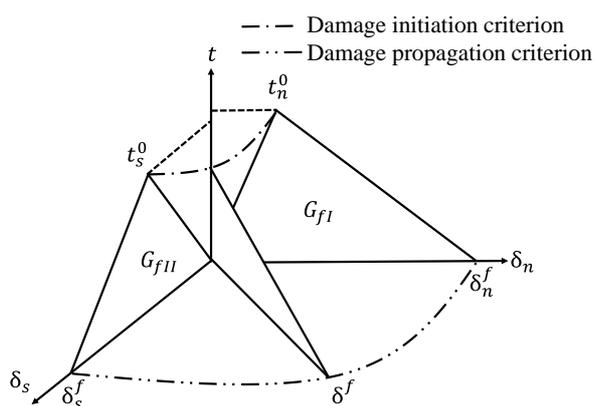


Figure 2. Mixed mode response in cohesive elements.

3. ALTERNATIVES TO COHESIVE ELEMENTS

Cohesive elements can suffer some convergence issues because of the sudden change of the traction-separation curve after damage initiation and its negative slope, but it is something that can be solved varying the parameters of the model. It is still a non-linear problem that can be solved numerically. The major drawback of this method

is related to its behaviour under compression, which is ignored in the formulation. In cases where the compressive stress is very high, the results obtained may be very different from reality. In addition, according to [3] and [4] in concrete-to-concrete interfaces compressive stresses increase the shear limit of the interface.

3.1. Shear strength's modification

The first modification that considers compression stresses in cohesive elements was introduced by [3]. To do so, they took into account the cracking surface presented by [4]:

$$F = (t_s)^2 - (t_s^0 - t_n \tan \phi)^2 + (t_s^0 - t_n^0 \tan \phi)^2 \quad (13)$$

where $\tan \phi$ is a model parameter.

The cracking surface in question establishes a connection between the pure tensile and shear limits and how they relate to each other when combined. If the value of (13) is equal or greater than 0, it can be considered that the damage initiation criterion has been met and the interface has started to crack. Therefore, the equation can be modified by isolating the shear limit to better analyse the influence of compression, which ultimately results in an increase in the shear limit.

$$t_s = \sqrt{(t_s^0 - t_n \tan \phi)^2 - (t_s^0 - t_n^0 \tan \phi)^2} \quad (14)$$

It should be noted that the shear value obtained during compression with (14) may be lower than the shear limit, depending on the chosen parameters. As a result, the implementation in ABAQUS of this modification looks like:

$$t_s^0 = \begin{cases} t_s^0 & \text{if } t_n > 0 \cup (14) \leq t_s^0 \\ (14) & \text{if } t_n \leq 0 \cap (14) > t_s^0 \end{cases} \quad (15)$$

3.2. Concrete damaged plasticity model.

The concrete damaged plasticity (CDP) model is a computational material model used in the field of structural engineering to simulate the behaviour of concrete and it is available in ABAQUS. It is widely used when concrete parts are simulated, but its use to model concrete-to-concrete interfaces is not so common. It was used in [5] and compared to experimental results with good accuracy. Compared to the other method, the CDP model considers a compression curve and limit, while the traction component behaves as a cohesive element in normal direction.

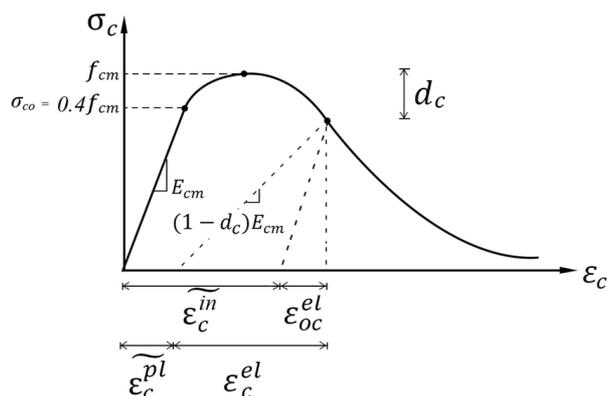


Figure 3. Concrete-damaged plasticity model in compression. [6]

The compression curve in Figure 3 can be defined thanks to Eurocode 2 [8], where the following expressions are proposed:

$$\sigma_c = f_{cm} \frac{k\eta - \eta^2}{1 + (k-2)\eta} \quad (16)$$

$$\eta = \varepsilon_c / \varepsilon_{c1} \quad (17)$$

$$k = \frac{1.05 E_{cm} |\varepsilon_{c1}|}{f_{cm}} \quad (18)$$

where f_{cm} is the mean value of concrete cylinder compressive strength, ε_c is the compressive strain in the concrete, ε_{c1} is the compressive strain in the concrete at the peak stress f_c and E_{cm} is the secant modulus of elasticity of concrete.

For various concretes, most of these parameters are tabulated and are available in [7]. As mentioned before, the traction curve can be modelled as a traction-separation model but adjusting it in function of the strain considering the initial thickness of the element. As can be seen in Figure 4, it looks like a traction-separation law and even softening can be adjusted.

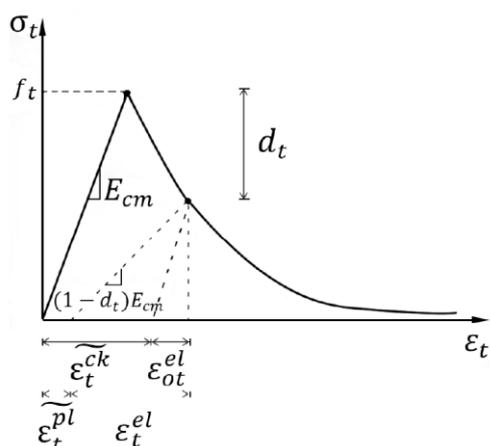


Figure 4. Concrete-damaged plasticity model in traction. [6]

4. CASE STUDY

In order to compare the various methods discussed in the previous sections, a 2D simulation of a 4-point bending test was conducted on a concrete union consisting of two pieces measuring 150 mm × 150 mm, see Figure 5. This FE model is capable of producing high values of compression and shear stresses, making it an appropriate tool for comparing different methodologies.

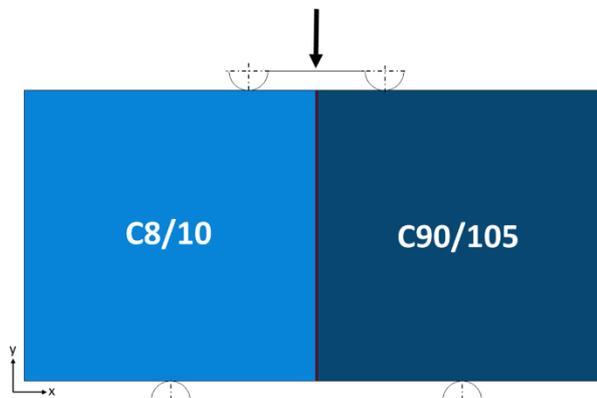


Figure 5. 4-point bending test.

4.1. Material properties

The materials used for the two parts are C8/10 and C90/105 concrete, whose properties are specified in Eurocode 2 [7]. Parameters regarding plastic flow are illustrative and are obtained from [5]. All these properties and the CDP interface (IF) are listed in Table 1.

Table 1. Bulk and interface material properties.

Parameter	C8/10	C90/105	IF
Elasticity			
E_{cm} Young's modulus (GPa)	25	44	25
ν Poisson's ratio	0.2	0.2	0.2
Concrete damaged plasticity			
f_{cm} Compressive strength (MPa)	16	98	16
f_{ctm} Tensile strength (MPa)	1.2	5	1
ψ Dilation angle	40°	40°	40°
ϵ_0 Eccentricity	0.1	0.1	0.1
$\frac{f_{b0}}{f_{c0}}$ Ratio of biaxial to uniaxial compressive strength	1.16	1.16	1.16
K Ratio of the second stress invariant on the tensile meridian	2/3	2/3	2/3
μ Viscosity	0.0001	0.0001	0

Regarding the traction-separation model, the stiffness is defined according to the weakest concrete [3]. The interface is assumed to be mechanically weaker than both parts, so the traction and shear limits are set slightly

below the limits of the weaker concrete. Fracture energies are also illustrative because a lot of parameters have a big influence on them and specific tests are needed for its complete specification.

Table 2. Traction-separation model's parameters.

Parameter		Value
K_{nn}	Stiffness in direction n (N/mm ³)	25000
K_{ss}	Stiffness in direction s (N/mm ³)	10415
t_n^0	Traction limit (MPa)	1
t_s^0	Shear limit (MPa)	0.2
G_{fI}	Fracture energy in plane n-t (N/mm)	0.2
G_{fII}	Fracture energy in plane s-t (N/mm)	0.2

Finally, to define the CDP model for the interface, a mixture of both Table 1 and Table 2 has been done. For the traction curve, Table 2 has been converted to strain using an initial thickness of the cohesive layer of 0.1 mm. The compressive curve uses the same values as those of the weakest concrete.

4.2. Simulations

With respect to the simulations, 4 of them have been carried out in ABAQUS/Standard, where a -0.2 mm displacement has been imposed on the top pin in the y direction. Table 3 provides a list of completed simulations and their abbreviation in the results section.

Table 3. 4-point bending test simulations.

Label	Cohesive zone model of the interface
COH	Standard cohesive elements in ABAQUS
C1	Shear strength's modification ($\phi = 5^\circ$)
C2	Shear strength's modification ($\phi = 40^\circ$)
CDP	Concrete damaged plasticity

Regarding the size of the elements, the largest ones in the concrete parts measure 10 mm, while the smallest ones measure 1 mm. For the interface, elements measuring 0.1 mm were used, resulting in a total of 1500 elements along the interface. For the denomination of the IF elements in the next section, the element labelled IF1500 corresponds to the one at the top of the model, while IF1 corresponds to the one at the bottom.

5. RESULTS AND DISCUSSION

For the simulation of the 4-point bending test, the IF1 and IF1500 elements have been analysed separately. This is because their behaviour in both element directions is assumed to be significantly different. By doing so, the differences between the various methods in different scenarios can be better understood.

As for IF1, Figure 6 illustrates the similarities between all simulations until the CDP model starts to differ and finally diverge.

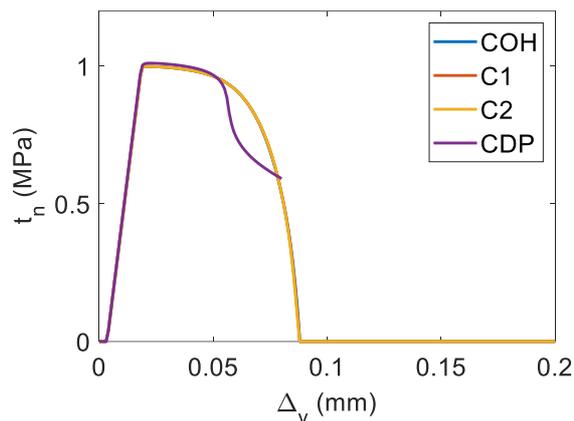


Figure 6. Normal stresses on element IF1.

In respect to Figure 7, the tendency is similar. Since shear stresses are considerably lower, the small differences from the CDP model's approach become more apparent.

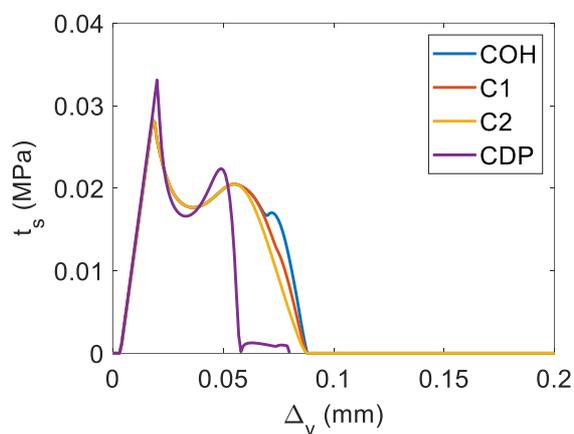


Figure 7. Shear stresses on element IF1.

Figure 8 depicts similar results for IF1500 with cohesive elements and its modifications, demonstrating significant differences for the CDP model. This model starts to diverge once the compression limit is approached and the concrete interface begins to soften. Earlier softening and failure may be due to the softening of other elements in the cohesive layer.

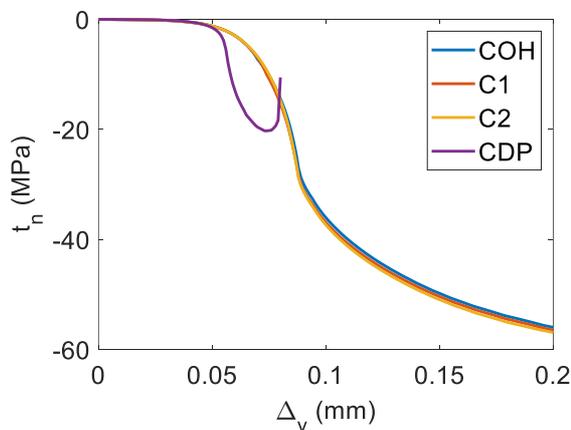


Figure 8. Normal stresses on element IF1500.

The most significant differences can be observed in the shear stresses. While standard cohesive elements cannot exceed 0.8 MPa, increasing this limit with (14) permits to develop higher shear values. C1 reaches the damage initiation criterion just a little later than standard cohesive elements, while C2 does not seem to reach it yet. Additionally, the evolution of C2 is quite different, probably due to the damage evolution of other elements in the cohesive layer. Finally, as seen previously in each situation, the CDP model initiates and reaches failure earlier than cohesive elements.

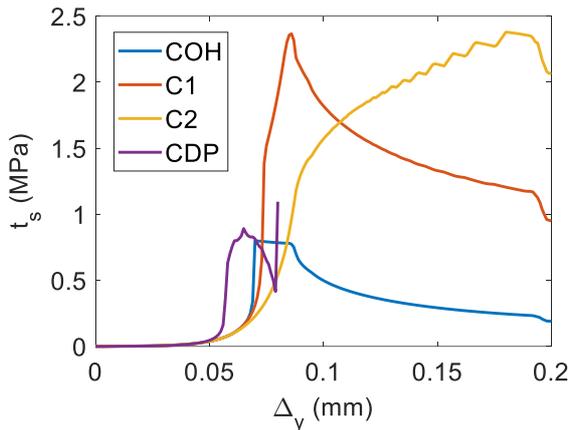


Figure 9. Shear stresses on element IF1500.

6. CONCLUSIONS

A comparison between cohesive zone models for modelling concrete-to-concrete interfaces has been presented. The study compares the cohesive elements available in ABAQUS, modifications to these elements and the CDP model in an interface between a high-strength structural concrete and a concrete with low mechanical properties for non-structural purposes.

It has been shown, that both approaches can feature similar behaviour with an appropriate choice of parameters. Key differences have also been highlighted, such as the ability to consider softening under compression for the interface modelled using a CDP law.

Although cohesive elements show better convergence results compared to the CDP model, the outcome heavily depends on the parameters of each model. A more aggressive change on the slope of the traction-separation law in cohesive elements or a higher compressive limit for the CDP model can for instance reverse the result.

It is interesting to note that modifying the shear strength can result in higher stresses. However, this could significantly and artificially postpone the point at which the damage initiation criterion is met.

In scenarios where there is significant compression, it is crucial to have a model that restricts the amount of compression the interface can tolerate and can respond to degradation and failure, such as the CDP model.

However, if compression increases without limit at the interface, it can artificially inflate results at the boundary with the different constituents.

ACKNOWLEDGEMENTS

The present study is part of the SUREWAVE project, Funded by the European Union with 529 GA No. 101083342.

REFERENCES

- [1] Dassault Systèmes. *Abaqus (6.11) Analysis User's Manual, Volume IV: Elements*, Velizy-Villacoublay, France, 2011.
- [2] K. Park and G. H. Paulino. *Cohesive zone models: A critical review of traction-separation relationships across fracture surfaces*, Appl Mech Rev, vol. 64, no. 6, 2011, doi: 10.1115/1.4023110.
- [3] S. Dudziak, W. Jackiewicz-Rek, and Z. Kozyra. *On the calibration of a numerical model for concrete-to-concrete interface*, Materials, vol. 14, no. 23, Dec. 2021, doi: 10.3390/ma14237204.
- [4] I. Carol, P. C. Prat, and C. M. Lopez. *Normal/shear cracking model: application to discrete crack analysis*, J Eng Mech, vol. 123, no. 8, pp. 765–773, 1997, doi: 10.1061/(asce)0733-9399(1997)123:8(765).
- [5] M. Farzad, M. Shafieifar, and A. Azizinamini. *Experimental and numerical study on bond strength between conventional concrete and Ultra High-Performance Concrete (UHPC)*, Eng Struct, vol. 186, pp. 297–305, May 2019, doi: 10.1016/j.engstruct.2019.02.030.
- [6] H. Jiang, M. Chen, Z. Sha, J. Xiao, and J. Feng. *Numeric analysis on shear behavior of high-strength concrete single-keyed dry joints with fixing imperfections in precast concrete segmental bridges*, Materials, vol. 13, no. 13, pp. 1–26, Jul. 2020, doi: 10.3390/ma13132914.
- [7] *EN 1992-1-1: Eurocode 2: Design of concrete structures - Part 1-1: General rules and rules for buildings*, 2004.

IMPACT OF LAMINATION DIRECTION ON GLASS STRENGTH: AN EXPERIMENTAL ANALYSIS

D. Díaz-Salamanca^{1*}, M. Muñoz-Calvente¹, M.J. Lamela¹, A. Fernández-Canteli¹

¹ Grupo de investigación DYMAST
Departamento de Construcción e Ingeniería de Fabricación
Escuela Politécnica de Ingeniería de Gijón, Universidad de Oviedo
Campus de Viesques, 33203, Gijón, España

* Persona de contacto: diazsdiego@uniovi.es

RESUMEN

El vidrio es uno de los materiales que más interés ha suscitado en los últimos años debido a su versatilidad y a las numerosas posibilidades y ventajas que se derivan de su empleo en aplicaciones arquitectónicas. En las últimas décadas, el vidrio ha dejado de ser un elemento meramente estético o de cerramiento, para convertirse en un elemento estructural con capacidad portante, lo que hace indispensable conocer bien sus propiedades mecánicas, entre las que destaca su elevada fragilidad y su limitada capacidad de deformación. Para regular la caracterización de la resistencia mecánica del vidrio, existen numerosos estándares, como el DIN/UNE/BS EN-1288. Por otro lado, es ampliamente reconocido que el proceso de fabricación del vidrio flotado induce la aparición de defectos en la estructura del vidrio, tales como microgrietas e heterogeneidades vítreas, que tienen un impacto en su resistencia última. Sin embargo, la normativa no considera la dirección de laminación en la definición de la resistencia ni en la especificación de la obtención de las muestras experimentales para caracterizarla. Con el fin de determinar si existe tal influencia, en este trabajo se ha llevado a cabo una extensa campaña experimental en la que se evaluó la resistencia a flexión del vidrio en probetas de dimensiones reducidas, cortadas en diferentes orientaciones respecto a la dirección de laminación. Una vez ensayadas las probetas y calculadas las tensiones nominales máximas en el momento de rotura, se aplicó un análisis estadístico para evaluar si existían diferencias significativas entre las distintas orientaciones. Los resultados demuestran la ausencia de diferencias significativas entre las orientaciones, lo que confirma experimentalmente que la dirección de laminación no tiene un impacto significativo en la orientación de los defectos en el vidrio ni, por tanto, sobre su resistencia última.

PALABRAS CLAVE: Vidrio, Ensayos mecánicos, Dirección de laminación, Análisis Estadístico

ABSTRACT

In the last years, glass has attracted a great interest due to its versatility and the many possibilities and benefits of its use in architectural applications. Moreover, glass has ceased to be merely an aesthetic or enclosure element, to become a structural element with load-bearing capacity. It makes essential to properly know its mechanical properties, which are mainly defined by a high fragility and a low deformation capacity. Different standards, such as DIN/UNE/BS EN-1288, exist to regulate the characterisation of the mechanical strength of glass. Furthermore, it is widely recognized that the float glass manufacturing process can induce the appearance of defects in the glass structure, such as micro-cracks and vitreous heterogeneities, which could have an impact on the ultimate strength of this material. However, the regulations do neither consider the lamination direction in the definition of resistance nor in the specification of how to obtain the experimental samples. In order to determine whether such an influence exists, an extensive experimental campaign was carried out in which the bending strength of glass was evaluated by using small-sized specimens cut in different orientations with respect to the lamination direction. Once the specimens had been tested and the maximum nominal stresses at break obtained, statistical analysis was used to assess whether there are significant differences between the different orientations. The results prove the absence of significant differences among the strength for different orientations, which confirms experimentally that the lamination direction does neither have a significant impact on the orientation of the defects in the glass nor, therefore, on its ultimate strength.

KEYWORDS: Glass, Mechanical testing, Lamination direction, Statistical Analysis

1. INTRODUCTION

Glass is an amorphous ceramic material that stands out for its hardness, high modulus of compressibility, high

tensile strength and good resistance against aggressive environments. These characteristics, combined with the ability of glass to be recycled without losing mechanical properties and the fact that the raw materials required for

its manufacture are ready available, have generated great interest for its use in architecture and industry in recent years.

Glass adopts distinct roles in the fields of architecture and engineering [1]. On the one hand, it is widely used in the construction of façades and building envelopes, where its translucency makes the interior space brighter while improving its habitability. On the other hand, thanks to the technological development of the last century, glass is frequently used in the industrial field, where it is very common to find it in the form of laminated glass, a composite material in which sheets of glass are combined with sheets of polymer.

All these new uses for glass would not be possible without the development of technology and the implementation of improvements in the glass manufacturing process. Since the invention of the float glass process by Pilkington in the 1950s, various monitoring and sensing techniques have been applied to the process. These techniques have improved the production efficiency and the quality of the manufactured material [2]–[4]. However, despite these advances, float glass still exhibits heterogeneities and defects in its amorphous microstructure.

However, the UNE/DIN/BS/NBN-EN-1288 [5]–[7] standards describing the procedure for the characterization of the flexural strength of building glass do not take into account this material anisotropy proposed in the literature. This is of particular importance in the case of four-point bending tests characterization due to the uniaxial stress state the specimen is subject to. In this case, disregarding the orientation of the specimen with respect to the rolling axis may lead to an incorrect characterisation and therefore, to an unsuitable (safe or unsafe) design of real glass elements.

The main objective of this work is to fill the lack of experimental studies on the influence of the cut orientation of the test specimens with respect to the float direction on the final strength of the glass. With this aim, an extensive experimental campaign was carried out, in which annealed glass beams cut at different angles with respect to the rolling direction were tested. Subsequently, a statistical analysis of the results obtained was carried out in order to determine whether the direction has, or has not, a significant influence on the bending strength.

This work is organised as follows. Firstly, the procedure followed is explained, from the design of experiments to the performed mechanical tests, explaining also the statistical analysis used to evaluate the experimental results. Next, the experimental results obtained are shown together with the results of the statistical treatment carried out. Finally, the main conclusions drawn from the work are presented.

2. PROCEDURE

This section explains the procedure followed on this research, which is schematically illustrated on Figure 1. In the initial stage, the experimental campaign was designed and the specimens were cut according to the previous design (Section 2.1). Subsequently, the corresponding mechanical tests were carried out (Section 2.2). In the last stages, the experimental results were statistically analysed in order to determine whether there are significant differences among the corresponding results for the chosen cut orientations under study (Section 2.3).

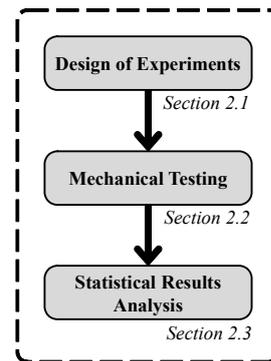


Figure 1. Work flowchart

2.1 Design of experiments

In order to understand the effect of the rolling process on the microcrack distribution of the glass sheet and, therefore, on the ultimate strength of glass, an experimental campaign was designed in which small beams (300 x 100 mm) were tested in 4-point bending (4PB). All samples were cut from two standard glass sheets (3210 x 2000 mm) obtained from the same production batch to ensure the highest possible homogeneity. Twenty specimens were cut at orientations successively incremented 15° with respect to the rolling axis, identified as the 0° orientation (see Figure 2). This ensures a sufficient sample size within each orientation for a consistent analysis of the results. Once the specimens were cut, the edges were thoroughly polished in order to minimise the effects of the cutting process on the final strength.

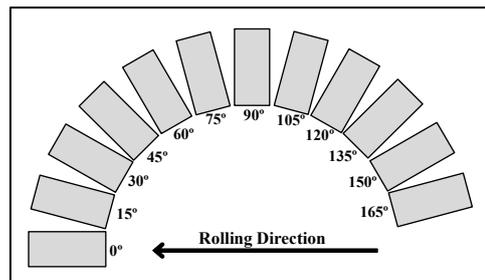


Figure 2. Orientation of the specimens with respect to the rolling direction

The mechanical properties and chemical composition of the glass used in this experimental campaign are listed in Table 1 and Table 2 respectively, according to the values given in the UNE-EN-572 standard [8] for sodium silicate glass.

Table 1. Mechanical properties of Soda-lime silicate glass

Mechanical parameters	Values
Density (at 18°C)	2500 kg/m ³
Young's modulus	70000 MPa
Shear modulus	28000 MPa
Poisson's ratio	0,2

Table 2. Chemical composition of Soda-lime silicate glass

Constituents	Proportion by mass of element
Silicon (Si)	32 % - 35 %
Calcium (Ca)	3,5 % - 10,1 %
Sodium (Na)	7,4 % - 11,9 %
Magnesium (Mg)	0 % - 3,7 %
Aluminium (Al)	0 % - 1,6 %
Others	< 5 %

2.2 Mechanical testing

The bending tests were carried out with an MTS Bionix testing machine equipped with one 15 kN load cell. The boundary conditions of the test, in terms of distance between load and support rollers, are shown on Figure 3. The tests were performed under force control while applying a constant stress of 2 MPa/s as recommended by the UNE-EN 1288-3 standard [7]. The samples were covered with an adhesive plastic sheet in order to keep all parts together after failure and for safety reasons. In addition, this procedure facilitates the subsequent evaluation of failure mechanisms. The support rollers and loading nose were protected with rubber pads to prevent metal-to-specimen glass contact.

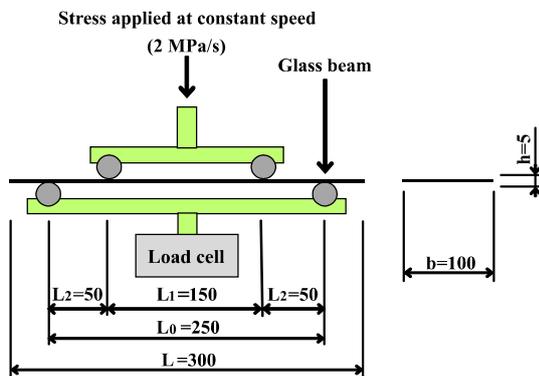


Figure 3. 4-point bending test

During each test, the force and displacement of the piston of the testing machine at the specimen failure were recorded. From these values, the maximum stress supported by the beam was calculated by means of the analytical equation proposed in the UNE-EN-1288-3 [7] standard:

$$\sigma_{bB} = k \left[F_{max} \frac{3(L_0 - L_1)}{2bh^2} + \frac{3\rho g L_0^2}{4h} \right] \quad (1)$$

where L_0 , L_1 , h and b were the dimensions of the tooling (see Figure 3) while ρ and g are the density and gravity respectively.

2.3 Statistical results analysis

The analysis of results from experimental campaigns on glass fracture has been extensively studied in the literature. As a result of its ideal brittle behaviour, there is a large scatter in the experimental results, mainly attributed to heterogeneities present on the glass surface and cutting process of the specimens. These circumstances require the application of probabilistic models that consider the impact of these factors. Moreover, the calculation of the ultimate strength of glass elements is a statistical problem of extreme values, in this case related to the minimum strength of the glass, in the design of the real component [9].

Within the characterisation of structural materials, one of the most widely used statistical models is the Weibull distribution pertaining to the generalized extreme value family [10], [11]. Despite the broad use of its biparametric variant [12]–[15], the triparametric alternative is, currently, highly recommended [16]–[18]. It overcomes the conceptual limitations of the biparametric solution that assumes a zero location parameter, i.e., non-zero probability of failure even for very small loads, thus leading to a conservative prediction contradicting the experimental evidence in the practical design.

In this work, a statistical approach is proposed in which the experimental results obtained from each of the orientations are compared to determine whether the differences between groups are significant.

The proposed methodology involves carrying out a one-way analysis of variance (One-way ANOVA) based on the comparison of the variances between the different groups to determine whether there is a difference between their means. In order to carry out this analysis of variance, that the experimental data should meet a series of requirements.

The first of these requirements is the independence among samples while the second one is that the

experimental results of each of the orientations follow a normal distribution. Finally, the third requirement is the condition of homoscedasticity or homogeneity of variances.

For the analysis of the normal distribution, the non-parametric Kolmogorov-Smirnov test will be used. This test, widely used to test the hypothesis of normality in a sample, will be applied to each of the 12 orientations considered. If the experimental results conform to a normal distribution, the assumption of homogeneity of variances between the different groups will be assessed. To do this, Bartlett's test will be used, which guarantees more accurate results compared to other tests, such as Levene's test, when it is confirmed that the results conform to a normal distribution. Once the homoscedasticity of the results has been analysed, a single-factor analysis of variance (One-way ANOVA) will be applied. If any of these requirements is violated, it is possible to use a modified version of the conventional analysis of variance, such as Welch's ANOVA, which is less sensitive to the homoscedasticity principle.

Thus, if the analysis of variances reveals that there is a significant difference between the groups, it will be necessary to identify the group with the lowest strength and make an assessment of the strength of the glass based on the results of that group. If, on the other hand, it is not possible to state that there are significant differences between the samples, a joint evaluation of all the results can be carried out, obtaining more reliable results. Figure 4 summarises the stages of the statistical analysis carried out in this work.

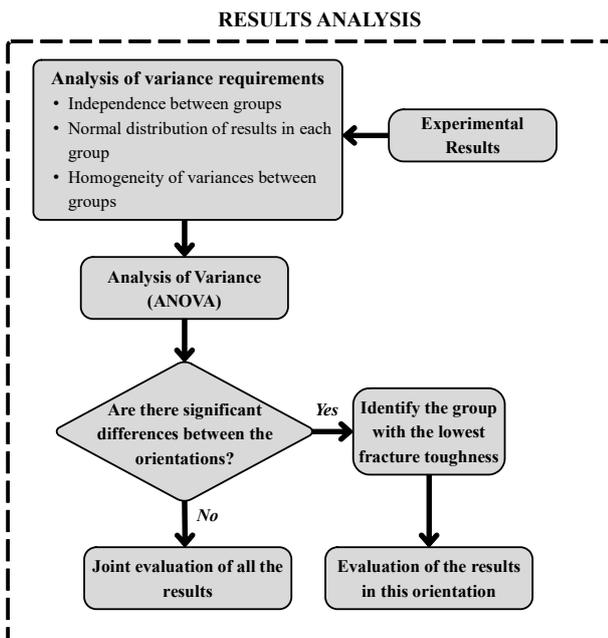


Figure 4. Results analysis flowchart

3. RESULTS

In this section, the results of the experimental campaign are presented. After evaluating the results obtained in the 240 bending tests, a more precise classification has been made, taking into account the failure region. Finally, the statistical analysis introduced in section 2 was applied to this classification.

3.1 Critical analysis of results

The experimental results require a more precise classification. On the one hand, according to the standards proposed, those breaks occurring outside the supports are not included in the assessment, as representing anomalous failures. On the other hand, although this classification may be sufficient, previous studies have shown that during the cutting process, the specimens produce micro-cracks at the edges of the specimens that result in the failure of the specimen below the expected failure stress [14], [15], [19]. Based on this criterion, it is common to find in the literature another more precise classification, in which glass failure is divided in two different categories.

In the first failure type, known as edge cracking, the crack is propagated from the edge to the interior of the specimen, while in the second type the propagation process starts in the central zone. Thus, for the evaluation of the glass strength, only in the interior initiated failures are included in the statistical evaluation. The remaining failures, are supposed to be edge failures caused by defects induced during the cutting process. Figure 5 shows an example of edge failure (Figure 5.a) and another one of interior or bulk failure (Figure 5.b).

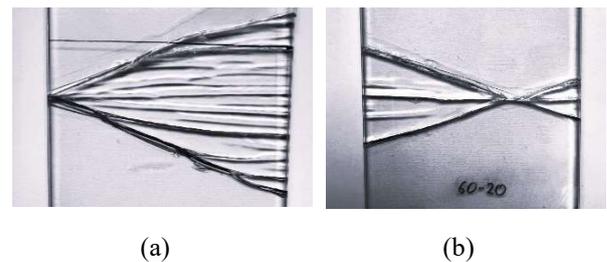


Figure 5. Edge breakage (a) and area breakage (b)

3.2 Statistical Analysis of the results

In this Section, the statistical analysis of the results after applying the above classification, was done. According to the scheme shown in Figure 4, the first step is to assess whether the experimental results meet the requirements for a one-factor analysis of variance (One-Way ANOVA).

The results of applying the Kolmogorov-Smirnov test to each of the orientations are shown in Table 3. This test pits the null hypothesis, which accepts that the sample

tested follows a normal distribution, against the alternative hypothesis that the sample does not follow a normal distribution. The significance level chosen to analyse the results was 0.05. Thus, a p-value greater than the significance level reveals that the null hypothesis can be accepted, and that therefore the experimental results follow a normal distribution. The results confirm the fit of the experimental results obtained in each orientation to a normal distribution.

Table 3. Kolmogorov-Smirnov test results for each orientation

Kolmogorov-Smirnov Test Results	
Orientation (°)	P-value
00	0.923
15	0.574
30	0.41
45	0.381
60	0.473
75	0.282
90	0.710
105	0.883
120	0.391
135	0.99
150	0.763
165	0.991

Once the correct fit of the data to a normal distribution has been verified, the homogeneity of variances is analysed in order to determine whether the experimental results meet the homoscedasticity condition or not. The results of this evaluation are shown in Table 4. As with the non-parametric Kolmogorov test, Bartlett's test also poses two hypotheses to be compared. The null hypothesis recognises the equality of variances among the 12 orientations while the alternative hypothesis rejects this equality. Again, the significance level of the test is 0.05. At the bottom of Table 4 it can be seen the p-value associated to Bartlett's test (0.731), which is significantly higher than the significance level chosen for this test, thus accepting the principle of homoscedasticity. Figure 6 shows the box plot with the results obtained for each of the orientations, in which the minimum and maximum values, the outliers, the mean and the first and third quartiles can be seen.

Once the prerequisites necessary to apply the analysis of variance have been checked, a one-factor ANOVA is performed. The null hypothesis of this analysis recognises that there are no significant differences between the groups, revealing that the distribution of defects due to the manufacturing process has not a clear impact in the mechanical characterisation of the glass. Opposed to this hypothesis, the alternative hypothesis would reveal that there are at least one orientations in which the differences are significant. In this case, extra work would be required to identify such an orientation. The significance level selected for the ANOVA analysis is 0.05.

The results of this analysis are shown in Table 5 where the p-value obtained is 0.257. This value is higher than the significance level of 0.05 indicating that the null hypothesis cannot be rejected.

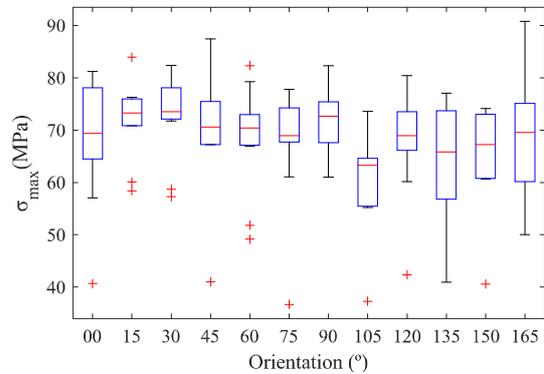


Figure 6. Experimental results Box Plot

Table 4. Bartlett test results

Bartlett Variances Analysis			
Orientation (°)	Number of Samples	Mean (MPa)	Standard Deviation
00	12	68.58	11.52
15	10	71.843	7.624
30	11	72.799	8.035
45	10	70.947	13.02
60	11	68.502	10.048
75	13	68.121	10.446
90	11	71.769	6.458
105	7	59.251	11.456
120	15	68.389	8.878
135	12	64.22	10.914
150	9	65.207	10.594
165	11	69.284	11.421
Bartlett's Test p-value			0.731

Table 5. ANOVA results table

Source	Sum of Squares	Degrees of Freedom	Mean Square
Orientations	1417.6	11	128.87
Error	12293.5	120	102.446
Total	13711	131	
P-value			0.257

4. CONCLUSIONS

The main conclusions drawn from this work are the following:

- An extensive experimental campaign was carried out on glass beams subjected to 4-point bending. Twelve different orientations, covering 0° to 180° with respect to the rolling direction were tested.

- A statistical analysis was performed to determine the impact of the specimen orientation with respect to the rolling direction on the flexural strength of the glass, which concludes that there is no significant impact of the lamination direction on the glass strength.
- This study represents the most extensive experimental campaign conducted to date focused on the phenomenological characterization of glass as a function of the specimen orientation. Our comprehensive approach, involving a diverse range of tests and analyses, has significantly contributed to understanding this aspect of the glass material science.

REFERENCIAS

- [1] M. Haldimann, A. Luible, and M. Overend, “Structural Use of Glass”, *Struct. Use Glas. (SED 10)*, Oct. 2008, Accessed: Nov. 11, 2023.
- [2] V. S. Bezlyudnaya, “Improvement of the float-process technology”, *Glas. Ceram. (English Transl. Steklo i Keramika)*, vol. 59, no. 9–10, pp. 331–332, 2002.
- [3] A. Cantini *et al.*, “Technological Energy Efficiency Improvements in Glass-Production Industries and Their Future Perspectives in Italy”, *Processes*, vol. 10, no. 12, 2022.
- [4] R. Society and P. Sciences, “Review Lecture. The Float Glass Process Author (s): L . A . B . Pilkington Source”, *Proceedings of the Royal Society of London . Series A , Mathematical and Physical*, vol. 314, no. 1516, pp. 1–25, 2016.
- [5] N. Remarks, “UNE-EN 1288-5. Glass in building. Determination of the bending strength of glass. Part 5: Coaxial double ring test on flat specimens with small test surface areas”, no. November 2014, pp. 1–16, 2020.
- [6] N. Remarks, “UNE-EN 1288-1. Glass in building. Determination of the bending strength of glass. Part 1: Fundamentals of testing glass”, no. November 2014, pp. 1–16, 2020.
- [7] N. Remarks, “UNE-EN 1288-3. Glass in building. Determination of the bending strength of glass. Part 3: Test with specimen supported at two points (four point bending)”, no. November 2014, pp. 1–16, 2020.
- [8] T. C. Ctn, “UNE-EN 572-1:2012+A1. Glass in building. Basic soda lime silicate glass products. Part 1 : Definitions and general physical and mechanical properties.,” no. March 2017, 2023.
- [9] E. Castillo, A. Hadi, N. Balakrishnan and J.M. Sarabia, “Extreme value and related models with applications in engineering and science”, p. 362, Wiley, 2005.
- [10] W. Weibull, “A statistical theory of the strength of materials”, 1939.
- [11] W. Weibull, “A Statistical Distribution Function of Wide Applicability”, *J. Appl. Mech.*, vol. 103, pp. 293–297, 1951.
- [12] F. A. Veer, F. P. Bos, J. Zuidema, and T. Romein, “Strength and fracture behaviour of annealed and tempered float glass”, *11th Int. Conf. Fract. 2005, ICF11*, vol. 4, no. May, pp. 3055–3060, 2005.
- [13] Y. Rodichev, F. Veer, V. Strizhalo, E. Soroka, and A. Shabetia, “Structural strength of laminated glass”, *Challenging Glas. 6 Conf. Archit. Struct. Appl. Glas. CGC 2018 - Proc.*, pp. 453–462, 2018.
- [14] F. A. Veer, P. C. Louter, and F. P. Bos, “The strength of annealed, heat-strengthened and fully tempered float glass”, *Fatigue Fract. Eng. Mater. Struct.*, vol. 32, no. 1, pp. 18–25, 2009.
- [15] F. A. Veer and Y. M. Rodichev, “The structural strength of glass: Hidden damage”, *Strength Mater.*, vol. 43, no. 3, pp. 302–315, 2011.
- [16] M. Muñoz-Calvente, A. Fernández Canteli, V. Shlyannikov, and E. Castillo, “Probabilistic Weibull Methodology for Fracture Prediction of Brittle and Ductile Materials”, *Appl. Mech. Mater.*, vol. 784, pp. 443–451, Aug. 2015.
- [17] A. Ramos, M. Muniz-Calvente, P. Fernández, A. F. Canteli, and M. J. Lamela, “Análisis probabilístico de elementos de vidrio recocido mediante una distribución triparamétrica Weibull”, *Bol. la Soc. Esp. Ceram. y Vidr.*, vol. 54, no. 4, pp. 153–158, Jul. 2015.
- [18] A. Ramos, M. Muniz-Calvente, M. J. Lamela-Rey, P. Fernández, and A. Fernández-Canteli, “Probabilistic failure analysis for glass components under general loading conditions”, in *Procedia Structural Integrity*, vol. 2, pp. 2591–2597, 2016.
- [19] A. Ramos, M. Muñoz-Calvente, F. Pelayo, M. J. Lamela, and A. Fernández-Canteli, “Influencia de la orientación de defectos superficiales en la caracterización a fractura de vidrio estructural”, *An. Mecánica la Fract.*, vol. 33, pp. 265–270, 2016.

MODELO CONSTITUTIVO DE JUNTA BASADO EN LA MECÁNICA DE DAÑO, PLASTICIDAD Y FRACTURA

C.M. López^{1*}, L. Puiggrós¹, I. Carol¹

¹ Departamento de Ingeniería Civil y Ambiental-ETSECCPB, Universitat Politècnica de Catalunya, 08034 Barcelona, Spain

* Persona de contacto: carlos.maria.lopez@upc.edu

RESUMEN

Dentro del grupo de investigación de Mecánica de Materiales UPC (ETSECCPB-UPC), desde hace años se ha venido desarrollando un modelo constitutivo de junta basado en la teoría de la elasto-plasticidad y en conceptos de la Mecánica de Fractura. Esta ley, incorporada como comportamiento de elementos junta, ha sido ampliamente empleada y contrastada en diversos análisis de estructuras y mesoestructuras de hormigón y otros materiales cuasifrágiles. Sin embargo, esta ley constitutiva presenta algunas limitaciones para representar comportamientos con inversión de la dirección de carga, así como ciclos de carga y descarga. A fin de mejorar algunos aspectos de la respuesta del modelo original, se presenta un modelo constitutivo de junta en el cual se combina un comportamiento cohesivo basado en la teoría de daño escalar con un comportamiento friccional con dilatancia. Se presentan diversos resultados que han permitido contrastar la capacidad del modelo desarrollado. Por un lado, se muestran resultados bajo algunos estados de carga típicos en el comportamiento de juntas: tracción pura, tracción-corte y corte con compresión constante. Posteriormente, se llevan a cabo simulaciones numéricas para reproducir el comportamiento detectado en ensayos experimentales de la bibliografía; se muestran los resultados obtenidos que se contrastan con las curvas experimentales.

PALABRAS CLAVE: Elementos junta, Ley constitutiva, Fractura.

ABSTRACT

Since years ago, the group of Mechanics of Materials UPC (ETSECCPB-UPC) has been developing a constitutive joint model based on the theory of elastoplasticity and concepts of Fracture Mechanics. This constitutive law has been incorporated into zero-thickness interface elements and has been widely used and verified successfully in several studies of concrete structures and mesostructures, and other quasi-brittle materials. However, this constitutive law exhibits some limitations to represent load reversal and cycles of loading and unloading. In order to improve some aspects of the response of the original model, this paper describes a new constitutive model for joints and interfaces in which cohesive behavior based on the theory of scalar damage is combined with frictional behavior formulated in the framework of non-associated plasticity. A few verification examples are presented to show the good performance of the model developed. On the one hand, some typical loading scenarios results are considered: pure tension, combined tension-shear, shear test with constant compression. Furthermore, experimental test found in the literature have been reproduced with numerical simulation. The results have been contrasted with the experimental curves.

KEYWORDS: Interface elements, Constitutive law, Fracture.

1. INTRODUCCIÓN

En el análisis numérico de problemas ingenieriles mediante el método de los elementos finitos (MEF), con frecuencia resulta conveniente el empleo de elementos junta sin espesor a fin de representar adecuadamente las discontinuidades y la fisuración. En la bibliografía pueden encontrarse diferentes propuestas de leyes de interfases que consideran diversos aspectos complejos del comportamiento mecánico, tales como el acoplamiento de los efectos normal/corte, con incorporación de conceptos de fractura, efectos de la dilatancia, respuesta frente a acciones cíclicas, cierre y reapertura de fisuras ([1-5], entre otros).

Dentro del grupo de investigación de la ETSECCPB-UPC, desde hace años se ha venido desarrollando un modelo constitutivo de junta basado en la teoría de la elasto-plasticidad y en conceptos de la Mecánica de Fractura [6,7]. Esta ley constitutiva, incorporada como comportamiento de elementos junta, ha sido ampliamente empleada y contrastada en diversos análisis de estructuras y mesoestructuras de hormigón y otros materiales cuasifrágiles. Sin embargo, presenta algunas limitaciones para representar comportamientos en diversos ciclos de carga-descarga-recarga. Por ejemplo, en estados de carga de tracción pura o tracción/corte, al producirse una descarga las fisuras se cierran de forma total o parcial, aspecto que no puede ser representado por una ley elastoplástica en la cual la descarga se produce

según la dirección de la rigidez inicial. También, en situaciones de carga de corte con compresión constante presenta alguna limitación debido a que un cambio de la orientación del desplazamiento de corte, no permite una recuperación de dilatancia.

Con el objetivo de mejorar estos aspectos de la respuesta del modelo original, en este trabajo se presenta un modelo constitutivo de junta en el cual se combina, en una formulación acoplada en paralelo, por un lado, un comportamiento cohesivo basado en la teoría de daño escalar, y, por otro lado, un comportamiento friccional con dilatancia.

En la sección 2 se presenta la formulación de la nueva ley de junta. En la Sección 3 se muestran las principales características de la ley mediante una serie de ejemplos de verificación bajo algunos estados de carga típicos: tracción pura, tracción-corte y corte con compresión constante. En la sección 4 se ha reproducido mediante simulación numérica un ensayo experimental de corte con compresión constante donde se efectúan varios ciclos de carga y descarga a fin de investigar el comportamiento mecánico de juntas rugosas de rocas [8].

2. LEY CONSTITUTIVA DE JUNTA

La ley constitutiva, incorporada como comportamiento de elementos junta, está basada en la teoría de daño, la elastoplasticidad y en conceptos de la mecánica de fractura. El comportamiento 2D está formulado en términos de las componentes normal y tangencial de las tensiones en el plano de la junta $\sigma = [\sigma_N, \sigma_T]^t$ y los correspondientes desplazamientos relativos, $r = [r_N, r_T]^t$ ($t =$ transpuesta) (figura 1).

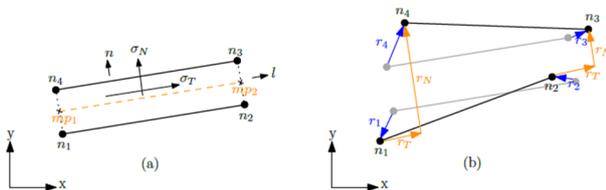


Figura 1. Representación 2D de (a) las variables de tensiones y (b) los desplazamientos relativos de los elementos junta; n_i son los nodos del elemento y mp_i son los puntos nodales en el plano medio del elemento.

En este modelo se combina un comportamiento cohesivo basado en la teoría de daño escalar con un comportamiento friccional, a fin de reproducir el comportamiento mecánico no lineal de la junta desde la microfisuración hasta la formación completa de la fisura. Para esto, se considera un área representativa A de la zona de proceso de fractura (*fracture process zone, FPZ*), que se puede dividir en una zona no dañada (A_u) y en una zona dañada (A_d), como se muestra en la figura 2. En la parte no dañada la interfase está completamente intacta, mientras que en la parte dañada el contacto se produciría solo por fricción. Considerando un coeficiente de daño D como A_d/A se puede escribir:

$$A = A_u + A_d \tag{1}$$

donde,

$$A_u = (1 - D)A \quad \text{y} \quad A_d = DA \tag{2}$$

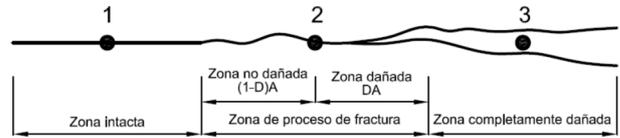


Figura 2. Área representativa de una junta.

En la figura 2 se pueden apreciar las tres situaciones posibles que pueden presentarse:

- punto 1: zona completamente intacta en la que $A_u = A$; $A_d = 0$ y $D = 0$,
- punto 2: zona de proceso de fractura que presenta una zona no dañada y otra dañada y $0 < D < 1$,
- punto 3: zona donde la fisura está completamente formada, con $A_d = A$; $A_u = 0$ y $D = 1$.

La ley constitutiva de la junta se establece en un contexto de homogenización en términos de tensiones y desplazamientos relativos nominales o promedio. Los desplazamientos relativos se consideran constantes sobre el área representativa de la junta. Por lo tanto,

$$r^u = r^d = r = [r_N, r_T]^t \tag{3}$$

donde, r^u y r^d son los vectores de los desplazamientos relativos en la parte no dañada y dañada, respectivamente, y r_N y r_T las componentes normal y tangencial de los desplazamientos relativos, respectivamente.

Por su parte, el vector de tensiones nominal sobre el área representativa de la junta se obtiene mediante la contribución ponderada de las tensiones en las zonas no dañada y dañada, que viene dada por la siguiente expresión:

$$\sigma = (1 - D)\sigma^u + D\sigma^f \quad ; \quad \sigma = [\sigma_N, \sigma_T]^t \tag{4}$$

donde, σ^u representa las tensiones en la zona no dañada; $\sigma^D = (1-D)\sigma^u$ son las tensiones que vienen determinadas mediante el modelo de daño escalar que se presenta en el siguiente apartado 2.1, en el que también se define la evolución de D ; σ^f son las tensiones que se obtienen mediante el modelo friccional con dilatancia (apartado 2.2).

2.1. Modelo de daño escalar

Los modelos basados en la elastoplasticidad (figura 3a) y en la teoría de daño elástico (figura 3b) representan dos extremos de idealización del material que son simplificaciones del comportamiento típico observado experimentalmente. El comportamiento observado en los materiales cuasifrágiles presenta una característica intermedia en la que tienen lugar ambos efectos: degradación de la rigidez y deformaciones plásticas remanentes (figura 3c).

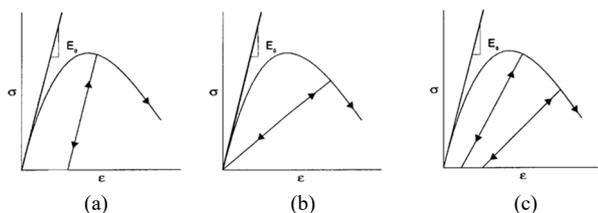


Figura 3. Curvas típicas σ - ϵ : a) elastoplasticidad, b) daño, c) combinación de plasticidad y daño.

Se propone un modelo del tipo de la figura 3c que combina ambos efectos, con un daño isotrópico en el que la degradación de la matriz de rigidez depende de la evolución de una única variable de tipo escalar, de manera que todas las componentes del tensor de rigidez se reducen con el mismo coeficiente $(1-D)$.

Para el modelo de junta con daño escalar, la expresión de la matriz de rigidez degradada queda:

$$\mathbf{K}^{deg} = (1 - D)\mathbf{K}^0 \quad ; \quad \mathbf{K}^0 = \text{diag}[K_N, K_T] \quad (5)$$

en la que D es la variable de daño que varía de 0 a 1 y la matriz de rigidez elástica \mathbf{K}^0 se supone como una matriz diagonal constituida por los coeficientes constantes K_N y K_T en las direcciones normal y tangencial, respectivamente.

Se introduce una variable de daño logarítmico L (variable interna del modelo) definida como [9,10]:

$$L = \ln \frac{1}{1-D} \quad ; \quad D = 1 - e^{-L} \quad (6)$$

que varía entre 0 e ∞ y nos permite reescribir la expresión (5) como:

$$\mathbf{K}^{deg} = e^{-L}\mathbf{K}^0 \quad (7)$$

Se ha adoptado como criterio de fractura F una hipérbola definida en el espacio de las tensiones normal y tangencial, expresada de la siguiente forma [11]:

$$F = -(c - \sigma_N \tan \phi) + \sqrt{\sigma_T^2 + (c - \chi \tan \phi)^2} \quad (8)$$

que depende también de tres parámetros: la resistencia a tracción χ , y los parámetros $\tan \phi$ y c de la asíntota que representan el ángulo de fricción y la cohesión aparente, respectivamente. Una vez iniciada la fisuración, la superficie de fractura se contrae mediante el decrecimiento de los parámetros de la hipérbola en función de unas leyes que dependen del trabajo consumido durante el proceso de fractura. Para controlar el proceso de fractura, el modelo posee un parámetro que representa la energía de fractura clásica en modo I, G_F^I .

La evolución de la resistencia a tracción (χ) viene dada por $\chi = \chi_0(1 - V_h)$, donde V_h es una variable de historia que depende de la variación de χ con dL ; por su parte, la evolución de la cohesión aparente c se produce de tal forma que da lugar a una traslación de la hipérbola hasta el origen (reblandecimiento cinemático) cuya expresión es $c = c_0 - \tan \phi (\chi_0 - \chi)$, y finalmente el parámetro del ángulo de rozamiento interno ($\tan \phi$) permanece constante a lo largo de

todo el proceso de degradación.

Por lo tanto, a partir de la hipérbola inicial, la superficie se traslada en función del decrecimiento de χ hasta alcanzar el estado final de la hipérbola con vértice en el origen (como se muestra en la figura 4) cuando se agota la resistencia a tracción y la variable de daño $D = 1$.

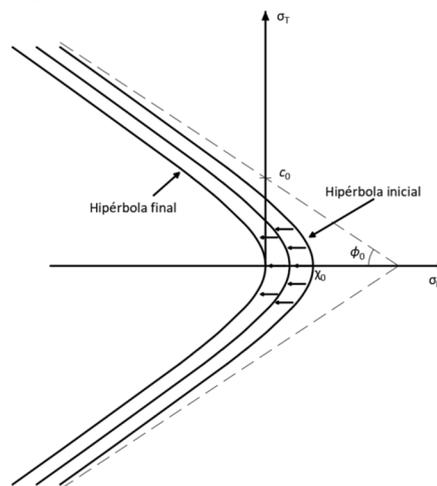


Figura 4. Evolución de la superficie de fractura del modelo de daño definida por una traslación de la hipérbola (reblandecimiento cinemático).

El incremento del vector desplazamiento relativo puede expresarse como:

$$d\mathbf{r} = d\mathbf{r}^e + d\mathbf{r}^{dd} + d\mathbf{r}^{dp} \quad (9)$$

donde $d\mathbf{r}^e$ es la componente elástica y $d\mathbf{r}^{dd}$ y $d\mathbf{r}^{dp}$ son las componentes de daño y plasticidad, respectivamente. La regla de flujo de estos últimos términos puede expresarse como:

$$d\mathbf{r}^{dd} = \mathbf{m}^d d\lambda \quad ; \quad d\mathbf{r}^{dp} = \mathbf{m}^p d\lambda \quad (10)$$

$$d\mathbf{r}^{dd} + d\mathbf{r}^{dp} = \mathbf{m}^{dp} d\lambda \quad ; \quad \mathbf{m}^{dp} = \mathbf{m}^d + \mathbf{m}^p \quad (11)$$

donde \mathbf{m}^{dp} define la dirección y $d\lambda$ es el multiplicador inelástico/plástico, que determina la magnitud.

En la forma en que se ha formulado el modelo de daño escalar isotrópico [9,10], el multiplicador $d\lambda$ puede identificarse con el incremento del daño logarítmico dL . De esta forma, el valor de L se obtiene mediante la sumatoria (integración) de todos los $d\lambda$.

El modelo tiene tres parámetros cuya influencia se verá en los ejemplos de la sección 3: n que es un factor exponencial que afecta la ley de decaimiento de χ , y los coeficientes β y γ que son factores que afectan a los desplazamientos relativos plásticos.

2.2. Modelo de comportamiento friccional con dilatación

En la bibliografía se encuentran diversas propuestas de leyes constitutivas de un comportamiento friccional tipo Coulomb (sin cohesión) con dilatación, utilizadas para simular el comportamiento de discontinuidades geológicas o juntas en rocas, generalmente

implementadas dentro de un código de elementos finitos. En este trabajo se ha adoptado la propuesta de Snyman y Martin (1992) [12], cuya formulación considera que no se produce ninguna degradación de las asperezas (la dilatación se mantiene constante). Las irregularidades de las superficies de contacto de la junta se han idealizado en forma de dientes de sierra orientados con un ángulo μ respecto del plano de la junta. Nuestro modelo permite simular el efecto que se produce en ciclos de carga-descarga de desplazamientos tangenciales que al regresar al origen da lugar a un desplazamiento normal residual (*bulking effect*), que se tiene en cuenta con el desplazamiento plástico del modelo de daño. Este efecto se ha detectado en ensayos experimentales.

3. VERIFICACIÓN CONSTITUTIVA

Se presentan resultados del comportamiento conjunto de la combinación en paralelo de los modelos de daño y friccional, presentados en la sección anterior. El modelo ha sido implementado mediante un conjunto de subrutinas constitutivas para el análisis en dos dimensiones. Dichas subrutinas únicamente llevan a cabo el cálculo de las tensiones en función de los desplazamientos relativos y son llamadas desde un programa principal que realiza un proceso iterativo cuando algún grado de libertad prescrito corresponde a las tensiones. Se muestran resultados bajo cargas de tracción pura, tracción-corte y corte con compresión constante. Los parámetros de referencia son: $K_N = K_T = 10000$ MPa/mm; $\chi_0 = 3$ MPa; $c_0 = 7$ MPa; $\tan\phi_0 = 0.8785$; $G_F^I = 0.03$ N/mm; $n = 2$; $\tan\mu = 0.1763$.

3.1. Tracción pura

Se imponen incrementos del desplazamiento relativo normal exclusivamente. En la figura 5 (superior) se presentan los resultados variando el valor del parámetro n , que resulta lineal para el valor unitario y con curvaturas crecientes con el aumento de su valor. En la figura 5 (inferior) se muestra la influencia de la energía de fractura (el área encerrada bajo cada curva completa es igual al valor prescrito de G_F^I).

En la figura 6 se muestran resultados cuando se prescriben en primer lugar incrementos positivos del desplazamiento relativo normal hasta un punto determinado, a partir del cual se produce la descarga y carga en compresión seguido de posteriores recargas/descargas. Se muestran resultados de la variación de los parámetros B ($\beta/(1 - \beta)$) y γ , actuando separadamente, los cuales proporcionan distintos valores del desplazamiento relativo plástico; β es un coeficiente que varía desde 0 (caso de daño puro con descarga secante al origen) hasta 1 (caso elasto-plástico con descarga elástica) y γ es un escalar positivo que gobierna la descarga plástica del modelo, que al final de la curva con $\sigma_N = 0$ establece las veces que la deformación plástica incrementa el desplazamiento de la tensión máxima. Se puede apreciar en la figura que al pasar a la zona de compresión se produce una restitución de la

rigidez inicial tanto en carga como en descarga en todos los ciclos.

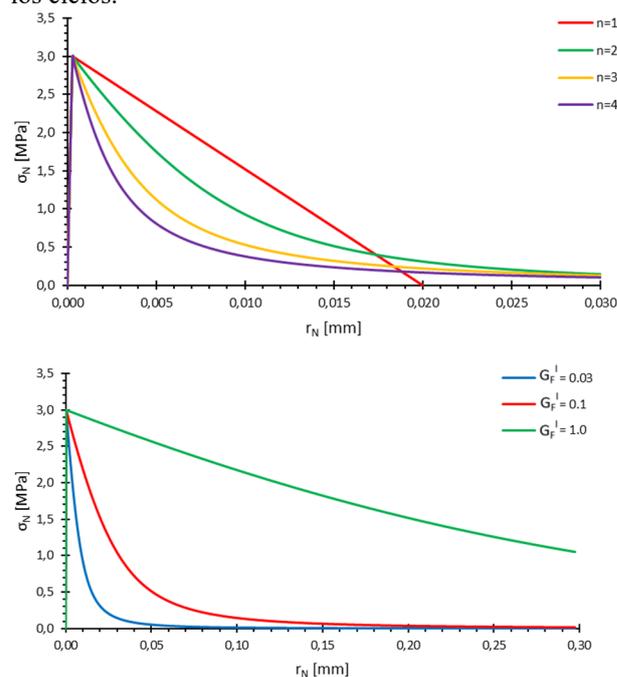


Figura 5. Tracción pura. Variación del coeficiente n y de la energía de fractura G_F^I .

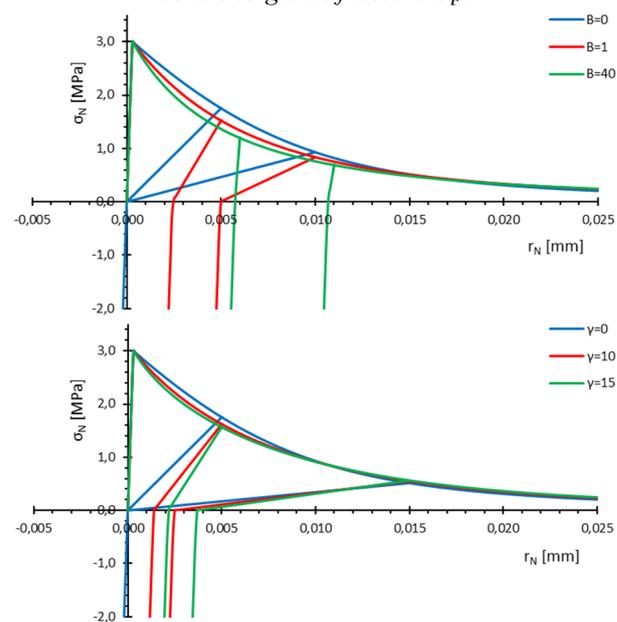


Figura 6. Tracción pura. Variación de los coeficientes B y γ .

3.2. Tracción/corte

Se imponen simultáneamente desplazamientos relativos normal y de corte en una relación fija normal/corte de 30° para dos valores de γ . Los resultados obtenidos se muestran en la Figura 7 en gráficos σ_N - r_N y σ_T - r_T , para diferentes ciclos de carga-descarga-recarga. Se puede apreciar en ambos gráficos que el comportamiento de las tensiones normales y tangenciales resulta similar al caso de tracción pura, y que al pasar a la zona de compresión se produce una restitución de la rigidez inicial.

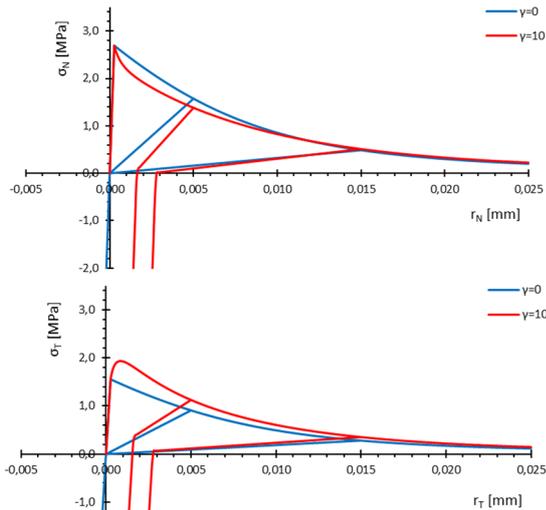


Figura 7. Tracción/corte a 30°.

3.3. Corte con compresión constante

Inicialmente se impone una tensión de compresión $\sigma_N = -2$ MPa y posteriormente se aplican incrementos de r_T manteniendo constante la compresión. En la Figura 8 se presentan resultados de σ_T en función de r_T (superior) y de la evolución de la dilatancia representada por la relación entre r_N y r_T (inferior). Se muestran resultados para distintos valores de γ , en los cuales se aprecia que no afecta al comportamiento σ_T-r_T , pero tiene un efecto claro en el desplazamiento normal (para $\gamma=0$ no hay desplazamiento normal residual). En la figura 8 superior se puede apreciar la acción conjunta de los modelos de daño y fricción; al incrementar el alcance de los desplazamientos relativos de corte, la junta aumenta su degradación hasta casi agotar el aporte del modelo de daño ($D \cong 1$), con lo cual la junta estaría completamente dañada (el último ciclo muestra prácticamente sólo efectos de fricción).

4. COMPARACIÓN CON RESULTADOS EXPERIMENTALES

En [8] se ha realizado una serie de ensayos bajo cargas de corte cíclico a fin de estudiar el comportamiento mecánico de juntas rugosas de rocas. En particular, han estudiado el comportamiento de la interfase de dos bloques de granito. Inicialmente se aplica una carga normal de compresión en el bloque superior que genera una tensión normal de 1 MPa, y posteriormente se aplican dos ciclos de cargas de corte mientras la carga normal se mantiene constante. Para la simulación numérica del ensayo se han utilizado los siguientes parámetros del modelo: $K_T = 1.5$ MPa/mm; $c_0 = 1.5$ MPa; $\tan\phi_0 = 0.9$; $G_F^I = 0.44$ N/mm; $n = 2$; $\tan\mu = 0.1405$ ($\mu = 8^\circ$); $B = 0$; $\gamma = 0.9$. En las figuras 9 y 10 se comparan los resultados experimentales y los numéricos.

En la figura 9 se presentan los diagramas σ_T-r_T para el primer ciclo (superior) y el segundo ciclo (inferior). Se observa en el primer ciclo, que el modelo captura adecuadamente el comportamiento de reblandecimiento

seguido de la descarga de fricción y el comportamiento en la zona de tensiones de corte de signo negativo. Se puede apreciar claramente la concordancia entre experimento y modelo en el salto de las tensiones de corte en la transición de la descarga hasta el punto de inicio y el comienzo de la zona de ascenso de las asperidades del sentido opuesto. En el segundo ciclo de carga, lógicamente ha desaparecido el valor de pico de la tensión cortante y el comportamiento se mantiene aproximadamente en los valores residuales de cortantes, propios del comportamiento friccional que ya se había alcanzado en el primer ciclo.

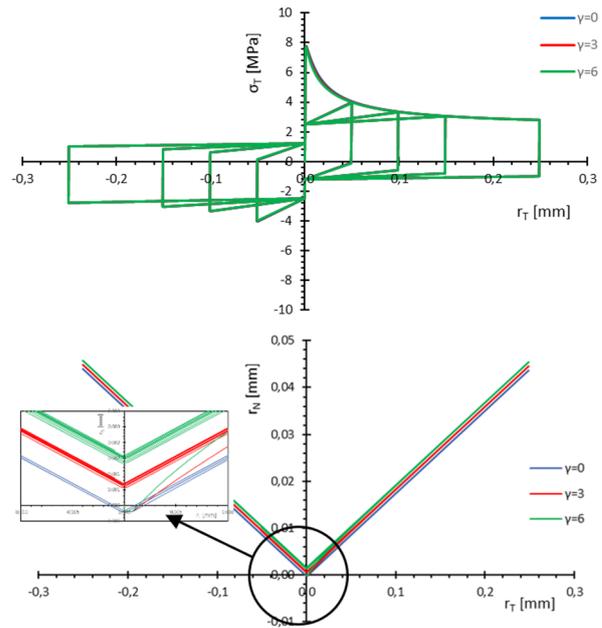


Figura 8. Corte con compresión constante para diferentes ciclos de carga-descarga-recarga: curva σ_T-r_T (superior) y diagrama r_N-r_T (inferior).

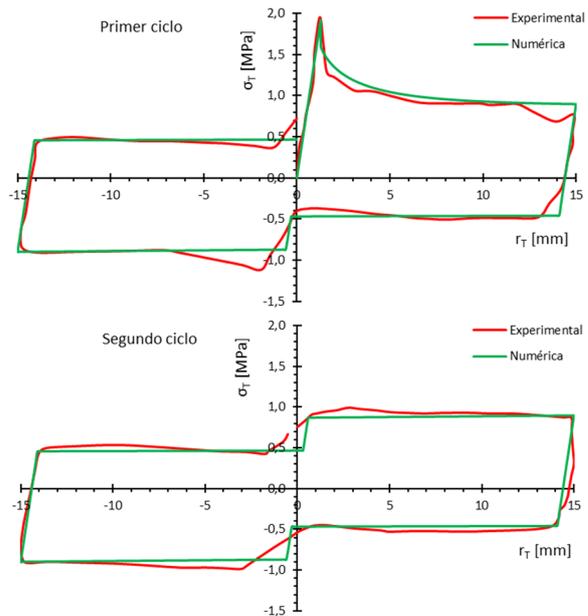


Figura 9. Diagramas σ_T-r_T para el primer ciclo (superior) y el segundo ciclo (inferior) de carga-descarga-recarga.

En la figura 10 se presentan los resultados experimentales y numéricos en términos de r_N-r_T para ambos ciclos de carga. Los experimentos muestran la fase inicial debida a la carga de compresión constante y luego los sucesivos ciclos de crecimiento y retorno de la dilatancia. Los resultados numéricos muestran las deformaciones iniciales de compresión y un comportamiento de dilatancia que concuerda cualitativamente con el experimental, si bien debido a que el modelo aún no contempla la posibilidad de degradación de las asperezas, presenta el mismo desarrollo en ambos ciclos, con valores de dilatancia más concordantes con el comportamiento experimental del segundo ciclo para el valor adoptado del ángulo μ . Se aprecia en los experimentos el *bulking effect*, que se captura en el modelo con el valor de γ .

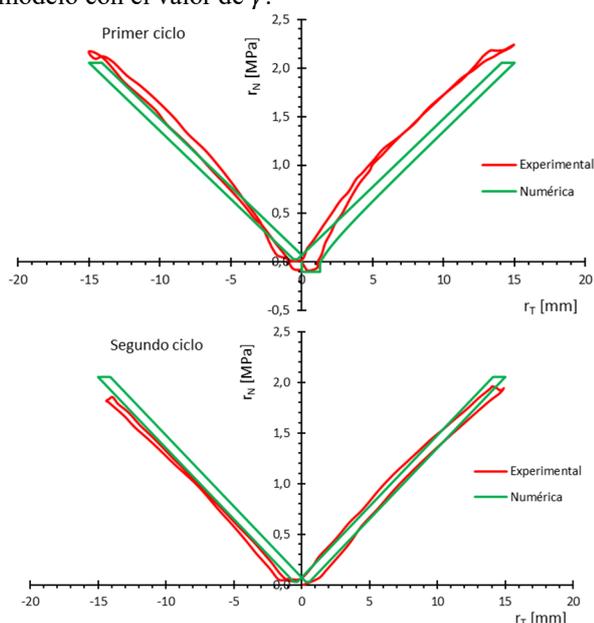


Figura 10. Diagramas r_N-r_T para el primer ciclo (superior) y el segundo ciclo (inferior).

5. CONCLUSIONES

En este trabajo se ha desarrollado un modelo constitutivo de junta en el cual se combina un comportamiento cohesivo basado en la teoría de daño escalar con un comportamiento friccional con dilatancia. Los resultados de verificación que incluyen estados de tracción muestran el efecto del modelo de daño con rama de reblandecimiento y descarga según una rigidez degradada en cada ciclo (en función del parámetro de desplazamiento plástico elegido), y que al pasar a la zona de compresión produce una restitución de la rigidez inicial tanto en carga como en descarga. En situaciones de carga de corte con compresión constante, el modelo reproduce el salto de las tensiones cuando se pasa por el origen y cambian las inclinaciones de las asperezas, y también reproduce la restitución de la dilatancia en ciclos de carga y descarga.

Se han realizado simulaciones numéricas para reproducir el comportamiento detectado en un ensayo experimental real. Se ha obtenido una concordancia apreciable entre

los resultados numéricos y el comportamiento experimental.

AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen al MCI (Madrid) la ayuda recibida a través del proyecto de investigación PID2020-117933 RB-100 y a AGAUR/Generalitat de Catalunya (Barcelona) a través del proyecto 2021SGR-00610.

REFERENCIAS

- [1] E. Puntel, G. Bolzon, V.E. Saouma, *Fracture Mechanic Based Model for Joints under Cyclic Loading*, Journal of Engineering Mechanics 132 (11) (2006) 1151-1159.
- [2] J.S. Jacobsen, P.N. Poulsen, J.F. Olesen, K. Krabbenhoft, *Constitutive mixed mode model for cracks in concrete*, Engineering Fracture Mechanics 99 (2013) 30-47.
- [3] A.D. Jefferson. *Tripartite Cohesive Crack Model*, Journal of Engineering Mechanics 128 (6) (2002) 644-653.
- [4] A. Spada, G. Giambanco, P. Rizzo, *Damage and plasticity at the interfaces in composite materials and structures*, Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering 198 (49-52) (2009) 3884-3901.
- [5] G. Alfano, S. Marfia, E. Sacco, *A cohesive damage-friction interface model accounting for water pressure on crack propagation*, Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering 196 (1-3) (2006) 192-209.
- [6] I. Carol, P.C. Prat, C.M. López, *A normal/shear cracking model. Application to discrete crack analysis*, J. of Engng. Mech., 123 (8) (1997), 765-773.
- [7] I. Carol, C.M. López, O. Roa, *Micromechanical analysis of quasi-brittle materials using fracture-based interface elements*, Int. J. Num. Meth. Engng., 52 (2001), 193-215.
- [8] H.S. Lee, Y.J. Park, T.F. Cho, K.H. You, *Influence of asperity degradation on the mechanical behavior of rock joints under cyclic shear loading*, Int. J. Rock Mech. Min. Sci. 38 (2001), 967-980.
- [9] I. Carol, E. Rizzi, K. Willam, *A unified theory of elastic degradation and damage based on a loading surface*, International Journal Solids Structures. 31 (1994), 2835-2865.
- [10] I. Carol, E. Rizzi, K. Willam, *On the formulation of anisotropic elastic degradation. I: theory based on a pseudo-logarithmic damage tensor rate*, Int. J. Solids Struct. 38 (4) (2001), 49-518.
- [11] A. Caballero, K. Willam, I. Carol, I., *Consistent tangent formulation for 3D interface modeling of cracking/fracture in quasi-brittle materials*. Comput. Methods Appl. Mech. Engrg., 197 (33-40) (2008), 2804-2822.
- [12] M.F. Snyman, J.B. Martin, *A consistent formulation of a dilatant interface*. Num. Anal. Meth. Geomech, V16, N7 (1992), 493-527.

IMPROVEMENTS IN THE BRAZILIAN TEST: A NOVEL APPROACH AND COMPREHENSIVE ANALYSIS WITH DIC AND STRAIN GAUGES

Vaibhav W. Masih*, Gonzalo Ruiz, Rena C. Yu, Ángel De La Rosa

ETSI Caminos, C. y P- — Universidad de Castilla-La Mancha
Avda. Camilo José Cela s/n, 13071 Ciudad Real, Spain
* email: vaibhavwillson.masih@uclm.es

RESUMEN

Esta investigación introduce un enfoque innovador para evaluar la resistencia a la tracción del hormigón reforzado con fibras de acero (SFRC) con probetas cúbicas, mejorando la precisión y fiabilidad del tradicional ensayo brasileño. Proponemos un novedoso mecanismo de transferencia de carga en forma de T equipado con una rótula para minimizar la excentricidad de la carga. Este mecanismo mejora significativamente la precisión de las mediciones de resistencia a la tracción indirecta para las muestras de SFRC. El estudio también integra la tecnología de Correlación Digital de Imágenes (DIC) con el ensayo de tracción indirecta para medir con precisión la deformación y la evolución de las grietas dentro de las probetas. La adición de bandas extensométricas proporciona un conjunto de datos completo para comparación y análisis. La tecnología DIC permite evaluaciones detalladas del campo de desplazamientos y de deformaciones, abordando las limitaciones del ensayo brasileño en identificar con precisión el inicio de la formación de grietas.

PALABRAS CLAVE: Ensayo brasileño, hormigón reforzado con fibras, DIC, análisis de propagación de fisuras, fractura cohesiva

ABSTRACT

The research introduces an innovative approach for evaluating the tensile strength of steel fiber reinforced concrete (SFRC) on cubic specimens by improving the precision and reliability of the traditional Brazilian test. It proposes a novel T-shaped load transfer mechanism equipped with a hinge system to minimize the loading eccentricity and guide crack propagation predictably at its center. This mechanism significantly enhances the accuracy of indirect tensile strength measurements for SFRC specimens. The study also integrates Digital Image Correlation (DIC) technology with the split tensile test to precisely monitor deformation and crack evolution within the specimens. We also use strain gauges to obtain a comprehensive data set for comparison and analysis. DIC technology allows for detailed assessments of full-surface displacement and in-plane strains, addressing the Brazilian test's shortcomings in accurately identifying the onset of cracking.

KEYWORDS: Brazilian Test, Fiber Reinforced Concrete, DIC, Crack Propagation Analysis, Cohesive Fracture

1. INTRODUCTION

The direct tensile test is identified as the most accurate method to measure the tensile strength of concrete, but its application is complicated by challenges in applying a uniform tensile load to concrete specimens. Consequently, this method is seldom used, as indicated by the limited guidelines for its implementation, such as CRD C 164 and RILEM TC 162 [1,2]. Instead, alternative approaches like the bending test (with center-point or third-point loading) and indirect tensile tests, including the Brazilian test (diametral compression test) and the Barcelona test, are commonly employed to assess concrete's tensile strength [3].

The values derived from these alternative tests, however, do not directly correlate. Bending tests are influenced by the surface tensile strength and moisture content of the

beam, while the Brazilian test, offers results more akin to direct tensile tests due to the uniform stress distribution across the specimen. This test is preferred for its simplicity, cost-effectiveness, and applicability to various specimen shapes, supported by numerous standards like UNE-EN 12390-6, ASTM C-496, and CPC6 [4].

The Brazilian test, noted for its simplicity and cost-effectiveness, is preferred despite its tendency to result in sudden specimen failure, which limits analysis of post-cracking behavior. Some modifications to this test have been made to control crack propagation and enable the study of concrete's behavior under tension.

This paper introduces a novel approach that combines a T-shaped load transfer mechanism, hinges, and comprehensive analysis using Digital Image Correlation (DIC)

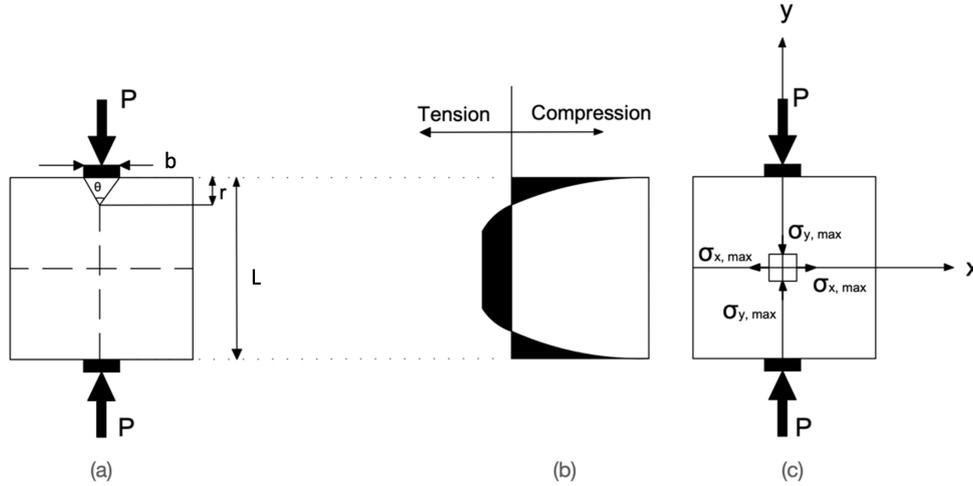


Figure 1: Factors considered in calculating the stress experienced by a cubic specimen under tension (b) distribution of horizontal stress (σ_x) in the loading plane (c) location of max. stresses produced by loads.

and strain gauges. This methodology aims to provide engineers with a straightforward model for determining the tensile stress-strain curve of concrete based on the Brazilian test outcomes. By integrating a 2D-DIC system, the study captures and analyzes complex deformation patterns in Steel Fiber Reinforced Concrete (SFRC) samples. The approach allows for detailed examination of failure loads, displacements, strain fields, and fracture patterns, improving the understanding of concrete's behavior under tensile stress and enhancing the reliability of tensile strength evaluations.

2. METHODOLOGY

2.1 Modified Brazilian Test

The Brazilian test is a critical evaluation technique used to measure the indirect tensile strength of materials like concrete and rock. This method applies a load along two diametrically opposite generatrices of a cylindrical specimen, generating a biaxial stress state within the material. Theoretical frameworks for stress distribution have been developed through various approaches, including elasticity theory, finite elements method, and strut-and-tie models. A key consideration in the Brazilian test is the application of load across a specified width ($2t$) on a cylinder of diameter d and length l . For cases where $2t < d/10$, the vertical and horizontal stress components at the cylinder's center can be estimated through following equations [5]:

Vertical stress (σ_r):

$$\sigma_r = \frac{-2P}{\pi ld} \left[\frac{d}{4t} (\theta + \sin\theta) + \frac{d}{(d-r)} - 1 \right] \quad (1)$$

Horizontal stress (σ_θ):

$$\sigma_\theta = \frac{-2P}{\pi ld} \left[1 - \frac{d}{4t} (\theta - \sin\theta) \right] \quad (2)$$

where P is the applied load, and θ represents the angle covering the loaded area to the analyzed point.

The variable θ represents the angle spanning the area subjected to load up to the evaluated point, as depicted in Fig. 1a. Fig 1b illustrates the stress distribution along the cubic specimen vertical side, revealing that the tensile stress remains nearly constant across approximately 75% of the length. It is assumed that the load's effect is focused along two opposed generatrices (see Fig. 1c, allowing for the calculation of the maximum vertical ($\sigma_{y,max}$) and horizontal ($\sigma_{x,max}$) stresses at the cube's center:

$$\sigma_{y,max} = \frac{-6P}{\pi ld} \quad (3)$$

$$\sigma_{x,max} = \frac{2P}{\pi ld} \quad (4)$$

These stress components are critical for calculating the indirect tensile strength (f_{st}) of the material, which is determined using the peak load (P_{max}) as follows:

$$f_{st} = \frac{2P_{max}}{\pi ld} \quad (5)$$

In traditional Brazilian Tensile Strength (BTS) testing, flat platens were the standard. However, newer findings suggest that curved platens might offer a better approach by reducing the contact forces at the loading points, thus minimizing the potential for crushing. It's interesting to note that the material's elastic characteristics remain unchanged regardless of the loading setup. Yet, the introduction of curved platens brings about its own set of challenges, such as test control stability and the limitation of specimen shape to cylinders. This is less than ideal for testing Steel Fiber Reinforced Concrete (SFRC), where cubic specimens are preferred due to their advantageous fiber alignment.

In this study, we opted for cubic specimens measuring 100 mm on each side. To apply the compressive force, we utilized a T-shaped loading device, equipped with two 3D-printed plastic fillers with a notably low elastic modulus (just 0.1% of that of concrete), and a hinge to mini-

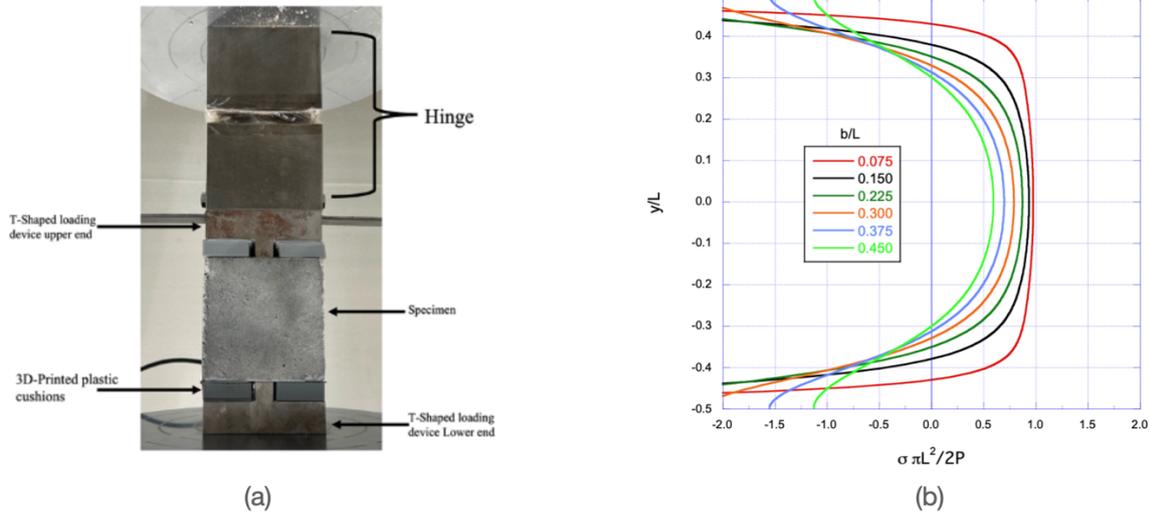


Figure 2 : a) Setup configuration of modified Brazilian test; b) elastic stress profile curves for different width of bearing strip.

mize any off-center loading effects. The setup for this experiment is visually detailed in Figure 2a. The bearing surface width of the T-shaped loader was carefully chosen to be 15% of the cube's side length ($b = 0.15 L$). This choice strikes a balance between ensuring the stability of the test setup and achieving the desired distribution of tensile stresses within the specimen, as depicted in Figure 2b. The experiments were conducted using a 1MN servo hydraulic universal testing machine (Instron 8801) at the Materials and Structures Laboratory of the Civil Engineering School at the University of Castilla-La Mancha, Ciudad Real, Spain, ensuring both precision and reliability in our findings.

The impact of the loading area's width on tensile strength, revealing that strength variations can reach up to 25% in cylinders and 35% in cubes based on the loading area's width. They utilized a cohesive crack model approximation to identify strength value differences as high as 30%, in accordance with various international standards including ASTM C-469, ISO 4105, and BS 1881-117 [8].

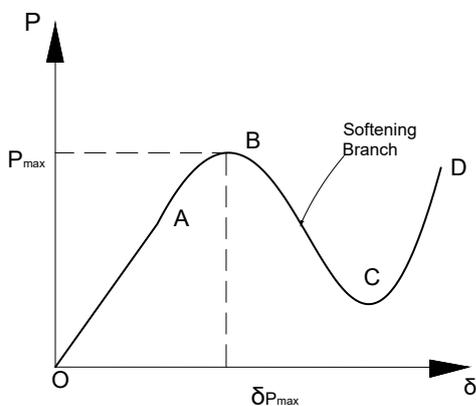


Figure 3: Typical P - δ curve obtained with the Brazilian test.

On the other hand, observing the typical P - δ curves obtained with the indirect tensile tests with crack opening control introduced in several publications, shown in Fig. 3, including stages subsequent to the stage of maximum load, four stretches can be identified [6-8]:

1. *Initial Linear Response.* P - δ curves from indirect tensile tests show a linear load increase up to about 80-85% of maximum capacity (P_{max}), mirroring uniaxial tensile test behaviors. This stage highlights the material's resistance prior to the onset of cracking.

2. *Non-linear Behavior Pre-Peak.* Following the formation of the initial crack, the material demonstrates a non-linear response attributed to a reduction in stiffness, which persists until the peak load is attained. Utilizing Digital Image Correlation (DIC) facilitates a better understanding of the stress distribution during this phase.

3 *Load Reduction and Crack Propagation.* Post-peak load, the material enters a softening phase where the load decreases gradually as the crack expands across the section, distinct from the rapid drop in direct tensile tests.

4 *Constant Load Plateau Phase.* With the crack fully spanning the section, the specimen stabilizes at a relatively constant load, around 60% of P_{max} , as it continues to separate under compression.

2.2 Crack initiation detection

DIC was utilized to identify early micro-cracks in SFRC, aligning with strain gauge data. Cracking was detected at an opening of approximately 0.4 micrometers. Figure 5 shows a notable decline in the load-deflection curve marked the beginning of significant cracking, characterized by a load reduction before peak load and increased strains at the sample's center. The onset of cracking in the matrix is signaled by the drop in load during the pre-peak stage. The drop peak concurs with a rapid increase in strains at the center of the specimen. Figure 6 shows the

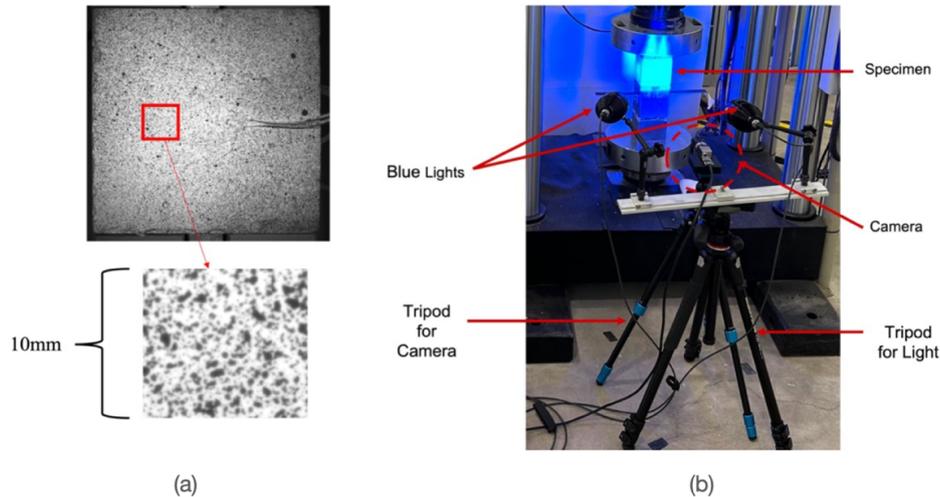


Figure 4: a) Speckles painted face of specimen and speckle size; b) Setup configuration of Aramis for DIC.

crack patterns of SFRC under static loading. DIC-1 shows the initiation of cracks and matrix failure, DIC-2 shows fracture propagation through the entire specimen from top to bottom, DIC-3 shows the fracture behavior at peak load, and DIC-4 shows the ultimate failure of the specimen. The research determined that initial cracking stress was 4.5 MPa, with SFRC's tensile strength at 7.4 MPa. Matrix cracking was observed at 61% of SFRC's tensile strength.

2.3 Digital Image Correlation (DIC) for Material Deformation Measurement

DIC is a powerful, non-contact method for measuring material deformation. It uses image registration algorithms to track the movement between points on a material's surface before and after deformation, allowing for analysis at scales ranging from meters to nanometers [13].

For accurate measurement, DIC relies on the ability to precisely track small image elements across a sequence of images. The success of this tracking largely depends on the texture quality of the object being studied. To facilitate this, samples are typically coated with a black-on-white speckle pattern using special DIC-compatible paint, which adheres well to the surface without affecting the material's stress response.

In experimental setups, DIC is often used alongside strain gauges to compare results. The setup involves positioning the sample, so its surface is directly facing the camera, using the Aramis system for capturing data. The placement of the Aramis optical module, following GOM's guidelines on distance based on the calibration template (usually around 290 mm), is critical for accurately recording in-plane deformations.

2.4 Optimizing DIC Systems: Setup and Post-Processing for Accurate Measurements

For optimal performance in DIC systems, careful selection of camera parameters such as focal length, setup distance, and field of view (FoV) is essential, given their intricate connection with intrinsic camera factors like CCD size. Achieving the right setup ensures the FoV aligns with the area of interest, following the guideline of 2–30 pixels per speckle. Brightness and contrast of the pattern are enhanced using a cold light LED source, with camera timers synchronized and a digital millisecond timer placed within the FoV to verify synchronization [9-12].

In post-processing for accurate DIC outcomes, prioritizing high-quality image acquisition is crucial. Utilizing GOM software and a calibration plate mitigates diffraction and optimizes aperture to lessen motion blur and enhance image contrast. The Aramis-2D system ensures detailed deformation tracking by capturing images every second until specimen fracture. GOM software processes these images to compute and visualize full-field displacements and strains, offering detailed insights into material behavior under stress through contour plots, displacement vectors, and strain maps.

3. RESULTS AND DISCUSSION

This section discusses the analysis of SFRC cube failures, showing the results through various graphs. These graphs include load versus displacement, stress versus strain (with strain measured by gauges), comparisons with DIC images, and peak load comparisons.

The study conducted six modified Brazilian tests following the methods described earlier. The tests produced graphs for each of the six samples, showing a significant drop in peak load, which indicates the beginning of cracks within the material. The exact peak loads and the moment they dropped are detailed in one of the figures, with displacement maps generated from DIC images

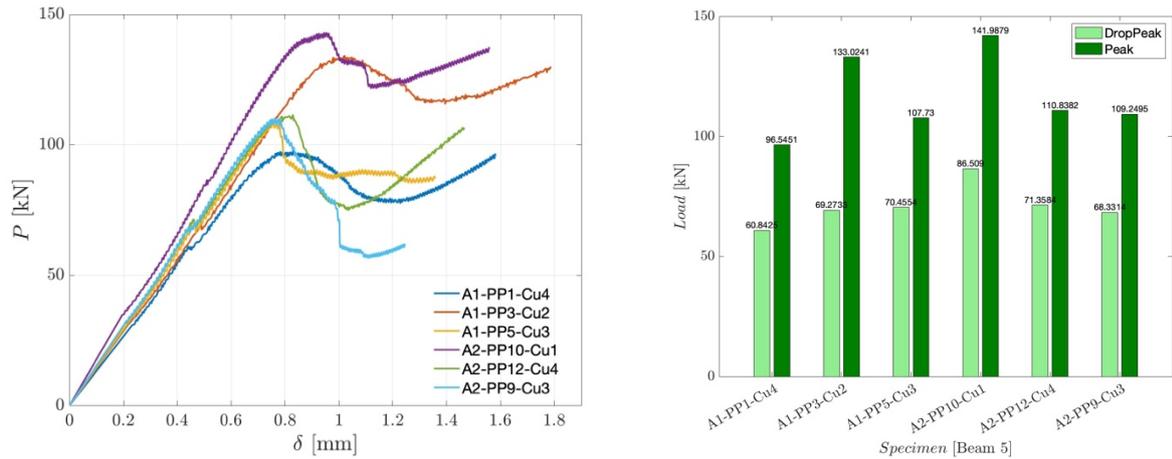


Figure 5: Load vs. displacement curves for six specimens tested, and bargraphs representing peak loads and drop-peak loads.

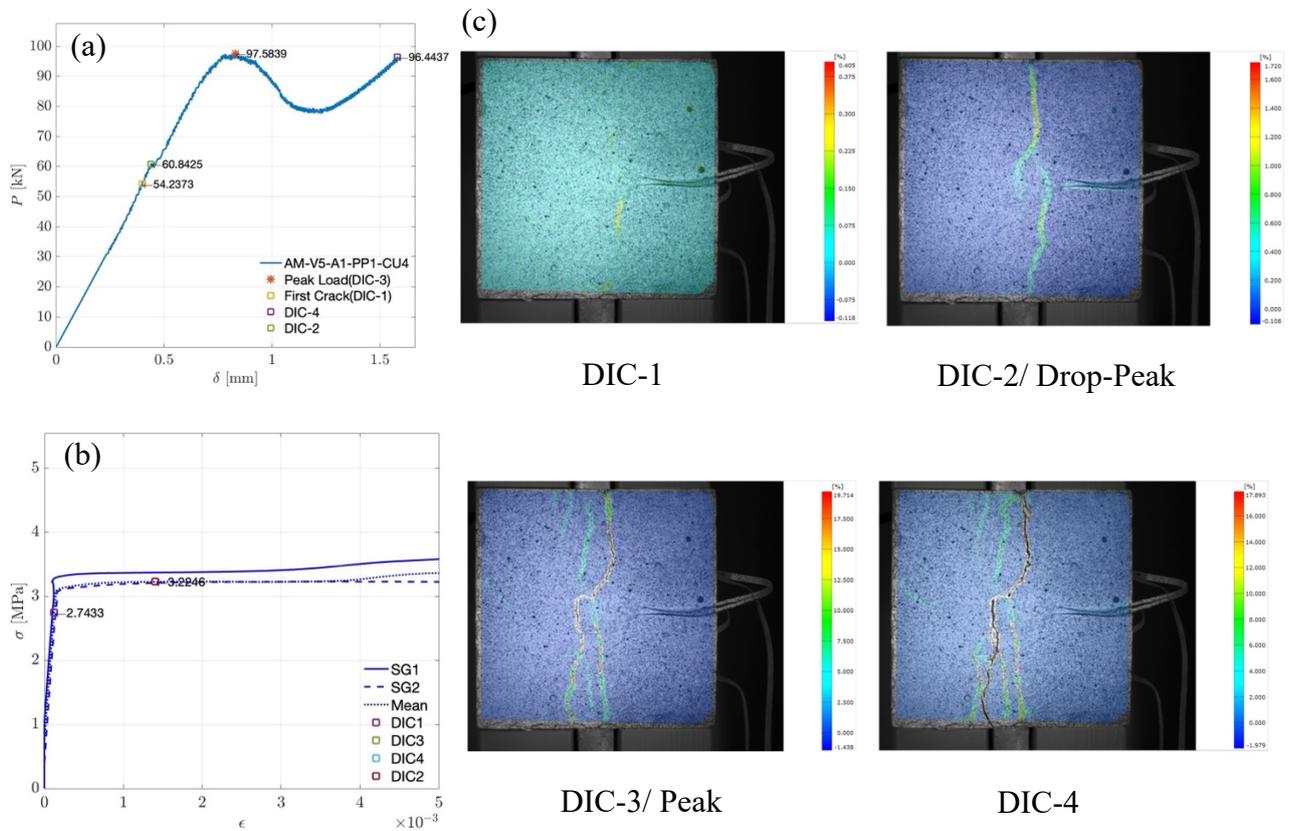


Figure 6: (a) Load vs. displacement (P - δ) and (b) stress vs. strain curves compared with (c) DIC images located on the (P - δ) curve.

taken during the tests. Lastly, the results of the SFRC tests under slow loading conditions were examined alongside data from DIC and strain gauges. One of the figures highlights the load versus displacement curves for the chosen samples, comparing these experimental outcomes.

4. CONCLUSIONS

This paper presents significant advancements in the Brazilian test for Steel Fiber Reinforced Concrete (SFRC) by introducing a novel approach to the traditional technique and the Digital Image Correlation (DIC) method was

used to study how cracks start and spread in SFRC, and this was compared with the traditional use of strain gauges.

1. The research developed a new approach to the Brazilian test to make the results more accurate and reliable. This was done in a way that works well with the DIC method. A figure shows the stress distribution for a chosen length-to-width ratio.

2. The study proved that DIC can effectively replace strain gauges for certain measurements. By using special-

ized software for analyzing image sequences, it was possible to gather important DIC data like the strain field, helping to see how the material behaves under stress differently.

3. DIC was especially useful for pinpointing exactly when a crack starts in the concrete. This moment was also noticed through strain gauges and a noticeable dip in the load cell reading. For the SFRC tested, the material began to crack when it reached just 61% of its expected tensile strength.

ACKNOWLEDGEMENTS

The authors gratefully acknowledge the financial support from the *Ministerio de Ciencia, Innovación y Universidades, Spain*, through Grant PID2019-110928RB-C31.

REFERENCES

- [1] CRD (1992) CRD C 164 Standard test method for direct tensile strength of cylindrical concrete or mortar specimens, Corps of Engineers, CRD-C, Handbook for Concrete and Cement, USA, pp 4
- [2] RILEM TC 162-TDF (Recommendations) (2001) Test and design methods for steel fibre reinforced concrete. Uni-axial tension test for steel fibre reinforced concrete. *Mater Struct* 34(235):3–6
- [3] Molins C, Aguado A, Saludes S (2009) Double punch test to control the tensile properties of FRC (Barcelona Test). *Mater Struct* 42:415–425. doi:10.1617/s11527-008-9391-9
- [4] Carmona S, Aguado A (2012) New model for the indirect determination of the tensile stress–strain curve of concrete by means of the Brazilian test. *Mater Struct* 45(10):1473–1485. doi:10.1617/s11527-012-9851-0
- [5] Chen W (2007) *Plasticity in reinforced concrete*. J. Ross Publishing, USA 479
- [6] Carmona S, Gettu R, Aguado A (1998) Study of the postpeak behavior of concrete in the splitting-tension test, fracture mechanics of concrete structures. In: Mihashi H, Rokugo K (eds) *Proceedings of Third International Conference, Gifu, Japan, vol 1*. AEDIFICATIO Publishers, Freiburg, pp 111–120
- [7] Reinhardt H, Finck F, Grosse C, Kurz J (2007), Brazilian test of concrete evaluated by AE, earthquakes and acoustic emission. In: Carpinteri A, Lacidogna G (eds) *Selected Papers from the 11th International Conference on Fracture, Turin, Italy, March 20–25, 2005*, Taylor and Francis, London, pp 139–146
- [8] Rocco C, Guinea G, Planas J, Elices M (1999) Mechanisms of rupture in splitting tests. *ACI Mater J* 96:52–60
- [9] K Pan, M., CY Rena, G Ruiz., XX Zhang, Á De La Rosa, Z Wu (2023) Evolution of the FPZ in steel fiber-reinforced concrete under dynamic mixed-mode loading. *Construction and Building Materials*, 377,1-12
- [10] Peters W, Ranson W (1982) Digital imaging techniques in experimental stress analysis. *Opt Eng* 21(3):213427
- [11] M Arza-García, C Núñez-Temes, JA Lorenzana, J Ortiz-Sanz, A Castro, M Portela-Barral (2022) Evaluation of a lowcost approach to 2-D digital image correlation vs. a commercial stereo-DIC system in Brazilian testing of soil specimens. *Arch. Civ. Mech. Eng.* 22 (1), 1–13
- [12] Chen L-C, Chang C-Y, Lee W-C, Ma C-C. Full-field measurement of deformation and vibration using digital image correlation. *Smart Sci.* 2015;3:80–6. <https://doi.org/10.1080/23080477.2015.11665640>.
- [13] Peters W, Ranson W (1982) Digital imaging techniques in experimental stress analysis. *Opt Eng* 21(3):213427

FRACTURA DE MATERIALES POLIMÉRICOS Y COMPUESTOS

APLIACIÓN DEL DIAGRAMA DE FALLO A PLACAS DE PLA REFORZADO CON GRAFENO FABRICADAS MEDIANTE IMPRESIÓN 3D

S. Cicero ^{1*}, S. Arrieta ¹, M. Sánchez ¹

¹ LADICIM (Laboratorio de la División de Ciencia e Ingeniería de los Materiales), Universidad de Cantabria, E.T.S. de Ingenieros de Caminos, Canales y Puertos, Av. Los Castros 44, 39005 Santander, España

* Persona de contacto: sergio.cicero@unican.es

RESUMEN

Los diagramas de fallo (*Failure Assessment Diagrams*, FADs) son una herramienta empleada en la evaluación de la integridad estructural de componentes estructurales agrietados, analizando simultáneamente su comportamiento frente a fractura y frente a colapso plástico. Los componentes fabricados mediante impresión 3D, particularmente los obtenidos a partir de filamentos de polímeros fundidos, están asumiendo cada vez más exigencias estructurales, más allá de su tradicional uso para prototipos. Los componentes estructurales fabricados por este método, al igual que los fabricados por procesos convencionales, pueden contener defectos tipo entalla (poros, ranuras, esquinas, agujeros, etc.) que comprometan su integridad estructural, lo que hace necesaria su evaluación de integridad mediante el uso de procedimientos específicos que tengan en cuenta el efecto entalla. Este trabajo propone el uso de la Opción 1 del Diagrama de Fallo recogido en la norma BS7910, junto con una corrección del efecto entalla proporcionada por la Teoría de las Distancias Críticas (TDC), para analizar placas de PLA reforzado con grafeno fabricadas por impresión 3D, sometidas a cargas de tracción pura y que contienen entallas en U y V. Los resultados obtenidos validan esta metodología ya que los puntos que representan la rotura se encuentran en la zona de condiciones inseguras del FAD, con un conservadurismo razonable.

PALABRAS CLAVE: Integridad Estructural, Diagrama de Fallo, Impresión 3D, PLA reforzado con grafeno.

ABSTRACT

Failure Assessment Diagrams (FADs) are tools to evaluate the structural integrity of cracked structural components, analyzing their process of fracture and plastic collapse simultaneously. 3D printing manufactured components, particularly those obtained from fused polymer filaments, are assuming more structural demands, beyond their traditional use for prototypes. Structural components manufactured by this method, like those made by conventional processes, may contain notch-type defects (pores, grooves, corners, holes, etc.) that compromise their structural integrity. This makes to evaluate their integrity using procedures that take into account the notch effect mandatory. This work proposes the use of Option 1 of the FADs included in BS7910, together with a correction for the notch effect using the Theory of Critical Distances (TCD), to analyze graphene-reinforced PLA plates manufactured by 3D printing, subjected to pure tensile loads and containing U and V notches. The results validate this methodology since the points that represent the fracture are located in the FAD unsafe conditions zone, with enough conservatism.

KEYWORDS: Structural Integrity, Failure Assessment Diagram, 3D Printing, graphene-reinforced PLA.

1. INTRODUCCIÓN

La evaluación de componentes estructurales que contienen defectos tipo fisura generalmente se realiza mediante la aplicación de procedimientos de evaluación de integridad estructural, por ejemplo, la norma BS7910 [1], que generalmente se basan en los diagramas de fallo (*Failure Assessment Diagrams*, FADs). Dichos diagramas permiten un análisis simultáneo de la fractura y del colapso plástico a través de dos parámetros normalizados, K_r y L_r :

$$K_r = \frac{K_I}{K_{mat}} \quad (1)$$

$$L_r = \frac{P}{P_L} = \frac{\sigma_y}{\sigma_{ref}} \quad (2)$$

donde K_I es el factor de intensidad de tensión, K_{mat} es la tenacidad a la fractura, P es la carga aplicada, P_L es la carga límite, σ_y es el límite elástico y σ_{ref} es la tensión de referencia. Los procedimientos de evaluación proporcionan soluciones analíticas para K_I y P_L (o σ_{ref}) para una amplia variedad de geometrías y grietas. Al observar las ecuaciones (1) y (2), se puede inferir que K_r

evalúa el componente frente a la fractura y L_r evalúa el componente frente al colapso plástico, definiendo ambos el punto de evaluación en el FAD. La ubicación del mismo se compara con las condiciones críticas definidas por la línea de fallo (*Failure Assessment Line*, FAL): cuando el punto de evaluación se ubica por encima de la FAL, el componente está en condiciones inseguras, mientras que, si el punto está bajo el FAL, se encuentra en condiciones seguras. Finalmente, las condiciones de fallo se cumplen cuando el punto se encuentra sobre la línea de fallo.

En la práctica, hay situaciones (e.g., daño mecánico, defectos de corrosión, agujeros, soldaduras, etc.) en las que los defectos que ponen en peligro la integridad estructural no son defectos asimilables a fisuras. En estos casos, puede ser demasiado conservador asumir que se comportan como tales y, en consecuencia, aplicar análisis de mecánica de la fractura. La literatura demuestra [2,3] cómo los componentes con defectos no afilados (entallas) desarrollan una tenacidad aparente a fractura (K_{mat}^N) mayor que la desarrollada en condiciones fisuradas, lo que influye en la capacidad de soportar cargas. El análisis del comportamiento a fractura de materiales entallados se puede realizar utilizando la Teoría de Distancias Críticas (TDC), que puede proporcionar criterios de evaluación de integridad estructural para componentes que contienen defectos de tipo entalla [4].

Además, los procedimientos de evaluación de integridad estructural, generalmente, abordan la evaluación de materiales metálicos, sin cubrir materiales no metálicos. Sin embargo, el modelado por deposición fundida (*Fused Deposition Modeling*, FDM) es una tecnología que permite fabricar geometrías complejas y es aplicable a una amplia variedad de materiales. Consiste en extruir un filamento fundido a través de una boquilla caliente, que luego se deposita sobre una plataforma, capa por capa, hasta fabricar el componente final [5]. Hasta la fecha, el FDM con polímeros se ha utilizado para la creación de prototipos, pero no para fabricar componentes estructurales. Con el objetivo de mejorar el rendimiento mecánico de las piezas FDM, se han realizado importantes esfuerzos de investigación para mejorar el conocimiento sobre esta técnica y los materiales impresos resultantes [6,7]. En consecuencia, los materiales (compuestos) de matriz polimérica FDM están asumiendo cada vez más responsabilidades estructurales y existe la necesidad de desarrollar procedimientos de evaluación de integridad estructural específicos para este tipo de materiales cuando contienen tanto entallas como defectos tipo fisura. Anteriormente, se ha analizado el uso combinado de FADs y la TDC en la evaluación de probetas entalladas tipo SENB fabricadas con polímeros y compuestos de matriz polimérica por FDM, y en en placas entalladas de matriz polimérica de mayores dimensiones [8,9].

Este trabajo analiza la integridad estructural de placas de PLA reforzado con grafeno fabricadas mediante FDM

que contienen entallas en U y en V, abordando el análisis mediante el uso combinado de los FADs y la TDC. Los resultados obtenidos demuestran que el enfoque propuesto genera evaluaciones de integridad estructural seguras y razonablemente conservadoras en este material.

2. MATERIALES Y MÉTODOS

2.1. Materiales

El material investigado es PLA reforzado con grafeno (PLA-Gr, 1% en peso), suministrado como filamentos para ser utilizado directamente en el proceso de impresión FDM. Las principales propiedades mecánicas se recogen en la Tabla 1, (ver [10], para más detalles).

Tabla 1. Propiedades a tracción y fractura. E : módulo de Young; σ_y : límite elástico; σ_u : resistencia a la tracción; ϵ_u : deformación bajo máxima carga. Parámetros de la TDC: L : distancia crítica.

E (MPa)	σ_y (MPa)	σ_u (MPa)	ϵ_u (%)	L (mm)	K_{mat} (MPam ^{1/2})
3972	47.5	49.0	1.5	1.06	7.2

Las placas fueron fabricadas con los siguientes parámetros de impresión: diámetro de boquilla 0.4 mm; temperatura de la boquilla 200 °C; temperatura de la cama 75 °C; velocidad de impresión 30 mm/s; nivel de relleno 100%; altura de capa 0.3 mm; y orientación de los filamentos 45/-45. Todas las entallas fueron mecanizadas después de la impresión.

El número total de placas ensayadas fue 36, combinando dos tipos de entalla (en U y en V con $\alpha=60^\circ$), dos radios de entalla ($\rho = 0.9$ mm y 1.3 mm), dos anchos de probeta ($W = 60$ mm y 120 mm), dos espesores ($B = 5$ mm y 10 mm) y dos relaciones entre longitud de entalla y ancho de la probeta ($a/W = 0.25$ y 0.50). En la Figura 1 se muestra un esquema de las entallas (las medidas reales se muestran en la Tabla 2).

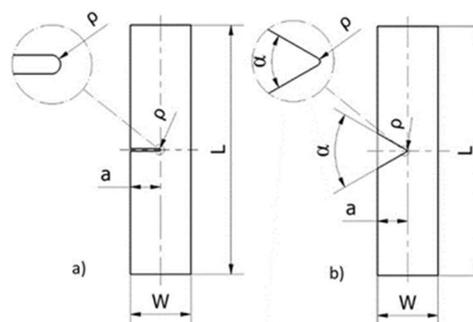


Figura 1. Esquema de probetas ensayadas. a) Probetas con entalla en U; b) Probetas con entalla en V.

Tabla 2. Programa experimental: parámetros geométricos, cargas críticas (P_{exp}), coordenadas K_r y L_r , y estimaciones de cargas críticas (P_{est}) a partir de la metodología FAD.

Entalla	Probeta	a (mm)	W (mm)	ρ (mm)	B (mm)	P_{exp} (kN)	K_r	L_r	P_{est} (kN)	P_{est}/P_{exp}	
Entalla U	201	30.60	60.51	0.86	4.85	3.87	1.49	1.29	2.30	0.59	
	202	30.84	60.38	0.91	4.88	3.86	1.51	1.31	2.25	0.58	
	203	30.73	60.50	0.83	4.85	3.89	1.52	1.31	2.25	0.58	
	204	30.66	60.46	0.87	10.02	8.52	1.60	1.37	4.60	0.54	
	205	30.59	60.46	0.88	9.96	8.54	1.60	1.38	4.60	0.54	
	206	30.83	60.49	0.86	9.98	8.76	1.67	1.43	4.60	0.52	
	207	31.02	120.36	0.81	4.96	10.55	1.07	0.66	9.00	0.85	
	208	30.34	120.31	0.83	4.98	13.15	1.29	0.80	9.20	0.70	
	209	30.58	120.20	0.89	4.97	10.14	1.00	0.63	9.20	0.91	
	210	31.02	120.36	0.89	10.14	24.43	1.20	0.74	19.00	0.78	
	211	30.92	120.43	0.84	10.13	26.41	1.30	0.80	19.00	0.72	
	212	31.06	120.48	0.88	10.00	23.07	1.15	0.71	18.50	0.80	
	Entalla V	301	30.85	60.48	1.24	4.86	3.69	1.39	1.23	2.30	0.62
		302	30.98	60.40	1.24	4.91	4.29	1.63	1.44	2.30	0.54
		303	30.91	60.54	1.26	4.77	3.80	1.47	1.30	2.30	0.60
		304	30.85	60.47	1.26	9.96	8.63	1.59	1.38	4.65	0.54
		305	31.19	60.55	1.27	9.92	8.60	1.62	1.41	4.60	0.53
		306	30.95	60.47	1.25	9.93	8.40	1.56	1.36	4.60	0.55
		307	30.62	120.32	1.26	4.88	11.51	1.12	0.71	9.60	0.83
		308	30.93	120.30	1.27	4.92	11.21	1.09	0.69	9.60	0.86
		309	30.92	120.42	1.26	4.94	11.46	1.11	0.70	9.60	0.84
		310	31.02	120.25	1.27	9.96	25.37	1.22	0.77	19.00	0.75
		311	31.04	120.33	1.26	9.93	22.38	1.08	0.69	19.00	0.85
		312	31.08	120.43	1.26	9.93	26.31	1.27	0.80	19.00	0.72
Entalla V	401	27.03	60.56	1.25	4.76	4.27	1.27	1.10	2.95	0.69	
	402	26.87	60.54	1.05	4.80	4.09	1.21	1.03	2.95	0.72	
	403	26.99	60.49	0.89	4.83	4.58	1.38	1.16	2.95	0.64	
	404	26.95	60.60	0.65	9.92	9.56	1.43	1.15	6.00	0.63	
	405	26.92	60.55	0.93	9.99	10.04	1.45	1.20	6.00	0.60	
	406	26.93	60.58	0.87	9.92	8.76	1.28	1.06	6.00	0.68	
	407	26.95	120.24	1.07	4.89	10.65	0.93	0.61	10.50	0.99	
	408	26.50	120.26	1.15	4.83	10.30	0.89	0.59	10.50	1.02	
	409	26.80	120.33	1.01	4.86	12.05	1.06	0.69	10.50	0.87	
	410	26.96	120.46	0.97	9.94	24.25	1.05	0.68	21.00	0.87	
	411	26.92	120.29	0.89	9.95	25.32	1.11	0.71	21.00	0.83	
	412	26.87	120.53	1.05	9.95	24.10	1.03	0.68	21.00	0.87	

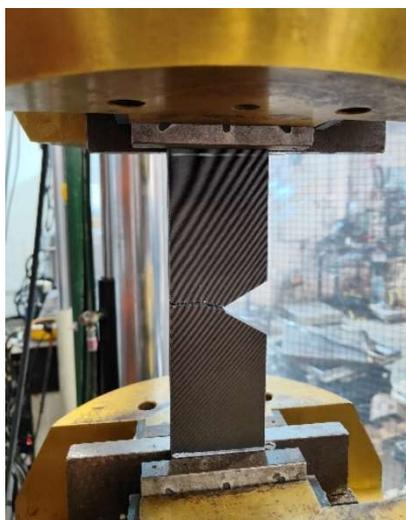


Figura 2: Configuración experimental.

La velocidad de carga de los ensayos fue 1 mm/min. Para cada ensayo se registró la curva carga-desplazamiento, determinando la carga crítica correspondiente (P_{exp}) (ver Tabla 2). La Figura 2 muestra un ejemplo de la configuración experimental.

2.2. Métodos

Este trabajo proporciona la evaluación FAD de placas con entallas de PLA-Gr impresas mediante FDM. Por lo tanto, existen dos cuestiones a considerar: 1) el uso de la metodología FAD para entallas, en lugar de fisuras, y; 2) el uso de la metodología FAD para analizar materiales no metálicos.

En los FADs, la condición límite la establece la línea de fallo, definida por la siguiente expresión:

$$K_r = f(L_r) \quad (3)$$

Las diferentes funciones $f(L_r)$ son correcciones plásticas en la evaluación a fractura elástico-lineal, cuya solución exacta es:

$$f(L_r) = \sqrt{\frac{J_e}{J}} \quad (4)$$

siendo J la integral-J aplicada y J_e la componente elástica de J . Los procedimientos de evaluación de integridad estructural ofrecen soluciones aproximadas de (4), que se definen a través de las propiedades de tracción del material.

Es posible aplicar el método FAD, definido para el análisis de defectos tipo fisura, a los defectos tipo entalla. Esto requiere que el problema entallado se trate como un problema fisurado equivalente [4], con las siguientes condiciones:

- El componente entallado puede analizarse como si estuviera fisurado, pero con una mayor resistencia a la fractura (tenacidad aparente, K_{mat}^N) que la que tendría en condiciones fisuradas (tenacidad a la fractura, K_{mat}). Por tanto, K_r tiene que modificarse para tener en cuenta el posible aumento en la resistencia a la fractura utilizando K_{mat}^N .
- El efecto entalla es muy limitado en la carga límite (P_L) y en la tensión de referencia (σ_{ref}) [11]. Por tanto, la definición de la coordenada L_r es la misma que en condiciones de grieta.
- La solución a la línea de fallo se puede aplicar en condiciones entalladas debido a que la dependencia de la solución de la ecuación (4) con el radio de entalla es muy débil [12].
- En relación con el uso de FAD para materiales no metálicos, en [13] se demostró cómo las aproximaciones a la ecuación (4) proporcionadas por los procedimientos de evaluación de integridad estructural, basados en las propiedades de tracción del material, resultaron conservadoras (es decir, seguras) para una amplia gama de materiales estructurales no metálicos, como polímeros, composites y rocas.

Por todo lo anterior, es únicamente necesario calcular la tenacidad aparente (K_{mat}^N) que, en este trabajo, se estimará mediante la TDC y, particularmente, mediante el Método de la Línea [2]. La TDC utiliza (junto a la tenacidad) el parámetro de la distancia crítica (L) para evaluar el proceso de fractura:

$$L = \frac{1}{\pi} \left(\frac{K_{mat}}{\sigma_0} \right)^2 \quad (5)$$

donde σ_0 es la tensión inherente del material. El Método de la Línea supone que la fractura se produce cuando la tensión promedio a lo largo de una distancia igual a $2L$ (medida desde el fondo de entalla), alcanza σ_0 :

$$\frac{1}{2L} \int_0^{2L} \sigma(r) dr = \sigma_0 \quad (6)$$

El Método de la Línea genera predicciones de la tenacidad aparente desarrollada por componentes que contienen entallas tipo U [2] (su uso en entallas en V con ángulo de apertura menor de 90° está justificada en [14]): combinando la ecuación (6) con la distribución de tensiones en el fondo de entalla estimada por Creager-Paris [15], se obtiene K_{mat}^N :

$$K_{mat}^N = K_{mat} \sqrt{1 + \frac{\rho}{4L}} \quad (7)$$

De esta manera, la única corrección necesaria por la presencia de entallas para utilizar el método FAD se realiza sobre el parámetro K_r , definido como:

$$K_r = \frac{K_I}{K_{mat}^N} = \frac{K_I}{K_{mat} \sqrt{1 + \frac{\rho}{4L}}} \quad (8)$$

Dado que consideramos que las entallas en el material real se comportan como fisuras en el material equivalente, los valores de K_I en este trabajo se determinan para la carga crítica correspondiente (P_{exp}) utilizando las soluciones analíticas proporcionadas para fisuras de borde en placas finitas [16]. El efecto entalla se considera a través de K_{mat}^N para el radio de entalla (ρ) propio y utilizando los valores de K_{mat} y L recopilados en la Tabla 1 [10].

Para calcular L_r , ecuación (2), no es necesaria aplicar ninguna corrección por entalla. Por lo tanto, se utilizarán las soluciones de P_L proporcionadas por [16] para fisuras de borde en placas finitas. El valor de P utilizado para definir L_r es P_{exp} (ver Tabla 2). Cabe señalar que puede haber placas entalladas en una situación intermedia entre condiciones de tensión plana y de deformación plana. En tales casos, los valores de P_L se obtuvieron a partir de la interpolación lineal entre las soluciones de tensión plana y deformación plana de P_L proporcionadas por [16], con los límites de interpolación para condiciones de deformación plana y de tensión plana, ecuaciones (9) y (10) [2], respectivamente:

$$B \geq 2.5 \left(\frac{K_{mat}^N}{\sigma_y} \right)^2 \quad (9)$$

$$B \leq \frac{1}{\pi} \left(\frac{K_{mat}^N}{\sigma_y} \right)^2 \quad (10)$$

Para definir la línea de fallo, se utilizará la Opción 1 de la BS7910. Las ecuaciones de (11) a (16) definen esta línea, curva K_r - L_r , a partir de las propiedades a tracción del material (E , σ_y , σ_u , de la Tabla 1):

$$K_r = f(L_r) = \left[1 + \frac{1}{2}(L_r)^2\right]^{-0.5} \cdot [0.3 + 0.7 \cdot e^{-\mu \cdot (L_r)^6}]$$

para $L_r \leq 1$ (11)

$$K_r = f(L_r) = f(1) \cdot L_r^{\frac{N-1}{2N}}$$

para $1 < L_r \leq L_{r,max}$ (12)

$$K_r = f(L_r) = 0 \quad \text{para } L_r = L_{r,max}$$
 (13)

$$\mu = \min \left[0.001 \cdot \frac{E}{\sigma_y}; 0.6 \right]$$
 (14)

$$N = 0.3 \cdot \left(1 - \frac{\sigma_y}{\sigma_u}\right)$$
 (15)

$$L_{r,max} = \frac{\sigma_y + \sigma_u}{2 \cdot \sigma_y}$$
 (16)

Finalmente, se observa la condición de seguro o inseguro del punto de evaluación, con coordenadas (K_r , L_r), respecto a la línea de fallo.

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

La Tabla 2 recoge las coordenadas (K_r , L_r) calculadas para las diferentes placas ensayadas, y las Figuras 3 y 4 muestran los FADs resultantes. La tabla también recoge las cargas críticas estimadas (P_{est}), que se calculan de la siguiente manera (ver Figura 3a): la carga crítica se corresponde con aquella que genera un punto de evaluación exactamente sobre la línea de fallo (punto B). Por lo tanto, y siempre que la longitud del defecto (a) sea constante, el proceso de carga (para niveles crecientes de carga) es una línea recta, obteniéndose P_{est} directamente de la ecuación (17) (siendo C el punto de evaluación para P_{exp}):

$$P_{est} = P_{exp} \cdot \frac{\overline{OB}}{\overline{OC}}$$
 (17)

Finalmente, la Tabla 2 también muestra la relación P_{est}/P_{exp} .

En las Figuras 3 y 4 se puede observar que el 97% de los puntos (35 de 36) que representan la rotura están ubicados por encima de la línea de fallo, correctamente en la zona insegura del diagrama. Cuanto más alejados estén los puntos de la línea de fallo, más conservador será el análisis, cuantificado mediante la relación P_{est}/P_{exp} .

Por lo tanto, el enfoque propuesto proporciona estimaciones seguras de las cargas críticas para probetas con entallas en U y en V, con una cantidad razonable de conservadurismo. La principal fuente del conservadurismo puede deberse al bajo nivel de confinamiento de las placas, que se ensayan a tracción, mientras que la tenacidad a la fractura se obtiene a partir de probetas con alto confinamiento (SENB). Esta cuestión, ha sido tratada por los autores previamente [8].

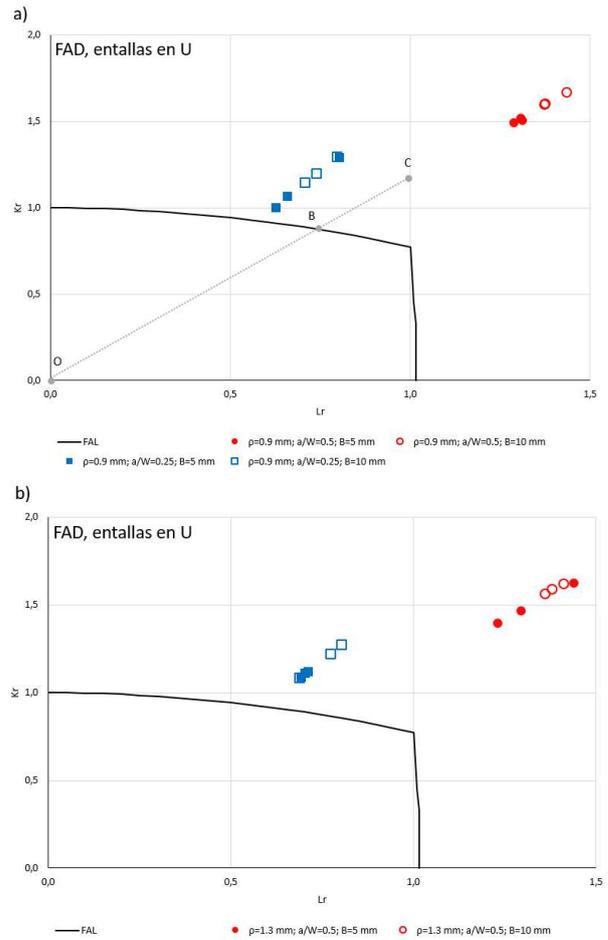


Figura 3: Evaluación FAD de probetas con entallas en U. a) Probetas de 201 a 215; b) Probetas de 301 a 312.

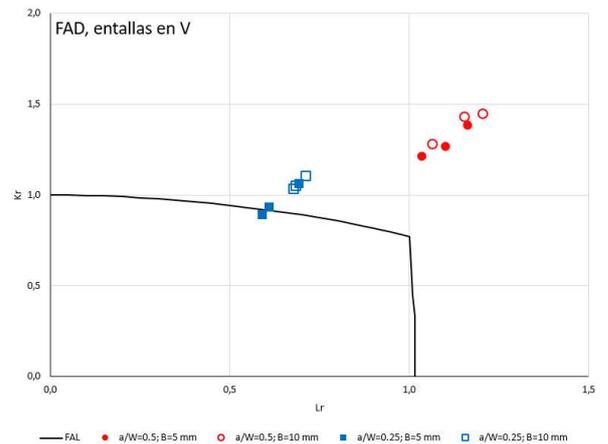


Figura 4: Evaluación FAD de probetas con entallas en V. Probetas de 401 a 412.

5. CONCLUSIONES

Este artículo evalúa el comportamiento a fractura de placas de PLA reforzado con grafeno, fabricadas por modelado por deposición fundida (FDM), que contienen diferentes tipos de entallas. La metodología de evaluación se basa en la aplicación combinada de los Diagramas de Fallo (FADs) y la corrección de entalla

derivada de la Teoría de Distancias Críticas (TDC), empleando el Método de la Línea.

El enfoque ha sido validado mediante su aplicación a un programa experimental compuesto por 36 placas que combinan diferentes tipos de entallas (U y V), espesores (5 mm y 10 mm), relaciones entre longitud de la entalla y ancho de la placa. (a/W) y radios de entalla (ρ).

Los resultados obtenidos en este trabajo demuestran que el enfoque propuesto puede usarse para generar estimaciones conservadoras de cargas críticas en placas con entallas en U y en V. Este conservadurismo es, de todos modos, similar al descrito en la literatura, y aceptado en la práctica, para materiales metálicos sujetos a condiciones de bajo confinamiento.

AGRADECIMIENTOS

Esta publicación es parte del proyecto “Comportamiento en fractura y efecto entalla en compuestos de matriz termoplástica obtenidos por fabricación aditiva, PID2021-122324NBI00” financiado por MCIN/AEI/10.13039/501100011033/FEDER “Una manera de hacer Europa”.

REFERENCIAS

- [1] British Standard 7910, *Guide to methods for assessing the acceptability of flaws in metallic structures*, London, UK (2019).
- [2] D. Taylor. *The Theory of Critical Distances*. Elsevier, Oxford, UK (2007).
- [3] S. Cicero, V. Madrazo, T. García, J. Cuervo, E. Ruiz. *On the notch effect in load bearing capacity, apparent fracture toughness and fracture mechanisms of polymer PMMA, aluminium alloy Al7075-T651 and structural steels S275JR and S355J2*, Eng. Fail. Anal., 29 (2013) 108–121, doi: 10.1016/j.engfailanal.2012.11.010.
- [4] S. Cicero, V. Madrazo, I. A. Carrascal, R. Cicero. *Assessment of notched structural components using Failure Assessment Diagrams and the Theory of Critical Distances*, Eng. Fract. Mech., 78, 16, (2011) 2809–2825, doi: 10.1016/j.engfracmech.2011.08.009.
- [5] J. T. Cantrell, S. Rohde, D. Damiani, R. Gurnani, L. DiSandro, J. Anton, A. Young, A. Jerez, D. Steinbach, C. Kroese, P. G. Ifju. *Experimental characterization of the mechanical properties of 3D-printed ABS and polycarbonate parts*, Rapid Prototyp. J., 23, 4, (2017) 811–824, doi: 10.1108/RPJ-03-2016-0042.
- [6] C. T. Ng, L. Susmel, *Notch static strength of additively manufactured acrylonitrile butadiene styrene (ABS)*, Addit. Manuf., 34, (2020) 101212, doi: 10.1016/j.addma.2020.101212.
- [7] S. Cicero, V. Martínez-Mata, A. Alonso-Estebanez, L. Castanon-Jano, B. Arroyo. *Analysis of Notch Effect in 3D-Printed ABS Fracture Specimens*

- Containing U-Notches, Materials (Basel), 13, 21, (2020) 4716, doi: 10.3390/ma13214716.
- [8] S. Cicero, M. Sánchez, V. Martínez-Mata, S. Arrieta, B. Arroyo. *Structural integrity assessment of additively manufactured ABS, PLA and graphene reinforced PLA notched specimens combining Failure Assessment Diagrams and the Theory of Critical Distances*, Theor. Appl. Fract. Mech., 121, (2022) 103535, doi: 10.1016/j.tafmec.2022.103535.
- [9] S. Cicero, S. Arrieta, M. Sánchez, L. Castanon-Jano. *Analysis of additively manufactured notched PLA plates using failure assessment diagrams*, Theor. Appl. Fract. Mech., 125, (2023) 103926, doi: 10.1016/j.tafmec.2023.103926.
- [10] S. Cicero, V. Martínez-Mata, L. Castanon-Jano, A. Alonso-Estebanez, B. Arroyo. *Analysis of notch effect in the fracture behaviour of additively manufactured PLA and graphene reinforced PLA*, Theor. Appl. Fract. Mech., 114, (2021), doi: 10.1016/j.tafmec.2021.103032.
- [11] A. G. Miller. *Review of limit loads of structures containing defects*, Int. J. Press. Vessel. Pip., 32, 1–4, (1988) 197–327, doi: 10.1016/0308-0161(88)90073-7.
- [12] A. J. Horn, A. H. Sherry. “An engineering assessment methodology for non-sharp defects in steel structures – Part I: Procedure development,” Int. J. Press. Vessel. Pip., 89, (2012) 137–150, doi: 10.1016/j.ijpvp.2011.10.014.
- [13] J. D. Fuentes, S. Cicero, F. T. Ibáñez-Gutiérrez, I. Procopio. *On the use of British standard 7910 option 1 failure assessment diagram to non-metallic materials*, Fatigue Fract. Eng. Mater. Struct., 41, 1, (2018) 146–158, doi: 10.1111/ffe.12668.
- [14] P. Lazzarin, F. Berto. *Some Expressions for the Strain Energy in a Finite Volume Surrounding the Root of Blunt V-notches*, Int. J. Fract., 135, 1–4, (2005) 161–185, doi: 10.1007/s10704-005-3943-6.
- [15] M. Creager, P. C. Paris. *Elastic field equations for blunt cracks with reference to stress corrosion cracking*, Int. J. Fract. Mech., 3, 4, (1967) 247–252, doi: 10.1007/BF00182890.
- [16] T. L. Anderson. *Fracture Mechanics: Fundamentals and Applications*, 4th ed., CRC Press - Taylor and Francis Group, Boca Raton, Florida (2005).

ANISOTROPIC RATE-DEPENDENT MODELING OF MATERIAL EXTRUSION ADDITIVE MANUFACTURED AMORPHOUS POLYMER

M. Lorenzo-Bañuelos ^{1*}, W.M.H. Verbeeten ¹.

¹ Universidad de Burgos. Grupo de Investigación en Integridad Estructural GIE.
Escuela Politécnica Superior, Avd. de Cantabria s/n, 09006, Burgos, Spain

* Persona de contacto: mlbanuelos@ubu.es

RESUMEN

El proceso de fabricación aditiva por extrusión de material (ME-AM) es una de las técnicas de fabricación aditiva (AM) más utilizadas para materiales poliméricos. Los productos fabricados con ME-AM tienen una estructura compuesta laminada que consta de capas apiladas de filamentos extruidos y depositados, parcialmente unidos con huecos intersticiales. Además, las propiedades mecánicas finales de los componentes fabricados por ME-AM dependen de los parámetros de procesamiento elegidos. En la presente investigación, se ha investigado la tensión de fluencia en función de la velocidad de deformación y el ángulo de orientación para el polímero ABS amorfo procesado mediante ME-AM. Se han obtenido mediante corte por chorro de agua probetas de tracción uniaxial en diferentes ángulos de orientación a partir de placas procesadas con ME-AM y se han ensayado a diferentes velocidades de deformación. Para estudiar la relación de la tensión de fluencia en función de la velocidad de deformación y el ángulo de orientación respecto a la orientación de relleno de los filamentos extruidos y depositados capa por capa, se ha empleado un modelo dependiente del tiempo y de la orientación, que combina el modelo de flujo de Eyring con la anisotropía de Hill. El modelo viscoelástico anisotrópico es capaz de describir satisfactoriamente el complejo comportamiento de la tensión de fluencia para este polímero amorfo procesado mediante ME-AM.

PALABRAS CLAVE: Fabricación aditiva, polímero, propiedades mecánicas, Eyring, Hill.

ABSTRACT

Material Extrusion Additive Manufacturing (ME-AM) is an Additive Manufacturing (AM) technique for polymer materials. Products fabricated using ME-AM have a laminate composite structure consisting of stacked layers of partially bonded filaments with interstitial voids. Additionally, the final mechanical properties of ME-AM components depend on the chosen printing parameters. In the present research, the yield stress as a function of both strain rate and orientation angle was investigated for the amorphous ABS polymer processed via ME-AM. Uniaxial tensile specimens were waterjet cut at different orientation angles from ME-AM processed plates and tensile tested at various nominal strain rates. A time- and orientation-dependent model, which combines an Eyring flow rule with Hill anisotropy, was used to describe the yield stresses as a function of strain rate and orientation angle. The anisotropic viscoelastic model is able to satisfactorily describe the complex yield stress behavior.

KEYWORDS: Additive manufacturing, polymer, mechanical properties, Eyring, Hill.

1. INTRODUCCIÓN

La técnica de fabricación aditiva por extrusión de material (ME-AM) es uno de los procesos de fabricación aditiva (AM) más utilizados para materiales poliméricos [1]. Actualmente atrae atención tanto de la industria como de grupos de investigación, ya que puede emplearse de forma eficaz para la fabricación a nivel de usuario. Esto se debe a la combinación de bajos costos de inversión, disponibilidad de una amplia gama de materiales y facilidad de fabricación. Además, se pueden obtener componentes con buenas propiedades mecánicas, si se eligen los parámetros de proceso adecuados. Los productos fabricados con ME-AM tienen una estructura compuesta laminada que consta de capas

apiladas de filamentos parcialmente unidos con huecos intersticiales [2-3]. Durante el proceso ME-AM, el material extruido experimenta perfiles locales de tensión, de tiempo y temperatura influenciados por los parámetros ME-AM elegidos. Debido al rápido enfriamiento inicial, combinado con sucesivos ciclos de calentamiento, estos perfiles son significativamente diferentes a los de métodos de proceso convencionales, como moldeo por inyección o compresión. Por lo tanto, los componentes fabricados por ME-AM están sometidos a un proceso complejo, obtenido anisotropía (local) y propiedades mecánicas heterogéneas a lo largo de sus dimensiones. Esto conduce a un comportamiento de deformación macroscópica específico medido en ensayos de caracterización como: tracción, compresión, corte,

torsión, flexión, fluencia, fatiga e impacto. Dentro de los materiales procesados por ME-AM el ABS es uno de los más empleados. Existen algunas investigaciones respecto al estudio de las propiedades mecánicas de este material procesado mediante ME-AM [4-5], pero que combinen modelos de fluencia y anisotropía desde un enfoque factorizable, con los parámetros de procesado no.

Por ello, el objetivo de la presente investigación es predecir el comportamiento de la tensión de fluencia dependiente del tiempo y la orientación α_{or} del acrilonitrilo-butadieno-estireno (ABS) procesado con ME-AM mediante la adopción de un enfoque de modelado factorizable [6-7]. Se obtienen probetas de tracción uniaxiales en diferentes ángulos de orientación, de placas procesadas mediante ME-AM. Se demuestra que la tensión de fluencia puede predecir bien combinando el modelo de flujo de Eyring [8] con la anisotropía de Hill [9]. Los resultados muestran que esta metodología es prometedora para modelar la integridad estructural de componentes ME-AM, ya que el comportamiento dependiente del tiempo también es importante en el comportamiento de fluencia y fatiga [10-12]. Además, se ha demostrado anteriormente que el enfoque factorizable también se aplica con éxito a modelos numéricos tridimensionales más completos [6-7].

2. MATERIAL

El material empleado en esta investigación ha sido el polímero ABS (Acrylonitrilo-Butadiene-Stirene) natural en filamento de diámetro 2.85 mm con una densidad específica de 1.04g/cm³ por ser un material muy empleado en el sector industrial. Se han obtenido placas de 100 mm x 100 mm x 3.2 mm mediante ME-AM con una única orientación de relleno (0°), en un equipo SigmaX R19 3D de fabricación aditiva y según los parámetros de procesado de la tabla 1.

Tabla 1. Parámetros de fabricación ME-AM para ABS

Parámetros ME-AM ABS	Valor
Diámetro extrusor [mm]	0.4
Altura de capa [mm]	0.2
Relleno [%]	100
Temperatura de extrusión [°C]	240
Temperatura de la cama [°C]	100
Velocidad Vp [mm/s]	35
Ángulo de relleno [°]	0

Posteriormente se han obtenido probetas planas de tracción uniaxial de estas placas mediante corte por chorro de agua a diferentes orientaciones α_{or} , con respecto a la orientación de relleno de 0° (dirección X) como se muestra en la figura 1. Se han obtenido probetas con $\alpha_{or} = 0^\circ, 30^\circ, 60^\circ$ y 90° . En la figura 1 se muestran las

dimensiones de las probetas y la orientación de estas α_{or} (0° y 30°) con respecto a las placas obtenidas por ME-AM. Las probetas para ensayo de tracción se basan en la probeta tipo 1BA según la norma ISO 527-2, pero adaptada para evitar fracturas en la zona del radio de acuerdo cuando se fabrican directamente [13].

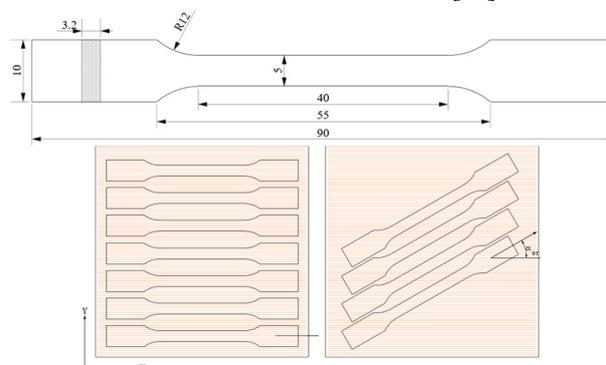


Figura 1. Probetas: Dimensiones y orientación respecto a las placas ME-AM fabricadas en la dirección X

3. METODOLOGÍA

Se han realizado ensayos de tracción a temperatura ambiente (21°C) y a diferentes velocidades de deformación para los cuatro tipos de orientación de las probetas $\alpha_{or} = 0^\circ, 30^\circ, 60^\circ$ y 90° en una máquina universal de ensayos MTS Criterion C43.104 de 10kN. Se ha ensayado, al menos 3 réplicas/ensayo, a velocidades $\dot{\epsilon} = 10^{-5}, 10^{-4}, 10^{-3}, 10^{-2}$ y $9 \cdot 10^{-2}$ [1/s].

Posteriormente se ha aplicado el modelo de flujo de Eyring [14] combinado con la anisotropía de Hill [8,9], para estudiar la cinética de fluencia (mediante la relación de la tensión de fluencia σ_y con la velocidad de deformación $\dot{\epsilon}$) del material en función de los parámetros de fabricación α_{or} según se describe a continuación: La tensión de fluencia para componentes obtenidos mediante ME-AM puede venir dada en función de la velocidad de deformación y el ángulo de orientación según la expresión (1).

$$\sigma_y = f(\dot{\epsilon})g(\theta) \quad (1)$$

Dónde según las ecuaciones (2) y (3):

$$f(\dot{\epsilon}) = \frac{3}{\sqrt{3} + \mu} \cdot \frac{k \cdot T}{V^*} \cdot \sinh^{-1} \left[\frac{\sqrt{3} \cdot \dot{\epsilon} \cdot e^{\left(\frac{\Delta U}{R \cdot T}\right)}}{\dot{\gamma}_0} \right] \quad (2)$$

Dónde, $\dot{\epsilon}$ es la velocidad de deformación uniaxial, $\dot{\gamma}_0$ es una constante de velocidad, ΔU es la energía de activación, R es la constante universal de los gases (8,314472 J/(mol·K)), T la temperatura absoluta en K, σ_y es la tensión de fluencia, V^* es el volumen de

activación y k es la constante de Boltzmann ($1,38054 \cdot 10^{-23} J/K$).

Para tener en cuenta el efecto de un ángulo de orientación fuera del eje θ , se emplea la expresión basada en la teoría para materiales anisotrópicos propuesta por Hill [9] y en el caso de ensayos de tracción uniaxial [6], se emplea la ecuación (3).

$$g(\theta) = \left[\frac{F \cdot \sin^4 \theta + G \cdot \cos^4 \theta + H \cdot (\cos^2 \theta - \sin^2 \theta)^2 + 2 \cdot N \cdot \sin^2 \theta \cdot \cos^2 \theta}{2} \right]^{-\frac{1}{2}} \quad (3)$$

Donde a su vez las ecuaciones (4) (5) (6) y (7) definen:

$$F = \frac{1}{2} \cdot \left(\frac{1}{R_{22}^2} + \frac{1}{R_{33}^2} + \frac{1}{R_{11}^2} \right) \quad (4)$$

$$G = \frac{1}{2} \cdot \left(\frac{1}{R_{11}^2} + \frac{1}{R_{33}^2} + \frac{1}{R_{22}^2} \right) \quad (5)$$

$$H = \frac{1}{2} \cdot \left(\frac{1}{R_{11}^2} + \frac{1}{R_{22}^2} + \frac{1}{R_{33}^2} \right) \quad (6)$$

$$N = \frac{3}{2R_{22}^2} \quad (7)$$

Siendo las constantes R_{11} , R_{22} , R_{33} y R_{12} parámetros del material que se calculan de los ensayos de tracción uniaxial para varios ángulos θ fuera del eje y a una velocidad de deformación constante arbitraria.

4. ANÁLISIS Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS

4.1. Resultados del ensayo de tracción uniaxial

En las Figuras 2, 3, 4 y 5 se muestran los resultados del ensayo de tracción uniaxial para diferentes velocidades de deformación y para los ángulos $\alpha_{or} = 0^\circ, 30^\circ, 60^\circ$ y 90° respectivamente.

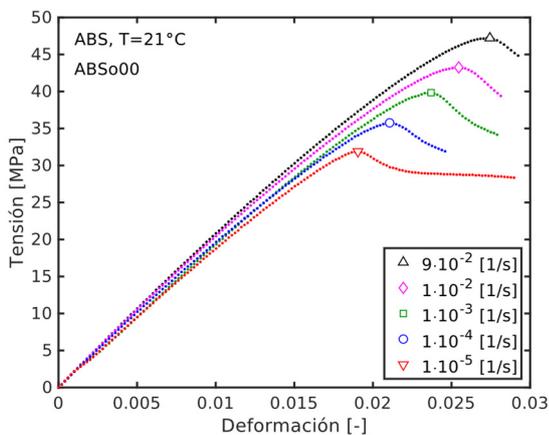


Figura 2. $\sigma - \epsilon$ para $\alpha_{or} = 0^\circ$ a diferentes $\dot{\epsilon}$.

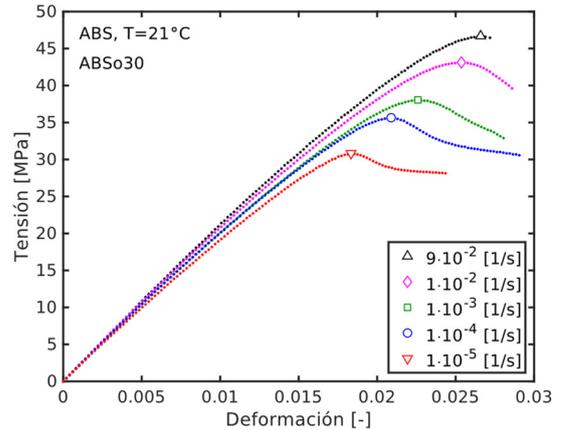


Figura 3. $\sigma - \epsilon$ para $\alpha_{or} = 30^\circ$ a diferentes $\dot{\epsilon}$.

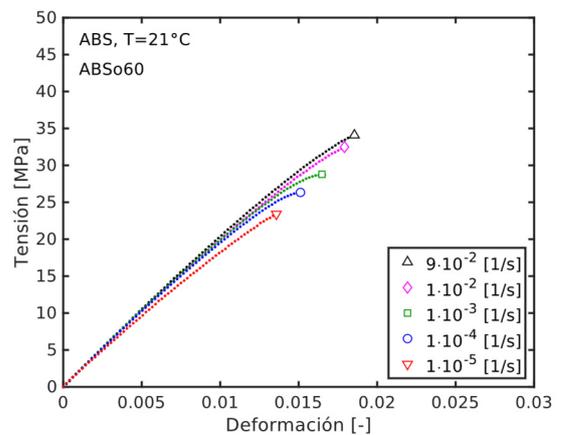


Figura 4. $\sigma - \epsilon$ para $\alpha_{or} = 60^\circ$ a diferentes $\dot{\epsilon}$.

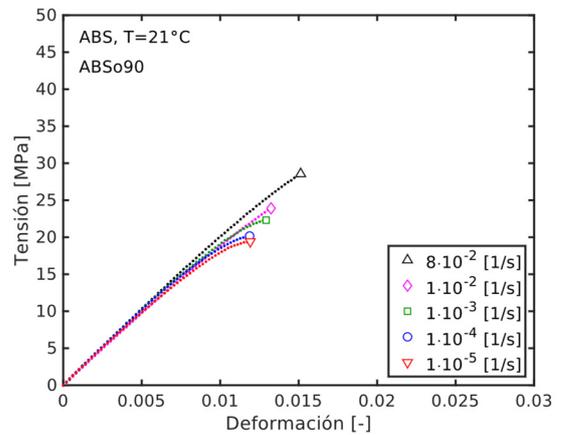


Figura 5. $\sigma - \epsilon$ para $\alpha_{or} = 90^\circ$ a diferentes $\dot{\epsilon}$.

En las figuras, se aprecia que ensayos con orientaciones de probeta $\alpha_{or} = 0^\circ$ y 30° muestran un comportamiento más dúctil, mientras que los de $\alpha_{or} = 60^\circ$ y 90° son claramente macroscópicamente frágiles.

4.2. Modelo de Eyring

Por su parte, en la tabla 2 se muestran los parámetros empleados para predecir la tensión de fluencia en función de la velocidad de deformación con el modelo de Eyring

según la ecuación (2) para representar los ajustes de las figuras 6 a 9. Donde los valores de μ se han obtenido de [15] y ΔU de [16]. En las figuras 6 a 9 se muestran los ajustes para predecir mediante el modelo de Eyring la tensión de fluencia con los valores corregidos y sin corregir.

Tabla 2. Constantes de Eyring ABS ME-AM para ajustes de figuras 6 a 9.

Constantes Eyring	ABS ME-AM
$V^* [nm^3]$	3,44
$\dot{\gamma}_0 [1/s]$	$2.32 \cdot 10^{-10}$
$\mu []$	0.15
$\Delta U [kJ/mol]$	257
$R_{11} [-]$	1.00
$R_{22} [-]$	0.58
$R_{33} [-]$	0.58
$R_{12} [-]$	1.04

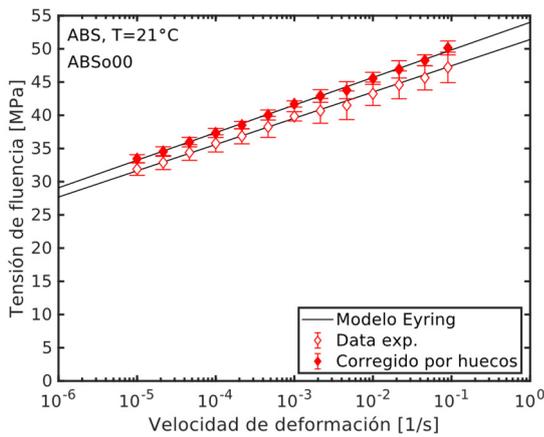


Figura 6. $\sigma_y - \log \dot{\epsilon}$ con Eyring para $\alpha_{or} = 0^\circ$

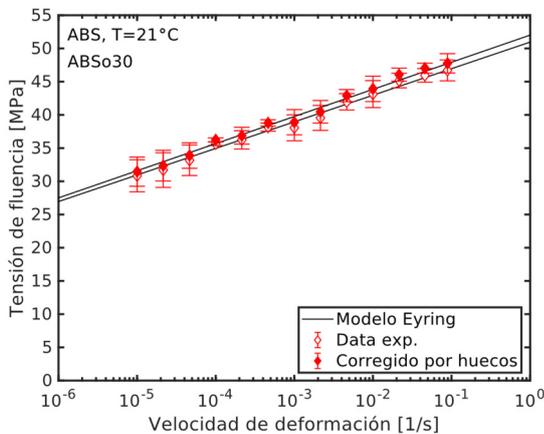


Figura 7. $\sigma_y - \log \dot{\epsilon}$ con Eyring para $\alpha_{or} = 30^\circ$

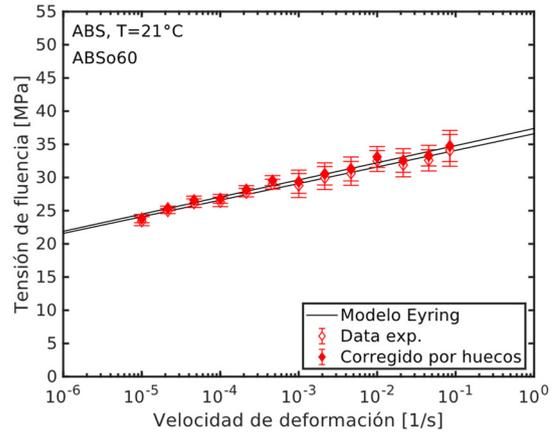


Figura 8. $\sigma_y - \log \dot{\epsilon}$ con Eyring para $\alpha_{or} = 60^\circ$

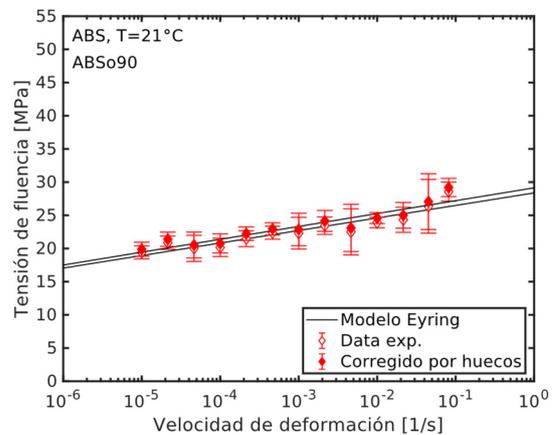


Figura 9. $\sigma_y - \log \dot{\epsilon}$ con Eyring para $\alpha_{or} = 90^\circ$

4.3. Modelo de Hill

En las figuras 10 y 11 se muestran los resultados obtenidos para la tensión de fluencia en relación al ángulo θ para el modelo de Hill según la ecuación (3) para dos velocidades de deformación. Se observa como los resultados se describen perfectamente con este modelo.

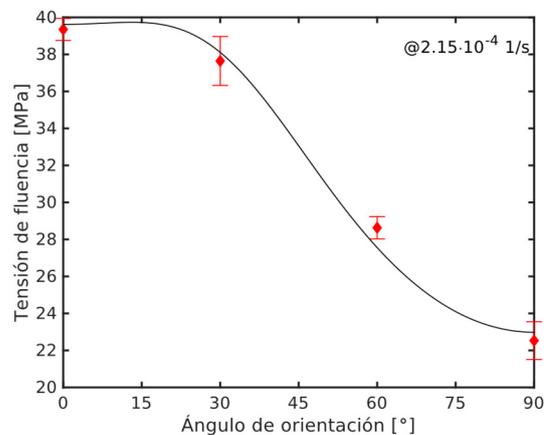


Figura 10. $\sigma_y - \theta$ para $\dot{\epsilon} = 2.15 \cdot 10^{-4} [1/s]$

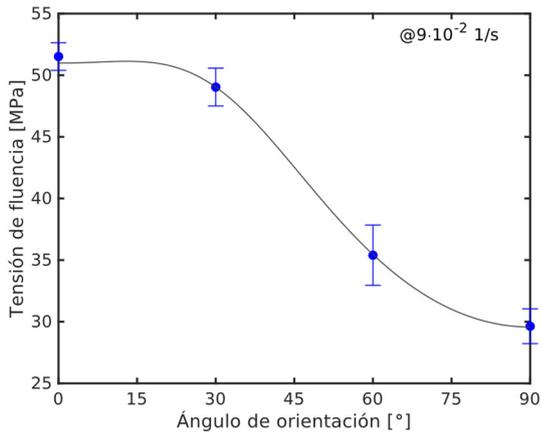


Figura 11. $\sigma_y - \theta$ para $\dot{\epsilon} = 9 \cdot 10^{-2} [1/s]$

4.4. Modelo de Eyring-Hill

Finalmente, en la figura 12 se muestran los resultados de la combinación de los dos modelos para obtener la tensión de fluencia en función de la velocidad de deformación, combinando el modelo de flujo de Eyring y el de anisotropía de Hill. Los valores empleados para el modelo han sido también los de la tabla 2. Concretamente se muestra una comparación entre los resultados experimentales (puntos) y la predicción de la tensión de fluencia según la combinación de modelos Eyring-Hill (rectas) para toda la combinación de ensayos realizados. Se puede observar que para orientaciones a 0° y 30°, la predicción es bastante buena. No obstante, estos resultados son sólo para una velocidad de procesamiento ME-AM y una temperatura de la cama, lo cual se sabe que afecta a la orientación molecular y resistencia [4].

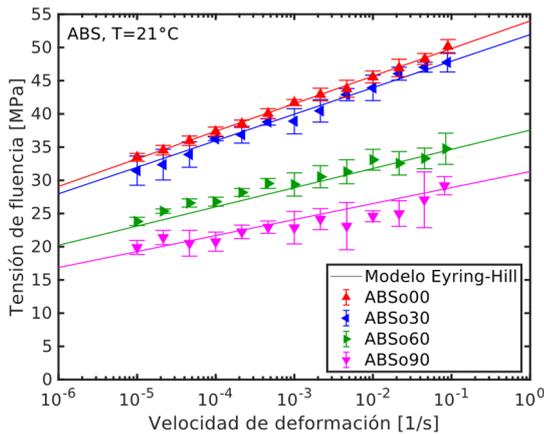


Figura 12. $\sigma_y - \log \dot{\epsilon}$ para las diferentes orientaciones α_{or} combinando los modelos de Eyring y Hill.

4.5. Análisis Fractográfico

Por su parte, en las figuras 13 y 14 se muestran las imágenes obtenidas mediante microscopía electrónica de barrido (SEM) del material ABS ME-AM ensayado para

las orientaciones $\alpha_{or} = 30^\circ$ y 60° respectivamente. En este caso se puede observar que las probetas con un ángulo de 30° presentan un comportamiento algo más dúctil que las de 60° , donde macroscópicamente se pueden considerar como frágiles y con pequeñas zonas dúctiles. En general y de acuerdo con los resultados de los ensayos, las orientaciones más bajas se corresponden con el trabajo de los filamentos depositados, mientras que en las orientaciones más altas se corresponden con el trabajo entre adhesión de filamentos depositados.

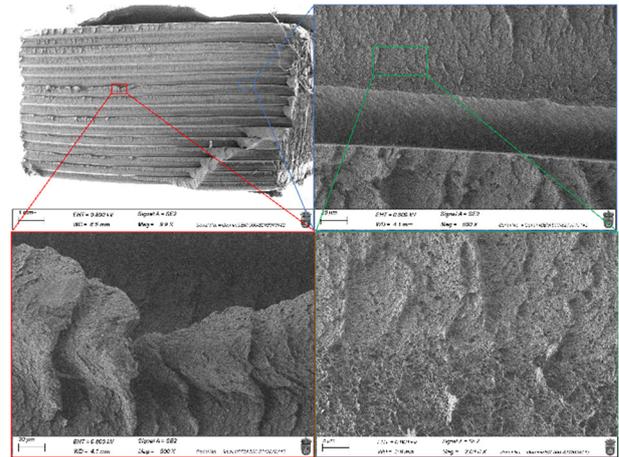


Figura 13. Fractografía de probeta con $\alpha_{or} = 30^\circ$

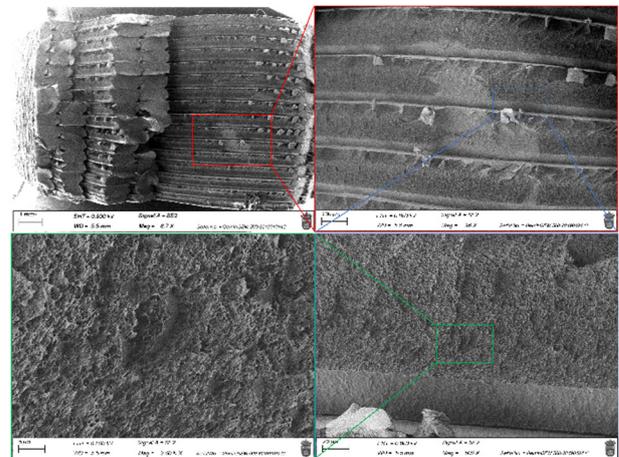


Figura 14. Fractografía de probeta con $\alpha_{or} = 60^\circ$

5. CONCLUSIONES

Un modelo dependiente del tiempo y de la orientación α_{or} , que combina el modelo de flujo de Eyring con la anisotropía de Hill, es capaz de predecir la tensión de fluencia en función de la velocidad de deformación $\dot{\epsilon}$ y el ángulo de orientación α_{or} . El modelo utiliza un enfoque factorizable, es decir, ambos efectos están desacoplados, como lo demuestran los datos experimentales del límite elástico. Por tanto, el efecto de

la velocidad de deformación se puede determinar con un único ángulo de orientación y el efecto de anisotropía con una única velocidad de deformación. En consecuencia, el modelo predice adecuadamente la tensión de fluencia para otras velocidades de deformación y ángulos de orientación.

El análisis SEM indica que el comportamiento macroscópicamente más dúctil se debe a un fallo de la probeta en la dirección del filamento depositado. El comportamiento mecánicamente frágil, a escala macroscópica, se relaciona con el fallo de adhesión entre filamentos depositados. Para este comportamiento frágil, se piensa que el valor de la tensión máxima de tracción se ve afectada por la longitud mínima de unión efectiva dentro de una probeta, como lo sugirieron Allum et al. [17].

Este modelo anisotrópico factorizable dependiente del tiempo es prometedor para predecir la integridad estructural de componentes ME-AM. Al igual que en el comportamiento de fluencia y fatiga, la dependencia del tiempo también es crucial [10-37]. Además, este tipo de modelos se pueden ampliar adecuadamente a una implementación 3D más completa [6-7]. En el futuro, el modelo también se puede mejorar para incorporar el efecto de la velocidad de procesamiento cambiando el volumen de activación en el modelo de flujo de Eyring. Se sabe que la velocidad de procesamiento afecta la orientación y el estiramiento de la cadena molecular y, como consecuencia, las propiedades mecánicas [4].

REFERENCIAS

- [1] ISO/ASTM 52900, Additive manufacturing - General principles - Fundamentals and vocabulary (2021).
- [2] J. Rodríguez, J. Thomas, J. Renaud, Mechanical behavior of acrylonitrile butadiene styrene (ABS) fused deposition materials. Experimental investigation, *Rapid Prototyp. J.* 7 (3) (2001) 148–158. doi:10.1108/13552540110395547
- [3] C. Kousiatza, D. Karalekas, In-situ monitoring of strain and temperature distributions during fused deposition modeling process, *Mater. Des.* 97 (2016) 400–406. doi:10.1016/j.matdes.2016.02.099.
- [4] Verbeeten, W.M.H.; Arnold-Bik, R.J.; Lorenzo-Bañuelos, M. Print Velocity Effects on Strain-Rate Sensitivity of Acrylonitrile-Butadiene-Styrene Using Material Extrusion Additive Manufacturing. *Polymers* 2021, 13, 149. <https://doi.org/10.3390/polym13010149>
- [5] Verbeeten, W.M.H., Lorenzo-Bañuelos, M., Saiz-Ortiz, R. and González, R. (2020), "Strain-rate-dependent properties of short carbon fiber-reinforced acrylonitrile-butadiene-styrene using material extrusion additive manufacturing", *Rapid Prototyping Journal*, Vol. 26 No. 10, pp. 1701-1712. <https://doi.org/10.1108/RPJ-12-2019-0317>
- [6] A. Amiri-Rad, L. Pastukhov, L. Govaert, J. van Dommelen, An anisotropic viscoelastic-viscoplastic model for short-fiber composites, *Mech. Mater.* 137, 103141 (2019). doi:10.1016/j.mechmat.2019.103141
- [7] D. Senden, G. Peters, L. Govaert, J. van Dommelen, Anisotropic yielding of injection molded polyethylene: Experiments and modeling, *Polymer* 54 (21) (2013) 5899–5908 (2013). doi:10.1016/j.polymer.2013.08.047
- [8] H. Eyring, Viscosity, Plasticity, and Diffusion as Examples of Absolute Reaction Rates, *J. Chem. Phys.* 4 (4) (1936) 283–291. doi:10.1063/1.1749836.
- [9] R. Hill, *The Mathematical Theory of Plasticity*, Oxford University Press, Oxford 515 (United Kingdom),(1950). doi:<https://books.google.es/books?id=Wy\kuQZzfdIC>.
- [10] R. Janssen, D. de Kanter, L. Govaert, H. Meijer, Fatigue Life Predictions for Glassy Polymers: A Constitutive Approach, *Macromolecules* 41 (7) (2008) 2520–2530 (2008). doi:10.1021/ma071273i
- [11] T. Engels, S. Soñtjens, T. Smit, L. Govaert, Time-dependent failure of amorphous polylactides in static loading conditions, *J. Mater. Sci.-Mater. Med.* 21 (1) (2010) 89–97 (2010). doi:10.1007/s10856-009-3851-9.
- [12] M. Kanters, K. Remerie, L. Govaert, A New Protocol for Accelerated Screening of Long-Term Plasticity-Controlled Failure of Polyethylene Pipe Grades, *Polym.Eng. Sci.* 56 (6) (2016) 676–688 (2016). doi:10.1002/pen.24294.
- [13] W. Verbeeten, M. Lorenzo-Bañuelos, P. Arribas-Subiñnas, Anisotropic 460 rate-dependent mechanical behavior of Poly(Lactic Acid) processed by Material Extrusion Additive Manufacturing, *Addit. Manuf.* 31 (2020) 100968 (2020). doi:10.1016/j.addma.2019.100968
- [14] H. Eyring Viscosity, Plasticity, and Diffusion as Examples of Absolute Reaction Rates *J. Chem. Phys.*, 4 (4) (1936), pp. 283-291. doi.org/10.1063/1.1749836
- [15] W. Verbeeten, M. Sánchez-Soto, M. Maspoch, Hydrostatic Pressure Dependence in Tensile and Compressive Behavior of an Acrylonitrile-Butadiene-Styrene (ABS) Copolymer, *J. Appl. Polym. Sci.* 139 (23) (2022) e52295 (2022). doi:10.1002/app.52295.
- [16] R. Truss, G. Chadwick, Tensile deformation behaviour of ABS polymers, *J. Mater. Sci.* 11 (1) (1976) 111–117 (1976). doi:10.1007/BF00541081.
- [17] J. Allum, A. Moetazedian, A. Gleadall, V. Silberschmidt, Interlayer bonding has bulk-material strength in extrusion additive manufacturing: New understanding of anisotropy, *Addit. Manuf.* 34 (2020) 101297 (2020). doi:10.1016/j.addma.2020.101297.

ANÁLISIS VISCOELÁSTICO DE LA FRACTURA DE HIDROGELES POLIACRILAMIDA-ALGINATO

Alicia Salazar^{1,2*}, Mario Martínez¹, Carlos Reinhardt¹, Jesús Rodríguez^{1,2}

¹ Grupo de Durabilidad e Integridad Mecánica de Materiales Estructurales (DIMME), Universidad Rey Juan Carlos, C/ Tulipán S/N, 28933, Móstoles-Madrid, España

² Instituto de Tecnologías para la Sostenibilidad. Universidad Rey Juan Carlos

* Persona de contacto: alicia.salazar@urjc.es

RESUMEN

Los hidrogeles de doble red son materiales blandos formados por dos redes poliméricas tridimensionales con un gran contenido de agua en su interior. El comportamiento de estos materiales está condicionado por dos fenómenos dependientes del tiempo: viscoelasticidad y poroelasticidad. El primero se atribuye al cambio conformacional en la red polimérica durante la deformación y el segundo a la migración del agua. Estos dos procesos implican un desafío para la determinación del comportamiento a fractura, ya que las hipótesis en las que se basan tanto la energía de desgarro del método de Rivlin y Thomas como la integral J pueden verse comprometidas por la dependencia del tiempo. Por ello, este trabajo tiene como objetivo aplicar la metodología desarrollada por Schapery a la fractura de hidrogeles de poliácridamida con distintos contenidos de alginato con el fin de determinar la influencia del comportamiento dependiente del tiempo en parámetros de fractura como la integral J o la apertura de la punta de la grieta (CTOD, por sus siglas en inglés). Por último, se explorará la posible relación existente entre la integral J y el CTOD en estos materiales blandos.

PALABRAS CLAVE: hidrogeles poliácridamida alginato, CTOD, integral J, viscoelasticidad.

ABSTRACT

Double-network hydrogels are soft materials formed by two 3-dimensional polymeric networks with a high water content inside. In these materials two time-dependent phenomena come into play: viscoelasticity and poroelasticity. The first is attributed to the conformational change in the polymer network during deformation and the second to the migration of water. These two processes imply a challenge for the determination of fracture behavior, since the hypotheses on which both the tear energy of the Rivlin and Thomas method and the J integral are based can be compromised by the time dependence. Therefore, this work aims to apply the methodology developed by Schapery to the fracture of polyacrylamide hydrogels with different alginate contents in order to determine the influence of time-dependent behavior on fracture parameters. Finally, the possible relationship between the J integral and the crack tip opening displacement (CTOD) will be explored in these soft materials.

KEYWORDS: Polyacrylamide-alginate hydrogels; CTOD, J integral, viscoelasticity.

1. INTRODUCCIÓN

Los hidrogeles son materiales formados por una red polimérica y moléculas de agua. Debido a su biocompatibilidad y biodegradabilidad, los hidrogeles se han utilizado ampliamente en aplicaciones biomédicas y de bioingeniería [1,2]. Recientemente, el desarrollo de nuevas composiciones de hidrogeles está permitiendo explorar su uso en sensores electrónicos flexibles [3] (transductores, baterías, supercondensadores, paneles táctiles), actuadores [4], dispositivos portátiles inteligentes [5], robots [6], etc. Estas aplicaciones emergentes requieren que los hidrogeles posean excelentes propiedades mecánicas, bajo cargas estáticas y dinámicas, así como una elevada resistencia a la

fractura para garantizar las prestaciones durante la vida útil del componente.

El potencial uso de los hidrogeles en todas las aplicaciones anteriormente mencionadas está limitado por su baja tenacidad de fractura. Una manera de mejorar la capacidad resistente de estos materiales es el diseño de hidrogeles híbridos, que consisten en redes interpenetradas de dos polímeros diferentes. Gong et al [7] fueron los pioneros en el desarrollo de los hidrogeles de doble red, formados por una red altamente entrecruzada (c.f. una red covalente) que se interpenetra en una red con bajo entrecruzamiento y altamente deformable (c.f. una red iónica). Todo ello manteniendo el gran contenido de agua del hidrogel. Entre los

hidrogeles de doble red más representativas destacan los de poliacrilamida (PAAM)/alginato (ALG), que se caracterizan por presentar mejoras significativas en la tenacidad de fractura [8-10]. Estos hidrogeles exhiben algunas características que favorecen los mecanismos de aumento de la resistencia a la propagación de grietas: en primer lugar, la red iónica del alginato puede alcanzar grandes deformaciones durante el proceso de carga, lo que facilita la disipación de energía; en segundo lugar, la larga cadena covalente de la poliacrilamida mantiene la integridad mecánica una vez que se rompen los enlaces cruzados iónicos; en tercer lugar, los enlaces secundarios que se forman entre las redes de alginato y poliacrilamida permiten la transferencia de carga entre las dos.

Los hidrogeles pueden presentar un comportamiento mecánico dependiente del tiempo debido a dos fenómenos de diferente naturaleza: viscoelasticidad y poroelasticidad. El primero se corresponde con el reordenamiento molecular del polímero debido a la acción mecánica y el segundo a la migración de agua. Para facilitar el desarrollo de hidrogeles cada vez más tenaces, es necesario comprender y cuantificar los comportamientos de fractura dependientes del tiempo [11].

Para analizar el comportamiento a fractura de materiales con comportamientos dependientes del tiempo, Knauss [12] y Schapery [13] desarrollaron la Mecánica de la Fractura Viscoelástica. En concreto, Schapery [13] definió la integral J generalizada o integral J viscoelástica, J_R , para materiales viscoelásticos lineales o no lineales haciendo uso de una versión particular del principio de correspondencia. El problema de la fractura de un material viscoelástico puede resolverse utilizando un material elástico equivalente. Dos configuraciones idénticas, una de material elástico equivalente y otra de material viscoelástico, tendrán los mismos campos de fuerza y de tensión si los desplazamientos impuestos en el material elástico equivalente han sido calculados mediante las integrales hereditarias que definen el comportamiento del material viscoelástico.

El objetivo del presente trabajo es aplicar la Mecánica de la Fractura Viscoelástica desarrollada por Schapery para analizar el comportamiento a fractura de hidrogeles de poliacrilamida con diferente contenido de alginato, partiendo de la hipótesis de que el principal fenómeno dependiente del tiempo es el debido al comportamiento viscoso de los materiales poliméricos. Los parámetros de fractura analizados serán tanto la integral J como la apertura de la punta de la grieta (CTOD, *Crack Tip Opening Displacement*), haciendo especial hincapié en la relación existente entre ambos para materiales blandos.

2. MARCO TEÓRICO

Schapery [13] introdujo el principio de correspondencia para definir la integral J generalizada de un material dependiente del tiempo a partir de un sólido elástico

lineal de referencia partiendo del hecho de que el estado tensional en el material viscoelástico y de referencia es el mismo. De este modo, la integral J viscoelástico, J_R , puede determinarse según la ecuación:

$$J_R = \frac{\eta U_R}{B(W - a)} \quad (1)$$

siendo η un factor geométrico adimensional, B el espesor, W el ancho, a la longitud de la grieta y U_R la energía bajo la curva fuerza (F) – pseudo desplazamiento (u_R) en el material de referencia dada por:

$$U_R = \int_0^{u_R} F du_R \quad (2)$$

Los pseudo desplazamientos son los desplazamientos en el material elástico lineal de referencia definidos a partir del desplazamiento en el material dependiente del tiempo, u, a través de las integrales hereditarias:

$$u_R = \frac{1}{E_R} \int_0^t E(t - \tau) \frac{\partial u}{\partial \tau} d\tau \quad (3)$$

Siendo $E(t)$ la función de relajación dependiente del tiempo t y E_R el módulo del material elástico de referencia, que puede tener un valor arbitrario.

En el caso de trabajar con un criterio local de fallo, el parámetro utilizado es el CTOD, δ , cuyo valor en el material de referencia o equivalente, δ_R , puede calcularse de igual manera a partir del valor en el material viscoelástico, a través de la integral hereditaria como:

$$\delta_R = \frac{1}{E_R} \int_0^t E(t - \tau) \frac{\partial \delta}{\partial \tau} d\tau \quad (4)$$

Schapery [12] definió una relación entre J_R y δ_R asumiendo una zona de daño en el frente de la grieta (*Strip Yield Model*) caracterizada por una tensión cohesiva σ_m actuando a lo largo de una distancia ρ . Dicha relación viene dada por la siguiente expresión:

$$J_R = \sigma_m \delta_R \quad (5)$$

3. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

3.1. Materiales

Los hidrogeles de poliacrilamida-alginato fueron sintetizados siguiendo el método de dos pasos descrito en [9,10]. Se analizó un hidrogel de poliacrilamida (PAAM) y dos hidrogeles poliacrilamida/alginato con concentraciones de alginato (ALG) del 10wt% (PAAM-10ALG) y del 14wt% (PAAM-14ALG).

3.2. Caracterización viscoelástica

Para determinar la función de relajación que caracteriza el comportamiento viscoelástico de cada hidrogel, se llevaron a cabo ensayos de relajación mediante microindentación instrumentada, utilizando un

indentador esférico de rubí de 800 μm de radio en un nanoindentador Agilent G200 con una célula de carga de 500 mN. Inicialmente, se aplicó una rampa en control de desplazamiento a una velocidad de 0.17 s^{-1} hasta alcanzar una profundidad de 25 μm , siendo el tiempo posterior de relajación de 1200 s. Las funciones de relajación, $E(t)$, se obtuvieron ajustando las curvas fuerza, $F(t)$, frente al tiempo a una serie de Prony de segundo orden [14]:

$$F(t) = \frac{4}{3} \frac{E(t)}{1 - \nu^2} R^{\frac{1}{2}} h^{\frac{3}{2}} \quad (6)$$

$$E(t) = E_{\infty} + E_1 e^{-\frac{t}{\tau_1}} + E_2 e^{-\frac{t}{\tau_2}}$$

donde ν es el coeficiente de Poisson que se asume constante, R es el radio del indentador, h es la profundidad, E_{∞} es el módulo en el equilibrio, y E_i y τ_i son los módulos y tiempos de relajación.

3.3. Caracterización mecánica

La caracterización mecánica se realizó a través de ensayos de tracción utilizando la configuración de probetas tipo halterio con dimensiones en la zona más estrecha de 6x3x33 mm^3 . Los ensayos se realizaron en una máquina electrodinámica MTS Acumen 1 con una célula de carga de ± 50 N a una velocidad de desplazamiento de 10 mm/min . Se realizaron 3 ensayos por material.

3.4. Caracterización a fractura

La caracterización a fractura se realizó utilizando la configuración de probeta *pure shear* con las dimensiones especificadas en la Figura 1. La longitud de grieta inicial se introdujo deslizando una cuchilla afilada.



Figura 1. Configuración *pure shear* con dimensiones de las probetas de fractura.

Se llevaron a cabo 4 ensayos por material, en una máquina electromecánica MTS RF/100 con una célula de carga ± 100 N. Los ensayos se realizaron en control de desplazamiento a una velocidad de desplazamiento de 1 mm/min y se grabaron con un videoextensómetro

Tabla 1. Parámetros de ajuste de la serie de Prony (ec. 6)

	Módulos de relajación (kPa)				Tiempos de relajación (s)	
	E_0	E_{∞}	E_1	E_2	τ_1	τ_2
PAAM	82	61	3	18	18	261
PAAM-10ALG	98	75	12	11	30	199
PAAM-14ALG	120	97	13	10	29	225

Correlated Solutions VIC 2D para determinar tanto el crecimiento estable de fisura Δa como el CTOD, δ .

Los valores de la integral J y de la integral J viscoelástica, J_R , se determinaron utilizando la ecuación (1), con la salvedad de que en el primer caso la energía U se obtuvo como el área bajo la curva $F-u$ y en el segundo caso la energía U_R se calculó como el área bajo la curva $F-u_R$. El valor del factor geométrico η toma valores de 1 para la configuración de *pure shear*. Las curvas de resistencia, $J-R$ o J_R-R , se obtuvieron representando los valores de la integral J frente al crecimiento de fisura, $\Delta a = a - a_0$, siendo a_0 la longitud inicial de grieta. Las curvas $J-R$ se ajustaron a una ley potencial dada por:

$$J = C \Delta a^N \quad (7)$$

Con C y N constantes del material siendo $N \leq 1$.

El CTOD se midió en el frente de grieta y se obtuvieron las curvas de resistencia $\delta - R$ en el material real y las curvas $\delta_R - R$ en el material de referencia, las cuales también fueron ajustadas a una ley potencial del tipo:

$$\delta = C' \Delta a^{N'} \quad (8)$$

Con C' y N' constantes del material siendo $N' \leq 1$.

4. RESULTADOS

4.1. Funciones de relajación

La Tabla 1 recoge los parámetros de la función de relajación ajustada a una serie de Prony de 2º orden. Como puede observarse, los módulos de equilibrio, E_{∞} , e instantáneo, E_0 , aumentan con el contenido de alginato. Además, la diferencia absoluta entre el módulo instantáneo y el módulo de equilibrio es prácticamente la misma en todos los hidrogeles, aunque en porcentaje esta diferencia decrece con el contenido de alginato, pasando del 34% en el caso del hidrogel de poli(acrilamida) al 23% para el hidrogel de poli(acrilamida) con 14wt% de alginato. No obstante, no puede considerarse muy acusada la relajación viscoelástica experimentada por este tipo de hidrogeles.

4.2. Comportamiento a tracción

La Tabla 2 muestra el módulo elástico, E , la resistencia a tracción en magnitudes ingenieriles, s_T , y el alargamiento a rotura, λ_R , de los materiales objeto de estudio. Como puede apreciarse, la adición de alginato aumenta la rigidez, en línea con los módulos obtenidos de los ensayos de relajación, y la capacidad resistente.

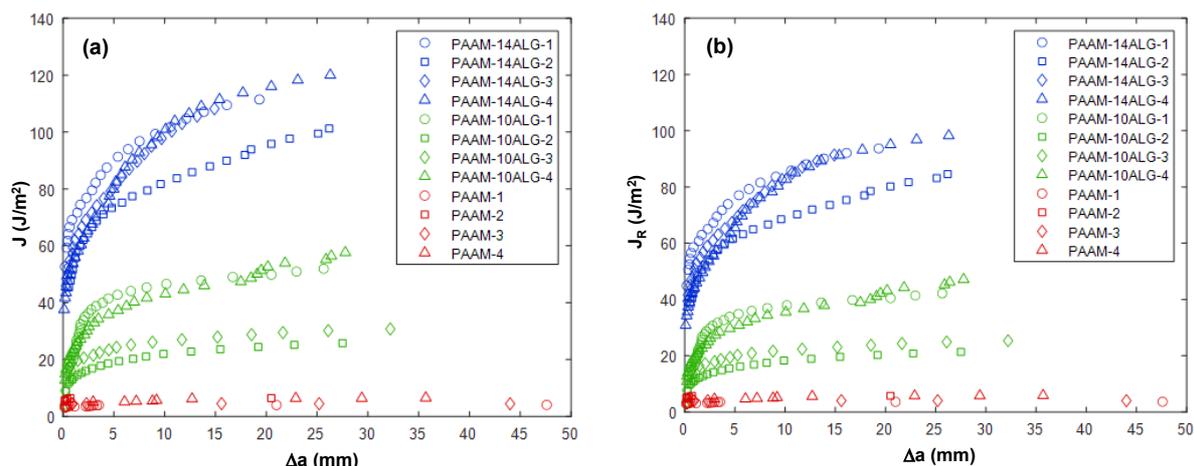


Figura 2. (a) Curvas de resistencia $J-R$ y (b) Curvas de resistencia J_R-R .

Curiosamente, el alargamiento a rotura no experimentó cambios muy significativos con la cantidad de alginato.

Tabla 2. Parámetros obtenidos de los ensayos de tracción de los materiales objeto de estudio.

	E (kPa)	σ_T (kPa)	λ_R
PAAM	13 ± 1	12 ± 2	1.9 ± 0.2
PAAM-10ALG	40 ± 6	33 ± 9	1.8 ± 0.1
PAAM-14ALG	54 ± 8	70 ± 20	2.4 ± 0.3

4.3. Comportamiento a fractura

La Figura 2 muestra las curvas de resistencia $J-R$, obtenidas a partir de las curvas fuerza – desplazamiento, y las curvas J_R-R obtenidas a partir de las curvas fuerza – pseudo desplazamiento de los materiales objeto de estudio. En primer lugar, destacar que las curvas de resistencia en el material de referencia (Figura 2b) están ligeramente por debajo de la de los hidrogeles (Figura 2a), debido a que en los primeros se ha descontado los fenómenos disipativos característicos del comportamiento de las redes poliméricas. También es destacable que la caída de las curvas de resistencia del

material de referencia, en comparación con las del material real, es más acusada en el material con mayor contenido en alginato, PAAM-14ALG. En segundo lugar, efecto del alginato es evidente, obteniendo mejor comportamiento a fractura cuanto mayor es la cantidad de alginato en el hidrogel.

El análisis cuantitativo puede realizarse a partir de los datos recogidos en la Tabla 3, que muestra los valores de las constantes de ajuste de las curvas $J - R$ y $J_R - R$ a la ley potencial (ecuación (7)) así como los correspondientes valores críticos de la integral J, J_C , y de la pseudo integral $J, J_{R,C}$. El hecho de que las curvas del material de referencia se encuentren por debajo de sus homólogas correspondientes al material real se traduce en valores de la constante C más bajos, sin que el parámetro N , que rige el crecimiento estable de fisura, se vea afectado. En relación con el exponente N , la diferencia fundamental se observa entre el hidrogel de poliácridamida y el hidrogel de doble red poliácridamida/alginate. En el primer caso, N tiene valores muy pequeños, signo de la inestabilidad en el

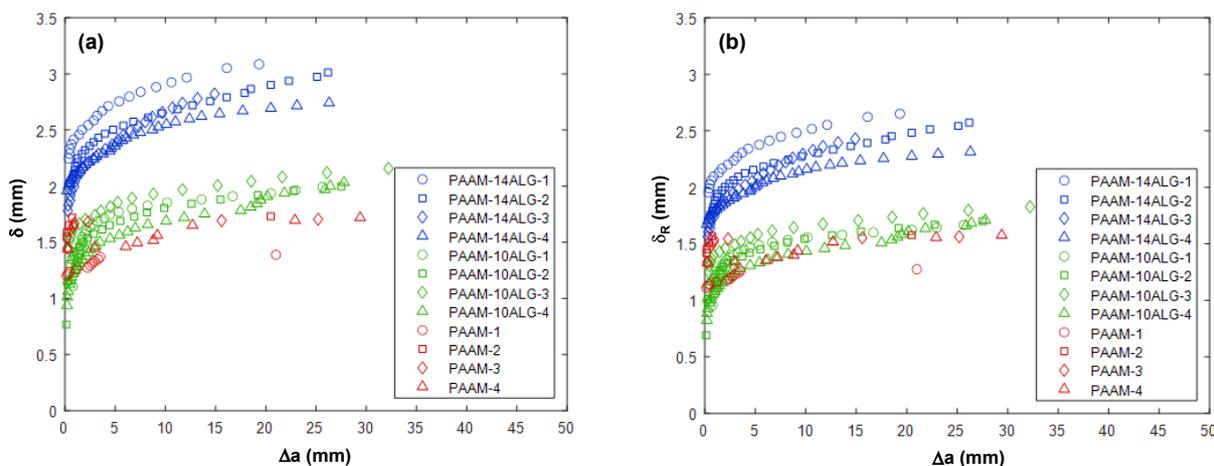


Figura 3. (a) Curvas $\delta - R$ y (b) Curvas de $\delta_R - R$.

Tabla 3. Parámetros de ajuste de las curvas $J - R$ de los hidrogeles objeto de estudio y de las curvas $J_R - R$ de los materiales de referencia a la ley potencial dada por la ecuación (7). Se han incluido los valores críticos de la integral J , J_C , y de la pseudo integral J , $J_{R,C}$, asociados al inicio de propagación de la fisura.

	Curva $J - R$			Curva $J_R - R$		
	J_C (J/m^2)	C	N	$J_{R,C}$ (J/m^2)	C	N
PAAM	4.5 ± 1.0	5 ± 1	0.04 ± 0.02	4.1 ± 0.9	4 ± 1	0.04 ± 0.02
PAAM-10ALG	15 ± 4	20 ± 6	0.22 ± 0.04	13 ± 3	17 ± 4	0.22 ± 0.04
PAAM-14ALG	48 ± 8	59 ± 7	0.21 ± 0.04	41 ± 7	49 ± 6	0.20 ± 0.04

Tabla 4. Parámetros de ajuste de las curvas $\delta - R$ de los hidrogeles objeto de estudio y de las curvas $\delta_R - R$ de los materiales de referencia a la ley potencial dada por la ecuación (8). Se han incluido los valores críticos del CTOD, δ_C , y de la pseudo CTDO, $\delta_{R,C}$.

	Curva $\delta - R$			Curva $\delta_R - R$		
	δ_C (mm)	C'	N'	$\delta_{R,C}$ (mm)	C'	N'
PAAM	1.5 ± 0.2	1.5 ± 0.2	0.03 ± 0.01	1.3 ± 0.2	1.4 ± 0.2	0.03 ± 0.01
PAAM-10ALG	1.3 ± 0.2	1.4 ± 0.1	0.12 ± 0.02	1.1 ± 0.2	1.19 ± 0.12	0.11 ± 0.02
PAAM-14ALG	2.0 ± 0.2	2.2 ± 0.2	0.09 ± 0.02	1.7 ± 0.2	1.9 ± 0.1	0.09 ± 0.02

crecimiento de la fisura, mientras que, en el material de doble red, N posee valores dos órdenes de magnitud mayores, como corresponde a la mayor estabilidad observada durante la propagación de la grieta. Por último, en relación con la integral J asociada al inicio de la propagación de la grieta, la diferencia entre los valores críticos de iniciación para los hidrogeles reales y los materiales de referencia no llegó a superar el 20%.

En la Figura 3 se muestran las curvas de resistencia en función del parámetro local CTOD, δ , tanto para los hidrogeles reales como para los materiales de referencia. Las tendencias observadas son idénticas a las descritas cuando el parámetro de control es la integral J , las cuales se reflejan de forma cuantitativa en la Tabla 4. En este caso, las diferencias entre los valores de los hidrogeles reales y los materiales de referencia no superaron el 15%.

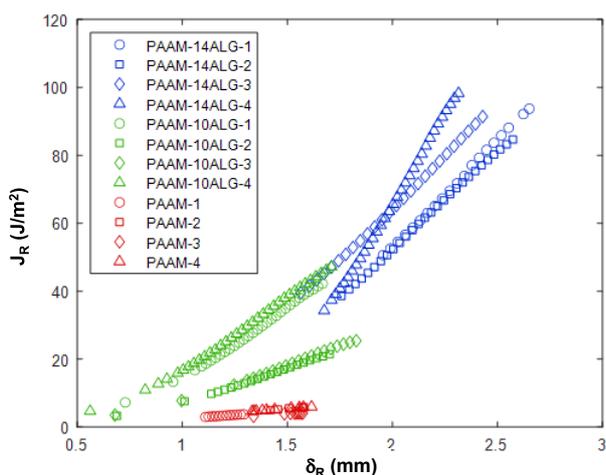


Figura 4. J_R vs δ_R para los hidrogeles objeto de estudio.

Para analizar la relación entre el parámetro de fractura global, integral J , y el parámetro de fractura local, CTOD, en el material de referencia o equivalente se representó un parámetro frente a otro, tal y como se recoge en la

Figura 4. Como puede apreciarse, la relación entre ambos parámetros es básicamente lineal, obteniendo del ajuste de los datos a la ecuación (5) el valor de la tensión cohesiva para cada uno de los hidrogeles objeto de estudio (Tabla 5). El valor de la tensión cohesiva fue menor para el hidrogel de poliacrilamida, mientras que el mayor valor fue para el hidrogel poliacrilamida/alginato con mayor contenido de alginato, PAAM-14ALG.

Tabla 5. Valores de la tensión cohesiva, σ_m , resultantes de ajustar los datos de J_R vs δ_R a la ecuación (5) de los hidrogeles objeto de estudio.

	σ_m (kPa)
PAAM	4.2 ± 1.4
PAAM-10ALG	30 ± 10
PAAM-14ALG	70 ± 20

Los valores de la tensión cohesiva fueron muy similares a los de la resistencia a tracción del material (Tabla 2), excepto para el hidrogel de poliacrilamida. Todo esto parece señalar que la grieta progresa en los hidrogeles poliacrilamida/alginato si las tensiones en el frente grieta alcanzan valores próximos a la resistencia a tracción del material.

5. CONCLUSIONES

En este trabajo se ha analizado el comportamiento a fractura de hidrogeles de poliacrilamida y de poliacrilamida/alginato con dos contenidos de alginato aplicando la Mecánica de la Fractura Viscoelástica. Las conclusiones más relevantes han sido:

- Los valores de los parámetros de fractura del material elástico de referencia fueron siempre menores que los del material real, no siendo en ningún caso estas diferencias mayores al 20%. Esto es debido a que la repuesta viscoelástica obtenida de los ensayos de relajación no fue muy acusada, ya que la mayor

diferencia entre el módulo instantáneo y el módulo de referencia fue del 34% para el hidrogel de poliacrilamida.

- Los valores de los parámetros de fractura tanto en términos globales, integral J, como en términos locales, CTOD, aumentaron con el contenido de alginato. Los aumentos más significativos se obtuvieron en términos de la integral J.
- Se ha observado una relación lineal entre el parámetro de fractura global, la integral J, y el parámetro de fractura local, el CTOD, en el material elástico equivalente. La constante de proporcionalidad entre ambos parámetros o tensión cohesiva presentó valores muy semejantes a la resistencia a tracción en el caso de los hidrogeles poliacrilamida/alginato.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecer al Ministerio de Ciencia e Innovación la financiación recibida en los proyectos PID2019-108968RB-I00 y PID2022-140868OB-I00.

REFERENCIAS

- [1] C.K. Kuo, P.X. Ma, *Ionicallly crosslinked alginate hydrogels as scaffolds for tissue engineering: Part 1. Structure, gelation rate and mechanical properties*, Biomaterials 22 [6] (2001): 511–521.
- [2] Y. Qiu, K. Park, *Environment-sensitive hydrogels for drug delivery*, Adv. Drug Deliv. Rev. 53 [3] (2001): 321–339.
- [3] Z. Sun, L. Wang, X. Jiang, L. Bai, W. Wang, H. Chen, L. Yang, H. Yang, D. Wei, *Self-healing, sensitive and antifreezing biomass nanocomposite hydrogels based on hydroxypropyl guar gum and application in flexible sensors*, Int. J. Biol. Macromol. 155 (2020):1569–1577.
- [4] M. Guo, Y. Wu, S. Xue, Y. Xia, X. Yang, Y. Dzenis, Z. Li, W. Lei, A.T. Smith, L. Sun, *A highly stretchable, ultra-tough, remarkably tolerant, and robust self-healing glycerol-hydrogel for a dual-responsive soft actuator*, J. Mater. Chem. A 7 [45] (2019): 25969–25977.
- [5] T. Liu, C. Zhu, W. Wu, K.-N. Liao, X. Gong, Q. Sun, R.K. Li, *Facilely prepared layer-by-layer graphene membrane-based pressure sensor with high sensitivity and stability for smart wearable devices*, J. Mater. Sci. Technol. 45 (2020): 241–247.
- [6] M.N.I. Shiblee, K. Ahmed, M. Kawakami, H. Furukawa, *4D printing of shape-memory hydrogels for soft-robotic functions*, Adv. Mater. Technol. 4 (8) (2019): 1900071.
- [7] J.P. Gong, *Why are double network hydrogels so tough?*, Soft Matter 6 (2010): 2583–90.
- [8] J.Y. Sun, X. Zhao, W.R. Illeperuma, O. Chaudhuri, K.H. Oh, D.J. Mooney, J.J. Vlassak, Z. Suo, *Highly stretchable and tough hydrogels*, Nature 489 [7414] (2012): 133-136.
- [9] C. Reinhardt, A. Salazar, A. J. Cano, A. Rico, J. Rodríguez, *Resistencia a la fractura de hidrogeles de poliacrilamida-alginato*, Revista Española de Mecánica de la Fractura 6 (2023): 203-208.
- [10] C. Reinhardt-Hervás, A.J. Cano, A. Rico, A. Salazar, J. Rodríguez, *Fracture resistance of polyacrylamide-alginate hydrogels*, Eng. Fract. Mech. 295 (2024): 109812.
- [11] J. Tang, J. Li, J.J. Vlassak, Z. Suo, *Fatigue fracture of hydrogels*, Extreme Mechanics Letters 10 (2017): 24-31.
- [12] W.G. Knauss, *On the steady propagation of a crack in a viscoelastic sheet*, In: Deformation and fracture of high polymers. Plenum, Nueva York (1974), pp. 501-541.
- [13] R.A. Schapery, *Correspondence principles and a generalized J integral for large deformation and fracture analysis of viscoelastic media*, International Journal of Fracture 25 [3] (1984): 195-223.
- [14] C. Reinhardt – Hervás, A. Rico, J. Rodríguez, *Crosslinker concentration effect on the poroviscoelastic relaxation of polyacrylamide hydrogels using depth-sensing indentation*, Polym Test 100 (2021): 107265.

EFFECTO DEL ENVEJECIMIENTO MECÁNICO, POR TEMPERATURA Y POR OZONO EN EL COMPORTAMIENTO A FRACTURA DE PROPULSANTES SÓLIDOS DE MATERIAL COMPUESTO DE BASE CTPB

Mario Martínez^{1,*}, Raúl López², Jesús Rodríguez^{1,3}, Alicia Salazar^{1,3}

¹ Grupo de Durabilidad e Integridad Mecánica de Materiales Estructurales (DIMME), Universidad Rey Juan Carlos, C/ Tulipán S/N, 28933, Móstoles-Madrid, España

² Departamento de Optoelectrónica y Misilística, Campus “La Marañosa”, Instituto Nacional de Técnica Aeroespacial, Ctra. M301 km 10.5, 28330 San Martín de la Vega-Madrid, España

³ Instituto de Tecnologías para la Sostenibilidad. Universidad Rey Juan Carlos

* Persona de contacto: Mario Martínez, mario.martinez@urjc.es

RESUMEN

Los propulsores sólidos de material compuesto utilizados en los motores de misiles y cohetes están formados por un gran porcentaje en peso (del 50 al 90 wt%) de partículas oxidantes, típicamente cerámicas, embebidas en una matriz elastomérica. Durante su vida en servicio, los propulsores van a estar sometidos a envejecimiento natural debido a vibraciones y golpes producidos por la manipulación y transporte, fuerzas gravitacionales, ciclos térmicos o la exposición atmosférica durante su almacenamiento, etc. Esto afecta a su microestructura, produciendo un cambio en las propiedades de la matriz, particularmente en la unión partículas-matriz con la generación de huecos y grietas lo que supone un riesgo durante la fase de propulsión de los motores, al alterar la superficie de quemado. Este trabajo tiene como objetivo evaluar el efecto de tres tipos de envejecimientos acelerados en el comportamiento químico, mecánico y a fractura de un propulsor sólido de material compuesto formado por una matriz de polibutadieno carboxilo (CTPB, por sus siglas en inglés) cargado con un 54 wt% de partículas de perclorato amónico. Dado que el propulsor sólido presenta una respuesta dependiente del tiempo muy marcada, el comportamiento a fractura se analizó bajo la aproximación de la Mecánica de la Fractura Viscoelástica.

PALABRAS CLAVE: propulsor sólido de material compuesto, envejecimiento, viscoelasticidad, fractura.

ABSTRACT

The solid composite propellants used in missile and rocket engines consist of a significant weight percentage (50 to 90 wt%) of oxidising particles, typically ceramics, embedded in an elastomeric matrix. Throughout their service life, these propellants undergo natural aging due to vibrations and impacts during handling and transportation, gravitational forces, thermal cycling or atmospheric exposure during storage. This ageing process affects their microstructure, causing a shift in matrix properties, particularly in the particle-matrix bonding with the generation of voids and cracks, posing a risk during the propulsion phase by altering the burning surface. This study aims to assess the impact of three types of accelerated aging on the chemical, mechanical and fracture behaviour of a solid composite propellant composed of a carboxyl-terminated polybutadiene (CTPB) matrix loaded with 54 wt% ammonium perchlorate particles. Since the solid propellant exhibits a highly time-dependent response, fracture behaviour was analysed using the Viscoelastic Fracture Mechanics approach.

KEYWORDS: composite solid propellant, ageing, viscoelasticity, fracture mechanics.

1. INTRODUCCIÓN

Los propulsores sólidos de material compuesto son una de las soluciones tecnológicas más implementadas en sectores civil y militar para la propulsión de misiles y cohetes [1]. Estos son materiales muy heterogéneos con una gran cantidad de partículas embebidas en una matriz, normalmente elastomérica, la cual representa una

pequeña fracción másica en comparación con la masa de partículas, pero juega un papel fundamental en la respuesta mecánica y en la capacidad resistente del motor. El envejecimiento de la matriz y el deterioro de su cohesión con las partículas es, por tanto, una de las principales preocupaciones respecto a la integridad estructural de los motores basados en esta tecnología [2].

En múltiples ocasiones, los motores de misiles y cohetes de propulsante sólido son almacenados durante largos periodos de tiempo antes de su uso o eliminación. Las restricciones medioambientales hacen que los costes de procesamiento de los motores que no han sido utilizados tras su vida útil aumenten, así como también han aumentado con el paso de los años los costes de producción. Esto deriva en el interés de alargar la vida útil de estos motores al máximo posible. Durante este tiempo de vida útil, el propulsante sólido se envejece debido a diferentes procesos de degradación [3], que pueden clasificarse como:

- Procesos físicos, entre los que incluyen la migración de componentes o la debilitación de la intercara partícula-matriz.
- Procesos químicos, que dan lugar a la formación o ruptura de enlaces en la matriz elastomérica. Estos procesos se deben a fenómenos como las reacciones de oxidación y la exposición a altas temperaturas y humedad.
- Procesos mecánicos, entre los que pueden citarse las vibraciones a las que se ven sometidos los motores durante los transportes, los efectos de la gravedad o las tensiones de origen térmico debido a ciclos de temperatura (día-noche, estaciones del año, etc.). Todos ellos inducen la decohesión de las partículas y los efectos Mullins y Payne.

El envejecimiento del propulsante sólido, promovido por los procesos anteriormente mencionados, puede generar grietas en el seno del bloque de propulsante sólido de los motores. La presencia de grietas supone una alteración de la superficie de quemado, diseñada inicialmente para aportar un empuje determinado, dando lugar a un malfuncionamiento del motor y pudiendo ocasionar accidentes catastróficos [4,5].

La necesidad de evaluar la vida útil de los motores de propulsante sólido de material compuesto para garantizar la seguridad de componentes e instalaciones, es la causa del interés por conocer cómo las diferentes condiciones de envejecimiento de este tipo de motores, comprometen la integridad mecánica.

Para la realización de este trabajo, se ha sometido a un propulsante sólido proveniente de un motor a tres tipos de envejecimientos: mecánico, por temperatura y por ozono. El material envejecido (y sin envejecer) ha sido ensayado para determinar su comportamiento a fractura, analizando los resultados a través de la aproximación de la Mecánica de la Fractura Viscoelástica propuesta por R. Schapery [6].

2. MECÁNICA DE LA FRACTURA VISCOELÁSTICA

La aproximación de la Mecánica de la Fractura Viscoelástica propuesta por R. Schapery se basa en una definición alternativa del principio de correspondencia. Bajo esta definición se considera que, en un problema viscoelástico y su correspondiente elástico equivalente, las cargas y tensiones son iguales, mientras que las deformaciones y los desplazamientos entre ambos problemas se relacionan a través de las integrales hereditarias.

Partiendo de este concepto, R. Schapery [6] define la integral J viscoelástica como una generalización de la integral J propuesta por J.R. Rice [7]. Esta integral J viscoelástica, J^R , se puede escribir como

$$J^R = \frac{\eta U^R}{B(W - a_0)} \quad (1)$$

donde B , W y a_0 son el espesor, anchura y longitud de grieta inicial de la probeta, respectivamente, η es el factor de constricción y U^R es la energía bajo la curva fuerza frente a pseudo desplazamiento, obtenida con la expresión

$$U^R = \int_0^{u^R} P du^R \quad (2)$$

donde P es la fuerza y u^R los pseudo desplazamientos. Estos son los desplazamientos en el sólido elástico equivalente, de manera que se relacionan con los desplazamientos del sólido viscoelástico, u , a través de la integral hereditaria

$$u^R = E_R^{-1} \int_0^t E(t - \tau) \frac{\partial u}{\partial \tau} d\tau \quad (3)$$

donde $E(t - \tau)$ representa la función de relajación uniaxial del material viscoelástico y E_R es una constante de valor arbitrario que se corresponde con el módulo elástico del material elástico equivalente.

3. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

El material empleado ha sido propulsante sólido de material compuesto basado en tecnología AP-Al-CTPB¹, proveniente de un motor de dos etapas: aceleración y crucero. El material seleccionado pertenecía a la etapa de aceleración.

¹ Las siglas describen los componentes más relevantes del material siendo AP perclorato amónico, Al aluminio y CTPB polibutadieno carboxiterminal.

Este propulsante fue sometido a tres tipos de envejecimiento acelerado: mecánico, por temperatura y por ozono. Durante el envejecimiento mecánico se sometió al material a un ciclo de carga-descarga en tracción uniaxial a una velocidad de desplazamiento de 500 mm/min, hasta alcanzar deformaciones en la dirección de la carga de un 15% y 30%. El envejecimiento isoterma por temperatura se produjo introduciendo las probetas en un horno a 80 °C durante 24 y 36 días. Finalmente, el envejecimiento por ozono se ocasionó exponiendo el material a una concentración de ozono de 160 ppm durante 14, 21, 32 y 42 días.

Para determinar los cambios producidos por los envejecimientos en la estructura polimérica, se llevaron a cabo medidas de densidad de entrecruzamiento siguiendo el método 1A de la norma STANAG 4581 [8]. Los datos obtenidos de densidad de entrecruzamiento se han recogido en la Tabla 1.

Tabla 1. Densidad de entrecruzamiento para las probetas de fractura de propulsante no envejecido y envejecido mecánicamente, por temperatura y por ozono.

Envejecimiento	Densidad de entrecruzamiento
No envejecido	4.83±0.09
Precarga 15%	4.85±0.06
Precarga 30%	4.81±0.02
Temperatura 24 días	5.0±0.2
Temperatura 36 días	6.0±0.2
Ozono 14 días	4.35±0.02
Ozono 21 días	4.2±0.1
Ozono 32 días	3.33±0.04
Ozono 42 días	3.3±0.1

Tabla 2. Parámetros de ajuste de la serie de Prony a las curvas tensión frente a tiempo de los ensayos de relajación para material sin envejecer y envejecido mecánicamente, por temperatura y por ozono.

	Envejecimiento								
	No envejecido	Mecánico (%)		Temperatura (días)		Ozono (días)			
		15	30	24	36	14	21		32
Módulos (MPa)									
E_0	8.3	9.1	8.5	349	413	5.7	5.9	5.0	4.8
E_∞	2.2	2.3	2.1	126	144	1.5	1.4	1.5	1.4
E_1	6.0	6.7	6.3	0.35	265	4.2	4.4	3.5	3.4
E_2	0.13	0.11	0.11	220	3.17	0.04	0.05	0.04	0.03
E_3	0.0074	0.0064	0.0058	3	0.39	0.0033	0.0034	0.0025	0.001
E_4	0.0005	0.0006	0.0005	0.028	0.05	0.0004	0.0004	0.0003	0.0002
Tiempos de relajación (s)									
τ_1	0.97	0.83	0.81	80	1.19	1.02	0.98	0.96	0.96
τ_2	8.0	8.7	8.5	1.12	13.9	12.8	11.5	13.1	17.4
τ_3	83	80	80	13	89	108	100	115	211
τ_4	970	782	798	916	796	1033	1004	1027	1133

La determinación de las funciones de relajación se realizó mediante ensayos de relajación en probetas prismáticas de sección cuadrada con medidas de 50x10x10 mm. Las funciones de relajación se obtuvieron siguiendo la metodología descrita por Xu et al. [9], ajustando las curvas tensión frente a tiempo de los ensayos de relajación a la función

$$\sigma(t) = \frac{\epsilon_0}{t_1} \left[E_\infty t + \sum_{i=1}^N E_i \tau_i \left(1 - e^{-\frac{t}{\tau_i}} \right) \right]; \quad t \leq t_1$$

$$\sigma(t) = \frac{\epsilon_0}{t_1} \left[E_\infty t_1 + \sum_{i=1}^N E_i \tau_i \left(e^{-\frac{t-t_1}{\tau_i}} - e^{-\frac{t}{\tau_i}} \right) \right]; \quad t \geq t_1 \tag{4}$$

donde $\sigma(t)$ es la tensión registrada durante el ensayo, ϵ_0 es la deformación aplicada, t_1 es el tiempo de la rampa de carga y los términos E_i y τ_i son los que describen la función de relajación para un modelo viscoelástico de Maxwell-Wiechert, también conocido como serie de Prony. La deformación impuesta fue de un 3% para todos los casos, excepto para las probetas envejecidas por temperatura que se sometieron a un 0.15% de deformación, en la configuración de tracción uniaxial. Esta deformación se alcanzó imponiendo una velocidad de desplazamiento constante de 50 mm/min y el tiempo total del ensayo se estableció en 30 min.

Por su parte, los ensayos de fractura se realizaron empleando probetas prismáticas de sección rectangular con medidas 80x25x12.5 mm. La configuración de ensayo escogida fue en panel sometido a tracción con grieta en un lateral (SENT, *Single Edge Notched Tension*). La grieta se introdujo mediante el deslizamiento de una cuchilla afilada por el lateral, generando una grieta de 10 mm. Estos ensayos de fractura se llevaron a cabo con una velocidad de desplazamiento del puente de 5 mm/min.

Los ensayos de fractura fueron grabados usando un equipo de videoextensometría VIC2D. Las imágenes

tomadas se emplearon para determinar el crecimiento de grieta medido en la superficie visible de la probeta.

Ambos tipos de ensayo, relajación y fractura, se hicieron en una máquina electromecánica universal Instron 5967 con una célula de carga de ± 500 N y a temperatura ambiente. Estos ensayos también se realizaron sobre probetas no envejecidas con el fin de comparar el efecto de los envejecimientos sobre el comportamiento a fractura.

4. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

4.1. Funciones de relajación

Los resultados de los ajustes de las curvas tensión frente a tiempo de los ensayos de relajación según la expresión (4) para una serie de Prony de cuarto orden se recogen en la Tabla 2. Atendiendo a los módulos instantáneo, E_0 , y de equilibrio, E_∞ , se puede observar cómo afectan los diferentes envejecimientos a la rigidez del propulsante.

En primer lugar, el envejecimiento mecánico no parece producir una variación significativa de la rigidez del propulsante sólido, ni para tiempos muy cortos ni en el equilibrio, una vez relajado el material. Por su parte, el envejecimiento térmico produce un aumento muy significativo de la rigidez del material, del orden de 50 veces superiores a los del material sin envejecer. Finalmente, el propulsante envejecido con ozono sufre una pérdida progresiva de rigidez conforme aumenta el tiempo de envejecimiento.

4.2. Fractura

Las curvas fuerza, P , frente a desplazamiento, u , registradas durante los ensayos de fractura se muestran en la Figura 1. Respecto a la rigidez de las probetas de fractura, en general se observan las mismas tendencias que en los ensayos de relajación, excepto para las probetas envejecidas mecánicamente que muestran un aumento de la flexibilidad cuanto mayor es la deformación inicial impuesta en la etapa de precarga. La capacidad resistente de las probetas se ve afectada por todos los envejecimientos. Con relación al envejecimiento mecánico, las probetas sometidas a un 15% de deformación muestran poca variación con respecto a las probetas no envejecidas, mientras que las probetas sometidas a un 30% sufren una disminución notable de la capacidad resistente. El envejecimiento por ozono también produce una pérdida en la capacidad resistente de las probetas conforme se aumenta el tiempo de envejecimiento. Sin embargo, el envejecimiento por temperatura, además de incrementar la rigidez, también incrementa la capacidad resistente con el tiempo de envejecimiento.

El punto en el que la grieta comienza a propagarse se indica en la Figura 1 mediante símbolos rellenos. En las

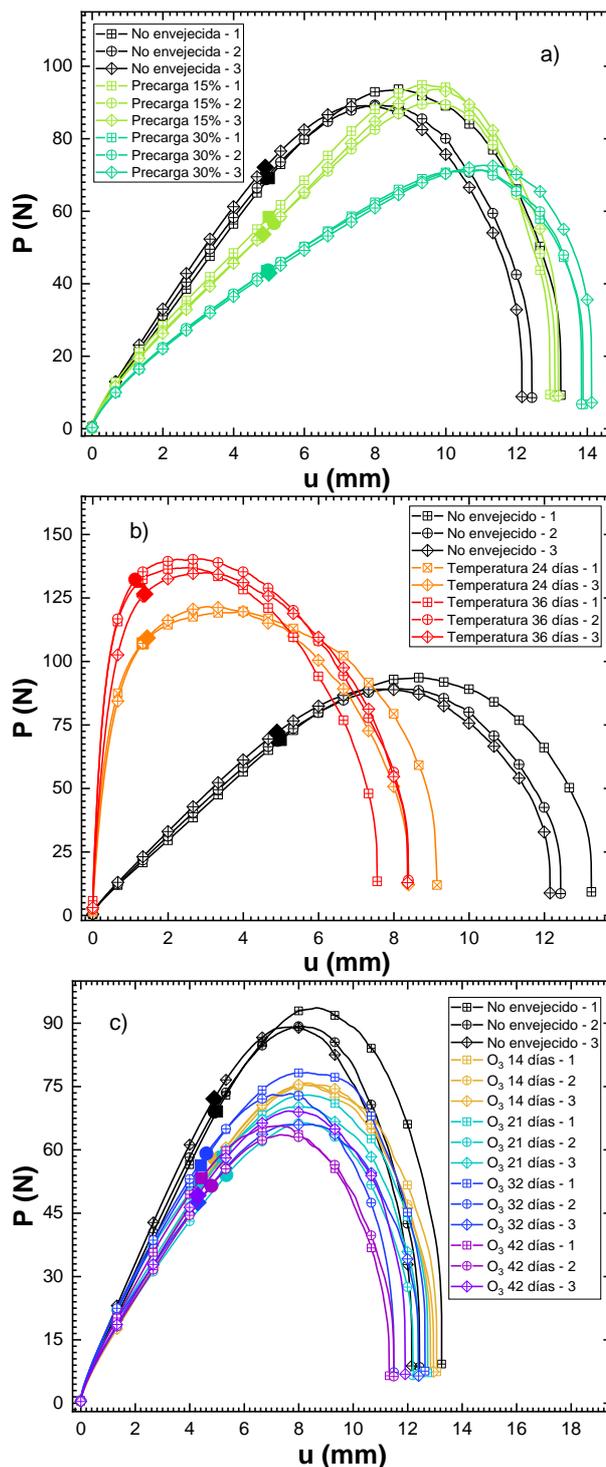


Figura 1. Curvas fuerza, P , frente a desplazamiento, u , de los ensayos de fractura. a) Envejecimiento mecánico, b) envejecimiento por temperatura y c) envejecimiento por ozono. Los símbolos sólidos indican la iniciación de la propagación de la grieta.

probetas sometidas a envejecimiento mecánico, la iniciación de la propagación de la grieta sucede independientemente de la deformación impuesta durante la precarga. Respecto al envejecimiento por temperatura, la propagación comienza mucho antes que en las probetas no envejecidas. No obstante, cabe destacar que, para las probetas envejecidas por temperatura, la diferencia entre

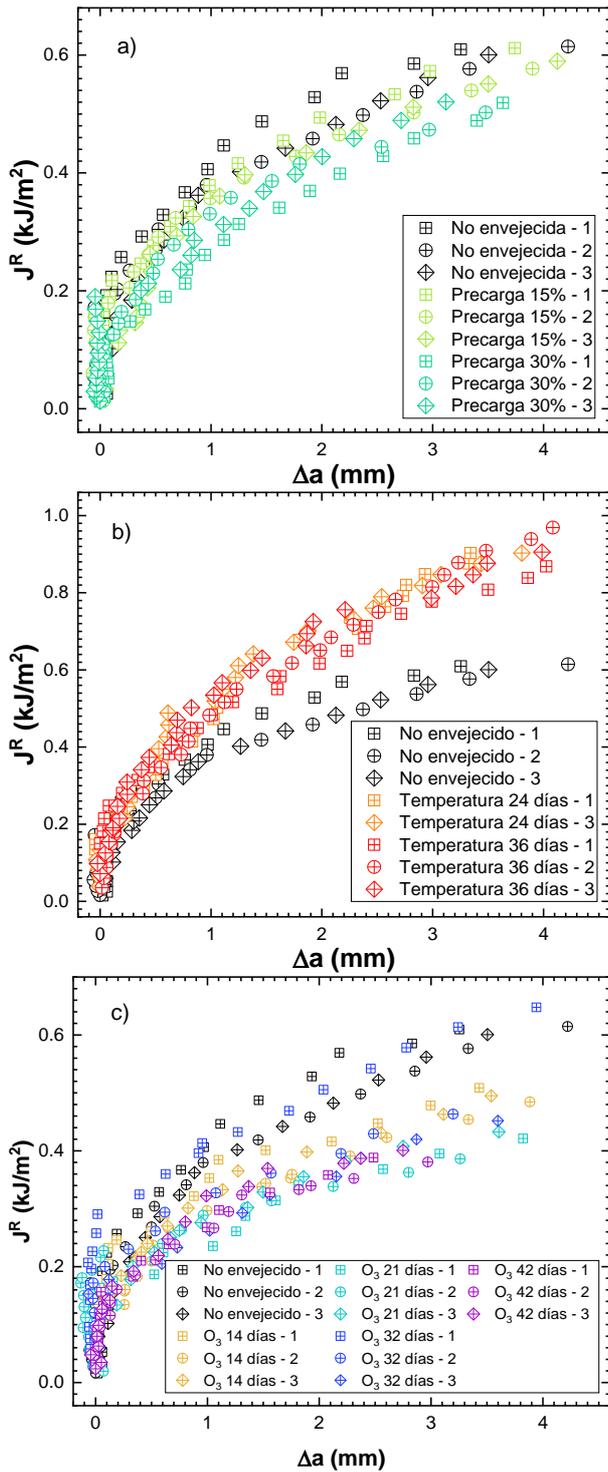


Figura 2. Curvas integral J viscoelástica, J^R , frente a crecimiento de grieta, Δa , de los ensayos de fractura. a) Envejecimiento mecánico, b) envejecimiento por temperatura y c) envejecimiento por ozono.

la carga a la que se produce la iniciación de la propagación y la carga máxima en el ensayo se ve reducida, en comparación con las probetas no envejecidas. Atendiendo a las probetas envejecidas con ozono, la carga a la que se produce la iniciación se ve reducida y la iniciación sucede a menores desplazamientos que en las probetas no envejecidas.

Las curvas de resistencia integral J viscoelástica, J^R , frente a crecimiento de grieta, Δa , para todos los envejecimientos se muestran en la Figura 2. Para el envejecimiento mecánico se observa una caída en las curvas de resistencia, de lo que se deduce que la energía necesaria para producir un crecimiento de grieta decrece. Por su parte, las probetas envejecidas por temperatura muestran un comportamiento diferente, al situarse sus curvas de resistencia por encima de las curvas de las probetas sin envejecer. Esto se traduce en una mayor energía necesaria para producir el crecimiento de la grieta. Por último, las curvas de resistencia de las probetas envejecidas por ozono muestran también una caída con respecto a las curvas de resistencia de las probetas no envejecidas. Por tanto, el envejecimiento por ozono reduce la resistencia del propulsante a la propagación de grietas.

Las curvas de resistencia $J^R - \Delta a$ se adecúan a la forma de ley potencial típica de las curvas de resistencia. Por ello, las curvas de resistencia para todos los ensayos se han ajustado a la expresión

$$J^R = C_1 \Delta a^{C_2} \quad (5)$$

donde C_1 y C_2 son constantes propias del material y $C_2 \leq 1$. Los resultados del ajuste se muestran en la Tabla 3, junto con los valores de la integral J viscoelástica crítica, siendo ésta la integral J viscoelástica para el instante en el que se ha determinado la iniciación de la propagación de la grieta.

Las probetas envejecidas mecánicamente inician la propagación de la grieta para valores decrecientes de J_c^R conforme mayor es la deformación impuesta en la precarga. En relación con las constantes del ajuste potencial, la constante C_1 disminuye con la precarga aplicada, al contrario que la constante C_2 . Esto se traduce en una curva de resistencia que disminuye su altura (energía para propagar la grieta) y aumenta su pendiente (una propagación más estable). Atendiendo a las probetas envejecidas por temperatura, la energía crítica de iniciación no se ve significativamente afectada. Sin embargo, el comportamiento durante la propagación sí varía significativamente, como se ha mencionado anteriormente, reflejándose en un aumento de ambas constantes C_1 y C_2 , correspondiéndose con curvas que demandan una mayor energía para propagar la grieta y una mayor estabilidad durante la propagación. Finalmente, las tendencias observadas en las curvas de resistencia de las probetas envejecidas por ozono también se observan en los valores de iniciación de la integral J viscoelástica, reduciéndose notablemente con el tiempo de envejecimiento, disminuyendo a su vez las constantes C_1 y C_2 , correspondiéndose con curvas de resistencia situadas por debajo de las correspondientes a las probetas de propulsante no envejecido.

Tabla 3. Valor crítico de la integral J viscoelástica, J_c^R , y constantes C_1 y C_2 del ajuste de las curvas de resistencia $J^R - \Delta a$ con su correspondiente coeficiente de correlación para material sin envejecer y envejecido mecánicamente, por temperatura y por ozono.

Envejecimiento	J_c^R (kJ/m ²)	C_1	C_2	R^2
No envejecido	0.20±0.01	0.38±0.03	0.38±0.04	0.989±0.006
Precarga 15%	0.16±0.01	0.36±0.02	0.38±0.02	0.992±0.007
Precarga 30%	0.13±0.01	0.30±0.03	0.46±0.07	0.989±0.006
Temperatura 24 días	0.17±0.01	0.50±0.03	0.47±0.06	0.989±0.008
Temperatura 36 días	0.19±0.01	0.49±0.03	0.44±0.06	0.992±0.004
Ozono 14 días	0.16±0.01	0.32±0.03	0.34±0.03	0.98±0.01
Ozono 21 días	0.14±0.02	0.27±0.02	0.33±0.07	0.98±0.01
Ozono 32 días	0.15±0.03	0.29±0.04	0.4±0.1	0.990±0.006
Ozono 42 días	0.14±0.01	0.28±0.01	0.34±0.01	0.96±0.03

5. CONCLUSIONES

Muestras de propulsante sólido de material compuesto de tipo AP-Al-CTPB se han sometido a envejecimientos de tipo mecánico, térmico y por ozono. Se ha estudiado el comportamiento en relajación y en fractura de las probetas envejecidas utilizando la Mecánica de la Fractura Viscoelástica.

El envejecimiento mecánico no ha producido variación en la rigidez mostrada en los ensayos de relajación, en línea con la densidad de entrecruzamiento, la cual tampoco varía. En su lugar, los cambios se han observado en el comportamiento a fractura, dando lugar a probetas más flexibles y necesitando una menor energía de propagación de grieta, ligando este envejecimiento a la producción de *dewetting*.

Respecto al envejecimiento por temperatura, acorde con un notable aumento de la densidad de entrecruzamiento se ha observado un aumento significativo de la rigidez del propulsante envejecido, aunque este cambio contrasta con los resultados de fractura que muestran una mayor resistencia a la propagación de la grieta.

Por último, el envejecimiento por ozono ha resultado en una pérdida destacable de rigidez y de energía necesaria para propagar la fractura, vinculado a la disminución de la densidad de entrecruzamiento producida por la ruptura de las cadenas poliméricas de la matriz elastomérica.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean expresar su agradecimiento en primer lugar, al Instituto Nacional de Técnica Aeroespacial (INTA) por el acceso a los materiales y sus instalaciones para el desarrollo de este trabajo, y, en segundo lugar, al Ministerio de Ciencia, Innovación y Universidades por la financiación a través de los proyectos PID2019-108968RB-I00 y PID2022-140868OB-I00.

REFERENCIAS

- [1] G.P. Sutton, O. Biblarz, Rocket Propulsion Elements, 9th ed, John Wiley & Sons, New York, 2017.
- [2] M. Celina, L. Minier, R. Assink, Development and application of tools to characterize the oxidative degradation of AP/HTPB/Al propellants in a propellant reliability study, *Thermochimica Acta*. 384 (2002) 343–349.
- [3] S. Cerri, M.A. Bohn, K. Menke, L. Galfetti, Ageing Behaviour of HTPB Based Rocket Propellant Formulations, *Cent. Eur. J. Energ. Mater.* 6 (2009) 149–165.
- [4] G.S. Tussiwand, V.E. Saouma, R. Terzenbach, L.T. De Luca, Fracture Mechanics of Composite Solid Rocket Propellant Grains: Material Testing, *Journal of Propulsion and Power*. 25 (2009) 60–73.
- [5] X. Wang, Q. Huang, Q. Yang, Y. Zhang, T. Geng, Study on strength criterion of composite solid propellants under complex loading, *AIP Advances*. 13 (2023) 055321.
- [6] R.A. Schapery, Correspondence principles and a generalized J integral for large deformation and fracture analysis of viscoelastic media, *International Journal of Fracture*. 25 (1984) 195–223.
- [7] 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.
- [8] STANAG 4581, Energetic materials; assessment of ageing characteristics of composite propellants containing an inert binder, North Atlantic Treaty Organization (NATO), 2022.
- [9] J. Xu, Y. Ju, B. Han, C. Zhou, J. Zheng, Research on relaxation modulus of viscoelastic materials under unsteady temperature states based on TTSP, *Mechanics of Time-Dependent Materials*. 17 (2013) 543–556.

COMPORTAMIENTO A FATIGA DE CAUCHO NATURAL CONTENIENDO RECICLADO DESVULCANIZADO PARA LA MEJORA DE SU EFECTO ELASTOCALORICO

N. Candau^{1*}, A. Lewandowski¹, G. Lara¹, M.L Maspoeh¹.

¹ Universitat Politècnica de Catalunya BARCELONATECH (UPC)-Centre Català del Plàstic (CCP) - ePLASCOM research group. Escola d'Enginyeria Barcelona-Est (EEBE), Av. Eduard Maristany 16, 08019 Barcelona, Spain

*Persona de contacto: nicolas.candau@upc.edu

RESUMEN

La caracterización del comportamiento a fatiga de materiales elastocalóricos es fundamental para identificar su viabilidad en dispositivos de calefacción/refrigeración. El caucho natural (NR) es un material elastocalórico prometedor ya que requiere una tensión mecánica baja (3 MPa) para inducir una variación de temperatura amplia (+/-10 °C). Sin embargo, sería conveniente encontrar soluciones para disminuir la deformación (300%) requerida para inducir el efecto elastocalórico del NR, usando por ejemplo rellenos de refuerzo. Se investigó el comportamiento a fatiga de dos compuestos de NR con un porcentaje similar de caucho proveniente de neumático fuera de uso triturado (GTR). El primero contiene GTR con trituración criogénica, el segundo se ha devulcanizado mediante microondas. Se determinaron las propiedades elastocalóricas de estas dos mezclas a través de la medida del intercambio de calor en la superficie de la muestra utilizando una cámara infrarroja. Los dos tipos de GTR mostraron una capacidad de nucleación de cristalización inducida por deformación en la matriz de NR, lo que explica la mejora de su efecto elastocalórico con la deformación aplicada. Este resultado se atribuyó a una localización de la deformación en la matriz de NR debida al efecto de refuerzo de las partículas de GTR. Esta investigación puede ser de interés para el diseño de compuestos de caucho elastocalórico a base de residuos para aplicaciones de calefacción/refrigeración con carácter ecológico.

PALABRAS CLAVE: caucho natural, devulcanización, cristalización inducida por la deformación, fatiga.

ABSTRACT

The characterization of the fatigue behavior of elastocaloric materials is essential to identify their viability in heating/cooling devices. Natural rubber (NR) is a promising elastocaloric material as it requires low mechanical stress (3 MPa) to induce a wide temperature variation (+/-10 °C). However, it would be convenient to find solutions to reduce the deformation (300%) required to induce the elastocaloric effect of NR, using, for example, reinforcing fillers. The fatigue behavior of two NR compounds with a similar percentage of rubber from shredded end-of-life tire (GTR) was investigated. The first contains GTR with cryogenic crushing, the second has been devulcanized by microwaves. The elastocaloric properties of these two mixtures were determined by measuring the heat exchange on the surface of the sample using an infrared camera. The two types of GTR showed strain-induced crystallization nucleation capacity in the NR matrix, which explains the enhancement of their elastocaloric effect with the applied strain. This result was attributed to a localization of strain in the NR matrix due to the reinforcing effect of the GTR particles. This research may be of interest for the design of waste-based elastocaloric rubber compounds for ecological heating/cooling applications.

KEYWORDS: Natural rubber, devulcanization, Strain induced crystallization, fatigue.

1. INTRODUCCIÓN

La tecnología más utilizada en los dispositivos de calefacción/refrigeración es la compresión de vapor de gases, pero debido a cuestiones ambientales y de salud, es imperativo encontrar métodos alternativos. Se han estudiado los efectos calóricos de varios materiales para esta aplicación y resultados prometedores se han encontrado con caucho natural (NR) debido a su capacidad a cristalizar bajo deformación (SIC). Se encontró un resultado optimizado para un compuesto

basado en NR con un 20 % en peso de caucho de neumático molido [1]. Sin embargo, las propiedades elastocalóricas de estos compuestos a base de caucho bajo carga cíclica no se investigaron, aunque son extremadamente importantes para la longevidad de cualquier dispositivo de calefacción/refrigeración.

Para tener una vida de fatiga prolongada en NR, se tiene que aplicar una pre-carga correspondiente a una deformación mínima y se aplica una deformación dinámica [2]. Se pueden lograr hasta 10^5 - 10^6 ciclos en un

NR con una amplitud de deformación máxima de 500 % o hasta 10^7 ciclos con una amplitud de deformación de 200 % [3]. Además, se encontró que la pre-extensión del material mejora el efecto elastocalórico del material, debido a una mejora de la cristalización bajo deformación. También, se midió el efecto de la temperatura sobre el comportamiento en fatiga [4]. Se encontró un comportamiento en fatiga óptimo para muestras NR ensayadas a 23°C. A más baja temperatura, la cristalización térmica puede intervenir, y combinarse con la cristalización inducida por deformación, pero puede inducir deformación plástica que impide su utilización bajo deformación cíclica. A temperaturas más altas, disminuye la capacidad de cristalización bajo deformación del NR debido a un potencial de nucleación más bajo, hasta desaparecer totalmente a los 110°C. También, se ha demostrado que el envejecimiento reduce la capacidad del material NR para cristalizar bajo tensión [5].

Sin embargo, el estudio del comportamiento en fatiga de los compuestos basados en NR siguen siendo un tema con muchas preguntas que deben responderse para el diseño de compuestos de caucho elastocalóricos a base de residuos para aplicaciones de calefacción i refrigeración, ya que estos dispositivos requieren una gran cantidad de ciclos mecánicos (10^6). Por el momento, no existen muchos estudios que se centren en la realización de prototipos basados en caucho natural. Se encontraron buenos rendimientos de refrigeración con prototipos que utilizan un tubo de goma [6] o membranas delgadas [7]. Sin embargo, todavía existen algunos inconvenientes que explican la falta de popularización de este tipo de prototipos. La gran deformación necesaria para iniciar el calentamiento/enfriamiento en el caucho impide que este material se utilice adecuadamente en dispositivos compactos [8].

No obstante, un pre-estiramiento de la probeta de caucho y una selección adecuada del rango de deformación en el que se produce la cristalización y la fusión bajo deformación se pueden utilizar como solución para reducir drásticamente la amplitud de deformación de los ciclos en prototipos de calentamiento/enfriamiento (del 500 % al 200 %). Algunos resultados de pruebas de laboratorio muestran que aplicar o liberar hasta 3 MPa de tensión mecánica puede producir calentamiento y enfriamiento de muestras de NR con un intervalo de temperatura máximo de casi 20 °C [1]. Esta propiedad puede permitir el diseño de intercambiadores de calor adecuados y de mayor rendimiento. De hecho, en muchos prototipos, se ha demostrado que los interruptores térmicos (elementos que controlan la transferencia de calor entre el elemento calórico activo y las fuentes frías y calientes) juegan un papel crucial en el proceso de intercambio de calor, y se dedican esfuerzos significativos para encontrar interruptores adecuados que puede operar a frecuencias lo suficientemente altas [9].

Por lo tanto, la separación natural entre las regiones frías y cálidas en el caucho puede permitir el diseño de prototipos de enfriamiento que no requieran el uso de interruptores térmicos y, por lo tanto, otorgar una simplificación prometedora de los dispositivos eC.

Las necesidades constantes de soluciones para dispositivos compactos para aplicaciones domésticas, especialmente en entornos urbanos, requieren la investigación de soluciones alternativas a los dispositivos de refrigeración motorizados que utilizan materiales eC.

En este estudio, se prepararon dos mezclas usando reciclado de neumático (GTR) como agente de refuerzo dentro de matrices de caucho natural. Se estudió el efecto de un proceso de desvulcanización sobre el comportamiento mecánico, de cristalización bajo de formación, y de fatiga de los compuestos obtenidos.

2. MATERIALS Y EXPERIMENTACIÓN

2.1. Materiales y procesamiento

El caucho natural (NR) de este estudio es un SMR (Standard Malaysian Rubber), CV60 (Mooney Viscosity ML 1+4, 100 °C: 55-60), suministrado por la empresa Akrochem (EE.UU.), con 0,15% de hidroxilamina añadida a la etapa de látex para evitar que el caucho crudo se endurezca durante el almacenamiento. Las partículas de GTR se desvulcanizaron mediante microondas con diferentes tiempos de 1, 2, 3 y 5 min a una potencia de 800 W. El caucho natural se masticó dentro de la cámara de un mezclador interno (Brabender Plastic-Corder W50EHT, Brabender GmbH & Co., Alemania) a una temperatura de 80°C, durante 5 min y una velocidad de rotación de 40 rpm. Después de 5 min de masticación, se añadió el agente vulcanizante peróxido de dicumilo (DCP) (1, 1,5 y 2% en peso de NR) y se mezcló durante 5 min. En el caso de la vulcanización con azufre, primero se introdujeron y mezclaron los aditivos 6PPD, ácido esteárico y óxido de zinc durante 3 minutos, después de lo cual se añadió acelerador CBS y azufre y se mezclaron durante 2 minutos. Finalmente se añadió GTR y se mezcló durante 5 min. El masterbatch que contenía NR, GTR, azufre o DCP se vulcanizó según el tiempo óptimo estimado a 170°C bajo 4 MPa. Para realizar el ensayo de tracción, se extrajeron muestras en forma de hueso de perro con un espesor de 1 mm, un ancho de 4 mm y una longitud de 15 mm de láminas moldeadas en caliente mediante troquelado con una máquina punzonadora de preparación de muestras (CEAST).

2.2. Análisis termogravimétrico (TGA)

Se utilizó un sistema STARe (Mettler Toledo, Columbus, OH, EE. UU.) para realizar análisis termogravimétricos de partículas de GTR y determinar el contenido de negro de humo, junto con la cantidad de caucho, aceite, talco y cenizas. Las pruebas se realizaron siguiendo la norma IEC 60811-100. En primer lugar, se calientan 10 mg de partículas de caucho colocadas en un crisol cerámico de

30°C a 1000°C con una rampa de 10°C/min, en un ambiente de nitrógeno. De 850°C a 1000°C, las partículas se calentaron en aire seco.

2.3. Microscopía óptica

Las imágenes de las partículas GTRc se registraron gracias a un microscopio (Binocular Nikon Optihot Microscope, Japón) y una cámara digital ProgRes CT3 (Jenoptik Laser, Alemania). Se colocaron algunas partículas de caucho sobre una placa de vidrio y luego se dispersaron en agua. Un software de código abierto (ImageJ versión 1.51) sirvió para el análisis de imágenes y la medición de la distribución de tamaño medio.

2.4. difracción láser

Para completar los resultados obtenidos mediante microscopía óptica se realizaron pruebas de difracción láser. La distribución del tamaño medio de partículas se obtuvo con un espectrómetro de difracción láser (Malvern Panalytico Mastersizer Hydro 3000, Inglaterra), equipado con un láser de Helio-Neón de 4 mW con una longitud de onda de 632,8 nm (luz roja) y una fuente láser sólida LED (luz azul). El aparato funciona en el rango de 0,02 a 2000 µm.

2.5. Pruebas de hinchamiento

Se sumergieron alrededor de 150 miligramos de GTRc en ciclohexano durante 72 h. El solvente se reemplazó cada 24 h para asegurar la inmersión efectiva del solvente dentro de la red. Después de 72 h, el polvo se extrajo del ciclohexano y se midió rápidamente cómo la masa hinchada estaba más hinchada. Luego, la muestra hinchada se mantuvo a temperatura ambiente durante 72 h para eliminar el disolvente. De este modo se midió la masa seca de las muestras. La relación de hinchamiento Q se calcula de la siguiente manera:

$$Q = \frac{\left(\frac{m_{swollen} - m_{dry}}{\rho_{solvent}}\right)}{\left(\frac{m_{swollen} - m_{dry}}{\rho_{solvent}}\right) + \frac{m_{dry}}{\rho}} \quad (1)$$

Con $\rho_{solvente} = 0,778 \text{ g.cm}^{-3}$ es la densidad del ciclohexano y ρ la densidad de la muestra de caucho natural seco. Aquí tomamos $\rho = 0,91 \text{ g.cm}^{-3}$. Para muestras rellenas con agentes de refuerzo como negro de humo, se utiliza la corrección de Kraus Q_r para tener en cuenta la contribución del relleno en la relación de hinchamiento. Se supone que no hay adherencia de las cargas a la matriz de caucho. Q_r es la relación de hinchamiento de la matriz de caucho definida como sigue:

$$Q_r = \frac{(Q - \varphi)}{(1 - \varphi)} \quad (2)$$

donde φ corresponde a la fracción en volumen de negro de carbón en la muestra. Los valores utilizados para el

cálculo fueron los registrados gracias al TGA. Finalmente, la densidad promedio de la cadena de red se calcula con la ecuación de Flory-Rehner:

$$\nu = \frac{\ln(1 - \nu_2) + \nu_2 + \chi_1 \nu_2^2}{V_1 \left(-\nu_2^{-\frac{1}{3}} + \frac{2}{f} \times \nu_2\right)} \quad (3)$$

Con $\nu_2 = 1/Q_r$, V_1 el volumen molar de ciclohexano ($V_1 = 108 \text{ cm}^3/\text{mol}$), χ_1 el término de interacción adimensional del disolvente polimérico de Flory-Huggins ($\chi_1 = 0,353$) y f la funcionalidad de reticulación, aquí igual a 4.

2.6. Espectroscopía infrarroja transformada de Fourier (FTIR)

Se realizó un análisis ATR-FTIR para obtener datos sobre los grupos funcionales presentes en las diferentes muestras de partículas de GTR, antes y después del proceso de desvulcanización. Se utilizó un espectrómetro FT-IR Nicolet 6700 (ThermoScientific, EE. UU.) con accesorio ATR y el software OMNI para registrar espectros, de 4000 a 200 cm^{-1} , a temperatura ambiente y con una resolución de 4 cm^{-1} en 64 escaneos.

2.7. Termografía infrarroja in situ

Los ensayos de tracción uniaxial a temperatura ambiente se realizaron en una máquina de ensayo universal ZwickRoell (Z005) equipada con un sensor de fuerza de 5 kN. Los materiales han sido pre-estirados primero hasta el 200% de deformación, un nivel de deformación suficientemente bajo para evitar que no ocurra SIC. Luego, se aplicó una serie de ciclos entre 200% y 400% para generar cristalización y fusión durante la carga/descarga y por inferencia un efecto de calentamiento/enfriamiento debido a la naturaleza exotérmica/endotérmica de ambos mecanismos. La deformación correcta de la probeta se estimó midiendo la deformación local entre dos líneas blancas trazadas en la parte central de la probeta, separadas por una distancia inicial de 10 mm y ortogonales al eje de tracción de la probeta. El campo de temperatura en la cara frontal de las muestras se registró utilizando un cámara infrarrojo (IR) (InfraTech ImageIR® 8800) equipada con un detector de mercurio-cadmio-telururo (MCT) con una resolución de temperatura a 30 °C superior a 0,035 K. La distancia entre la cámara IR y la muestra se eligió lo suficientemente grande para garantizar que las superficies de la muestra se puedan observar desde el estado sin deformar hasta el estado deformado, pero lo suficientemente baja como para registrar imágenes con un tamaño de píxel adecuadamente fino (200 µm). El tamaño de la zona de observación es de 160 × 500 píxeles² (32 × 100 mm²). Los datos de la imagen se sincronizaron con los datos analógicos de la máquina de ensayo de tracción, a saber, el tiempo, la fuerza y el desplazamiento entre las mordazas. La frecuencia de adquisición de las imágenes IR se eligió igual a 100 Hz

para capturar cambios rápidos de temperatura que pueden ocurrir dentro de las diferentes fases de ensayo. Estas frecuencias son lo suficientemente altas para garantizar un incremento de tensión bajo entre dos imágenes durante la carga y/o descarga (máximo del 8 % de deformación) o un tiempo de adquisición rápido durante los pasos de relajación (10 ms). Se utilizó el software profesional IRBIS 3.1 (InfraTech ImageIR® 8800) para extraer valores de temperatura puntuales a lo largo del eje longitudinal de la muestra. La parte central del espécimen donde se extrajeron los datos de temperatura muestra un campo de temperatura homogéneo.

3. RESULTADOS

3.1. Caracterización de las partículas GTR y su desvulcanización por microondas.

Se determinó la distribución del tamaño de las partículas de GTR tamizadas con diferentes tamaños de malla (GTRc-4 <63 μm , GTRc-3 <100, GTRc-2 de 100 a 200 μm) y partículas no tamizadas (GTRc-1) utilizando dos técnicas complementarias: microscopía óptica y difracción láser. Las imágenes registradas por microscopía óptica resaltan la presencia de agregados, así como partículas delgadas y transparentes, lo que corresponde al talco, generando menos probabilidades de presentar una forma circular, en comparación con otras partículas de GTR (Figura 1). Además, se nota la presencia de agregados de partículas de GTR que se pueden observar en microscopía óptica y generan formas más circulares asociadas con tamaños grandes de partículas.

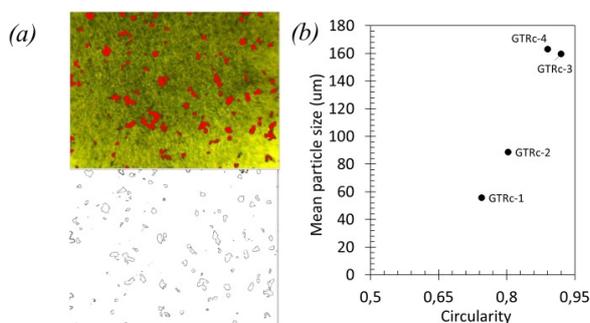


Figura 1. (a) Imagen de microscopía óptica de las partículas de GTR seleccionadas para la medición de la distribución de tamaño medio, (b) circularidad de las diferentes partículas GTR medidas por microscopía óptica.

Se realizó un análisis termogravimétrico para medir el contenido de elementos para las partículas de GTR con diferentes tamaños. Se han observado cambios de pendiente a diferentes temperaturas, destacando la degradación del aceite, una fase de caucho (NR y SBR), cenizas, talco y contenido de negro de carbón del GTR (Figura 2a). El pico a 360°C se atribuye a la degradación del Caucho Natural, el situado alrededor de 420°C al SBR. La masa restante por encima de 500 °C corresponde a componentes no caucho, como cenizas,

talco, pero esencialmente el negro de carbón (a partir de 800°C). Se realizó una deconvolución de la primera derivada de la pérdida de peso y un método de media cuadrática para tener en cuenta el contenido de cada elemento e identificar con precisión el porcentaje de cada elemento. Se encontró que la pérdida de peso era menos importante para las partículas más grandes. Un cambio notable de pendiente para las partículas más pequeñas a alrededor de 500 °C resalta una gran cantidad de talco, que surge del proceso de crio-molienda del GTR. Sin embargo, debe tenerse en cuenta que, para tal cantidad (menos del 4% en peso), su presencia no afecta significativamente las propiedades mecánicas deseadas. Se encuentra que el contenido de negro de carbón aumenta a medida que disminuye el tamaño del GTR (Figura 2b). Las partículas más pequeñas (<63 μm) representan el 52 % del negro de humo, mientras que las más grandes (>100 μm) y las no tamizadas contienen sólo el 32 y el 36 % de CB. Esto puede deberse al pequeño tamaño del talco, por lo que pasa por el tamiz más pequeño. Es probable que las partículas de CB estén desagregadas en las partículas GTR más finas, debido a las altas fuerzas de corte mecánico en la superficie de las partículas GTR inducidas por la crio-molienda.

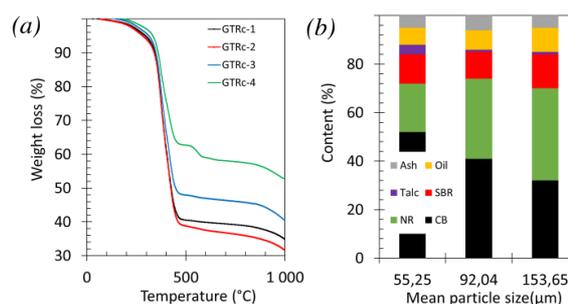


Figura 2. Análisis termogravimétrico de las partículas de GTR: (a) curvas para las partículas de diferentes tamaños, y (b) contenido en elementos dentro de las partículas de GTR.

Para mejorar la compatibilidad entre la matriz de caucho y las partículas de GTR y aplicar tentativamente una desvulcanización más eficiente de las partículas de GTR, se ha aplicado un tratamiento de desvulcanización por microondas. El GTR fue sometido primero a irradiación con microondas en diferentes tiempos de exposición de 1, 2, 3 y 5 min, a una potencia de 800 W. El estado desvulcanizado de las partículas se evaluó gracias a pruebas de hinchamiento (Figure 3a) y FTIR (Figure 3b) después de las diversas condiciones de desvulcanización aplicadas. Se ha encontrado que la densidad de la cadena de la red primero disminuye hasta 1 minuto de exposición al microondas y luego aumenta hasta los 5 minutos, lo que podría atribuirse a una posible revulcanización debido a una exposición demasiado prolongada a altas temperaturas lo que lleva a la reactivación de los enlaces de azufre. Un tiempo de exposición a la radiación de microondas de 1 minuto confirma un tiempo de exposición óptimo para la alteración de la densidad de la

cadena de la red. FTIR confirma que la alteración de la red de cadenas se debe a la disminución de los enlaces S-S.

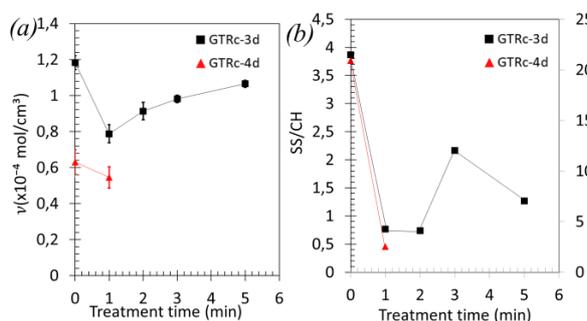


Figura 3. Análisis FTIR: (a) densidad de cadena de redes, (b) Enlaces azufre - azufre.

3.2. Propiedades de tracción y elastocalóricas de las mezclas NR/GTR

Cada mezcla de NR/GTR se sometió a ensayos de tensión hasta rotura y se registró el calentamiento a la superficie de las muestras (Figure 4). En todas las mezclas de NR/GTR, la deformación a rotura se encuentra más baja que la de las mezclas NR, debido a la introducción de partículas de GTR que contienen agregados de negro de humo. Ambos tipos de GTR, desvulcanizadas o no, muestran un refuerzo mecánico durante la tracción, y un ligero aumento del calentamiento en el caso de las partículas de GTR no desvulcanizadas.

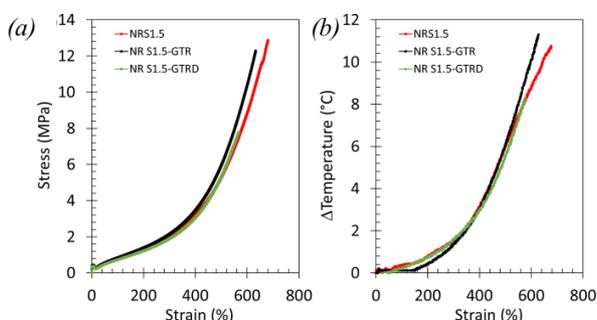


Figura 4. (a) Curvas tensión-deformación y (b) Calentamiento la superficie de las muestras para cada mezcla NR/GTR.

Se realizó finalmente una serie de cien ciclos con el NR vulcanizado y el NR/GTR con GTR no desvulcanizado. Los materiales han sido pre-estirados primero hasta el 200% de deformación. Luego, se aplicó una serie de ciclos entre 200% y 400% para generar cristalización y fusión durante la carga/descarga y por inferencia un efecto de calentamiento/enfriamiento debido a la naturaleza exotérmica/endotérmica de ambos mecanismos. El esfuerzo máximo alcanzado durante cada ciclo se ha medido. Además, para cada ciclo se ha medido la disipación de energía mecánica calculada como el área bajo la curva de carga-descarga. Tal disipación mecánica se puede atribuir directamente a la capacidad de los materiales para cristalizar y fundir durante un ciclo.

Se encuentra que el estrés muestra una caída drástica dentro de los primeros 10 ciclos y luego se estabiliza progresivamente (este resultado adicional se mostrara en la conferencia). Dicho mecanismo aparece en el caucho con cargas de refuerzo y se denomina efecto Mullins. A escala molecular, esta probablemente relacionado con el deslizamiento de las cadenas de caucho en la superficie de las cargas de refuerzo y/o la ruptura de las cadenas entre los agregados de cargas de refuerzo. Un mecanismo similar se ha demostrado en NR vulcanizado. En nuestros materiales, este efecto puede ser inducido por un efecto viscoelástico (por ejemplo, desenredado de cadenas en la matriz de caucho por acumulación de ciclos mecánicos). Para comprobar la capacidad de los materiales a cristalizar y fundir durante los ciclos mecánicos, se presenta el “temperatura span”, definido como la diferencia entre la temperatura máxima y mínima alcanzadas durante un ciclo. El “temperature span” se encuentra ligeramente más alto en el caso de las mezclas NR/GTR en comparación con el NR (este resultado adicional se mostrará en la conferencia), lo que sugiere que estos materiales son candidatos potenciales para aplicaciones de calefacción/refrigeración donde se debe aplicar una acumulación de ciclos.

En un trabajo futuro, se tendrá que aplicar un número de ciclos más alto, y se deberá caracterizar el comportamiento en fatiga de los materiales NR y NR/GTR con y sin desvulcanización en condiciones de sollicitación mecánica más drásticas (aplicación de millones de ciclos) para demostrar su utilidad en prototipos de calefacción/refrigeración.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecer al plan estatal de investigación científica y técnica y de innovación 2021-2023 que ha financiado el proyecto TED2021-129952a-c33 a través de la convocatoria proyectos estratégicos orientados a la transición ecológica y a la transición digital.

REFERENCIAS

- [1] N. Candau, E. Vives, A. I. Fernández, and M. L. MasPOCH, Elastocaloric effect in vulcanized natural rubber and natural/wastes rubber blends, *Polymer*, 236 (2021), 124309.
- [2] S. Cadwell, R. Merrill, C. Sloman, and F. Yost, *Dynamic Fatigue Life of Rubber*, Industrial & Engineering Chemistry Analytical Edition, 12 (2002).
- [3] N. Saintier, G. Cailletaud, and R. Piques, Multiaxial fatigue life prediction for a natural rubber, *International Journal of Fatigue*, 28 (2006), 530–539.
- [4] B. Ruellan, J.-B. Le Cam, I. Jeanneau, F. Canévet, F. Mortier, and E. Robin, Fatigue of natural rubber

under different temperatures, *International Journal of Fatigue*. 124 (2019), 544–557.

- [5] Grasland, F., Chenal, J. M., Chazeau, L., Caillard, J., & Schach, Role of strain-induced crystallization on fatigue properties of natural rubber after realistic aerobic ageing. *Constitutive Models for Rubber X*, 2017, 65–69.
- [6] G. Sebald, A. Komiya, J. Jay, G. Coativy, and L. Lebrun, Regenerative cooling using elastocaloric rubber: Analytical model and experiments, *Journal of Applied Physics*, 127 (2020), p. 094903.
- [7] S. Zhang et al., Solid-state cooling by elastocaloric polymer with uniform chain-lengths, *Nat Commun*, 13 (2022).
- [8] Z. Xie, G. Sebald, and D. Guyomar, Elastocaloric effect dependence on pre-elongation in natural rubber, *Appl. Phys. Lett.*, 107 (2015), p. 081905.
- [9] A. Kitanovski, Energy Applications of Magnetocaloric Materials, *Advanced Energy Materials*, 10 (2020), no. 10, p. 1903741.

COMPORTAMIENTO A FRACTURA DE COMPOSITOS REFORZADOS CON FIBRAS NATURALES

L. Távara^a, A. Vega^b, M.T. Aranda^a, G. Moreno^a, A. Castillo^b

^aGrupo 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

^bFacultad de Ingeniería, Universidad Nacional de Trujillo
Avenida Juan Pablo II s/n, Trujillo, Perú

RESUMEN

En la actualidad existe un interés creciente por el uso de fibras naturales (especialmente vegetales) como posible refuerzo de resinas termoplásticas y termoestables. Entre las ventajas del uso de este tipo de refuerzos podemos mencionar su naturaleza renovable como recurso, no tóxica y una resistencia mecánica media alta. Diversos estudios se han centrado en analizar las propiedades mecánicas de composites reforzados con diferentes tipos de fibras naturales. Sin embargo, el comportamiento de estos composites en presencia de grietas (comportamiento a fractura) no se ha analizado con tanta profundidad. El objetivo de este trabajo es analizar el comportamiento a fractura de este tipo de composites. Específicamente, se estudia el comportamiento de paneles de resina de poliéster reforzados con fibras de cabuya (agave americana) fabricados mediante moldeo por compresión. Las fibras usadas no tienen ningún tratamiento superficial y se extrajeron mediante un proceso manual. Se analiza el comportamiento de dos configuraciones de este tipo de composites: (a) reforzados con fibras largas (continuas) y (b) reforzados con fibras cortas. En cada tipo de configuración también se analiza la variación del porcentaje de fibra en el composite. La campaña experimental incluye probetas de flexión con entalla única (SENB) para analizar la tenacidad a la fractura. Los resultados obtenidos se comparan en términos de tenacidad a la fractura e identificación de los mecanismos de fallo durante el proceso de fractura. Este estudio pretende comprender en profundidad los fenómenos que tienen lugar a escala mesoscópica y que pueden justificar las diferencias en el comportamiento de fractura de las diferentes configuraciones analizadas.

PALABRAS CLAVE: Composites, fibras naturales, tenacidad a la fractura

ABSTRACT

Nowadays, there is a growing interest in the use of natural fibres (especially vegetable fibres) as possible reinforcement for thermoplastic and thermoset resins. Among the advantages of using this type of reinforcement it can be mentioned its renewable nature as a resource, its non-toxic nature and its high average mechanical resistance. Several studies have focused on analysing the mechanical properties of composites reinforced with different types of natural fibres. However, the behaviour of these composites in the presence of cracks (fracture behaviour) has not been deeply analysed. The aim of this work is to analyse the fracture behaviour of this type of composites. Specifically, the behaviour of polyester resin panels reinforced with agave americana fibres manufactured by compression moulding is analysed. The fibres used have no surface treatment and were extracted by a manual process. The behaviour of two configurations of this type of composites is analysed: (a) reinforced with long fibres (continuous) and (b) reinforced with short fibres. For each type of configuration, the variation of the fibre percentage in the composite is also analysed. The experimental campaign includes single edge notched bending (SENB) specimens to analyse fracture toughness. The results obtained are compared in terms of fracture toughness and identification of the failure mechanisms during the fracture process. This study aims to understand the phenomena that take place at the mesoscopic scale and that can justify the differences in the fracture behaviour of the different configurations analysed.

KEYWORDS: Composites, natural fibres, fracture toughness

1. INTRODUCCIÓN

En las dos últimas décadas, un número cada vez mayor de modelos de automóviles, primero en Europa, impulsados por la legislación gubernamental, y después en Norteamérica, vienen usando polímeros reforzados con fibras naturales en paneles de puertas, bandejas portaobjetos, soportes para sombreros, paneles de instrumentos,

cubiertas interiores de motores, parasoles, revestimientos de maleteros, filtros de aceite/aire, hasta llegar a componentes más exigentes desde el punto de vista estructural, como respaldos de asientos y paneles exteriores bajo el suelo. En la actualidad, todos los principales fabricantes internacionales de automóviles utilizan estos materiales y se espera que su uso aumente en este ámbito. Por todo ello, existe un rápido crecimiento de la investigación y la innovación en el área de los compuestos reforzados con

fibras naturales (NFC). El interés se debe a las ventajas de estos materiales en comparación con otros, como los compuestos de fibras sintéticas, entre las que destacan su bajo impacto ambiental y su bajo coste, y respaldan su potencial en una amplia gama de aplicaciones [1, 2].

Muchos trabajos se han centrado en el estudio de las propiedades mecánicas obtenidas con este tipo de composites. En [3], se analiza las propiedades mecánicas de composites reforzados con fibras de agave con y sin tratamiento bajo cargas de tracción y compresión. El efecto de la morfología de diferentes tipos de fibras naturales se correlaciona con las propiedades mecánicas a tracción en [4]. De manera similar en [5], se presentan diferentes propiedades mecánicas obtenidas en composites reforzados con diferentes tipos de fibras naturales. El análisis de diferentes superficies de rotura obtenidas en composites reforzados con fibras de agave en ensayos de tracción y flexión se presentan en [6].

Estudios recientes han arrojado resultados prometedores en la mejora de las propiedades mecánicas con la hibridación de fibras naturales como refuerzo. La hibridación puede incluir la mezcla de diferentes fibras naturales para mejorar su comportamiento a flexión y tracción [7]. Así como también la mezcla de fibras naturales con fibras sintéticas. En [8], se analizó diferentes secuencias de apilado que incluyeron fibras de sisal y fibras de vidrio sometidos a cargas de tracción y flexión. Otros estudios incluyen también la hibridación de fibras naturales (agave) con láminas metálicas como (aluminio y cobre) [9]. El comportamiento a impacto y fractura interlaminar se analiza para diferentes tipos de hibridación y los resultados se resumen en [10].

Sin embargo, el comportamiento de composites reforzados con fibras naturales en presencia de grietas (comportamiento a fractura) no se ha analizado con tanto detalle como sus propiedades mecánicas. Por ello, el objetivo de este trabajo es analizar el comportamiento a fractura de este tipo de composites. En la sección 2, se detalla el proceso de obtención de las fibras de cabuya (agave americana), así como algunos detalles de la fabricación de los paneles de composite y las diferentes configuraciones analizadas. La definición de la probeta, así como detalles del ensayo de tenacidad a la fractura usado se presentan en la sección 3. Los resultados obtenidos se describen en la sección 4 y las conclusiones obtenidas son expuestas en la sección 5.

2. FABRICACIÓN DE COMPOSITOS REFORZADOS CON FIBRAS NATURALES

En esta sección se describen los detalles para la obtención de los paneles de composite reforzados con fibras naturales.

2.1. Obtención y preparación de las fibras

Las fibras vegetales utilizadas en la presente investigación se obtuvieron de las hojas de la especie denominada Cabuya (Agave americana), es una planta endémica del Perú, típica de las Yungas y vertientes occidentales andinas; en la sierra, crece desde los 1450 hasta los 3000 msnm, esta planta se desarrolla en las regiones costa, yunga y quechua. El proceso de extracción se inicia con la selección de las hojas, todas ellas extraídas de la misma zona geográfica (Distrito de Moche – La Libertad - Perú) y con similares edades. Posteriormente, las hojas fueron limpiadas y se cortaron ambos bordes de las mismas en aproximadamente 5 cm por lado. Después, las hojas se sumergieron en agua corriente durante 20 días, el ratio de agua usado fue de 3L/kg, pasado este tiempo el proceso de extracción de fibras fue por presión manual. Una vez obtenidas las fibras se procedió con el proceso de limpieza de las mismas, iniciando con la inmersión en una mezcla de agua/alcohol (1v:1v); se utilizó una relación solido/líquido de 100 g/500 mL, durante un tiempo de 45 minutos a 70°C. Pasado este tiempo las fibras se dejaron secar al aire libre por un periodo de 24 horas, para luego terminar el proceso de secado en estufa por un tiempo de 24 horas y 70°C. Las fibras secas se guardaron hasta su posterior uso en bolsas con cierre hermético. A fin de validar el proceso de extracción y limpieza de las fibras, se tomaron algunas muestras al azar con la finalidad de observar su aspecto superficial, y medidas del tamaño de la sección, para ello se usó el estereoscopio (Zeiss, modelo Stemi 508).

2.2. Proceso de fabricación: Moldeo por compresión

Para la obtención de los paneles de composites se utilizó como matriz una de resina poliéster con nombre comercial en Perú Anypol – 100 (resina no saturada de uso general, de viscosidad media y reactividad media, especialmente diseñada para ser aplicada en el campo de plásticos reforzados). La proporción de mezcla para el curado de la misma fue el propuesto por la ficha técnica del fabricante y se detallan en la Tabla 1. El molde utilizado para la confección de los paneles de compuestos fue elaborado en acero ASTM A 36, con una cavidad interna de (200x150) mm; el proceso de conformado se realizó en una prensa manual, donde la presión de conformado fue constante (25 MPa durante 24 horas). Pasado este tiempo se procedió a desmoldar y dejar culminar el proceso de curado de la resina hasta por 72 horas a condiciones de presión y temperatura ambiente. Una vez terminado el tiempo de curado, los paneles fueron inspeccionadas visualmente a fin de determinar su uso en los procesos de caracterización propuestos, se tomó como criterio de selección la porosidad externa, descartando los paneles que presenten tamaños de poros igual o mayor a 3 mm.

Tabla 1: Datos de la resina usada en el proceso de curado

Proporción de mezcla de resina	
Resina	1.0 kg
Monómero de estireno	0.4 kg
Acelerador	0.01 kg
Catalizador	0.032 kg
Datos adicionales de la resina	
Densidad	1.16 - 1.19 g/cm ³
Viscosidad	124 - 131 KU a 25°C (envasado)
Solubilidad	Estireno (40 % máx.)

2.3. Configuraciones analizadas

En el presente trabajo, se utilizaron como refuerzo de las paneles de composite las fibras vegetales (Cabuya) obtenidas. Las fibras se incluyeron tanto de forma continua, como de forma corta (con una longitud de 2 cm). La disposición de las fibras en los paneles con fibras continuas se realiza de manera unidireccional (todas las fibras orientadas en la misma dirección), mientras que en los paneles con fibras cortas, éstas se colocan de manera aleatoria. Adicionalmente, se fabricaron paneles con diferente porcentaje en peso de fibra. Todas las configuraciones analizadas se resumen en la Tabla 2. Se destaca que debido al proceso de fabricación usado, los paneles tienen espesores diferentes.

Tabla 2: Configuración de los paneles analizados

Panel	Tipo de fibra	% en peso	B (mm)
FCC-20	Corta	20	2.25
FCC-25	Corta	25	3.07
FCC-30	Corta	30	3.26
FLC-20	Continua	20	4.41
FLC-25	Continua	25	4.59
FLC-30	Continua	30	4.52

3. ENSAYO DE TENACIDAD A LA FRACTURA

La campaña experimental esta basada en probetas de flexión con entalla única (SENB) con el objetivo de obtener la tenacidad a la fractura.

3.1. Definición de la geometría y mecanizado de las probetas

Esta sección describe las consideraciones de diseño relativas a la definición y fabricación de probetas para estudiar la influencia sobre las propiedades de fractura asociadas a las diferentes configuraciones propuestas. Las probetas analizadas son del tipo SENB y se han definido acorde con la norma ASTM D5045-214 [11]. La probeta consiste en una viga rectangular con una entalla en uno

de los lados. La probeta tiene una longitud de $L = 75$ mm y una altura igual a $W = 10$ mm. El espesor B depende de cada panel y se detalla en la Tabla 2. La longitud de la grieta inicial se denota como $a \approx 5$ mm. La grieta se genera usando una cuchilla, la longitud se define para que sea nominalmente igual a $W/2$. El montaje del ensayo incluye una distancia entre los ejes de los rodillos inferiores de $S = 40$ mm. El diámetro de los rodillos es $d = 4$ mm. Para el mecanizado de las probetas se uso un disco de corte y se obtuvieron 6 probetas para cada configuración analizada.

3.2. Ensayos. Curvas F-d

Los ensayos se realizan en una máquina de ensayos universal Instron 4482 y un utillaje para ensayos de flexión en 3 puntos. El desplazamiento se mide a lo largo de la dirección vertical mostrada en la Fig. 1 y la fuerza de reacción se mide utilizando una célula de carga de ± 5 kN. La velocidad de la cruceta (10 mm/min) se establece de acuerdo con [11]. La temperatura ambiente era óptima para dicha prueba, siendo alrededor de 20°C.



Figura 1: Montaje del ensayo a flexión con entalla única (SENB).

La norma ASTM D5045 [11] utiliza las curvas de carga frente a desplazamiento (ambos valores medidos en la cruceta) para analizar la tenacidad a la fractura. La norma utiliza P_Q o P_{max} para el cálculo de K_{Ic} . Donde P_Q es la carga correspondiente a la intersección de la curva carga-desplazamiento con una línea recta con una pendiente igual al 95 % de la parte inicial de la curva carga-desplazamiento, véase la Fig. 2. Según la norma, la curva carga-desplazamiento deben presentar una gran parte lineal seguida por un corto comportamiento no lineal previo a la propagación de la grieta. Por tanto, P_Q y P_{max} deben ser similares. No obstante, en el presente estudio,

las gráficas de carga vs desplazamiento, obtenidos para cada configuración analizada, muestran una gran parte no lineal, dando lugar a diferencias significativas entre P_Q y P_{max} .

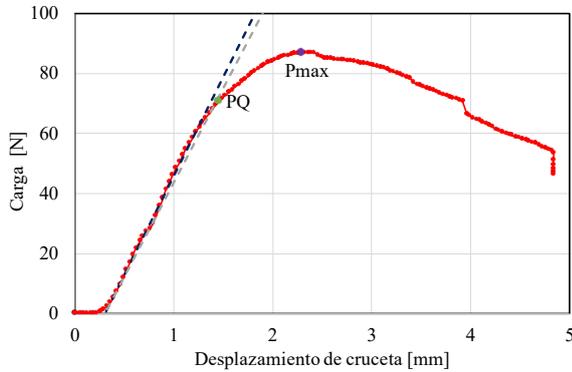


Figura 2: Curva carga vs. desplazamiento de una probeta obtenida del panel FLC-20 (refuerzo del 20 % con fibras largas).

En la Fig. 3, se muestra el detalle de una probeta con fibra continua rota, una vez finalizado el ensayo. Se destaca que en todas las configuraciones ensayadas, la grieta va creciendo de manera estable y no llega hasta el final de la probeta. Las probetas siempre quedan en una sola pieza, a diferencia de lo que ocurre en otros materiales donde un crecimiento de la grieta inestable hace que la probeta quede en dos piezas una vez finalizado el ensayo. Este comportamiento esta asociado a que las fibras naturales no se comportan de manera frágil.



Figura 3: Detalle del fallo de una probeta con fibra continua

4. ESTIMACIÓN DE LA TENACIDAD A LA FRACTURA

En el presente estudio, K_c^Q y K_c^{max} se definen como la tenacidad a la fractura obtenida utilizando P_Q y P_{max} , respectivamente, utilizando la ecuación (A1.1) en [11].

Hay que precisar que el objetivo es comparar el comportamiento en fractura en Modo I de las diferentes configuraciones analizadas más que obtener los valores de K_{Ic} mediante la norma.

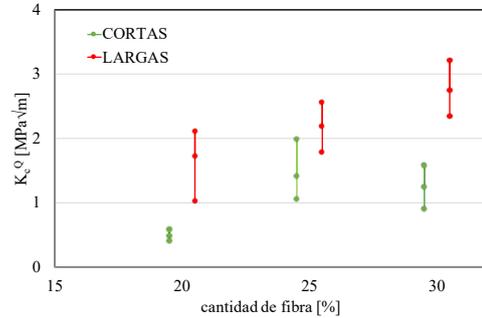


Figura 4: Tenacidad a la fractura obtenida usando los valores de P_Q .

En la Fig. 4, se muestra el resumen de los valores de K_c^Q . Los resultados muestran que las configuraciones que incluyen fibras continuas presentan una mayor tenacidad a la fractura que las configuraciones con fibras cortas. Este hecho puede deberse a que las fibras continuas están mayoritariamente alineadas en dirección perpendicular a la grieta. Mientras que las fibras cortas están orientadas de manera aleatoria. Por otra parte, los valores K_c^Q van aumentando cuando se aumenta el porcentaje de fibras en las probetas con fibras continuas. Sin embargo, es interesante observar que en la probetas con fibras cortas el valor mas alto de tenacidad se obtuvo con las probetas que incluyen un 25 % de fibras.

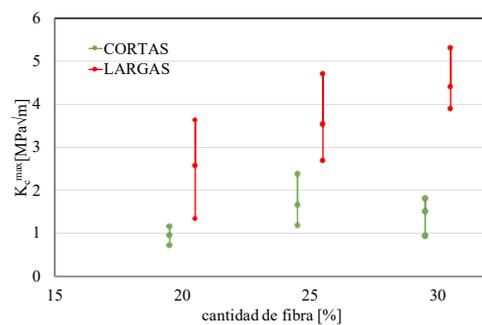


Figura 5: Tenacidad a la fractura obtenida usando los valores de P_{max} .

En la Fig. 5, se muestra el resumen de los valores de K_c^{max} . Las conclusiones en terminos de tenacidad a la fractura son similares a las obtenidas con K_c^Q . Se destaca que la dispersión obtenida para los valores de K_c^{max} son mayores que las dispersiones obtenidas con K_c^Q .

5. CONCLUSIONES

En este trabajo, se estudia la influencia de dos parámetros asociados al refuerzo de paneles de composite con fibras naturales. Específicamente se analiza el uso de fibras continuas y cortas de cabuya en el comportamiento a fractura de las probetas SENB fabricadas por moldeo por compresión, el estudio también incluye el efecto del porcentaje de fibras usado en cada una de estas configuraciones. Se adoptan tres porcentajes en peso de fibras 20 %, 25 % y 30 %. Todas las configuraciones se ensayan de la misma manera y se compara su respuesta a fractura. Se observa que las probetas que incluyen fibras continuas tienen siempre una tenacidad a la fractura superior a la de su homólogo con fibras cortas, lo que indica una mejora en la carga máxima admisible por una estructura en presencia de grietas. En el caso de las probetas con fibras continuas un mayor porcentaje de fibra se corresponde con un mayor valor de la tenacidad a la fractura. Sin embargo en el caso de las probetas con fibras cortas el valor máximo de tenacidad a la fractura se obtuvo con un porcentaje en peso de fibra del 25 %. Este hecho puede estar asociado a que las fibras continuas estaban alineadas perpendiculares a la grieta, mientras que las fibras cortas están orientadas de manera aleatoria.

AGRADECIMIENTOS

Este estudio ha contado con el apoyo del Ministerio de Ciencia e Innovación de España y del Fondo Europeo de Desarrollo Regional (Proyecto PID2021-123325OB-I00) y la Universidad Nacional de Trujillo, Perú, (Proyecto de Fondo Concursable CANON-2022: “Refuerzo ecológico a base de fibras de sansevieria trifasciata para matrices de poliéster y morteros de cemento alcalinos: Una alternativa amigable al medio ambiente y de impulso social”).

REFERENCIAS

- [1] K.L. Pickering, M.G. Aruan Efendy, T.M. Le. (2016) A review of recent developments in natural fibre composites and their mechanical performance. *Composites: Part A* 83, 98–112.
- [2] K.T. Lau, P.Y. Hung, M.H. Zhu, D. Hui. (2018) Properties of natural fibre composites for structural engineering applications. *Composites Part B* 136, 222–233.
- [3] K. Mylsamy, I. Rajendran. (2011) The mechanical properties, deformation and thermomechanical properties of alkali treated and untreated Agave continuous fibre reinforced epoxy composites. *Materials and Design* 32, 3076–3084.
- [4] M.E. Alves-Fidelis, T.V. Castro-Pereira, O.F. Martins-Gomes, F. de Andrade-Silva, R. D. Toledo-Filho. (2013) The effect of fiber morphology on the

tenile strength of natural fibers. *Journal of Materials Research and Technology* 2(2), 149-157.

- [5] E. Sarikaya, H. Çallioğlu, H. Demirel. (2019) Production of epoxy composites reinforced by different natural fibers and their mechanical properties. *Composites Part B* 167, 461–466.
- [6] J.S. Binoja, J.S. Bibin. (2019) Failure analysis of discarded Agave tequilana fiber polymer composites. *Engineering Failure Analysis* 95, 379–391.
- [7] G.A. Sivasankar, P. Arun Karthick, C. Boopathi, S. Brindha, R.J.T. Nirmalraj, A. Benham. (2023) Evaluation and comparison on mechanical properties of abaca and hemp fiber reinforced hybrid epoxy resin composites. *Materials Today: Proceedings*, 2214-7853.
- [8] S.C. Amico, C.C. Angrizani, M.L. Drummond. (2010) Influence of the Stacking Sequence on the Mechanical Properties of Glass/Sisal Hybrid Composites. *Journal of Reinforced Plastics and Composites* 29:2, 179-189.
- [9] V. Navya Geethikaa, V. Durga Prasada Rao. (2017) Study of Tensile Strength of Agave Americana Fibre Reinforced Hybrid Composites. *Materials Today: Proceedings* 4, 7760–7769.
- [10] M. Muneer Ahmed, H.N. Dhakal, Z.Y. Zhang, A. Barouni, R. Zahari. (2021) Enhancement of impact toughness and damage behaviour of natural fibre reinforced composites and their hybrids through novel improvement techniques: A critical review. *Composite Structures* 259, 113496.
- [11] ASTM, (2014) ASTM-D5045-14, Standard Test Methods for Plane-Strain Fracture Toughness and Strain Energy Release Rate of Plastic Materials.

Leandro Martínez-Orozco*, Noel León, Claire Biancalana, M. Lluïsa Maspoeh, Orlando Santana Pérez.

Universitat Politècnica de Catalunya, BarcelonaTech – Centre Català del Plàstic
Av. Eduard Maristany 16, 08019 Barcelona, Spain

* Persona de contacto: leandro.isidro.martinez@upc.edu

RESUMEN

Se ha realizado un estudio comparativo de la integridad estructural de mezclas de Polipropileno (PP) con un 20% en peso de Poli(Etilén Tereftalato) opaco reciclado (rPET-O) modificado reológicamente mediante extrusión reactiva (REx-rPET-O). Adicionalmente han sido preparadas y evaluadas dos mezclas de estos añadiendo dos tipos de PP modificados como compatibilizantes: uno con glicidil metacrilato (PPgGMA) y el otro con anhídrido maleico (PPgMA) ambos en una proporción del 10% en peso respecto a la fase PP. Para la cuantificación de los parámetros de fractura se emplearon probetas en configuración SENB obtenidas mediante moldeo por inyección, aplicando el análisis del Trabajo Esencial de Fractura. Los resultados obtenidos ponen de manifiesto que ambos tipos de modificaciones del PP ejercen un efecto emulsificante de la fase rPET-O, sin embargo, la mayor efectividad a nivel de comportamiento mecánico y a fractura se presenta con el PPgGMA. Esto último gracias a la generación de una interfase con mayor efectividad en la transmisión de tensiones y deformaciones entre fases como consecuencia del tipo de enlaces químicos generados durante el mezclado reactivo.

PALABRAS CLAVE: rPET-O, PP/rPET-O, compatibilización reactiva, EWF, SENB

ABSTRACT

A comparative study of the structural integrity of blends of Polypropylene (PP) with 20% by weight of recycled opaque Poly(Ethylene Terephthalate) (rPET-O) rheologically modified by reactive extrusion (REx-rPET-O) has been carried out. Additionally, two blends of these have been prepared and evaluated by adding two types of modified PP as compatibilizer, one with glycidyl methacrylate (PPgGMA) and the other with maleic anhydride (PPgMA), both in a proportion of 10% by weight with respect to the PP phase. To quantify the fracture parameters, specimens in SENB configuration obtained by injection molding were used and the Essential Work of Fracture analysis was applied. The results obtained show that both types of PP modifications exert an emulsifying effect on the rPET-O phase, however, the greatest effectiveness in terms of mechanical and fracture behavior is presented with PPgGMA. The latter thanks to the generation of an interface with greater effectiveness in the transmission of stresses and deformations between phases as a consequence of the type of chemical bonds generated during reactive blending.

KEY WORDS: rPET-O, PP/rPET-O, reactive compatibilization, EWF, SENB

1. INTRODUCCIÓN

La producción mundial de plásticos se ha mantenido en constante expansión, con un crecimiento de alrededor de 8,05% en el período comprendido entre 2018-2022, siendo el 39% de esta producción en Europa destinada específicamente a la fabricación de envases plásticos [1], los cuales, tras cumplir su función inicial, suelen terminar en la categoría de desechos.

Conscientes del impacto ambiental, en abril de 2018, el Parlamento Europeo aprobó un paquete legislativo que insta a los Estados miembros a mejorar sus sistemas de reciclaje. Se estableció como objetivo alcanzar un 65% de reciclaje de envases para el año 2025 [2].

Sin embargo, si bien existen procesos de reciclaje óptimos para muchos de los plásticos que suelen utilizarse para este tipo de aplicaciones, surge una problemática significativa asociada al reciclaje del polietileno tereftalato cuando este es opaco (PET-O): en formulaciones de PET reciclado (rPET) con un contenido superior al 15-20% de material opaco (PET-O), las propiedades finales del material reciclado obtenido tras el proceso no son óptimas [3, 4], ya que las partículas de

dióxido de titanio (TiO₂) que dan opacidad al PET causan deslizamiento entre las cadenas de polímero, obstaculizando la cristalización por endurecimiento y, por lo tanto, la formación de fibras [5], sabiendo que el rubro textil es uno de los sectores más favorecidos por el reciclaje de PET.

Una estrategia emergente para resolver este desafío se centra en el mezclado en fundido del rPET-O con otros polímeros. El polipropileno (PP) ha sido objeto de estudio en este contexto [6]. No obstante, se enfrenta a la inmiscibilidad inherente al ser mezclado con un grado de PET y sus consecuencias en el posterior desempeño del material, lo que ha conducido a la inclusión de sistemas de copolímeros injerto como agentes que actúen como compatibilizantes entre ambas fases.

En este contexto, es propuesto el uso de dos grados de polipropileno injertados con glicidil metacrilato y anhídrido maleico, respectivamente, como agentes compatibilizantes potencialmente reactivos. Esta comunicación centra en el estudio del efecto de dichos compatibilizantes en el comportamiento mecánico y a fractura aplicando el análisis del “Trabajo esencial de

fractura” en configuración de ensayo SENB de probetas prismáticas obtenidas mediante moldeo por inyección.

2. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

2.1 Materiales de partida

Se prepararon 3 mezclas PP/REx-rPET-O, 80/20 % p/p, respectivamente. El PP copolímero empleado fue un Moplen® EP3307 (Lyonbasell), con un 7-8% mol de etileno y un MFI (230 °C/ 2,16 Kg) de 14,40 g/10 min.

El PET empleado es un grado comercial de reciclado a partir de botellas opacas (Floreal®) con un contenido medio de 2 % p/p de TiO₂. Previo a su incorporación en las mezclas, la fase rPET-O fue modificada reológicamente a través de un proceso de extrusión reactiva (REx), mediante la adición en un 1,5% p/p del copolímero oligomérico estireno-acrilato multiperoxidado (Joncryl® ADR-4400, BASF), con funcionalidad 14 y peso equivalente epoxi de 485 g/mol.

Como agentes compatibilizantes se emplearon dos PP modificados. Uno con 1,43 % mol. de anhídrido maleico (PPgMA), Fusabond®P353 (DOW), MFI (160 °C/ 3,25 Kg) de 23,70 g/10 min; el segundo, con un 2,5% mol de glicidil metacrilato (PPgGMA), Scona® TPPP 8104 FA (Byk), MFI (230 °C/ 2,16 Kg) de 40 g/10 min.

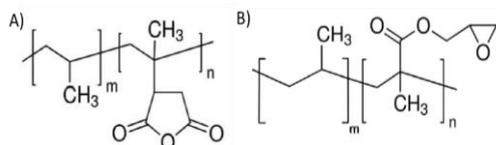


Figura 1. Estructura química de los agentes compatibilizantes empleados. A) PPgMA. B) PPgGMA.

2.2 Procesamiento

Previo al inicio de cada etapa de procesamiento se procedió a secar el material durante 4 horas en una tolva deshumificadora DSN506HE (Piovan) con punto de rocío de -40 °C. La temperatura empleada fue de 120 °C para todo material o formulación que no contuviese PP, y de 100 °C para aquellas formulaciones en las que PP hubiese sido agregado.

a) Modificación del rPET-O

El proceso se llevó a cabo en una extrusora de doble husillo co-rotante, con diámetro de husillo de 25 mm (L/D=36) (KNETER 25X24D, Collin GmbH). El perfil de temperaturas empleado fue (de alimentación a cabezal): 190/240/250/255/260/265/270 °C. La velocidad de giro del husillo se estableció en 120 rpm (tiempo de residencia de 4,30 min). El producto extruido fue enfriado con agua y posteriormente, granceado.

b) Preparación de las mezclas.

Empleando la extrusora doble husillo previamente descrita se prepararon las 3 mezclas, con las siguientes condiciones de procesamiento: perfil de temperaturas de

190/225/250/255/255/255/245 °C, velocidad de giro del husillo de 90 rpm, cortina de N₂, vacío y enfriamiento con agua. La codificación utilizada para las mezclas se resume en la Tabla 1.

Tabla 1. Codificación y composición de las mezclas preparadas.

Código	PP [% p/p]	REx-rPET-O [% p/p]	PPgMA [% p/p]	PPgGMA [% p/p]
M0	80	20	-	-
M1-am	70	20	10	-
M2-gma	70	20	-	10

c) Obtención de probetas

Los especímenes estudiados fueron conformados mediante moldeo por inyección, el equipo empleado fue una máquina inyectora Victory 500/100 (Engel GmbH, Schwartberg, Austria). El molde empleado fue multicavidad y se fabricaron probetas de tipo prismáticas, de dimensiones aproximadas de 125 x 13 x 6.5 mm³; así como también probetas halterio tipo I, de acuerdo a la norma ASTM D-638-03 [7]. Las condiciones del proceso se describen en la Tabla 2.

Tabla 2. Condiciones principales de moldeo por inyección para las formulaciones preparadas.

Código	M0	M1-am	M2-gma
Perfil de temperaturas [°C]	240/240/240/245/245		
Velocidad de inyección [cm ³ /s]	200		
Presión inyección [bar]	479	420	455
Presión mantenimiento [bar]	290	360	400

2.3 Comportamiento mecánico a tracción

El comportamiento a tracción fue evaluado sobre probetas (10 por cada material) halterio tipo I, utilizando una máquina de ensayos universales Z100-Retroline (ZwickRoell GmbH & Co.) equipada con una célula de carga de 10 kN. Los ensayos fueron realizados a temperatura ambiente (~23 °C), a una velocidad de ensayo de 1 mm.min⁻¹ para la determinación del módulo de Young (E) y de 10 mm.min⁻¹, para el resto de las propiedades evaluadas: tensión a la cedencia (σ_y), deformación a la cedencia (ε_y) y deformación a la ruptura (ε_b) [7].

2.4 Comportamiento a fractura.

Se llevó a cabo mediante la determinación del *trabajo esencial de fractura* (EWF) [8] en probetas SENB (Single Edge Notch Bend) obtenidas a partir de las barras prismáticas y entalladas con ángulo de flanco 45° y

longitudes nominales de entalla (L_N) en un rango de 1,5 a 6 mm, de forma de cubrir un total de 7 valores para cada material. Finalmente, estas fueron agudizadas mediante la técnica “tapping” con una cuchilla de afeitar con radio de filo de 0.13 μm . La longitud real de ligamento (L_R) fue determinada sobre las superficies de fractura resultante mediante microscopía óptica.

Los ensayos fueron realizados empleando una máquina de ensayos universales Sun 2500 (Galdabini) equipada con una célula de carga de 1 kN, una velocidad de movimiento de bastidor de 10 $\text{mm}\cdot\text{min}^{-1}$, a temperatura ambiente ($\sim 23^\circ\text{C}$).

La validación inicial de las curvas *carga-desplazamiento* ($P-d$) se realizó aplicando el análisis de plasticidad considerando el “slipline field” que se genera en probetas SENB [9]. Según este análisis, la siguiente expresión se cumpliría si y solo si la propagación de la grieta se presenta tras alcanzar el colapso plástico:

$$P_{max} = \gamma \sigma_y (L_R)^2 \tag{Ec. 1}$$

Siendo P_{max} la carga máxima alcanzada, σ_y la tensión a la cadencia uniaxial medida a tracción. El factor γ considera la relación de momentos en el instante del colapso plástico en una probeta entallada en relación a una no entallada. Para las características geométricas de los ensayos en cuestión, γ tomaría un valor de 0,1522 [9]. Es decir, al representar P_{max} vs. L_R^2 , debería dar una línea recta centrada en el origen con una pendiente igual $0,1522\sigma_y$. Aquellos puntos fuera del ajuste fueron puestos en duda y no considerados en el análisis.

2.5 Análisis morfológico y fractográfico

Se llevó a cabo mediante microscopía electrónica de barrido (Phenom XL Desktop, Termo Fisher Scientific), con una tensión de aceleración de 10 kV. Para el análisis de la morfología generada se observaron superficies de fractura criogénica de la sección transversal de los especímenes prismáticos. Por otra parte, el análisis fractográfico se llevó a cabo sobre las superficies post-ensayo de las probetas. Previo a la observación, se depositó una capa de 11 nm de oro sobre las superficies a observar.

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

3.1 Morfología generada

La Figura 2 muestra micrografías de la superficie de fractura criogénica de probetas prismáticas inyectadas de las 3 formulaciones. Analizando la zona central de las secciones se evidencia el carácter inmiscible y multifásico de las mezclas. Tras la adición de cualquiera de los PP modificados se presenta una reducción y homogeneización del tamaño y forma de los agregados de la fase secundaria (Tabla 3), poniendo de manifiesto el carácter emulsificante que presentan. Resultados similares han sido obtenidos por [10,11]. Inclusive, el

típico efecto “piel-núcleo” que se suele magnificar en mezclas de polímeros inmiscible desaparece.

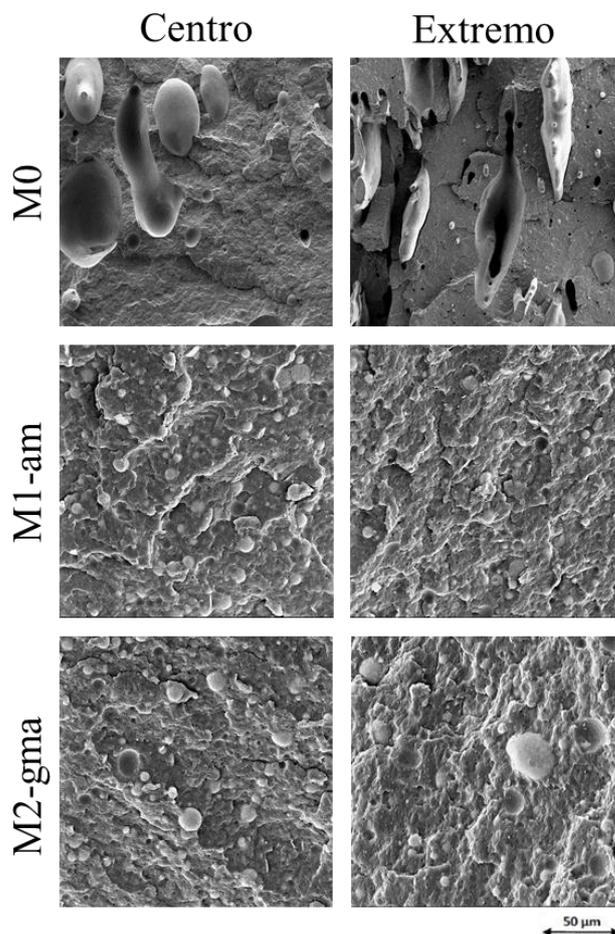


Figura 2. Micrografías (MEB) (500X) de la superficie de fractura criogénica de las muestras inyectadas de los materiales en su zona central (columna izquierda) y zona cercana a cara exterior (columna derecha).

Tabla 3. Diámetro promedio de la fase de REx-rPET-O.

	Centro [μm]	“Piel” [μm]
M0	$56,72 \pm 20,68$	-
M1-am	$8,78 \pm 3,28$	$7,15 \pm 1,39$
M2-gma	$9,69 \pm 4,60$	$12,57 \pm 9,30$

Considerando la naturaleza de los grupos funcionales reactivos existentes en ambos PP modificados, se esperaría cierta diferencia en la función emulsificante. Se sabe que los grupos epoxi del PPgGMA presenta mayor reactividad que los grupos anhídridos del PPgMA. No obstante, a nivel morfológico el efecto que produce es similar en ambos.

3.2 Comportamiento mecánico a tracción.

La Figura 3 presenta curvas representativas, σ vs. ϵ , de los materiales estudiados y del PP copolímero empleado. Tal y como se observa, todos los materiales presentaron un comportamiento dúctil, sin embargo, se aprecia que la

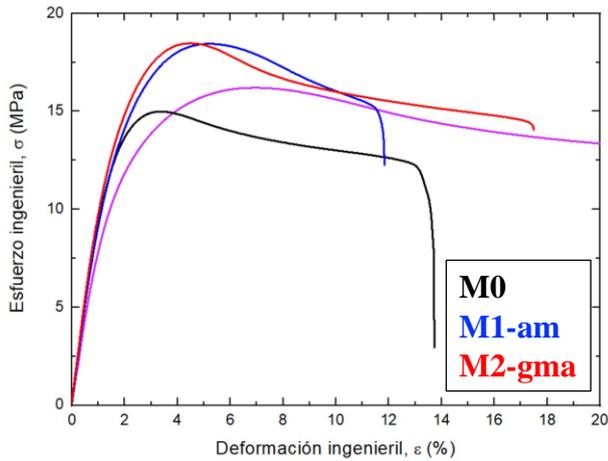


Figura 3. Curvas representativas σ vs. ϵ ingenieriles.

adición de REx-rPET-O, promueve una pérdida en la capacidad de generación de un cuello estable (*cold drawing*). Se hace evidente al comparar con el PP puro la adición de cualquiera de los PP modificados pareciera compensar esta pérdida asociadas a la adición de la fase REx-rPET-O, al incrementar los niveles de tensiones máximas alcanzados.

La Tabla 4 recoge los principales parámetros mecánicos extraídos de las curvas obtenidas. Como cabía esperar, la adición de REx-rPET-O en un 20% p/p incrementa el módulo elástico (E) del PP, sin que la incorporación de los PP modificados genere diferencias marcadas respecto a la formulación base (M0).

Centrados en el inicio del comportamiento plástico en términos de tensión (σ_y) y deformación (ϵ_y), la adición de Rex-rPET-O al PP promueve una disminución del 11% y 51%, respectivamente. Esto está relacionado con la baja adhesión entre las fases, lo que promueve una cavitación de la fase Rex-rPET-O de forma prematura. Esto contribuye al alivio de la triaxialidad local, con lo que las condiciones de campos de tensiones locales requeridos para la cedencia (inicio del comportamiento plástico) del sistema se presentan a niveles de tensiones remotas aplicadas menores.

Tabla 4. Parámetros mecánicos a tracción de los materiales ensayados. Se incluyen los materiales base.

Material	Parámetro mecánico			
	E [MPa]	σ_y [MPa]	ϵ_y [%]	ϵ_b [%]
M0	1170 ± 1	14,5 ± 0,5	3,5 ± 0,1	14 ± 2
M1-am	1088 ± 6	18,7 ± 0,3	5,3 ± 0,4	12 ± 1
M2-gma	1172 ± 30	18,5 ± 0,2	4,8 ± 0,3	18 ± 2
PP	840 ± 8	16,3 ± 0,2	7,2 ± 0,2	> 100
REx-rPET-O	2420 ± 20	56,1 ± 0,4	3,8 ± 0,1	95 ± 14

Es en esta región del comportamiento donde sí se evidencian la acción “compatibilizante” de los PP modificados. Ambos generan un incremento de alrededor 20% en la σ_y y del 30% en ϵ_y respecto a M0. En este caso se podría decir que las posibles reacciones químicas entre los grupos funcionales del PP modificado y la fase PET generen una interfase que promueve una transmisión efectiva de tensiones en la intercara, minimizando las cavitaciones de fases.

3.3 Comportamiento a fractura

Como paso previo y para una visión del proceso de fallo en los materiales de estudio, se realizó una serie de ensayos de flexión en 3 puntos en configuración de canto (*edgewise*) manteniendo los requerimientos geométricos de disposición de ensayos en configuración SENB. Las Figuras 4 y 5 muestran tanto las *curvas vs. desplazamiento* (*P-d*) representativas obtenidas para cada material, como el aspecto visual de probetas seleccionadas tras el fallo, respectivamente.

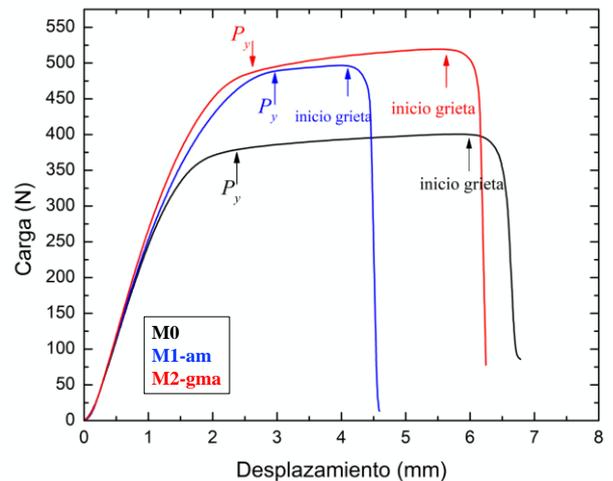


Figura 4. Curvas *P-d* representativas para cada material.

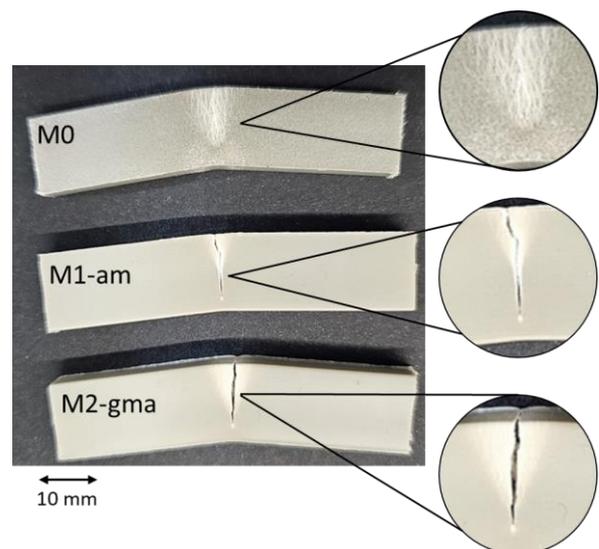


Figura 5. Detalles la zona de fallo de probetas ensayadas en flexión por tres puntos “*edgewise*” sin entalla.

Durante la ejecución de los ensayos se pudo observar que todos los materiales de estudio la rotura sobreviene tras el colapso plástico extensivo del sistema, quedando una región triangular blanca que se extiende hasta un 80% de la altura de la probeta, justo la región donde el campo a compresión se manifiesta, claramente visible en la M0 (Figura 5). Lo anterior potencialmente validaría la aplicación del concepto de *Trabajo esencial de fractura*.

El aspecto de esta región blanca se percibe de forma diferente en cada caso (Figura 5). Para M0 se aprecia una zona de aspecto estriada que dificulta la identificación visual de la grieta, mientras que para las mezclas “compatibilizadas” esta región tiene una mayor densidad de color, más pequeña respecto a M0, y con fácil identificación del avance de la grieta. Inclusive, para M2-gma se aprecia que la extensión de la grieta es sensiblemente superior a M1-am.

La Tabla 5 recoge los valores característicos promedio (media de 7 ensayos): Rigidez ($K_{flex,y}$), carga para inicio de colapso plástico (P_y), flecha al momento de la ruptura (f_R), trabajo de ruptura (W_T) y estimación trabajo plástico involucrado (W_p).

La adición de los PP modificados, independientemente del tipo, incrementa tanto $K_{flex,y}$ como P_y , en un 10 y 30% respectivamente. En lo que respecta a f_R , M0 y M2-gma registran los valores mayores y próximos entre si. Es precisamente esta última la que presenta un mayor W_T , siendo un 16% superior. Un aspecto a destacar que al estimar el W_p es la M1-am la que presenta la menor contribución al proceso.

La Figura 6 muestra curvas representativas carga-desplazamiento (P-d) a una longitud nominal de ligamento (L_N) de 8 mm obtenida durante los ensayos en geometría SENB para los materiales en estudio. En todos los casos, e independientemente de L_N , tras registrarse un valor máximo en la fuerza de reacción registrada, relacionado con el inicio de colapso plástico del ligamento, se presenta una caída suave en esta. En cierto punto se observó un cambio súbito en la caída que coincidió con el inicio de la propagación de grieta (señalado con una flecha en la Figura 6).

Otro aspecto que cabe mencionar es que las P_{max} en M2-gma son superiores en todos los casos, sugiriendo una mayor resistencia a la fractura en comparación con los otros dos materiales. Contrariamente, M1-am presentó los menores valores indicando una potencial disminución en la capacidad de resistir la propagación de grieta.

Tabla 5. Parámetros mecánicos obtenidos a partir de los ensayos de flexión “edgewise” (de canto). El valor porcentual representa la variabilidad de la media obtenida para 7 ensayos.

	M0	M1-am	M2-gma
K (kN/m)	282 (7%)	292 (5%)	310 (5%)
P_y (N)	379 (9%)	489 (10%)	483 (8%)
f_R (mm)	6,7 (16%)	4,6 (12%)	6,25 (14%)
W_T (J)	2,26 (17%)	1,67 (15%)	2,61 (15%)
W_p (J)	1,92 (10%)	1,19 (10%)	2,26 (9%)

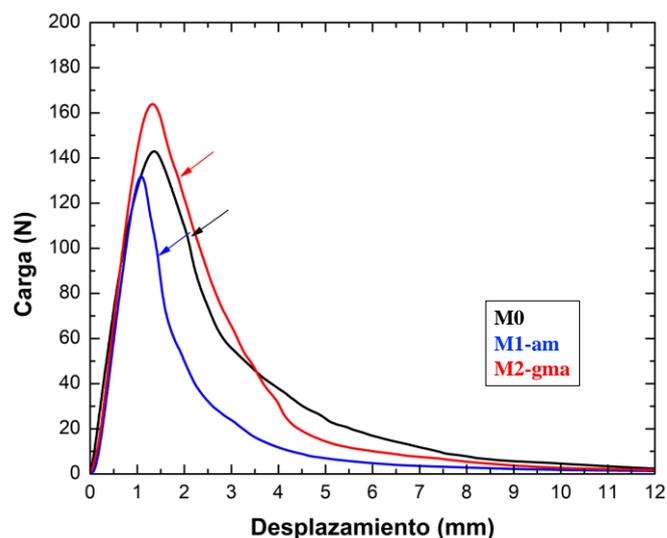


Figura 6. Curvas representativas carga vs. desplazamiento obtenida en los ensayos SENB. $L_N = 8$ mm.

Partiendo de las curvas obtenidas y validadas, el *trabajo esencial de fractura* (EWF) fue determinado a partir de la expresión:

$$w_f = w_e + \beta w_p L \quad \text{Ec. 2}$$

Este análisis considera que el trabajo total por unidad de sección (w_f) puede separarse en dos términos: el trabajo esencial específico w_e y el término no esencial o trabajo “plástico” específico βw_p , dependiente de la longitud de la longitud de ligamento L . w_e representa la energía requerida para generar nueva superficie libre, mientras que βw_p la energía disipada en planos adyacentes al plano de propagación de grieta en procesos irreversibles, y está relacionado con la resistencia a la propagación de la grieta [12]. Los valores de w_e y βw_p se determinaron mediante el ajuste lineal de las curvas w_f vs (L_R) con una banda de confianza de 95% (Figura 7).

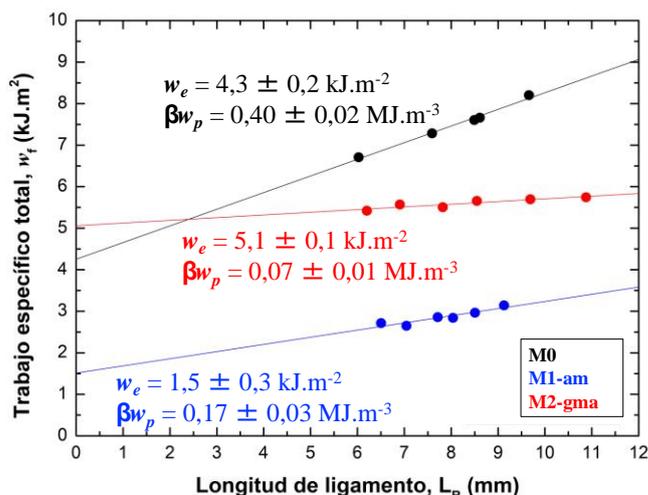


Figura 7. Representación de w_f vs. L_R y términos obtenidos para los materiales estudiados.

Tal y como puede observar, la adición de PPgGMA incrementa en un 20% el w_e , asociado a la iniciación de

la propagación de la grieta, a expensas de una disminución del βw_p de casi un 82% respecto a M0. Esto último indicaría una caída drástica de la resistencia a la propagación de la grieta una vez iniciada [12].

Un aspecto que llama la atención es la poca efectividad del PPgMA en lo que respecta a los eventos relacionados con la fractura, si bien pareciera mostrar mejor desempeño en la etapa de propagación respecto al PPgGMA según el incremento observado en βw_p .

Ahora bien, si bien tras el análisis del estado post-fractura de las probetas es posible asociar el comportamiento de ambas mezclas compatibilizadas, es importante destacar que las características de la interfase que se genera no son iguales. Los grupos epoxídicos existentes en el PPgGMA reaccionan con el REx-rPET-O formando enlaces tipo éter (R-O-R') que presentan mayor flexibilidad en comparación a los enlaces tipo éster (R-CO-OR') generados por el PPgMA. Esta mayor flexibilidad puede estar favoreciendo una mejor adaptación y transferencia de carga en la interfaz entre las fases de PP y REx-rPET-O, mejorando así su resistencia mecánica.

La Figura 9 muestra micrografías de las superficies de fractura obtenidas. Al comparar las superficies de M0 las de las mezclas compatibilizadas es posible observar un desprendimiento interfacial evidente entre la matriz y las inclusiones de REx-rPET-O. Por otra parte, las mezclas compatibilizadas exhiben un comportamiento más coordinado entre sus dos fases, siendo la M2-gma la que presenta un mayor grado de cohesión entre fases y de desgarro en la fase mayoritaria, intuyendo esto último un mayor consumo energético por procesos relacionados con la deformación plástica de la matriz.

La correlación de los parámetros *EDW* con los ensayos de flexión “*edgewise*” requiere de ciertas consideraciones, ya que a priori parece no tener relación. A nivel de tensiones locales, el proceso de fallo (colapso plástico + generación de grieta y su propagación) se presenta a mayores cargas en M2-gma. Esto hace que al momento de generarse la grieta el trabajo mecánico efectuado sea mayor, lo que estaría relacionado con el mayor w_c obtenido. No obstante, la energía liberada es tal que la velocidad de propagación es superior a la de M0, con lo que los procesos disipativos en planos adyacentes no son suficiente para retrasar su avance,

En lo que respecta al término βw_p hay que considerar que este es un término energético “ponderado” por el volumen involucrado en procesos disipativos. En el caso de M0, estos procesos se presentarían en un mayor volumen, pero no de forma homogénea (estriación del patrón) a diferencia del M2-gma que se presenta en un volumen inferior, pero más homogéneo (Figura 5). Esto podría explicar que el trabajo mecánico plástico durante el ensayo de flexión de M2-gma sea casi un 20% superior respecto a M0.

4. CONCLUSIONES

La incorporación de ambos PP modificados como posibles agentes compatibilizantes presenta un “efecto emulsificante” similar en la morfología que se obtiene para la fase dispersa de REx-rPET-O embebida en la matriz de PP. Sin embargo, el desempeño mecánico y a fractura es superior con el PPgGMA gracias a la naturaleza “flexible” de la interfase generada, lo que permite una mayor efectividad de transmisión de tensiones entre fases durante la sollicitación.

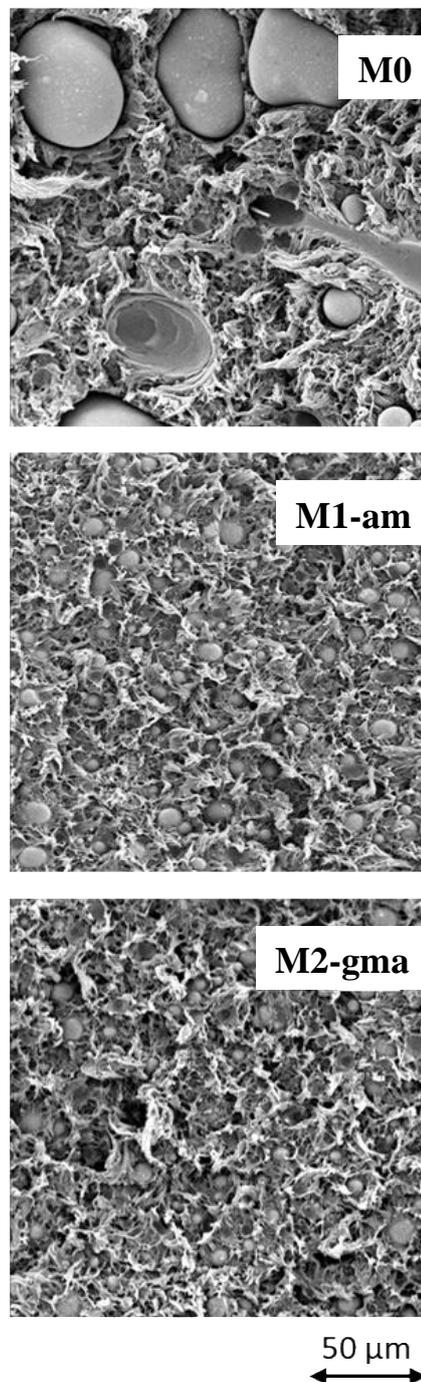


Figura 9. Micrografías SEM (1500X) de las superficies de fractura tras los ensayos EWF de los materiales estudiados.

AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen al Ministerio de Ciencia e Innovación, a través de la Agencia Estatal de Investigación (AEI) por la financiación recibida para el desarrollo y la ejecución del proyecto: UpECOBLENDS, de Referencia PID2019-106518RB-I00/AEI/10.13039/501100011033.

Asimismo, Leandro Martínez-Orozco desea expresar su agradecimiento a la Agència de Gestió d'Ajuts Universitaris i de Recerca (AGAUR) por el apoyo financiero brindado a través de la beca "Ajuts de suport a departaments i unitats de recerca universitaris per a la contractació de personal investigador predoctoral en formació a Catalunya (FI SDUR 2022)", expediente número: 2022 FISDU 00319.

REFERENCIAS

[1] Plastics Europe. "Plastics - The Fast Facts" [Infografía]. 2023. <https://plasticseurope.org/es/plastics-europe-publica-plastics-the-fast-facts-2023> (Recuperado en 2024).

[2] Comisión Europea. "Circular economy package: Four legislative proposals on waste". 2017. <https://www.europarl.europa.eu/portal/en> (Recuperado en 2024)

[3] D. Loaeza, J. Cailloux, O. Santana Pérez, M. Sánchez-Soto, M. Ll. MasPOCH, "Impact of Titanium Dioxide in the Mechanical Recycling of Post-Consumer Polyethylene Terephthalate Bottle Waste: Tensile and Fracture Behavior," *Polymers*, 2021, 13, 310.

[4] Zero Waste France. "PET Opaque—Dossier Complet". 2017. <https://www.eco-conception.fr/data/sources/users/7/pet-opaque---dossier-complet.pdf> (Recuperado en 2024)

[5] A. Taniguchi, M. Cakmak, "The suppression of strain induced crystallization in PET through sub-micron TiO₂ particle incorporation," *Polymer*, 2004, 45(19), 6647-6654.

[6] Y. Tao, K. Mai, "Non-isothermal crystallization and melting behavior of compatibilized polypropylene/recycled poly(ethylene terephthalate) blends," *Eur. Polym. J.*, 2007, 43(8), 3538-3549.

[7] ASTM D638-03. Standard Test Method for Tensile Properties of Plastics. ASTM International, 2003.

[8] D. R. Moore, A. Pavan, J. G. Williams, Fracture mechanics testing methods for polymers, adhesives and composites, pp: 188-195, ESIS Publications, 28, 2001.

[9] J. Chakrabarty, "Theory of plasticity" 3rd ed. Elsevier Butterworth Heinemann. UK, 2006. Pp: 174-176.

[10] M. Pracella, D. Chionna, "Reactive Compatibilization of Blends of PET and PP Modified by GMA Grafting," *Macromol. Symp.*, 2003, 198, 161-171.

[11] A. Ekincil, M. Öksüz, M. Ates, I. Aydın, "Thermal and Mechanical Properties of Polypropylene/Post-

consumer Poly (ethylene terephthalate) Blends: Bottle-to-Bottle recycling," *J. Polym. Res.*, 2022, 29: 433-446.

[12] A. Al-Jabareen, S. Illescas, M. Ll. MasPOCH, O. O. Santana, "Essential work of fracture testing of PC-rich PET/PC blends with and without transesterification catalysts," *J. Mater. Sci.*, 2010, 45:2907–2915.

EVALUACIÓN EXPERIMENTAL DEL EFECTO DE LAS TENSIONES RESIDUALES EN LA INICIACIÓN DE GRIETAS EN LAMINADOS CRUZADOS

I.G. García*, J. Gutiérrez, J. Justo, A. Blázquez, J. Cañas, V. Mantič

Departamento de Mecánica de Medios Continuos y Teoría de Estructuras, E.T.S. de Ingeniería, Universidad de Sevilla
Camino de los Descubrimientos s/n, 41092 Sevilla, España

*Persona de contacto: israelgarcia@us.es

RESUMEN

Desde los primeros experimentos en la década de 1970, se conoce que el espesor de la capa transversal en laminados cruzados $[0, 90]_s$ tiene un efecto importante sobre la deformación a la que aparece la primera grieta transversal en esa capa. Posteriormente a la presentación de estos resultados experimentales, se han propuesto modelos intentado predecir y explicar este efecto. Los experimentos iniciales se realizaron con materiales o formas de fabricación donde no se esperaba que hubiera tensiones residuales importantes como consecuencia del proceso de curado. Por ello, casi todos los modelos inicialmente propuestos no tienen en cuenta estas tensiones residuales. Sin embargo, para los materiales y procedimientos de fabricación actuales en la industria aeroespacial sí que se producen tensiones residuales térmicas importantes. En consecuencia, es necesario completar los modelos originales dado que las tensiones residuales térmicas pueden jugar un papel fundamental en el efecto del espesor sobre la resistencia del laminado. Motivados por este hecho, en publicaciones anteriores de algunos de los autores, se ha presentado una revisión de estos modelos añadiendo el efecto de las tensiones residuales a través de un término de corrección teórico. En el presente trabajo se presenta una validación experimental del término propuesto para estos modelos. Se ha realizado una campaña preliminar de ensayos con varios espesores y diferentes niveles de tensiones residuales. Los resultados no son concluyentes pero muestran que el efecto de la temperatura sobre la resistencia es muy relevante y sigue una tendencia similar a la predicha por el término propuesto en anteriores trabajos.

PALABRAS CLAVE: Tensiones residuales térmicas, Laminados cruzados, Materiales compuestos

ABSTRACT

Since the early experiments in the 1970s, it has been well-known that the thickness of the transverse ply in cross-ply laminates has a significant effect on the critical strain leading to the first crack onset in this ply. Following the presentation of these experimental results, various models have been proposed to explain and predict this thickness-effect on the strength. The initial experiments were conducted with materials or manufacturing methods where significant residual stresses were not expected as a result of the curing process. Therefore, almost all initially proposed models did not take these residual stresses into account. However, in current materials and manufacturing procedures in the aerospace industry, significant residual thermal stresses are expected. Consequently, residual thermal stresses can play a fundamental role in the thickness-effect on transverse-ply strength, and it is necessary to supplement the original models with the effect of residual thermal stresses. Motivated by this, some authors of this article have presented a revision of these models in previous publications by adding the effect of residual thermal stresses by a correction term. This work presents the experimental validation of this correction term. A preliminary test campaign has been conducted with various types of laminates and different test temperatures. The results are not definite but show that the effect of temperature on strength is very relevant and follows a trend similar to that predicted by the proposed theory.

KEYWORDS: Residual thermal stresses, Cross-ply laminates, Composite materials

1. INTRODUCCIÓN

La iniciación de grietas transversales en laminados cruzados en materiales compuestos ha suscitado diversos modelos para su predicción e incluso ha motivado la propuesta de nuevos criterios de iniciación en la mecánica de la fractura. La motivación inicial fueron los sorprendentes

resultados experimentales [1, 2] obtenidos en la década de 1970, y confirmados posteriormente por otros autores en otros materiales, ver p.e. [3, 4]. En todos estos resultados se muestra que el espesor de la capa transversal tiene un efecto muy importante en el nivel de deformación para el que aparecen las primeras grietas en esta capa ante cargas estáticas. En concreto, espesores pequeños dan lugar

a un incremento muy significativo de la resistencia aparente de esa capa, llegando incluso a inhibirse totalmente el agrietamiento transversal, apareciendo antes otros tipos de fallo, como la delaminación por borde libre. Estos resultados, que han sido analizados y comprobados ampliamente durante las últimas décadas, han ganado en actualidad y relevancia gracias al desarrollo de los materiales compuestos basados en capas ultra-delgadas [5]. Con estos nuevos materiales compuestos, es posible aprovechar este fenómeno de una forma mucho más significativa.

Así, es necesario tener modelos capaces de predecir este fenómeno para su incorporación en los criterios de fallos de laminados de materiales compuestos. El fenómeno es en sí incompatible con un criterio basado exclusivamente en las tensiones o las deformaciones dentro de la capa, por lo que desde la misma publicación de los primeros experimentos, se han propuesto modelos para predecir este fenómeno desde hipótesis sobre la naturaleza de la iniciación de grietas drásticamente diferentes entre ellas. De esta forma, este problema ha supuesto también un interesante laboratorio de pruebas sobre la propia naturaleza de la iniciación de grietas en general.

Entre los modelos propuestos, cabe destacar los siguientes:

Modelo energético incremental: Propuesto inicialmente por los autores de los primeros experimentos [2], y desarrollado ampliamente por Hashin [6]. En este modelo se propone que la grieta transversal aparecerá cuando la energía elástica liberada por la aparición de una grieta que ocupa todo el espesor sea suficiente para compensar la energía disipada en la apertura de esa grieta.

Modelo de Dvorak [7, 8]: Este modelo parte de una hipótesis radicalmente diferente, siendo su base asumir la presencia de defectos de crecimiento lento subcrítico que, a partir de un tamaño característico crítico, crecen rápidamente como una grieta. En función del espesor de la capa transversal, este crecimiento crítico se produce en la dirección del espesor o en la dirección del ancho de la probeta. La diferente evolución de la tasa de liberación de energía entre los dos tipos de crecimiento da lugar a grandes diferencias cuantitativas y cualitativas, que llevan a un fuerte crecimiento de la resistencia aparente de la capa transversal para espesores pequeños. Este criterio es actualmente el más aceptado y utilizado en la comunidad de materiales compuestos. La hipótesis de base se ha intentando explicar y justificar mediante modelos micro-mecánicos [9, 10].

Modelo probabilístico [11]: Basado en la teoría de Weibull [12], explica el efecto del espesor, por su efecto sobre la probabilidad de encontrar un defecto de un cierto tamaño. Un menor espesor implica una menor cantidad de volumen y con ello una menor probabilidad de defectos de un cierto tamaño. Por ello, es de esperar una deforma-

ción crítica mayor para un menor espesor.

Modelo de Leguillon [13]: Este problema es uno de los que inspiraron la propuesta del criterio acoplado de la mecánica de fractura finita [13]. En este artículo se propone un criterio basado en la necesidad de que se verifiquen de forma simultánea una condición energética (relacionada con la del criterio energético incremental) y un criterio tensional. Como se mostró en [13], la aplicación de ese criterio en forma de modelo a este problema presenta una buena correlación con los experimentos de Parvizi [2]. Este modelo ha sido extendido y desarrollado ampliamente [14, 15] durante las siguientes décadas.

Estos modelos son capaces de predecir y explicar el efecto del espesor (ver [4] para una revisión más extensa de estos modelos, una reformulación para ser expresados en una formulación común y una discusión crítica). Sin embargo, excepto el modelo energético incremental en su modificación por [6], no tienen en cuenta posibles tensiones residuales térmicas generadas durante la fabricación. A pesar de ello, suelen presentar una buena correlación con los resultados experimentales de las décadas de 1970 y 1980. La razón es que los materiales y los procedimientos de fabricación utilizados para esos ensayos eran mucho menos proclives a presentar tensiones residuales térmicas.

En los materiales compuestos actuales utilizados en las industrias de alta tecnología, como la industria aeronáutica, el procedimiento de fabricación en autoclave y la utilización de materiales compuestos fabricados con fibra de carbono/epoxi, con un fuerte contraste direccional en sus propiedades termoelásticas, genera la presencia de altas tensiones residuales térmicas que pueden llegar a alcanzar el 50 % de la resistencia transversal de la lámina [16]. El origen de estas tensiones residuales es el decremento térmico producido durante el enfriamiento para pasar de la temperatura de curado a la temperatura de servicio o de ensayo. El fuerte contraste entre direcciones de las propiedades termoelásticas, en particular del coeficiente de dilatación térmica, implica que la debida compatibilidad en la deformación entre capas, requiera la aparición de tensiones residuales térmicas.

Con esta perspectiva, en trabajos previos [16] se propuso una corrección en forma de expresión analítica que era aplicable a todos los modelos anteriores, con el fin de tener en cuenta las tensiones residuales térmicas en esos modelos. La precisión de esta expresión fue demostrada de forma rigurosa por Mantič y García [17]. Esta corrección fue utilizada en la comparación [4] de los diferentes modelos con nuevos experimentos en un material compuesto ampliamente empleado en la fabricación de elementos estructurales aeronáuticos (carbono/epoxy Hexcel AS4-8552). La comparación mostró que esta corrección mejora de forma drástica la precisión de todos los modelos. Sin embargo, no suponía una validación ex-

perimental directa porque el objetivo de los ensayos no era evaluar el efecto de las tensiones residuales, sino del espesor. Así, el objetivo del presente trabajo es evaluar el efecto de estas tensiones residuales a partir de modificar las mismas con diferentes temperaturas de ensayo. Para ello, se ha diseñado una campaña de ensayos preliminar donde se han ensayados probetas de laminados cruzados a diferentes temperaturas, con el fin de relajar o incrementar las tensiones residuales.

En la sección 2 se presenta de forma resumida la corrección propuesta en trabajos anteriores para tener en cuenta las tensiones residuales. Seguidamente, se describe la campaña de ensayos en la sección 3 para posteriormente presentar y discutir los resultados preliminares en la sección 4.

2. TÉRMINO DE CORRECCIÓN DE LAS TENSIONES RESIDUALES TÉRMICAS

Los modelos descritos en la introducción se basan de forma directa o indirecta en una evaluación de las tensiones en la capa transversal, una evaluación de la energía liberada tras la aparición de esa grieta o en la combinación de ambas. Así, a continuación, se describe brevemente cómo se pueden introducir las tensiones residuales térmicas en los modelos, según el caso.

El modelo probabilístico [11] se basa en la evaluación de las tensiones en la capa transversal y su combinación con la teoría de [12]. La variación de las tensiones antes de la aparición de grietas transversales puede aproximarse de forma muy precisa por la teoría general del laminado.

En el caso del modelo de Dvorak, éste se basa en la tasa de liberación de energía para el tamaño característico crítico de la grieta, por lo que la introducción del efecto de las tensiones residuales térmicas requiere calcular su influencia sobre esta magnitud. En el modelo energético incremental se requiere la energía liberada entre el estado sin grieta y con una grieta abarcando todo el espesor. Esta energía se puede calcular a partir de integrar la tasa de liberación de energía, por lo que se reduce al mismo problema que el modelo de Dvorak en cuanto a tensiones residuales. En trabajos anteriores de los autores [16] se mostró que la tasa de liberación de energía de una grieta transversal ante cargas termomecánicas se podía reducir a un problema equivalente puramente mecánico. En este problema puramente mecánico era necesario sumar las cargas mecánicas originales y unas tensiones equivalentes a las tensiones que tendría el laminado sin grieta por efecto del decremento térmico de curado, ver [16] para más detalles. En este trabajo, esto se comprobó a partir de resultados numéricos con modelos termomecánicos de alta precisión, mostrando errores del orden del truncamiento numérico. Posteriormente, esto se demostró de forma rigurosa por Mantič y García [17].

En el caso del modelo de Leguillon [13, 14], es necesario evaluar el efecto tanto sobre las tensiones como sobre la energía liberada. Puesto que anteriormente se ha discutido que para ambos casos, la corrección es la misma y proviene de la teoría general del laminado, la misma corrección se puede aplicar directamente para la combinación propuesta en este modelo de Leguillon.

Así, en todos los modelos analizados, la corrección para tener en cuenta las tensiones residuales térmicas se basa en añadir un término a la propia carga mecánica, reduciendo la resistencia predicha en base a este término. Puesto que en este problema es común expresar los resultados en función de las deformaciones, este término se expresa como una deformación residual térmica $\varepsilon^{\Delta T}$, ver [16] para más detalles sobre los desarrollos. Para un laminado cruzado $[0, 90]_s$, la deformación residual térmica se calcularía a partir de la siguiente expresión:

$$\varepsilon^{\Delta T} = -\alpha_2 \Delta T \left(\frac{E_{22}}{\tilde{E}_{22}} k^{(90), \Delta T} - k^{0, \Delta T} \right) \quad (1)$$

donde

$$k^{0, \Delta T} = \frac{k_1 \left(\frac{E_{22}}{E_{11}}, \nu_{12}, \frac{t_0}{t_{90}}, \frac{\alpha_1}{\alpha_2} \right) - k_2 \left(\frac{E_{22}}{E_{11}}, \nu_{12}, \frac{t_0}{t_{90}}, \frac{\alpha_1}{\alpha_2} \right)}{k_3 \left(\frac{E_{22}}{E_{11}}, \nu_{12}, \frac{t_0}{t_{90}}, \frac{\alpha_1}{\alpha_2} \right)}, \quad (2)$$

y

$$k_1 = \frac{t_0}{t_{90}} \frac{\alpha_1}{\alpha_2} + \frac{E_{22}}{E_{11}} \left(1 + \left(\frac{t_0}{t_{90}} \right)^2 \frac{\alpha_1}{\alpha_2} + \nu_{12} \frac{t_0}{t_{90}} \left(1 - \frac{\alpha_1}{\alpha_2} \right) \right), \quad (3a)$$

$$k_2 = \left(\frac{E_{22}}{E_{11}} \right)^2 \left(\frac{t_0}{t_{90}} \left(\nu_{12} \left(1 - \frac{\alpha_1}{\alpha_2} \right) - 1 \right) + \nu_{12}^2 \left(1 + \frac{t_0}{t_{90}} \right) \left(1 + \frac{t_0}{t_{90}} \frac{\alpha_1}{\alpha_2} \right) \right), \quad (3b)$$

$$k_3 = \frac{t_0}{t_{90}} + \frac{E_{22}}{E_{11}} \left(1 + \left(\frac{t_0}{t_{90}} \right)^2 \right) - \left(\frac{E_{22}}{E_{11}} \right)^2 \left(\nu_{12}^2 \left(1 + \frac{t_0}{t_{90}} \right)^2 - \frac{t_0}{t_{90}} \right). \quad (3c)$$

$$k^{(90), \Delta T} = \frac{1 - \frac{E_{22}}{E_{11}} \left(\frac{t_0}{t_{90}} \left(\nu_{12} \left(1 - \frac{\alpha_1}{\alpha_2} \right) - 1 \right) + \nu_{12}^2 \left(1 + \frac{t_0}{t_{90}} \frac{\alpha_1}{\alpha_2} \right) \right)}{\left(1 - \frac{E_{22}}{E_{11}} \nu_{12}^2 \right) \left(\frac{E_{22}}{E_{11}} \frac{t_0}{t_{90}} + 1 \right)}, \quad (4)$$

y:

$$\frac{E_{22}}{\tilde{E}_{22}} = \frac{1 - \nu_{12} \nu_{21}}{1 - \nu_{12} \nu_{21} \frac{1 + \frac{t_0}{t_{90}}}{1 + \frac{E_{22}}{E_{11}} \frac{t_0}{t_{90}}}}. \quad (5)$$

En estas expresiones, E_{11} , E_{22} corresponden a los módulos de Elasticidad en el plano de la lámina, en la dirección paralela y perpendicular a la fibra, respectivamente, mientras que ν_{12} corresponde al coeficiente de Poisson. Los coeficientes de dilatación térmica en la dirección de la fibra y perpendicular a la misma, siempre dentro del plano, se representan como α_1 y α_2 respectivamente. El incremento térmico se representa con ΔT . El espesor de las capas alineadas con la carga es t_0 y el semiespesor de la capa transversal es t_{90} .

La influencia de cada uno de los parámetros adimensionales de los que depende esta expresión (1) fueron calculados y discutidos en [16].

3. DISEÑO DE LOS EXPERIMENTOS DE VALIDACIÓN

El objetivo de la campaña experimental es evaluar de forma directa la influencia de las tensiones residuales en la resistencia aparente de la capa transversal de laminados cruzados. Como es habitual en este problema, esto se midió a partir de la deformación necesaria para que aparezca la primera grieta en estos laminados.

Los experimentos consistieron en el ensayo cuasiestático a tracción simple de una serie de probetas planas extraídas de laminados cruzados $[0, 90]_s$. Estas probetas tienen la geometría representada en la figura 1, con una longitud de 250 mm y un ancho de 25 mm. Se realizaron tres tipos de probetas con las siguientes secuencias de apilado: $[0_1, 90_1, 0_1]$, $[0_5, 90_5, 0_5]$, $[0_{10}, 90_{10}, 0_{10}]$. Nótese que la ratio entre espesores $t_0/t_{90} = 2$ es fijo para los tres tipos de probetas. Esto viene recomendado por el análisis dimensional para evitar un efecto de esta relación de espesores que añada una variación difícil de diferenciar de la variación bajo estudio. Aunque esto es una recomendación general, en este caso, tiene una traslación clara si se observa la expresión (1), donde se puede comprobar que esto lleva a una tendencia similar para todas las probetas.

Adicionalmente se fabricaron una serie de probetas unidireccionales para la medición de las propiedades termomecánicas de las láminas en las direcciones paralelas y perpendicular a la fibra, siempre dentro del plano de la lámina. Estas probetas se fabricaron utilizando prepregs de carbono/epoxi Hexcel AS4/8552. El procedimiento seguido para la fabricación fue corte y apilado en un ambiente controlado y con vacíos intermedios cada 5 capas. Tras el apilado, los laminados fueron curados en el autoclave en una bolsa de vacío y bajo el ciclo de curado recomendado por el fabricante, tanto en velocidades como en valores máximos de presión (9 atmósferas) y temperatura (180°C). Una vez curados, los laminados fueron saneados y se les adhirieron tacos de fibra de vidrio en los extremos con un adhesivo estructural. Finalmente, se cortaron las probetas utilizando un disco de diamante.

Una vez fabricadas las probetas se ensayaron en una máquina de tracción universal electromecánica, donde se sometieron a una tracción con una velocidad de desplazamiento de cruceta de 0,5 mm/min. Los ensayos se han realizado a tres temperaturas diferentes (-20°C , 24°C y 70°C) mediante el empleo de una cámara climática acoplable a la máquina. Durante todo el ensayo se ha monitorizado la temperatura de la probeta mediante un termopar, la fuerza mediante una célula de carga de 150 kN, el nivel de deformación mediante un extensómetro de 50 mm y la emisión acústica de la probeta mediante un micrófono de

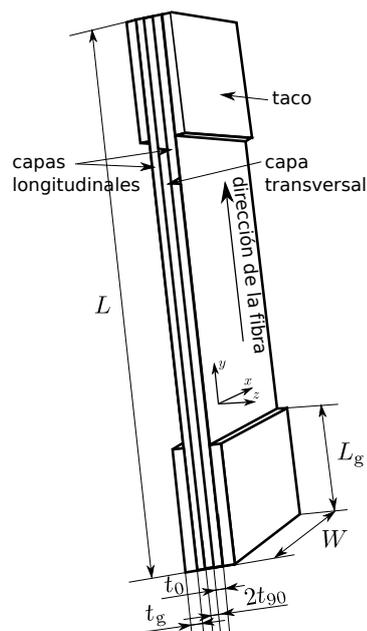


Figura 1: Geometría de la probeta ensayada.

contacto.

Las probetas dedicadas a la obtención de las propiedades elásticas y de resistencia se han ensayado en la misma máquina anterior a temperatura ambiente. En cuanto a las probetas para obtener los coeficientes de dilatación térmica, se les han adherido bandas extensométricas en dos direcciones y se ha medido la evolución de su deformación sin aplicación de carga a un incremento de temperatura controlado.

4. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Tras los ensayos, los resultados han sido procesados de forma que se extrae, para cada probeta, el valor de deformación que corresponde a la aparición de la primera grieta, de acuerdo al registro de emisión acústica. El patrón de agrietamiento observado es similar al encontrado en otros trabajos: En primer lugar aparecen algunas grietas muy aisladas en términos de deformaciones, pero a partir de un cierto nivel de deformación la aparición de grietas se puede considerar continua. Por ello, y de acuerdo a [4], en lo que sigue se detallarán dos valores de deformación crítica de aparición de la primera grieta:

- Valor de la deformación a la que aparece la primera grieta, aunque sea aislada. Este valor podría deberse a la presencia de defectos de fabricación u otros aspectos.
- Valor de la deformación a la que aparecen muchas grietas de forma casi simultánea. Este valor, aparentemente, sería más coherente con lo que pretenden detectar los modelos descritos anteriormente,

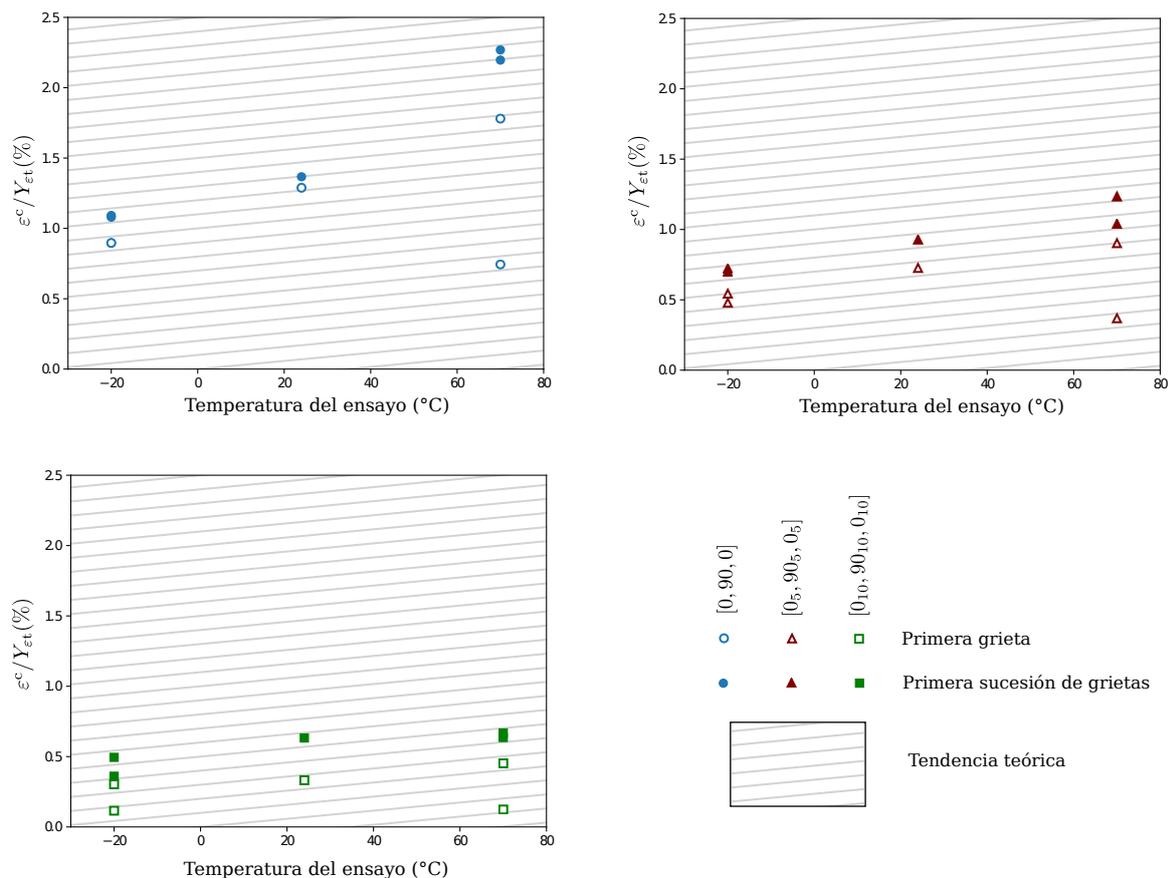


Figura 2: Deformación crítica a la que aparece la primera grieta transversal en función de la temperatura de ensayo.

con la posible excepción del método probabilístico. Sin embargo, para esta medición es necesario introducir un criterio subjetivo que afecta a los resultados. En este caso, se usará el criterio descrito en trabajos experimentales anteriores [4].

La figura 2 representa los resultados experimentales obtenidos en términos de estas dos deformaciones críticas en función de la temperatura ambiente. Como se puede observar, estas dos deformaciones críticas presentan valores muy diferentes para algunas probetas, lo cuál es un indicio de la posibilidad de que la existencia de defectos extraordinariamente grandes esté afectando a los resultados.

Para la validación de la corrección, se han comparado los resultados independientemente de los modelos teóricos. Así, sólo se ha evaluado que la tendencia con la temperatura corresponde a lo predicho por la corrección en (1). En concreto, de acuerdo a esta expresión, la dependencia debe ser lineal con la temperatura ambiente, con una pendiente m dada por:

$$m = \alpha_2 \left(\frac{E_{22}}{\bar{E}_{22}} k^{(90), \Delta T} - k^{0, \Delta T} \right) \quad (6)$$

En la figura 2 se han representado rectas correspondientes a la pendiente m , calculada a partir de las siguientes propiedades: $E_{11} = 123,54$ GPa, $E_{22} = 7,71$ GPa, $\nu_{12} = 0,3$, $\alpha_1 = -6 \cdot 10^{-6} \text{C}^{-1}$ y $\alpha_2 = 25 \cdot 10^{-6} \text{C}^{-1}$, que se han obtenido a partir de probetas de caracterización independientes.

Los resultados muestran una gran diferencia en la deformación crítica en función del espesor. En concreto, se muestra que la deformación crítica aumenta de forma considerable para espesores pequeños.

En cuanto a la influencia de la temperatura, en los tres tipos de laminados se muestra que un incremento de la temperatura (que corresponde con una relajación de las tensiones residuales térmicas) aumenta la deformación crítica, lo cuál concuerda cualitativamente en todos los casos con la teoría propuesta. Sin embargo, a nivel cuantitativo los resultados de la comparación entre los experimentos y la teoría son más dispares: para el espesor más pequeño $[0_1, 90_1, 0_1]$, la influencia de la temperatura parece mucho más acusada que la predicha por la teoría. Sin embargo, para estos espesores es posible que el evento de daño detectado por emisión acústica no correspondiera a grietas transversales, o no sólo. Dada la forma de fallo pa-

ra estos espesores y el uso de una cámara climática, no se pudo comprobar este hecho. Para el segundo nivel de espesor $[0_5, 90_5, 0_5]$, el resultado es mucho más coherente entre experimentos y teoría. Para los laminados con mayor espesor $[0_{10}, 90_{10}, 0_{10}]$, el acuerdo es moderadamente bueno.

5. CONCLUSIONES

Se ha llevado a cabo una campaña de ensayos para evaluar el efecto de las tensiones residuales térmicas debido al curado en la deformación crítica a la que aparece la primera grieta transversal en laminados cruzados. Los resultados experimentales muestran una tendencia clara a aumentar la deformación crítica al aumentar la temperatura, que tiene una moderadamente buena correlación con la corrección teórica propuesta. Sin embargo, la dispersión en los resultados es bastante amplia y el número de probetas demasiado bajo para poder discernir si la dispersión es inherente a los ensayos o propia de la baja muestra. Además, existen dudas sobre el tipo de fallo detectado en las probetas para menores espesores, donde la correlación cuantitativa no es buena. Así, es necesario extender esta campaña de ensayos con un número de probetas bastante superior para tener una validación experimental completa de la corrección propuesta.

AGRADECIMIENTOS

Se agradece la financiación al Ministerio de Ciencia e Innovación, a través de la Agencia Estatal de Investigación a partir del proyecto PID2020-117001GB-I00 AEI 10.13039/501100011033.

REFERENCIAS

- [1] K.W. Garrett and J.E. Bailey. Multiple transverse fracture in 90 cross-ply laminates of a glass fibre-reinforced polyester. *Journal of Materials Science*, 12(1):157–168, 1977.
- [2] A. Parvizi, K.W. Garrett, and J.E. Bailey. Constrained cracking in glass fibre-reinforced epoxy cross-ply laminates. *Journal of Materials Science*, 13(1):195–201, 1978.
- [3] T. Okabe, H. Sekine, J. Noda, M. Nishikawa, and N. Takeda. Characterization of tensile damage and strength in GFRP cross-ply laminates. *Materials Science and Engineering: A*, 383(2):381–389, 2004.
- [4] I.G. García, J. Justo, A. Simon, and V. Mantič. Experimental study of the size effect on transverse cracking in cross-ply laminates and comparison with the main theoretical models. *Mechanics of Materials*, 128:24 – 37, 2019.
- [5] Sangwook Sihm, Ran Y. Kim, Kazumasa Kawabe, and Stephen W. Tsai. Experimental studies of thin-ply laminated composites. *Composites, Science and Technology*, 67(6):996 – 1008, 2007.
- [6] Z. Hashin. Finite thermoelastic fracture criterion with application to laminate cracking analysis. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 44(7):1129–1145, 1996.
- [7] G. J. Dvorak and N. Laws. Analysis of first ply failure in composite laminates. *Engineering Fracture Mechanics*, 25(5-6):763–770, 1986.
- [8] G. J. Dvorak and N. Laws. Analysis of progressive matrix cracking in composite laminates - II. First ply failure. *Journal of Composite Materials*, 21(4):309–329, 1987.
- [9] A. Arteiro, G. Catalanotti, A.R. Melro, P. Linde, and P.P. Camanho. Micro-mechanical analysis of the in situ effect in polymer composite laminates. *Composite Structures*, 116(1):827 – 840, 2014.
- [10] T. Guillén-Hernández, A. Quintana-Corominas, I.G. García, J. Reinoso, M. Paggi, and A. Turón. In-situ strength effects in long fibre reinforced composites: A micro-mechanical analysis using the phase field approach of fracture. *Theoretical and Applied Fracture Mechanics*, 108, 2020.
- [11] D. S. Li and M. R. Wisnom. Evaluating Weibull parameters for transverse cracking in cross-ply laminates. *Journal of Composite Materials*, 31(9):935–951, 1997.
- [12] W. Weibull. The phenomenon of rupture in solids. *Ingeniors Vetankaps Akademien-Handlinger*, 153, 1939.
- [13] D. Leguillon. Strength or toughness? A criterion for crack onset at a notch. *European Journal of Mechanics and Solids*, 21(1):61–72, 2002.
- [14] I. G. García, V. Mantič, A. Blázquez, and F. París. Transverse crack onset and growth in cross-ply $[0/90]_s$ laminates under tension. Application of a coupled stress and energy criterion. *International Journal of Solids and Structures*, 51(23-24):3844–3856, 2014.
- [15] I. G. García, B. J. Carter, A. R. Ingraffea, and V. Mantič. A numerical study of transverse cracking in cross-ply laminates by 3D finite fracture mechanics. *Composites Part B: Engineering*, 95:475–487, 2016.
- [16] I. G. García, V. Mantič, and A. Blázquez. The effect of residual thermal stresses on transverse cracking in cross-ply laminates. An application of the Coupled Criterion of the Finite Fracture Mechanics. *International Journal of Fracture*, 211:61–74, 2018.
- [17] V. Mantič and I.G. García. Analysis of the ERR for a transverse crack in cross-ply laminates due to residual thermal stresses and its application in the coupled criterion. In *23rd European Conference on Fracture (ECF23)*, Funchal, Portugal, June 27 - July 1, 2022, 2022.

FRACTURA DE PANELES SANDWICH FABRICADOS MEDIANTE IMPRESION 3D INTEGRAL CON FIBRA CONTINUA DE CARBONO

Itxaro Sukia¹, Aritz Esnaola¹, Jon Aurrekoetxea¹, Borja Erice^{1,2,*}

¹ Mondragon Unibertsitatea, Department of Mechanics and Industrial Production, Loramendi 4, Arrasate-Mondragon 20500, Gipuzkoa, Spain

² IKERBASQUE, Basque Foundation for Science, Bilbao, Spain

* Persona de contacto: berice@mondragon.edu

RESUMEN

Los paneles sandwich son ampliamente utilizados en sectores industriales donde las propiedades mecánicas específicas son de suma importancia debido a su alto cociente peso-rigidez y capacidad de absorción de energía. En esta investigación se han usado núcleos con topologías inspiradas en la naturaleza como una alternativa avanzada a los núcleos convencionales para mejorar su rendimiento mecánico. En la actualidad, las estructuras sandwich compuestas por un núcleo y sus correspondientes pieles se fabrican típicamente mediante dos procesos diferentes y luego se unen con uniones adhesivas. Aquí proponemos un procedimiento de fabricación más eficiente mediante una estrategia de impresión 3D integral. Esta investigación analiza el comportamiento a perforación cuasi estática y de impacto a baja velocidad de diseños de sándwich con núcleos inspirados en la estructura trabecular del ala anterior del escarabajo. Después de analizar los resultados, se ha determinado que el material del núcleo es el responsable de la dependencia de la velocidad de aplicación de la carga observada en las curvas de fuerza-desplazamiento. A la vista de los resultados, se requieren modelos de elementos finitos más complejos que los empleados aquí para capturar todos los modos de fractura observados experimentalmente.

PALABRAS CLAVE: Fractura, materiales compuestos, impacto a baja velocidad, simulaciones de elementos finitos.

ABSTRACT

Sandwich panels are heavily used in industrial sectors where specific mechanical properties are of utmost importance due to their high weight-stiffness ratio and energy absorption capacity. Lightweight sandwich cores with bio-inspired topologies have been used as an advanced alternative to conventional bulk cores to improve performance. Nowadays, sandwich structures comprised of core and skins are typically manufactured with two different processes and are afterwards adhesively joined together. Here, with a less time-consuming and more efficient assembly procedure in mind, an integrally 3D-printing strategy is proposed. This investigation analyses the low-velocity impact and quasi-static perforation performance of sandwich core designs inspired by the beetle's forewing trabecular structure. It was found that the core material was responsible of the rate dependence observed in the force-displacement curves. More complex finite element models than those employed here are necessary to capture all the fracture modes observed experimentally.

KEYWORDS: Fracture, composite material, low-velocity impact, finite element simulations

1. INTRODUCCIÓN

Los paneles sandwich reforzados con fibras se usan extensivamente para aligerar estructuras, sin sacrificar propiedades mecánicas en diferentes sectores industriales como el aeronáutico, el ferroviario, marino o en la automoción [1]. Estas estructuras están típicamente expuestas a diferentes escenarios de carga, para los cuales el rendimiento de los paneles sandwich depende en gran medida de su diseño de núcleo, del grosor, de la orientación de las fibras y de su material. Cuando se

someten a cargas de impacto, estos paneles se dañan principalmente debido a la compresión y cizallamiento del núcleo, delaminación entre el núcleo y la piel, y la fractura de esta última [2]. Para evaluar su rendimiento se suelen utilizar ensayos de perforación, ya sean cuasi estáticos o dinámicos. Ha y Lu [3] compararon diferentes estructuras que se encuentran en la naturaleza y concluyeron que la configuración trabecular, presente en el ala del escarabajo, podría ser una excelente candidata para construir o diseñar estructuras para la absorción de energía. La literatura confirma dichas mejoras utilizando

diseños de núcleo trabecular en comparación con núcleos hexagonales de panal de abeja [4,5] en el caso de cargas compresivas cuasi estáticas. También bajo cargas de flexión, las trabéculas son capaces de promover un modo de colapso que favorece una absorción de energía más eficiente que las estructuras clásicas en panal de abeja [6]. El objetivo del presente trabajo es analizar el efecto de la velocidad de deformación en la absorción de energía y los modos de daño de los paneles sandwich trabeculares

2. MATERIALES Y MÉTODOS

2.1. Descripción del material

Los paneles fueron fabricados utilizando una impresora 3D MarkTwo equipada con dos filamentos compuestos de poliamida (PA6) disponibles comercialmente. El núcleo del sandwich se imprimió con Onyx, un filamento de PA6 reforzado con microfibras de carbono, mientras que las láminas exteriores se fabricaron con un filamento PA6/3T amorfo reforzado con fibras de carbono continuas. El contenido de fibra de carbono en los filamentos de PA6 y PA6/3T era del 16% y 36% en peso, respectivamente [7]. Se utilizaron los parámetros de proceso predeterminados proporcionados por el fabricante para cada material. Dado que ambos filamentos estaban basados en poliamida, todas las muestras fueron sometidas a un proceso de acondicionamiento en una cámara climática durante cuatro días a 23 °C y una humedad relativa del 50% antes de ser ensayadas. Las estructuras sandwich tienen un espesor de 13 mm y un diámetro de 100 mm. El diseño del núcleo, de 10 mm de espesor, se inspiró en la estructura trabecular que se puede encontrar en el ala anterior de un escarabajo [11-14]. En este diseño, la estructura tiene un espesor de 0.7 mm, los pilares cilíndricos tienen una relación de diámetro a longitud lateral de $D/L=0.5$ y la separación entre ellos es de 3 mm (ver Figura 1a). Las láminas de las pieles exteriores de 1.5 mm tienen 12 capas de material compuesto unidireccional reforzado con fibras de carbono de 0.125

mm de grosor cada una en una configuración $[+45/-45]_{3s}$. Además, cada lámina exterior incluye dos capas de Onyx en contacto con el núcleo de 0.25 mm de espesor.

2.2. Métodos experimentales

Se realizaron ensayos de penetración en los paneles sandwich y en las láminas por separado, tanto en condiciones cuasi estáticas como de impacto a baja velocidad. El utillaje experimental, fabricado en acero de herramienta, y representada en la Figura 1b, consta de un penetrador hemisférico de 20 mm de diámetro y un cilindro hueco con diámetros exteriores e interiores de 100 mm y 70 mm respectivamente. Las muestras se aseguraron al cilindro con un anillo circular utilizando cuatro tornillos con un par de apriete de 100 Nm.

Los ensayos cuasi estáticos se llevaron a cabo en una máquina de ensayos universales Hoytom HM-D equipada con una célula de carga de 100 kN en control de desplazamiento con una velocidad de cabezal de 1 mm/min. La historia de desplazamiento del penetrador se obtuvo mediante el procesamiento por correlación digital de las imágenes tomadas con una cámara digital de 5Mpx a 0.5 Hz utilizando el software GOM Correlate. El cabezal se desplazó hasta lograr la perforación completa de las muestras.

Los experimentos de impacto a baja velocidad se llevaron a cabo en una torre de caída instrumentada Fractovis-Plus Ceast, que cuenta con un sistema antirrebote para evitar múltiples colisiones. El impactor está equipado con un sensor de carga piezoeléctrico de 20 kN, que registra las historias de fuerza durante el impacto. Las historias de desplazamiento y energía se calcularon integrando esta fuerza basándose en la segunda ley de Newton. Las pruebas se configuraron de manera que la muestra fuera impactada con una energía de 150 J (15 kg desde una altura de 1 m), lo que fue suficiente para lograr la perforación total.

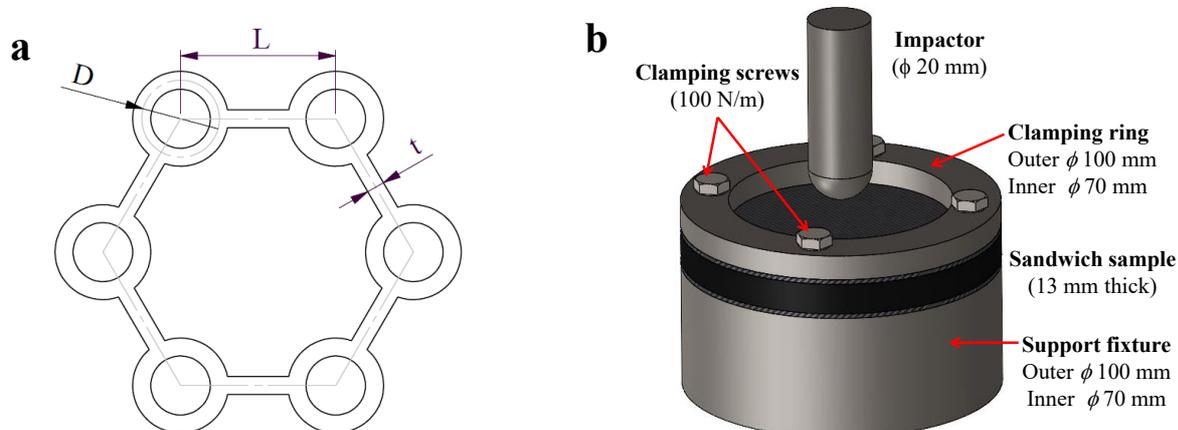


Figure 1. (a) Celda unitaria del núcleo trabecular. (b) Utillaje experimental usado en los ensayos cuasi estáticos y de impacto de baja velocidad.

2.3. Modelos de elementos finitos

Los modelos de elementos finitos de los paneles sandwich fueron discretizados utilizando elementos de un solo punto de integración C3D8R con de integración reducida y control de hourglass disponible por defecto en ABAQUS/Explicit. Los tamaños de elemento variaron de 0.2 a 1 mm en todo el modelo dependiendo del nivel de detalle de discretización requerido por la geometría. Las

láminas se unieron mecánicamente al núcleo del sandwich utilizando una restricción de atadura (tied contact). Cada capa de las láminas se modelizó con un material elástico ortotropo [8] que puede fracturarse a tracción o compresión en dirección de las fibras, mientras que la fractura de la matriz puede ocurrir mediante el fallo entre fibras de Puck (ver Figura 2). Las exposiciones de cada uno de los modos de fallo son:

Tracción de las fibras:

$$f_{FT} = \frac{\sigma_{11}}{X_T} = 1 \tag{1}$$

Compresión en dirección de las fibras:

$$f_{FC} = \frac{\sigma_{11}}{X_C} = 1 \tag{2}$$

Criterio de fractura de Puck (matriz):

$$f_{IFF} = \begin{cases} \sqrt{(1-p_t)^2 \left(\frac{\sigma_{mm}}{Y_T}\right)^2 + \left(\frac{\sigma_{n1}}{R_{n1}}\right)^2 + \left(\frac{\sigma_{nt}}{R_{nt}}\right)^2} + p_t \frac{\sigma_{mm}}{Y_T} = 1 & \text{if } \sigma_{mm} \geq 0 \\ \sqrt{\left(p_c \frac{\sigma_{mm}}{Y_C}\right)^2 + \left(\frac{\sigma_{n1}}{R_{n1}}\right)^2 + \left(\frac{\sigma_{nt}}{R_{nt}}\right)^2} + p_c \frac{\sigma_{mm}}{Y_C} = 1 & \text{if } \sigma_{mm} < 0 \end{cases} \tag{3}$$

donde p_t y p_c son los parámetros internos de fricción [9], $R_{n1} = S_{12}$ y $R_{nt} = Y_c \cos^2[\theta_f^0]$ son las resistencias de cortante en el plano y fuera del plano [10] y $\theta_f^0 = 52^\circ$ es el ángulo del plano de fractura para cargas uniaxiales transversales. La transformación del vector de tensiones al plano de fractura de Puck, $\mathbf{t} = \mathbf{R}[\theta_f] \cdot \boldsymbol{\sigma}$, se establece de la siguiente manera:

$$\begin{Bmatrix} \sigma_{mm} \\ \sigma_{n1} \\ \sigma_{nt} \end{Bmatrix} = \begin{bmatrix} 0 & c^2 & s^2 & 0 & 2cs & 0 \\ 0 & 0 & 0 & c & 0 & s \\ 0 & -cs & cs & 0 & c^2-s^2 & 0 \end{bmatrix} \begin{Bmatrix} \sigma_{11} \\ \sigma_{22} \\ \sigma_{33} \\ \tau_{12} \\ \tau_{23} \\ \tau_{13} \end{Bmatrix}, \tag{4}$$

para $s = \sin[\theta_{fp}]$ y $c = \cos[\theta_{fp}]$

El escenario posterior a la iniciación de la fractura se trata en el marco estándar de mecánica de daño del continuo como en [11], donde el parámetro de daño se calcula como:

$$d_i = \varepsilon_i^f \frac{\varepsilon - \varepsilon_i^f}{\varepsilon(\varepsilon_i^f - \varepsilon_i^o)} \quad \text{para } i = \{FT, FC, IFF\} \tag{5}$$

Las deformaciones correspondientes se indican en la figura 2b. El tensor dañado $\tilde{\boldsymbol{\sigma}}$ se calcula aplicando la

inversa de la transformación $\tilde{\boldsymbol{\sigma}} = \mathbf{R}^{-1} \cdot (1 - d_{IFF}) \mathbf{t}$ y aplicando las siguientes restricciones sobre el mismo:

$$\tilde{\sigma}_{11} = (1 - d_{FT})(1 - d_{FC})\sigma_{11} \tag{6}$$

$$\tilde{\sigma}_{12,13} := \min[\tilde{\sigma}_{12,13}, (1 - d_{FT})(1 - d_{FC})\sigma_{12,13}] \tag{7}$$

Las constantes del material y la caracterización mecánica recogidas en [8], incluyen las tasas de liberación de energía para los modos I y II del modo de fallo de la matriz, $G_{Ic}^{diff} = 2 \text{ J/mm}$ y $G_{IIc}^{diff} = 1.59 \text{ J/mm}$. Las tasas de liberación de energía para los modos de fibra, obtenidas experimentalmente y recogidas en [12], se asumen iguales y son $G_c^f = G_c^{fc} = 235 \text{ J/mm}$. El Onyx se modeló con plasticidad J2 clásica y un endurecimiento isotrópico que combina una ley de endurecimiento tipo Voce y un término que incluye la influencia de la velocidad de deformación,

$$\bar{\sigma} = \left\{ \sigma_0 + \sum_i^2 Q_i (1 - \exp[-C_i p]) \right\} \left\{ 1 + C \ln \left[\frac{\dot{p}}{\dot{p}_0} \right] \right\} \tag{8}$$

donde p es la deformación plástica equivalente y $\sigma_0, Q_1, C_1, Q_2, C_2$ son constantes de material. El criterio de Cockcroft-Latham,

$$D = \frac{1}{W_{cr}} \int_0^{p_f} \langle \sigma_t \rangle dp \tag{9}$$

que contiene una única constante W_{cr} y depende solo de la parte positiva de la tensión principal máxima σ_1 , se empleó para simular el comportamiento de fractura del Onyx. Tanto la respuesta mecánica como la fractura se calibraron a partir de los datos de tensión-deformación en [8] y [12]. Se asumió que el resto de los componentes del

dispositivo de sujeción eran materiales elásticos isotrópicos. Se utilizó el algoritmo de contacto general disponible en ABAQUS/Explicit para simular la interacción entre todas las partes y se eligió un coeficiente de fricción de 0.3 por simplicidad.

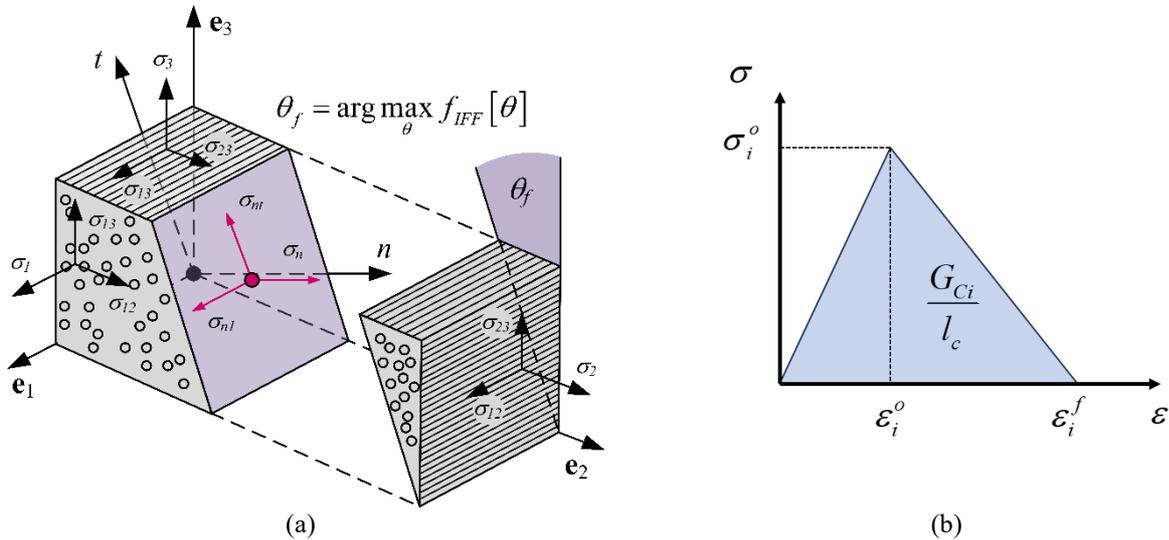


Figure 2. (a) Ilustración del criterio de Puck. (b) Comportamiento post iniciación en el marco de la mecánica continua del daño.

3. RESULTADOS

Las curvas de fuerza-desplazamiento de los experimentos cuasi estáticos e impacto de las láminas, mostradas en la Figura 3a, indicaron que el material PA6/3T en esta configuración en particular no dependía de la velocidad de deformación, al menos para las tasas de aplicación de carga estudiadas. Por lo tanto, la dependencia de la velocidad solo se incluyó en el modelo de material del Onyx como se ha descrito anteriormente.

Las curvas de carga-desplazamiento cuasi estáticas e de impacto de los paneles sandwich (ver Figura 3b), tuvieron la misma tendencia, es decir, un rápido aumento en la fuerza hasta que la lámina superior se fracturó, un pequeño plateau debido a la compresión del núcleo y una disminución progresiva de la carga hasta que los paneles fueron completamente perforados. En el caso de la perforación cuasi estática, la rigidez de la primera pendiente fue menor en comparación con la curva de impacto, pero el valor pico de fuerza fue casi idéntico en ambos casos. Las primeras simulaciones de elementos finitos predijeron correctamente la primera pendiente ascendente, sin embargo, el valor pico de fuerza solo coincidió adecuadamente para las pruebas de impacto (ver Figura 3c). Las diferencias adicionales en las curvas de fuerza-desplazamiento se debieron al colapso temprano del material del núcleo en comparación con los experimentos. La principal diferencia entre experimentos

y simulaciones se observó en el último tercio de la curva fuerza-desplazamiento. Esta última aumentó sustancialmente debido a la resistencia residual de la lámina inferior, que no se deformó lo suficiente en la etapa de compresión del núcleo debido a su colapso temprano. Así, la lámina mantuvo parte de su resistencia hasta que el penetrador entró en contacto con ella, estirándola hasta que finalmente se produjo la fractura. Este efecto no se observó en las curvas experimentales, probablemente porque el núcleo y la lámina inferior se deforman y fallan juntos de manera progresiva.

4. CONCLUSIONES

Se han realizado ensayos de penetración cuasi estáticos y de impacto a baja velocidad en paneles sandwich con núcleo trabecular impreso integralmente en 3D. A partir de la evidencia experimental, es razonable asumir que el material de la lámina exterior no depende de la velocidad de deformación. Las rigideces iniciales de los paneles fueron correctamente recreadas por las simulaciones numéricas. Al contrario de lo observado en los experimentos, las simulaciones de los paneles sandwich predijeron un colapso temprano de los núcleos, lo que permitió que la lámina inferior mantuviera su resistencia casi intacta hasta que entró en contacto con el penetrador.

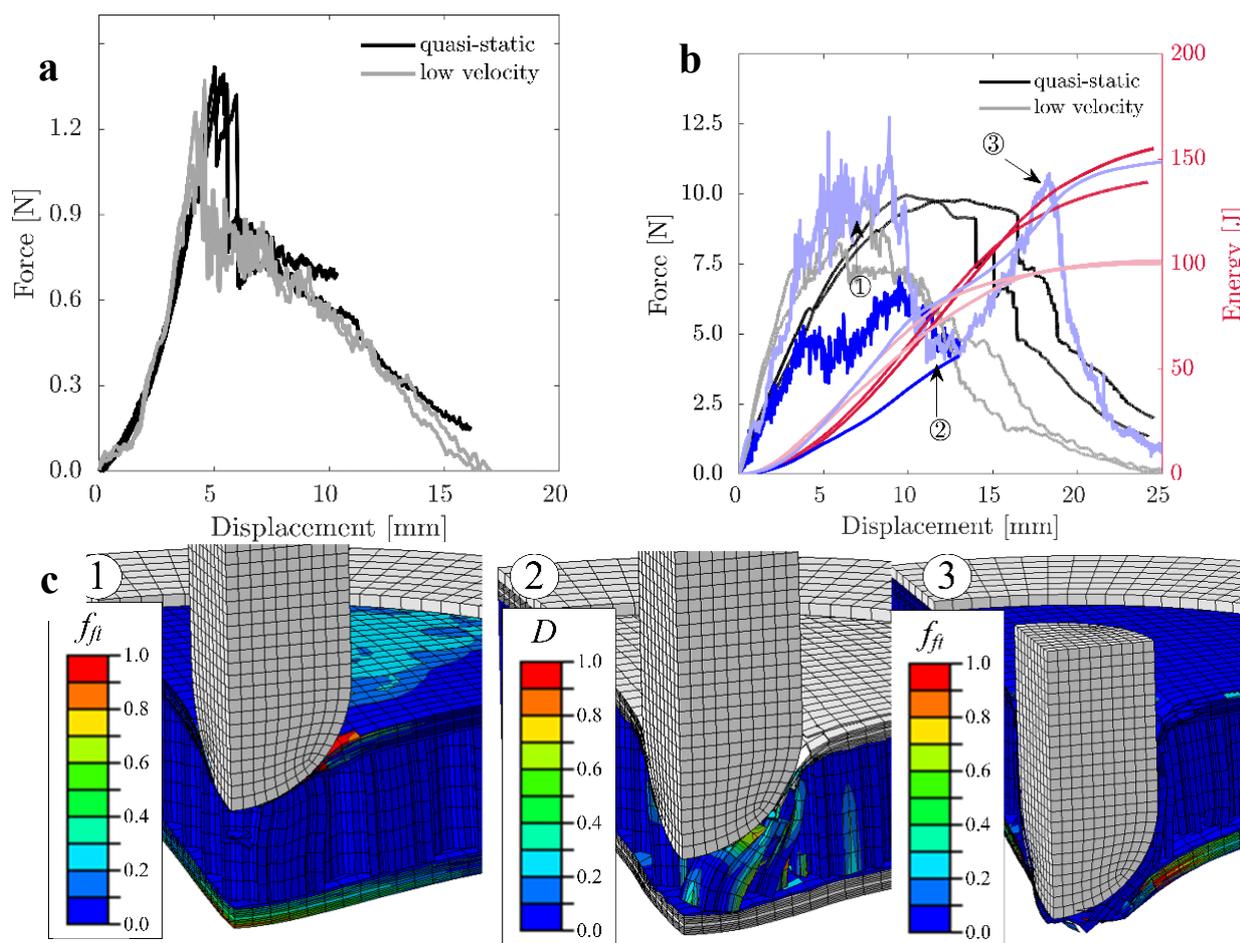


Figure 3. Quasi-static and low velocity impact force-displacement curves for the skins (a) and the sandwich panels (b). Impact finite element simulation contours of the fibre tension exposure and the Cockcroft-Latham damage indicator (c).

AGRADECIMIENTOS

El autor Borja Erice agradece el apoyo de la ayuda RYC2021-033241-I financiada por MCIN/AEI/10.13039/501100011033 y por los fondos “European Union NextGenerationEU/PRTR”. Los autores también quieren agradecer la ayuda del Departamento de Educación del Gobierno Vasco a través de las ayudas IT1622-22 and IT1613-22.

REFERENCIAS

References

- [1] Birman V, Kardomateas GA. Review of current trends in research and applications of sandwich structures. *Compos B Eng* 2018;142:221–40.
- [2] Samlal S, Santhanakrishnan R. Low-Velocity Impact Behavior of Foam Core Sandwich Panels with Inter-Ply and Intra-Ply Carbon/Kevlar/Epoxy Hybrid Face Sheets. *Polymers (Basel)* 2022;14:1060.
- [3] Ha NS, Lu G. A review of recent research on bio-inspired structures and materials for energy absorption applications. *Compos B Eng* 2020;181:107496.
- [4] Chen J, Zhang X, Okabe Y, Saito K, Guo Z, Pan L. The deformation mode and strengthening mechanism of

compression in the beetle elytron plate. *Mater Des* 2017;131:481–6.

- [5] Zhang X, Xie J, Chen J, Okabe Y, Pan L, Xu M. The beetle elytron plate: a lightweight, high-strength and buffering functional-structural bionic material. *Sci Rep* 2017;7.

- [6] Xu M, Pan L, Chen J, Zhang X, Yu X. The flexural properties of end-trabecular beetle elytron plates and their flexural failure mechanism. *J Mater Sci* 2019;54:8414–25.

- [7] Pascual-González C, Iragi M, Fernández A, Fernández-Blázquez JP, Aretxabaleta L, Lopes CS. An approach to analyse the factors behind the micromechanical response of 3D-printed composites. *Compos B Eng* 2020;186:107820.

- [8] Iragi M, Pascual-González C, Esnaola A, Lopes CS, Aretxabaleta L. Ply and interlaminar behaviours of 3D printed continuous carbon fibre-reinforced thermoplastic laminates; effects of processing conditions and microstructure. *Addit Manuf* 2019;30:100884.

- [9] Puck A, Kopp J, Knops M. Guidelines for the determination of the parameters in Puck’s action plane strength criterion. *Compos Sci Technol* 2002;62:371–8.

- [10] Wiegand J, Petrinic N, Elliott B. An algorithm for determination of the fracture angle for the three-

dimensional Puck matrix failure criterion for UD composites. *Compos Sci Technol* 2008;68:2511–7.

[11] Rezasefat M, Gonzalez-Jimenez A, Giglio M, Manes A. An evaluation of Cuntze and Puck inter fibre failure criteria in simulation of thin CFRP plates subjected to low velocity impact. *Compos Struct* 2021;278:114654.

[12] Mohsin MAA, Iannucci L, Greenhalgh ES. On the Dynamic Tensile Behaviour of Thermoplastic Composite Carbon/Polyamide 6.6 Using Split Hopkinson Pressure Bar. *Materials* 2021, Vol 14, Page 1653 2021;14:1653.

¿POR QUÉ LAS GRIETAS SE EVITAN ENTRE SÍ? – SIGUIENDO LOS PASOS DE SOLVEIG MELIN

Diego Infante-García*, Antonio Ramón Quiñonero-Moya, José Enrique Tarancón, Eugenio Giner

Instituto Universitario de Ingeniería Mecánica y Biomecánica - I2MB, Departamento de Ingeniería Mecánica y de Materiales, Universitat Politècnica de València, Camino de Vera, 46022 Valencia, España

*Persona de contacto: dieingar@upv.es

RESUMEN

Este trabajo describe una serie de ensayos de tracción uniaxiales en probetas de polimetilmetacrilato (PMMA) con dos pre-grietas laterales colineales. El trabajo está basado en el artículo original de S. Melin "Why do cracks avoid each other?" *International Journal of Fracture* 23 (1983): 37-45. El objetivo principal es reproducir los ensayos realizados por S. Melin para demostrar el fenómeno de repulsión de dos grietas cuando se enfrentan "punta-a-punta". Además, se han obtenido algunos resultados numéricos preliminares del problema mediante utilizando diferentes métodos basados en la mecánica de la fractura elástico lineal como el método extendido de los elementos finitos y el enfoque variacional de Phase-Field para comprobar su validez a la hora de simular fenómenos tan complejos como son el de coalescencia de grietas.

PALABRAS CLAVE: Coalescencia, grietas, Phase-Field, PMMA.

ABSTRACT

This work describes a series of uniaxial tensile tests on polymethyl methacrylate (PMMA) specimens with two co-linear pre-existing lateral cracks. The study is based on S. Melin's original article "Why do cracks avoid each other?" *International Journal of Fracture* 23 (1983): 37-45. The main objective is to replicate the experiments conducted by S. Melin to demonstrate the phenomenon of crack coalescence when two cracks meet "tip-to-tip". Additionally, some preliminary numerical results of the problem have been obtained using different methods based on the linear elastic fracture mechanics such as the extended finite element method and the Phase-Field fracture model to verify its validity in simulating complex phenomena such as crack coalescence.

KEYWORDS: Coalescence, Phase-Field, PMMA.

1. INTRODUCCIÓN

Para el desarrollo de estructuras más seguras es de crucial importancia una mayor comprensión de los mecanismos de fractura. En general, el fallo de una estructura es consecuencia del crecimiento de un defecto o grieta. Sin embargo, este fallo también puede ser debido al crecimiento de múltiples grietas. La interacción entre extremos de grieta tiene efectos importantes como son la amplificación o disminución de los campos de tensiones (efecto de sombra o *shielding*) o en la orientación de propagación de las grietas. Además, puede ocurrir el fenómeno de la coalescencia cuando dos o más grietas se unen. Esta unión de dos grietas se puede clasificar de forma general en dos tipos: unión punta-a-punta de grieta o punta-a-cara de grieta. De forma preferente, las grietas tienden a unirse de punta-a-cara de grieta, presentando un comportamiento que va en contra de la intuición: las grietas enfrentadas punta-a-punta se repelen entre sí. Existen multitud de evidencias sobre este fenómeno a diferentes escalas como por ejemplo en la microestructura del granito en observaciones realizadas mediante microscopio electrónico [1] o en las cortezas

planetarias y placas tectónicas [2]. Esta evasión entre puntas de grieta en la coalescencia también se puede observar en los patrones jerárquicos que aparecen en el agrietamiento por disecación [3].

Desde un punto de vista experimental, el problema más sencillo que se puede ensayar en un laboratorio para evidenciar el fenómeno es la carga uniaxial monotónica de tracción de una probeta con dos grietas colineales enfrentadas entre sí y perpendiculares a la dirección de aplicación de la carga [4]. En otros casos, se utiliza la configuración denominada *en passant* cuando, al igual que en el caso anterior, se encuentran dos grietas enfrentadas paralelas pero desfasadas, es decir no coplanares [1].

Utilizando como base teórica la mecánica de la fractura elástico lineal (MFEL), Solveig Melin –a quien de alguna manera reconocemos por sus pioneros estudios en este campo– demostró analíticamente que el crecimiento punta-a-punta en el problema clásico de infinitas grietas colineales es inestable [5]. En otras palabras, las grietas tienden a bifurcarse de su trayectoria inicial frente a una

mínima perturbación en la orientación durante su crecimiento. Esta perturbación puede ser debida a cualquier heterogeneidad o defecto del material, que elimine la simetría del problema y dé lugar a la aparición de un modo mixto [6]. Este modo mixto genera inicialmente una repulsión en el crecimiento de las puntas de grieta, es decir, las grietas una vez desviadas no tienden a la trayectoria colineal. Una vez las grietas se sobrepasan se genera el fenómeno contrario, las puntas de grietas se atraen hasta confluir punta-a-cara [7,8]. Finalmente, dejando una forma característica universal de gancho o lágrima antisimétrica [9].

Todos los análisis anteriores tienen como hipótesis de partida que la zona del proceso de fractura es relativamente pequeña y que el comportamiento del material se puede asumir como frágil. Además, se supone que el crecimiento de grieta obedece el criterio de simetría local [10] donde la grieta se orienta para crecer en la dirección donde el modo II sea cero. En otros trabajos, se mostró que cuando estas hipótesis no se cumplen la predicción de las trayectorias de las grietas es mucho más compleja [11].

En este trabajo, se ha realizado un análisis experimental y numérico del problema de dos pre-grietas laterales colineales o paralelas. Los experimentos se han realizado en probetas de PMMA con una prensa de tracción universal aplicando una carga monótonica de tracción. Por otro lado, el análisis numérico se ha realizado utilizando el método extendido de los elementos finitos (XFEM, por sus siglas en inglés) en combinación con una estrategia secuencial clásica de simulación de propagación de grietas basada en la extracción de los factores de intensidad de tensiones (FITs) y la aplicación del criterio de simetría local. Además, los resultados predichos se han comparado el enfoque variacional de fractura de Phase-Field (PF).

2. MATERIALES Y MÉTODOS

2.1. Metodología experimental

Para estudiar el fenómeno de coalescencia se han utilizado dos geometrías que enfrentan grietas colineales. Ambas configuraciones realizadas en probetas con forma de hueso ensayadas a tracción. Por un lado, se han mecanizado dos entallas en forma de V con un ángulo de entalla de 90° y una profundidad de 5 mm en cada lado de la probeta, enfrentadas entre sí o con un cierto desfase. Por otro lado, se han generado dos pre-grietas naturales colineales en otras probetas. Se han probado diferentes métodos para generar las pre-grietas: utilizando un disco de corte, presionando o deslizando una cuchilla. En general, con un disco de corte es difícil conseguir una grieta natural debido al radio de punta de la herramienta de corte. Deslizar la cuchilla como propone de Souza et al. [12] es el método más efectivo, aunque las longitudes

de las pre-grietas son muy reducidas. Sin embargo, presionando la cuchilla y debido a la relativa fragilidad del material es posible generar una pre-grieta como se puede observar en la figura 1. Nótese que es posible ver la indentación inicial de la cuchilla. No obstante, cuando se excede un cierto valor de fuerza, la presión de la cuchilla sobre las superficies de la entalla indentada provoca el crecimiento de una pre-grieta sobre el material. Finalmente, se ha seleccionado el método de aplicar presión con las cuchillas a pesar de que es difícil controlar el tamaño de pre-grieta generado.

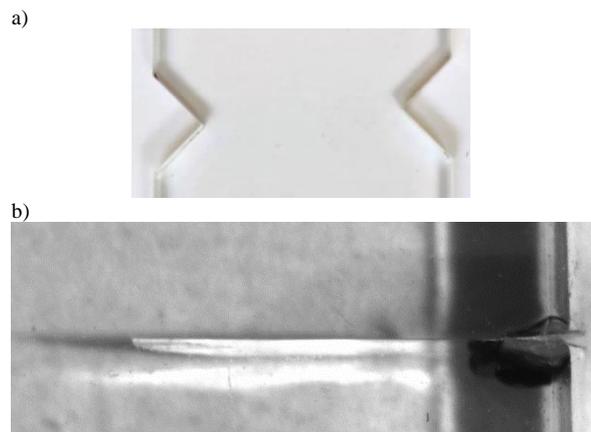


Figura 1. a) Probeta con doble entalla en V b) Pre grieta generada mediante la indentación con cuchilla.

Los ensayos se han realizado en control de desplazamientos a una velocidad de 1 mm/min en una prensa electromecánica universal MTS Criterion con una célula de carga de 5 kN. El material de las probetas es PMMA con un espesor de 4 mm. Las dimensiones de la probeta se muestran en la figura 2. El ensayo se ha grabado utilizando una cámara de alta velocidad Photron Fastam Mini UX100. La cámara se posicionó de forma perpendicular a la probeta con una tasa de adquisición por segundo de entre 60000 y 80000 fps.

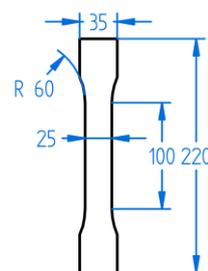


Figura 2. Plano acotado con las dimensiones en mm de las probetas utilizadas.

2.2. Metodología numérica

La metodología numérica de propagación multigrieta se ha abordado utilizando dos métodos diferentes. Por una parte, se ha utilizado el método extendido de los elementos finitos (XFEM) para modelar la discontinuidad geométrica y la singularidad de las puntas de grieta [13]. El XFEM se implementa en una estrategia de simulación de la propagación basada en sucesivas simulaciones donde se va aumentando la longitud de la grieta en incrementos Δa . En cada simulación, se extraen los FITs en modo I K_I y modo II K_{II} mediante la integral de interacción para los extremos de ambas grietas del modelo XFEM. A continuación, se aplica el criterio de simetría local [10] y ambas grietas se extienden simultáneamente un Δa como se comentaba anteriormente.

Por otro lado, se ha utilizado el modelo de fractura PF [14]. Este método consiste en la aplicación del cálculo variacional al problema de fractura, retomando las ideas originales de A.A. Griffith. Además, define una variable auxiliar ϕ continua en el sólido que varía entre 0 y 1 (material intacto y material fracturado, respectivamente) que permite introducir la discontinuidad de un modo difuso. Por otro lado, se define una longitud característica o longitud regularizadora del problema l_0 que gobierna, entre otros parámetros, el ancho de la zona de transición entre material intacto y fracturado. En este trabajo, se ha utilizado la implementación en Abaqus realizada por Navidtehrani et al. [15]. Se ha utilizado la función geométrica AT1 con el método de resolución alternativo y con un incremento de desplazamiento Δu de 10^{-5} mm.

Ambas metodologías han sido aplicadas en condiciones de deformación plana con una anchura w de 25 mm, una longitud l de 50 mm y un a_0 de 5 mm. Por último, diferentes valores de desfase entre las grietas d fueron evaluados para analizar su influencia. Se utilizó para ambos modelos una malla estructurada con un tamaño de elemento igual a $l_0/2$ para PF y $\Delta a/5$ para XFEM. Se ha considerado un módulo de elasticidad de 3 GPa y un coeficiente de Poisson de 0.38. La tenacidad a la fractura se ha estimado en $1 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{0.5}$.

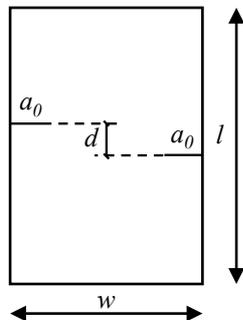


Figura 3. Esquema de la geometría del modelo numérico.

3. RESULTADOS

3.1. Resultados experimentales

La figura 4 muestra los fotogramas obtenidos con la cámara de alta velocidad para las probetas con entallas en V alineadas (a) y con un desfase de 3 mm (b). Además, se muestra otro de los ensayos con doble pre-grieta generada con las cuchillas (c). En este último ensayo las pre grietas tenían un tamaño de 4.4 y 6 mm. En general, las trayectorias de grieta y la evolución seguida fueron similares para todas las probetas ensayadas. Como se puede observar, una grieta crece desde uno de los lados a una velocidad de aproximadamente 240 m/s. Se observa como cuando se acerca al otro borde, se inicia o propaga una grieta secundaria en el extremo opuesto. En esos breves instantes, las grietas tienden a evitarse para girar drásticamente una vez que se superan y coalescer punta-a-cara con la otra grieta. En la totalidad de los ensayos que se realizaron se observó este comportamiento, creándose un pequeño trozo con forma de doble gancho o lágrima antisimétrica.

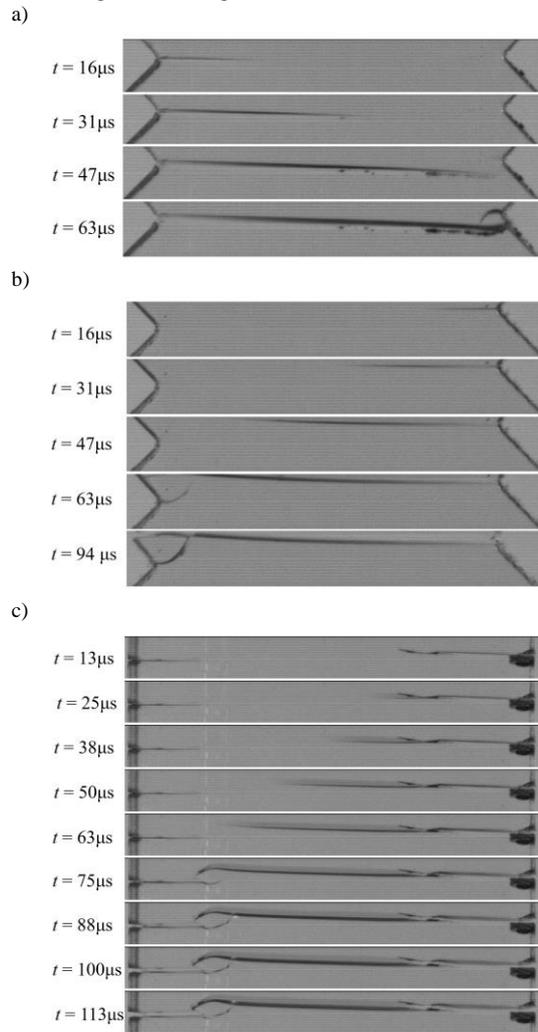


Figura 4. Fotogramas obtenidos con la cámara de alta velocidad durante la fractura de las probetas con entalla en V alineadas (a) y con desfase (b) y las probetas con dos pre-grietas.

3.2. Resultados numéricos

Las trayectorias de grietas predichas mediante XFEM y PF utilizando la configuración descrita en la figura 3 para un d/a_0 igual a 0.2 y 1 se muestran en la figura 5. En el modelo de PF se utilizó un $l_0/d < 0.05$. Como se puede observar, ambos métodos son capaces de predecir la trayectoria de las grietas, aunque con algunas diferencias.

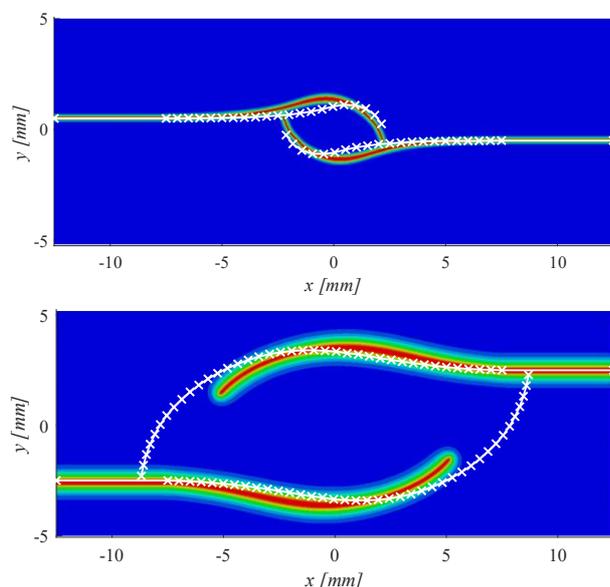


Figura 5. Mapa de color con los resultados de PF superpuestos con las trayectorias de grietas predichas con XFEM (cruces blancas) para el problema de dos grietas enfrentadas con un d/a_0 de 0.2 (arriba) y 1 (abajo).

En la figura 6, se muestra la predicción de PF para el caso de un d/a_0 igual a 0.2 pero con un l_0/d mayor. En ese caso, el método predice una coalescencia punta-a-punta.

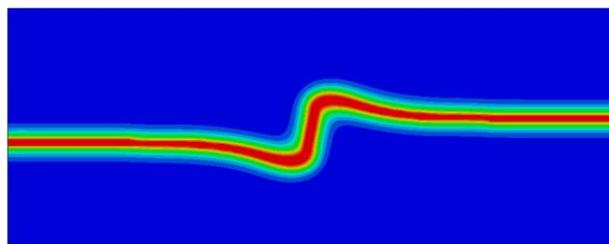


Figura 6. Mapa de color con los resultados de PF para el problema de dos grietas enfrentadas con un d/a_0 igual a 0.2 y de una l_0/d igual a 0.2.

4. DISCUSIÓN

Respecto a los resultados experimentales, se ha comprobado cómo el fenómeno de coalescencia punta-a-punta no es favorable. En general, no ha sido posible obtener una propagación estable de las dos grietas o de dos grietas que crezcan de las entallas en V. En todos los casos, siempre ha existido una grieta dominante causante de que el fenómeno ocurriera en un lado, dificultando su modelado.

En referencia a los resultados numéricos, se ha comprobado que utilizando como criterio de orientación de grietas el de simetría local o desde un enfoque variacional como es el modelo de PF, ambos modelos basados en la mecánica de la fractura elástico lineal es posible predecir este comportamiento *a priori* poco intuitivo. Sin embargo, es importante entender el papel que tiene la longitud característica en el modelo de PF, ya que cuando su tamaño relativo a la distancia entre grietas no es suficientemente pequeño, las grietas predichas se unen punta-a-punta creciendo en un modo II debido al gran campo de tensiones tangenciales que se concentra en esa zona. Las diferencias encontradas entre el modelo de XFEM y PF en las propagaciones son pequeñas, aunque pueden apreciarse a simple vista y necesitarían un estudio en mayor profundidad que se valorará en el futuro.

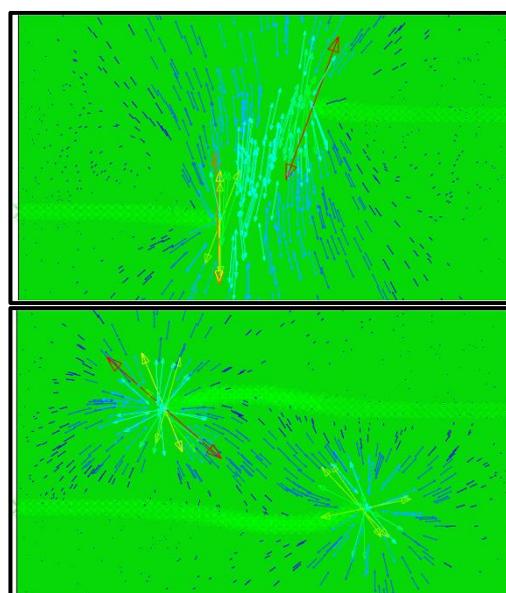


Figura 7. Orientación de las tensiones máximas principales en la zona central del ligamento entre dos grietas que se aproximan (arriba) y se superosan (abajo) para el caso de l_0/d igual a 5.

Analizando los modelos de XFEM, el fenómeno se puede entender si nos fijamos en la dirección de la máxima tensión principal en dos instantes diferentes de la propagación para el caso de d/a_0 igual a 1 (véase figura 7). Se observa que cuando las grietas se están aproximando (figura 7 arriba), las líneas de fuerza se desvían ligeramente en la zona de ligamento y en mayor medida cuando la superan, generando esa primera etapa de repulsión. Sin embargo, una vez que las grietas se han superado horizontalmente, las líneas de fuerza se ven obligadas a girar significativamente en la zona del ligamento y eso genera esa zona de atracción (figura 7 abajo). Los resultados concuerdan con otros trabajos de la literatura donde se estudió este fenómeno de atracción/repulsión de forma numérica [8]. Nótese que en este trabajo hemos considerado siempre como hipótesis que la dirección de crecimiento de la grieta es en modo I

debido al material y a las condiciones de carga analizadas, además de asumir las hipótesis que permiten la aplicación de la MFEL.

5. CONCLUSIONES

En este trabajo se ha analizado por qué las grietas tienden a evitar su unión punta-a-punta. Por una parte, se ha observado experimentalmente mediante grabación con cámara de alta velocidad el fenómeno de repulsión de dos grietas que se enfrentan en el laboratorio utilizando probetas de PMMA. Además, se ha modelado la propagación de dos grietas enfrentadas con dos herramientas diferentes de predicción de grietas basadas en la MFEL y el método de los elementos finitos. Esto ha permitido demostrar en el problema de referencia estudiado que la trayectoria de las grietas se debe a la evolución de la desviación de las líneas de fuerza en el ligamento cuando las dos puntas de grieta se aproximan.

AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen la financiación recibida a través de los proyectos PID2020-118480RB-C21 y C22, financiado por MCIN/AEI/ 10.13039/501100011033 y por “FEDER Una manera de hacer Europa”. Proyecto PDC2021-121368-C21 y C22 financiado por MCIN/AEI/ 10.13039/501100011033 y por la “Unión Europea NextGenerationEU/PRTR”. Ayuda PRE2021-097626 financiada por MCIN/AEI/ 10.13039/501100011033 y por el FSE+. También agradecen la financiación de la Generalitat Valenciana, programa PROMETEO 2021/046 y CIAPOS/2021/271.

REFERENCIAS

- [1] R.L. Kranz, Crack-crack and crack-pore interactions in stressed granite, *International Journal of Rock Mechanics and Mining Sciences & Geomechanics Abstracts* 16 (1979) 37–47. [https://doi.org/10.1016/0148-9062\(79\)90773-3](https://doi.org/10.1016/0148-9062(79)90773-3).
- [2] V. Acocella, A. Gudmundsson, R. Funicello, Interaction and linkage of extension fractures and normal faults: examples from the rift zone of Iceland, *J Struct Geol* 22 (2000) 1233–1246. [https://doi.org/10.1016/S0191-8141\(00\)00031-6](https://doi.org/10.1016/S0191-8141(00)00031-6).
- [3] S. Bohn, L. Pauchard, Y. Couder, Hierarchical crack pattern as formed by successive domain divisions. I. Temporal and geometrical hierarchy, *Phys Rev E Stat Nonlin Soft Matter Phys* 71 (2005). <https://doi.org/10.1103/PhysRevE.71.046214>.
- [4] A.S. Eremenko, S.A. Novikov, A.P. Pogorelov, Investigation of the propagation and interaction of fast cracks in plexiglas, *Journal of Applied Mechanics and Technical Physics* 20 (1980) 477–480. <https://doi.org/10.1007/BF00905603>.
- [5] S. Melin, Why do cracks avoid each other?, *Int J Fract* 23 (1983) 37–45. <https://doi.org/10.1007/BF00020156>.
- [6] M. Kachanov, On the problems of crack interactions and crack coalescence, 2003. <https://doi.org/https://doi.org/10.1023/A:1025448314409>.
- [7] M.J. Dalbe, J. Koivisto, L. Vanel, A. Miksic, O. Ramos, M. Alava, S. Santucci, Repulsion and Attraction between a Pair of Cracks in a Plastic Sheet, *Phys Rev Lett* 114 (2015). <https://doi.org/10.1103/PhysRevLett.114.205501>.
- [8] M.É. Schwaab, T. Biben, S. Santucci, A. Gravouil, L. Vanel, Interacting Cracks Obey a Multiscale Attractive to Repulsive Transition, *Phys Rev Lett* 120 (2018). <https://doi.org/10.1103/PhysRevLett.120.255501>.
- [9] M.L. Fender, F. Lechenault, K.E. Daniels, Universal shapes formed by two interacting cracks, *Phys Rev Lett* 105 (2010). <https://doi.org/10.1103/PhysRevLett.105.125505>.
- [10] B. Cotterell, J.R. Rice, Slightly curved or kinked cracks, *Int J Fract* 16 (1980) 155–169. <https://doi.org/10.1007/BF00012619>.
- [11] J. Koivisto, M.J. Dalbe, M.J. Alava, S. Santucci, Path (un)predictability of two interacting cracks in polycarbonate sheets using Digital Image Correlation, *Sci Rep* 6 (2016). <https://doi.org/10.1038/srep32278>.
- [12] J.M. De Souza, H.N. Yoshimura, F.M. Peres, C.G. Schön, Effect of sample pre-cracking method and notch geometry in plane strain fracture toughness tests as applied to a PMMA resin, *Polym Test* 31 (2012) 834–840. <https://doi.org/10.1016/j.polymertesting.2012.06.003>.
- [13] E. Giner, N. Sukumar, J.E. Tarancón, F.J. Fuenmayor, An Abaqus implementation of the extended finite element method, *Eng Fract Mech* 76 (2009) 347–368. <https://doi.org/10.1016/j.engfracmech.2008.10.015>.
- [14] B. Bourdin, G.A. Francfort, J.J. Marigo, Numerical experiments in revisited brittle

fracture, *J Mech Phys Solids* 48 (2000) 797–826. [https://doi.org/10.1016/S0022-5096\(99\)00028-9](https://doi.org/10.1016/S0022-5096(99)00028-9).

- [15] Y. Navidtehrani, C. Betegón, E. Martínez-Pañeda, A unified abaqus implementation of the phase field fracture method using only a user material subroutine, *Materials* 14 (2021) 1–19. <https://doi.org/10.3390/ma14081913>.

Identificación de mecanismos de fallo en piezas fabricadas mediante impresión 3D utilizando emisión acústica e inteligencia artificial

Byron Barriga-Machado*, Álvaro Hernández-Casamayor, Diego Infante-García, Eugenio Giner

Instituto Universitario de Ingeniería Mecánica y Biomecánica - I2MB, Departamento de Ingeniería Mecánica y de Materiales, Universitat Politècnica de València, Camino de Vera, 46022 Valencia, España

* Persona de contacto: bbarmac@upv.es

RESUMEN

El presente trabajo se centra en el desarrollo de herramientas de identificación de mecanismos de fallo en piezas fabricadas mediante impresión 3D, utilizando las emisiones acústicas y los modelos de inteligencia artificial no supervisados. Para ello, se fabricaron y ensayaron probetas con distintas direcciones de impresión para aislar los diferentes mecanismos de fallo. Características como la frecuencia pico ponderada, frecuencia centroide y potencias parciales fueron extraídas utilizando la transformada rápida de Fourier. Se llevó a cabo una comparación entre los modelos *k-means* y agrupamiento espacial basado en densidad de aplicaciones con ruido. Como resultado se obtuvieron dos agrupaciones, una de baja frecuencia relativa hasta 260 kHz y otra de alta frecuencia entre 270 y 390 kHz. Mediante la inspección visual de las superficies de fractura se establecieron correlaciones entre estas agrupaciones obtenidas por los algoritmos de clasificación y los mecanismos de fallo. Se evidenció una correspondencia entre las señales de baja frecuencia relativa y la rotura de filamentos mientras que las señales de alta frecuencia se asociaron con la descohesión entre filamentos. Sin embargo, se observó una combinación de mecanismos de fallo dentro de cada configuración, produciendo dificultades para verificar la precisión de las herramientas de clasificación desarrolladas en este trabajo.

PALABRAS CLAVE: Inteligencia artificial, emisión acústica, extrusión de material, caracterización de fallo, integridad estructural.

ABSTRACT

The present work focuses on developing tools for identifying failure mechanisms in 3D-printed parts using acoustic emissions and unsupervised artificial intelligence models. Specimens with different printing directions were manufactured and tested to isolate failure mechanisms. The fast Fourier transform enabled the extraction of features such as peak frequency, centroid frequency, and partial powers. Two clustering models, *k-means* and density-based spatial clustering of applications with noise, were compared. As a result, two clusters were obtained: one with relative low frequencies up to 260 kHz and another with high frequencies between 270 and 390 kHz. Correlations between these clusters and failure mechanisms were established through visual inspection of fracture surfaces. A correspondence between relative low-frequency signals and filament rupture was determined, while high-frequency signals were associated with filament debonding. However, there were instances where a combination of failure mechanisms occurred within each configuration, making it difficult to verify the accuracy of the classification tools developed in this study.

KEYWORDS: Artificial intelligence, acoustic emission, material extrusion, failure characterization, structural integrity.

1. INTRODUCCIÓN

La fabricación aditiva, particularmente la impresión 3D, ha emergido como un método de manufactura importante en la actualidad. Aunque inicialmente era utilizado solo para prototipado, los avances tecnológicos han permitido que este proceso se utilice para desarrollar componentes funcionales en una variedad de industrias como la automotriz, electrónica, médica, construcción, entre otras [1,2]. No obstante, estos componentes pueden presentar propiedades anisótropas, dependiendo de la dirección de impresión, así como defectos internos de fabricación que

pueden afectar su integridad estructural [3]. En la impresión 3D de polímeros, los principales mecanismos de fallo que se observan son la descohesión de los filamentos y la rotura de los filamentos. Nótese que la descohesión de los filamentos puede ocurrir dentro de una capa o entre capas y es principalmente debido a la reducida adhesión y a la mesoestructura causada por el proceso de fabricación [4,5].

La identificación de los mecanismos de fallo dentro de estos componentes resulta esencial para mejorar su calidad y durabilidad. Para este propósito, las emisiones

acústicas (EA) como técnica no destructiva ha sido ampliamente utilizada para la monitorización de grandes estructuras o la identificación de los mecanismos de fallo en materiales compuestos [6,7]. Sin embargo, la literatura es muy escasa en el análisis de piezas fabricadas por impresión 3D. Las características temporales de las ondas están influenciadas por diversos factores como la geometría del componente, el tipo de sensor, la atenuación y el tipo de material [8–10].

Investigaciones previas han demostrado que el análisis del contenido en frecuencia combinado con modelos de inteligencia artificial (IA) permiten discriminar el tipo de fuente que originó la señal [11–13]. Dentro de los modelos más utilizados se destacan los modelos no supervisados, como *k-means*, y técnicas de aprendizaje profunda como las redes neuronales.

En el presente trabajo, se han utilizado modelos de IA no supervisados en combinación con señales de EA para identificar los mecanismos de fallo en piezas fabricadas con impresión 3D. Se han fabricado y ensayado distintas configuraciones de probetas, con la dirección de extrusión paralela y perpendicular a la dirección de la carga. El objetivo de esta configuración de impresión es aislar la aparición de los diferentes mecanismos de fallo que pueden aparecer en este tipo de probetas, como por ejemplo la rotura de filamentos o la descohesión entre ellos. Se realizó una comparación entre los algoritmos de *k-means* y de agrupamiento espacial basado en densidad de aplicaciones con ruido (por sus siglas en inglés, DBSCAN) [14]. Aunque *k-means* es un modelo ampliamente utilizado, tiene sus limitaciones dependiendo del conjunto de datos y características empleadas [15,16], por lo que se han evaluado alternativas como DBSCAN.

2. MATERIALES Y MÉTODOS

2.1. Fabricación

Las probetas fueron fabricadas mediante impresión 3D utilizando la impresora BCN3D Epsilon W50. El material de extrusión fue ácido poliláctico (PLA) con un diámetro medio de 2,85 mm y una densidad de 1,24 g/cm³. La tabla 1 exhibe los principales parámetros de impresión utilizados.

Tabla 1. Parámetros de impresión.

Parámetro de impresión	Valor
Diámetro de extrusor [mm]	0,4
Altura de capa [mm]	0,2
Ancho de línea [mm]	0,4
Velocidad de impresión [mm/s]	40
Temperatura de impresión [°C]	205
Densidad de relleno [%]	100

Se utilizaron probetas rectangulares con las siguientes dimensiones: 200 mm x 22 mm x 2,4 mm. Se emplearon

tres configuraciones distintas utilizando una nomenclatura similar a la utilizada en laminados reforzados de material compuesto: [0]₁₂, [90]₁₂ y [0/90/0]_{2S}. La orientación [0] indica una dirección de extrusión a lo largo del eje longitudinal de la probeta que, a su vez, es la dirección de aplicación de la carga. En cambio [90] indica que los filamentos están extruidos perpendicularmente a la dirección longitudinal. En total se ensayaron tres probetas de cada configuración de impresión.

2.2. Ensayos mecánicos y monitoreo de EA

Las pruebas se llevaron a cabo en una máquina universal de ensayos electromecánica (MTS Criterion C42) equipada con una celda de carga de 5 kN. Se fijaron las probetas mecánicamente en ambos extremos a una longitud de 35 mm. El ensayo se realizó a una velocidad de desplazamiento constante de 1 mm/min hasta producir el fallo. En él se registraron la evolución de la carga y desplazamiento.

Además, se monitorizaron las EA utilizando dos sensores pasivos de banda ancha VS900-M de Vallen Systeme, colocados sobre el eje longitudinal y equiespaciados 45 mm del centro. Los sensores fueron fijados con abrazaderas de resorte. Se utilizó grasa sintética como acoplamiento acústico entre la probeta y el sensor. Para la adquisición de datos se empleó el sistema de medición linWave 2002. Además, se realizó la prueba de Hsu-Nielsen para verificar su correcto funcionamiento [17]. La tabla 2 presenta los parámetros de adquisición del sistema de EA.

Tabla 2. Parámetros de adquisición del sistema de EA.

Parámetro AE	Valor
Frecuencia de adquisición [MHz]	5
Umbral de amplitud [dB]	36
Tiempo de definición (DDT) [μs]	250
Pre-activación [μs]	50
Duración posterior [μs]	400



Figura 1. Configuración del ensayo de tracción y sensores de EA.

En la figura 1 se puede observar la configuración de la probeta en la máquina de ensayos junto con los sensores de EA.

3. EXTRACCIÓN DE CARACTERÍSTICAS

3.1. Postproceso de las señales de EA

Se realizó un filtrado previo a la extracción de características. Primero se descartaron las señales con menos de 5 conteos (número de veces que la señal ha cruzado el umbral de amplitud). Son señales de baja amplitud y tienden a atenuarse rápidamente y perderse en el ruido de fondo. El segundo filtro elimina aquellas señales que han sobrepasado los 94 dB de amplitud y que saturan los sensores de EA. El conjunto de datos final contiene: 2059 *hits* repartidos en 648 de la configuración [0]₁₂, 497 de [90]₁₂ y 914 de [0/90/0]_{2s}.

3.2. Transformada rápida de Fourier - FFT:

Se estableció la longitud de segmento inicial de la señal en 1024 muestras, equivalente a una duración de 204,8 μ s para evitar los efectos de atenuación. Adicionalmente, se aplicó una ventana tipo *Hamming* para mitigar los efectos de las discontinuidades en los bordes del segmento y reducir la fuga espectral. Por último, se aplicó la transformada rápida de Fourier (por sus siglas en inglés, FFT) para obtener el espectro de frecuencia de la señal y extraer las siguientes características: frecuencia pico, frecuencia pico ponderada, frecuencia centroide y seis potencias parciales tomadas en intervalos de 150 kHz cada uno hasta 900 kHz [11].

En un análisis previo al entrenamiento se verificó que el valor de frecuencia máximo de las señales fue de 390 kHz. Por ello solo se toman en cuenta las tres primeras potencias parciales correspondientes a los rangos: 0-150 kHz, 150-300 kHz y 300-450 kHz. Además, se ha tomado en cuenta la energía de la señal como característica temporal. En total se han extraído siete características: las tres potencias parciales, la frecuencia pico, la frecuencia pico ponderada, la frecuencia centroide y la energía.

4. ENTRENAMIENTO DE LOS MODELOS DE IA

4.1. Métricas de evaluación y normalización

Se utilizaron y compararon dos modelos de IA no supervisados: *k-means* y DBSCAN. Para determinar tanto su rendimiento como el número adecuado de agrupaciones se utilizó el índice de Davies-Bouldin (DBI) [18], donde un valor menor indica una mejor clasificación.

Primero se realizó transformación logarítmica únicamente sobre la energía, debido a que su distribución presentaba un sesgo a la derecha. Posteriormente una estandarización sobre todas las características, que ajusta

los datos a una media de 0 y desviación estándar de 1. Esto elimina las diferencias en la escala de las características y asegura su contribución de manera equitativa al modelo. Se aplicó el algoritmo de reducción de dimensionalidad de incrustación de vecinos estocásticos (por sus siglas en inglés, t-SNE) al conjunto de datos normalizado. De este modo, se redujeron las siete dimensiones originales a dos para mejorar el desempeño de los modelos y facilitar la visualización de su clasificación.

4.2. Entrenamiento

Para el entrenamiento de los modelos se utilizaron las funciones disponibles en la librería *Sci-kit learn*. En el modelo *k-means* se emplearon los hiperparámetros predeterminados. En cambio, para el modelo DBSCAN se ajustaron los valores de ϵ y el número mínimo de muestras. Ambos modelos fueron evaluados con un rango de número de agrupamientos desde 2 hasta 6.

5. RESULTADOS

5.1. Comparación de modelos no supervisados

Analizando los DBI se determinó el número correcto de agrupaciones en dos. Además, el modelo DBSCAN presentó un mejor rendimiento con un DBI = 0,53. Mientras que *k-means* presentó un DBI = 1,17. Para corroborar estos resultados se utilizó un diagrama de dispersión con las predicciones de los modelos.

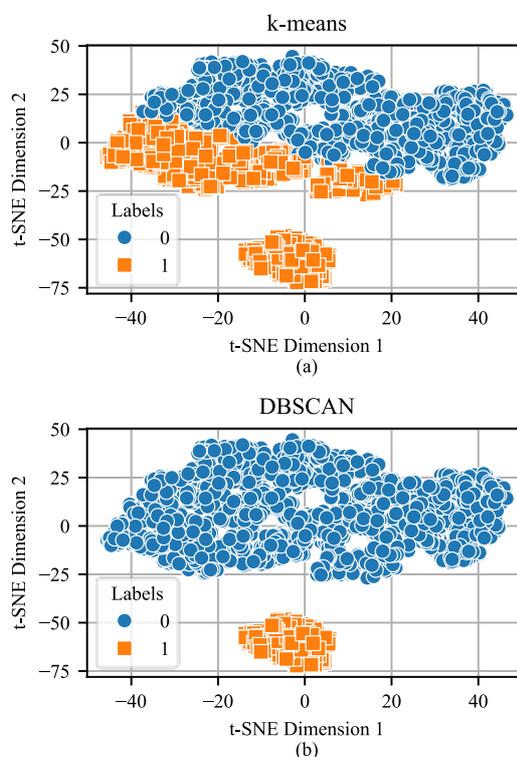


Figura 2. Visualización del conjunto de datos tras la aplicación del algoritmo de reducción de la dimensionalidad t-SNE utilizando *k-means* (a) y DBSCAN (b).

En la figura 2 (a) se observa la clasificación del modelo *k-means*. El modelo ha agrupado erróneamente los datos, partiendo una de las agrupaciones en dos y asignándola erróneamente a la otra. Esto se debe a las limitaciones del modelo al trabajar con un conjunto de datos no equilibrado y de alta dimensionalidad. La figura 2 (b) en cambio, muestra la clasificación del modelo DBSCAN donde se diferencian correctamente las dos agrupaciones. Este modelo fue configurado con valores de $\epsilon=1$ y número mínimo de muestras = 10 y es el que se utilizará para la correlación entre las señales de EA y los mecanismos de fallo.

Tras un análisis de la clasificación realizada por el modelo se atribuye la etiqueta “0” a una señal de baja frecuencia relativa (hasta 260 kHz), y la etiqueta “1” a una señal de alta frecuencia (entre 270 y 390 kHz). Se observa una cantidad predominante señales de baja frecuencia (88,7%) y un grupo más pequeño de señales de alta frecuencia (11,3%). La figura 3 presenta la frecuencia pico ponderada vs. la potencia parcial 3, donde se aprecia una clara distinción entre ambos agrupamientos, siendo la característica de frecuencia la más discriminativa.

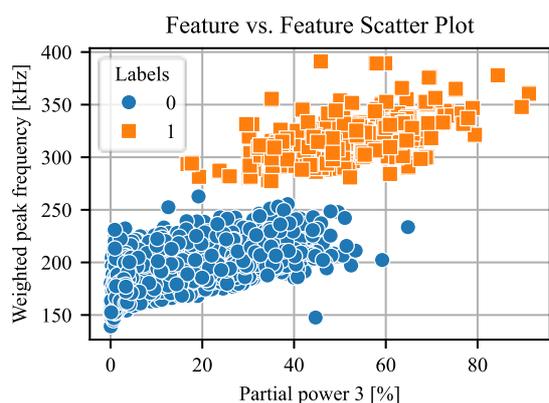


Figura 3. Diagrama de correlación entre frecuencia pico ponderada y potencia parcial 3 con la clasificación obtenida por DBSCAN.

6. DISCUSIÓN

Para asignar el tipo de fallo a cada señal se analiza la evolución de los *hits* a lo largo del ensayo de tracción y

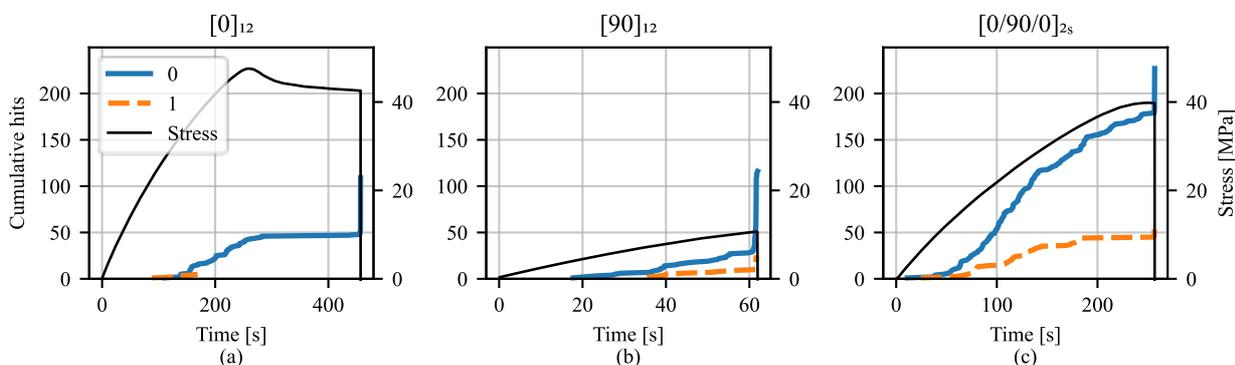


Figura 4. Curvas de fuerza y hits acumulados para cada clase vs. tiempo para las tres configuraciones de impresión estudiadas.

además la superficie de rotura en cada una de las configuraciones. La figura 4 (a) presenta uno de los ensayos de la configuración $[0]_{12}$. Se observa una actividad de EA significativa que a partir de los 30 MPa con un incremento proporcional a la carga. En la etapa de fluencia la actividad acústica es mínima, lo que puede deberse a la disminución de las tensiones en gran parte de la probeta debido a la generación del cuello de plasticidad. Finalmente, en la rotura la actividad de EA vuelve a incrementar súbitamente. Las señales de baja frecuencia relativa son predominantes, con poca aparición de señales de alta frecuencia. Esto indica una correspondencia entre las señales de baja frecuencia y la rotura de filamentos en la probeta, que es el mecanismo de fallo final que se espera en este tipo de configuración.

Sin embargo, no se puede atribuir la rotura de filamento como único mecanismo de fallo a este tipo de señales. En la figura 5 (a) se muestra la superficie de fractura de la configuración $[0]_{12}$, con carga aplicada en la dirección 0° (dirección del filamento). Además de la evidente rotura de los filamentos, también se observa que existe una gran descohesión de estos dentro de una misma capa. Esta descohesión se debe a la porosidad inicial inducida por el proceso de fabricación. Conforme la carga es aplicada, la tracción sobre cada filamento hace que estos se contraigan y reduzcan su sección transversal, aumentando el espacio entre los filamentos y llegando hasta fracturarlos en algunos casos. Este mecanismo de fallo estaría relacionado con el incremento de actividad acústica previa a la rotura final.

En la figura 4 (b) se muestra en cambio uno de los ensayos de la configuración $[90]_{12}$ y se observa una menor resistencia y una ruptura repentina sin una etapa de fluencia. La actividad de EA inicia en una etapa mucho más temprana, a partir de 5 MPa, lo que indica una rápida aparición y propagación de defectos y grietas en el material. Esta configuración facilita que la descohesión entre filamentos sea el principal mecanismo de fallo. Aunque se esperaría que solo exista un tipo de señal de EA asociado a este mecanismo de fallo, se observa la presencia de señales de alta y baja frecuencia. Esto indica que existe una combinación de mecanismos de fallo dentro del material.

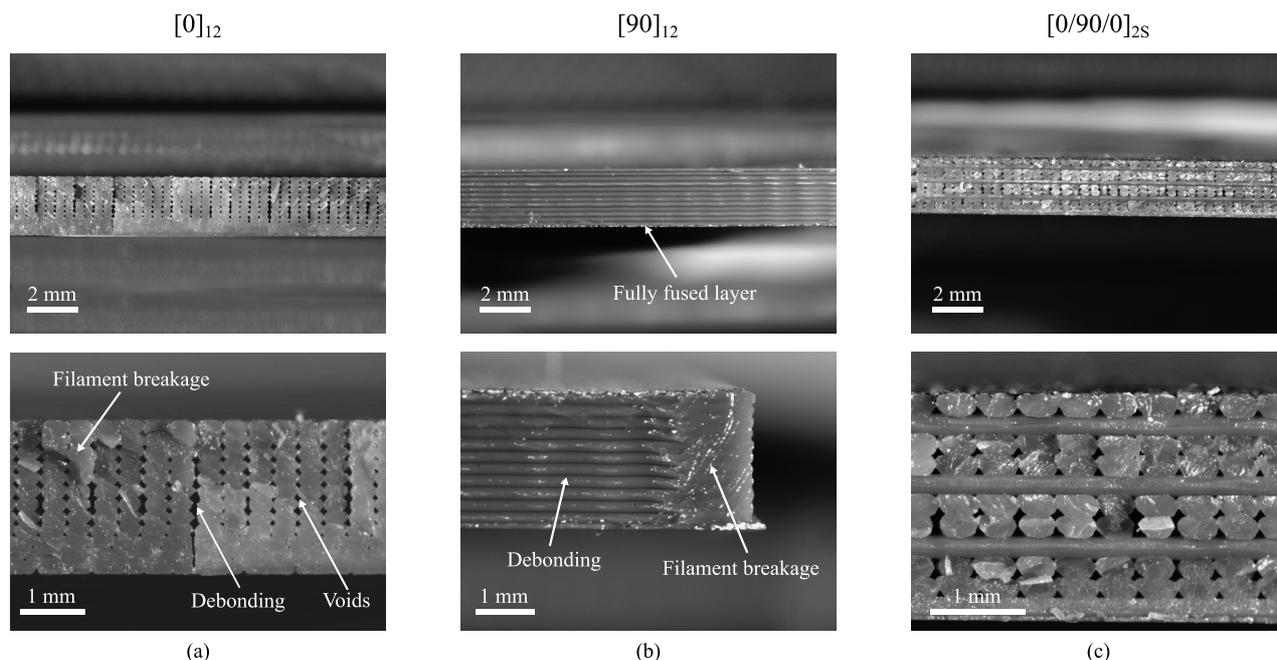


Figura 5. Superficies de fractura de las diferentes configuraciones estudiadas. Carga aplicada en la dirección 0° en todos los casos.

Al analizar la superficie de fractura en la figura 5 (b) se observa como la primera capa se ha fundido completamente, perdiendo la propiedad direccional que tenía y actuando como una lámina uniforme. Además, existen dos secciones claramente diferenciables, una donde los filamentos se han separado completamente, y otra donde el plano de fractura cambia y se presenta la rotura de filamentos. Esto justificaría la aparición de ambos tipos de señales, las de baja frecuencia estarían asociadas al fallo de filamento y a la capa completamente fundida, mientras que las de alta frecuencia a la descohesión de filamentos.

Finalmente, La figura 4 (c) muestra la configuración $[0/90/0]_{2S}$. Como se esperaría aparece una combinación de señales de baja y alta frecuencia. Las señales de baja frecuencia presentan mayor actividad a lo largo de todo el ensayo, lo que estaría asociado al crecimiento de defectos entre filamentos. En principio, las señales de alta frecuencia aumentan de forma lineal con la carga, pero su actividad cesa cerca de la parte final del ensayo. Esto indicaría el fallo de las capas de 90° , dejando solo a las capas de 0° soportar la carga hasta el fallo, donde se produciría la rotura de fibras.

7. CONCLUSIONES

Basándonos en los resultados y la discusión presentada, se pueden extraer varias conclusiones relevantes de este trabajo que se exponen a continuación:

- Los modelos de IA no supervisados, junto con las señales de emisión acústica, pueden ser utilizados para la identificación de mecanismos de fallo. Sin

embargo, es importante recalcar que este enfoque tiene sus limitaciones.

- Aunque los modelos han sido capaces de agrupar las señales en función de características frecuenciales similares, no permiten distinguir completamente todos los mecanismos de fallo presentes. Esto sugiere que centrarse únicamente en características frecuenciales puede ser insuficiente para una identificación precisa. Como alternativa a este problema se pueden usar otras funciones donde se capture la evolución temporal de las ondas, como por ejemplo la transformada *wavelet*.
- Otra de las dificultades es la presencia de una combinación o interacción de los mecanismos de fallo dentro del material. Si bien las configuraciones propuestas en este trabajo tenían como objetivo aislar los distintos mecanismos de fallo, es evidente que estos pueden manifestarse de manera conjunta.
- Se ha observado que este tipo de modelos de IA son muy susceptibles al conjunto de datos de entrenamiento. El modelo de *k-means* por ejemplo se ve muy afectado en casos de alta dimensionalidad o conjuntos desequilibrados, donde una agrupación se presenta en mayor medida que otra. Alternativas como DBSCAN pueden ser más adecuadas en estos casos, ya que su principio de funcionamiento tiene en cuenta la densidad de los datos y pueden identificar agrupaciones de formas más complejas.

AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen la financiación recibida de la Generalitat Valenciana y del Fondo Social Europeo programa PROMETEO 2021/046 y CIAPOS/2021/27,

así como a la Universitat Politècnica de València por la ayuda PAID-PD-22. También agradecen la financiación recibida a través de los proyectos PID2020-118480RB-C21 y C22, financiado por MCIN/AEI/10.13039/501100011033 y por “FEDER Una manera de hacer Europa”. Proyecto PDC2021-121368-C21 y C22 financiado por MCIN/AEI/10.13039/501100011033 y por la “Unión Europea NextGenerationEU/PRTR”.

REFERENCIAS

- [1] H.I. Medellin-Castillo, J. Zaragoza-Siqueiros, Design and Manufacturing Strategies for Fused Deposition Modelling in Additive Manufacturing: A Review, *Chinese Journal of Mechanical Engineering (English Edition)* 32 (2019) 1–16.
- [2] K. Rajan, M. Samykano, K. Kadrigama, W.S.W. Harun, M.M. Rahman, Fused deposition modeling: process, materials, parameters, properties, and applications, *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology* 2022 120:3 120 (2022) 1531–1570.
- [3] T. Sathies, P. Senthil, M.S. Anoop, A review on advancements in applications of fused deposition modelling process, *Rapid Prototyp J* 26 (2020) 669–687.
- [4] T. Webbe Kerekes, H. Lim, W.Y. Joe, G.J. Yun, Characterization of process–deformation/damage property relationship of fused deposition modeling (FDM) 3D-printed specimens, *Addit Manuf* 25 (2019) 532–544.
- [5] D.P. Cole, J.C. Riddick, H.M. Iftekhhar Jaim, K.E. Strawhecker, N.E. Zander, Interfacial mechanical behavior of 3D printed ABS, *J Appl Polym Sci* 133 (2016) 43671.
- [6] W. Sikorski, *Acoustic Emission - Research and Applications*, InTech, 2013.
- [7] M.G.R. Sause, M. Hamstadt, *Acoustic emission analysis*, (2018).
- [8] V. Skalskyi, Z. Nazarchuk, O. Stankevych, *Foundations of Engineering Mechanics Acoustic Emission Fracture Detection in Structural Materials*, n.d.
- [9] R. Unnórsson, *Identifying and Monitoring Evolving AE Sources*, in: *Acoustic Emission*, IntechOpen, 2012.
- [10] R. Unnórsson, *Hit detection and determination in AE bursts*, *Acoustic Emission-Research and Applications* (2013) 1–20.
- [11] M.G.R. Sause, A. Gribov, A.R. Unwin, S. Horn, Pattern recognition approach to identify natural clusters of acoustic emission signals, *Pattern Recognit Lett* 33 (2012) 17–23.
- [12] J. Wang, W. Zhou, X. Ren, M. Su, J. Liu, A waveform-based clustering and machine learning method for damage mode identification in CFRP laminates, *Compos Struct* 312 (2023) 116875.
- [13] F. Li, Z. Yu, Z. Yang, Failure characterization of PLA parts fabricated by fused deposition modeling using acoustic emission, *Rapid Prototyp J* 26 (2020) 1177–1182.
- [14] A. Géron, *Hands-on machine learning with Scikit-Learn, Keras, and TensorFlow*, “O’Reilly Media, Inc.,” 2022.
- [15] A. Likas, N. Vlassis, J. J. Verbeek, the global k-means clustering algorithm, *Pattern Recognit* 36 (2003) 451–461. [https://doi.org/10.1016/S0031-3203\(02\)00060-2](https://doi.org/10.1016/S0031-3203(02)00060-2).
- [16] S.B. Belhaouari, S. Ahmed, S. Mansour, *Optimized K-Means Algorithm*, *Math Probl Eng* 2014 (2014).
- [17] E. Astm, 976," *Standard Guide for Determining the Reproducibility of Acoustic Emission Sensor Response*, *ASTM Book of Standards* (1993) 3.
- [18] D.L. Davies, D.W. Bouldin, *A Cluster Separation Measure*, *IEEE Trans Pattern Anal Mach Intell PAMI-1* (1979) 224–227.

ESTUDIO DE MODELOS PARA LA PREDICCIÓN DE LA VIDA A FATIGA EN LAMINADOS GRUESOS DE CFRP CON DAÑO POR MECANIZADO MEDIANTE TERMOGRAFÍA INFRARROJA

José Vicente Calvo^{1*}, Norberto Feito², María Henar Miguélez¹, Eugenio Giner²

¹Departamento de Ingeniería Mecánica, Universidad Carlos III de Madrid, Avda. Universidad 30, 28911 Leganés, España

²Instituto de Ingeniería Mecánica y Biomecánica-I2MB, Departamento de Ingeniería Mecánica y de Materiales, Universitat Politècnica de València, Camino de Vera s/n, 46022 Valencia, España

* Persona de contacto: jocalvoo@ing.uc3m.es

RESUMEN

En este trabajo se presenta un enfoque eficiente para la evaluación de la fatiga de materiales compuestos utilizados en estructuras ingenieriles. El objetivo es predecir la vida a fatiga de laminados poliméricos reforzados con fibras de carbón (CFRP) mediante termografía infrarroja. Para ello, se han preparado probetas de laminados de gran espesor representativas de la industria aeroespacial. El uso de este tipo de materiales en grandes estructuras implica la generación de uniones mecánicas, por lo que las probetas de estudio han sido taladradas con parámetros de corte variables generando distintos niveles de daño en el concentrador de tensiones. Así mismo, se ha estudiado la influencia del daño generado en el caso de apilados con probetas de titanio. Las probetas taladradas se han sometido a ensayos cíclicos en tensión, donde la termografía infrarroja destaca como una técnica no destructiva rápida y fácil de aplicar para evaluar el daño. Con los datos experimentales, se han aplicado diversos modelos de predicción disponibles recientemente en la literatura, obteniendo resultados prometedores al anticipar la vida a fatiga del laminado, especialmente en el caso de probetas con daño acumulado. Además, los modelos también permiten la estimación de la vida útil restante en condiciones de servicio, presentándose esta metodología como una valiosa herramienta para la gestión y el mantenimiento de estructuras a lo largo del tiempo. El error en la predicción de alguno de estos modelos es inferior al 20%, lo que es un muy buen resultado teniendo en cuenta la dispersión típica en los ensayos de fatiga. Los resultados de este estudio destacan la importancia de desarrollar modelos más avanzados y explorar aún más la aplicación práctica de la termografía infrarroja para evaluar la integridad del CFRP, incluso en presencia de daño, demostrando su potencial en aplicaciones industriales.

PALABRAS CLAVE: CFRP, fatiga, termografía, taladrado.

ABSTRACT

This work presents a promising approach for assessing the fatigue of composite materials used in engineering structures. The aim is to predict the fatigue life of carbon fiber reinforced polymer (CFRP) laminates using infrared thermography. To achieve this goal, representative thick laminate specimens typical of the aerospace industry have been prepared. The use of such materials in large structures involves the creation of mechanical joints, hence the specimens under study have been drilled with variable cutting parameters, generating different levels of damage at stress concentrators. Additionally, the influence of damage in the case of laminates stacked with titanium specimens has been investigated. The drilled specimens have been subjected to cyclic tension tests, where infrared thermography stands out as a rapid and easy-to-apply non-destructive technique for assessing damage. With the experimental data, various prediction models recently available in the literature have been applied, yielding promising results in anticipating laminate fatigue life, especially in the case of specimens with accumulated damage. Furthermore, the models also allow for estimating the remaining service life under operational conditions, presenting this methodology as a valuable tool for structural management and maintenance over time. The prediction error of some of these models is less than 20%, which is a very good result considering the typical dispersion in fatigue tests. The results of this study emphasize the importance of developing more advanced models and further exploring the practical application of infrared thermography to assess CFRP integrity, even in the presence of damage, underscoring its utility in industrial applications.

KEYWORDS: CFRP, fatigue, thermography, drilling.

1. INTRODUCCIÓN

Los materiales compuestos de fibra de carbono reforzada con polímero (CFRP, por sus siglas en inglés) han revolucionado la industria aeroespacial debido a su excepcional relación resistencia-peso y su capacidad para

soportar condiciones extremas. Su amplia aplicación en la fabricación de componentes estructurales ha impulsado la innovación y la eficiencia en la industria, al tiempo que ha planteado nuevos desafíos en términos de fabricación y mantenimiento [1].

Una de las etapas más críticas en el proceso de fabricación de estructuras de CFRP es el ensamblaje de diferentes componentes. Este procedimiento implica el mecanizado de estos materiales para generar uniones mecánicas. El taladrado es una de las técnicas más comúnmente utilizadas [2,3], sin embargo, este proceso puede producir daños significativos en el material, especialmente en áreas donde se concentran tensiones [4-7]. Este daño se ve agravado en aplicaciones donde se perfora a través de múltiples capas, o diferentes materiales, como es el caso de apilados con titanio [8-13], una práctica habitual en la industria aeroespacial.

La detección y evaluación precisa del daño inducido por el mecanizado en materiales compuestos es crucial para garantizar la integridad estructural y la seguridad de los componentes. Para abordar este desafío, se han desarrollado y aplicado diversas técnicas de inspección no destructiva, entre las cuales destaca la termografía infrarroja [14]. Esta técnica ofrece una evaluación rápida y eficiente del daño, aprovechando el fenómeno del calentamiento propio (*self-heating*) de los materiales sometidos a carga cíclica. La evolución típica del incremento de la temperatura se puede dividir en tres fases diferentes como se puede ver en la figura 1: una primera fase con un rápido incremento de la temperatura; una segunda fase donde el incremento se ralentiza, considerándose estable esta temperatura (ΔT_{II}); y una etapa final donde de nuevo se produce un incremento pronunciado de ésta hasta la rotura [15].

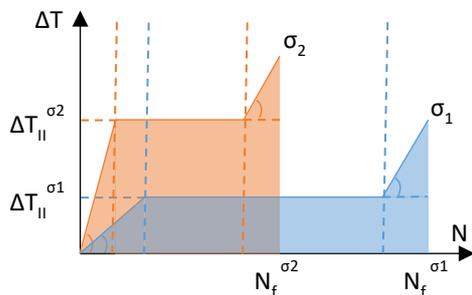


Figura 1. Evolución típica de la temperatura en un ensayo a fatiga con *self-heating* para diferentes cargas ($\sigma_1 < \sigma_2$).

Además de en la detección del daño, se ha avanzado en la predicción de la vida a fatiga en materiales compuestos utilizando modelos basados en datos termográficos. Estos modelos proporcionan permiten anticipar la degradación crítica y planificar el mantenimiento del componente estructural a lo largo de su vida útil. Algunos modelos se basan en la pendiente inicial, como es el modelo de Amiri *et al.* [16], el cual relaciona la vida hasta rotura con la pendiente de la etapa inicial del calentamiento de la probeta. El modelo se ajusta con dos parámetros dependientes del material y la temperatura. Este ajuste fue simplificado por Zhang *et al.* [17] a un solo parámetro constante dependiente del material, agilizando el cálculo de la vida a fatiga. Otros autores, como Jiang *et al.* [18] proponen un método basado en la

temperatura alcanzada en la fase II, ajustado el modelo con dos parámetros dependientes del material. Hay autores que han trabajado también con la fase III del calentamiento del material, como Huang *et al.* [19], ajustando un modelo con tres parámetros dependientes del material y de las condiciones del ensayo, y que relacionan la pendiente de esta fase III con la vida a fatiga. Por último, otros autores como Fargione *et al.* [20], estiman la vida restante del material partiendo de la idea de que la energía total disipada es la misma para todos los ensayos. Para ello, considera toda la curva completa del material. Sin embargo, esta metodología está muy condicionada a que el componente funcione bajo las mismas condiciones que el ensayo. Partiendo de esta hipótesis de energía total disipada constante, Risitano *et al.* [21] han desarrollado también metodologías que permitieran obtener el límite de fatiga del material de forma más rápida que con las curvas *S-N* tradicionales. Esta metodología se basa en el cambio de pendiente de la curva $S-\Delta T_{II}$ para localizar el valor de *S* en el límite de fatiga.

En este contexto, el presente trabajo se enfoca en la evaluación de diferentes modelos de predicción de vida a fatiga en probetas de CFRP que presentan diferentes niveles de daño inducidos por el proceso de taladrado. Al aplicar estos modelos a datos obtenidos en condiciones controladas de laboratorio, se busca validar su capacidad para predecir la vida útil restante de componentes reales sujetos a condiciones de servicio exigentes.

2. MATERIALES

Para este estudio se ha empleado laminados CFRP con una secuencia de apilado representativa de la industria aeroespacial. Las planchas están formadas por 54 láminas con diferentes orientaciones a 0° , 90° y $\pm 45^\circ$. Estos laminados se han cortado por chorro de agua para obtener probetas de $150 \times 25 \times 9.7$ mm a las que se les ha realizado un taladrado en el centro del elemento de 9.53 mm de diámetro. Las dimensiones nominales se pueden observar en la figura 2.

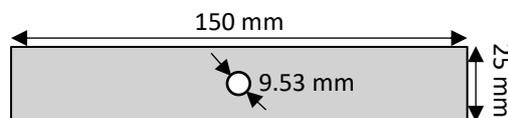


Figura 2. Dimensiones de las probetas.

Las probetas se agrupan en cuatro lotes diferentes en función de las condiciones de corte empleadas. Los lotes A, B y C se han taladrado con una velocidad de avance de 100, 80 y 159 mm/rev y una velocidad de giro de 1337, 500 y 1591 rpm respectivamente. Por último, se ha taladrado lote D con los mismos parámetros de corte que el lote A pero estando el laminado apilado con titanio. El espesor y dimensiones de la lámina de titanio es la misma que la del laminado CFRP. Este apilamiento genera un daño térmico muy relevante en la interfase debido al cambio de material durante el taladrado. En la figura 3 se

puede observar el daño en la superficie debido al taladrado de los diferentes lotes.

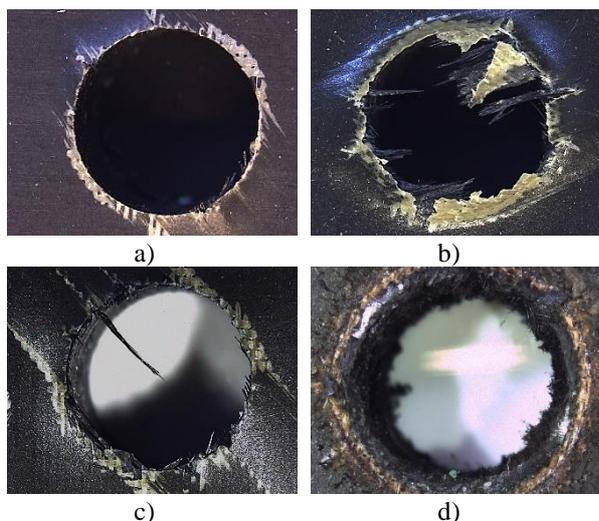


Figura 3. Daño superficial debido al taladrado: a) lote A, b) lote B, c) lote C y d) lote D.

El factor de daño se ha obtenido como el ratio entre el área nominal del agujero y el área delaminada o dañada por el taladrado. Este valor promedio calculado para cada lote es de 1.23, 1.34, 2.78 y 2.15 respectivamente, lo que indica que las condiciones que menor daño generan son las del lote A.

3. METODOLOGÍA

Se han realizado ensayos dinámicos a tracción en una máquina hidráulica INSTRON 8801 con una célula de carga de 100 kN. Los ensayos se han llevado a cabo a dos frecuencias diferentes, 2 Hz y 5 Hz y con una relación de tensiones $R = 0$, por lo que la carga oscila entre una carga mínima de 0 kN y una máxima de 60 kN, 50 kN o 43 kN según el ensayo. Las cámaras usadas para captar la evolución de la temperatura durante la aplicación de la carga son una IR TESTO 882 de 320 x 240 píxeles de resolución y una sensibilidad de 50 mK y una FOTRIC 348A de 640 x 480 píxeles de resolución y una sensibilidad de 30 mK.

En primer lugar, probetas del lote A, B y D se han ensayado a una carga de 60 kN y 2 Hz y la cámara termográfica TESTO. A continuación, probetas del lote A y C se han ensayado a tres niveles de carga diferentes, 60 kN, 50 kN y 43 kN con la cámara FOTRIC, y se ha aumentado la frecuencia a 5 Hz. Esto se ha realizado para reducir la duración de estos ensayos al tratarse de cargas más bajas y cercanas al límite de fatiga en el caso de 43 kN. Estos valores de carga se han elegido al ser el 85%, 70% y 60% de la carga de rotura estática, que es de 71 kN para las probetas del lote A (elegido como el de referencia por ser el que presenta menor daño por el taladrado).

Junto a la probeta ensayada se ha colocado una probeta de referencia a la que no se aplica ninguna carga. De esta

forma, se obtiene la evolución de la temperatura en el ensayo como la diferencia entre la temperatura máxima alcanzada por la probeta en el concentrador de tensiones menos la temperatura media de la probeta de referencia, eliminando la influencia de las variaciones de la temperatura ambiente. De estas curvas se obtienen diferentes parámetros necesarios para las estimaciones de la vida a fatiga como son: la pendiente inicial, la temperatura de equilibrio, la pendiente final y la energía total disipada. Se describen a continuación los diferentes métodos empleados de predicción de vida a fatiga basados en estos parámetros.

3.1. Pendiente: fase I

Amiri *et al.* [16] propone la siguiente expresión (1) que relaciona la pendiente inicial $R_I^{\Delta T}$ y el número de ciclos a fatiga N_f , donde c_1 y m_1 son parámetros constantes dependientes del material y la temperatura.

$$N_f = c_1 \cdot (R_I^{\Delta T})^{m_1} \quad (1)$$

Zhang *et al.* [17] reescribió esta ecuación mediante la expresión (2), donde c_2 es un parámetro constante dependiente del material.

$$N_f \cdot R_I^{\Delta T} = c_2 \quad (2)$$

3.2. Temperatura estable: fase II

El modelo propuesto por Jiang *et al.* [18] se encuentra en la expresión (3).

$$N_f^{m_2} = c_3 \cdot \Delta T_{II} \quad (3)$$

Donde ΔT_{II} es el incremento de temperatura estable alcanzado en la fase II y c_3 y m_2 son parámetros constantes dependientes del material

3.3. Pendiente: fase III

Huang *et al.* [19] propone el modelo de la expresión (4), que se basa en la pendiente al final del ensayo $R_{III}^{\Delta T}$, donde c_4 , c_5 y m_3 son parámetros constantes dependientes del material y las condiciones del ensayo.

$$R_{III}^{\Delta T} = c_4 \cdot \exp\left(\frac{c_5}{N_f^{m_3}}\right) \quad (4)$$

3.4. Energía total disipada

Estos métodos se basan en la hipótesis de que la energía disipada total (Φ), calculada como la integral del incremento de temperatura en todo el ensayo (expresión (5)), es constante.

$$\Phi = \int_0^{N_f} \Delta T \, dN \quad (5)$$

Fargione *et al.* [20] propone que una vez conocido Φ se puede estimar la energía de la curva conociendo los ciclos en los que cambia de la fase I a la fase II (N_{I-II}) como la expresión (6).

$$\Phi \approx \Delta T_{II} \cdot \frac{N_{I-II}}{2} + \Delta T_{II} \cdot (N_f - N_{I-II}) \quad (6)$$

Este método supone que la energía disipada en la fase III puede considerarse despreciable debido a que representa una menor porción de la vida a fatiga que la fase II, y por tanto con los datos de las fases I y II la energía total disipada puede estimarse la vida a fatiga.

4. RESULTADOS

4.1. Pendiente: fase I

Se ha obtenido la pendiente inicial de cada una de las curvas aplicando una regresión lineal en los primeros 100 ciclos. En la figura 4 se puede observar los resultados de las pendientes con el modelo ajustado, tanto de Amiri (expresión (1)) como de Zhang (expresión (2)). Se observa como ambos modelos se ajustan bien a la estimación de la vida del componente a partir de la pendiente de la fase I, siendo la diferencia prácticamente despreciable.

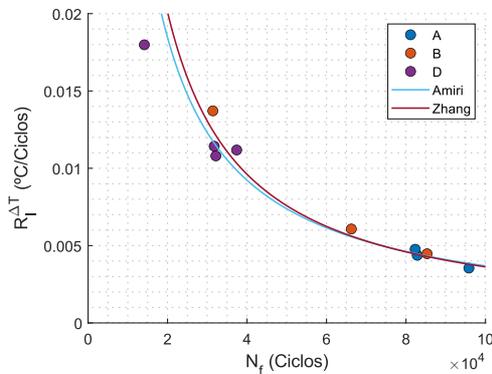


Figura 4. Pendientes en la fase I frente a vida a fatiga.

Los resultados de la estimación de la vida final a fatiga se pueden observar en la figura 5. Estos modelos muestran un error medio de 11.6% para el modelo de Amiri y del 10.7% para el modelo de Zhang, los cuales se consideran aceptables. Se observa esta buena estimación para todos los casos, de forma que se puede ver una correlación entre la reducción de la vida a fatiga, causada por el mayor daño del mecanizado, y el incremento de temperatura inicial.

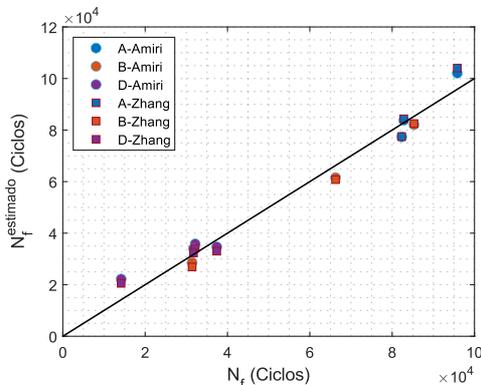


Figura 5. Vida a fatiga estimada mediante los modelos de Amiri y Zhang frente a vida a fatiga experimental.

4.2. Temperatura estable: fase II

Se ha obtenido también el incremento de la temperatura de equilibrio en la fase II y se ha aplicado el modelo de Jiang (expresión (3)), obteniendo el ajuste mostrado en la figura 6.

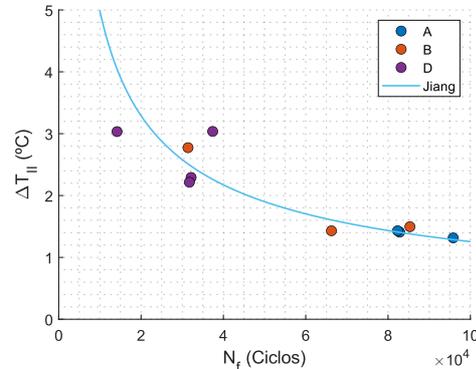


Figura 6. Incremento de temperatura en la fase II frente a vida a fatiga.

Con este modelo se predice la vida a fatiga con un error del 19.2%, valor algo mayor que en los dos casos anteriores. En la figura 7 se puede ver una comparación entre la vida predicha por el modelo y la obtenida experimentalmente, observando una mayor dispersión de resultados. Se observa que esta dispersión de los resultados es menor en el caso del lote A, coincidiendo con que es el lote que menor daño por mecanizado presenta

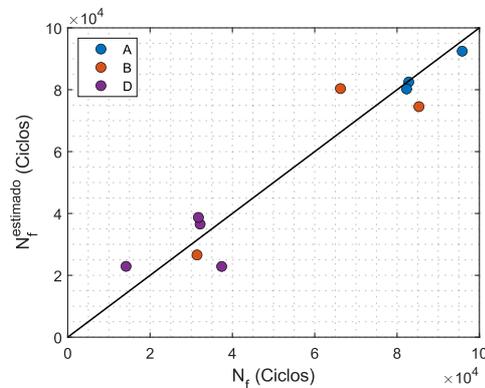


Figura 7. Vida a fatiga estimada mediante el modelo de Jiang frente a vida a fatiga experimental.

4.3. Pendiente: fase III

Para obtener el valor de la pendiente en la fase III se ha realizado un ajuste por mínimos cuadrados de la curva. De esta forma se estima el número de ciclos donde se inicia la fase III, y por tanto el número de ciclos remanentes hasta rotura. A partir de este dato se calcula la pendiente de este tramo final. Se puede observar en la figura 8 el valor de las pendientes junto al ajuste mediante el modelo de Huang de la expresión (4).

El error que presenta este método es muy elevado incluso para los estándares de desviación en fatiga, siendo este inasumible para las probetas cercanas al límite de fatiga.

En la figura 9 se puede apreciar la dispersión. Esto se debe a que el método no está ideado para casos de vida a fatiga cercana al límite de fatiga, donde el número de ciclos es muy elevado en la fase III y la pendiente no es tan pronunciada. Si se eligiera un ajuste de estos datos con un modelo estilo el de Amiri (expresión (1)), pero usando las pendientes de fase III y la vida remanente, el error se podría reducir hasta un 28.9%.

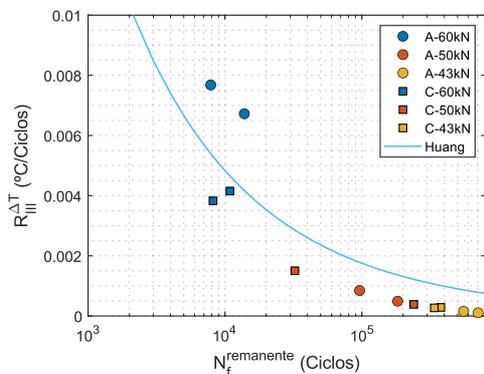


Figura 8. Pendiente en la fase III frente a vida a fatiga remanente.

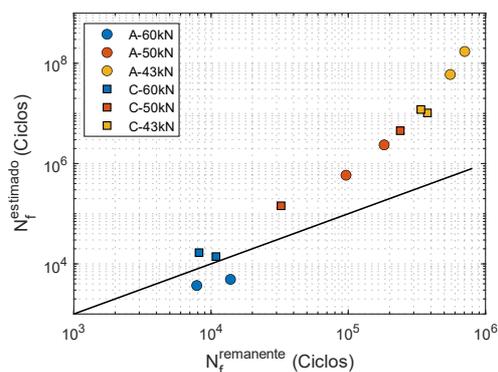


Figura 9. Vida a fatiga estimada frente a vida a fatiga experimental remanente.

4.4. Energía total disipada

En este último caso de estudio, se ha observado que la hipótesis del método de Fargione donde la energía disipada en la fase III es despreciable no se cumple, y los valores de energía estimados con su modelo que desprecia esta contribución son mucho menores a los obtenidos experimentalmente con todos los datos de la curva.

Basándose en esta hipótesis de energía total disipada constante diversos métodos se han desarrollado para estimar el límite a fatiga, Montesano *et al.* [22] estimó la vida a fatiga en compuestos basándose en el cambio de pendiente que sucede en la curva que relaciona la temperatura estable alcanzada en fase II con la carga aplicada. Considerando la relación entre estos parámetros como una correlación exponencial como muestra Crupi [23], se ha ajustado los valores obtenidos y encontrado este punto de inflexión mediante el método R^2 propuesto por Huan *et al.* [24].

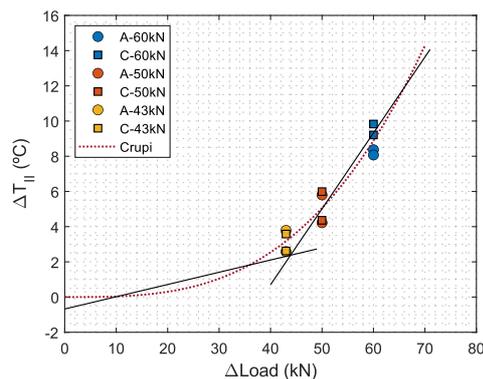


Figura 10. Estimación de vida a fatiga mediante termografía.

La figura 10 muestra la estimación del límite de fatiga a partir de los datos termográficos. Comparando con las curvas $S-N$ tradicionales, el valor obtenido es 43.2 kN mientras que con el método termográfico 43.9 kN, solo un 1.6% de error, lo que supone el mejor resultado de los métodos estudiados.

5. CONCLUSIONES

En este estudio se ha comprobado la posibilidad de predecir la vida a fatiga empleando técnicas termográficas infrarrojas en laminados CFRP gruesos típicos de la industria aeroespacial que presentan daños por taladrado. Se ha probado diferentes metodologías presentes en la literatura. Según el parámetro utilizado se puede concluir:

- Pendiente inicial (fase I): Los errores que presentan son reducidos, próximos al 10%. Además, su principal ventaja es que emplea datos con un número bajo de ciclos, lo que hace que su adquisición y estimación sea muy rápida.
- Temperatura estable (fase II): De nuevo, los errores son aceptables para las desviaciones típicas de los ensayos a fatiga, siendo estos inferiores al 20%. Al igual que el punto anterior, esta fase se alcanza a bajo número de ciclos y es rápido de estimar.
- Pendiente final (fase III): Los errores obtenidos con el ajuste probado no son admisibles, siendo recomendable cambiar el tipo de ajuste para obtener errores menores del 30%. Pese a ello, esta metodología depende de que el material se encuentre muy dañado y cerca de su fallo al tratarse de datos de la fase III.
- Energía disipada: Pese a que algunos métodos basados en el área que cubre la curva desprecian la energía disipada en fase III para sus estimaciones, se ha comprobado que no es posible realizar esto con este material. No obstante, metodologías basadas en la predicción del límite a fatiga del material pueden emplearse, obteniendo un error de menos del 2% con respecto a las curvas $S-N$ tradicionales.

AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen la financiación a través de los siguientes proyectos: PID2020-118480RB-C21 y C22, financiado por MCIN/AEI/ 10.13039/501100011033 y por “FEDER Una manera de hacer Europa”; proyecto PDC2021-121368-C21 y C22 financiado por MCIN/AEI/ 10.13039/501100011033 y por la “Unión Europea NextGenerationEU/PRTR”; ayuda PRE2018-086277 financiada por MCIN/AEI/ 10.13039/501100011033 y por “FSE Invierte en tu futuro”. También agradecen la financiación de la Generalitat Valenciana, programa PROMETEO 2021/046 y el proyecto GV/2021/060.

REFERENCIAS

- [1] J.P. Davim, P. Reis. Drilling carbon fiber reinforced plastics manufactured by autoclave - experimental and statistical study. *Mater. Des.* (2003) 24: 315-324.
- [2] N. Geier, J.P. Davim, T. Szalay. Advanced cutting tools and technologies for drilling carbon fibre reinforced polymer (CFRP) composites: A review. *Compos. Part Appl. Sci. Manuf.* (2019) 125: 105552.
- [3] R. Vinayagamoorthy. A review on the machining of fiber-reinforced polymeric laminates. *J. Reinf. Plast. Compos.* (2018) 37: 49–59.
- [4] T.J. Grilo, R.M.F. Paulo, C.R.M. Silva, J.P. Davim. Experimental delamination analyses of CFRPs using different drill geometries. *Compos. Part B Eng.* (2013) 45: 1344-1350.
- [5] N. Feito, J. Díaz-Álvarez, A. Díaz-Álvarez, J.H. Cantero, M.H. Miguélez. Experimental analysis of the influence of drill point angle and wear on the drilling of woven CFRPs. *Materials (Basel)* (2014) 7.
- [6] G. Seon, A. Makeev, Y. Nikishkov, E. Lee. Effects of defects on interlaminar tensile fatigue behavior of carbon/epoxy composites. *Compos. Sci. Technol.* (2013) 89: 194–201.
- [7] B. Fiedler, K. Schulte. Reliability and Life Prediction of Composite Structures. *Compos. Sci. Technol.* (2006) 66: 615.
- [8] O. Pecat, E. Brinksmeier. Low damage drilling of CFRP/titanium compound materials for fastening. *Procedia CIRP* (2014) 13: 1–7.
- [9] J. Xu, A. Mkaddem, M.E. Mansori. Recent advances in drilling hybrid FRP/Ti composite: a state-of-the-art review. *Compos. Struct.* (2016) 135(1): 316–38.
- [10] O. Isbilir, E. Ghassemieh. Comparative study of tool life and hole quality in drilling of CFRP/titanium stack using coated carbide drill. *Mach. Sci. Technol.* (2013) 17(3): 380–409.
- [11] A. Faraz, D. Biermann, K. Weinert. Cutting edge rounding: an innovative tool wear criterion in drilling CFRP composite laminates. *Int. J. Mach. Tool Manuf.* (2009) 49: 1185–96.
- [12] M. Ramulu, T. Branson, D. Kim. A study on the drilling of composite and titanium stacks. *Compos. Struct.* (2001) 54(1): 67–77.
- [13] Q. An, B. Zhong, X. Wang, H. Zhang, X. Sun, M. Chen. Effects of drilling strategies for CFRP/Ti stacks on static mechanical property and fatigue behavior of open-hole CFRP laminates. *Journal of Manufacturing Processes* (2021) 64: 409-420.
- [14] N. Feito, J.V. Calvo, R. Belda, E. Giner. An experimental and numerical investigation to characterize an aerospace composite material with open-hole using non-destructive techniques. *Sensors* (2020), 20: 1-18.
- [15] Y. Li, R. Zhang, L. Li, P. Bao, W. Zhang, Z. Yang, G. Tian, A. Ming. Temperature variation and damage characteristic of impacted CFRP laminate using infrared thermography: Experimental investigation. *International Journal of Fatigue* (2018) 112: 130-137.
- [16] M. Amiri, M.M. Khonsari. Rapid determination of fatigue failure based on temperature evolution: fully reversed bending load. *Int J Fatigue* (2010) 32(2):382-389.
- [17] L. Zhang, X.S. Liu, S.H. Wu, Z.Q. Ma, H.Y. Fang. Rapid determination of fatigue life based on temperature evolution. *Int J Fatigue* (2013) 54:1-6.
- [18] L. Jiang, H. Wang, P. Liaw, C. Brooks, D. Klarstrom. Characterization of the temperature evolution during high-cycle fatigue of the ULTIMET superalloy: experiment and theoretical modeling. *Metall Mater Trans a* (2001) 32(9):2279-2296.
- [19] Y. Huang, S.X. Li, S.E. Lin, C.H. Shih. Using the method of infrared sensing for monitoring fatigue process of metals. *Mater Eval* (1984) 42:1020-1024.
- [20] G. Fargione, A. Geraci, G.L. Rosa, A. Risitano. Rapid determination of the fatigue curve by the thermographic method. *Int J Fatigue.* (2002) 24(1):11-19.
- [21] A. Risitano, G. Risitano. Cumulative damage evaluation in multiple cycle fatigue tests taking into account energy parameters. *Int J Fatigue* (2013) 48:214-222.
- [22] J. Montesano, Z. Fawaz, H. Bougherara. Use of infrared thermography to investigate the fatigue behavior of a carbon fiber reinforced polymer composite. *Compos Struct* (2013) 97:76-83.
- [23] V. Crupi. A unifying approach to assess the structural strength. *Int J Fatigue* (2008) 30(7):1150-1159.
- [24] J. Huan, M.L. Pastor, C. Garnier, X. Gong. Rapid evaluation of fatigue limit on thermographic data analysis. *Int J Fatigue* (2017) 104:293-301.

ANÁLISIS DEL COMPORTAMIENTO MECÁNICO DE PROBETAS DE UHMWPE SOMETIDAS A IMPACTO DE BAJA VELOCIDAD

Ignacio Rubio^{1*}, Borja Valverde¹, M.^a Henar Miguélez¹, Carlos Santiuste², José A. Loya²

¹ Departamento de Ingeniería Mecánica, Universidad Carlos III de Madrid,
Avenida de la Universidad, 30 28911 Leganés, Madrid, España

² Departamento de Mecánica de Medios Continuos y Teoría de Estructuras, Universidad Carlos III de Madrid,
Avenida de la Universidad, 30 28911 Leganés, Madrid, España

* Persona de contacto; igrubiod@pa.uc3m.es

RESUMEN

Las fibras de polietileno de alto peso molecular (UHMWPE) se caracterizan por su alta resistencia a la tracción, su baja densidad y su gran resistencia a la corrosión y a la degradación. En concreto, su baja densidad combinada con un alto módulo elástico permite a estas fibras dispersar rápidamente los efectos propios de un proceso de impacto. Esto hace que el uso de materiales compuestos reforzados con estas fibras sea adecuado en el desarrollo de sistemas de protección a diferentes velocidades de impacto, como son las protecciones personales y los blindajes ligeros. Para analizar el comportamiento mecánico de composites de UHMWPE ante impacto a baja velocidad, se han realizado ensayos en una torre de caída de peso. Variando la energía de impacto, se han ensayado placas del mismo espesor fabricadas con diferentes tipos de UHMWPE, observando que el principal mecanismo de absorción de energía en el rango de energías de impacto estudiado es la delaminación entre capas de material. Utilizando el método de los elementos finitos, implementado en el código comercial ABAQUS/Explicit, se ha modelizado el ensayo de impacto a baja velocidad en torre de caída. Las predicciones numéricas en términos de fuerza máxima y daño inducido a la probeta se han comparado con los correspondientes resultados experimentales.

PALABRAS CLAVE: UHMWPE, Delaminación, Impacto de baja velocidad.

ABSTRACT

High molecular weight polyethylene (UHMWPE) fibres are characterized by their high tensile strength, low density and great resistance to corrosion and degradation. Specifically, their low density combined with a high elastic modulus allows these fibres to quickly disperse the effects of an impact process. This makes the use of composite materials reinforced with these fibres appropriate in the development of protection systems at different impact velocity, such as personal protection and lightweight armour. To analyse the mechanical behaviour of UHMWPE composites under low velocity impact, tests have been carried out in a drop weight tower. By varying the impact energy, plates of the same thickness manufactured with different types of UHMWPE have been tested, observing that the main energy absorption mechanism in the range of impact energies studied is the delamination between layers of material. Using the finite element method, implemented in the commercial code ABAQUS/Explicit, low velocity impact test in a drop tower has been modelled. Numerical predictions in terms of maximum force and damage induced to the virtual specimen have been compared with the corresponding experimental results.

KEYWORDS: UHMWPE, Delamination, Low-velocity Impact.

1. INTRODUCCIÓN

El desarrollo de protecciones personales de carácter ligero para Fuerzas y Cuerpos de Seguridad del Estado (FFCCSE) y las Fuerzas Armadas (FFAA), es un campo de trabajo en constante evolución cuyo principal objetivo es la combinación de bajo peso, alta resistencia a las diferentes sollicitaciones de carga durante su vida en servicio y durabilidad entre otras. Las amenazas incluyen caídas y golpes e impactos de munición o fragmento o incluso explosiones. Una de las sollicitaciones más

comunes y con mayor exposición en el día a día en servicio se produce durante las maniobras o transportes de personal, donde caídas y golpes sobre las protecciones pueden comprometer la integridad estructural y el correcto funcionamiento del componente en futuras amenazas más comprometedoras.

En la actualidad el material, en auge para el desarrollo de este tipo de protecciones es el polietileno de ultra-alto peso molecular que posee un 25% menos de peso y un 30% más de resistencia en las fibras (4 GPa en

UHMWPE y 3 GPa en aramida) [1] que el material compuesto de aramida, ampliamente utilizado en el desarrollo y fabricación de protecciones personales de carácter ligero, lo que lo hace idóneo para su implementación en sistema de protección personal.

Por esta razón el estudio de estos materiales en todo el rango de velocidades de impacto al que pueden estar sometidos resulta de gran interés científico e industrial.

En este trabajo se pretende abordar el análisis de impacto a baja velocidad que como se ha explicado es parte de las posibles solicitaciones esperables durante la vida en servicio del componente. Se presenta un estudio del comportamiento mecánico del UHMWPE sometido a impactos de baja velocidad en términos de energía absorbida y extensión de daño inducido en la probeta. Se compararán los resultados obtenidos con datos de ensayos similares en material compuesto base aramida realizados en estudios previos de los autores [3].

Conocer el comportamiento del material ante situaciones de impacto dentro de todo el rango de energías de impacto posible requiere de grandes campañas de ensayos experimentales. Es aquí donde los modelos numéricos validados juegan un papel importante de cara a predecir determinados fenómenos o comportamientos y acotar el número de ensayos. En este trabajo se presenta también un modelo numérico preliminar del UHMWPE sometido a impactos de baja velocidad. Este modelo está basado en la mecánica de daño continuo y contempla el fallo interlaminar e intralaminar de manera desacoplada, por lo que permite captar los diferentes modos de fallo que pueden producirse en la probeta

2. METODOLOGÍA EXPERIMENTAL

2.1. Materiales y métodos

El material compuesto empleado en este trabajo es UHMWPE (Polietileno de ultra-alto peso molecular) que se presenta en laminado unidireccional de capas cruzadas con un volumen de fibra aproximado de 85% embebidas en matriz termoplástica de poliuretano. Cada capa del laminado está estructurada con orientación [0/90/0/90] y son apiladas hasta conseguir la densidad areal de interés. El espesor de cada lámina es 0.14 mm. Posteriormente se prensa en caliente el apilado para adherir todas las láminas y conseguir una presentación del material en placa rígida.

Se han empleado dos tipos de UHMWPE de la marca comercial Dyneema® (HB210 y HB31), cuya diferencia principal es el tipo de fibra SK75 y SK76 y su concentración en el laminado (ambas alrededor del 82-85%). La densidad areal es la misma para ambos materiales 6.88 kg/m². Se han fabricado placas de tamaño 400x400 mm² y cortadas posteriormente mediante chorro de agua a 150x100 mm² (medidas normalizadas para ensayo en torre de caída).

Para realizar el ensayo de impacto a baja velocidad, se empleó una torre de caída de peso Instron-Ceast Fractovis 9350 (Figura 1) que permite variar la masa del percutor, así como la altura de caída para cubrir un amplio rango de energía de impacto. El percutor empleado es semiesférico de 20 mm de diámetro y está instrumentado en su interior, midiendo el histórico de la aceleración durante el impacto.

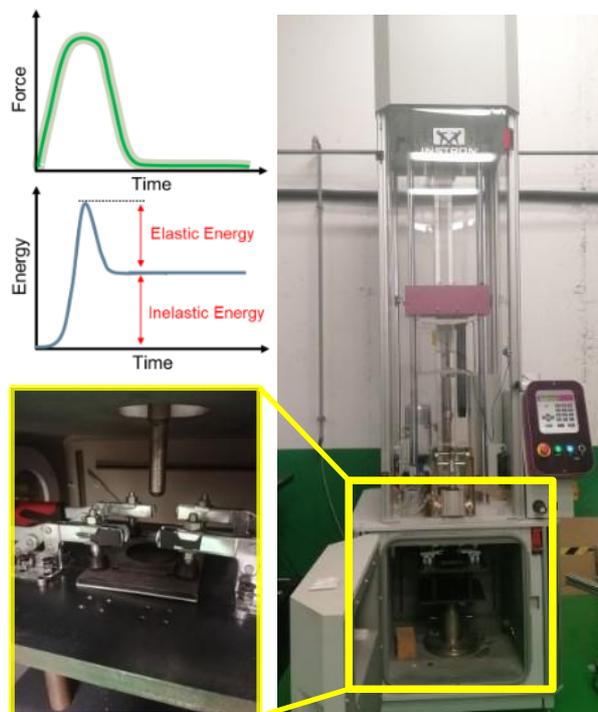


Figura 1. Dispositivo de torre de caída para ensayos de impacto a baja velocidad.

Mediante integraciones sucesivas es posible obtener un registro fuerza – tiempo, así como la evolución de la energía absorbida durante el impacto por la probeta (ver Figura 1).

En referencia al daño inducido en la probeta, se ha realizado un escáner 3D de superficie para medir la deformación permanente en la misma.

2.2. Resultados obtenidos

Se han realizado 8 ensayos para cada tipo de probeta de UHMWPE cubriendo un rango de energías de 10 a 100 J. Para cada ensayo se obtiene el registro fuerza – tiempo y la evolución de la energía absorbida.

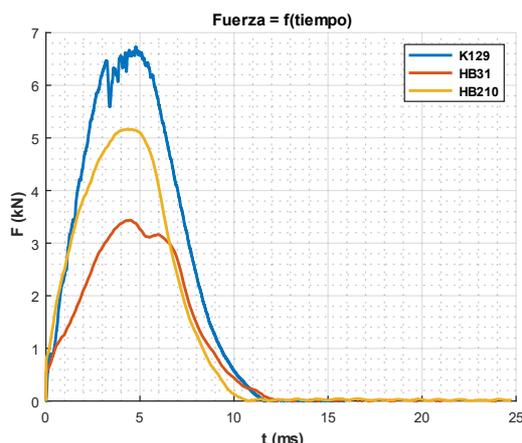


Figura 2. Evolución de la fuerza de contacto para 50 J de energía de impacto. Comparación con ensayos en compuesto de aramida (K129) [3]

La Figura 2 muestra el histórico de la fuerza para el caso de impacto de 50J (caso de energía intermedia seleccionado entre todos los ensayos y tomado como referencia en el modelo numérico). Se observa entre ambos UHMWPE una diferencia de pendientes en la curva en la zona de carga (crecimiento de la curva), esto es debido a la rigidez de la probeta. Posteriormente se observa el pico máximo de fuerza que es notablemente inferior para el caso de HB31 respecto al HB210. En comparación con el compuesto de aramida se observa un pico, seguido de una caída repentina de la fuerza y un nuevo crecimiento. Este comportamiento está asociado a la propagación de la delaminación en el material compuesto, dadas sus características es fácilmente observable en comparación con los dos UHMWPE.

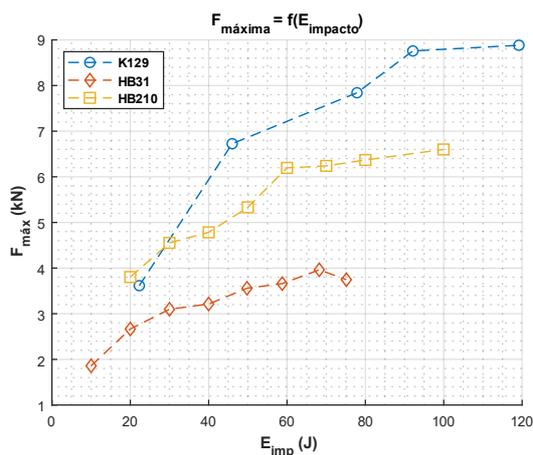


Figura 3. Fuerza máxima de contacto frente a energía de impacto. Comparación con ensayos en compuesto de aramida [3]

La Figura 3 muestra la comparación de la fuerza máxima de contacto durante el impacto en función de la energía de impacto. Se observa que el UHMWPE-HB210 genera

mayor fuerza que el UHMWPE-HB31. En los casos de mayor energía de impacto la diferencia es del 100%. Esto es debido a la rigidez del laminado final, la cual puede deberse a dos motivos principales (la densidad areal es la misma para ambos laminados) que son el tipo de fibra y su concentración (en menor medida puesto que la diferencia no es pequeña) y el proceso de fabricación, puesto que el material es muy sensible al proceso de termo-conformado y puede afectar a la rigidez global de la probeta.

Se puede observar también una tendencia asintótica de la fuerza de contacto por lo que se deduce la fuerza máxima que el material es capaz de soportar independientemente de la energía con la que sea impactado. Para el caso de HB210 este valor umbral se alcanza sobre 80 J y para el caso de HB31 un valor de energía de impacto bastante inferior, 40 J. Este parámetro umbral se puede ver con más claridad con el análisis de la energía absorbida que se muestra en la parte inferior de la Figura 4.

La fuerza de contacto máxima es mucho más elevada en el caso de material compuesto de fibra de aramida. En el caso del material HB31 la fuerza de contacto se reduce en algunos casos (mayores energías de impacto) hasta el 50% y para el HB 210 un 25%. El HB31 tenderá a sufrir mayores deformaciones.

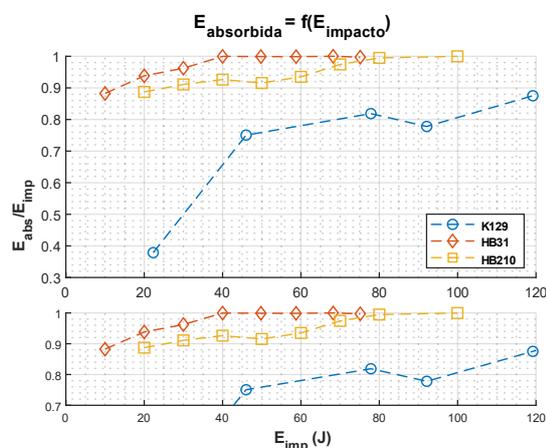


Figura 4. Energía absorbida normalizada frente a energía de impacto. Comparación con ensayos en compuesto de aramida [3]

En referencia a la energía absorbida, el UHMWPE HB210 absorbe más energía que el HB31 para el rango de energías de impacto estudiadas. Esta absorción de energía puede estudiarse desde el punto de vista del daño inducido en la probeta, ya que se observa mayores deformaciones permanentes en la misma (ver Figura 5)

En la Figura 4 se ha tratado la energía de absorbida normalizada a fin de analizar la máxima energía de impacto que es capaz de absorber la probeta. Esta energía se denomina energía de saturación y se asocia con un

100% de daño en la probeta. La figura 4 inferior muestra el detalle donde se alcanza esta energía de saturación.

Se observa que para el HB210 este valor umbral se sitúa en 80 J mientras que para el HB31 es notablemente inferior, 40 J. Por encima de ambas energías de impacto no se produce recuperación elástica de la probeta y toda la energía de impacto ha sido absorbida por los mecanismos de daño del material. En este material se observa como la delaminación entre capas de fibra es el único mecanismo de daño en las probetas.

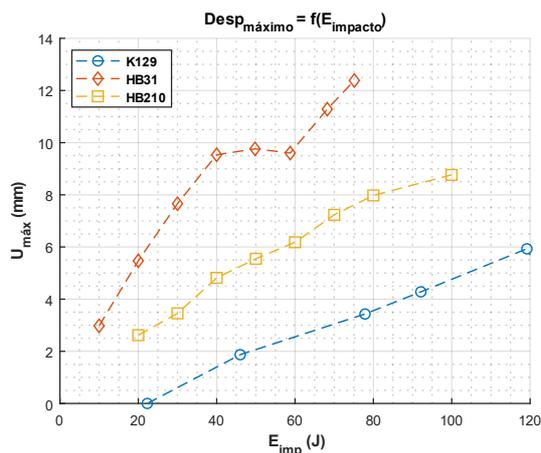


Figura 5. Desplazamiento máximo permanente en la cara posterior de la probeta. Comparación con ensayos en compuesto de aramida.

Por último, se realizó un escaneado 3D de las probetas a fin de analizar la deformación máxima permanente inducida por el impacto. Este daño se atribuye al daño en la matriz y la rotura entre capas por delaminación. La Figura 5 muestra el desplazamiento permanente máximo en ambos materiales para cada energía de impacto ensayada, confirmando que el material HB31 es el que sufre mayores deformaciones en comparación con el HB210. Cabe mencionar que tras los ensayos de impacto se observa en todas las probetas de UHMWPE una pérdida de rigidez notable, pues la delaminación se propaga por todo el material, perdiendo la conexión como placa y comportándose como un conjunto de láminas finas ligeramente sujetas

2. MODELO NUMÉRICO

Se ha utilizado el Método de los Elementos Finitos implementado en el código comercial Abaqus/Explicit para modelar el comportamiento del UHMWPE. El modelado se ha realizado multicapa, es decir, apilando capas individuales con una superficie cohesiva entre ellas para dotar al conjunto de rigidez. Para este modelo, se considera que una capa consta de dos láminas de UHMWPE, a fin de reducir el alto coste computacional que supone modelar todas las láminas del composite real (ver Figura 6). Dada la simetría del problema se ha considerado aplicar simetría a un cuarto.

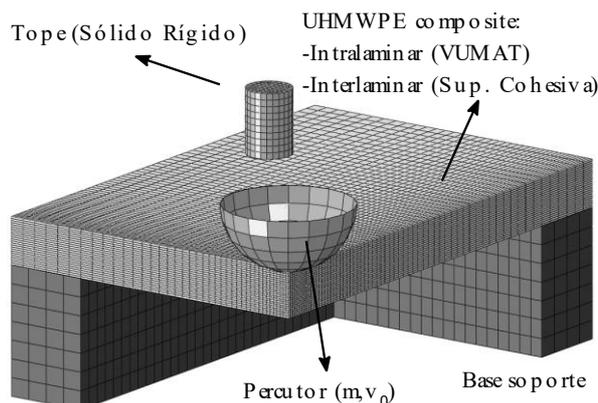


Figura 6. Modelo numérico de impacto a baja velocidad sobre UHMWPE.

Después de analizar la sensibilidad de la malla, se han utilizado 2560 elementos hexaédricos ocho nodos e integración reducida (C3D8R) para cada capa de material considerando un elemento por cada capa en dirección del espesor. El mallado es variable, es decir, en zonas cercanas al impacto se ha mallado con un tamaño de elemento de 0.5 mm y en zonas alejadas elementos de 2 mm. La pieza soporte y el bulón superior se han supuesto sólidos rígidos. Así mismo, el percutor ha sido modelado como una superficie analítica rígida ya que su rigidez es muy superior al del UHMWPE y, además, no se observaron deformaciones permanentes en el mismo durante el ensayo.

El comportamiento mecánico del UHMWPE se ha modelado con una subrutina tipo VUMAT que considera el fallo intralaminar del material. El modelo contempla dos fases: iniciación de daño y propagación del daño con ablandamiento. La iniciación del daño se modela a través de seis criterios de que se describen en las siguientes ecuaciones (1-7).

Tracción dirección 1 fibras

$$\left(\frac{E_1 \varepsilon_1}{s_{1T}}\right)^2 + \left(\frac{G_{31} \varepsilon_{31}}{s_{31}}\right)^2 = r_1^2 \quad (1)$$

Compresión dirección 1 fibras

$$\left(\frac{E_1 \varepsilon_1}{s_{1C}}\right)^2 = r_2^2; \quad \varepsilon_1 < 0 \quad (2)$$

Tracción dirección 2 fibras

$$\left(\frac{E_2 \varepsilon_2}{s_{2T}}\right)^2 + \left(\frac{G_{23} \varepsilon_{23}}{s_{23}}\right)^2 = r_3^2 \quad (3)$$

Compresión dirección 2 fibras

$$\left(\frac{E_2 \varepsilon_2}{s_{2C}}\right)^2 = r_4^2; \quad \varepsilon_2 < 0 \quad (4)$$

“Crushing” fibras (dirección 3)

$$\left(\frac{E_3 \varepsilon_3}{S_3}\right)^2 = r_5^2; \quad \varepsilon_3 < 0 \quad (5)$$

Fallo de la matriz (Cortadura dirección 1-2)

$$\left(\frac{G_{12} \varepsilon_{12}}{S_{12}}\right)^2 = r_{12}^2 \quad (6)$$

La subrutina está basada en la mecánica de daño continuo por lo que al alcanzar un criterio de daño se degradan las propiedades del material. Esta degradación progresiva se realiza mediante una función de daño exponencial [4] (ecuación 7)

$$\varphi_j = 1 - e^{\frac{1}{m}(1-r_j^m)}; \quad r_j \geq 1 \text{ \& } j = 1,2 \dots 7 \quad (7)$$

$$w_i = \max(\varphi_i q_{ij}); \quad i = 1,2, \dots, 6 \quad (8)$$

Donde r_j es el límite de daño. Los parámetros m_i controlan la degradación. La matriz de rigidez [C] que controla el estado del material. La ecuación 9 muestra la inversa de la matriz de rigidez:

$$C^{-1} = S = \begin{pmatrix} \frac{1}{E_1(1-w_1)} & -\frac{\nu_{12}}{E_2} & -\frac{\nu_{31}}{E_3} & 0 & 0 & 0 \\ -\frac{\nu_{12}}{E_2} & \frac{1}{E_1(1-w_1)} & -\frac{\nu_{12}}{E_2} & 0 & 0 & 0 \\ \frac{E_1}{E_1(1-w_1)} & -\frac{\nu_{12}}{E_2} & -\frac{\nu_{23}}{E_3} & \frac{1}{E_2} & 0 & 0 \\ -\frac{\nu_{12}}{E_2} & \frac{1}{E_1(1-w_1)} & -\frac{\nu_{23}}{E_3} & \frac{1}{E_2} & 0 & 0 \\ \frac{E_1}{E_1(1-w_1)} & -\frac{\nu_{12}}{E_2} & -\frac{\nu_{23}}{E_3} & \frac{1}{E_2} & \frac{1}{G_{23}(1-w_5)} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & \frac{1}{G_{23}(1-w_5)} & \frac{1}{G_{31}(1-w_6)} \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & \frac{1}{G_{31}(1-w_6)} \end{pmatrix} \quad (9)$$

Aunque la metodología propuesta es aplicable a ambos materiales, dada la carencia de bibliografía respecto a las propiedades mecánicas, este trabajo se ha centrado en el modelado del comportamiento del HB210, cuyas propiedades mecánicas se muestran en la tabla 1

Tabla 1. Propiedades mecánicas del HB210 [5]

ρ	E_{11}	E_{22}	E_{33}	G_{12}	G_{13}	G_{23}	ν_{12}	ν_{13}	ν_{23}
[kg/m ³]	[GPa]	[GPa]	[GPa]	[GPa]	[GPa]	[GPa]			
970	49.0	49.0	9.2	0.1	0.1	0.1	0.013	0.01	0.1

S_{1T}	S_{1C}	S_{2T}	S_{2C}	S_{3C}	S_{12}	S_{13}	S_{23}
[kg/m ³]	[MPa]						
1300	13000	1300	13000	1300	1.8	625	625

Para modelar el daño interlaminar se han empleado superficies cohesivas implementadas directamente en Abaqus/Explicit y cuyos parámetros se muestran en la Tabla 2.

Tabla 2. Propiedades cohesivas del HB210 [5]

K_n	K_n	K_n	t_n	$t_n = t_n$	G_{1c}	$G_{1c} = G_{1c}$	α
[N/mm ²]	[MPa]	[MPa]	[MPa]	[MPa]	[N/mm]	[N/mm]	
100	1.2	1.8	0.544	0.85	1		

Como ejemplo representativo, en la Figura 7, se compara la evolución de la fuerza de contacto calculadas con la obtenida experimentalmente para el caso de impacto de 50J

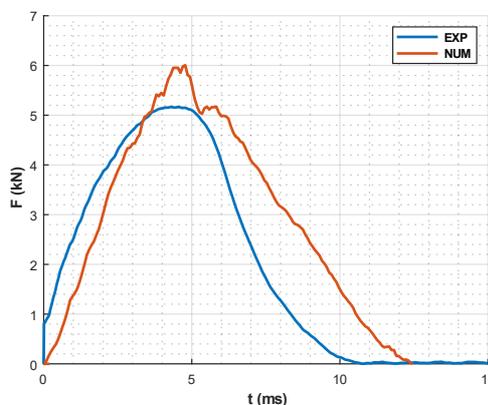


Figura 7. Comparativa experimental-numérica de la evolución de la fuerza (50 J)

Los resultados obtenidos muestran una correcta predicción del modelo numérico preliminar desarrollado. La primera zona de la curva (zona de carga) se asocia con un comportamiento elástico del material hasta que se produce el fallo por delaminación donde la fuerza cae debido a la pérdida de rigidez de la probeta. La diferencia de resultados se puede asociar entre otros aspectos a la carencia de propiedades mecánicas de la literatura y al proceso de fabricación del material, ya que este tipo de material compuesto es muy sensible al proceso de conformado en caliente.

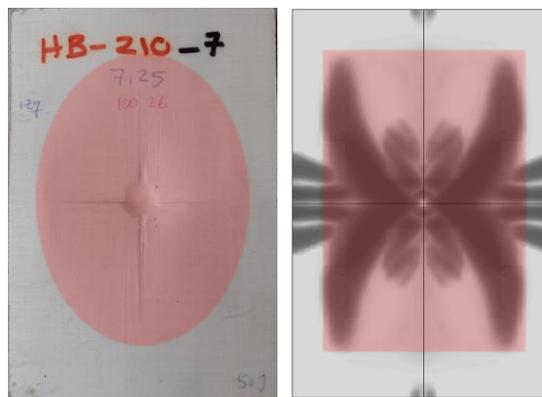


Figura 8. Análisis comparativo de daño en la probeta. (Izda) Experimental, (drcha.) Numérico.

Por último, se ha analizado la extensión del daño en la probeta mediante un análisis numérico de la delaminación y se ha comparado con la extensión del daño en la probeta real obtenida directamente por inspección visual, ya que se observa que la delaminación alcanza los bordes libres de la probeta (Figura 8). El modelo numérico reproduce adecuadamente la propagación de la delaminación que alcanza los bordes libres ambas direcciones del plano de la probeta.

4. CONCLUSIONES

En este estudio se ha realizado un análisis experimental del comportamiento frente a impacto a baja velocidad de materiales compuestos basados en fibras de polietileno de ultra-alto peso molecular (UHMWPE). Se han empleado dos tipos diferentes de UHMWPE muy similares, pero con grandes diferencias en la respuesta ante impacto.

Se ha realizado un estudio de la fuerza máxima de contacto debida al impacto, así como de la energía absorbida por cada probeta. Se ha observado que en el rango de energías de impacto la delaminación es el mecanismo de absorción de energía predominante. No se han observado fallos por rotura de fibra del material.

Así mismo, se ha comparado con otro material ampliamente utilizado en el campo de las protecciones personales, el material compuesto de fibra de aramida. Se ha observado que el UHMWPE tiene un límite máximo de absorción de energía menor que la aramida. En términos de deformación permanente en la probeta, para un mismo nivel de energía de impacto, el trauma permanente en la cara posterior del UHMWPE es mayor.

De este análisis se puede deducir que las soluciones mono-materiales pueden no ser satisfactorias si se desea cubrir todo el rango de energías de impacto. Además, se considera que el material es muy sensible al proceso de fabricación por termoconformado y afecta enormemente a la respuesta global del laminado.

El modelo numérico preliminar desarrollado incorpora daño intralaminar con degradación no lineal de las propiedades y daño interlaminar mediante superficies cohesivas. Este modelo preliminar, es capaz de proporcionar una buena aproximación en términos de fuerza máxima y área delaminada en el material.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecer a la Agencia Estatal de Investigación (AEI) la financiación obtenida a través del proyecto PID2020-118946RB-I00. I. Rubio agradece al Ministerio de Ciencia, Innovación y Universidades y a la Convocatoria de la Universidad Carlos III de Madrid de Ayudas para la recualificación del sistema universitario español para 2021-2023.

REFERENCIAS

- [1] Grujicic, M., Glomski, P. S., He, T., Arakere, G., Bell, W. C., & Cheeseman, B. A. *Material modeling and ballistic-resistance analysis of armor-grade composites reinforced with high-performance fibers*. Journal of Materials Engineering and Performance, 2009. 18, 1169-1182.
- [2] Hazzard, M. K., Trask, R. S., Heisserer, U., Van Der Kamp, M., & Hallett, S. R. (2018). *Finite element modelling of Dyneema® composites: from*

quasi-static rates to ballistic impact. Composites Part A: Applied Science and Manufacturing, 2018. 115, 31-45

- [3] Moure, M. M., Rubio, I., Aranda-Ruiz, J., Loya, J. A., & Rodríguez-Millán, M. *Analysis of impact energy absorption by lightweight aramid structures*. Composite Structures, 2018. 203, 917-926.
- [4] Matzenmiller, A. L. J. T. R., Lubliner, J., & Taylor, R. L. *A constitutive model for anisotropic damage in fiber-composites*. Mechanics of materials, 1995, 20(2), 125-152.
- [5] Staniszewski, J. M., Boyd, S. E., & Bogetti, T. A. *A multi-scale modeling approach for UHMWPE composite laminates with application to low-velocity impact loading*. International Journal of Impact Engineering, 2022.159, 104031.

FRACTURA DE BIOMATERIALES

DISEÑO Y CARACTERIZACIÓN DE SOLUCIONES PACIENTE-ESPECÍFICAS BASADAS EN ESTRUCTURAS TRIPLEMENTE PERIÓDICAS CON MÍNIMA SUPERFICIE CON PROPIEDADES NO ISÓTROPAS PARA EL TRATAMIENTO DE FRACTURAS ÓSEAS DE GRAN TAMAÑO

Ricardo Belda*, Raquel Megías, Ana Vercher-Martínez, Eugenio Giner

Instituto Universitario de Ingeniería Mecánica y Biomecánica - I2MB, Departamento de Ingeniería Mecánica y de Materiales, Universitat Politècnica de València, Camino de Vera, 46022 Valencia, España

* Persona de contacto: ribelgon@upv.es

RESUMEN

Las fracturas óseas de grandes dimensiones se caracterizan por la presencia de un defecto óseo que condiciona el tipo de tratamiento a recibir. Concretamente, se utilizan andamios óseos que ocupan el espacio del defecto óseo para mantener la integridad estructural del hueso. Las estructuras Triplemente Periódicas con Mínima Superficie (TPMS) han ganado interés para su uso como andamios, ya que presentan ventajas respecto a otras geometrías utilizadas. Los andamios óseos deben presentar propiedades mecánicas y morfométricas similares a las del hueso para evitar su aflojamiento y permitir una adecuada transmisión de nutrientes y liberación de desechos. Sin embargo, las estructuras TPMS presentan una limitación en cuanto al ajuste de propiedades, ya que su simetría dificulta disponer de propiedades ortótropas ajustables.

En este trabajo, se pretende superar dicha limitación mediante el diseño de nuevas estructuras que permitan ajustar las propiedades ortótropas. El procedimiento propuesto consiste en la distorsión de la estructura TPMS original en una dirección, teniendo como resultado estructuras con comportamiento transversalmente isótropo. Los resultados indican que la metodología propuesta permite ajustar las propiedades mecánicas del andamio, consiguiendo un grado de anisotropía entre 1 y 3.33 para los casos estudiados.

PALABRAS CLAVE: Elementos finitos, anisotropía, andamio óseo, hueso trabecular, TPMS.

ABSTRACT

Large bone fractures are characterized by a bone defect that conditions the fixation treatment. Specifically, bone scaffolds are used to fill the defect and keep the structural integrity of the bone. Triply Periodic Minimal Surface (TPMS) structures have gained interest to be used in bone scaffolds due to the advantages with respect to other commonly used geometries. Bone scaffolds require mechanical and morphometric properties similar than bone to avoid loosening and to permit an adequate nutrients and waste exchange. However, TPMS structures present a limitation regarding the adjustment of orthotropic elastic properties due to their symmetry.

In this work, we aim at designing new structures based on TPMS that permit the adjustment of the orthotropic properties. The procedure proposed consists of the distortion of the original TPMS, resulting in transversely isotropic structures. The results reveal that this methodology permits to adjust the mechanical properties, achieving an anisotropy degree between 1 and 3.33 for the cases studied.

KEYWORDS: Finite elements, anisotropy, bone scaffold, cancellous bone, TPMS.

1. INTRODUCCIÓN

Las fracturas óseas con defectos de grandes dimensiones suponen un desafío, ya que requieren de tratamientos no convencionales para su curación. Dichas fracturas pueden producirse por traumatismos, resecciones tumorales o infecciones [1] y se caracterizan por un tamaño mayor de 2 cm y una pérdida ósea del tejido circundante de más del 50 % [2]. Para su tratamiento, suelen utilizarse distintos sistemas de fijación como tornillos, placas y andamios, que actúan como estructura auxiliar ayudando a mantener la integridad del hueso durante su tratamiento.

Además, los andamios deben proporcionar un ambiente adecuado que favorezca el crecimiento óseo y la osteointegración. Para ello, es necesario optimizar las propiedades mecánicas y morfométricas de las estructuras utilizadas como andamios. El comportamiento mecánico del andamio debe ser similar al del hueso en la vecindad del defecto, así como su morfometría.

En las últimas décadas, se ha venido utilizando estructuras reticuladas o porosas que permiten cierta permeabilidad para el intercambio de nutrientes y la liberación de desechos [3].

Más recientemente, las estructuras Triplemente Periódicas con Mínima Superficie (TPMS) han ganado interés por sus ventajas respecto a las estructuras reticuladas convencionales, ya que presentan menos concentradores de tensión y una gran versatilidad en el diseño de las unidades elementales de los andamios [4].

Las mejoras en la impresión 3D para la generación de soluciones paciente-específicas ha permitido un gran desarrollo de alternativas estructurales para ser utilizadas en este contexto [5]. Sin embargo, la simetría existente en las estructuras TPMS elimina la posibilidad de disponer de un comportamiento ortótropo ajustable en cada dirección en función de la localización del defecto [4].

En este trabajo, se pretende superar tal limitación mediante el diseño de estructuras ortótropas basadas en TPMS que permitan el ajuste de las propiedades en cada dirección. Para ello, se plantea una metodología de diseño que relaciona distorsión de la geometría con variación en sus propiedades mecánicas.

2. MATERIALES Y MÉTODOS

2.1. Estructuras TPMS analizadas

Las estructuras TPMS se generan a partir de ecuaciones *level-set* en las que, para una superficie se cumple:

$$\Phi(x, y, x) = c \quad (1)$$

siendo $\Phi(x, y, x)$ una función trigonométrica que describe la iso-superficie evaluada en un valor c . Concretamente, en este trabajo se analiza, como estructura base, un giroide tipo *sheet*, en el que se genera la estructura considerando la ecuación (2), utilizando como función trigonométrica la ecuación (3).

$$-c < \Phi(x, y, x) < c \quad (2)$$

$$\Phi(x, y, x) = \sin(X) \cos(Y) + \sin(Y) \cos(Z) + \sin(Z) \cos(X) \quad (3)$$

Para generar el giroide base, con una fracción en volumen del 30 % y considerando 2 celdas unidad por lado del cubo, se ha utilizado el programa MSLattice [6], teniendo como resultado la estructura representada en la Figura 1.



Figura 1. Giroide tipo *sheet* con un 30 % de fracción en volumen utilizado como estructura base.

A partir del giroide base, planteamos una metodología sencilla para controlar las propiedades en cada dirección,

que consiste en deformar la estructura en una de las direcciones. Para evaluar la metodología propuesta, analizamos tres factores de escala: 25, 50 y 100 %. Las estructuras resultantes se muestran en la Figura 2, donde se observa el efecto del escalado del giroide base. Cada tipología ha sido nombrada de acuerdo con su factor de escala β (*scale factor, SC*).

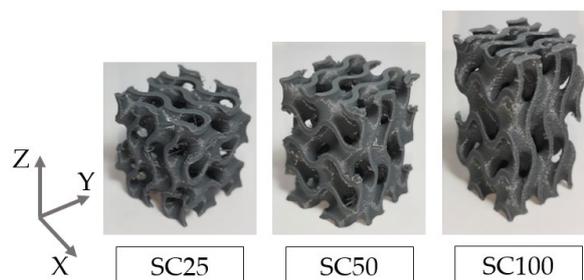


Figura 2. Giroides escalados generados a partir del giroide base con un factor de escala del 25, 50 y 100 % en la dirección escalada.

2.2. Fabricación de muestras

Considerando 2 direcciones de fabricación (longitudinal o de escalado y transversal, ver Figura 3), obtenemos 2 muestras para cada dirección y tipología, disponiendo de 16 muestras en total, con 20 mm de base y 20, 25, 30 y 40 mm de altura para cada tipología estudiada. Se utilizó una impresora 3D *Ultimaker S3*, con ácido poliláctico (PLA) como material de impresión y los siguientes parámetros de impresión para todas las estructuras: altura de capa 0.1 mm, densidad de relleno 100 %, velocidad impresión 30 mm/s, temperatura de impresión 200 °C.

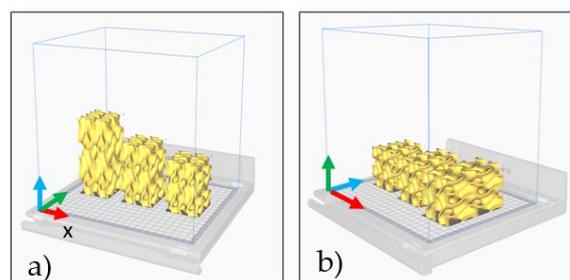


Figura 3. Representación de las dos direcciones de fabricación consideradas para evaluar su efecto en la respuesta mecánica: a) longitudinal o de escalado y b) transversal.

2.3. Caracterización experimental mediante ensayos a compresión

Para caracterizar la respuesta a compresión y evaluar la anisotropía conseguida se llevaron a cabo ensayos no destructivos en las 3 direcciones para registrar los respectivos módulos de Young aparentes, seguido de un ensayo destructivo en la dirección de escalado. Para ello, se utilizó una máquina servohidráulica Instron 8801 con platos de compresión, aplicando control en desplazamientos a 2 mm/min. De las señales carga-desplazamiento se calculan el módulo de elasticidad

aparente a compresión E_{app} , la tensión de fallo (a carga máxima) σ_f y la deformación a esa tensión de fallo ϵ_f .

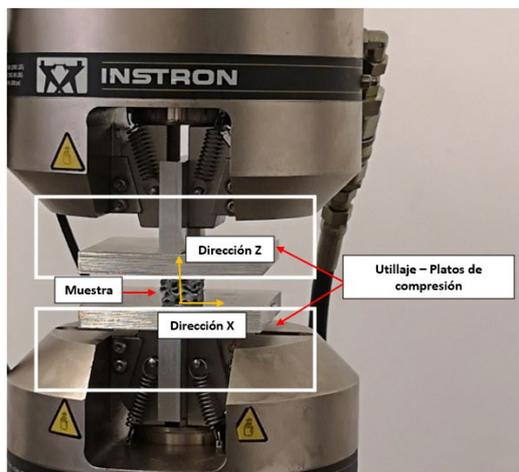


Figura 4. Detalle del montaje experimental para la caracterización de la respuesta a compresión.

2.4. Modelado con elementos finitos

La malla de elementos finitos se generó utilizando el programa ScanIP (Simpleware, UK), con elementos tetraedros lineales (código C3D4 de Abaqus), obteniendo una elevada discretización, tal y como se observa en la Figura 5. En cuanto a las propiedades del material, se define un comportamiento isotrópico elástico-lineal, cuyo módulo de Young se calibra en función de los resultados experimentales y se define un coeficiente de Poisson $\nu=0.3$. Se definieron las mismas condiciones de contorno que en los ensayos experimentales con el objetivo de reproducirlos y, mediante análisis inverso, estimar las propiedades elásticas y de fallo.

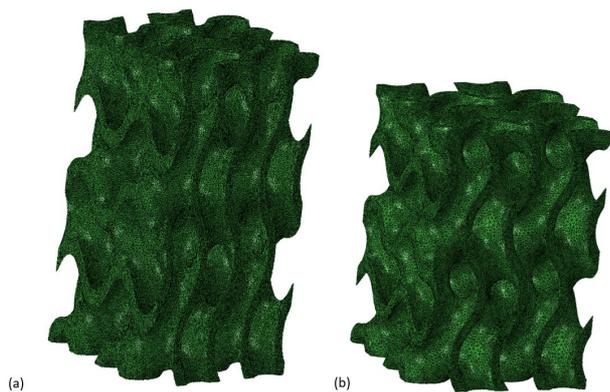


Figura 5. Mallas de elementos finitos generadas para los modelos a) SC100 y b) SC50.

2.5. Criterio de fallo

El fallo a compresión se ha modelado utilizando un criterio basado en la deformación equivalente, ecuación (4) y degradando el módulo de Young, ecuación (5), en función de la variable de daño D , que sigue la ecuación (6).

$$\epsilon_{eq} = \sqrt{\frac{2}{3} \cdot \epsilon_{ij} \cdot \epsilon_{ij}} \quad (4)$$

$$\sigma_{ij} = (1 - D) \cdot C_{ijkl} \cdot \epsilon_{kl} \quad (5)$$

$$D = \begin{cases} 0 & \epsilon_{eq} \leq \epsilon_{y,c} \\ D_c \cdot \epsilon_{eq}^n & \epsilon_{y,c} < \epsilon_{eq} < \epsilon_{f,c} \\ D_c & \epsilon_{eq} \geq \epsilon_{f,c} \end{cases} \quad (6)$$

3. RESULTADOS

3.1. Resultados experimentales

En primer lugar, el estudio respecto a la dirección de fabricación (dirección de fabricación Y o dirección de fabricación Z) indica que no afecta de forma significativa a los resultados (p -valor < 0.05), tras un análisis estadístico ANOVA. Los resultados de la respuesta elástica en función de la dirección de fabricación se muestran en la Figura 6.

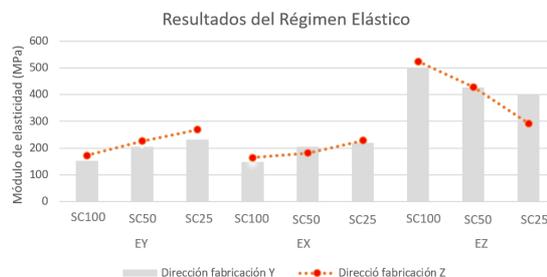


Figura 6. Módulo de elasticidad aparente a compresión en las tres direcciones ortogonales de ensayo y para los tres factores de escalado, distinguiendo las dos direcciones de fabricación consideradas (Y o Z).

En la Figura 7, se observa el efecto del escalado del giroide base, que da lugar a un aumento del módulo de elasticidad aparente a compresión en la dirección Z conforme aumenta el factor de escala. Además, se observa cómo esa deformación de la estructura original, en las direcciones transversales X, Y, produce una reducción de las propiedades elásticas aparentes respecto a la estructura original.

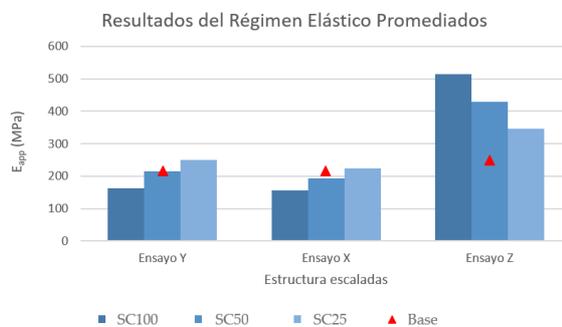


Figura 7. Módulo de elasticidad aparente a compresión en las tres direcciones ortogonales de ensayo para los giroides SC25, SC50 y SC100 y comparación con el giroide base.

Respecto al grado de anisotropía (GA) conseguido, definido como la ratio entre el módulo de elasticidad a compresión en la dirección escalada y el valor medio de las direcciones transversales, los resultados obtenidos se presentan en la Figura 8. Se observa una relación lineal entre GA y el factor de escala utilizado, consiguiendo un grado de anisotropía de hasta 3.3 para el factor de escala del 100 %.

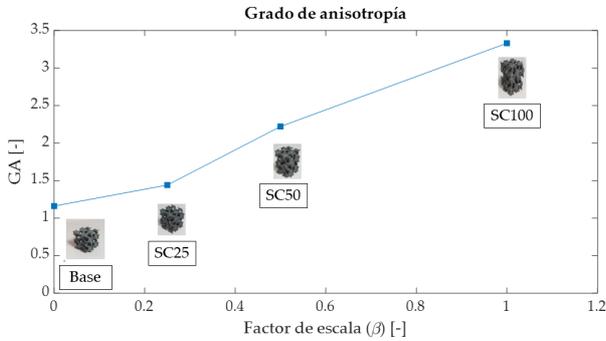


Figura 8. Grado de anisotropía conseguido en función del factor de escala.

En cuanto a las propiedades de fallo, la Tabla 1 recoge los valores medios estimados para cada tipología. Se observa un aumento de la tensión de fallo conforme aumenta el factor de escala que, representado respecto al módulo de elasticidad aparente a compresión muestra una relación lineal, mostrada en la Figura 9. En cuanto a la deformación de fallo, se mantiene aproximadamente constante, con un valor en torno al 4 % para todas las tipologías estudiadas.

Tabla 1. Propiedades elásticas y de fallo a nivel aparente en dirección Z estimadas a partir de los ensayos a compresión.

	Base	SC25	SC50	SC100
\bar{E}_{app} [MPa]	250.87 ± 10	345.33 ± 20	378.17 ± 25	465.85 ± 15
$\bar{\sigma}_f$ [MPa]	7.21 ± 0.2	10.59 ± 0.02	11.43 ± 0.33	12.87 ± 0.58
$\bar{\epsilon}_f$ [-]	0.044 ± 0.003	0.041 ± 0.003	0.041 ± 0.006	0.038 ± 0.003

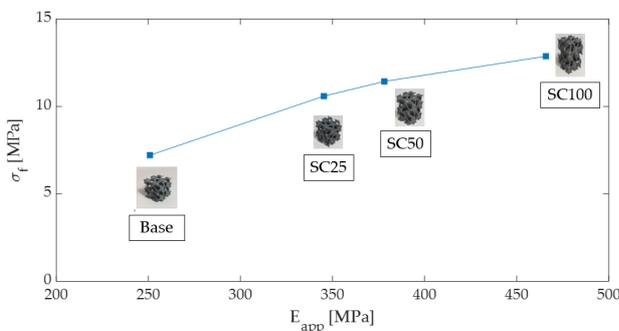


Figura 9. Relación entre el módulo de elasticidad aparente a compresión y la tensión de fallo.

3.2. Estimación de propiedades elásticas y de fallo mediante los modelos de elementos finitos

En la Figura 10, se presenta la comparación entre la respuesta experimental y la simulada con elementos finitos, tras la calibración de propiedades elásticas y de fallo. Se observa cómo los modelos reproducen con buena precisión la respuesta experimental.

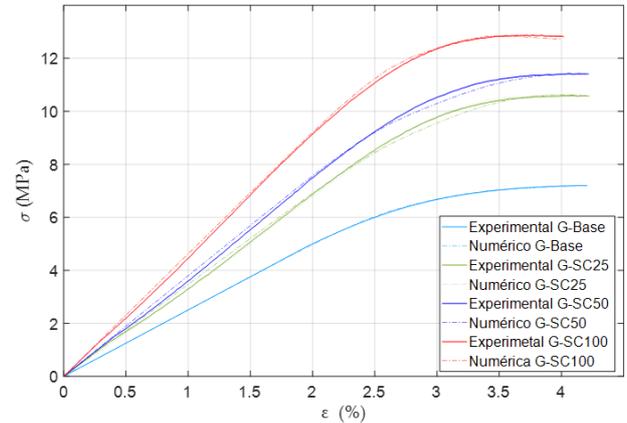


Figura 10. Comparación respuesta experimental y simulaciones numéricas.

Del análisis inverso se han estimado las propiedades elásticas y de fallo, recogidas en la Tabla 2. El valor del módulo de Young es muy similar al valor proporcionado por el fabricante de PLA (2800 MPa). En cuanto a las deformaciones de fallo a nivel de material, el análisis inverso ha permitido estimar una deformación de fluencia de 0.03 y una deformación de fallo completo de 0.08 para todas las muestras simuladas.

Tabla 2. Propiedades elásticas y de fallo a nivel de material estimadas por análisis inverso.

$E_{material}$ [MPa]	ϵ_y	ϵ_f
2595.8 ± 118	0.03	0.08

4. DISCUSIÓN

Para evaluar el objetivo principal del trabajo, el ajuste de las propiedades ortótropas en cada dirección en función del hueso en el que implantar el andamio óseo, comparamos los resultados obtenidos con una muestra bio inspirada trabecular fabricada en PLA [7] (para no tener dependencia de material) focalizando en el efecto de la geometría, y con muestras de hueso trabecular [8].

Para la muestra bioinspirada, proveniente de hueso trabecular vertebral de cerdo, se estimó un módulo elástico aparente a compresión de 115 y 144 MPa en las direcciones transversales y 432 MPa en la dirección longitudinal [7], obteniendo un grado de anisotropía de 3.33, que coincide con el conseguido para la tipología SC100.

En la Figura 11, se muestra una comparación de la respuesta experimental de las estructuras estudiadas y la muestra bio inspirada, donde se observa la similitud en el comportamiento mecánico.

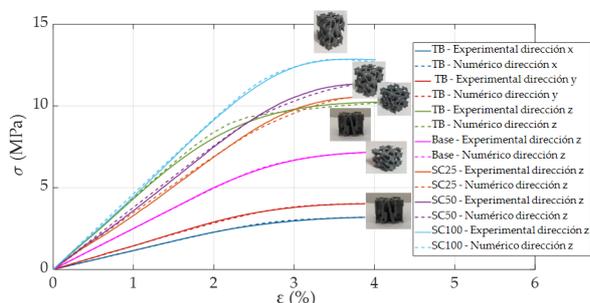


Figura 11. Comparación de la respuesta a compresión de una muestra bioinspirada de hueso trabecular en las tres direcciones y las tipologías analizadas en el trabajo en dirección longitudinal.

Respecto a las muestras de hueso trabecular vertebral de cerdo, en la literatura se ha reportado un valor de grado de anisotropía de 3 [8], por lo que un escalado SC100 sería suficiente para conseguir el mismo comportamiento mecánico. Cabe mencionar que habría que tener en cuenta también el material a nivel de tejido que, en el caso del hueso trabecular es más rígido que el PLA. En ese sentido, sería necesario evaluar otros materiales y referir también los resultados al módulo de elasticidad a compresión además de al grado de anisotropía.

El estudio realizado, aplicado a un giroide, muestra la versatilidad y facilidad de diseño de soluciones paciente-específicas. No obstante, queda pendiente el estudio de otras TPMS para cuantificar el grado de anisotropía conseguido en función de la geometría inicial y cómo afecta al proceso de fallo.

5. CONCLUSIONES

En este trabajo se ha presentado una metodología para ajustar las propiedades ortótropas en cada dirección mediante el escalado o distorsión de la geometría original de la estructura TPMS (giroide). El objetivo principal es superar la limitación existente para este tipo de estructuras en las que la simetría existente condiciona una misma respuesta en las 3 direcciones ortogonales.

Se ha demostrado que, mediante la utilización de un factor de escala β se puede ajustar la anisotropía hasta un factor de 3.33 para el factor de escala del 100 %. Además, se ha detectado que, en las direcciones transversales, una distorsión de la geometría en dirección longitudinal supone una reducción en la rigidez aparente.

Por otro lado, se ha observado que no existe una influencia significativa de la dirección de fabricación en la respuesta mecánica.

Por último, se ha encontrado una relación prácticamente lineal entre la rigidez a compresión y la tensión de fallo, lo que permite estimar el fallo utilizando simulaciones elásticas.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecer la siguiente financiación recibida para realizar este trabajo: Ministerio de Ciencia e Innovación MCIN/AEI/10.13039/50110 0 011033 a través de los proyectos PID2020-118480RB-C21 y PID2020-118920RB-I00, Unión Europea NextGenerationEU/PRTR a través del proyecto PDC2021-121368-C22 y Generalitat Valenciana (Programa PROMETEO 2021/046 y Plan FDGENT 2018 GVA).

REFERENCIAS

- [1] L. Vidal, C. Kamleitner, M.A. Brennan, A. Hoornaert, P. Layrolle. *Reconstruction of Large Skeletal Defects: Current Clinical Therapeutic Strategies and Future Directions Using 3D Printing*. Front. Bioeng. Biotechnol. 8 (2020) 61.
- [2] S.J. Tsang, N. Ferreira, A.H.R.W. Simpson. *The reconstruction of critical bone loss: the holy grail of orthopaedics*. Bone Joint Res. 11(6) (2022) 409-412.
- [3] A. Fallah, M. Altunbek, P. Bartolo, G. Cooper, A. Weightman, G. Blunn, B. Koc. *3D printed scaffold design for bone defects with improved mechanical and biological properties*. J. Mech. Behav. Biomed. Mater. (2022) 105418.
- [4] R. Belda, R. Megías, M. Marco, A. Vercher-Martínez, E. Giner. *Numerical analysis of the influence of triply periodic minimal surface structures morphometry on the mechanical response*. Comput. Methods Programs Biomed. 230 (2023) 107342.
- [5] M. Marco, R. Belda, M.H. Miguélez, E. Giner, *Numerical analysis of mechanical behaviour of lattice and porous structures*. Compos. Struct. 261 (2021) 113292.
- [6] O. Al-Ketan, R.K.A. Al-Rub. *MSLattice: a free software for generating uniform and graded lattices based on triply periodic minimal surfaces*. Mat. Design Process Comm. (2020) E205.
- [7] R. Megías, R. Belda, A. Vercher-Martínez, E. Giner. *Análisis del comportamiento elástico y la fractura a compresión de una muestra bioinspirada de hueso trabecular fabricada en ácido poliláctico*. Revista Española de Mecánica de la Fractura 2 (2021) (2) 3-8.
- [8] R. Belda González. *Mechanical and morphometric characterization of cancellous bone*. Tesis Doctoral, Universitat Politècnica de València. (2020).

MODELADO NUMÉRICO Y PREDICCIÓN DE FRACTURA MEDIANTE EL MÉTODO PHASE-FIELD PARA SUSTITUTOS DE COSTILLA FABRICADOS CON PLA POR IMPRESIÓN 3D

Mario Álvarez-Blanco^{1*}, Diego Infante-García², Miguel Marco¹, M. Henar Miguélez¹, Eugenio Giner²

¹ Departamento de Ingeniería Mecánica, Universidad Carlos III de Madrid, Avda. de la Universidad 30, 28911 Leganés, Madrid, España

² Instituto Universitario de Ingeniería Mecánica y Biomecánica - I2MB, Departamento de Ingeniería Mecánica y de Materiales, Universitat Politècnica de València, Camino de Vera, 46022 Valencia, España

* Persona de contacto: marioab@pa.uc3m.es

RESUMEN

Este trabajo presenta el desarrollo y modelado de sustitutos óseos de costilla, centrándose en la predicción de fractura. Se utilizaron muestras de costilla porcina como referencia. Los huesos artificiales se elaboraron con ácido poliláctico mediante fabricación aditiva basada en la impresión 3D, utilizando las geometrías escaneadas de las muestras reales. Se realizó un análisis previo con probetas prismáticas para estudiar la influencia de ciertos parámetros de impresión. A partir de estos resultados, se fabricaron huesos artificiales con diferentes configuraciones de impresión. El comportamiento a flexión de las probetas se evaluó a través de un útil de flexión a tres puntos bajo condiciones cuasiestáticas. Aparte, se generaron los modelos numéricos correspondientes basados en el método de elementos finitos. Se aplicó la técnica de homogeneización para simplificar la estructura generada durante la fabricación y se implementó el enfoque variacional del problema de fractura phase-field para simular la grieta. La comparación entre las muestras porcinas y los huesos artificiales demostró que la metodología seguida es adecuada para el desarrollo de sustitutos óseos. Además, la validación del método phase-field como herramienta de predicción lo convierte en un recurso prometedor para ajustar y correlacionar los parámetros de impresión con las propiedades mecánicas en trabajos futuros.

PALABRAS CLAVE: FEM, Phase-field, Homogeneización, Flexión, PLA.

ABSTRACT

This work presents the development and modelling of rib bone surrogates, focusing on the fracture prediction. Porcine rib samples were utilised as reference. Artificial bones were manufactured with polylactic acid through material extrusion-based additive manufacturing using the scanned geometries of real samples. A prior assessment with prismatic specimens was carried out to study the influence of certain process parameters. According to these outcomes, several artificial bones with different printing configurations were manufactured. The flexural behaviour of all specimens and surrogates was tested on a three-point bending rig under quasi-static conditions. In addition, the corresponding numerical models based on the finite element method were generated. The homogenization technique was used to simplify the lattice core generated during the manufacturing process. Besides, phase-field approach was implemented to simulate cracks nucleation and propagation. The comparison of real rib samples and artificial bones proved that the material extrusion process and simulant material are suitable for the development of bone surrogates. The implementation of the phase-field modelling of fracture allowed us to obtain reliable results from the simulations, becoming a promising numerical tool to optimise the printing parameters in future works.

KEYWORDS: FEM, Phase-field, Homogenisation, Bending, PLA.

1. INTRODUCCIÓN

Poder predecir la respuesta del esqueleto humano ante diferentes cargas requiere una comprensión exhaustiva de su comportamiento mecánico. Una representación fiel y una caracterización mecánica precisa del tejido óseo son cruciales para la fiabilidad de los resultados. A nivel macroscópico, los huesos están formados por el hueso cortical (carcasa externa) y hueso trabecular (núcleo con

menor densidad). La disponibilidad limitada de muestras óseas reales, aspectos éticos, conservación adecuada y la gran variabilidad de las propiedades justifica la utilización de sustitutos óseos [1]. La fabricación a medida pasa a ser la alternativa a productos comerciales que no siempre son aplicables a ciertos estudios o simplemente son demasiado costosos. Para evitar simplificaciones excesivas, la impresión 3D se presenta como una alternativa eficiente para la generación de

geometrías complejas y el ajuste de propiedades mecánicas [2].

Por otro lado, la implementación de herramientas predictivas en este tipo de estudios permite reducir la cantidad de ensayos experimentales. El método phase-field (PF) es una de las alternativas que permite la predicción de fractura basándose en el principio de la minimización de la energía potencial, permitiendo la simulación de la nucleación, propagación y coalescencia de grietas [3-5].

En este trabajo se presenta la fabricación de sustitutos de costilla mediante impresión 3D, el análisis experimental de ensayos a flexión y el desarrollo de una herramienta numérica de predicción de fractura basado en el método PF. La validación de la metodología descrita permite la optimización de los parámetros de impresión, facilitando el desarrollo de sustitutos óseos para futuros trabajos.

2. METODOLOGÍA

2.1. Muestra de hueso real

Para este trabajo, se ha tomado como referencia de tejido óseo una muestra de costilla porcina de tamaño medio (ver figura 2), asumiendo un comportamiento a flexión similar al del hueso humano. La muestra fue conservada a -3 °C sin tejidos blandos y envuelta con gases hidratadas en suero fisiológico para evitar alteraciones en sus propiedades mecánicas.

2.2. Fabricación de sustitutos óseos

El proceso de fabricación se desarrolló mediante impresión 3D. Todas las probetas fueron impresas con filamento de ácido poliláctico (PLA) de 1,24 g/cm³ de densidad y 2,85 mm de diámetro (CAS RN 9051-89-2). Se utilizó la impresora BCN3D Epsilon W50 con una boquilla de 1,0 mm de diámetro y una altura de capa de 0,4 mm. Para definir regiones con densidades inferiores al 100%, se empleó el patrón tipo “grid” o rejilla.

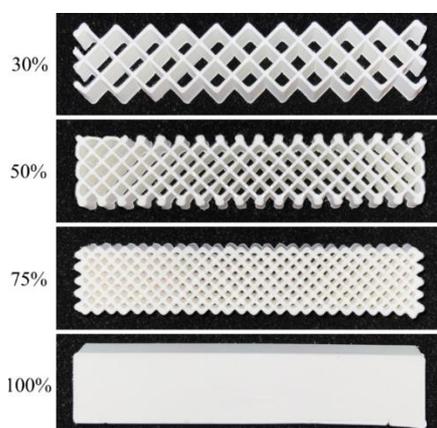


Figura 1. Patrones de las probetas prismáticas en función de la densidad de relleno.

Como aproximación macroscópica a la arquitectura del hueso real, el tejido cortical (externo) y trabecular (interno) fueron reproducidos mediante una carcasa maciza y un relleno con estructura tipo rejilla, respectivamente.

Para los ensayos a tracción, se diseñó una probeta maciza tipo “dog-bone” tomando como referencia la norma [6]. Aparte, se fabricaron probetas prismáticas de dimensiones 10×20×100 mm con diferentes configuraciones de impresión (ver tabla 1) para estudiar la influencia del espesor de la carcasa y la densidad de relleno sobre el comportamiento mecánico de la estructura a flexión. El espesor de la carcasa viene dado por el número de capas o paredes acumuladas, siendo 0, 1 y 2 el número de carcavas analizadas (con 0,8 mm de espesor cada una); mientras que las densidades de relleno estudiadas fueron 30%, 50%, 75% y 100% (ver figura 1).

Tabla 1. Descripción de probetas y huesos artificiales fabricados. El código indica el tipo de probeta (tracción T, prismática P y sustituto óseo S), el número de carcavas y la densidad de relleno.

Código	Ensayo	Carcavas	Densidad (%)
T_0_100	Tracción	0	100
P_0_30	Flexión	0	30
P_0_50	Flexión	0	50
P_0_75	Flexión	0	75
P_0_100	Flexión	0	100
P_1_30	Flexión	1	30
P_1_50	Flexión	1	50
P_1_75	Flexión	1	75
P_2_30	Flexión	2	30
P_2_50	Flexión	2	50
P_2_75	Flexión	2	75
S_1_30	Flexión	1	30
S_1_50	Flexión	1	50
S_2_30	Flexión	2	30
S_2_50	Flexión	2	50
S_2_100	Flexión	2	100

Los huesos artificiales se fabricaron siguiendo la misma metodología. En este caso, la geometría externa fue obtenida directamente de la muestra de costilla mediante el escaneo 3D de su superficie (ver figura 2). La orientación de impresión (dirección de discretización por capas) se estableció para que coincidiera con el de las probetas prismáticas durante el ensayo de flexión. Ciertas configuraciones de impresión fueron descartadas teniendo en cuenta resultados previos. Los huesos artificiales impresos se incluyen en la tabla 1.



Figura 2. Muestra de costilla real y hueso artificial.

2.3. Ensayos experimentales

Los ensayos experimentales se llevaron a cabo en la máquina universal electromecánica Instron 3366, con células de carga de 500 N y 10 kN. La velocidad del ensayo fue de 1 mm/min para garantizar condiciones cuasiestáticas. La probeta tipo “dog-bone” fue ensayada a tracción uniaxial para caracterizar mecánicamente el material de impresión siguiendo la norma [6]. Para ello, se empleó el extensómetro Instron 2630-107 y se implementó la técnica de correlación digital de imágenes (DIC, por sus siglas inglés) para obtener el campo de desplazamientos completo durante los experimentos de forma precisa. Por otro lado, las probetas prismáticas, la muestra de costilla y los huesos artificiales fueron ensayados utilizando un útil de flexión a tres puntos. La distancia entre soportes y el diámetro de los bulones se determinó tomando como referencia la norma [7]. La figura 3 muestra las similitudes entre los ensayos de la muestra de costilla real y el hueso artificial.

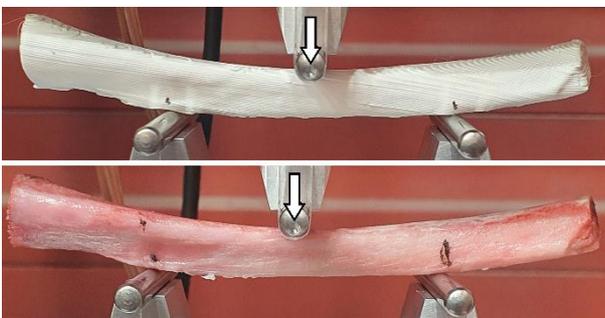


Figura 3. Comparación de ensayos de flexión a tres puntos entre hueso artificial (arriba) y muestra ósea real (abajo).

2.4. Modelado numérico y predicción de fractura

El patrón de relleno utilizado en el núcleo de las probetas (densidades inferiores a 100%) fue simplificado mediante la técnica de homogeneización. La estructura interna fue sustituida por un sólido homogéneo con las mismas propiedades mecánicas que la arquitectura impresa original. Para ello, se empleó un elemento volumétrico representativo (RVE, por sus siglas en inglés) para cada densidad de relleno, cuya geometría se creó a partir de microtomografía computarizada y simulado bajo diferentes cargas siguiendo el procedimiento descrito en [8]. La figura 4 muestra el

modelo generado formado por ocho RVEs para asegurar una malla simétrica. En general, el comportamiento anisótropo de los componentes impresos se atribuye a la geometría generada, considerando al PLA isótropo y elástico lineal [9,10].

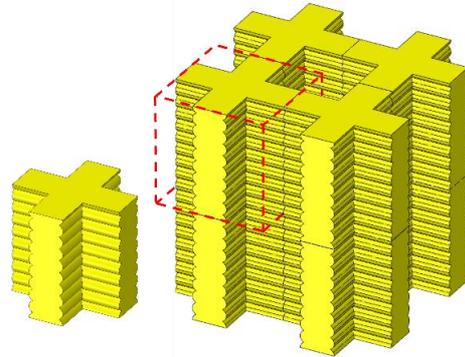


Figure 4. RVE (izquierda) de patrón tipo rejilla al 50% y geometría (derecha) para el modelo de homogeneización.

El análisis de elementos finitos de los ensayos a flexión descritos fue desarrollado en Abaqus/Standard. La carcasa y el patrón interno homogeneizado se definieron mediante particiones en la geometría. Teniendo en cuenta la grieta prevista en las probetas prismáticas y huesos artificiales, se realizó un refinamiento de malla en la zona central con un tamaño de elemento h_e de 0,2 mm. La figura 5 muestra las dos estrategias de mallado consideradas. Los bulones generados como sólidos rígidos en los modelos de probetas prismáticas (contactos sin fricción) fueron sustituidos por restricciones de acoplamiento en los modelos de huesos artificiales debido a su geometría irregular.

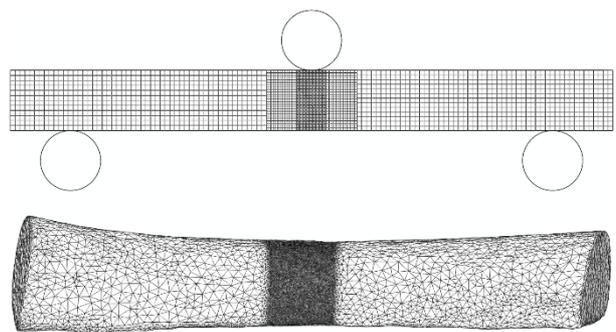


Figura 5. Mallas con zona refinada para modelos de probetas prismáticas (arriba) y sustitutos óseos (abajo).

La predicción de fractura fue aplicada a las regiones macizas (carcasa y densidad de relleno al 100%) mediante el método PF. Para ello, se utilizó la implementación en Abaqus desarrollada por Navidtehrani et al. [11]. En este estudio se empleó el enfoque de solución alternativa, la función geométrica lineal (AT1) y el método de división de la energía de deformación “anisótropo” propuesto por Miehe et al. [12].

La evolución de la grieta descrita por este método depende principalmente del parámetro PF ϕ , la longitud característica ℓ y la tasa crítica de liberación de energía G_c . ϕ representa la grieta y toma valores de 0 (material intacto) a 1 (fractura). ℓ puede ser considerado un parámetro dependiente de las propiedades del material [13] o un simple parámetro de ajuste, tomando un valor lo suficientemente alto con respecto a h_e . En este trabajo, el valor de ℓ fue calibrado en base a simulaciones previas con el modelo de probeta prismática maciza (P_0_100). Por otro lado, G_c se obtuvo a partir de la tenacidad de fractura, y fue corregido ($G_{c,cor}$) en función de h_e y ℓ debido a los efectos inducidos por la discretización del mallado a través de la siguiente expresión [5,13]:

$$G_{c,cor} = \frac{G_c}{1 + h_e/2\ell} \quad (1)$$

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

3.1. Caracterización mecánica del material simulante

Los ensayos a tracción del PLA mostraron un comportamiento inicial elástico cuasilineal y permitieron obtener unas propiedades mecánicas similares a las presentadas en la literatura: módulo de Young de 3,66 GPa, coeficiente de Poisson de 0,38 y resistencia última a tracción de 53 MPa.

3.2. Ensayos a flexión

Las propiedades analizadas tras los ensayos fueron la fuerza máxima F_{max} y la rigidez a flexión K . La figura 6 muestra estos valores para cada probeta prismática ensayada, donde se puede observar claramente la tendencia creciente de las propiedades a medida que aumenta la densidad de relleno y el número de carcassas.

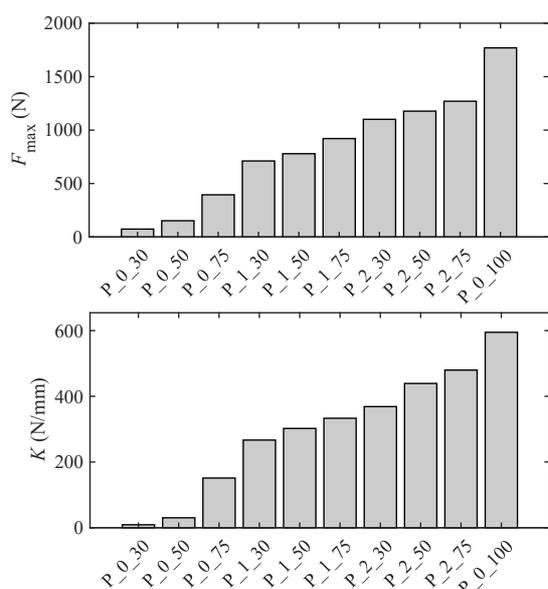


Figura 6. Resultados experimentales de F_{max} y K de las probetas prismáticas a flexión.

Las configuraciones sin carcasa permiten examinar la influencia de la densidad de relleno de forma aislada, que provoca un crecimiento exponencial de las propiedades. La adición de carcassas, por otro lado, atenúa dicho crecimiento.

En relación con el mecanismo de fallo observado en las probetas sin carcasa, la fractura se produjo en las uniones de la estructura tipo rejilla mediante la formación de cuellos de plastificación. Las probetas con carcasa experimentaron el fallo en la cara inferior sometida a tensión tras una plastificación local considerable. Además, la nucleación y propagación de la grieta se vio influenciada en gran medida por el patrón de relleno interno.

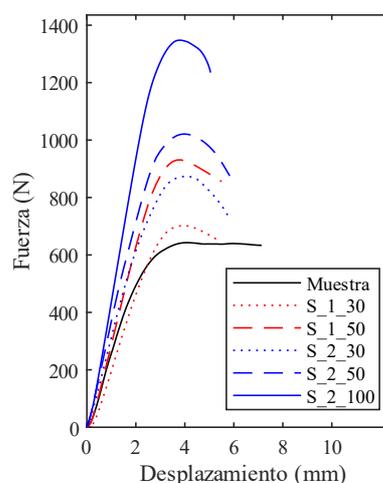


Figura 7. Curvas fuerza-desplazamiento a flexión de muestra de hueso real y sustitutos óseos.

La figura 7 representa las curvas fuerza-desplazamiento de la muestra de costilla y los distintos huesos artificiales fabricados. Se puede observar que sus comportamientos difieren tras alcanzar F_{max} . Sin embargo, al comparar sus propiedades puede observarse cierta similitud en los valores de F_{max} y K (ver figura 8).

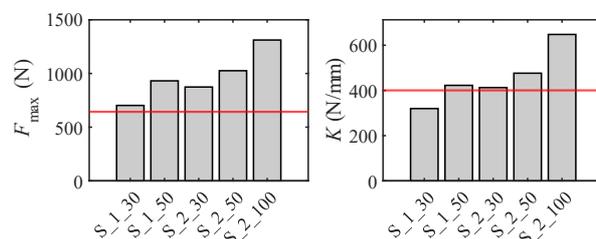


Figura 8. Resultados experimentales de F_{max} y K de sustitutos óseos a flexión. Los valores de hueso real se indican en rojo.

La fractura también se dio en la zona inferior sometida a tracción, con un mecanismo de fallo muy similar entre la muestra de costilla y los sustitutos óseos impresos. Estos resultados demuestran el potencial de la impresión 3D y el PLA para el desarrollo de sustitutos óseos.

3.3. Análisis computacional

Tras la calibración descrita, ℓ tomó un valor de 0,783 mm para todos los modelos. $G_{c,cor}$ se calculó a partir de la expresión (1) y la tenacidad a fractura del PLA indicada en [14], tomando el valor 3,32 MPa·mm.

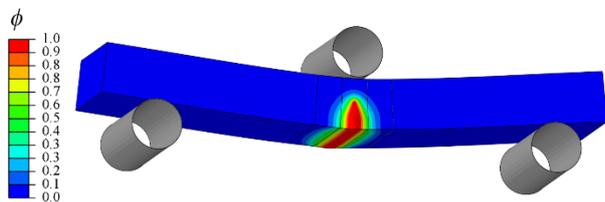


Figura 9. Propagación de grieta representada por ϕ en modelo de probeta prismática (P_2_50).

Comparando los resultados numéricos con los experimentales, las probetas prismáticas presentaron errores relativos inferiores al 25%. Por otro lado, los modelos de sustitutos óseos presentaron unos resultados muy satisfactorios para F_{max} y K , con errores relativos cercanos o inferiores al 12% en la mayoría de los casos (ver tabla 2).

Tabla 2. Resultados numéricos de los modelos de sustitutos óseos y errores relativos con respecto a los resultados experimentales.

Modelo	F_{max} (N)	$\epsilon_{F_{max}}$ (%)	K (N/mm)	ϵ_K (%)
S_1_30	787,4	+12	330,4	+3
S_1_50	890,1	-4	406,6	-4
S_2_30	1079,4	+24	461,2	+12
S_2_50	1131,1	+10	517,5	+9
S_2_100	1474,8	+12	742,5	+15

Con respecto a la nucleación y propagación de la grieta a lo largo del plano medio del ensayo, las simulaciones se asemejan a los resultados experimentales (ver figuras 9 y 10).

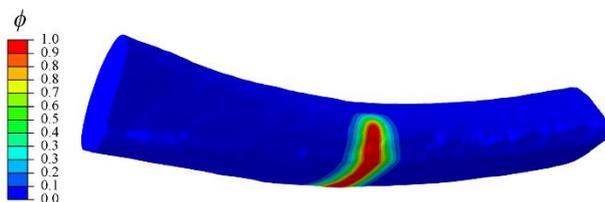


Figura 10. Propagación de grieta representada por ϕ en modelo de sustituto óseo de tamaño medio (S_2_100).

Aparte de las simplificaciones implementadas como la homogeneización del núcleo, es importante destacar que los posibles defectos de impresión no fueron modelados, pudiendo repercutir en la sobreestimación de las propiedades mecánicas. Sin embargo, los resultados

numéricos obtenidos permiten validar la metodología implementada y los parámetros utilizados.

5. CONCLUSIONES

Este trabajo presenta una metodología para el desarrollo de sustitutos de costilla mediante impresión 3D, permitiendo obtener geometrías precisas y un amplio rango de propiedades. Se demuestra la gran influencia de los parámetros de impresión sobre el comportamiento mecánico de los componentes impresos.

Además, se describe el modelado numérico para simular los ensayos a flexión necesarios en el proceso. La técnica de homogeneización aplicada, la implementación del método PF para predecir la fractura y la calibración de ℓ son validadas con los resultados obtenidos. La combinación de la metodología experimental con esta herramienta numérica ofrece un gran potencial para la optimización de los parámetros de impresión en el desarrollo de sustitutos óseos.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecer la financiación recibida por parte del Ministerio de Ciencia e Innovación a través del proyecto PID2020 - 112628RA - I00 / AEI / 10.13039 / 501100011033, y por la Comunidad de Madrid con el proyecto IND2020 / IND - 17413. También agradecen la financiación de la Generalitat Valenciana y del Fondo Social Europeo programa PROMETEO 2021/046 y CIAPOS/2021/271 y a la Univeristat Politècnica de València por la ayuda PAID-PD-22.

REFERENCIAS

- [1] C. J. Collins, M. Boyer, T. D. Crenshaw, H. L. Ploeg. *Design of a surrogate for evaluation of methods to predict bone bending stiffness*, J. Mech. Behav. Biomed. Mater. 88 (2018) 346–51.
- [2] N. Guo, M. C. Leu. *Additive manufacturing: Technology, applications and research needs*, Front. Mech. Eng. 8 (2013) 3:215–43.
- [3] G. A. Francfort, J. Marigo. *Revisiting brittle fracture as an energy minimization problem*, J. Mech. Phys. Solids. 46 (1998) 8:1319–1342.
- [4] B. Bourdin, G. A. Francfort, J. J. Marigo. *Numerical experiments in revisited brittle fracture*, J. Mech. Phys. Solids. 48 (2000) 4:797–826.
- [5] B. Bourdin, G. A. Francfort, J. J. Marigo. *The variational approach to fracture*, J. Elast. 91 (2008) 1–3:5–148.
- [6] ISO 527-2:2012. *Plastics. Determination of tensile properties. Part 2: Test conditions for moulding and extrusion plastics*, Int. Organ. Stand. (2012).
- [7] ISO 178:2019. *Plastics. Determination of flexural properties*, Int. Organ. Stand. (2020).

- [8] M. Marco, R. Belda, M. H. Miguélez, E. Giner. *Numerical analysis of mechanical behaviour of lattice and porous structures*, Compos. Struct. 261 (2021).
- [9] J. Allum, A. Moetazedian, A. Gleadall, V. V. Silberschmidt. *Interlayer bonding has bulk-material strength in extrusion additive manufacturing: New understanding of anisotropy*, Addit. Manuf. 34 (2020).
- [10] A. A. Ahmed, L. Susmel. *Static assessment of plain/notched polylactide (PLA) 3D-printed with different infill levels: Equivalent homogenised material concept and Theory of Critical Distances*, Fatigue Fract. Eng. Mater. Struct. 42 (2019) 4:883–904.
- [11] Y. Navidtehrani, C. Betegón, E. Martínez-Pañeda. *A simple and robust Abaqus implementation of the phase field fracture method*, Appl. Eng. Sci. 6 (2021).
- [12] C. Miehe, M. Hofacker, F. Welschinger. *A phase field model for rate-independent crack propagation: Robust algorithmic implementation based on operator splits*, Comput. Methods Appl. Mech. Eng. 199 (2010) 45–48:2765–2778.
- [13] E. Tanné, T. Li, B. Bourdin, J. J. Marigo, C. Maurini. *Crack nucleation in variational phase-field models of brittle fracture*, J. Mech. Phys. Solids. 110 (2018) 80–99.
- [14] Ahmed AA, Susmel L. *A material length scale-based methodology to assess static strength of notched additively manufactured polylactide (PLA)*, Fatigue Fract. Eng. Mater. Struct. 41 (2018) 10:2071–2098.

ANÁLISIS DEL DAÑO DE ANDAMIOS ÓSEOS PACIENTE-ESPECÍFICOS BASADOS EN ESTRUCTURAS TRIPLEMENTE PERIÓDICAS CON MÍNIMA SUPERFICIE MEDIANTE ENSAYOS CUASI-ESTÁTICOS A COMPRESIÓN PARA EL TRATAMIENTO DE FRACTURAS ÓSEAS DE GRANDES DIMENSIONES

Andrea Fresquet Monter*, **Ricardo Belda**, **Ana Vercher-Martínez**, **Raquel Megías**, **Eugenio Giner**

Instituto Universitario de Ingeniería Mecánica y Biomecánica - I2MB, Departamento de Ingeniería Mecánica y de Materiales, Universitat Politècnica de València, Camino de Vera, 46022 Valencia, España

* Persona de contacto: afremon@upv.edu.es

RESUMEN

Las fracturas óseas de grandes dimensiones constituyen un gran desafío para la medicina moderna, ya que, debido a su gran tamaño, es necesaria la utilización de sistemas de fijación para su curación. Como resultado, se han desarrollado sustitutos óseos porosos para introducir en el hueco del defecto y así proporcionar un ambiente mecánico y biológico idóneo durante la regeneración de hueso. Dentro de las posibles estructuras a utilizar como andamios óseos se encuentran las estructuras Triplemente Periódicas con Mínima Superficie (TPMS), que han demostrado tener ventajas importantes para la formación de hueso e imitar el tejido óseo biológico, integrándose así correctamente con el tejido circundante y promoviendo procesos celulares esenciales para la diferenciación y proliferación celular.

Debido a que los huesos del cuerpo soportan cargas estáticas de compresión y cargas dinámicas causadas por el movimiento, es importante conocer el comportamiento y evolución del daño de andamios óseos, ya que estas cargas pueden comprometer su seguridad e integridad tanto estructural como funcional. De esta manera, en este trabajo se pretende diseñar andamios TPMS y evaluar su comportamiento de fallo de mediante metodologías numéricas y experimentales para así evaluar su estabilidad mecánica. Los modelos de elementos finitos desarrollados han permitido reproducir con buena precisión las regiones en las que se produce el fallo de los andamios evaluados. Dichos modelos podrán utilizarse para evaluar la integridad estructural del conjunto hueso-andamio en el contexto del diseño de soluciones paciente-específicas.

PALABRAS CLAVE: Andamio óseo, TPMS, impresión 3D, caracterización experimental, elementos finitos, fallo a compresión.

ABSTRACT

Large bone fractures represent a great challenge for modern medicine, since, due to their generous size, nonconventional fixation techniques are required for healing. As a result, porous bone substitutes have been developed for insertion into the defect gap to provide an ideal mechanical and biological environment during bone regeneration. Among these bone scaffolds, we can find Triply Periodic Minimal Surface (TPMS) structures, which have shown to mechanically support bone formation and mimic biological bone tissue, thus integrating well with the surrounding tissue and promoting cellular processes essential for cell differentiation and proliferation.

Since the bones of the body withstand both static compressive loads and dynamic loads caused by movement, it is important to know the behaviour and evolution of bone scaffold damage, since these loads can compromise their safety and structural and functional integrity. Therefore, this work aims at designing TPMS scaffolds and evaluating their failure behaviour by means of numerical and experimental methodologies in order to evaluate their mechanical stability and demonstrate their advantages over lattice structures. The finite element models developed allowed to reproduce the failure regions in the bone scaffolds evaluated in this work. These models will be used in future work to assess the structural integrity of bone-scaffolds constructs within the design of patient-specific solutions.

KEYWORDS: Bone scaffold, TPMS, 3D printing, mechanical characterisation, finite element, compression failure.

1. INTRODUCCIÓN

Las fracturas óseas de grandes dimensiones se producen en su mayoría por traumatismos de alta energía, resecciones tumorales, infecciones o por complicaciones

por fracturas previas (como por osteoporosis u osteomielitis) [1]. Estos defectos se caracterizan por un tamaño mayor de 2 cm y por suponer una pérdida ósea del 50 % del tejido circundante, lo cual hace que los mecanismos intrínsecos de regeneración del hueso

alcancen su límite [2]. Por consiguiente, debido a su improbable curación espontánea, es necesaria la intervención médica [2]. Entre las estrategias terapéuticas actuales, existen mecanismos de fijación externa e interna, pero que, al no estar adaptados a la estructura porosa y curvada del hueso, además de ser sólidos y rígidos, presentan propiedades mecánicas desfavorables para el tejido óseo adyacente [3]. En consecuencia, el tratamiento estrellado de defectos óseos de gran tamaño, son los injertos óseos, concretamente los injertos autólogos (del propio paciente) [1]. Sin embargo, estos también presentan varias desventajas como el dolor subyacente del paciente debido a la extracción de tejido óseo, el riesgo de infección, que conduce a la reabsorción del injerto impidiendo la unión ósea, y la incorrecta vascularización del injerto, lo cual finalmente provoca la necrosis de este [1, 4].

De esta manera, debido a los límites de los tratamientos terapéuticos anteriormente mencionados y al creciente interés en el desarrollo e implementación de andamios biodegradables por el aumento actual y futuro de fracturas y defectos óseos, existe un gran interés por parte de la comunidad científica en los sustitutos óseos sintéticos [5,6]. En concreto, las investigaciones se centran en estructuras porosas debido a sus excepcionales prestaciones mecánicas: alta rigidez, capacidad de carga y absorción de energía [5]. Dentro de estas estructuras encontramos los andamios basados en estructuras Triplemente Periódicos con Mínima Superficie (TPMS), que presentan ventajas como su arquitectura versátil, su curvatura media nula en cualquier punto de su superficie y su menor nivel de concentradores de tensiones respecto a otras estructuras reticuladas para este propósito [7]. Además, las estructuras TPMS proporcionan una gran área de superficie e interconectividad de poros, lo que favorece la adherencia y el crecimiento celular [8,9].

Debido a los avances en fabricación aditiva, el análisis del comportamiento mecánico de estos andamios frente a cargas de compresión es comúnmente estudiado en la literatura dado que es uno de los principales estados de sollicitación de los huesos [10]. En consecuencia, este trabajo pretende evaluar el fallo a compresión de estructuras TPMS fabricadas por impresión 3D utilizando ensayos experimentales y modelos numéricos. Por un lado, la caracterización experimental nos ha permitido estimar parámetros mecánicos que determinan el comportamiento lineal y de fallo y detectar las zonas en las que aparece el daño en las estructuras analizadas, algo muy importante a la hora de optimizar el diseño de los andamios con el objetivo de preservar su integridad estructural y funcional. Por otro lado, los modelos de elementos finitos tienen como finalidad reproducir los ensayos experimentales, minimizando así tanto la caracterización experimental como el tiempo y coste de trabajo. Además, los modelos numéricos desarrollados podrán utilizarse para evaluar la integridad estructural del conjunto hueso-andamio en el diseño de soluciones paciente-específicas.

2. MATERIALES Y MÉTODOS

En la Figura 1 se muestra la metodología llevada a cabo a lo largo de este trabajo, en el que se estudia el comportamiento mecánico de fallo de estructuras TPMS bajo cargas de compresión.

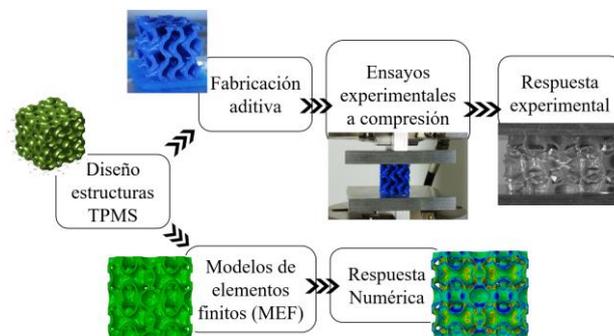


Figura 1. Metodología seguida a lo largo de este trabajo.

2.1. Estructuras TPMS analizadas

Se han estudiado tres geometrías de las celdas unidad de estructuras TPMS. Por un lado, se ha considerado la arquitectura giroide debido a sus numerosas ventajas, como su alta permeabilidad y rigidez, cruciales para la adhesión celular y un ambiente mecánico estable, y la continua curvatura de su arquitectura, beneficiosa para evitar la concentración de tensiones [11]. Por otro lado, aspectos como la imitación de propiedades morfológicas (porosidad y tamaño de poros) y mecánicas (módulo elástico o rigidez) del hueso trabecular por parte de geometrías primitivas [12], la alta permeabilidad que posee la arquitectura IWP [13] o los altos niveles de interconectividad y estabilidad mecánica de las estructuras diamante [14], se tuvieron en cuenta a la hora de desarrollar dos geometrías propias, denominadas AFM_1 y AFM_2 . Las ecuaciones matemáticas correspondientes a estas arquitecturas vienen dadas por las expresiones (1), (2) y (3), donde C es un isovalor que permite controlar la fracción en volumen y, por ende, la porosidad.

$$\begin{aligned} \text{Giroide } (x,y,z) = & \\ \cos(2\pi x) \cdot \sin(2\pi y) + \cos(2\pi y) \cdot \sin(2\pi z) + & \\ \cos(2\pi z) \cdot \sin(2\pi x) - C & \end{aligned} \quad (1)$$

$$\begin{aligned} AFM_1(x,y,z) = & \\ \cos(4\pi y) \cdot \sin(4\pi z) + \cos(4\pi x) \cdot \sin(4\pi y) + & \\ \cos(4\pi z) \cdot \sin(4\pi x) + \sin(2\pi x) \cdot \sin(2\pi y) + & \\ \sin(2\pi z) \cdot \sin(2\pi y) + \sin(2\pi z) \cdot \sin(2\pi x) + & \\ \cos(2\pi x) \cdot \cos(2\pi y) + \cos(2\pi z) \cdot \cos(2\pi y) + & \\ \cos(2\pi z) \cdot \cos(2\pi x) - C & \end{aligned} \quad (2)$$

$$\begin{aligned} AFM_2(x,y,z) = & \\ \cos(4\pi x) \cdot \cos(2\pi z) + \cos(4\pi y) \cdot \cos(2\pi x) + & \\ \cos(4\pi z) \cdot \cos(2\pi y) - C & \end{aligned} \quad (3)$$

La fracción en volumen considerada para todas las estructuras TPMS fue de 31 %, densidad en volumen resultante de un estudio anterior con el que se desarrolló una solución paciente-específica para una muestra de hueso trabecular sano proveniente de cabezas femorales humanas. Cada andamio estaba formado por dos celdas unidad por dirección y fue diseñado mediante el software MSLattice, obteniendo las estructuras TPMS mostradas en la Figura 2.

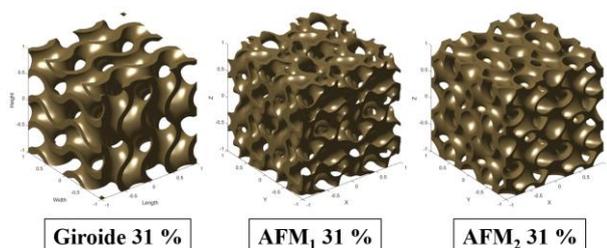


Figura 2. Diseño de estructuras TPMS con fracción en volumen de 31 % de este trabajo mediante MSLattice.

2.2. Impresión 3D de las estructuras TPMS

Las estructuras TPMS analizadas en este trabajo fueron fabricadas mediante la impresora 3D Epsilon W50 (BCN3D, España), siendo el tamaño de todas ellas 30x30x30 mm. Se fabricaron 3 muestras de las estructuras TPMS Giroide y AFM₂, respectivamente, para evaluar la repetitividad del comportamiento mecánico las muestras fabricadas y asegurar la correlación entre los experimentos y las simulaciones. De esta manera, del andamio TPMS AFM₁ se fabricó una sola muestra. El material utilizado para la fabricación fue el ácido poliláctico (PLA), uno de los materiales más utilizados en este tipo de impresión debido a su biodegradabilidad y alta moldeabilidad. Por último, comentar que los archivos .STL de cada diseño fueron importados al software BCN3D Stratos (versión 1.6.3.), donde se definieron los parámetros de impresión (velocidad de impresión = 60 mm/s, porcentaje y tipo de relleno = 100 % estilo cuadrícula, sin soportes, tipo de adhesión = ala).

2.3. Caracterización experimental de las estructuras TPMS

Se realizaron ensayos experimentales cuasi-estáticos a compresión con control de desplazamientos mediante la máquina universal de ensayo servohidráulica Instron 8801 (Instron, Estados Unidos) con una célula de carga de hasta 100 kN. Además, se utilizó un sistema de lente focal de alta resolución HF7518V-2 (Myutron, Japón), mostrado en la Figura 3 junto con el montaje experimental, para así poder capturar la deformación durante el ensayo y detectar patrones de fractura en las estructuras TPMS. De estos ensayos a compresión, se obtuvo el módulo aparente a compresión ($E_{app,exp}$), el límite de fluencia ($\sigma_{y,app}$, $\varepsilon_{y,app}$), siguiendo el método del 0.2 % de deformación, y el punto de carga máxima (σ_f , ε_f) para cada estructura TPMS analizada.

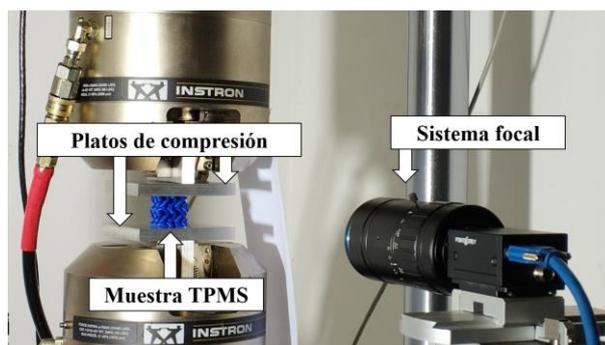


Figura 3. Configuración experimental utilizada para realizar los ensayos de compresión.

2.4. Desarrollo de modelos numéricos de las estructuras TPMS para reproducir el comportamiento experimental

Por último, se desarrollaron modelos de elementos finitos (ver Figura 4) con el software ScanIP (Simpleware, Gran Bretaña) y posteriormente simulados en Abaqus (Dassault Systems, Estados Unidos) con el objetivo de estimar las propiedades elásticas y de fallo de cada tipología TPMS. Para ello, una vez realizado el análisis de sensibilidad de malla, se utilizaron modelos con elementos cuadráticos de bordes rectos (C3D10 en Abaqus) formados por una media de 600k elementos.

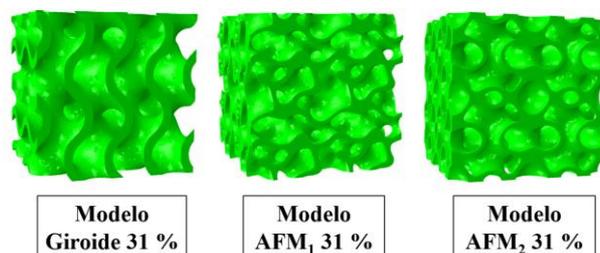


Figura 4. Modelos de elementos finitos de las 3 estructuras TPMS analizadas en este trabajo.

Las estructuras TPMS se modelizaron como materiales elástico-lineales, isotropos y homogéneos. Así, se obtuvieron las rigideces numéricas ($E_{app,num}$) de cada estructura TPMS en las 3 direcciones principales. La calibración de los modelos con los resultados experimentales permitió estimar el valor real del módulo de Young del PLA utilizado durante la fabricación.

El modelado del fallo a compresión de los andamios TPMS se realizó siguiendo el enfoque de la Mecánica del Daño Continuo (CDM). En consecuencia, el fallo se modeló como la degradación de las propiedades mecánicas elásticas en función de la deformación principal máxima ε_{max} . Debido a que la expresión isotrópica de la elasticidad en el marco de la mecánica de daño continuo viene dada por la ecuación (4), donde D es la variable de daño, σ y ε son los vectores de tensiones y deformaciones y C es la matriz de rigidez del material, se supuso que la variable de daño evoluciona siguiendo la ecuación (5) [15]. En esta última ecuación, ε_y representa la deformación de fluencia o inicio de fallo y ε_f la

deformación de fallo completo, correspondiente al 95 % de degradación de la rigidez del material.

$$\sigma = (1 - D) \cdot C \cdot \varepsilon \quad (4)$$

$$D = \begin{cases} 0 & \varepsilon_{\max} \leq \varepsilon_y \\ 0.95 (\varepsilon_{\max}/\varepsilon_f)^2 & \varepsilon_y < \varepsilon_{\max} < \varepsilon_f \\ 0.95 & \varepsilon_{\max} \geq \varepsilon_f \end{cases} \quad (5)$$

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

3.1. Resultados experimentales

En la Tabla 1 se recogen los parámetros mecánicos medios y desviaciones típicas en la respuesta experimental de los ensayos realizados para las estructuras TPMS Giroide, AFM₁ y AFM₂.

Tabla 1. Resultados de los parámetros aparentes estimados para cada estructura TPMS.

TPMS	E _{app,exp} [MPa]	ε _{y,app} [-]	σ _{y,app} [MPa]	ε _{f,app} [-]	σ _{f,app} [MPa]
Giroide 31 %	192.458 ± 2.020	0.027 ± 0.03	5.155 ± 0.682	0.072 ± 0.007	7.284 ± 0.714
AFM ₁ 31 %	110.523	0.030	2.960	0.063	4.019
AFM ₂ 31 %	198.726 ± 2.147	0.025 ± 0.001	5.235 ± 0.353	0.065 ± 0.002	6.888 ± 0.071

La caracterización experimental de las estructuras TPMS analizadas ha permitido calcular unas deformaciones de fluencia de un 2.7 %, mientras que la deformación de fallo a carga máxima es de 6.7 %. Por otro lado, de los andamios analizados, la estructura AFM₁ presenta el menor módulo de elasticidad aparente a compresión (110.523 MPa) y la menor carga máxima de fallo (4.019 MPa).

Como se ha comentado previamente, se utilizó una cámara de alta resolución para capturar la deformación de las estructuras TPMS durante el ensayo y detectar patrones de fractura. Para todos los andamios estudiados (Giroide, AFM₁ y AFM₂) se observaron roturas en las regiones en las que las retículas se encontraban a 45° de la dirección de aplicación de la fuerza, correspondiente al plano de tensiones tangenciales máximas.

Por último, cabe destacar que los daños de los 3 andamios TPMS se produjeron en las regiones localizadas mencionadas anteriormente y no con un patrón de capa a capa como sucede en las estructuras reticulares convencionales, cuyos bordes rectos tienden a producir concentradores de tensiones. Además, dichas fracturas en los andamios TPMS no rompieron la estructura principal en múltiples trozos, como se puede comprobar en la Figura 5, lo cual es crucial para la seguridad del andamio

ya que, en el caso de fracturarse en múltiples fragmentos, el andamio pierde su función inicial, además de producir fricción entre los trozos y el tejido circundante [14]. De este modo, como se ha visto en los resultados de este estudio, todas las estructuras TPMS analizadas son capaces de preservar su integridad estructural, lo que las hace preferibles frente a estructuras reticuladas para su uso como sustitutos óseos

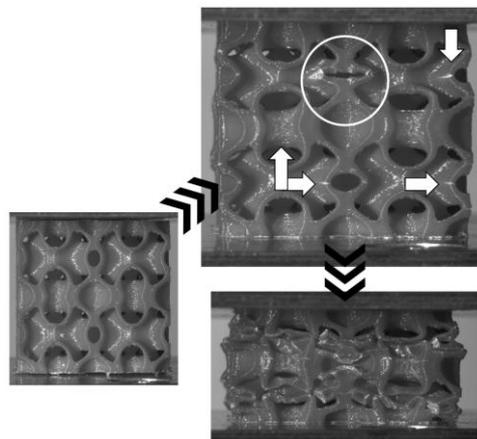


Figura 5. Fallo experimental de la estructura TPMS AFM₂.

3.2. Resultados numéricos

Por medio de las simulaciones numéricas se calculó la rigidez aparente E_{app,num} en las 3 direcciones principales de las estructuras TPMS. No obstante, estos módulos de elasticidad numéricos fueron posteriormente calibrados utilizando los resultados experimentales, lo que permitió también estimar el módulo de Young real del PLA de fabricación, siendo 1.707 ± 0.217 GPa. En la Tabla 2 se puede observar el comportamiento ortótropo de las estructuras TPMS (con las mismas propiedades en las 3 direcciones principales debido a la triple periodicidad de estas estructuras) y cómo los modelos de elementos finitos reprodujeron con éxito la respuesta experimental elástica de los ensayos a compresión.

Tabla 2. Reproducción numérica de la respuesta experimental elástica.

TPMS	E _{num,x} [MPa]	E _{num,y} [MPa]	E _{num,z} [MPa]	E _{app,exp} [MPa]
Giroide 31 %	193.591	193.524	193.535	192.458 ± 2.020
AFM ₁ 31 %	110.522	110.475	110.523	110.523
AFM ₂ 31 %	198.580	198.612	198.726	198.726 ± 2.147

Esta calibración numérica también permitió predecir la carga de fallo experimental de las estructuras TPMS analizadas. Sin embargo, se encontraron discrepancias entre el inicio de fluencia y la carga máxima, como se observa en la Figura 6. Estas diferencias se pueden deber

o a la ley de Daño D asumida en este estudio, que fue propuesta para modelar el daño en tejido óseo trabecular y no en estructuras TPMS [16], o a la variable considerada en el modelo. No obstante, el inicio de fallo $\varepsilon_{y,c}$ fue estimado con buena precisión. Por ejemplo, para las muestras 1 de cada estructura TPMS, la deformación de inicio de fallo fue de un 2.0 %, 3.4 % y 2.8 %, aunque las deformaciones de carga máxima fueron de un 4.8 %, 4.2 % y 4.2 %, para las estructuras TPMS Giroide, AFM₁ y AFM₂, respectivamente.

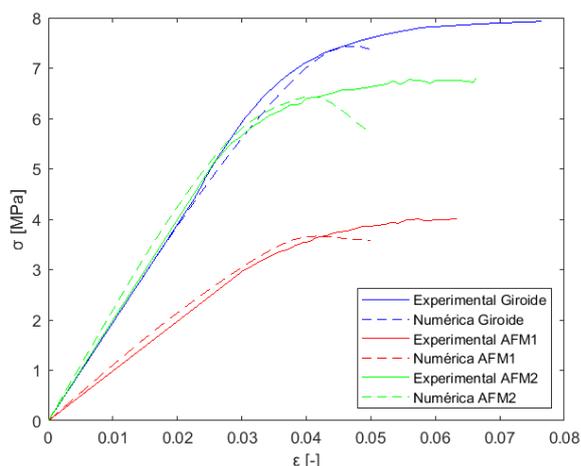


Figura 6. Comparación de la respuesta experimental y numérica de las estructuras TPMS estudiadas.

Pese a las discrepancias entre las respuestas numéricas y experimentales, en general, los modelos reprodujeron con buena precisión las regiones de fallo de los ensayos experimentales. En la Figura 7 se muestra la comparación entre la TPMS AFM₂ deformada experimentalmente con la simulación de esta misma, representando las deformaciones máximas principales. En esta comparación se pueden ver redondeadas en blanco las zonas en las que el modelo predijo la fractura de la estructura TPMS, que coinciden con las regiones de las retículas situadas a 45 ° de la dirección de aplicación de la fuerza en los ensayos experimentales. En el caso de las estructuras Giroide y AFM₁, se reprodujeron correctamente la mayor parte de zonas de fallo, aunque los modelos no tuvieron en cuenta algunas regiones de fallo.

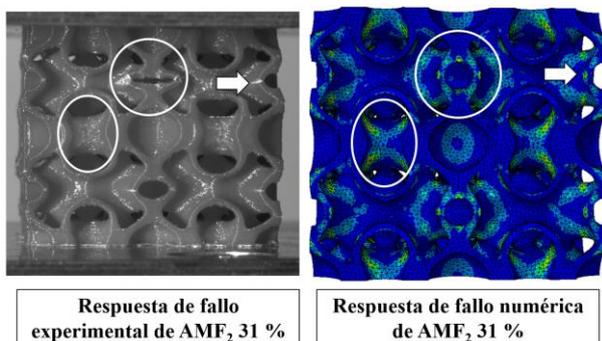


Figura 7. Comparación de las regiones de fallo experimentales y numéricas de la estructura TPMS AFM₂.

4. CONCLUSIONES

En este trabajo se ha estudiado la respuesta a compresión de 3 tipos de estructuras TPMS fabricadas por impresión 3D y caracterizadas mecánicamente por ensayos experimentales y modelos numéricos de elementos finitos.

De los ensayos experimentales se ha visto que la estructura TPMS AFM₁ es la menos resistente y flexible. Además, fue posible calcular el módulo de elasticidad del PLA de fabricación (1.707 GPa). No obstante, este módulo de elasticidad es mucho más pequeño que el del hueso trabecular dado el material utilizado para este trabajo (en estudios anteriores en nuestra línea de investigación la muestra de hueso trabecular sano tenía un módulo de Young de 11.819 GPa).

Cabe destacar que los modelos implementados en este trabajo han modelado con éxito la respuesta elástica y la deformación de inicio de fallo de todas las estructuras analizadas, aunque no la deformación de carga máxima de fallo. Por tanto, es necesario estudiar otros modelos de fallo para caracterizar el daño en estructuras TPMS. No obstante, los modelos numéricos desarrollados permitirán la evaluación de la integridad estructural del conjunto hueso-andamio en el diseño de soluciones paciente-específicas para el tratamiento de fracturas con defectos óseos de grandes dimensiones.

En trabajos futuros, se evaluarán otras alternativas materiales para conseguir unas propiedades mecánicas aparentes similares a las del hueso, con el objetivo de reducir la posibilidad del aflojamiento del andamio debido a la pérdida de integridad estructural del conjunto hueso-andamio.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecer la siguiente financiación recibida para realizar este trabajo: Ministerio de Ciencia e Innovación MCIN/AEI/10.13039/50110 0 011033 a través de los proyectos PID2020-118480RB-C21 y PID2020-118920RB-I00, Unión Europea NextGenerationEU/PRTR a través del proyecto PDC2021-121368-C22 y Generalitat Valenciana (Programa PROMETEO 2021/046 y Plan FDGENT 2018 GVA).

REFERENCIAS

- [1] Vidal L, Kamplaitner C, et al. Reconstruction of Large Skeletal Defects: Current Clinical Therapeutic Strategies and Future Directions Using 3D Printing. *Frontiers in Bioengineering and Biotechnology*, 2020; 8; pp.61. DOI: 10.3389/fbioe.2020.00061.
- [2] Tsang SJ, Ferreira N et al. The reconstruction of critical bone loss: the holy grail of orthopaedics.

- Bone Joint Res, 2022 Jun; 11(6):409-412. DOI: 10.1302/2046-3758.116.BJR-2022-0186.
- [3] Zhang J, Chen X, et al. Design of a biomimetic graded TPMS scaffold with quantitatively adjustable pore size. *Materials & Design (IF 8.4)*, 2022. DOI: 10.1016/j.matdes.2022.110665.
- [4] Papakostidis C, Giannoudis PV. Reconstruction of infected long bone defects: Issues and Challenges. *Injury*, Volume 54, Issue 3, 2023, Pages 807-810. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.injury.2023.01.052>.
- [5] Zhu J, Zou S, et al. Additively Manufactured Scaffolds with Optimized Thickness Based on Triply Periodic Minimal Surface. *Materials (Basel)*, 2022 Oct 12; 15(20):7084 DOI: 10.3390/ma15207084.
- [6] Karaman D, Ghahramanzadeh Asl H. The effects of sheet and network solid structures of similar TPMS scaffold architectures on permeability, wall shear stress, and velocity: A CFD analysis. *Med Eng Phys*, 2023 Aug; 118:104024. DOI: 10.1016/j.medengphy.2023.104024.
- [7] Belda R, Megías R, et al. (2023). Numerical analysis of the influence of triply periodic minimal surface structures morphometry on the mechanical response. *Computer Methods and Programs in Biomedicine*, 230:107342.
- [8] Dong Z, Zhao X. Application of TPMS structure in bone regeneration, *Engineered Regeneration*. Volume 2, 2021, pages 154-162. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.engreg.2021.09.004>.
- [9] Feng J, Fu J, et al. Triply periodic minimal surface (TPMS) porous structures: from multi-scale design, precise additive manufacturing to multidisciplinary applications. *Int. J. Extrem. Manuf.* 4 022001, 2022. DOI: 10.1088/2631-7990/ac5be6.
- [10] Yáñez A, Herrera A, et al. Compressive behaviour of gyroid lattice structures for human cancellous bone implant applications. *Materials Science and Engineering C*, 68 445-448, 2016.
- [11] Jaber M, Poh PSP, et al. PCL strut-like scaffolds appear superior to gyroid in terms of bone regeneration within a long bone large defect: An in silico study. *Front Bioeng Biotechnol*, 2022 Sep 23; 10:995266. DOI: 10.3389/fbioe.2022.995266.
- [12] Tilton M, Borjali A, et al. On structure and mechanics of biomimetic meta-biomaterials fabricated via metal additive manufacturing. *Materials and Design*, 2021 March; Volume 201; 109498. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2021.109498>.
- [13] Torres-Sánchez C, Borgman J, et al. Comparison of SLM cpTi sheet-TPMS and trabecular-like strut-based scaffolds for tissue engineering. *Advanced Engineering Materials* 24(1), 2021. DOI: <http://dx.doi.org/10.1002/adem.202100527>.
- [14] Maevskaia E, Guerrero J, et al. Triply Periodic Minimal Surface-Based Scaffolds for Bone Tissue Engineering: A Mechanical, In Vitro and In Vivo Study. *Tissue Engineering Part A*, 2023. DOI: <http://doi.org/10.1089/ten.tea.2023.0033>.
- [15] Belda González R, Megías R, et al. Estudio del fallo a compresión en estructuras triplemente periódicas con mínima superficie obtenidas por fabricación aditiva. *Revista española de mecánica de fractura*, 2022; ISSN-e 2792-4246; N° 4, páginas 159-164
- [16] Hambli R. Micro-CT finite element model and experimental validation of trabecular bone damage and fracture. *Bone* (2013) 56, 363-74.

ESTUDIO EXPERIMENTAL DEL EFECTO DE LA RESPUESTA BIOMECÁNICA EN LA PARED ARTERIAL BAJO LA CONDICIÓN DE HIPOXIA HIPOBÁRICA

Álvaro Navarrete¹, Andrés Utrera¹, Claudio García-Herrera^{1*}, Emilio A. Herrera^{2,3}

¹ Laboratorio de Biomecánica y Biomateriales, Departamento de Ingeniería Mecánica, Universidad de Santiago de Chile, Avenida Bernardo O'Higgins 3363 Santiago, Chile

² Laboratorio de Función y Reactividad Vascular, Programa de Fisiopatología, Instituto de Ciencias Biomédicas (ICBM), Facultad de Medicina, Universidad de Chile, Santiago 7500922, Chile

³ International Center for Andean Studies (INCAS), Universidad de Chile, Santiago

* Persona de contacto: claudio.garcia@usach.cl

RESUMEN

El presente estudio tiene como objetivo cuantificar el efecto de la respuesta biomecánica cardiovascular de la aorta torácica descendente ante la condición de hipoxia hipobárica, en un modelo animal de cobayo. Para tal objetivo se efectúan una serie de ensayos, a saber: en ensayo de tracción biaxial plana, el ensayo de apertura del anillo y el ensayo de pre-alargamiento axial.

Los principales resultados de esta investigación indican que el tejido arterial sometido a condiciones de hipoxia: 1) exhibe una tendencia de rigidización en ambas direcciones de estudio; 2) existe evidencia significativa de mayores niveles de deformación residual circunferencial a través del ángulo de apertura de anillo y; 3) menores niveles de alargamiento fisiológico longitudinal. Por lo tanto, la exposición a hipoxia hipobárica desencadena cambios en la biomecánica arterial, ligada principalmente a un incremento en el nivel de tensiones residuales en la pared arterial, cuya alteración ya ha sido asociada a alteraciones vasculares en investigaciones relacionadas, y surgen con el objetivo de homogenizar los niveles de esfuerzo en la pared arterial, esenciales para intentar mantener el estado homeostático arterial. A partir de todo ello se plantea la hipótesis que los cambios en la biomecánica surgen como una respuesta anti-hipertensiva ante el efecto de la exposición a condiciones de hipoxia hipobárica.

PALABRAS CLAVE: Biomecánica arterial, hipoxia hipobárica, arteria aorta torácica.

ABSTRACT

The present study aims to quantify the effect of the cardiovascular biomechanical response of the descending thoracic aorta under hypobaric hypoxia conditions. To achieve this objective, a series of tests were conducted: the planar biaxial tensile test, the ring opening test, and the axial pre-stretch test. The main results of this research indicate that arterial tissue subjected to hypoxic conditions: 1) shows a trend towards stiffening in both study directions; 2) presents significant evidence of higher levels of circumferential residual deformation through the ring opening angle; and 3) exhibits lower levels of longitudinal physiological elongation.

Therefore, exposure to hypobaric hypoxia triggers changes in arterial biomechanics, primarily linked to an increase in the level of residual stresses in the arterial wall. This alteration has already been associated with vascular disorders in related research. Consequently, efforts arise to homogenize stress levels in the arterial wall, which are essential to maintaining arterial homeostasis. Based on all this, it is hypothesized that the changes in biomechanics arise as an anti-hypertensive response to the effect of exposure to hypobaric hypoxia conditions.

KEYWORDS: Arterial biomechanics, hypobaric hypoxia, residual stress, thoracic aorta artery.

1. INTRODUCCIÓN

Una de las causas ligadas al desarrollo de complicaciones cardiovasculares corresponde a la hipoxia hipobárica, asociada a una disminución del oxígeno a nivel celular y de tejidos (condición hipóxica) como consecuencia de una disminución de la presión parcial de oxígeno en la atmósfera, a raíz de un descenso en la presión barométrica (estado hipobárico). Esta condición se

desarrolla naturalmente ante la exposición a grandes alturas y su efecto es clínicamente relevante sobre los 2.500 metros sobre el nivel del mar.

En el contexto del sistema cardiovascular, la pared arterial es un tejido elástico compuesto de células y matriz extracelular, los cuales se distribuyen en capas, cada una con propiedades y funcionalidad características. De acuerdo con la evidencia provista en la literatura [1],

este tejido es capaz de modificar su tamaño en respuesta a aumentos sostenidos del flujo sanguíneo, engrosarse en respuesta a la hipertensión, rigidizarse con el envejecimiento, cambiar su morfología en la dilatación aneurismática, y alterar su composición y propiedades ante el efecto de la aterosclerosis. Por lo tanto, los parámetros anteriormente mencionados constituyen biomarcadores para detección y evaluación de problemas cardiovasculares.

En el contexto de la biomecánica, se han utilizado diversos parámetros para evaluar el estado de la pared arterial en un desarrollo vascular característico. Uno de los principales es la rigidez material, índice relevante considerado en diferentes estudios, que se cuantifica mediante ensayos mecánicos, como el ensayo de tracción biaxial plana [2]. Otro biomarcador relevante relacionado con el proceso de remodelación es la tensión residual. Su importancia ha sido ampliamente establecida por diferentes autores, y su función se relaciona con una óptima distribución del esfuerzo frente a cargas de presión sobre el vaso [3]. El estiramiento axial fisiológico es un tercer parámetro biomecánico que cumple una función relevante en arterias sanas. Niveles bajos de esta medida, se pueden asociar a tortuosidad arterial cuyo efecto está relacionado con la alteración del proceso de remodelación arterial [4].

La biomecánica en el tejido arterial, ante la exposición de hipoxia hipobárica ha sido una temática reciente de estudio. Es por lo que surge la necesidad de evaluar cómo se ven afectados los parámetros previamente descritos ante la condición particular de estudio. Para tal objetivo, el presente trabajo desarrolla un estudio de carácter experimental, mediante la realización de ensayos biomecánicos, estableciendo el efecto a largo plazo de exposición crónica a hipoxia hipobárica, en una arteria del sistema cardiovascular como lo es la aorta torácica.

2. MATERIALES Y MÉTODOS

2.1. Grupos de estudio

El modelo animal considerado es el de cobayo (*Cavia porcellus*), que se ha utilizado durante años en diferentes investigaciones, debido a las similitudes del desarrollo fetal humano [5]. Para el estudio del efecto a largo plazo de la condición de hipoxia, se utilizan animales de 1 año (etapa de adultez). Se establecen dos grupos experimentales:

- Normóxico normobárico (N): Gestación y crianza bajo condiciones atmosféricas semejantes a las del nivel de mar.
- Hipóxico hipobárico (H): Animales gestados y criados en condiciones atmosféricas de tierras altas, mediante una cámara hipobárica (3.800 metros sobre el nivel del mar).

2.2. Ensayo de tracción biaxial plana

Inicialmente cabe destacar que todos los ensayos que serán descritos a continuación se efectúan bajo condiciones *in-vitro*, replicando el entorno fisiológico, mediante la inmersión del tejido en suero fisiológico a una temperatura de 37°C

Con el objetivo de obtener las propiedades elásticas de la aorta torácica, se realiza un ensayo de tracción biaxial. En específico, se extrae un trozo cuadrado de tejido (aproximadamente de 6 x 6 mm), identificando la dirección circunferencial y longitudinal del ducto arterial. Una vez obtenida la muestra, esta se monta en la máquina biaxial (*BioTester*, *Biaxial Tester*, *CellScale*) equipada con una celda de carga de 2,5 N para cada dirección de análisis. La muestra es perforada a través de rastrillos rígidos a lo largo de sus cuatro lados, registrando el desplazamiento de cada rastrillo. Una vez comenzado el ensayo, el tejido se somete a una misma tasa de desplazamiento a baja velocidad (1,5 mm/min). El ensayo finaliza una vez el tejido es desgarrado por los rastrillos.

En el ensayo se registra la fuerza y desplazamiento instantáneo para ambas direcciones de estudio, las cuales servirán para determinar las curvas de esfuerzo de Cauchy-deformación circunferencial y longitudinal. Por cada curva analizada se determinan 4 parámetros relevantes, que describen la respuesta elástica arterial, a saber, la pendiente de la curva esfuerzo-alargamiento a bajo y altos niveles de deformación, denominadas como E_1 y E_2 respectivamente, junto con el esfuerzo (σ_e) y deformación (λ_e) en la zona de transición, que separa los sectores de baja y alta deformación. Estos parámetros ya han sido utilizados en ensayos de tracción ya publicados [6]

2.3. Ensayo de apertura de anillo

El ensayo de apertura de anillo se realiza extrayendo un trozo de anillo arterial de 1 mm de altura. Luego se efectúa un corte radial, esperando un tiempo de 15 minutos, con el objetivo de eliminar todos los efectos dependientes del tiempo. Producto del corte, se genera una nueva disposición geométrica del anillo, el cual se abre, y cuya apertura es cuantificada por el ángulo de apertura de anillo (θ). El anillo se fotografía mediante el uso de una lupa (*Motic SMZ-161*), junto con una medida referencial a través del uso de un papel milimetrado. Finalmente, mediante el uso de un programa computacional de análisis de imágenes (*ImageJ*) se mide el ángulo de apertura de anillo (θ), el cual representa una medida de la deformación residual circunferencial.

2.4. Ensayo de pre-alargamiento axial

Para cuantificar el acortamiento longitudinal experimentado a lo largo de la arteria en cada región característica, esta se marca cada 5 mm aproximadamente, cuando la aorta está dentro del cuerpo del animal. Luego, se toma una imagen de la arteria con un papel milimetrado utilizado como escala de referencia. Posteriormente, la arteria se extrae del cuerpo del animal, y luego de 15 minutos (para prevenir efectos dependientes del tiempo) se toma una segunda fotografía, utilizando la misma escala de referencia. Usando ambas imágenes, y el mismo programa de análisis de imágenes indicado en la Sección 2.3, se cuantifica el alargamiento (λ_z) por cada tramo entre marcas, representado por la división entre el largo *in-vivo* y el *ex vivo*.

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Siguiendo el procedimiento establecido en la sección 2.2, la Tabla 1 resume los parámetros biomecánicos obtenidos a partir del ensayo de tracción biaxial plana (expresados como promedio \pm SEM), tanto para el grupo N y H. Cabe destacar que, siguiendo el procedimiento estadístico para la determinación de diferencia de medias entre grupos, no hay evidencia significativa de cambios, sin embargo, a partir de los valores promedio es posible indicar tendencia a una rigidización de la pared arterial bajo en el tejido hipóxico, particularmente por los mayores valores de E_1 , E_2 , σ_e , y menor valor de λ_e .

En el caso del ensayo de apertura de anillo sí se presentan diferencias significativas de los valores medios entre las arterias normóxicas e hipóxicas, donde estas últimas exhiben un mayor valor de ángulo de apertura de anillo ($83.2^\circ \pm 10.8^\circ$ y $129.2^\circ \pm 5.0^\circ$, respectivamente). Tal como se ha indicado en la sección 1, el valor de θ está asociado al nivel de deformación residual circunferencial.

A partir de los resultados promedio de λ_z , se observa que en todas las regiones analizadas el grupo hipóxico presenta menores valores de pre-estiramiento axial, mientras que esta diferencia es significativa en el primer tramo, correspondiente precisamente a la zona de la aorta (torácica) que está siendo estudiada (N: 1.34 ± 0.02 , H: 1.26 ± 0.01).

A modo general, a la vista de los resultados biomecánicos exhibidos, se reporta que la respuesta de la arteria aorta torácica se ve alterada ante la exposición a largo plazo a condiciones de hipoxia hipobárica crónica. Por otro lado, considerando los ensayos apertura de anillo y de tracción biaxial plana, es posible indicar que, para el grupo sometido a hipoxia, el cual presenta una mayor rigidez en ambas direcciones de estudio, junto con un mayor nivel de deformación residual circunferencial, existen mayores niveles de tensión residual circunferencial en H, en la comparación con el grupo control N. Este aspecto es clave, ya que cambios

asociados a los valores de tensión residual han sido ligados a alteraciones en el sistema cardiovascular (producto de lesiones, enfermedades o envejecimiento) [5]. Desde el punto de vista mecánico, las tensiones residuales circunferenciales juegan un rol de homogenización de los niveles de esfuerzo generados a partir de las cargas de presión a las que se ve sometida la arteria en su funcionamiento normal [7], siendo esenciales para mantener el estado homeostático en la arteria [8]. Por lo tanto, se plantea como hipótesis que la alteración del valor de este parámetro de tensión residual es explicada por una respuesta del tejido vascular ante un incremento en los niveles de carga a los que está sometida la arteria (hipertensión arterial). Tal aspecto se respalda y complementa por el hecho de que una menor deformación axial (λ_z), fenómeno observado en las arterias hipóxicas, está relacionada a niveles reducidos de distensibilidad arterial [9], lo cual precisamente es una consecuencia de la hipertensión [10]. Sin embargo, para corroborar esta hipótesis planteada se requiere de la consideración de análisis complementarios, por ejemplo, de carácter histológico, bioquímico y de biología molecular, entre otros.

Tabla 1. Parámetros del ensayo de tracción biaxial plana para cada grupo de estudio.

Param	Normoxia (N)			Hipoxia (H)			
	Prom	SEM	n	Prom	SEM	n	
Circ	E_1 [kPa]	310,0	18,1	10	332,1	27,3	11
	E_2 [kPa]	1994,4	314,7	10	2206,7	166,4	9
	λ_e	1,41	0,03	10	1,38	0,03	9
	σ_e [kPa]	149,2	13,4	10	165,7	13,0	9
Long	E_1 [kPa]	290,6	9,0	10	315,3	17,4	11
	E_2 [kPa]	2717,3	529,8	10	2884,9	433,9	9
	λ_e	1,40	0,02	10	1,38	0,01	9
	σ_e [kPa]	146,3	14,3	10	156,2	11,1	9

No existen diferencias estadísticamente significativas entre parámetros

4. CONCLUSIONES

Se ha desarrollado una campaña experimental para determinar la respuesta biomecánica en cobayos adultos sometidos a una exposición crónica a largo plazo de hipoxia hipobárica. A partir de lo anterior se evidencia una alteración en la biomecánica de la aorta torácica, particularmente producto de una rigidización del tejido arterial, mayores niveles de deformación residual circunferencial y menores valores de pre-alargamiento longitudinal *in-vivo*. La conjunción de estos efectos apunta al desarrollo de una respuesta anti-hipertensiva de la pared arterial.

Futuras investigaciones están relacionadas al análisis de la estructura y morfología arterial, de tal manera de establecer si los cambios a nivel biomecánicos reportados en el presente trabajo se pueden asociar a efectos de remodelación morfoestructural del vaso sanguíneo objeto de estudio.

AGRADECIMIENTOS

Este trabajo ha sido financiado gracias al Proyecto FONDECYT (N° 1220956 y 1201283) y beca ANID PFCHA/DOCTORADO NACIONAL BECAS CHILE (2019–21190623 y 2023-21231932).

REFERENCIAS

- [1] Ambrosi D, Ben Amar M, Cyron CJ, et al. Growth and remodelling of living tissues: perspectives, challenges and opportunities. *J R Soc Interface*. 2019;16(157):20190233. doi:10.1098/rsif.2019.0233
- [2] Deplano, V., Boufi, M., Boiron, O., Guivier-Curien, C., Alimi, Y., & Bertrand, E. (2016). Biaxial tensile tests of the porcine ascending aorta. *Journal of biomechanics*, 49(10), 2031–2037. doi.org/10.1016/j.jbiomech.2016.05.005
- [3] Sigaeva, T., Sommer, G., Holzapfel, G. A., & Di Martino, E. S. (2019). Anisotropic residual stresses in arteries. *Journal of the Royal Society, Interface*, 16(151), 20190029. doi.org/10.1098/rsif.2019.0029
- [4] Jackson, Z. S., Dajnowiec, D., Gotlieb, A. I., & Langille, B. L. (2005). Partial off-loading of longitudinal tension induces arterial tortuosity. *Arteriosclerosis, thrombosis, and vascular biology*, 25(5), 957–962. doi.org/10.1161/01.ATV.0000161277.46464.11
- [5] Docio, I., Olea, E., Prieto-LLoret, J., Gallego-Martin, T., Obeso, A., Gomez-Niño, A., & Rocher, A. (2018). Guinea Pig as a Model to Study the Carotid Body Mediated Chronic Intermittent Hypoxia Effects. *Frontiers in physiology*, 9, 694. doi.org/10.3389/fphys.2018.00694
- [6] Utrera, A., Navarrete, A., González-Candia, A., García-Herrera, C., Herrera, E.A. (2022). Biomechanical and structural responses of the aorta to intermittent hypobaric hypoxia in a rat model. *Scientific Reports* 12(1). doi.org/10.1038/s41598-022-07616-3
- [7] Fung, Y. C., & Liu, S. Q. (1991). Changes of zero-stress state of rat pulmonary arteries in hypoxic hypertension. *Journal of applied physiology* (Bethesda, Md.: 1985), 70(6), 2455–2470. doi.org/10.1152/jappl.1991.70.6.2455
- [8] Ciarletta, P., Destrade, M., & Gower, A. L. (2016). On residual stresses and homeostasis: an elastic theory of functional adaptation in living matter. *Scientific reports*, 6, 24390. doi.org/10.1038/srep24390
- [9] Horný, L., Netušil, M., & Voňavková, T. (2014). Axial prestretch and circumferential distensibility in biomechanics of abdominal aorta. *Biomechanics and modeling in mechanobiology*, 13(4), 783–799. doi.org/10.1007/s10237-013-0534-8
- [10] Reneman, R. S., & Hoeks, A. P. (1995). Arterial distensibility and compliance in hypertension. *The Netherlands journal of medicine*, 47(4), 152–161. doi.org/10.1016/0300-2977(95)00061-q

EFFECTO DE LA MORFOLOGÍA, REFUERZO Y RETICULACIÓN SOBRE LAS PROPIEDADES MECÁNICAS DE AEROGEL DE BIOPOLÍMERO

Lucía G. De la Cruz, Tobias Abt, Noel León, Nicolas Candau, Miguel Sánchez-Soto*.

Centre Català del Plàstic., Universitat Politècnica de Catalunya. BarcelonaTech.
Av. Eduard Maristany 16, 08019 Barcelona, España
m.sanchez-soto@upc.edu

RESUMEN

Los aerogeles son materiales ultraligeros caracterizados por poseer una estructura formada por una red de microporos con delgadas paredes celulares que permite alcanzar propiedades singulares. En este trabajo, se aborda el estudio de las propiedades mecánicas de aerogeles de alginato, obtenidos mediante liofilización, con especial énfasis en identificar los aspectos fundamentales de la relación estructura-propiedades, comparando las propiedades de los aerogeles en función de la morfología inducida durante su fabricación, contenido de nanocarga y reticulación inducida.

A través de crio-ensamblado se han desarrollado aerogeles con una estructura jerárquicamente definida. Cuando los monolitos se congelaron en orientación vertical, se obtuvo un incremento de 4 veces tanto en el módulo como en la tensión específica a compresión, con respecto de aquellos orientados radialmente. La presencia de nanoarcilla, aumento notablemente las propiedades respecto del aerogel de alginato puro. No obstante, los mayores incrementos se obtuvieron al combinar la estructura orientada verticalmente con la reticulación con glutaraldehído, debido al incremento de ramificaciones entre los espacios celulares. A partir de este estudio se ha conseguido generar diferentes microarquitecturas que, junto con una morfología de poros definida, han permitido obtener bio-materiales espumados de altas prestaciones, que eventualmente pueden reemplazar a algunas espumas tradicionales derivadas del petróleo.

PALABRAS CLAVE: Aerogel, Espumas, Orientación, Propiedades mecánicas, Integridad estructural.

ABSTRACT

Aerogels are ultralight materials characterized by having a structure formed by a network of micropores with thin cell walls that allow them to achieve unique properties. This work addresses the mechanical properties of alginate aerogels obtained by freeze-drying, with special emphasis on identifying the fundamental aspects of the structure-property relationships. The properties of the aerogels as a function of the morphology created during their manufacturing, nanofiller content, and induced cross-linking are studied.

Through cryo-assembly, aerogels with a hierarchically defined structure have been developed. When the monoliths were frozen in a vertical orientation, a 4-fold increase in both the modulus and the specific compressive stress was obtained, compared to those oriented radially. The presence of nanoclay significantly increased the properties compared to pure alginate aerogel. However, the greatest increases were obtained when combining the vertically oriented structure with glutaraldehyde cross-linking due to increased branches between cellular spaces. From this study, it was possible to generate different microarchitectures that, together with a defined pore morphology, allowed the obtaining of high-performance foamed biomaterials, which can eventually replace some traditional foams derived from petroleum.

KEYWORDS: Fracture, Structural Integrity, Fatigue.

1. INTRODUCCIÓN

Los aerogeles se pueden definir como materiales porosos de baja densidad ($<0,1 \text{ gr/cm}^3$) que se componen de una estructura de red sólida tridimensional interconectada en la que más del 90% está ocupada por aire. Se generan cuando el líquido de un gel precursor se reemplaza por un gas, usando para ello técnicas como el secado supercrítico o la liofilización que evitan una contracción excesiva o el colapso de la estructura tridimensional

previamente generada. Tal y como fue mostrado inicialmente por Mackenzie [1], es posible crear un aerogel con estructura tridimensional, usando únicamente una suspensión acuosa de arcilla. Dicha estructura se genera durante la congelación debido a la fuerza motriz del hielo en crecimiento, que causa la expansión volumétrica y el re-alineamiento de las partículas de arcilla, dando como resultados estructuras lamelares de entre 1-4 μm y distancias inter-lamelares de 20-100 μm . Sin embargo, una de los grandes inconvenientes es la extrema fragilidad de estas

estructuras. Una de las vías posibles para mejorar las propiedades de estos sistemas consiste en su combinación con un polímero, capaz de encapsular y establecer interacciones fuertes con las láminas de arcilla [2-3]. El uso de polímeros naturales o extraídos de fuentes renovables se ha identificado como un medio potencial para reducir el impacto ecológico y la huella de carbono en edificios y construcciones [4]. No obstante, las prestaciones térmicas son todavía inferiores a los de los polímeros convencionales lo que obliga a usar mayores espesores. Por otro lado, también tienen otros inconvenientes como la sensibilidad a la humedad, limitada durabilidad y en general bajas prestaciones mecánicas.

El alginato es un polisacárido sostenible y atóxico que se extrae de algas marinas. Es soluble en agua y puede establecer interacciones fuertes con la arcilla. Por otro lado, en su estructura cuenta con un gran número de grupos carboxílicos que pueden emplearse para aumentar sus propiedades por inducción de reticulación. La reticulación física por vía catiónica, siendo posible en los alginatos, tiene efectos muy limitados sobre la resistencia al agua del alginato, por lo que la reticulación por vía química constituye una alternativa lógica para conseguir aumentarla, al mismo tiempo que se incrementan las propiedades mecánicas [5]. Este trabajo se centra, pues, en el estudio de las propiedades físicas de aerogeles alginato/arcilla e investiga como dichas propiedades son influenciadas por la composición, la microestructura generada, los parámetros de proceso y la presencia de agentes reticulantes.

2. EXPERIMENTAL

2.1. Materiales

Para la fabricación de los aerogeles se ha empleado alginato de amonio, Cecalgun A 500, (Algaia, Francia), ácido tánico y glutaraldehído al 50 % en peso (Merck España) y montmorillonita (MMT) grado PGW (Nanocor, USA). Todos los materiales se han empleado sin modificar.

2.2. Preparación de muestras.

Para preparar los aerogeles se dispersó individualmente 5 g de alginato (A) y 5 g de montmorillonita (C) en 40 ml de agua. El ácido tánico (TA) se disolvió en 20 ml de agua y se añadió lentamente a la solución de alginato, incorporando posteriormente la solución de arcilla. Tras homogeneizar las soluciones resultantes, éstas se introdujeron en moldes cilíndricos de \varnothing 25 mm y altura 30 mm, que fueron congelados usando dos procedimientos diferenciados. Por un lado, las muestras se sumergieron en un baño a -80°C para generar estructuras orientadas radialmente. Por otro lado, se empleó nitrógeno líquido (-196°C) para congelar los geles a través de su superficie inferior, creando de este modo estructuras orientadas verticalmente (Fig. 1). De

estas últimas composiciones, las que mostraron mejores prestaciones fueron entrecruzadas químicamente mediante la reacción del alginato con glutaraldehído (GTA). La tabla 1 muestra las composiciones estudiadas.

Las muestras fueron identificadas de acuerdo a la cantidad de cada material disuelto en 100 ml de agua, así como en función de la dirección inducida durante la congelación siendo R (radial), U (uniaxial), y denotando con un asterisco las muestras entrecruzadas (Tabla 1).

Tabla 1. Composición de las muestras.

Muestras	A (g)	MMT (g)	TA (g)	GTA (mL)
A5-R	5	-	-	-
A5C5-R	5	5	-	-
A5C5T2-R	5	5	2	-
A5C5T2-U	5	5	2	-
A5C5T2-U*	5	5	2	10

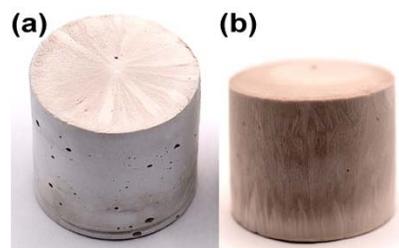


Figura 1. Aerogel con estructura (a) radial y (b) vertical.

2.3. Caracterización.

La densidad de los aerogeles (ρ_b) se obtuvo a través del cociente entre el peso y volumen de las muestras. El primero se determinó usando una balanza analítica y el volumen se obtuvo de las dimensiones de las muestras medidas con un Vernier digital. La porosidad se determinó usando un picnómetro de helio (Accupyc 1330). Las morfologías generadas en cada caso, se observaron por microscopía electrónica de barrido (Jeol 7001F) sobre muestras crio-fracturadas. Dichas muestras fueron previamente metalizadas para hacerlas conductoras. Las propiedades mecánicas se evaluaron en modo de compresión usando una máquina universal de ensayos, con una célula de carga de 10KN a velocidad de 1 mm/min. Previamente a cualquier ensayo las muestras fueron estabilizadas a 50% de humedad relativa.

3. RESULTADOS

3.1 Densidad y Porosidad

La evolución de las densidades aparentes (ρ_{app}) y de las porosidades en función de la composición se muestran en la Tabla 2. La menor densidad y mayor porosidad ($\sim 97\%$) se obtuvieron lógicamente en el alginato puro (A5-R).

Tabla 2. Propiedades físicas de los aerogeles.

Muestra	ρ_{app} (g/cm ³)	Porosidad (%)	E_{sp} (MPa·cm ³ /g)	σ_{ysp} (MPa·cm ³ /g)	Energía absorbida a 50% de deformación (kJ/m ³)
A5-R	0.059 ± 0.001	97.5 ± 0.29	0.52 ± 0.12	-	0.58 ± 0.11
A5C5-R	0.100 ± 0.002	95.8 ± 0.10	9.53 ± 2.09	0.81 ± 0.02	5.09 ± 0.15
A5C5T2-R	0.126 ± 0.001	94.2 ± 0.13	15.79 ± 4.03	0.87 ± 0.07	9.12 ± 0.63
A5C5T2-U	0.129 ± 0.004	94.6 ± 0.27	57.10 ± 6.40	3.34 ± 0.05	23.79 ± 7.88
A5C5T2-U*	0.191 ± 0.001	90.0 ± 0.15	305.29 ± 46.05	7.04 ± 0.22	64.02 ± 2.33

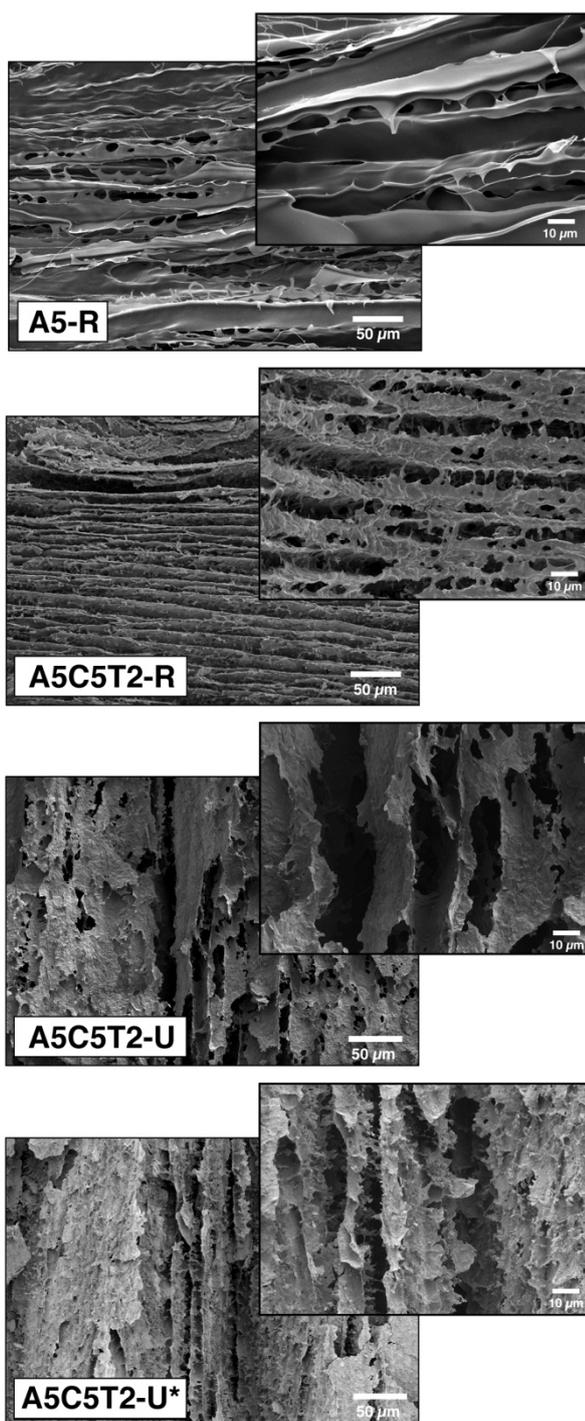


Figura 2. Imágenes correspondientes a las secciones transversales de los aerogeles en estudio.

Como puede observarse, la densidad aparente de los aerogeles aumenta de forma constante a medida que aumenta el contenido de sólidos, haciéndolo en mayor medida con la arcilla, al ser su densidad la mayor de todos los componentes, 2,6 g/cm³ frente a 1,56 g/cm³ y 1,6 g/cm³ del ácido tánico y alginato respectivamente.

La presencia de una mayor cantidad de sólidos en los geles precursores tiene un efecto limitante sobre el crecimiento y expansión del hielo, hecho que a su vez causa una disminución de la porosidad total y también del tamaño del poro. Si bien dicha tendencia se mantiene de manera coherente en las muestras no reticuladas, la densidad se incrementó notablemente (141% respecto A5-R) en la muestra unidireccional reticulada A5C5T2-U*. Dicho cambio se atribuye a la contracción causada por la creación de un mayor número de enlaces fuertes intermoleculares como resultado de la reticulación con moléculas cortas como la del GTA. Por otro lado, a pesar de que las velocidades de congelamiento fueron globalmente mayores en el método uniaxial en comparación con el radial, sin embargo, ello no dio lugar a grandes diferencias en el porcentaje de porosidad entre las muestras (A5C5T2-R vs A5C5T2-U), tal vez debido a una mayor heterogeneidad en la distribución de poros en la muestra unidireccional.

3.2 Morfología

En la figura 2 se muestran las micrografías correspondientes a las secciones transversales de los aerogeles más representativos. Tanto el aerogel de alginato puro (A5-R) como el que contiene arcilla (A5C5-R) evidencian un crecimiento radial del hielo que se origina en las paredes de los moldes cilíndricos y evoluciona hacia el centro del mismo. En el primer caso, las láminas horizontales brillantes corresponden íntegramente al polímero dispuesto en forma orientada, mientras que en el segundo caso, las láminas que se observan se deben a la concatenación ordenada de microlaminillas de arcilla que forman una estructura de “casa de cartas”. Dicha estructura a su vez se encuentra recubierta y encapsulada por la matriz de alginato. Puede igualmente observarse que la adición de arcilla causa un engrosamiento de las paredes celulares, así como una disminución de la separación entre láminas que se reduce desde aproximadamente 20 μm a 10 μm. En ambos casos, se detecta la ausencia de uniones entre láminas lo

que puede dar lugar a un fallo prematuro por pandeo y colapso de las láminas.

Las muestras que fueron congeladas a través de la superficie inferior del molde cilíndrico, evidencian igualmente una marcada anisotropía con las celdillas orientadas verticalmente de acuerdo con el gradiente de temperaturas creado entre la zona inferior y superior del molde cilíndrico. Es de reseñar la menor separación inter-laminar que se puede observar en la muestra A5C5T2-U* cuando se compara con la A5C5T2-R. En la composición A5C5T2-U*, la estructura revela una mayor homogeneidad, así como un cierto engrosamiento de las láminas verticales, aquí probablemente debido a la mayor viscosidad del gel precursor y menor velocidad de crecimiento de hielo. En este último caso, se detecta un incremento de las interconexiones entre paredes celulares con generación de una estructura dendrítica/ramificada y decremento del espaciamiento inter-lamelar, hecho que anticipa una mejor respuesta mecánica como resultado de la existencia de mayor número de conexiones causadas por el entrecruzamiento químico.

3.3 Resistencia a la compresión

Las propiedades mecánicas de los aerogeles fueron evaluadas en compresión, ya que éste es el modo habitual de trabajo de los materiales espumados. Los resultados obtenidos se muestran en la figura 3a y 3b. En la tabla 2 se reflejan los valores de los módulos y resistencia específicas, normalizando la posible influencia de las variaciones de densidad entre muestras.

Los sistemas con orientación radial (Fig. 3a) presentan una limitada rigidez, pero gran deformación. La respuesta mecánica es fundamentalmente elástica hasta deformaciones cercanas al 50% donde cambia ligeramente la tendencia de la curva para alcanzar densificación a mayores niveles de deformación, siguiendo un comportamiento típico de las espumas elasto-plásticas. La presencia de montmorillonita (A5C5-R) y ácido tánico (A5C5T2-R) mejoran notablemente tanto el módulo elástico como la resistencia específica de los aerogeles compuestos con respecto al alginato puro (A5-R). Esto se atribuye a la mayor rigidez de la arcilla y su confinamiento entre las moléculas del polímero. Por otro lado, el carácter polar del ácido tánico contribuye a mejorar la atracción entre las partículas de arcilla y la matriz de alginato a través del establecimiento de puentes de hidrógeno.

En comparación con los sistemas orientados radialmente, los que poseen orientación vertical exhiben un comportamiento marcadamente diferente (Fig 3). En el caso de la muestra no entrecruzada (A5C5T2-U) se conserva el carácter elastoplástico de una espuma, observándose un punto de fluencia bien definido seguido por un “plateau” en las que se mantiene constante el esfuerzo aplicado independientemente de la deformación. Los valores tanto de módulo elástico como de tensión de fluencia aumentan notablemente (~ 4

veces) con respecto de la misma composición con orientación radial. Sin embargo, el incremento más notable en las prestaciones mecánicas se produce cuando se combina la orientación vertical con el entrecruzamiento químico. En este caso, el módulo específico se incrementa 20 veces mientras que la tensión específica lo hace en un factor de 8. En este caso el comportamiento cambia notablemente (Fig. 3a) apareciendo un punto de fluencia bien definido seguido de una zona de fluencia en la que probablemente se produce el colapso por pandeo de algunas de las láminas que forman el aerogel, con aparición de colapso estructural a grandes deformaciones (>40%). Este cambio en las características mecánicas se debe a la presencia de enlaces covalentes tipo éter (-C-O-C) como consecuencia de la reacción entre los grupos aldehído (-CH=O) del GTA y los OH terminales del ácido tánico y del alginato.

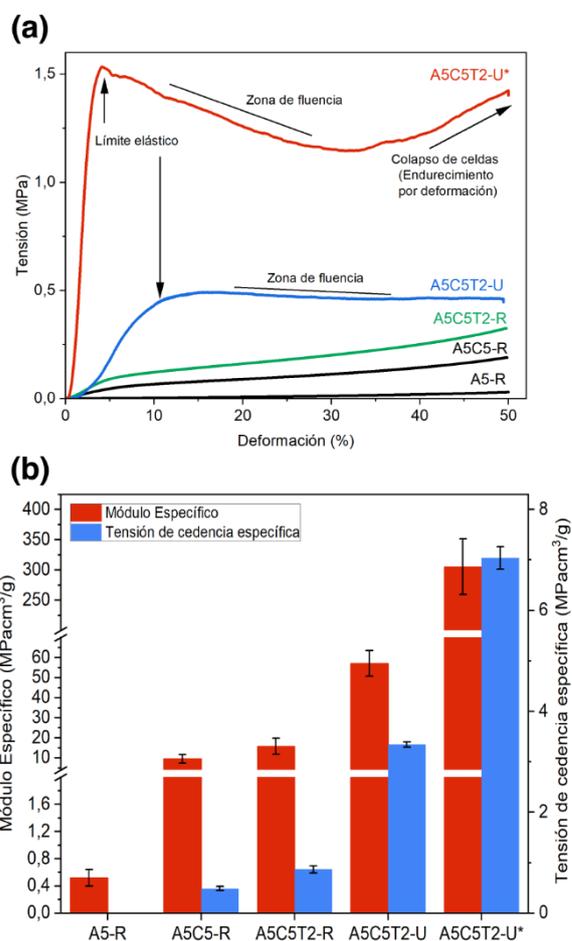


Figura 3. (a) Gráfica tensión-deformación en compresión de los aerogeles, (b) Diagrama comparativo del módulo específico y tensión de fluencia específica.

4. CONCLUSIONES

En este trabajo se han estudiado las propiedades físicas de diversos aerogeles compuestos de matriz alginato

fabricados mediante liofilización, en función de la composición y morfología inducida durante su fabricación. A través del crio-ensamblado se han desarrollado aerogeles con una estructura jerárquicamente definida con dos orientaciones diferenciadas, radial y vertical. Las muestras orientadas radialmente mostraron un comportamiento en compresión similar al de las espumas elasto-plásticas convencionales. Dicho comportamiento también se pudo observar de manera más definida en las muestras orientadas verticalmente no entrecruzadas, donde el módulo elástico presentó mayores valores, originado por el ordenamiento uniaxial de las paredes de arcilla recubiertas por el alginato y el ácido tánico. Las muestras orientadas verticalmente y reticuladas con glutaraldehído, resultaron en los aerogeles más rígidos debido al incremento de las ramificaciones entre las paredes dando como resultado módulos elásticos y tensiones de fluencia 20 y 8 veces superiores respectivamente. Los aerogeles obtenidos han demostrado excelentes prestaciones mecánicas por lo que su desarrollo puede ser prometedor como una alternativa sostenible a las espumas poliméricas convencionales.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecer al Ministerio de Ciencia e Innovación de España, por el apoyo recibido a través del proyecto PID2019-106518RB-I00/AEI/10.13039/501100011033. Igualmente se agradece a la Generalitat de Catalunya la ayuda a la actividad científica 2021SGR01042. Lucía G. De la Cruz, agradece al Consejo Nacional de Humanidades, Ciencias y Tecnologías (CONAHCYT) de México por la beca N°. 729201.

REFERENCIAS

- [1] R.C. Mackenzie. *Clay-water relationships*. Nature (1952) 39, 351-352.
- [2] L. G. De la Cruz, T. Abt, N. León, L. Wang, M. Sánchez-Soto. *Ice-templated crosslinked PVA aerogels modified with tannic acid and sodium alginate*. Gels 8 (2022) 419.
- [3] L. G. De la Cruz, T. Abt, N. León, M. Sánchez-Soto. *Properties of freeze-dried gelatin/clay aerogel composites crosslinked with tannic acid*. ACS Appl. Polym. Mater. 5 (2023) 10, 7774–7785.
- [4] D. Felton, R. Fuller, R.H. Crawford. *The potential for renewable materials to reduce embodied energy and associated greenhouse gas emissions of medium-rise buildings*. Archit. Sci. Rev. (2013) 1-8.
- [5] X-L. Lei, Y-R He, Z-M Qin, M-J Chen, H-B Chen. *Facile fabrication, mechanical property and flame retardancy of aerogel composites based on alginate and melamine-formaldehyde*. Polymer 181 (2019) 121783:1-7.

INFLUENCIA DE LA MORFOMETRÍA Y LAS PROPIEDADES APARENTES EN LA INTEGRIDAD ESTRUCTURAL DEL HUESO TRABECULAR HUMANO ENFERMO Y SANO

Raquel Megías*, Ricardo Belda, Ana Vercher-Martínez, Eugenio Giner

Instituto Universitario de Ingeniería Mecánica y Biomecánica - I2MB, Departamento de Ingeniería Mecánica y de Materiales, Universitat Politècnica de València, Camino de Vera, 46022 Valencia, España

*Persona de contacto: ramedia@upv.es

RESUMEN

En este trabajo, se han estudiado las relaciones entre la morfometría y la respuesta mecánica de hueso trabecular humano. Las muestras analizadas proceden de cabezas femorales humanas y están divididas en tres grupos: grupo sano (GS), grupo artrósico (GA) y grupo osteoporótico (GO). Las muestras se han escaneado mediante micro-CT para disponer de la geometría y poder realizar el estudio morfométrico de la microarquitectura trabecular. Se han llevado a cabo ensayos de compresión cuasiestática en la dirección más rígida de las muestras hasta producir su fractura. La influencia entre los parámetros se ha estudiado mediante correlaciones lineales por grupos de forma independiente, ya que el comportamiento aparente es tan diferente entre las muestras que las relaciones obtenidas analizando todas las muestras en conjunto no son relevantes y presentan unos coeficientes de correlación muy bajos. El grupo sano (GS) es el que presenta relaciones relevantes (con un p-valor < 0.05) con la densidad de conectividad Conn.D, el número de trabéculas Tb.N, el área superficial de hueso BS y la dimensión fractal D. Además, también se han relacionado los parámetros aparentes obtenidos de los ensayos experimentales entre sí. Para el caso de GS, presenta correlación entre la tensión de fallo final σ_f y el módulo de Young aparente E_{app} . Respecto al grupo osteoporótico, tanto σ_f como E_{app} presentan correlaciones con la separación trabecular Tb.Sp y el número de trabéculas Tb.N. Además, también presentan correlación E_{app} y la deformación asociada a la que se da la tensión de fallo final ε_f . El grupo artrósico (GA) es el que menos correlaciones presenta, únicamente entre σ_f y el volumen total de las muestras TV y entre σ_f y E_{app} . Las correlaciones lineales obtenidas indican que se podría determinar el módulo de Young aparente o la tensión máxima que soportan las muestras sin realizar los ensayos experimentales mediante la evaluación de imágenes micro-CT.

PALABRAS CLAVE: hueso trabecular, morfometría, fallo, microarquitectura, ensayo a compresión.

ABSTRACT

In this work, the relationships between morphometry and the mechanical behaviour of the human cancellous bone have been evaluated. The analysed samples come from human femoral heads and are divided into three groups: healthy group (GS), osteoarthrotic group (GA) and osteoporotic group (GO). The cancellous bone samples were scanned using micro-CT to obtain the geometry and to develop a morphometric study of the cancellous microarchitecture. Quasi-static compression tests were carried out in the stiffest direction of the samples until the fracture was reached. The influence between the parameters has been studied through linear correlations independently by groups, as the apparent behaviour is so different between the samples that the relationships obtained by analysing all the samples together are irrelevant and present very low correlation coefficients. The healthy group (GS) is the one that presents relevant relationships (with a p-value < 0.05) with the connectivity density Conn.D, the trabecular number Tb.N, bone surface BS and the fractal dimension D. In addition, the apparent parameters obtained from the experimental tests have also been related to each other. In the case of GS, there is a correlation between the ultimate failure stress σ_f and the apparent Young's modulus E_{app} . Regarding the osteoporotic group, both σ_f and E_{app} correlate with the trabecular separation Tb.Sp and the number of trabeculae Tb.N. In addition, E_{app} and the strain reached at the ultimate failure stress ε_f are also correlated. The osteoarthrotic group (GA) is the one with the least correlations, just between σ_f and the total volume of the specimens TV and between σ_f and E_{app} . The significant linear correlations obtained can be used to determine the apparent Young's modulus or the maximum stress supported by the samples without carrying out the experimental tests through the evaluation of micro-CT images.

KEYWORDS: cancellous bone, morphometry, failure, microarchitecture, compression tests

1. INTRODUCCIÓN

El comportamiento mecánico del hueso se ha estudiado a lo largo de los años en sus diferentes escalas y mediante diversos métodos. Sin embargo, actualmente las pruebas diagnósticas en el ámbito clínico todavía son insuficientes para determinar si un hueso tiene alguna patología, como osteoporosis, o el riesgo que tiene el paciente de sufrir una fractura [1,2]. Este problema, añadido a que cada vez tenemos más población envejecida debido al aumento de la esperanza de vida, supone que gran parte de la sociedad puede sufrir enfermedades relacionadas con la edad.

Este tipo de patologías, como son algunas de las enfermedades óseas, tienen gran impacto tanto social como económico en la sociedad. Algunas de las enfermedades óseas más instauradas en la población son la artritis reumatoide, la artrosis o la osteoporosis, siendo esta última la de mayor prevalencia [3,4]. Muchas de estas patologías provocan cambios en la microarquitectura del hueso, además de modificar sus propiedades resistentes del hueso, aumentando la probabilidad de sufrir una fractura ósea.

En consecuencia, muchos investigadores se han dedicado a estudiar la morfometría de hueso, tanto sano como enfermo [5,6]. Estos estudios han reforzado la idea de que la estructura ósea tiene un papel muy significativo en el comportamiento mecánico del hueso. Los parámetros morfométricos analizados en estas investigaciones revelan el estado estructural del hueso, pero para poder predecir la fractura, también es necesario conocer su comportamiento mecánico [7-9]. Por este motivo, estos estudios suelen complementarse con ensayos experimentales que revelan el comportamiento mecánico del hueso.

Además, en estos ensayos también es posible conocer algunas propiedades del hueso, como es el módulo de Young aparente E_{app} o el nivel de carga que puede soportar. Estos parámetros están directamente relacionados con el estado estructural de la microarquitectura del hueso, por lo que pueden ser diferentes en un hueso sano que en un hueso que padezca alguna enfermedad.

Por todo esto, en el presente trabajo se estudia la relación que tienen la morfometría del hueso trabecular humano y sus propiedades mecánicas.

2. MATERIALES Y MÉTODOS

En este trabajo, se ha estudiado la correlación entre los parámetros morfométricos y las propiedades aparentes en muestras de hueso trabecular femoral humano. Para ello, se han obtenido muestras de hueso trabecular, se han escaneado por micro-CT, se han segmentado las imágenes y se han estudiado diversos parámetros morfométricos. Además, se han llevado a cabo ensayos de compresión cuasiestática, que han permitido evaluar cómo afectan cambios en la morfometría en la respuesta mecánica. El procedimiento seguido para realizar este estudio se muestra en la Figura 1.

2.1. Obtención de muestras de hueso trabecular humano

Las cabezas femorales se han obtenido durante la cirugía de artroplastia total de cadera en el Hospital Infanta Leonor de Madrid. Las muestras se han dividido en tres grupos de estudio: sano (GS), artrósico (GA) y osteoporótico (GO). Se han analizado un total de 22 muestras, repartidas en 6 sanas, 7 artrósicas y 9 osteoporóticas.

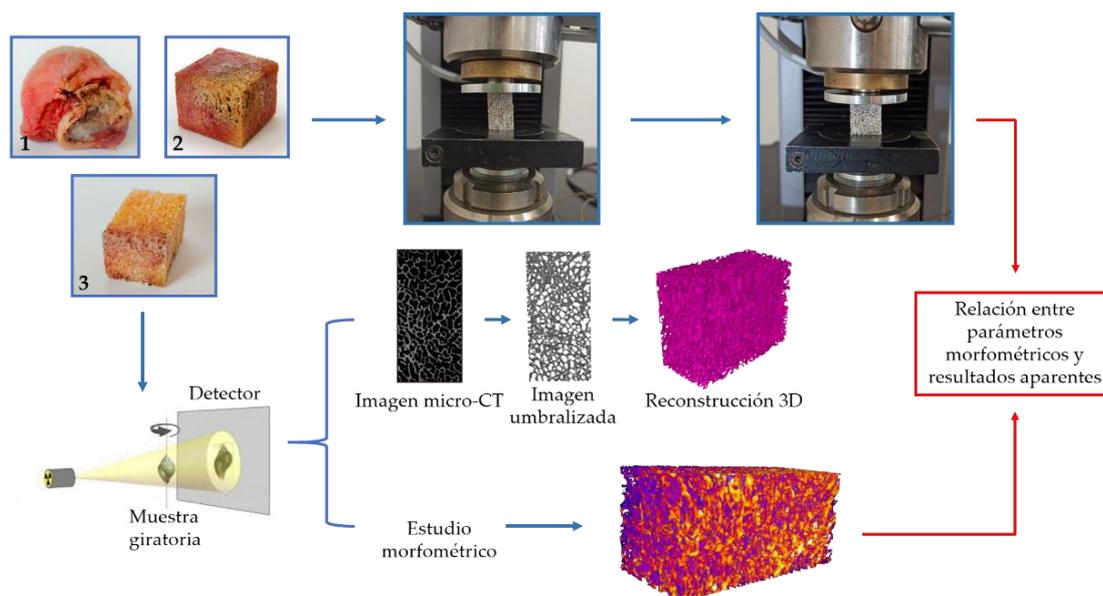


Figura 1. Esquema del procedimiento seguido para estudiar la relación entre morfometría y respuesta mecánica en hueso trabecular.

Partiendo de las cabezas femorales humanas (Fig. 2a), se han realizado diversos cortes de desbaste para eliminar el hueso cortical que forma la parte más externa de las muestras óseas (Fig. 2b). A continuación, se han realizado cortes seriados utilizando una sierra de mayor precisión para obtener las muestras trabeculares con caras opuestas paralelas y unas dimensiones mínimas de 10x10x10 mm, tal y como se muestra en la Figura 2c.

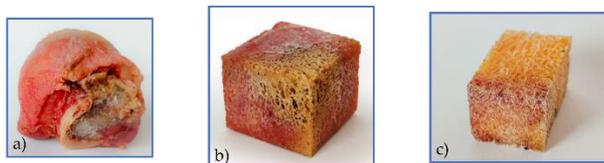


Figura 2. a) Cabeza femoral humana, b) muestra obtenida tras quitar el exterior de hueso cortical y c) muestra de hueso trabecular con caras paralelas.

2.2. Escaneado micro-CT y estudio morfométrico

Con el fin de disponer de la geometría de las muestras trabeculares para poder realizar el estudio morfométrico, se han escaneado a alta resolución utilizando el micro-CT. Para ello, se han enviado las muestras al servicio de micro-CT de la Estación de Biología Mariña de A Graña (Universidad de Santiago de Compostela), cuyo escáner es un Skyscan1172 (Bruker, Kontig, Bélgica), consiguiendo imágenes con una resolución isotrópica de 13.58 μm (voltaje 100 kV, intensidad 100 μA , filtro de Al/Cu).

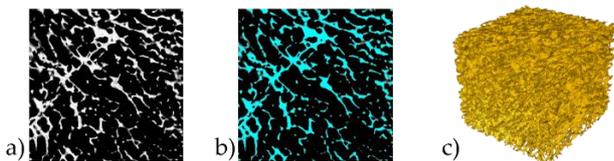


Figura 3. a) Imagen de la estructura trabecular escaneada por micro-CT, b) segmentación de las imágenes obtenidas y c) geometría de las muestras trabeculares reconstruida tras la segmentación.

Tras el escaneado, se han segmentado las imágenes obtenidas utilizando un procedimiento de umbralización manual global (ScanIP, Simpleware, UK), tal y como se muestra en la Figura 3b. Utilizando la máscara segmentada (Fig. 3c), se han estudiado los siguientes parámetros morfométricos: el grado de anisotropía (DA), la densidad de conectividad (Conn.D), la dimensión fractal (D), la fracción en volumen (BV/TV), el espesor trabecular medio (Tb.Th), la separación trabecular media (Tb.SP), el número de trabéculas (Tb.N), la ratio superficie-volumen (BS/BV), el volumen de hueso (BV), el volumen total (TV) y el área superficial de hueso (BS).

2.3. Ensayos cuasiestáticos de compresión

Una vez escaneadas las muestras de hueso trabecular por micro-CT, se han sometido a cargas de compresión cuasiestática utilizando control de desplazamientos a una velocidad de 1 mm/min. Los ensayos de compresión se han realizado en una máquina de ensayos electromecánica (MTS Criterion C42, MTS Systems, USA) con platos de compresión de aluminio (MTS ref.: FYA502A). El desplazamiento entre los platos de compresión se ha medido utilizando un defleómetro de contacto (MTS ref.:632.06H-20) que está fijado al plato superior mediante un utillaje, tal y como se muestra en la Figura 4.

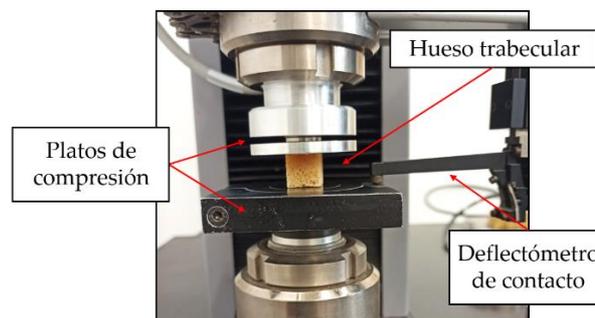


Figura 4. Configuración del utillaje empleado para realizar los ensayos de compresión.

Los ensayos de compresión se han realizado en la dirección más rígida de cada una de las muestras trabeculares, evaluada mediante la simulación numérica de la compresión en las 3 direcciones posibles de ensayo. Al inicio de cada ensayo, se aplicó una precarga de 20 N para asegurar que ambas caras de la muestra estén completamente en contacto con los platos de compresión. Durante los ensayos, se ha registrado el desplazamiento u mediante el defleómetro de contacto y la fuerza F aplicada sobre la muestra con una frecuencia de adquisición de 10 Hz.

A partir de los datos adquiridos durante los ensayos de compresión se han obtenido las curvas tensión – deformación de cada muestra ensayada. De cada curva, extraemos los tres parámetros más relevantes relacionados con el comportamiento aparente de las muestras óseas, que son el módulo de Young aparente E_{app} , la tensión máxima o de fallo final σ_f y la deformación a la que ocurre dicha tensión ε_f . Estos tres parámetros se van a relacionar con los parámetros morfométricos para estudiar cuáles tienen mayor relevancia sobre el comportamiento mecánico del hueso.

3. RESULTADOS

En primer lugar, se han obtenido los resultados referentes a la morfometría. En la Figura 5 se muestran los resultados obtenidos para el espesor trabecular medio

(Tb.Th) y la separación trabecular media (Tb.Sp) de una muestra del grupo con artrosis.

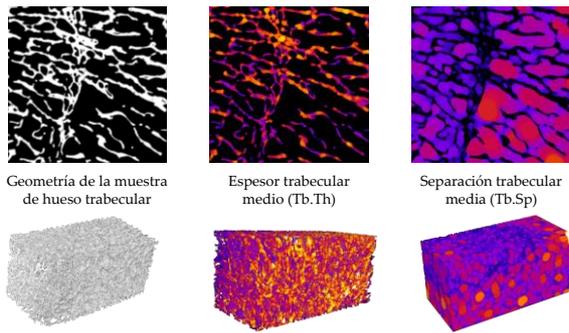


Figura 5. Geometría de una muestra de hueso trabecular tras la segmentación (izda.) y resultados de dos parámetros morfométricos de dicha muestra, el espesor trabecular medio (Tb.Th) y la separación trabecular media (Tb.Sp).

Los parámetros morfométricos que se muestran en la Figura 5 son complementarios, ya que uno se calcula con la imagen negativa del otro. En el caso del Tb.Th, cuánto más clara es una zona es porque hay mayor espesor trabecular. Por el contrario, para Tb.Sp los colores claros indican mayor separación entre trabéculas.

Tras realizar los ensayos experimentales y utilizando el software estadístico Statgraphics Centurion (Statgraphics Technologies Inc., Princeton, USA) se han estudiado las correlaciones entre los parámetros morfométricos y los aparentes. También se han evaluado relaciones entre sí de las propiedades aparentes obtenidas de los ensayos experimentales a compresión.

El estudio se ha hecho individualmente para cada grupo, ya que, debido a las grandes diferencias del estado de la microarquitectura de las muestras, las correlaciones obtenidas teniendo en cuenta todas las muestras conjuntamente no eran significativas.

Las Figuras 6 y 7 presentan las correlaciones entre parámetros morfométricos y aparentes más relevantes, con un p-valor inferior a 0.05. Los resultados del grupo sano (GS) están representado en verde, los del grupo artrósico (GA) en azul y los del grupo osteoporótico (GO) en naranja.

Las muestras sanas (GS) son las que presentan correlación con un mayor número de parámetros morfométricos. En concreto, la respuesta mecánica se correlaciona con la densidad de conectividad, el área superficial de hueso, la dimensión fractal y el número de trabéculas. Los coeficientes de correlación o de Pearson R^2 están entre 69.50 y 83.50 %. Además, también se observa una correlación del 80.42 % entre el módulo de Young aparente E_{app} y la tensión de fallo σ_f . Las muestras sanas presentan correlación principalmente con la tensión máxima o de fallo, excepto en el caso de la densidad de conectividad que se relaciona con la deformación de fallo final ϵ_f .

El grupo artrósico (GA) es el que presenta menos correlaciones. Solo existe correlación entre la tensión de fallo y el volumen total de las muestras (TV). Respecto a la relación de los propios parámetros aparentes, las muestras GA presentan correlación con la deformación de fallo. En ambos casos el coeficiente de correlación R^2 está entorno al 70%. En las primeras etapas de la artrosis

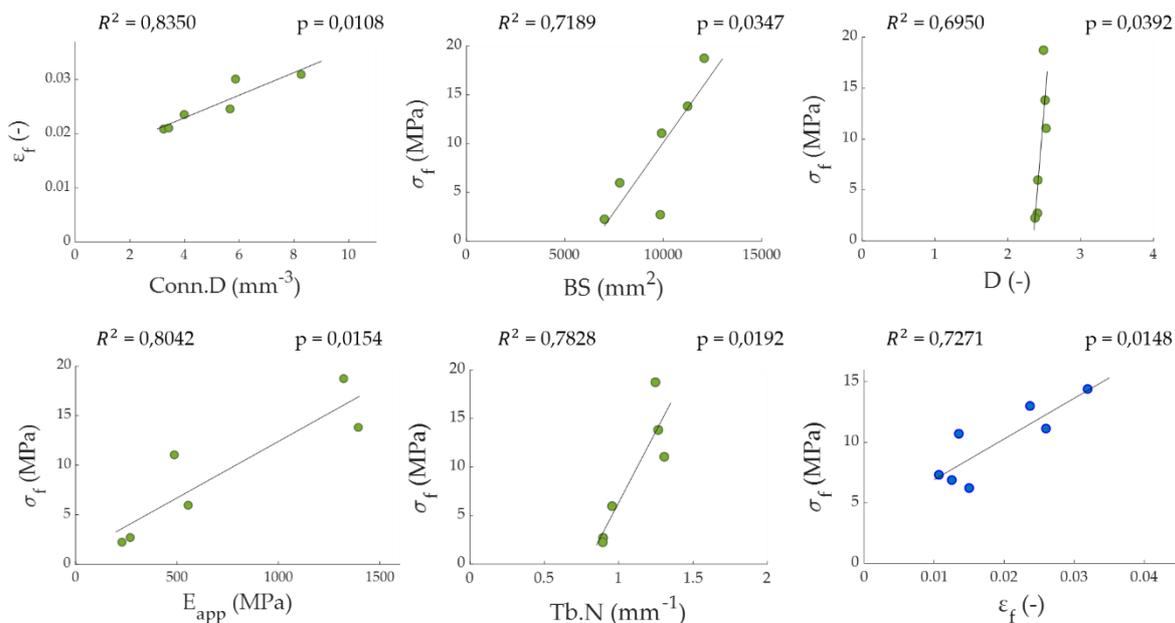


Figura 6. Relaciones entre morfometría y respuesta mecánica para el grupo sano GS (verde) y el grupo artrósico GA (azul).

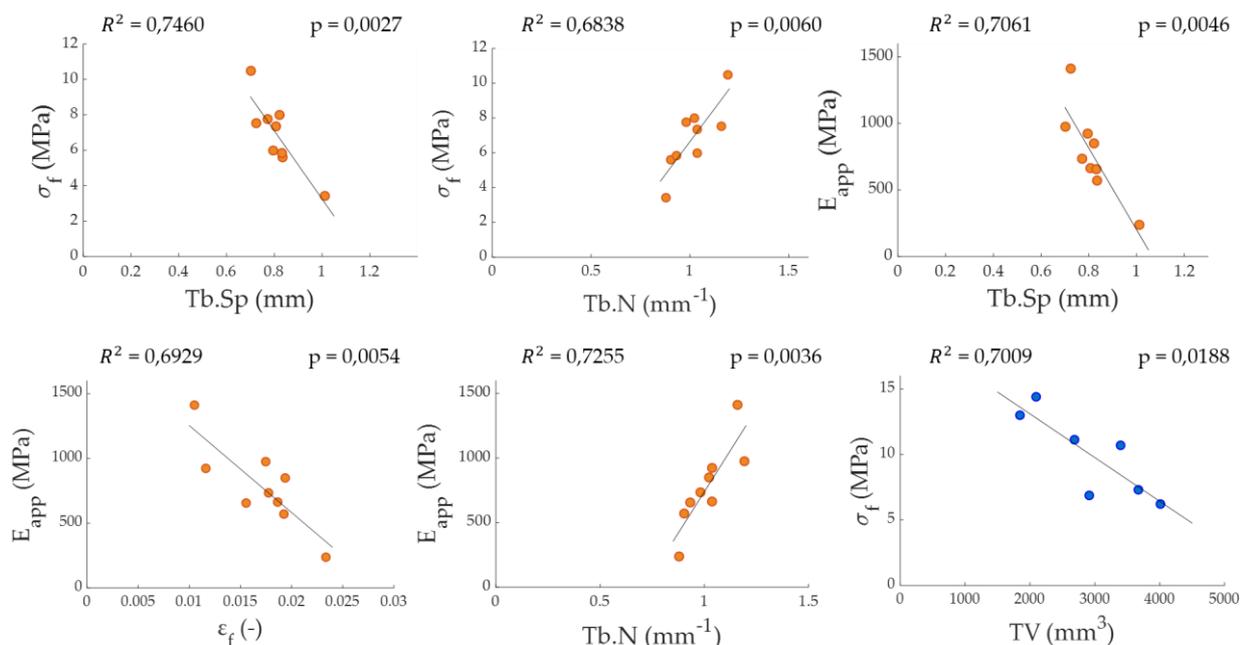


Figura 7. Relaciones entre morfometría y respuesta mecánica para el grupo osteoporótico GO (naranja) y el grupo artrósico GA (azul).

la estructura trabecular pierde masa ósea, sin embargo, en las últimas etapas se produce una sobreproducción de material provocando regiones con altas concentraciones de mineral [10]. Estas grandes variaciones en la estructura trabecular de las muestras puede que sea el motivo por el que es más complicado correlacionar la morfometría y la respuesta mecánica en este grupo.

Por último, el grupo osteoporótico presenta correlaciones con dos parámetros morfométricos, la separación trabecular (Tb.Sp) y el número de trabéculas (Tb.N). Los parámetros aparentes que se relacionan con la morfometría son el módulo de Young aparente y la tensión de fallo final. Por último, también existe una correlación de parámetros aparentes entre E_{app} y ϵ_f .

Todas las correlaciones establecidas se han realizado siguiendo un ajuste lineal, por lo que es posible definir una ecuación que relacione los parámetros morfométricos y el comportamiento mecánico de las muestras. Por tanto, en el caso de las correlaciones más significativas, es posible estimar la respuesta mecánica mediante el análisis de imágenes micro-CT.

En estos casos, no sería necesario realizar los ensayos experimentales, sino que disponiendo de la geometría de las muestras de hueso trabecular podríamos obtener propiedades tan relevantes como el módulo de Young aparentes o la tensión de fallo, ambos esenciales para caracterizar la integridad estructural del hueso.

Respecto a las relaciones entre parámetros aparentes, en el caso del GS la correlación detectada es entre σ_f y E_{app} . Se puede observar como son proporcionales, lo que indica que, a mayor módulo aparente, más nivel de carga

podrá soportar la muestra sana. En el caso del grupo artrósico (GA), la relación es entre σ_f y ϵ_f . La tendencia general es que si puede soportar mayor nivel de tensiones el nivel de deformación al que fallará también será mayor, presentando así un comportamiento dúctil. Por último, para GO la correlación aparece entre E_{app} y ϵ_f , en este caso se ve una correlación inversa en la que, a mayor módulo aparente, menor deformación admite antes del fallo. Esta tendencia nos podría mostrar que un hueso osteoporótico más rígido resulta más frágil por lo que la fractura se produce a niveles de deformaciones menores. Sin embargo, cuando el módulo aparente es menor, parece presentar un comportamiento un poco más dúctil donde admite mayores deformaciones antes de fallar catastróficamente.

4. CONCLUSIONES

En este trabajo, se han estudiado las correlaciones entre morfometría y respuesta mecánica de muestras de hueso trabecular.

Las muestras que pertenecen a GS son las que presentan correlación con más parámetros morfométricos. La tensión de fallo final σ_f se correlaciona con la dimensión fractal (D), el número de trabéculas (Tb.N) y con el área superficial de hueso (BS), mientras que ϵ_f se correlaciona con la densidad de conectividad (Conn.D). El grupo que menos correlaciones presenta es el grupo GA, únicamente con el volumen total de las muestras. Es posible que debido a las grandes diferencias que muestran en la microestructura estas muestras debido a la enfermedad, haya grandes variaciones dentro del mismo grupo, lo que supone que sea más complicado establecer fuertes correlaciones. Por último, las muestras del GO

presentan correlación tanto la tensión de fallo final σ_f como el módulo de Young aparente E_{app} . Ambos presentan correlación con los mismos parámetros morfométricos, la separación trabecular (Tb.Sp) y el número de trabéculas (Tb.N).

Respecto a la relación entre sí de los parámetros obtenidos de la respuesta mecánica, GS presenta relación entre E_{app} y σ_f donde se aprecia una correlación lineal en la que, a mayor módulo aparente, mayores niveles de carga pueden soportar las muestras sanas. En el caso de GA, se observa una correlación entre σ_f y ε_f en la que de nuevo la tendencia es que si la muestra soporta niveles de tensión más altos también admite mayores niveles de deformación, presentando un comportamiento dúctil. Finalmente, las muestras GO presentan correlación entre E_{app} y ε_f . La tendencia que presentan es que a mayor módulo aparente a menores deformaciones fallan las muestras óseas. Esto puede ser debido a que, a causa de la propia enfermedad, el hueso fragiliza y por ello aumenta el E_{app} . Sin embargo, el nivel de deformaciones que puede soportar es muy bajo debido a su fragilidad y por eso, cuanto mayor es E_{app} a menor deformación falla. Por el contrario, a menor E_{app} el comportamiento parece ser más dúctil y las deformaciones de fallo de dichas muestras son mayores que en el caso de un E_{app} mayor.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecer la financiación recibida desde la GVA por el programa PROMETEO 2021/046, y por los proyectos PID2020-118920RB-I00 y PID2020-118480RB-C21 y C22, financiado por MCIN/AEI/10.13039/5011000110 33 y por “FEDER Una manera de hacer Europa” y el proyecto PDC2021-121368-C21 y C22 financiado por MCIN/AEI/10.13039/501100011033 y por la “Unión Europea NextGenerationEU/PRTR”.



REFERENCIAS

[1] G. Shanks, D. Sharma, V. Mishra. *Prevention and treatment of osteoporosis in women*, Obstet Gynec Reprod Med. 29 (7) (2019) 201–206.

[2] *Management of osteoporosis in postmenopausal women: the 2021 position statement of the North American Menopause Society*, Menopause 28 (9) (2021) 973–997.

[3] L. Dudaric, I. Dumic-Cule, E. Divjak, B. Brkljacic, G. Ivanac. *Bone remodeling in osteoarthritis – Biological and radiological aspects*, Medicina. 59 (2023) 1613.

[4] R. Burge, B. Dawson-Hughes, D.H. Solomon, J.B. Wong, A. King, A. Tosteson. *Incidence and economic burden of osteoporosis-related fractures in the United States, 2005-2025*, J Bone Miner res. 22 (3) (2007) 465–475.

[5] M. Ding, S. Overgaard. *Degeneration in global morphometry of cancellous bone in rheumatoid arthritis, osteoarthritis and osteoporosis of femoral heads are similar but more severe than in aging*, Calcif Tissue Int. 110 (2022) 159–168.

[6] Y. Li, E. Dall’Ara, N. Sullivan, H. Ahmed, A. Blom, M. Sharif. *Subchondral bone microarchitecture and mineral density in human osteoarthritis and osteoporosis: A regional and compartmental analysis*, J Orthop Res. 39 (2021) 2568–2580.

[7] X.S. Liu, P. Sajda, P.K. Saha, F.W. Wehrli, G. Bevil, T.M. Keaveny, X.E. Guo. *Complete volumetric decomposition of individual trabecular plates and rods and its morphological correlations with anisotropic elastic moduli in human trabecular bone*, J Bone Miner Res. 23 (2) (2008) 223–235.

[8] A. Nazarian, M. Stauber, D. Zurakowski, B.D. Snuder, R. Müller. *The interaction of microarchitecture and volume fraction in predicting failure in cancellous bone*, Bone. 39 (2006) 1196–1202.

[9] A. Nazarian, M. Stauber, D. Zurakowski, B.D. Snuder, R. Müller. *Importance of individual rods and plates in the assessment of bone quality and their contribution to bone stiffness*, J Bone Miner Res. 21 (4) (2006) 586–595.

[10] M.T. Hannan, J.J. Anderson, Y. Zhang, D. Levy, D.T. Felson. *Bone mineral density and knee osteoarthritis in elderly men and women*, Arthritis Rheum. 36 (1993) 1671–1680.