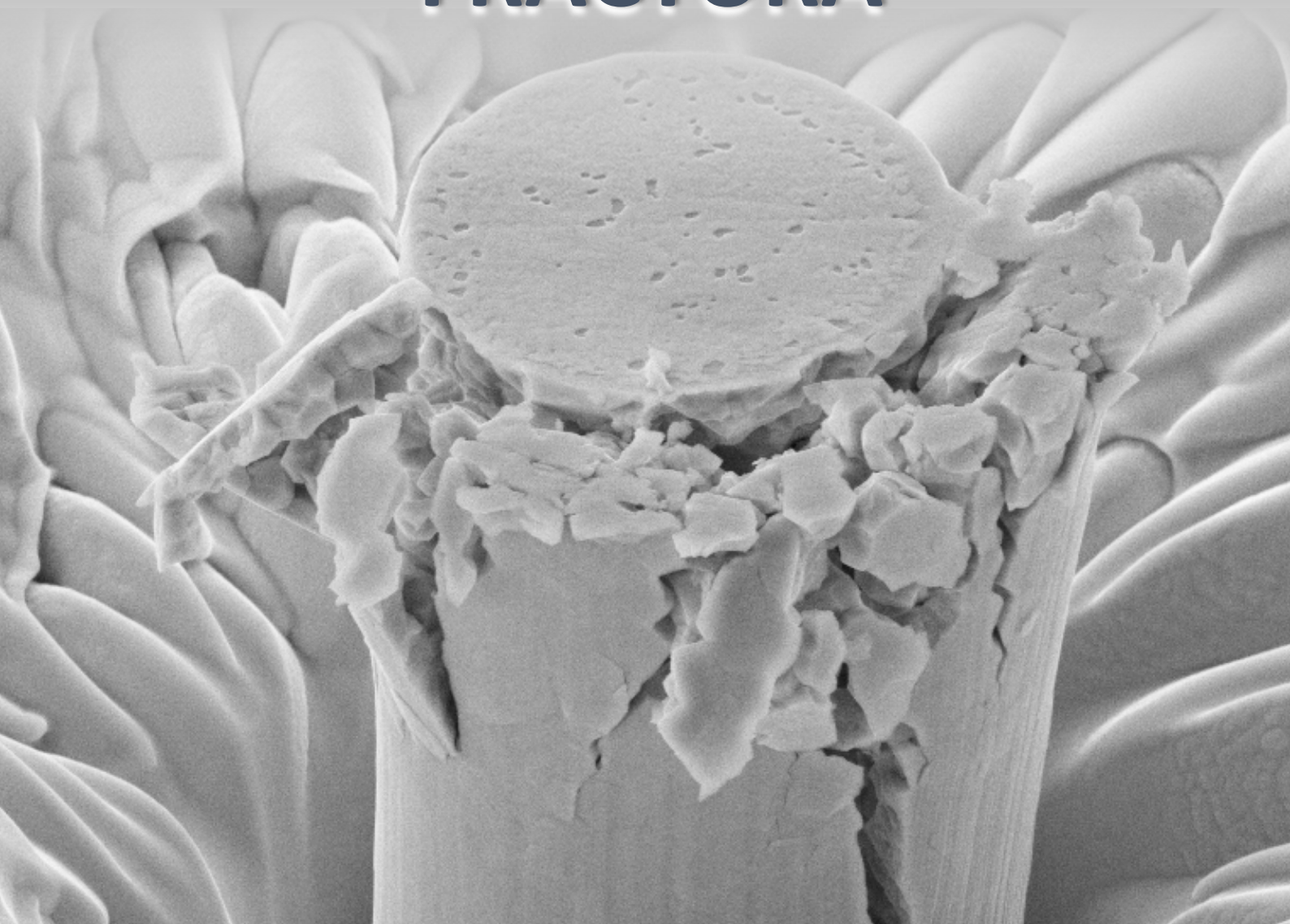




Revista Española de **MECÁNICA DE LA FRACTURA**



Volumen 10
Julio 2025

ISSN: 2792-4246

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

Fotografía titulada "IMPACTO", autor Erik Camposilvan, de la Universidad Politécnica de Cataluña. Accésit del concurso de Fotografía Científica organizado en la edición del año 2013 correspondiente 30 Encuentro del Grupo Español de Fractura celebrado en Toledo del 13 al 15 de marzo del 2013.

Esta edición de la REVISTA ESPAÑOLA DE MECÁNICA DE LA FRACTURA contiene parte de las comunicaciones presentadas en el 41 Congreso del Grupo Español de Fractura GEF2025. Todos los textos de dichas ponencias se encuentran publicados en los volúmenes 9 y 10 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)

Jon Ander ESNAOLA (Tesorero)

Sergio CICERO GONZÁLEZ

Miriam LORENZO-PEÑUELAS

Carlos NAVARRO PINTADO

Gonzalo RUÍZ LÓPEZ

Orlando SANTANA PÉREZ



Esta obra está bajo una licencia internacional [Creative Commons Atribución-NoComercial-CompartirIgual 4.0](https://creativecommons.org/licenses/by-nc-sa/4.0/).

Las publicaciones de esta revista son Creative Commons Atribución-NoComercial-CompartirIgual 4.0 Internacional (CC BY-NC-SA 4.0)

El lector puede compartir, copiar y redistribuir el material en cualquier medio o formato, siempre y cuando cumpla con las siguientes condiciones:

1. **Atribución (BY):** Debe dar crédito adecuado al autor original proporcionando un enlace a la licencia y señalando se han realizado cambios.
2. **No Comercial (NC):** No puede utilizar el material con fines comerciales. Esto significa que no puede venderlo ni obtener ganancias directas de su uso.
3. **Compartir Igual (SA):** Si adapta, transforma o construye sobre el material, debe distribuir sus contribuciones bajo la misma licencia que el original.

Recuerda que esta licencia no afecta a los derechos legales del autor, como el derecho moral o las excepciones de uso justo.

PRESENTACIÓN

El contenido de los volúmenes 9 y 10 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 41 celebrada en Vitoria-Gasteiz, del 26 al 28 de marzo de 2025.

Los congresos del Grupo Español de Fractura son reuniones científicas que se vienen celebrando anualmente desde el año 1984 de forma ininterrumpida, excepto en 2020 debido a la pandemia COVID. 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.

Los primeros años las actas de los congresos se publicaron bajo el nombre de Anales de Mecánica de la Fractura, editándose 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, con dos volúmenes por año. Todos los volúmenes mencionados, desde 1984 hasta la actualidad, pueden consultarse en la página web de la sociedad www.gef.es.

La organización del presente congreso, en su 41 edición, se celebró en Vitoria-Gasteiz, del 26 al 28 de marzo de 2025 bajo la organización de Jon Ander Esnaola de la universidad de Mondragón, en coordinación con Iñigo Llavori y Borja Erice. Además, han contado con la ayuda inestimable de sus compañeros Idoia Urrutibeascoa, Miren Larrañaga, Irene Torca, Xuban Telleria, David Abedul, Asier Iglesias, Gurutz Cortabitarte, Eguzkiñe Martínez, Iratxe Agirre, Markel Zugazartaza y Haizea Legorburu. Quiero destacar su gran labor y empuje, y el éxito en la organización. De igual manera es necesario mencionar el entusiasmo de todos los asistentes y ponentes.

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 Luis Távara, que durante varios años ha sido miembro de la junta directiva y Tesorero y que ahora deja su puesto. Durante este tiempo ha estado apoyando a la sociedad y trabajando por su éxito, por lo que estaremos siempre agradecidos por su trabajo. Su puesto en la junta lo ocupará a partir de ahora Jon Ander Esnaola, que ha demostrado un fuerte compromiso con esta sociedad.

Finalmente, destacar un especial reconocimiento al Prof. Jesús Rodríguez Pérez, de la Universidad Rey Juan Carlos de Madrid que, por su dedicación durante muchos años tanto a la Mecánica de la Fractura, como con sus contribuciones 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



Fotografía de grupo de los asistentes al 41 congreso GEF, celebrado en Vitoria-Gasteiz, del 26 al 28 de marzo de 2025

ÍNDICE (Volumen 10)

FRACTURA DE MATERIALES METÁLICOS	1
Influencia de la orientación microestructural en la fragilización por hidrógeno de un acero inoxidable dúplex 2205 laminado en caliente <i>S. Castaño, V. Arniella, J. Belzunce, C. Rodríguez</i>	3
Influencia de la fragilización por hidrógeno en el comportamiento a fractura de un acero dúplex: comparativa entre métodos gaseosos y electroquímicos. <i>G. Álvarez, R. Rodríguez-Aparicio, I.I. Cuesta, C. Rodríguez</i>	9
Predicción del crecimiento de grieta por fatiga en una prensa industrial. <i>G. Calvín, M. Escalero, M. Muñiz-Calvente, H. Zabala</i>	15
Microdaño intracoloniaI generado por el trefilado en aceros perlíticos y consecuencias sobre la fractura anisótropa en presencia de entallas. <i>R. Rodríguez, I. Balboa, J. Ayaso, J. Toribio</i>	21
Influencia de los métodos de preparación de muestras en las propiedades mecánicas a fractura de aceros estructurales. <i>M. Calispa, I. Ulacia, J. Larrañaga, J. ElgueZabal, B. Alberdi, D. Santamaría</i>	27
Ensayos de compresión diametral en vainas de combustible nuclear avanzado cromadas. <i>M. Cristobal Beneyto, J. Ruiz</i>	33
Efecto del endurecimiento por deformación en frío en la susceptibilidad a la fragilización por hidrógeno del acero inoxidable austenítico 904L. <i>S. Castaño, A. Núñez, J. Belzunce, C. Rodríguez</i>	39
Evolución de la cementita durante el trefilado de aceros perlíticos: Efecto sobre la fractura anisótropa. <i>R. Rodríguez, I. Balboa, J. Ayaso, J. Toribio</i>	45
Comportamiento cohesivo de un acero martensítico de medio carbono para barras estructurales de alta resistencia. <i>P. Santos, A. Valiente, M. Iordachescu</i>	51
Nuevas aportaciones al concepto de integridad estructural: Recordando a Leonardo Da Vinci y a Galileo Galilei. <i>J. Toribio</i>	57

FRACTURA DE MATERIALES CERÁMICOS Y PÉTREOS

63

Estudio de la adherencia fibra-matriz entre matriz de yeso y fibras poliméricas procedentes de procesos de reciclado.

J. L. García, F. Suárez

65

Estudio numérico de ensayos de tracción indirecta de hormigón de ultra-alta resistencia y para ampliación de curvas de efecto de tamaño.

B. Sanz, J. Planas, J. M. Sancho

71

Procedimiento para la calibración automática de los parámetros de fractura de un hormigón reforzado con fibras.

F. Suárez, J. F. Aceituno, J. Donaire

77

FRACTURA DE MATERIALES POLIMÉRICOS Y “COMPOSITES”

83

Sensibilidad al efecto entalla de polímeros obtenidos mediante fabricación por filamento fundido: comparativa entre ABS, PLA y ASA

S. Cicero, S. Arrieta

85

Caracterización de la fractura de uniones bimateriales en modos puros I y II utilizando el útil de flexión en modo mixto.

F. Mujika, A. Arrese, A. Boyano, J. de Gracia

91

Simulación numérica del fallo de laminados de fibra de carbono-epoxi con defectos de fabricación mediante phase field.

A. R. Quiñonero Moya, D. Infante García, J. E. Tarancón, E. Giner

97

Fractura de barras GFRP para el armado del hormigón.

L. Juárez, S. Medkouri, A. Morales

103

Evaluación del procedimiento de extrapolación de la ley cohesiva en diferentes condiciones ambientales.

A. Arrese, F. Mujika, P. Vigón, A. Argüelles, J. Viña

109

Integridad estructural de compuestos PP/rPET-O para FFF: microfibrilación de fase frente a compatibilización reactiva.

L. Martinez, N. León, A. Boyer, T. Abt, M. L. MasPOCH, O. Santana

113

The corrosion-inhibiting effect of graphene oxide on steel reinforcement embedded in concrete exposed to a 3.5M NaCl solution.

L. Djenaoucine, C. Argiz, Á. Picazo, A. Moragues, J. C. Gálvez

123

Estudio de la propagación de grietas por fatiga en hidrogeles de doble red Poliacrilamida-Alginato.	
<i>A. J. Cano, M. Martínez, C. Reinhards, A. Salazar, A. Rico, J. Rodríguez</i>	129

Simulación de fatiga en elementos de suspensión primaria ferroviaria para optimización de requisitos de homologación.	
<i>M. Isasi, R. Pagalday, J. Murua, I. Mendia</i>	135

FRACTURA DE MATERIALES BIOLÓGICOS	141
--	------------

Estudio de la fractura a escala microestructural en trabéculas humanas considerando propiedades elásticas y resistentes ortótropas.	
<i>A. Fresquet Monter, R. Belda, A. Vercher-Martínez, R. Megías, E. Giner</i>	143

Caracterización de la tenacidad y resistencia de las interfaces cementantes en hueso cortical mediante el criterio acoplado.	
<i>A.R. Quiñonero Moya, D. Infante García, R. Belda, A. Vercher-Martínez, E. Giner</i>	149

TÉCNICAS EXPERIMENTALES	155
--------------------------------	------------

Ensayo de probetas entalladas y extracción de parámetros mediante medidas de campo completo utilizando el método de los campos virtuales.	
<i>J.C. Suárez-Bermejo, B. Moreno, A. Silva-Campillo, P. López-Crespo</i>	157

Efecto de la deformación plástica en la conductividad de un acero X60 para la determinación del inicio de crecimiento de grieta mediante la técnica del DCPD.	
<i>R. Rodríguez-Aparicio, V. Arniella, I. Montero, I.I. Cuesta, J. M. Alegre, A. Díaz</i>	163

Estudio de la efectividad de recubrimientos para mitigar la entrada de hidrógeno en un acero I415 (X60).	
<i>V. Arniella, R. Rodríguez-Aparicio, I. Montero, I.I. Cuesta, A. Díaz, J.M. Alegre</i>	169

Estudio experimental sobre la fractura en modo mixto en régimen cuasi-estático en hormigón autocompactante con refuerzo longitudinal y fibras de acero.	
<i>Á. De La Rosa, G. Ruiz, R. Moreno</i>	175

Extended formulation of the focused ion beam – digital image correlation method to characterize residual stress distributions.	
<i>A. Dorronsoro, J.R. Páez, J.M. Martínez-Esnaola, J. Alkorta</i>	181

Método avanzado para la localización experimental del vértice de grieta a partir de correlación digital de imágenes.

J. A. Aguilera, P. M. Cerezo, A. S. Cruces, B. Moreno, E. Breitbarth, P. Lopez-Crespo

187

Determinación del comportamiento a fatiga a bajo número de ciclos de Poliamida 12 procesada mediante sinterizado láser selectivo.

A. J. Cano, A. Salazar, J. Rodríguez

193

FRACTURA DE MATERIALES METÁLICOS

INFLUENCIA DE LA ORIENTACIÓN MICROESTRUCTURAL EN LA FRAGILIZACIÓN POR HIDRÓGENO DE UN ACERO INOXIDABLE DÚPLEX 2205 LAMINADO EN CALIENTE

S. Castaño ^{1*}, V. Arniella, J. Belzunce, C. Rodríguez

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

* Persona de contacto: castanosofia@uniovi.es

RESUMEN

Los aceros inoxidable austeníticos se postulan como materiales apropiados para el almacenamiento y el transporte de hidrógeno gaseoso en virtud de su alta resistencia a la fragilización por hidrógeno. Sin embargo, su bajo límite elástico y elevado coste constituyen limitaciones que dificultan su uso. En este contexto, los aceros inoxidable dúplex (austeno-ferríticos) emergen como una alternativa potencialmente interesante.

En este trabajo se ha partido de una chapa de acero inoxidable dúplex, tipo 2205, laminada en caliente. La microestructura de este acero es anisótropa, presentando bandas de ferrita y de austenita superpuestas, muy alargadas en la dirección de laminación. Se han medido las propiedades a tracción y la tenacidad a la fractura (utilizando probetas SENB) en las dos direcciones de la chapa (longitudinal y transversal) tanto al aire como utilizando probetas pre-cargadas de hidrógeno (pre-carga realizada en un reactor de hidrógeno gaseoso a 300°C y 19 MPa durante 24 horas) y se han determinado los micromecanismos de fallo operativos en ambas direcciones utilizando microscopía electrónica de barrido.

PALABRAS CLAVE: Acero inoxidable dúplex, Grado 2205, Anisotropía, Fragilización por hidrógeno, Tenacidad a la fractura.

ABSTRACT

Austenitic stainless steels are proposed as suitable materials for the storage and transport of gaseous hydrogen due to their high resistance to hydrogen embrittlement. However, their low yield strength and high cost are limitations that hinder their use. In this context, duplex stainless steels (austeno-ferritic) emerge as a potentially interesting alternative.

In this study, a hot-rolled 2205 duplex stainless steel plate was used as the starting material. The microstructure of this steel is anisotropic, featuring superimposed bands of ferrite and austenite, which are highly elongated in the rolling direction. The tensile properties and fracture toughness (using SENB specimens) were measured in both directions of the plate (longitudinal and transversal), both in air and using hydrogen pre-charged specimens (pre-charging was performed in a gaseous hydrogen reactor at 19 MPa maintained at 300°C for 24 hours). The operative failure micromechanisms observed in these tests were determined using scanning electron microscopy.

KEYWORDS: Duplex stainless steel, 2205 grade, Anisotropy, Hydrogen embrittlement, Fracture toughness.

1. INTRODUCCIÓN

En los últimos años, el hidrógeno verde ha emergido como un pilar fundamental en la transición energética global, impulsado por su potencial para descarbonizar sectores clave como el transporte, la industria y la generación de energía [1]. Su capacidad para actuar como un vector energético limpio lo convierte en un recurso estratégico en la lucha contra el cambio climático [2]. Sin embargo, la implementación a gran escala del hidrógeno requiere superar importantes desafíos tecnológicos, particularmente en lo que respecta a su producción, almacenamiento y transporte de manera segura y eficiente [3].

Uno de los principales retos en la infraestructura del hidrógeno radica en sus propiedades físicas y químicas. Su baja densidad energética volumétrica exige soluciones avanzadas para su almacenamiento, mientras que su capacidad para difundir a través de las aleaciones metálicas y generar procesos de fragilización suponen una amenaza real de cara a asegurar la integridad estructural de los componentes industriales expuestos [4]. En este contexto, el desarrollo de aleaciones con alta resistencia mecánica y excelente comportamiento frente a la fragilización por hidrógeno se ha convertido en un área de investigación prioritaria.

El acero inoxidable dúplex 2205 ha sido ampliamente estudiado debido a su combinación única de resistencia

mecánica y resistencia a la corrosión, lo que lo posiciona como un material prometedor para aplicaciones en infraestructuras para el manejo de hidrógeno. Su microestructura bifásica, compuesta por una mezcla equilibrada de ferrita y austenita, confiere propiedades mecánicas superiores en comparación con las de otros aceros inoxidable convencionales. Sin embargo, las chapas de acero dúplex laminadas en caliente con relaciones porcentuales de sus dos fases en torno al 50/50 son unos productos con una microestructura en la que la ferrita es la fase matriz, mientras que la austenita se dispone en forma de bandas muy alargadas en la dirección de laminación y apiladas en la dirección del espesor. Cabe esperar entonces que estos productos sean mecánicamente anisótropos y que esta anisotropía pudiera incrementarse en presencia de hidrógeno ya que las dos fases constitutivas tienen coeficientes de difusión del hidrógeno muy diferentes: el coeficiente de difusión del hidrógeno a temperatura ambiente (TA) en la ferrita es entre cinco y seis órdenes de magnitud mayor que en la austenita [5].

Otro aspecto importante, derivado de lo anterior, es que el coeficiente de difusión del hidrógeno en los aceros dúplex es intermedio entre el correspondiente a los aceros ferríticos y austeníticos, por lo que no es evidente el tipo de ensayo que sería más adecuado para la caracterización mecánica de estos aceros en presencia de hidrógeno. La carga de hidrógeno in situ se utiliza con los aceros ferríticos, mientras que con los aceros austeníticos es preferible recurrir al uso de probetas precargadas de hidrógeno.

En este trabajo se ha estudiado el comportamiento mecánico de un acero dúplex 2205 mediante ensayos de tracción y de fractura realizados al aire, empleando probetas precargadas de hidrógeno y utilizando también carga electroquímica de hidrógeno aplicada in-situ y se ha estudiado también el efecto de la orientación de las probetas respecto a la dirección de laminación de las chapas. Los resultados obtenidos se han valorado considerando la microestructura de las chapas y los micromecanismos de fallo operativos bajo las diferentes condiciones de ensayo. De este modo, se pretende contribuir al mejor diseño y selección de materiales para aplicaciones en infraestructuras para el manejo de hidrógeno, minimizando riesgos de fallos prematuros y proporcionando una mayor seguridad operativa en sistemas de almacenamiento y transporte de hidrógeno.

2. MATERIALES Y MÉTODOS

2.1. Materiales

El material empleado en este trabajo ha sido una chapa de acero inoxidable dúplex 2205, suministrado por Acerinox, de 8 mm de espesor, cuya composición química se muestra en la tabla 1.

Tabla 1. Composición química del acero (% en peso)

Material	C	Cr	Ni	Mo	Si
SS2205	0.021	22.6	5.4	3.2	0.52
Material	Mn	P	N	Cu	V
SS2205	1.37	0.026	0.16	0.22	0.12

Este acero fue sometido a un calentamiento hasta alcanzar los 1032°C durante 4.5 minutos y posteriormente enfriado mediante duchas de agua.

2.2. Precarga de hidrógeno

Para analizar el comportamiento mecánico del acero en presencia de hidrógeno, se utilizaron probetas precargadas a alta presión y temperatura: 19 MPa, 300°C, durante 24 horas. Para la medida del contenido de hidrógeno introducido en el acero se mecanizaron probetas de 10x10 mm y 0.5 mm de espesor, con esta última dirección orientada longitudinalmente (probetas L) y transversalmente (probetas T).

El contenido de hidrógeno se midió en un analizador Leco DH 603 calentando la muestra a 1100°C durante 5 minutos.

2.3. Ensayos metalográficos y de tracción

El análisis metalográfico del acero se llevó a cabo sobre muestras obtenidas al seccionar longitudinal y transversalmente las chapas. Estas fueron desbastadas, pulidas y, finalmente, se atacaron electroquímicamente en una disolución de 20 g de NaOH en 100 ml de agua destilada, bajo 20 V y 1.6 A durante 20 segundos.

Los ensayos de tracción se ejecutaron en una máquina de tracción Instron 5582, equipada con una célula de carga de 100 kN, siguiendo las especificaciones de la norma ISO 6892-1. Se utilizaron probetas de sección cuadrada con un área de 12.5 mm² y se registró la deformación con un extensómetro Instron de longitud calibrada de 25 mm.

Los ensayos de tracción se realizaron en todos los casos bajo una velocidad de desplazamiento de 0.01 mm/min, con objeto de facilitar la movilidad del hidrógeno interno en las probetas ensayadas con hidrógeno y propiciar así la posible fragilización. Estos ensayos se llevaron a cabo a TA tanto en la dirección longitudinal (L) como en la dirección transversal (T). Se realizaron ensayos al aire, tras la precarga de hidrógeno especificada en el apartado anterior y también con una carga electroquímica de hidrógeno aplicada in-situ desde una solución de 3.5% NaCl bajo 0.05 mA/cm². Tanto la carga gaseosa como la electroquímica, utilizadas en este trabajo, equivalen a aplicar una presión gaseosa muy alta a TA.

2.4. Ensayos de fractura

Se llevaron a cabo también ensayos para la determinación de la tenacidad a la fractura utilizando probetas con las

orientaciones L-T y T-L. Recuérdese que la primera letra define la dirección de aplicación de la carga y la segunda la de avance de la grieta. Se empleó una máquina servohidráulica MTS con una célula de carga de 100 kN y probetas de flexión con entalla lateral, de tipo SENB, con un ancho igual a 20 mm y con un espesor igual al de la chapa.

El crecimiento de la grieta durante el ensayo se midió con la ayuda de un extensómetro tipo COD, utilizando el método de la flexibilidad conforme indica la norma ASTM E1820. Una vez finalizado el proceso de prefisuración por fatiga, y con el propósito de incrementar la triaxialidad de tensiones en el frente de la grieta, se mecanizaron dos entallas laterales, de manera que el espesor efectivo final, B_N , fue aproximadamente igual a 6 mm.

En los ensayos de fractura realizados al aire se utilizó una velocidad de desplazamiento estándar de 0.5 mm/min. Para la caracterización de las probetas precargadas con hidrógeno y las ensayadas bajo carga in-situ de hidrógeno (solución de 3.5% NaCl, 0.5 mA/cm²), la velocidad se redujo a 0.01 mm/min con el fin de dar un mayor tiempo para el movimiento del hidrógeno en la región de proceso situada justo delante de la grieta.

Durante el ensayo, se realizó un monitoreo continuo de la carga aplicada, el desplazamiento del punto de carga (v) y la apertura del extensómetro (COD). A partir de estos datos, se generaron los gráficos P-v y P-COD, y se calcularon las curvas de resistencia J-R o J- Δa , utilizando las expresiones propuestas en la norma ya citada. Posteriormente, se determinó el valor de la integral J requerido para el inicio del crecimiento de la grieta ($J_{0.2}$), correspondiente a un avance real de 0.2 mm. Finalmente, la fragilización por hidrógeno se evaluó mediante el índice de fragilización (IF), calculado según la ecuación (1).

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

Donde $J_{0.2}$ y $J_{0.2H}$ son los valores de la tenacidad a la fractura en el inicio del crecimiento estable de la grieta, obtenidos respectivamente en ensayos al aire y con hidrógeno. Este índice varía entre 0%, cuando $J_{0.2} = J_{0.2H}$ (ausencia de fragilización) y 100%, es decir, fragilización total, cuando $J_{0.2H} = 0$.

Tras finalizar estos ensayos, se realizó un análisis fractográfico exhaustivo utilizando un microscopio electrónico de barrido (SEM JEOL-JSM5600). El equipo fue operado bajo un voltaje de 20 kV con el propósito de identificar los micromecanismos de fallo operativos en cada caso.

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

3.1. Microestructura

La figura 1 muestra secciones longitudinal y transversal de la microestructura del acero dúplex. La ferrita (fase oscura) es el constituyente matriz y la austenita (fase clara) aparece en forma de bandas muy alargadas en la dirección de laminación (L), apiladas en la dirección del espesor (S). Utilizando técnicas de microscopía cuantitativa se midió una fracción volumétrica de ferrita igual al 54%.

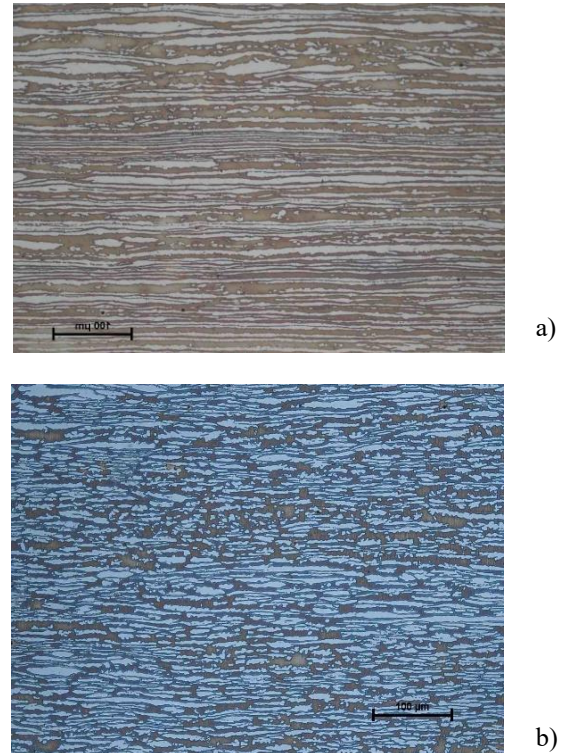


Figura 1. Microestructura del acero dúplex. (a) Sección longitudinal, (b) sección transversal.

El tamaño de las bandas de austenita se muestra en la tabla 2.

Tabla 2. Tamaño medio de las bandas austeníticas y tortuosidad en las tres direcciones analizadas.

Dirección	Tamaño banda austenita [μm]	T
Longitudinal, L	450	1.01
Transversal, T	60	1.07
Espesor, S	4	8.25

Por su parte, y dado que en el acero dúplex el hidrógeno se moverá preferentemente por la ferrita, conviene definir el parámetro que hemos denominado tortuosidad (T), que contempla la relación entre la distancia que debe recorrer el hidrógeno en su trayectoria evitando las bandas de austenita ($a+b+c$ en la figura 2) y un movimiento totalmente recto sin obstáculos (L, en la

figura 2). Las tortuosidades obtenidas, tanto en la dirección de laminación como en la transversal y en la del espesor, se presentan en la tabla 2.

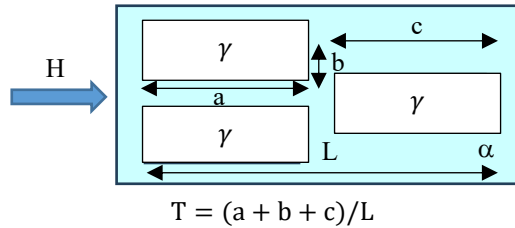


Figura 2. Tortuosidad microestructural a través de la fase matriz ferrítica

3.2. Contenido en hidrógeno y curva de desorción

La figura 3 muestra las curvas de desorción del acero dúplex en las direcciones L y T. Tras la carga, se han introducido en el acero 34 ppm de hidrógeno, que se han ido perdiendo con el paso del tiempo a TA.

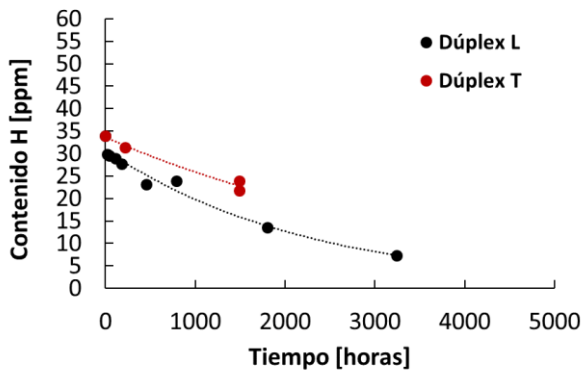


Figura 3. Curvas de desorción al aire a TA en las direcciones L y T.

La desorción a TA muestra una cinética ligeramente más rápida en la dirección L, lo que se explica en virtud de la menor tortuosidad asociada al movimiento del hidrógeno a través de la ferrita en esa dirección (véase la tabla 2).

3.3. Propiedades mecánicas a tracción

La figura 4 muestra las curvas obtenidas en los ensayos de tracción realizados en las direcciones longitudinal y transversal tanto al aire como utilizando probetas precargadas con hidrógeno gas. Con las probetas longitudinales se muestran también los resultados obtenidos en ensayos bajo carga electroquímica de hidrógeno aplicada in-situ.

Los resultados evidencian una cierta influencia de la orientación de la probeta: se han obtenido mayores valores de resistencia y menores ductilidades con las probetas longitudinales que con las probetas transversales. También se aprecia una fuerte pérdida de ductilidad (alargamiento) en las probetas precargadas de

hidrógeno, notándose menos en el caso de las probetas ensayadas con carga electroquímica in-situ. La tabla 3 recoge los valores del límite elástico, σ_{ys} , resistencia a la tracción, σ_{ut} , alargamiento, A, y estricción, Z, obtenidos en todos estos ensayos.

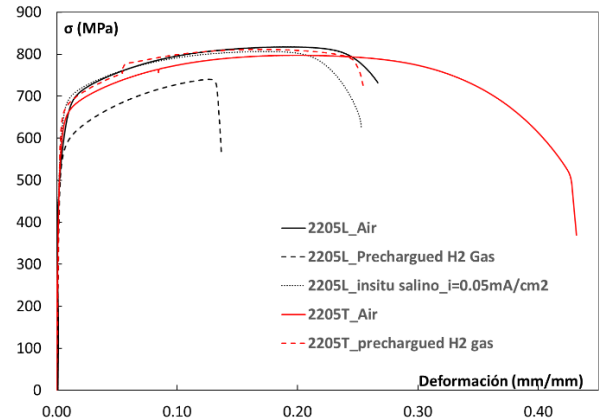


Figura 4. Curvas tensión-deformación a tracción.

Tanto el límite elástico, σ_{ys} , como la resistencia última a tracción, σ_{ut} , presentan variaciones mínimas, excepto la probeta precargada con hidrógeno en la dirección L, donde se evidencia una disminución significativa de ambas propiedades. Además, en esa misma muestra se observan reducciones significativas en el alargamiento y en la estricción. La tabla recoge también los índices de fragilización relativos al alargamiento y a la estricción, siendo estos mayores en el ensayo de la probeta precargada que en el caso de la probeta ensayada con carga in-situ de hidrógeno.

Tabla 3. Propiedades a tracción e índices de fragilización

2205	σ_{ys} (MPa)	σ_{ut} (MPa)	A (%)	Z (%)	IF _A (%)	IF _Z (%)
L_Air	627	814	28	50	-	-
L_Prec	546	740	16	18	43	64
L_in-sit	652	806	25	48	11	4
T_Air	598	797	44	68	-	-
T_Prec	643	811	28	29	36	57

3.4. Tenacidad a la fractura

En la figura 4 se muestran las curvas de resistencia J-R obtenidas en todos los ensayos de fractura. Se han representado con línea continua los gráficos de las probetas T-L y con línea discontinua los de las probetas L-T. La tabla 4 recoge el valor de J necesario para el inicio del crecimiento de la grieta, $J_{0.2}$, el índice de fragilización valorado según la expresión (1) y los valores de C y m que ajustan las curvas de resistencia a una ley parabólica del tipo $J = C \cdot \Delta a^m$.

Se destaca que la tenacidad a la fractura al aire del acero dúplex es mucho mayor en las probetas L-T que en las T-

L, es decir, la grieta crece más fácilmente en la dirección más larga de las bandas de austenita (dirección L). Por otro lado, la entrada de hidrógeno en el acero reduce significativamente su tenacidad, habiéndose medido índices de fragilización del 60-80% en las probetas L-T y superiores al 90% en la orientación T-L. Se han obtenido también tenacidades significativamente menores en las probetas T-L precargadas de hidrógeno que en las L-T. Además, las probetas con la orientación L-T precargadas de hidrógeno mostraron una tenacidad muy inferior a la medida bajo carga electroquímica de hidrógeno in-situ, mientras que las probetas T-L ensayadas con hidrógeno proporcionaron valores de tenacidad muy bajos, tanto al utilizar probetas precargadas como en los ensayos con carga de hidrógeno aplicada in-situ.

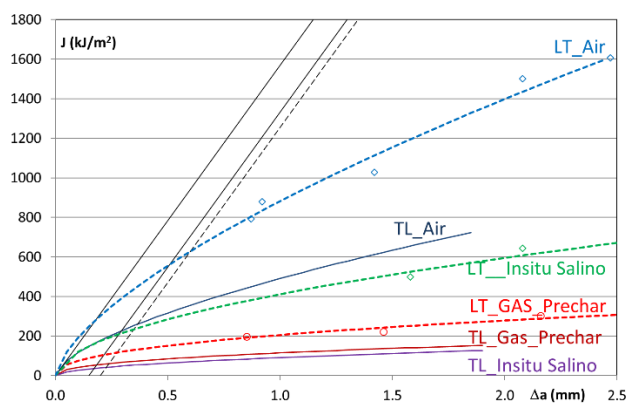


Figura 4. Curvas J-R comparativas de los ensayos de tenacidad a la fractura.

Tabla 4. Comparación de la tenacidad para diferentes cargas de hidrógeno.

Probetas	$J_{0.2}$ (kJ/m ²)	IF (%)	C (kJ/m ²)	m
L-T (Aire)	628	-	882	0.67
L-T (H in-situ)	240	62	412	0.53
L-T (Precarga H)	120	81	205	0.44
T-L (Aire)	260	-	491	0.63
T-L (H in situ)	40	94	91	0.51
T-L (Precarga H)	60	90	115	0.44

3.5. Análisis fractográfico

La figura 5 muestra la superficie de rotura de las probetas ensayadas al aire en las dos orientaciones. Ambas fracturas son completamente dúctiles, pero mientras en la probeta L-T se ven microhuecos equiaxiales uniformes, en la probeta T-L aparecen huecos muy grandes alineados en la dirección de avance de la grieta, que coincide con la dirección más larga de las bandas de austenita. Sin duda, la orientación preferente de las

citadas bandas en la dirección de avance de la grieta facilita su progresión y de ese modo justifica la disminución de la tenacidad a la fractura del acero.

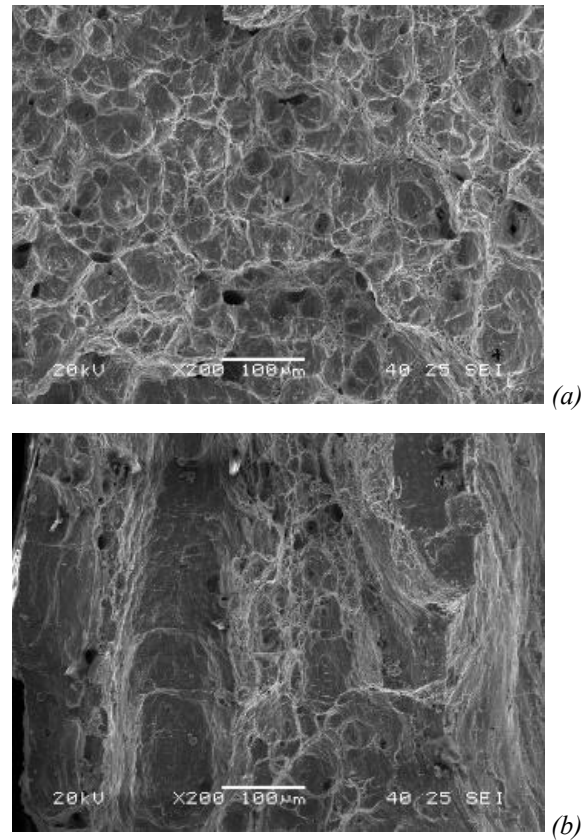


Figura 5. Superficies de fractura de las probetas ensayadas al aire, a) orientación L-T, b) orientación T-L.

Por su parte, la figura 6 muestra la superficie de rotura característica de las probetas precargadas de hidrógeno gaseoso ensayadas también en las dos orientaciones. El micromecanismo de fallo ha variado completamente. Se observa ahora una fractura frágil, con regiones muy planas en la ferrita (rotura por clivaje) y mucho más rugosas en la austenita (fase mucho más tenaz en presencia de hidrógeno), que sin duda se rompe tras una cierta deformación plástica. La menor tortuosidad de la fase ferrítica en la dirección de avance de la grieta (dirección L) en las probetas con la orientación T-L explicaría la menor tenacidad medida en esta orientación particular.

El aspecto de las superficies de fractura de las probetas ensayadas con entrada de hidrógeno in-situ es muy parecido al mostrado a propósito de las probetas precargadas de hidrógeno, observándose en ellas las mismas regiones planas en la ferrita y rugosas en la austenita, comentadas en las imágenes de la figura 6.

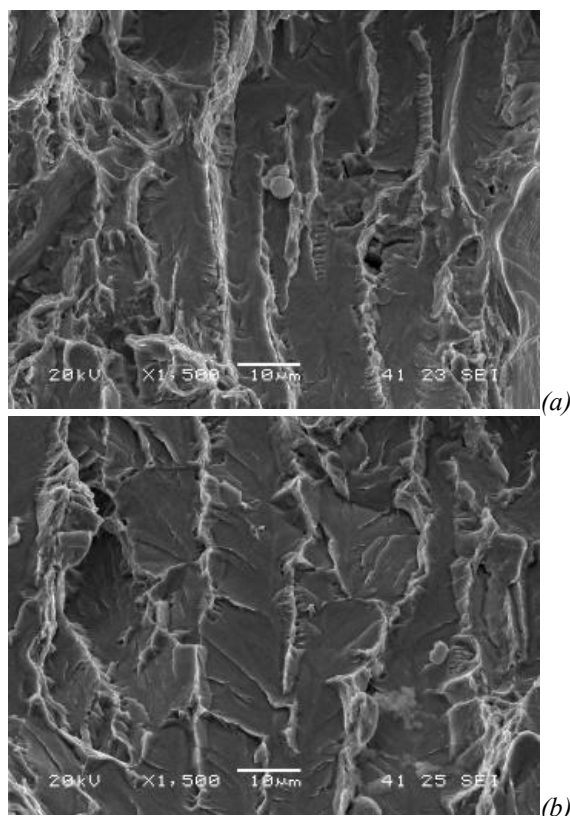


Figura 6. Superficies de fractura de las probetas precargadas de hidrógeno, a) Orientación L-T, b) orientación T-L.

4. CONCLUSIONES

Se destacan las siguientes conclusiones:

- El acero dúplex 2205 tiene una microestructura bifásica con bandas de austenita muy alargadas en la dirección de laminación y apiladas en la dirección del espesor que explica el carácter anisótropo de este acero.
- La orientación de las probetas influye en su comportamiento mecánico a tracción, observándose que, en los ensayos al aire, las probetas extraídas en la dirección longitudinal (L) tienen una mayor resistencia y una menor ductilidad en comparación con las transversales (T).
- La orientación de las probetas también influye significativamente en la tenacidad a la fractura del acero. Se ha medido una tenacidad mayor, tanto en los ensayos al aire como en los ensayos con probetas precargadas de hidrógeno, cuando la grieta crece en la dirección transversal (probetas L-T) que cuando lo hace en la longitudinal (probetas T-L).
- La entrada de hidrógeno disminuye significativamente la tenacidad a la fractura del acero dúplex 2205 y modifica completamente el micromecanismo de fallo operativo, dúctil

(coalescencia de microavidades) en los ensayos al aire y frágil (clivaje en la ferrita y tras una cierta deformación plástica en la austenita) en los ensayos realizados con hidrógeno.

- En el acero dúplex 2205, el uso de probetas precargadas de hidrógeno da lugar a índices de fragilización mayores que cuando se ensayan probetas con carga electroquímica de hidrógeno aplicada in-situ.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecer la financiación recibida del Ministerio de Economía, Industria y Competitividad a través de los proyectos PID2021-124768OB-C22 y 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] Hassan, Q., Algburi, S., Sameen, A. Z., Salman, H. M., & Jaszczur, M. (2024). Green hydrogen: A pathway to a sustainable energy future. *International Journal of Hydrogen Energy*, 50, 310–333. <https://doi.org/10.1016/j.ijhydene.2023.08.321>
- [2] Abdin, Z., Zafaranloo, A., Rafiee, A., Mérida, W., Lipiński, W., & Khalilpour, K. R. (2020). Hydrogen as an energy vector. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 120, 109620. <https://doi.org/10.1016/j.rser.2019.109620>
- [3] Rasul, M. G., Hazrat, M. A., Sattar, M. A., Jahirul, M. I., & Shearer, M. J. (2022). The future of hydrogen: Challenges on production, storage and applications. *Energy Conversion and Management*, 272, 116326. <https://doi.org/10.1016/j.enconman.2022.116326>
- [4] Li, Q., Ghadiani, H., Jalilvand, V., Alam, T., Farhat, Z., & Islam, M. A. (2024). Hydrogen Impact: A review on diffusibility, embrittlement mechanisms, and characterization. *Materials*, 17(4), 965. <https://doi.org/10.3390/ma17040965>.
- [5] Maria, G. G. B., Claeys, L., Depover, T., Santos, D. B., & Verbeken, K. (2018). The hydrogen induced mechanical degradation of duplex stainless steel. *Steel Research International*, 89(11), 1800451. <https://doi.org/10.1002/srin.201800451>
- [6] San Marchi, C., Somerday, B. P., & Robinson, S. L. (2007). Permeability, solubility and diffusivity of hydrogen isotopes in stainless steels at high gas pressures. *International Journal of Hydrogen Energy*, 32(1), 100–116. <https://doi.org/10.1016/j.ijhydene.2006.05.008>

INFLUENCIA DE LA FRAGILIZACIÓN POR HIDRÓGENO EN EL COMPORTAMIENTO A FRACTURA DE UN ACERO DÚPLEX: COMPARATIVA ENTRE MÉTODOS GASEOSOS Y ELECTROQUÍMICOS

G. Álvarez^{1*}, R. Rodríguez-Aparicio², I.I. Cuesta², C. Rodríguez¹

¹ Grupo de Investigación SIMUMECAMAT, Universidad de Oviedo, C. Pedro Puig Adam, Edificio Departamental Oeste, 33203 Asturias, España.

² Grupo de Investigación Structural Integrity, Universidad de Burgos, Escuela Politécnica Superior. Av. Cantabria s/n, 09006 Burgos, España.

* Persona de contacto: alvarezdguillermo@uniovi.es

RESUMEN

La fragilización por hidrógeno (HE) disminuye las propiedades mecánicas de los aceros, siendo crucial desarrollar materiales y métodos de ensayo que permitan diseñar componentes adecuados para estos escenarios. Este trabajo estudia la fragilización por hidrógeno en un acero dúplex obtenido por fabricación aditiva (LPBF) y propone un procedimiento experimental para su evaluación. En esta investigación se ha analizado y comparado el comportamiento a fractura del material en dos ambientes de hidrógeno: gaseoso y electroquímico. Los ensayos mecánicos “in situ” en hidrógeno gas se llevaron a cabo con diferentes velocidades de carga y presiones de hidrógeno. En el caso de hidrógeno generado por métodos electroquímicos también se utilizaron diferentes velocidades, pero en un electrolito salino bajo densidad de corriente constante. Los resultados se analizaron mediante el método de normalización según ASTM E1820-24 con el fin de comparar ambos casos. Adicionalmente, los mecanismos de fractura fueron caracterizados mediante microscopía electrónica y comparados con los de un acero dúplex convencional. Los resultados han permitido correlacionar la influencia del proceso de fabricación aditiva en el comportamiento frente al hidrógeno y establecer directrices para el diseño y evaluación de métodos experimentales económicos y reproducibles en el estudio de la fragilización por hidrógeno.

PALABRAS CLAVE: Fractura, Fragilización por hidrógeno, Dúplex.

ABSTRACT

Hydrogen embrittlement (HE) decreases the mechanical properties of steels, and it is crucial to develop materials and test methods that allow the design of components suitable for these scenarios. This work studies hydrogen embrittlement in a duplex steel obtained by additive manufacturing (LPBF) and proposes an experimental procedure for its evaluation. In this research, the fracture behaviour of the material has been analysed and compared in two hydrogen environments: gaseous and electrochemical. In situ mechanical tests in hydrogen gas were carried out at different loading rates and hydrogen pressures. In the case of hydrogen generated by electrochemical methods, different rates were also used, but in a saline electrolyte under constant current density. The results were analysed using the normalisation method according to ASTM E1820-24 in order to compare both cases. Additionally, the fracture mechanisms were characterised by electron microscopy and compared with those of a conventional duplex steel. The results have allowed to correlate the influence of the additive manufacturing process on the hydrogen embrittlement behaviour and to establish guidelines for the design and evaluation of cost-effective and reproducible experimental methods in the study of hydrogen embrittlement.

KEYWORDS: Fracture, Hydrogen Embrittlement, Duplex.

1. INTRODUCCIÓN

La fabricación aditiva ha emergido como una tecnología clave en la producción de materiales avanzados, permitiendo el desarrollo de aleaciones con propiedades mecánicas mejoradas y geometrías complejas. No obstante, el comportamiento de los materiales fabricados bajo esta tecnología frente al fenómeno de fragilización por hidrógeno (FPH) sigue siendo un desafío crucial sin resolver. En este contexto, existen diferentes aceros que

parecen mejorar su comportamiento frente al hidrógeno al obtenerse por fabricación aditiva [1] (ej. aceros inoxidables austeníticos). En este aspecto, una familia de acero con gran potencial son los inoxidables dúplex, pues de conseguirse una combinación óptima entre fases de ferrita y austenita, podría dar lugar a un acero con una buena respuesta en este tipo de ambientes junto con un excelente comportamiento mecánico [2], siendo además una solución económica en comparación con otros aceros.

El tipo de caracterización mecánica que resulta más adecuada para analizar el fenómeno de fragilización por hidrógeno, es, sin duda, la basada en la mecánica de la fractura, que emplea probetas provistas de grieta ensayadas en ambiente de hidrógeno. En cuanto al ambiente de hidrógeno, sin duda debería ser el que más se ajustase a las condiciones reales de servicio. No obstante, no resulta fácil ni económico la realización de ensayos en ambientes de hidrógeno a presión, por lo que se están estudiando alternativas más sencillas y económicas como pueden ser métodos electroquímicos para simular dichas condiciones en el laboratorio.

Este estudio evalúa la tenacidad a la fractura del acero DSS2205 obtenido por fabricación aditiva, considerando su respuesta mecánica en condiciones de hidrógeno. Para ello, se han llevado a cabo ensayos de fractura tanto en aire como en hidrógeno gaseoso a presión e hidrógeno generado electroquímicamente. Además, se ha implementado un enfoque basado en la mecánica de la fractura elástico-lineal y elastoplástica para caracterizar el comportamiento del material en función de las condiciones de ensayo como la presión o la velocidad.

2. MATERIALES Y MÉTODOS

2.1 Materiales

El material utilizado en este estudio es un acero dúplex DSS2205 fabricado mediante la técnica de fusión selectiva por láser (Selective Laser Melting, SLM). Los parámetros de impresión seleccionados incluyen una potencia de láser de 175.4 W, una velocidad de escaneo de 639 mm/s y una altura de capa de 0.12 mm. Con estas condiciones de procesamiento, el material resultante presenta un alto límite elástico y una baja ductilidad. De hecho, en estado *as-built*, su microestructura está compuesta predominantemente por ferrita, por lo que se ha realizado un tratamiento térmico de temple con el fin de obtener propiedades equivalentes a las de un acero dúplex convencional. Al objeto de obtener el tratamiento óptimo se evaluaron distintos ciclos de recocido y temple, hasta encontrar el tratamiento óptimo, que consistió en un recocido a 1000 °C durante 2 horas seguido de un temple en agua [3]. Con este procedimiento, se logran

propiedades mecánicas comparables a las del acero dúplex de referencia, como se muestra en la Tabla 1.

Tabla 1. Propiedades microestructurales y mecánicas de un acero DSS2205 convencional y DSS2205-SLM [3].

Material	Austenita (%)	σ_{YS} (MPa)	σ_{UTS} (MPa)	RA (%)
Convencional	50	595	812	81
SLM	40	525	806	82

2.2 Ensayos mecánicos de tenacidad a la fractura

Se han realizado ensayos de tenacidad a la fractura con probetas de flexión en tres puntos SE(B) conforme a la normativa ASTM E1820-24. Las probetas fueron fabricadas con unas dimensiones nominales de 10 mm de ancho (W), 5 mm de espesor (B), y 46 mm de longitud y ensayadas con una distancia entre apoyos, $S=40$ mm. Todas las probetas se fabricaron con una entalla de 3.5 mm sobre las que se generó una grieta por fatiga de 1.5 mm, partiendo entonces de una relación $a_0/W=0.5$, siendo a_0 el tamaño inicial de grieta. Además, estas muestras fueron fabricadas con entallas laterales presentando la probeta un ancho neto final, $B_N=4.6$ mm.

Los ensayos se realizaron en tres condiciones ambientales distintas: (i) en aire; (ii) en hidrógeno gas a presión “in situ” y (iii) en hidrógeno generado electroquímicamente “in situ”. Tanto los ensayos realizados al aire como en hidrógeno gas a presión se llevaron a cabo en la Universidad de Burgos, utilizando una máquina servohidráulica equipada con una célula de carga de 45 kN y un autoclave con capacidad de ensayo en un rango de 0 a 300 bar de hidrógeno puro (99.9999%) y temperaturas de 0 a 300 °C (Figura 1a). Los ensayos en aire se realizaron utilizando una velocidad de ensayo de 0.1 mm/min, lo que cumplía los requisitos de la norma ASTM E1820-24. Los ensayos con hidrógeno gas a presión, se realizaron utilizando diferentes presiones de gas (35, 70 y 140 bar) y utilizando la misma velocidad de ensayo que al aire (0.1 mm/min), pero además, con el objetivo de analizar la influencia de la velocidad de ensayo, se seleccionó la condición de presión más severa (140 bar) y se redujo la velocidad a 0.003 mm/min. Durante estos los ensayos, se registraron exclusivamente

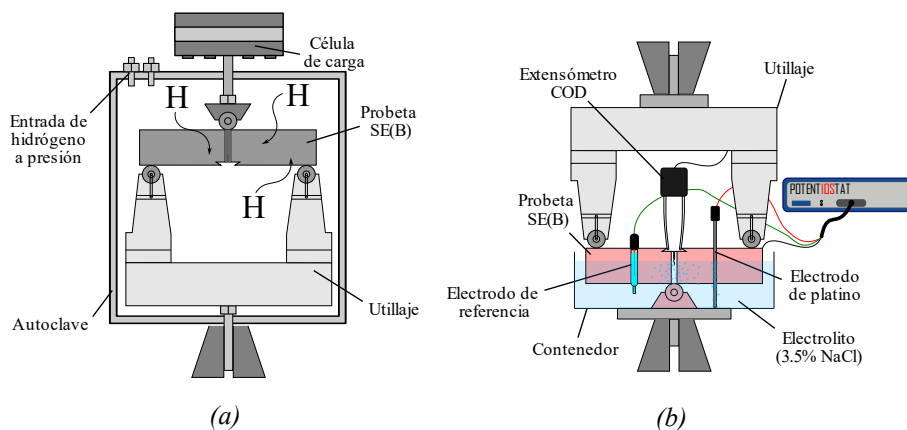


Figura 1. Ensayo de tenacidad a la fractura en hidrógeno “insitu”. (a) Gas a presión; (b) Electroquímico.

los valores de carga y de desplazamiento del punto de carga, no registrándose el valor del COD.

Los ensayos en medio electroquímico se realizaron en la Universidad de Oviedo, empleando una máquina servohidráulica MTS equipada con una célula de carga de 100 kN. En este caso, gracias a la posibilidad de utilizar un extensómetro COD por el método desarrollado en trabajos previos [2] (Figura 1b), se llevó a cabo un seguimiento del crecimiento de grieta durante el ensayo mediante el método de la flexibilidad. Las condiciones de carga de electroquímica utilizadas fueron: electrolito 3.5%NaCl y una densidad de corriente de 0.5 mA/cm². Esta elección se basó en los resultados de un estudio previo realizado sobre un acero dúplex convencional [2], ya que con ellas se conseguía introducir en el acero la misma concentración de hidrógeno que utilizando hidrógeno gas a una presión de 180 bares y 40°C.

Tras los ensayos, todas las superficies de fractura fueron analizadas en un microscopio electrónico de barrido (SEM JEOL- JSM5600) con un voltaje de 20 kV indentificando los micromecanismos de fallo operativos en las diferentes condiciones de ensayo.

2.3. Análisis de resultados de tenacidad a la fractura

Normalmente, en condiciones ambientales normales, un acero DSS2205 presenta un comportamiento elastoplástico con valores de tenacidad del orden de 635 kJ/m² [2]. Cuando el ensayo se realizó en ambiente de hidrógeno a presión, dado que no es posible introducir un extensómetro dentro del autoclave (Figura 1a) y no se dispuso de un número suficiente de muestras para aplicar el método multiprobeta, se utilizó el método de normalización descrito en el anexo A15 de la norma ASTM E1820-24. Este método permite obtener la curva $J - R$ a partir de la medida del tamaño final de grieta y los valores de carga (P_i) y desplazamiento (v_i) obtenidos durante el ensayo. Para conseguirlo, en primer lugar, es necesario normalizar la carga (P_{Ni}) y el desplazamiento plástico (v_{pli}) de acuerdo con las expresiones (1) y (2), donde η_{pl} es un parámetro con un valor constante de 1.9 para este caso, y C_i la flexibilidad de la muestra calculada utilizando los valores de desplazamiento.

$$P_{Ni} = \frac{P_i}{WB \left(\frac{W-a}{W} \right)^{\eta_{pl}}} \quad (1)$$

$$v' = \frac{v_{pli}}{W} = \frac{v_i - P_i C_i}{W} \quad (2)$$

A partir de estos valores normalizados y utilizando exclusivamente los correspondientes a la zona de enromamiento y el último punto de la curva donde se conoce el valor real del tamaño de grieta, se realiza un ajuste utilizando la expresión (3).

$$P_N = \frac{a + bv'_{pl} + cv'^2_{pl}}{d + v'_{pl}} \quad (3)$$

donde a , b , c y d son coeficientes de ajuste. Finalmente, se lleva a cabo un proceso iterativo variando el tamaño

de la grieta en los puntos de la curva carga-desplazamiento, de manera que P_N coincida con el valor obtenido con la expresión (3). Una vez finalizado este proceso, ya se dispone tanto de los valores de carga y desplazamiento en cada punto, así como del tamaño de grieta (Δa_i) correspondiente, permitiendo así el cálculo del valor de tenacidad, J , de acuerdo a las expresiones (4) y (5).

$$J_i = J_{el} + J_{pl} = \frac{K_i^2 (1 - \nu^2)}{E} + \frac{\eta_{pl} A_{pl}}{B_N (W - a_0)} \quad (4)$$

$$K_i = \frac{P_i}{(BB_N W)^{\frac{1}{2}}} f \left(\frac{a_i}{W} \right) \quad (5)$$

donde K es la tenacidad a la fractura, ν , el coeficiente de Poisson, A_{pl} el área plástica y $f(a_i/W)$ el factor geométrico. Tras la representación y ajuste de los puntos (J_i , Δa_i) el valor característico de la tenacidad a la fractura (J_Q) se calcula en el punto de corte de la curva $J-R$ con la línea de enromamiento (0.2 mm offset line). Esta metodología de análisis se utilizará para todos los ensayos que muestren un comportamiento elastoplástico, independientemente de disponer de extensómetro o no.

En los casos donde la fragilización por hidrógeno es muy alta y no existe crecimiento estable de la grieta, los resultados se evaluarán utilizando el parámetro elástico-lineal, K_Q , obtenido de acuerdo a la norma ASTM E399-22. Para ello, se emplearán los datos de fuerza y apertura de grieta (COD) obtenidos en el ensayo. En caso de no disponer de los valores de COD, se ajustará la parte lineal de las curvas utilizando ensayos en los que sí se cuente con esta información, bajo la hipótesis de que la pendiente de dicha zona depende únicamente del material y la geometría de la probeta y no del ambiente. A partir de K_Q , se calculó el valor de J_Q mediante la ecuación (4), considerando que en estas muestras el comportamiento es puramente elástico ($J_{pl} = 0$). Esta conversión permitirá comparar un mismo parámetro para las diferentes condiciones independientemente de su comportamiento elástico lineal o elastoplástico.

Finalmente, y con el fin de cuantificar la fragilización por hidrógeno, se ha utilizado el índice de fragilización por hidrógeno mediante la expresión (6).

$$HEI (\%) = \frac{J_Q^{AIRE} - J_Q^{H_2}}{J_Q^{AIRE}} \cdot 100 \quad (6)$$

donde J_Q^{AIRE} es la tenacidad obtenida en esta condición y $J_Q^{H_2}$ la obtenida en ambiente de hidrógeno.

3. RESULTADOS

3.1 Comportamiento en hidrógeno gas a presión

En la Figura 2 se muestran las curvas representativas carga-desplazamiento para las diferentes condiciones de presión de hidrógeno y velocidad de ensayo junto con la curva obtenida al aire. En los ensayos en aire, el material exhibe un comportamiento elastoplástico, que también se

observa cuando se utiliza hidrógeno gas a una presión de 35 bares. Sin embargo, en este último caso, tras un cierto desgarro dúctil, finalmente se produce una rotura inestable. No obstante, el análisis post-mortem de las superficies de fractura, reveló un cambio evidente en el micromecanismo de fallo, lo que permitió identificar con precisión el tamaño de la grieta en el momento en el que se produjo la rotura inestable y aplicar el método de normalización.

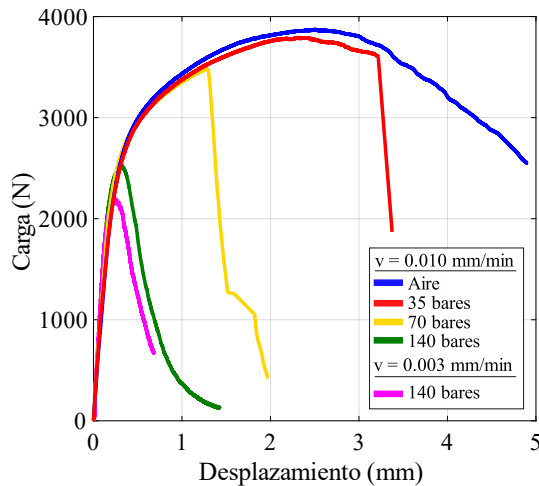


Figura 2. Curvas carga-desplazamiento en ensayos en hidrógeno gas a presión.

Así, utilizando las expresiones (1-5) se han obtenido las curvas J-R (Figura 3) y calculado el valor de tenacidad a la fractura de este material tanto al aire (puntos y curva azul) como en hidrógeno a 35 bares (puntos y curva roja). En el caso del ensayo al aire se han podido utilizar una gran cantidad de puntos en el ajuste, obteniéndose una $J_Q = 620 \text{ kJ/m}^2$. En el ensayo realizado a 35 bares, el crecimiento estable de la grieta fue de tan solo 0.75 mm, por lo que el número de puntos disponibles para el ajuste fue mucho menor y por ello la curva diverge ligeramente de la del aire en su tramo final, cuando deberían de ser similar o inferior. En la figura 3 también se ha representado la curva J-R correspondiente a un acero DSS2205 convencional ensayado en ambiente de laboratorio, pudiendo apreciarse una notable similitud con los presentados por el material objeto de estudio en esas mismas condiciones. Este resultado ofrece dos certezas: por un lado, que la metodología de normalización aplicada es óptima y por otro que el acero DP2205 obtenido por SLM muestra propiedades a fractura similares a las del material obtenido por metodologías convencionales.

A continuación, se analizaron los ensayos realizados a presiones más altas. Como se observa en la Figura 2, al aumentar la presión a 70 y 140 bares, el crecimiento inestable de grieta se produce valores de carga que no llega a alcanzar la carga máxima al aire y el valor de carga alcanzada disminuye conforme aumenta la presión de hidrógeno utilizada. Esta disminución en la carga máxima alcanzada, aunque más leve, también se presenta cuando, manteniendo la presión de hidrógeno a 140 bares se reduce la velocidad de ensayo.

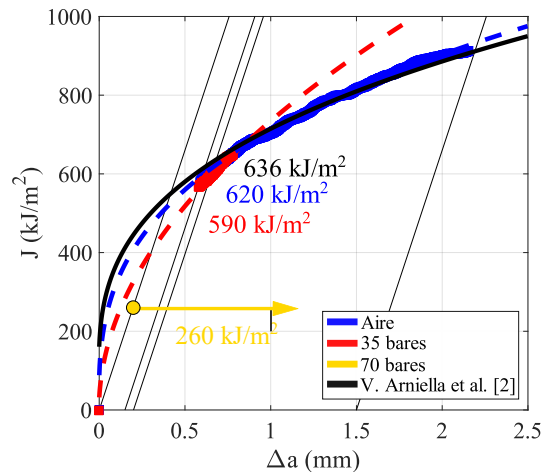


Figura 3. Curvas J-R en hidrógeno gas a presión.

En el caso del ensayo realizado a 70 bares, el comportamiento mostrado se encuentra entre los regímenes elástico lineal y elastoplástico. No obstante, y dado que las curvas mostraron una significativa porción plástica, se optó por no utilizar el parámetro elástico lineal. Pero tampoco fue posible utilizar el método de normalización debido a la ausencia de crecimiento estable de la grieta más allá de una apreciable zona estirada que corresponde con el proceso de enromamiento. Por esta razón, en este caso únicamente se ha calculado la energía debajo de la curva mediante las expresiones (4 y 5) utilizando el tamaño de grieta inicial, asumiendo dicha energía como J_Q . El valor obtenido para esta condición fue de 260 kJ/m^2 . En la Figura 3 se ha representado este resultado sobre la recta de enromamiento y se ha marcado con una línea horizontal el punto en el que se produce el crecimiento inestable de la grieta, tal como se mencionó previamente.

Por su parte, y tal como se refleja en la figura 4, para las muestras ensayadas a 140 bares a diferentes velocidades se han obtenido valores de P_Q de 1900 N y 1825 N, para velocidades de 0.01 mm/min y 0.003 mm/min respectivamente, lo que arrojó valores de K_Q de 46 y 44 $\text{MPa} \cdot \text{m}^{0.5}$ ($J_Q = 10$ y 9 kJ/m^2), respectivamente.

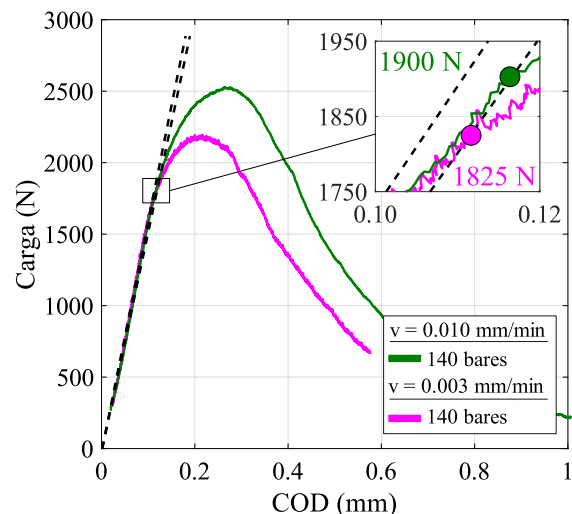


Figura 4. Curvas carga-desplazamiento a 140 bares.

3.1 Comportamiento en hidrógeno electroquímico

La figura 5 muestra las curvas carga-desplazamiento representativas del acero ensayado al aire junto con las correspondientes al ambiente electroquímico a dos velocidades de ensayo diferentes.

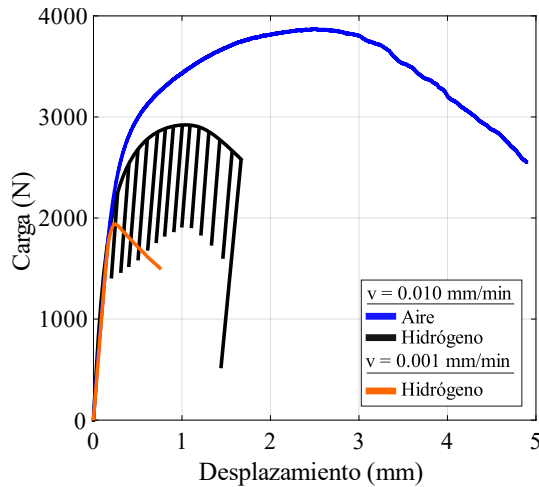


Figura 5. Curvas carga-desplazamiento en ensayos en hidrógeno electroquímico.

Observando la curva representativa del ensayo electroquímico realizado a mayor velocidad ($v=0.01$ mm/min, curva negra) se observa como el comportamiento del material difiere ligeramente del mostrado en ensayos de hidrógeno gas a presión. Como se muestra en la Figura 5, aunque los valores de carga y desplazamiento se ven reducidos notablemente, el material muestra desgarramiento dúctil y aunque el crecimiento de la grieta se produce a mayor velocidad, dicho crecimiento es estable, y el ensayo finaliza sin que se produzca crecimiento inestable.

En este caso, al haber utilizado un extensómetro fue posible calcular la curva J-R mediante el método de la flexibilidad. Pero, además, en este caso también fue posible aplicar el método de normalización. Como puede observarse en la Figura 6, las curvas J-R obtenidas por ambos métodos son muy similares, obteniéndose valores de J_Q de 193 y 202 kJ/m² por el método de la flexibilidad y por el de la normalización respectivamente.

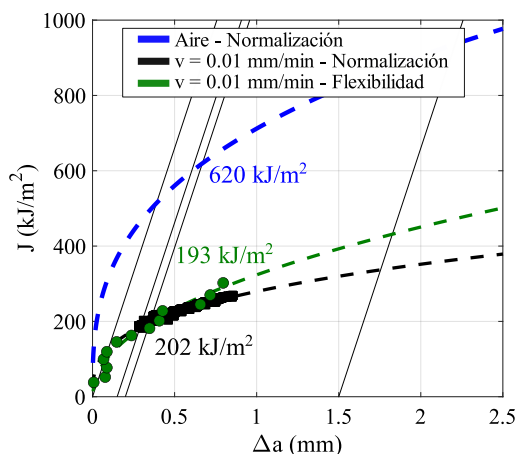


Figura 6. Curvas J-R en hidrógeno electroquímico.

En el caso de la probeta sometida a baja velocidad de desplazamiento ($v=0.001$ mm/min, curva roja en la Figura 5), el crecimiento de la grieta no sólo se alcanzó a menores valores de carga y desplazamiento, sino que además fue inestable, por lo que su análisis se realizó utilizando el parámetro elástico lineal. En este caso, la carga calculada es similar a la obtenida en ambiente de hidrógeno gas a alta presión (140 bares) y a baja velocidad de desplazamiento, obteniéndose un valor de P_Q de 1825 N y un valor de J_Q de 9 kJ/m².

4. DISCUSIÓN DE RESULTADOS

La Tabla 2 recoge los valores de J_Q obtenidos en los distintos ensayos. Como se puede observar, la tenacidad del material varía significativamente en función de las condiciones de ensayo. Ensayado al aire, el material presenta un comportamiento tenaz con valores de J_Q de aproximadamente 600 kJ/m², mientras que, en un ambiente de hidrógeno altamente agresivo, la tenacidad se reduce drásticamente hasta alcanzar valores de solo 9 kJ/m².

Tabla 2. Valores de J_Q y HEI.

Condición	v (mm/min)	J_Q (kJ/m ²)	HEI (%)
Aire	0.01	620	-
35 bar	0.01	590	5
70 bar	0.01	260	58
140 bar	0.01	10	98
140 bar	0.003	9	99
0.5 mA/cm ²	0.01	198	68
0.5 mA/cm ²	0.001	9	99

En la Tabla 2 también se muestran los valores de HEI obtenidos para cada condición de ensayo. Estos valores han sido, además, representados en la Figura 7, donde se observa claramente un aumento en la fragilización con la presión de hidrógeno gas, entre 35 y 140 bares.

Por su parte, cuando se utiliza una presión de 140 bares, el uso de una velocidad de ensayo 10 veces más baja no parece tener un impacto significativo en los resultados. Sin embargo, en el caso de los ensayos realizados en un ambiente de hidrógeno generado electroquímicamente, sí se aprecia una notable influencia de la velocidad de ensayo. Este comportamiento diferencial entre los ensayos en hidrógeno gaseoso y en medio electroquímico también se ha observado en otros estudios y podría deberse a cambios superficiales de la muestra en contacto con el electrolito, lo que afectaría los procesos de absorción y adsorción del hidrógeno en el material. Este hallazgo es relevante, ya que implica que las variables clave a considerar en la evaluación de la fragilización por hidrógeno pueden ser distintas dependiendo de la metodología de ensayo empleada. No obstante, se ha comprobado que, utilizando los parámetros adecuados, los ensayos electroquímicos pueden servir para simular los efectos del hidrógeno gaseoso en el material, pero para establecer una metodología robusta y aplicable a

diferentes materiales y condiciones, será necesario un estudio más detallado de las variables involucradas.

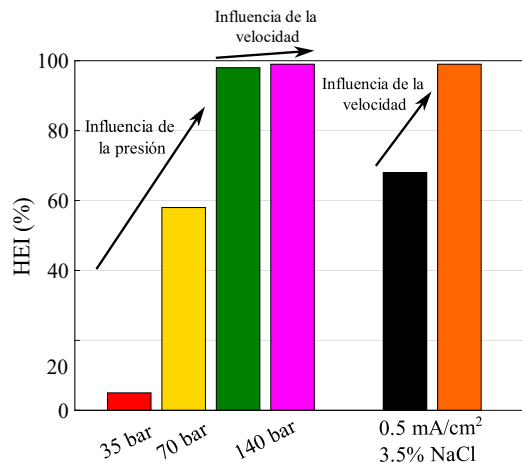


Figura 7. Valores de HEI según la condición de ensayo.

El análisis fractográfico (Figura 8) confirma los resultados mostrados en la Tabla 2. En el caso del ensayo realizado al aire, se observa una fractura dúctil, caracterizada por la coalescencia de microhuecos, mientras que, en presencia de hidrógeno, las superficies de fractura presentan características más frágiles, como clivajes.

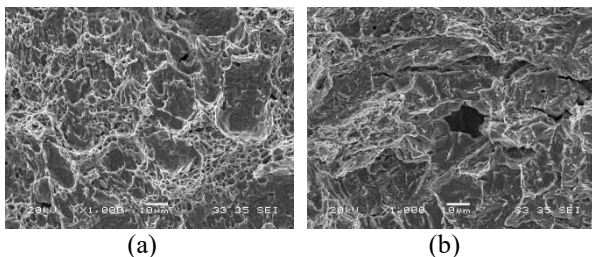


Figura 8. Micromecanismos de fallo en los ensayos de tenacidad. (a) Aire; (b) Hidrógeno.

Un análisis más detallado sugiere que la microestructura del material influye en la forma en que el hidrógeno afecta al DSS2205. En el caso del DSS2205, las bandas de ferrita son notablemente alargadas (Figura 9a), lo que se traduce en fracturas más planas y alineadas. Sin embargo, en el DP2205-SLM, la disposición de las fracturas (Figura 9b) parece estar directamente influenciada por la distribución más irregular de la ferrita comparando con la microestructura y fractografías obtenidas en estudios previos [2,4].

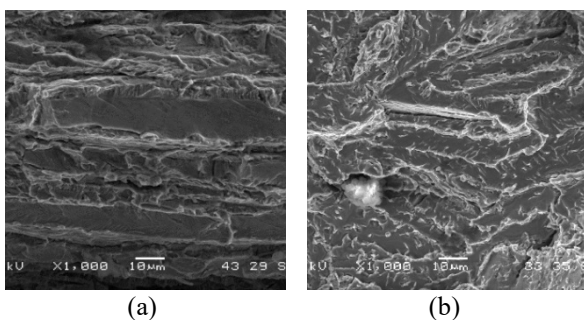


Figura 9. Superficies de fractura en hidrógeno. (a) DSS 2205 [2]; (b) DSS 2205-SLM.

5. CONCLUSIONES

Tras la realización del trabajo presentado, se ha podido evaluar la susceptibilidad al fenómeno de fragilización por hidrógeno de un acero DSS2205-SLM a través de ensayos de tenacidad a la fractura insitu de hidrógeno gas a presión y electrolítico. Además, se han alcanzado las siguientes conclusiones:

- El acero DSS2205-SLM muestra una tenacidad similar al obtenido mediante métodos convencionales tras aplicarle los tratamientos de recocido y temple mencionados.
- El comportamiento mostrado por este acero frente al fenómeno de fragilización por hidrógeno no ha sido óptimo con fragilizaciones bastante altas pasando de comportamientos elastoplásticos a elástico lineales. En este aspecto se han presentado diferentes métodos de evaluación de los resultados en función del comportamiento.
- El aumento de la presión y la disminución de la velocidad aumenta la fragilización por hidrógeno independientemente si se realiza el ensayo en condiciones de hidrógeno gas a presión o electroquímico. En el caso del ensayo en hidrógeno gas a presión, esta tiene mayor influencia que la velocidad (en presiones altas) mientras que, en el ensayo electroquímico, aun utilizando contenidos de hidrógeno altos la velocidad tiene gran influencia.
- Independientemente del método de generar el ambiente, los micromecanismos de fallo debidos al hidrógeno son similares en ambos casos, mostrando una mayor susceptibilidad de la ferrita respecto de la austenita.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecer la financiación recibida del Ministerio de Economía, Industria y Competitividad a través del proyecto PID2021-124768OB-C22 y a los Servicios Científico-Técnicos de la Universidad de Oviedo por el uso del MEB.

REFERENCIAS

- [1] G. Álvarez, et al., Hydrogen embrittlement susceptibility of additively manufactured 316L stainless steel: Influence of post-processing, printing direction, temperature and pre-straining, Addit Manuf 78 (2023).
- [2] V. Arniella, et. al, Influence of the direction of ferrite-austenite banding on hydrogen embrittlement of 2205 duplex stainless steel, Mater Charact 215
- [3] N. Mayoral, et al., Process Parameter Optimisation in Laser Powder Bed Fusion of Duplex Stainless Steel 2205, Applied Sciences (Switzerland) 14 (2024).
- [4] R. Rodríguez-Aparicio, et al., Effect of microstructural anisotropy and test pressure on the hydrogen embrittlement of a Hot-Rolled DSS 2205, Eng Fract Mech 310 (2024) 110462.

PREDICCIÓN DEL CRECIMIENTO DE GRIETA POR FATIGA EN UNA PRENSA INDUSTRIAL

G. Calvín^{*1}, M. Escalero¹, M. Muñiz-Calvente², H. Zabala¹,

¹ Ikerlan Technology Research Center, Basque Research and Technology Alliance (BRTA), Paseo J.M. Arizmendiarrera, 2, 20500 Arrasate-Mondragón, Spain

² Department of Construction and Manufacturing Engineering, University of Oviedo, C/Pedro Puig Adam, s/n, 33204 Gijón, Spain

* Persona de contacto: gcalvin@ikerlan.es

RESUMEN

Frecuentemente, los materiales utilizados en la fabricación de componentes industriales presentan defectos que, bajo cargas cíclicas, pueden evolucionar en grietas de mayor tamaño. Este crecimiento descontrolado de las grietas representa un riesgo para la seguridad de las personas y puede generar importantes pérdidas económicas. Por ello, es crucial realizar una predicción lo más precisa posible del crecimiento de grietas por fatiga. Sin embargo, en la práctica, se asumen diversas hipótesis que afectan considerablemente la fiabilidad de dicha predicción. Por este motivo, el presente trabajo se enfoca en evaluar diferentes métodos disponibles en la literatura (tanto analíticos como numéricos) para predecir con mayor exactitud el crecimiento real de una grieta detectada en una prensa industrial de acero. El hallazgo más relevante de este estudio es que los métodos tridimensionales más avanzados ofrecen predicciones más precisas que los métodos analíticos más extendidos, basados en normas de referencia e integrados en software comerciales.

PALABRAS CLAVE: Propagación de grieta por fatiga, factor de intensidad de tensiones, cierre de grieta, MEF, acero.

ABSTRACT

Frequently, the materials used in the manufacturing of industrial components contain defects that, under cyclic loads, can evolve into larger cracks. This uncontrolled crack growth poses a risk to human safety and can lead to significant economic losses. Therefore, it is crucial to make the most accurate possible prediction of fatigue crack growth. However, in practice, various assumptions are made that significantly affect the reliability of such predictions. For this reason, the present study focuses on evaluating different methods available in the literature (both analytical and numerical) to more accurately predict the actual growth of a crack detected in a steel industrial press. The most significant finding of this study is that the most advanced three-dimensional methods provide more precise predictions than the most widely employed analytical methods based on reference standards and incorporated into commercial software.

KEYWORDS: Fatigue crack propagation, stress intensity factor, crack closure, FEM, steel

1. INTRODUCCIÓN

Los materiales utilizados en la fabricación de componentes industriales a menudo presentan defectos o discontinuidades internas que, bajo cargas cíclicas repetitivas, pueden evolucionar en grietas de mayor tamaño. Estas grietas se propagan debido a la acumulación de esfuerzos mecánicos, favoreciendo el debilitamiento progresivo del material. El crecimiento descontrolado de dichas grietas no solo compromete la integridad estructural de los componentes, sino que también representa un riesgo significativo para la seguridad de las personas y puede ocasionar fallos

catastróficos en maquinaria, infraestructuras, sistemas de transporte, etc. Además, los fallos derivados de las cargas cíclicas o fatiga pueden generar importantes pérdidas económicas debido a reparaciones costosas, paradas imprevistas en la producción e incluso accidentes. Por ello, es crucial desarrollar modelos de predicción lo más precisos posible para estimar el crecimiento de grietas por fatiga y mejorar la vida útil de los componentes. Sin embargo, en la práctica, se asumen diversas hipótesis simplificadoras relacionadas con las condiciones de carga, la geometría del componente y las propiedades del material, que pueden afectar considerablemente la

fiabilidad de dichas predicciones y requerir estrategias de validación experimental.

Un componente industrial que es esencial en sectores de producción debido a su versatilidad y eficiencia es la prensa industrial. Las prensas industriales son máquinas diseñadas para ejercer una fuerza cíclica controlada con el fin de modificar la forma de un material o ensamblar elementos. Algunos de los procesos en los que interviene son estampación, forjado, extrusión, embutición, compactación, doblado, plegado o montaje. Debido a las condiciones severas de funcionamiento, cargas repetitivas de gran magnitud, impactos, altas presiones, etc. es habitual que se detecten grietas durante las tareas de inspección y mantenimiento.

Para lograr una estimación precisa de la vida útil de estas prensas o de cualquier componente industrial, es fundamental: i) caracterizar adecuadamente el material (propiedades estáticas, dinámicas, térmicas, fatiga, etc) y ii) modelar la propagación de grietas lo más rigurosamente posible, teniendo en cuenta factores clave como el endurecimiento del material, la geometría tridimensional y las condiciones de carga externas.

En este contexto, la evaluación del comportamiento a fatiga requiere la caracterización de las curvas de crecimiento de grieta por fatiga (CGL, *Crack Growth Law*), expresadas como da/dN vs. CGF (Ec. 1). Estas curvas se pueden obtener siguiendo las recomendaciones de la norma de referencia, ASTM E-647 [1] que permite el uso de diferentes configuraciones geométricas y define dos parámetros gobernantes de la fractura (CDF, *Crack Driving Force*): ΔK , que representa el rango de intensidad de tensiones elástico, y ΔK_{eff} , que incorpora los efectos plásticos en punta de grieta, como el cierre de grieta inducido por plasticidad (PICC, *Plasticity Induced Crack Closure*) según el método de Newman [2].

$$CGL = \frac{da}{dN} (CDF) \quad (1)$$

En lo que respecta a la predicción de vida útil (N_f), esta puede determinarse integrando la ley de crecimiento obtenida durante la caracterización (Ec. 1) desde un tamaño de grieta inicial (a_0) hasta el tamaño crítico (a_c) dentro de la región de crecimiento estable ajustada mediante los coeficientes C y m de la ley de Paris [3].

$$N_f = \int_{a_0}^{a_c} CGL da = \int_{a_0}^{a_c} C \cdot CDF^m da \quad (2)$$

Sin embargo, debido a la complejidad inherente a la estimación del crecimiento de grietas, este trabajo se centra en la evaluación de distintos métodos disponibles en la literatura, tanto analíticos como numéricos, con el objetivo de mejorar la precisión en la predicción del comportamiento real de una grieta detectada en una prensa industrial de acero. En particular, se analizan dos

enfoques propuestos por la norma de referencia y un tercer método desarrollado por los autores.

2. CONSIDERACIONES GENERALES

2.1. Material

El material usado en este trabajo es un acero dúctil S275 comúnmente utilizado en la industria, debido a sus propiedades mecánicas como buena tenacidad, fácil conformado, buena soldabilidad y una baja fluencia que aumenta los efectos plásticos. Las características principales del material son módulo de Young $E = 200$ GPa, límite elástico $\sigma_{ys} = 361.61$ MPa, coeficiente de Poisson $\nu = 0.3$.

2.2. Geometría

Para la caracterización de las curvas de propagación de grietas por fatiga (da/dN) se utilizan probetas normalizadas de tensión compacta (CT) ya que son comúnmente utilizadas en estos procedimientos. En la Figura 1 se muestran las dimensiones de la probeta, siendo el espesor de 2.4 mm.

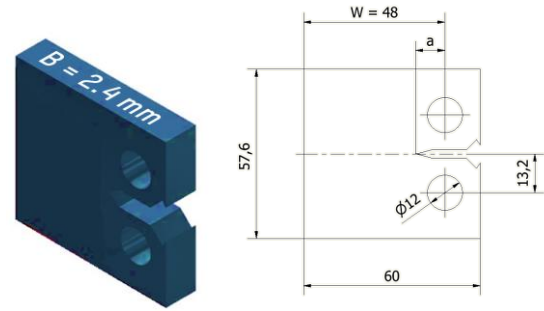


Figura 1. Geometría de probetas.

La predicción del crecimiento de grieta se realiza en un prototipo basado en la geometría real de una prensa industrial a escala 1:10. Las dimensiones de este elemento se aprecian en la Figura 2, siendo el espesor de la placa lateral de $B_{lateral} = 15$ mm, el alto $h = 210$ mm, distancia entre apoyos $L = 1100$ mm y distancia entre placas $w = 550$ mm. Para reducir el tiempo del ensayo experimental se realiza un concentrador de tensión de 45 mm en dirección vertical y situado en la parte central de ambas placas laterales.

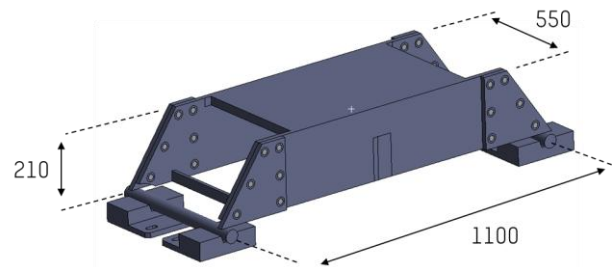


Figura 2. Geometría del prototipo de la bancada de la prensa industrial.

3. EVALUACIÓN DEL CRECIMIENTO DE GRIETA

En este apartado se describe la obtención del crecimiento de grieta experimental y los métodos analíticos y numéricos para predecir dicho crecimiento.

3.1. Método experimental

Para el ensayo experimental se coloca el prototipo de la prensa dentro de un pórtico que permite diversas configuraciones geométricas. Para la aplicación de la carga, se usa un actuador hidráulico 244G2 MTS con capacidad máxima de 100 KN, una frecuencia constante de 3 Hz y un ratio de tensión $R = 0.1$ (ver Figura 3).



Figura 3. Prototipo de la prensa industrial en bancada de fatiga.

Este ensayo experimental consta de dos fases: A) transformación del concentrador de tensión en una grieta real, y B) propagación de la grieta real.

En la fase A, con el objetivo de obtener una grieta real no afectada por la mecanización del concentrador ni por la plastificación en su punta, se aplican tres bloques de carga con valores decrecientes de $F_{\max} = 50 - 44 - 38$ KN. Los dos primeros bloques generan avances de grieta de 2 mm cada uno, mientras que el tercero permite una propagación más lenta hasta alcanzar la dimensión deseada para iniciar el estudio ($a = 52$ mm).

En la fase B, se mantiene $F_{\max} = 38$ KN constante y el crecimiento de la grieta se registra desde el primer punto medible, $a = 52$ mm hasta aproximadamente $a \approx 80$ mm.

Para monitorizar el crecimiento de la grieta a lo largo del ensayo, se emplean galgas de propagación de grieta controladas mediante el entorno de programación LabView®. Estas galgas se componen de varios filamentos conductores conectados en paralelo, los cuales producen un cambio de tensión cuando la grieta

pasa a través de ellos. Durante la fase A, se utilizan galgas FAC-5 [4], con una separación entre filamentos de $\Delta a = 0.1$ mm y rango de medida total $\Delta a_{\text{total}} = 5$ mm. En la fase B, se emplean galgas RDS 17-8 con $\Delta a = 2$ mm y $\Delta a_{\text{total}} = 38$ mm [5] (ver Figura 4).

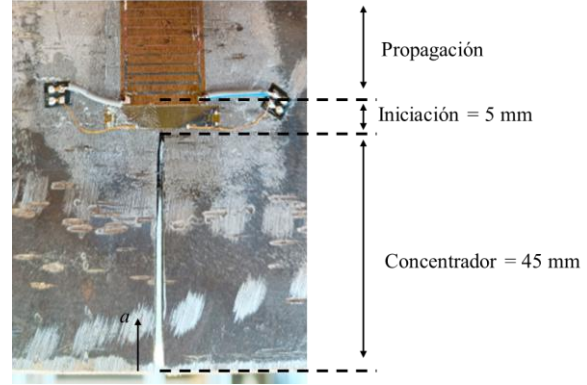


Figura 4. Galgas de propagación para la adquisición del crecimiento de grieta.

3.2. Método analítico

Para predecir analíticamente el crecimiento de grieta, es fundamental caracterizar el comportamiento a fatiga del material, tal como se describe en el apartado introductorio. En este caso, las propiedades de la CGL para cada CDF permitido por la norma, así como para el CDF propuesto por los autores, han sido determinadas en estudios previos (ver tabla 1) [6].

Tabla 1. Coeficientes del ajuste de las curvas da/dN -CDF para un espesor de probeta de 2.4 mm

	ΔK	ΔK_{eff}	$\Delta K_{\text{eff,propuesto}}$
C	1.742e-15	9.521e-16	1.762e-15
m	3.697	4.003	3.7597

Le predicción analítica se basa en integrar los CDFs ΔK , ΔK_{eff} y $\Delta K_{\text{eff,propuesto}}$ según la Ecu. 2 utilizando los coeficientes C y m de la tabla 1. Estos CDFs dependen del factor de intensidad de tensiones máximo ($K_{\max}$), el ratio de tensión (R) y el PICC ($P_{\text{op}}/P_{\max}$) como se ve en las ecuaciones 3 y 4.

$$\Delta K = K_{\max} (1 - R) \quad (3)$$

$$\Delta K_{\text{eff}} = K_{\max} \left(1 - \frac{P_{\text{op}}}{P_{\max}} \right) \quad (4)$$

En el caso de la prensa industrial, por un lado, $K_{\max}$ se obtiene asumiendo que i) la grieta es pasante, es decir, que atraviesa el espesor de la placa lateral, ii) el lateral está sometido a flexión pura, iii) calculando la tensión máxima de la sección resistente del lateral iterativamente para cada a_i según $\sigma_{\max} = 6M/(B_{\text{lateral}} \cdot h^2) = 6F_{\max}L/(8B_{\text{lateral}}(h - a_i)^2)$, y iv) obteniendo el valor de $K_{\max}$

mediante la ecuación inferior, siendo Y el factor geométrico [5].

$$K_{\max} = Y \sigma_{\max} \sqrt{\pi a} \quad (5)$$

Por otro lado, el valor de $P_{op}/P_{\max}$ según Newman (Ecu. 6) se calcula mediante ecuaciones obtenidas para una grieta central en una placa infinita que dependen de la tensión máxima aplicada ($S_{\max}$), del ratio de tensión (R), del límite elástico del material (σ_{ys}) y de factores de constricción, α_g (bidimensionales: asumiendo tensión y deformación plana, o tridimensionales). Mientras que el $P_{op}/P_{\max}$ propuesto por los autores (Ecu. 7) se ajusta en base a resultados numéricos que se pueden consultar en [6]–[8] y dependen de la longitud de grieta, el material, el espesor de la probeta/componente y del ratio de tensiones.

$$\text{Newman} \rightarrow \frac{P_{op}}{P_{\max}} = f\left(R, \alpha_g, \frac{S_{\max}}{\sigma_{ys}}\right) \quad (6)$$

$$\text{Propuesto} \rightarrow \frac{P_{op}}{P_{\max}} = f(a, R, B, \sigma_{ys}) \quad (7)$$

3.3. Método numérico

Según las definiciones de ΔK y ΔK_{eff} , (ver Ec. 3 y 4) el parámetro común a ambos es $K_{\max}$. Además, según se vio en el apartado anterior, el cálculo de esta variable depende de diversas hipótesis. Por estos motivos, se decide obtener numéricamente la distribución de $K_{\max}$. La simulación se lleva a cabo en el software comercial Ansys®. La geometría introducida se puede apreciar en la Figura 5, donde el mado más fino corresponde a las vecindades de la punta de la grieta. Las longitudes de grietas simuladas corresponden a las vistas en el ensayo experimental de manera que la longitud de grieta en el lateral B se mantiene constante ($a_B = 45$ mm), mientras que en el lateral A se simulan tres longitudes ($a_A = 55 - 65 - 85$ mm). Dado que la forma de grieta real no afecta al valor global de $K_{\max}$ [7], se inserta un frente de grieta recto mediante el módulo Pre-Meshed Crack con 19 nodos equidistantes a lo largo del espesor.

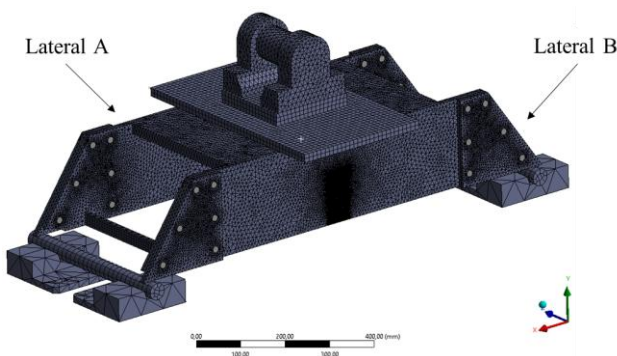


Figura 5. Modelo numérico

4. RESULTADOS

4.1. Método experimental

La Figura 7 muestra los datos experimentales del crecimiento de grieta en la superficie externa (a_{ext}) e interna (a_{int}) del lateral A y la $a_{\text{promedio}} = (a_{\text{ext}} + a_{\text{int}})/2$. Cabe destacar que el rango de a utilizado para el análisis cumple con la normativa ASTM E647, $a_{\text{ext}} - a_{\text{int}} \leq 25\%$ B_{lateral} . La propagación se inició antes en el interior que en el exterior. Sin embargo, a medida que la grieta se propagaba ambas longitudes tendieron a igualarse. El número de ciclos para la grieta final medible de 80 mm fue de $3.7e6$.

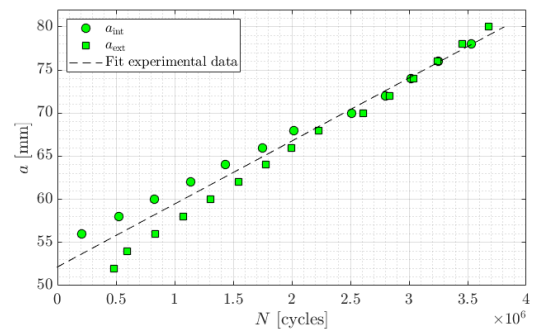


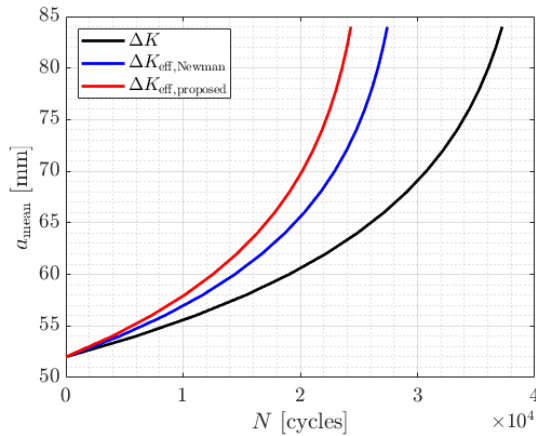
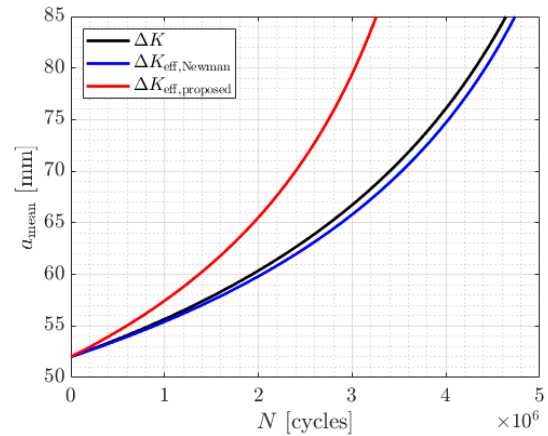
Figura 7. a - N experimental

4.2. Método analítico

En la Figura 8 se representan las predicciones analíticas de crecimiento de grieta a - N para los tres CDFs analizados. Se observa que, para una misma longitud de grieta, el número de ciclos estimado es menor al emplear el parámetro $\Delta K_{\text{eff, propuesto}}$ en comparación con ΔK_{eff} y ΔK . Esta diferencia se debe, por un lado, a la influencia del cierre de grieta inducido por plasticidad (PICC), que distingue los parámetros efectivos de ΔK basado únicamente en el comportamiento elástico. Por otro lado, la variación entre $\Delta K_{\text{eff, propuesto}}$ y ΔK_{eff} también está relacionada con el efecto del PICC, ya que ambos comparten el mismo valor de $K_{\max}$. Sin embargo, como se detalla en la tabla 2, esta diferencia surge tanto en la fase de caracterización en la probeta CT (Tabla 6, [6]) como en la predicción del crecimiento de grieta en la prensa.

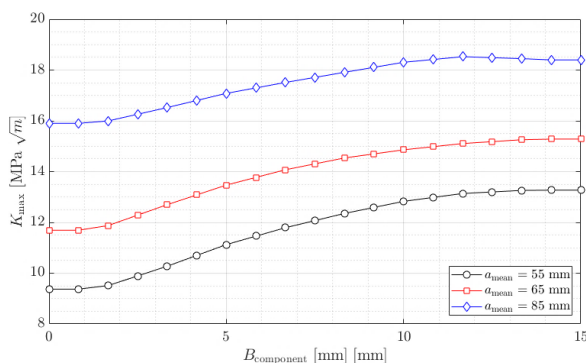
Tabla 2. Valor de $P_{op}/P_{\max}$ para caracterizar y predecir con el método de Newman y el método propuesto en 3 longitudes de grieta con $K_{\max}$ analítica

Caracterización en CT B = 2.4 mm			Predicción en prensa B = 15 mm		
a (mm)	Newman	Propuesto	a (mm)	Newman	Propuesto
12	0.346	0.140	55	0.3465	0.1
18	0.353	0.168	65	0.3501	0.1
24	0.365	0.191	85	0.3579	0.1


 Figura 8. a - N analítica

 Figura 10. a - N numérica

4.3. Método numérico

En la Figura 9 se puede ver la distribución de $K_{\max}$ numérica a lo largo del espesor para las tres longitudes de grieta analizadas. Se aprecia que el valor local de $K_{\max}$ en el interior ($X = 15$ mm) es mayor que en el exterior ($X = 0$ mm). Sin embargo, la diferencia entre ambos extremos se reduce a medida que la grieta se propaga. Hecho que concuerda con lo visto experimentalmente.


 Figura 9. Distribución de $K_{\max}$ en el espesor para 3 longitudes de grieta

Reduciendo la distribución de $K_{\max}$ a un valor global promedio, se obtienen las predicciones numéricas a - N de la Figura 10. Al igual que en la predicción analítica, el uso de $\Delta K_{\text{eff,proposed}}$ proporciona resultados más conservadores que ΔK_{eff} y ΔK . Sin embargo, en este caso ΔK_{eff} y ΔK se parecen ya que el valor de $P_{\text{op}}/P_{\text{max}}$ con Newman tiende a R .

4.4. Comparativa de predicción de crecimiento de grieta

Como se observa en la Figura 11, los valores de $K_{\max}$ calculados analítica y numéricamente presentan grandes diferencias. Estas diferencias se acentúan con el crecimiento de la grieta. Según los resultados de la tabla 3, las diferencias varían desde 246% para la grieta inicial hasta 343% para la grieta final analizada. Este hecho hace prever que las curvas a - N obtenidas mediante ambos métodos también varíen significativamente.

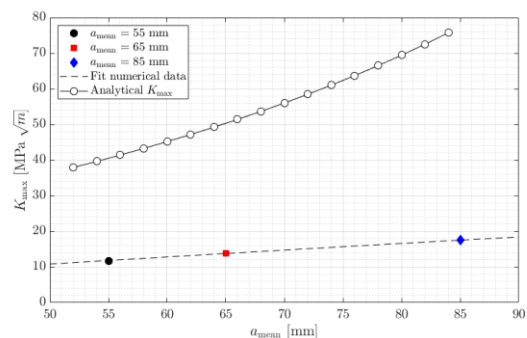

 Figura 11. Cálculo de $K_{\max}$ numérico y analítico para diferentes longitudes de grieta

 Tabla 3. Diferencias en el cálculo de $K_{\max}$ numérico y analítico

a_{mean} (mm)	$K_{\max, \text{Numérico}}$ (MPa $\sqrt{\text{m}}$)	$K_{\max, \text{analítico}}$ (MPa $\sqrt{\text{m}}$)	Diferencia (%)
55	11.71	40.50	-246%
65	13.90	50.31	-262%
85	17.47	77.42	-343%

En la Figura 12 se muestran las predicciones de crecimiento de grieta a - N analítica y numérica, y la obtenida experimentalmente. En primer lugar, se aprecia que la predicción analítica es excesivamente conservadora, ya que el orden de magnitud del número

de ciclos ($1e4$) es dos veces menor que el número de ciclos experimental ($1e6$) independientemente del CDF escogido. En segundo lugar, las predicciones que incorporan el cálculo de $K_{\max}$ numérico se acercan mucho más a los valores obtenidos experimentalmente. Las diferencias cuantitativas entre ambas predicciones se observan en la tabla 4.

Finalmente, focalizando en la predicción numérica, variando la longitud de grieta de 52 – 69 mm, el parámetro $\Delta K_{\text{eff,propuesto}}$ arroja resultados más precisos que los otros CDFs. A partir de 69 mm, la predicción numérica con $\Delta K_{\text{eff,propuesto}}$ es más conservadora que ΔK_{eff} y ΔK .

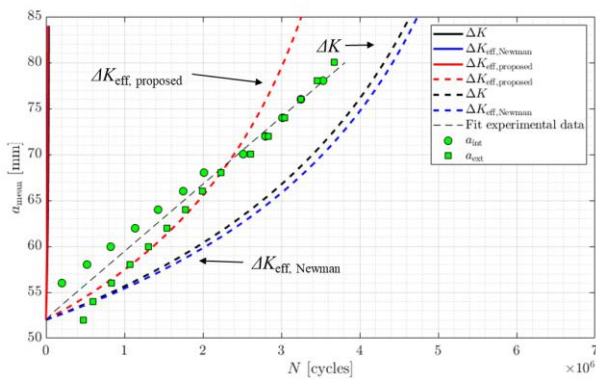


Figura 12. Comparativa de predicción del crecimiento de grieta con diferentes métodos

Tabla 4. Diferencias en el cálculo de $K_{\max}$ numérico y analítico para $\Delta K_{\text{eff,propuesto}}$

a_{mean} (mm)	N Numérico (ciclos)	N Analítico (ciclos)	Factor (-)
55	593.239	5.614	106
65	1.948.210	17.230	113
85	3.257.370	24.540	133

5. CONCLUSIONES

En este trabajo se analizan diferentes métodos para predecir el crecimiento de una grieta por fatiga en una prensa industrial. Para ello, se diseña y fabrica un prototipo de la prensa industrial y se ensaya experimentalmente bajo ciclos constantes de fatiga hasta obtener una dimensión de grieta determinada.

La conclusión más relevante de este trabajo es que se ha mejorado la predicción del crecimiento de grieta incorporando el cálculo de $K_{\max}$ numérica durante la fase de predicción al CDF propuesto por los autores para $\Delta K_{\text{eff,propuesto}}$.

Otras conclusiones derivadas del estudio son las siguientes:

- La predicción del crecimiento de grieta a fatiga $a-N$ más precisa se obtiene usando el parámetro de fractura propuesto por los autores, $\Delta K_{\text{eff,propuesto}}$, considerando el cálculo del factor de intensidad de tensiones $K_{\max}$ numérico.
- La simplificación del cálculo de $K_{\max}$ mediante ecuaciones analíticas ofrece predicciones de crecimiento de grieta excesivamente conservadoras (más de 100 veces menores).
- La predicción del crecimiento de grieta depende del parámetro de fractura utilizado tanto para caracterizar las curvas del material (C, m) como para la predicción, por lo que se aconseja que las curvas de crecimiento de grieta sean ajustadas con el mismo parámetro que posteriormente se vaya a utilizar para realizar las predicciones.

REFERENCIAS

- [1] ASTM E647-00, “Standard Test Method for Measurement of Fatigue Crack Growth Rates, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2000.” doi: 10.1520/E0647-00.
- [2] J. C. Newman, “CRACK-CLOSURE MODEL FOR PREDICTING FATIGUE CRACK GROWTH UNDER AIRCRAFT SPECTRUM LOADING.,” *ASTM Spec. Tech. Publ.*, no. 748, pp. 53–84, Oct. 1981, doi: 10.1520/STP28334S.
- [3] P. C. Paris and F. Erdogan. A critical analysis of crack propagation laws. *Journal of Basic Engineering*, 1963.
- [4] https://tml.jp/e/product/strain_gauge
- [5] <https://www.hbkworld.com/en/products>
- [6] G. Calvín, M. Escalero, H. Zabala, and M. Muñiz-Calvente, “A new effective stress intensity factor approach to determine thickness-independent fatigue crack growth rate curves,” *Theor. Appl. Fract. Mech.*, vol. 121, p. 103505, Oct. 2022, doi: 10.1016/J.TAFMEC.2022.103505.
- [7] G. Calvín, M. Escalero, H. Zabala, and M. Muñiz-Calvente, “Distribution of the through-thickness effective stress intensity factor range and its influence on fatigue crack growth rate curves,” *Theor. Appl. Fract. Mech.*, vol. 119, p. 103374, Jun. 2022, doi: 10.1016/J.TAFMEC.2022.103374.
- [8] G. Calvín, M. Escalero, H. Zabala, and M. Muñiz-Calvente, “Effects of stress ratio on plasticity-induced crack closure through three-dimensional advanced numerical finite element models”. *Theoretical and Applied Fracture Mechanics*, 127, 104000, doi: 10.1016/j.tafmec.2023.104000.

MICRODAÑO INTRACOLONIAL GENERADO POR EL TREFILADO EN ACEROS PERLÍTICOS Y CONSECUENCIAS SOBRE LA FRACTURA ANISÓTROPA

Rocío Rodríguez, Iván Balboa, Javier Ayaso, Jesús Toribio

Grupo de Investigación en Fractura e Integridad Estructural (GIFIE), Universidad de Salamanca (USAL)
Campus Viriato, Avda. Requejo 33, 49022 Zamora, España
Correo-e: toribio@usal.es

RESUMEN

Este artículo analiza el daño microestructural inducido en microestructuras de perlita durante el trefilado, con especial atención al análisis de la evolución de los microdefectos intracoloniales producidos en alambres de acero perlítico como resultado directo del proceso de trefilado (*microdaño intracolonial*). El estudio se realizó a partir de la observación de la microestructura de alambres pertenecientes a los diferentes pasos de una cadena real de trefilado, formada por siete etapas de trefilar. La evolución de los microdefectos intracoloniales puede ser clave en el proceso de fractura posterior de los alambres de acero perlítico trefilado, ya que los eventos de microdaño intracolonial inducidos por el trefilado actúan como eslabones más débiles o precursores/iniciadores de la fractura, afectando así la integridad microestructural de los alambres.

PALABRAS CLAVE: acero perlítico de alta resistencia; trefilado; colonias perlíticas; láminas de ferrita/cementita; defectos inducidos por el trefilado; microdaño intracolonial; mecanismos de fisuración.

ABSTRACT

This article analyzes the microstructural damage in pearlite microstructures during cold drawing, with special attention to the analysis of the evolution of intracolonial microdefects produced in pearlitic steel wires as a direct result of the cold drawing process (*intracolonial microdamage*). The study was carried out from the observation of the microstructure of wires belonging to the different steps of a real cold drawing chain, formed by seven stages of cold drawing. The evolution of intercolonial microdefects can be key in the subsequent fracture process of the cold drawn pearlitic steel wires, since the drawing-induced intracolonial microdamage events act as weakest links or fracture precursors/initiators, thereby affecting the microstructural integrity of the wires.

KEYWORDS: high-strength pearlitic steel; cold drawing; pearlite colonies; ferrite/cementite lamellae; drawing-induced defects; intracolonial microdamage; cracking mechanisms.

1. INTRODUCCIÓN

El acero perlítico eutectoide tiene como uso principal ser un componente en estructuras de hormigón pretensado. Dentro de la ingeniería es altamente valorado por su gran resistencia mecánica. Comercialmente se conocen como alambres de acero de pretensado [1,2] y pueden considerarse así materiales de alto rendimiento [2-4].

Desde el punto de vista del comportamiento mecánico del material, el proceso de trefilado genera un aumento del límite elástico y de la resistencia a tracción del acero mediante un mecanismo de endurecimiento por deformación causado por el propio proceso.

El trefilado es un proceso mecánico que consiste en hacer pasar por hileras sucesivas el alambre teniendo éstas un menor radio de salida que de entrada del alambre y produciéndose por tanto una reducción de la sección y un aumento de longitud en cada paso [5].

Este proceso de conformado puede tener un número variable de hileras que compongan la cadena de trefilado. Numerosas investigaciones han estudiado la evolución microestructural de los aceros perlíticos durante el trefilado y su relación con la resistencia y la ductilidad [6-10].

El proceso de trefilado tiene como objetivo principal el aumento de la resistencia, sin embargo a medida que aumenta el grado de trefilado del alambre cambia el comportamiento mecánico, generándose una anisotropía (*comportamiento plástico anisótropo*) en el acero, como se describe en la Ref. [11].

El carácter anisótropo también se ha vinculado con los fenómenos de fatiga y fractura en acero trefilado (*comportamiento anisótropo en fatiga y fractura*), como se describe en [12,13] con el resultado de propagación de *fractura de modo mixto* (deflexión del camino de fractura) y *anisotropía resistente*.

En cuanto a la fractografía asociada al comportamiento anisótropo mencionado, Toribio y Ayaso [14] han descrito un tipo especial de *clivaje orientado y alargado* en los aceros más fuertemente trefilados y se ha utilizado el concepto de *fractura por exfoliación* [15] así como la idea de grietas por deslaminación [16]. La deflexión del camino de fractura también se describe en aceros fuertemente trefilados sometidos a ambientes agresivos. Así pues, existe un *comportamiento anisótropo relativo a la fisuración por corrosión bajo tensión* (FCT), como se analiza en [17-18].

El fenómeno direccional aparece bajo una amplia gama de potenciales electroquímicos (desde el anódico hasta el catódico), ligado así al proceso de *disolución anódica localizada* (DAL) o al aún más peligroso fenómeno de *fisuración asistida por hidrógeno* (FAH), siendo este último un asunto de preocupación en estructuras de hormigón pretensado con riesgo de sobreprotección catódica frente a fenómenos asistidos por la corrosión.

Se describe en los trabajos anteriores comentados la fractura anisótropa en aceros fuertemente trefilados. Estos aceros perlíticos poseen una microestructura reorganizada debida al proceso de trefilado.

Los estudios clásicos en aceros perlíticos (más convencionales) producidos en caliente sin ningún procedimiento de trabajo en frío, es decir, conteniendo microestructuras perlíticas orientadas al azar, se pueden encontrar en las referencias clásicas [19-20] sobre la relación (típica de la ciencia e ingeniería de materiales) entre la microestructura y la resistencia (o propiedades mecánicas en general). Dichos análisis se asemejan a otros estudios en diferentes aceros con microestructuras ferríticas, bainíticas, martensíticas o bifásicas en los que aparecen muchas relaciones entre microestructura y el comportamiento macroscópico [21-22].

En este trabajo se analizan *microdaños intracoloniales* que aparece en los alambres de acero perlítico durante el procedimiento trefilado en frío, así como su influencia sobre los principales micromecanismos de fisuración.

2. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

2.1. Materiales

El material empleado es un acero perlítico perteneciente a una cadena real de trefilado compuesta por 7 hileras. Proviene de una misma colada cuya familia se ha denominado E (composición química dada en la Tabla 1).

Para el estudio micro-estructural se han utilizado los alambre pertenecientes a cinco de los pasos del proceso desde el alambón inicial (no trefilado), hasta el alambre fuertemente trefilado (acero de pretensado comercial), a excepción de los pasos pertenecientes al primer, tercer y quinto paso del proceso de trefilado.

Tabla 1. Composición química (% en peso) de los aceros de la familia E (el resto es Fe).

C	Mn	Cr	Si	S	P	Al	V
0.79	0.68	0.22	0.21	0.01	0.01	0.003	0.06

La nomenclatura utilizada para identificar los alambres consta de una letra que indica la familia de origen del alambre, y un número que representa la etapa de trefilado a la que pertenece (0 alambón inicial; 7 producto final) y números del 1 al 6 para los alambres correspondientes a los pasos intermedios. En este trabajo se utilizaron los siguientes alambres: la barra laminada en caliente inicial (no trefilada) y alambres del segundo, cuarto, sexto y séptimo paso de trefilado (E0, E2, E4, E6 y E7).

En la Tabla 2 se ha incluido la característica geométrica más relevante como es el diámetro correspondiente a los alambres de los diferentes pasos (D), el módulo de Young (E), el límite elástico (σ_Y), la deformación plástica acumulada al final de cada etapa del proceso de trefilado (ϵ_{cum}^p) y la resistencia a tracción (σ_R) para cada alambre en estudio. En la Figura 1 se muestran las curvas tensión verdadera *versus* deformación verdadera ($\sigma-\epsilon$) para todos los alambres de acero objeto de estudio.

Tabla 2. Propiedades mecánicas y geométricas de los aceros analizados.

Acero	D (mm)	E (GPa)	σ_Y (GPa)	ϵ_{cum}^p	σ_R (GPa)
E0	11.03	199	0.72	0.00	1.23
E2	8.95	194	0.91	0.42	1.36
E4	7.49	196	1.02	0.78	1.50
E6	6.26	200	1.16	1.13	1.62
E7	5.04	208	1.49	1.57	1.83

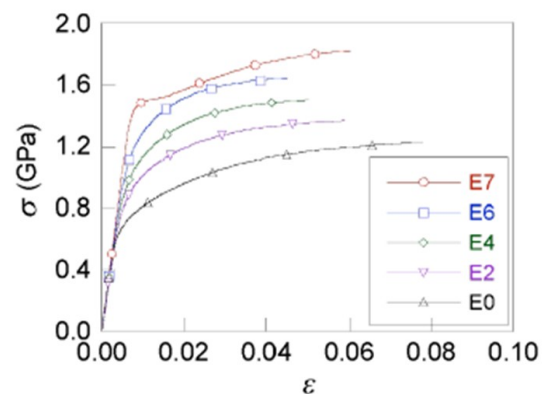


Figura 1. Curvas tensión verdadera *versus* deformación verdadera ($\sigma-\epsilon$) para los alambres de acero pertenecientes a la familia E.

2.2. Métodos

El proceso de preparación de las muestras para el posterior análisis micro-materialográfico se describe a continuación. En primer lugar se ha procedido al corte de los alambres de forma transversal y después longitudinal.

Las mitades obtenidas fueron embutidas en una resina de tipo fenólica templada térmicamente mediante un montaje de compresión en caliente, tal y como se muestra en la Figura 2, la cual facilita los posteriores procesos. El segundo paso consiste en conseguir una superficie especular a través de sucesivos pulidos para posteriormente revelar la microestructura a partir de ataque químico con ácido nítrico (HNO_3) al 3% de solución en etanol comercial puro. Una vez preparada cada una de las muestras se ha procedido a su observación materialográfica en el microscopio electrónico de barrido (MEB).

Las micrografías obtenidas en esta investigación, debido a los cortes longitudinales realizados, presentan la dirección vertical coincidente con la dirección longitudinal del alambre, dirección del proceso de trefilado.

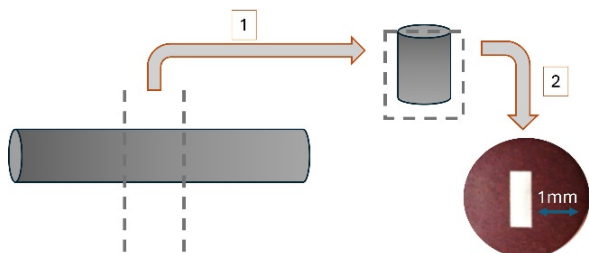


Figura 2. Preparación de muestras: cortes transversal y longitudinal, montaje en resina

3. EVOLUCIÓN MICROESTRUCTURAL EN EL ACERO DURANTE EL TREFILADO

La evolución microestructural jerárquica de los aceros perlíticos durante el trefilado (en los dos niveles de colonias y láminas perlíticas) fue estudiada por Toribio y Ovejero [7-10] mostrando las siguientes tendencias: esbeltización de colonias [7], disminución del espaciado interlaminar [8] y orientación en la dirección del trefilado (eje del alambre) tanto de colonias como de láminas [9,10].

En las micrografías de la siguiente Figura 3 se puede observar la microestructura del acero perlítico, la cual está compuesta por láminas alternas de ferrita y cementita que se han revelado tras el ataque químico realizado. En esta figura se muestran dos micrografías pertenecientes al alambre inicial, alambre sin trefilar, y alambre de pretensado comercial. En ambas micrografías se pueden observar dos niveles microestructurales, el superior formado por colonias de perlita y las láminas de ferrita y cementita ($\text{Fe}/\text{Fe}_3\text{C}$) de las cuales están compuestas dichas colonias. En la micrografía perteneciente al alambre inicial se observa como las colonias de perlita no poseen orientación predilecta, por el contrario en la micrografía perteneciente al último paso del proceso, alambre trefilado, dichas colonias han sufrido una esbeltización a favor de la orientación del proceso. Los bordes de algunas de las colonias de perlita se muestran en la figura marcadas en color rojo con el objetivo de favorecer su observación.

En el análisis de la microestructura referente a las láminas de ferrita y cementita que conforman las colonias se puede observar, tal y como se ha documentado, que las láminas se orientan a favor de la dirección del proceso de trefilado salvo en casos excepcionales como son las pseudocolonias. Obsérvese que en la Figura 3 sólo se han marcado las pseudocolonias, colonias cuyas láminas no se han orientado a favor del proceso.

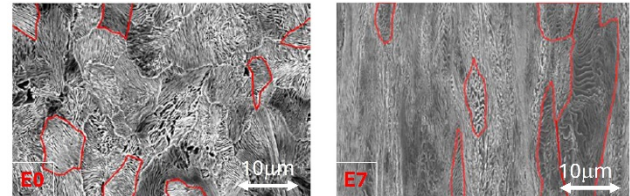


Figura 3. Micrografías pertenecientes al alambre inicial (E0) y alambre de pretensado comercial (E7).

4. DAÑO INTRACOLONIAL Y CONSECUENCIAS SOBRE FISURACIÓN Y FRACTURA

4.1. Microdaño intracolonial

Como se explicó en la sección anterior con respecto a la colonia de perlita o primer nivel microestructural, Toribio y Ovejero [9] demostraron que dichas colonias se orientan progresivamente durante la fabricación mediante endurecimiento por deformación, de modo que rotan durante el proceso de trefilado pesado con posibilidad de cierto microdaño como consecuencia de la constricción lateral impuesta por las hileras de trefilado y deformaciones plásticas muy severas. Esta sección analiza este tipo de microdaño relacionado con el interior de las colonias, es decir, el *microdaño intracolonial*, centrándose en el producido por micro-mecanismos conocidos como las bandas de deformación de Miller y Smith [23]. Estos daños observados se han clasificado en dos términos aunque pertenecen al mismo micro-daño, siendo el segundo uno de las posibles evoluciones del primero. La denominación se ha tomado teniendo en cuenta el aspecto tan característico, (i) *piel* y (ii) *garras de leopardo*.

El primer tipo de micro-daño intracolonial analizado, la piel de leopardo se ha observado inicialmente en alambres pertenecientes a los primeros pasos del proceso de trefilado. El micro-daño denominado piel de leopardo (Figura 4) aparece como consecuencia de las elevadas tensiones ejercidas durante el proceso de trefilado, tensiones las cuales son suficientes para romper las láminas de cementita y con ellas las de ferrita. Las bandas de deformación de Miller y Smith son precursoras del micro-daño denominado *piel de leopardo* como se puede observar en la Figura 5 en la cual se muestra el esquema de la formación de dichas bandas. Las bandas de deslizamiento se producen en direcciones próximas a los 45° , donde se localizan las tensiones cortantes máximas. De forma previa a la rotura de las láminas de cementita, se produce el crecimiento y posterior coalescencia de microhueco.

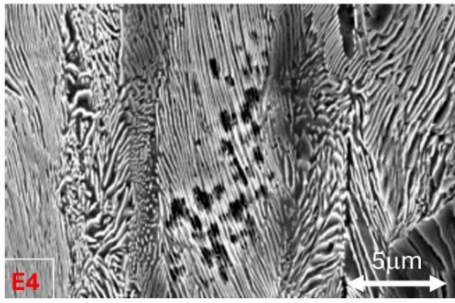


Figura 4. Micrografía de alambres débilmente trefilados que muestran micro-daño piel de leopardo.

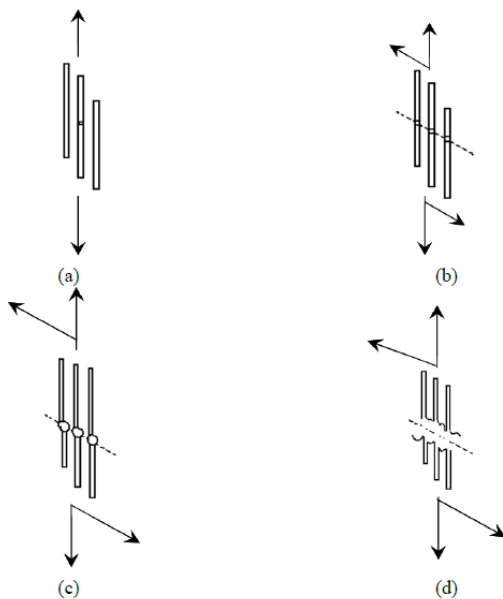


Figura 5. Micromecanismo de Miller y Smith de fisuración por cortante de la microestructura laminar perlítica.

Como cabía esperar este micro-defecto, piel de leopardo, se ha observado en las micrografías pertenecientes a los distintos pasos del proceso de trefilado, puesto que de forma continua en dicho proceson se están produciendo reorientaciones de las láminas a favor de la dirección del trefilado, Figura 6.

Este fenómeno también se observa en alambres de acero correspondientes con los primeros pasos de trefilado, particularmente en aquellas colonias de perlita que ya disponen de una orientación, en cuanto a sus láminas se refiere, muy próxima a la dirección longitudinal del alambre (dirección principal del trefilado).

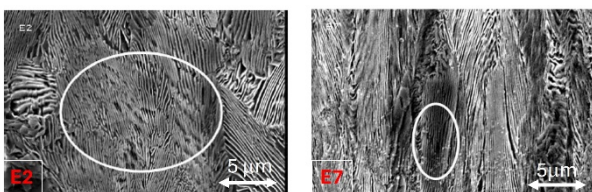


Figura 6. Micrografías con micro-daño piel de leopardo de alambres pertenecientes a varios pasos del proceso.

El segundo tipo (ii) de microdaño intracolonia es el denominado *garras de leopardo*, Figura 7. Este se ha producido por la unión de las microcavidades generadas por la rotura de las láminas de cementita durante el proceso de trefilado en frío. Se puede observar en colonias cuyas láminas están orientadas próximas a la dirección principal del alambre (eje longitudinal).

El microdaño garra de leopardo posee una orientación aproximada de 45° , debido al mecanismo de fisuración de tipo Miller y Smith comentado, observándose incluso en micrografías pertenecientes al primer paso del trefilado, lo cual evidencia que el paso del acero por una solo hilera de trefilar bastaría para generar dicho micro-daño en las colonias cuyas láminas están orientadas en la dirección del eje longitudinal del alambre (eje principal del trefilado).

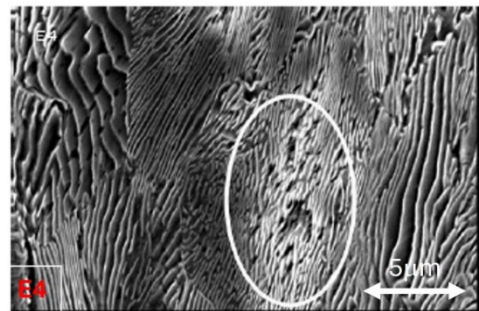


Figura 7. Micrografía de alambres débilmente trefilado que muestran micro-daño garra de leopardo.

En algunos casos se pueden distinguir pequeños fragmentos de láminas de cementita dentro del micro-daño de garra de leopardo, aunque en la mayoría de los casos analizados la oquedad generada por dicho micro-defecto no presenta fragmentos de láminas de cementita en el interior, Figura 7. Las garras de leopardo aparecen a lo largo de todo el proceso, Figura 8.

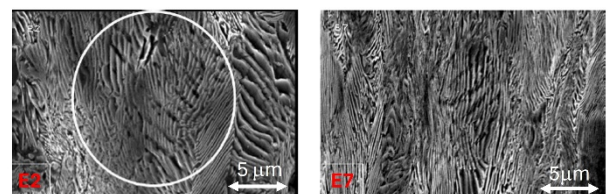


Figura 8. Micrografías con micro-daño piel de leopardo de alambres pertenecientes a varios pasos del proceso.

4.2. Micromecanismos de fisuración

Con respecto a los mecanismos de fisuración en el acero perlítico trefilado, los dos tipos de microdaño intracolonia representan diferentes clases de microfisuras (o incluso grupos de microfisuras) más o menos orientadas en relación con el eje del alambre (cuanto mayor sea el grado de trefilado, más orientados estarán a favor de la dirección de dicho eje) que podrían afectar a los micromecanismos de fisuración y, por lo tanto, al propio comportamiento macroscópico de fatiga y fractura de los aceros perlíticos progresivamente trefilados descritos en este trabajo.

Con la finalidad de poder determinar la posible influencia de los micro-daños intracoloniales analizados en el proceso de fractura se estudiarán dos de los principales mecanismos de fisuración en la mecánica de fractura. El primero de estos referente a la fatiga o fisuración subcrítica en aire y el segundo fisuración crítica (fractura) en aire.

En referencia a la fisuración subcrítica por fatiga (i), se observó en trabajos previos sobre este tipo de aceros que las fisuras de fatiga son transcoloniales y translaminares [13], es decir, avanzan atravesando las colonias de perlita y rompiendo las láminas de ferrita/cementita. Con lo cual ambos micro-daños analizados estarían contribuyendo al avance de la fisura, haciendo más sencillo el tránsito de la fisura por el interior de la colonia y siendo zonas predilectas de paso de la misma. En este tipo de fisuración se ha demostrado la influencia de los siguientes factores: (i) la orientación de la lámina, la cual controla el tamaño y el ángulo de las microdeflexiones en el camino de la grieta de fatiga y (ii) el espaciado interlaminar que condiciona la distancia libre para el movimiento de dislocaciones en la fase ferrítica.

En investigaciones previas [24,25] se ha observado cómo el comportamiento en fractura se desvía progresivamente del isótropo, generándose un comportamiento anisótropo a medida que aumenta el grado de trefilado, relacionándose un mayor ángulo de deflexión de la fisura cuanto mayor es el grado de trefilado del alambre ensayado.

En la siguiente Figura 9 se muestran los gráficos de carga-desplazamiento ($F-u$) de ensayos de fractura en muestras prefisuradas, el primero correspondiente al alambroón inicial y el segundo al alambre de pretensado comercial, los dos alambres extremos del proceso. El primero es casi lineal hasta la fractura final, mientras que el segundo exhibe una carga F_Y asociada con una inestabilidad local o *pop-in*, después de lo cual la carga sigue aumentando de manera no lineal hasta la fractura final F_{max} .

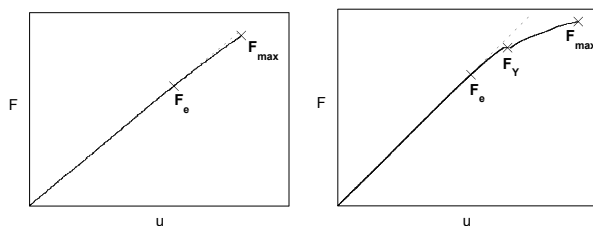


Figura 9. Diagrama de carga-desplazamiento ($F-u$): barra de acero perlítico débilmente trefilado (izquierda) y alambre de acero fuertemente trefilado (derecha).

A nivel fractográfico se muestran en la Figura 10 dos fractografías pertenecientes a ambos alambres extremos, en las cuales se puede observar la deflexión del camino de fractura en los alambres fuertemente trefilados. El *pop-in* está relacionado con la deflexión del camino de fractura y pudiese estar causado por el paso de la fisura a través de estos *micro-daños intracoloniales*, los cuales conseguirían desviar el camino de fractura a su paso debido a la orientación de los mismos, sumado a la esbeltización de las

colonias y la orientación de las láminas que las conforman a favor de la dirección de trefilado.

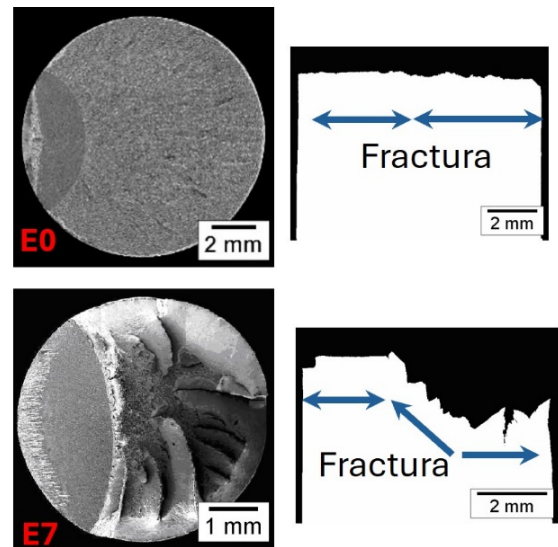


Figura 10. Superficie de fractura y perfil de fractura (abajo) para una barra de acero perlítico débilmente trefilado y para un alambre de acero fuertemente trefilado (derecha).

5. CONCLUSIONES

Los cambios microestructurales que produce el proceso de trefilado son la esbeltización de las colonias y la orientación de las láminas que la conforman a favor de la dirección del proceso de trefilado, así como la disminución del espaciado interlaminar. Esta reorganización microestructural producida por el constreñimiento al cual es sometido el acero en el proceso de conformado lleva consigo la generación de *micro-daños intra-coloniales*. En la presente investigación se han analizado los micro-daños producidos por mecanismos de bandas de deformación de Miller y Smith denominados *piel* y *garra de leopardo* por el aspecto que presentan.

Los micro-daños intracoloniales encontrados muestran orientaciones preferentes de daño las cuales son más cercanas a la dirección del eje del alambre o dirección del proceso de fabricación cuanto mayor es el grado de trefilado al cual pertenecen. Por todo ello se concluye que estos micro-daños intracoloniales pueden ser promotores de la desviación del camino de fractura observada en los alambres fuertemente trefilados, *fractura anisótropa*, y por ende responsable del fenómeno de *pop-in* en el caso de fisuración /fractura.

Agradecimientos

Los autores agradecen vivamente el suministro de acero progresivamente trefilado por parte de las empresas EMESA TREFILERÍA (Arteixo, La Coruña, España) y TREFILERÍAS QUIJANO (Los Corrales de Buelna, Santander/Cantabria, España).

REFERENCIAS

- [1] J. Toribio. On the intrinsic character of the stress-strain curve of a prestressing steel. *J. Testing Eval.* (1992) 20:357-362.
- [2] J. Toribio. Cold drawn eutectoid pearlitic steel wires as high-performance materials in structural engineering. *Struct. Integrity Health Monitoring* (2006) 2: 239-247.
- [3] J. Gil-Sevillano. Cleavage-limited maximum strength of work-hardened B.C.C. polycrystals. *Acta Metall.* (1986) 34:1473-1485.
- [4] Ch. Borchers, R. Kirchheim. Cold-drawn pearlitic steel wires. *Progress Mater. Sci.* (2016) 82:405-444.
- [5] C. W. Wheelock. Metallographic and physical properties of some cold drawn wires (1949).
- [6] J. D. Embury, R. M. Fisher. The structure and properties of drawn pearlite. *Acta Metall.* (1966) 14:147-159.
- [7] J. Toribio, E. Ovejero. Microstructure evolution in a pearlitic steel subjected to progressive plastic deformation. *Mater. Sci. Eng.* (1997) A234-236: 579-582.
- [8] J. Toribio, E. Ovejero. Effect of cumulative cold drawing on the pearlite interlamellar spacing in eutectoid steel. *Scripta Mater.* (1998) 39: 323-328.
- [9] J. Toribio, E. Ovejero. Microstructure orientation in a pearlitic steel subjected to progressive plastic deformation. *J. Mater. Sci. Lett.* (1998) 17: 1037-1040.
- [10] J. Toribio, E. Ovejero. Effect of cold drawing on microstructure and corrosion performance of high-strength steel. *Mech. Time-Dependent Mater.* (1998) 1: 307-319.
- [11] J. Toribio, B. González, J.C. Matos, V. Kharin. Evaluation by sharp indentation of anisotropic plastic behaviour in progressively drawn pearlitic steel. *ISI Int.* (2011) 51:843-848.
- [12] J. Toribio, M. Toledano. Fatigue and fracture performance of cold drawn wires for prestressed concrete. *Constr. Build. Mater.* (2000) 14:47-53.
- [13] J. Toribio, J. C. Matos, B. González. A macro- and micro-approach to the anisotropic fatigue behaviour of hot-rolled and cold-drawn pearlitic steel. *Eng. Fract. Mech.* (2014) 123:70-76.
- [14] J. Toribio, F. J. Ayaso. Investigation of the type of cleavage related to anisotropic fracture in heavily drawn steels. *J. Mater. Sci. Lett.* (2002) 21:1509-1512.
- [15] J. Toribio, F. J. Ayaso. Image analysis of exfoliation fracture in cold-drawn steel. *Mater. Sci. Eng.* (2004) A387-389:438-441.
- [16] M. Tanaka, H. Saito, M. Yasumaru, K. Higashida. Nature of delamination cracks in pearlitic steels. *Scripta Mater.* (2016) 112:32-36.
- [17] J. Toribio, A.M. Lancha. Anisotropic stress corrosion cracking behaviour of prestressing steel. *Mater. Corrosion* (1998) 49:34-38.
- [18] J. Toribio, E. Ovejero. Micromechanics of stress corrosion cracking in progressively drawn steels. *Int. J. Fracture* (1998) 90: L21-L26.
- [19] D. A. Porter, K. E. Easterling, G. D. W Smith. Dynamic studies of the tensile deformation and fracture of pearlite. *Acta Metall.* (1978) 26:1405-1422.
- [20] J. M. Hyzak, I.M. Bernstein. The role of microstructure on the strength and toughness of fully pearlitic steels. *Metall. Trans.* (1976) 7A: 1217-1224.
- [21] N. Saeidi, A. Ekrami. Comparison of mechanical properties of martensite/ferrite and bainite/ferrite dual phase 4340 steels. *Mater. Sci. Eng.* (2009) A523:125-129.
- [22] E. Bassini, A. Sivo, D. Ugues. Assessment of the hardening behavior and tensile properties of a cold-rolled bainitic-ferritic steel. *Materials* (2021) 14:6662.
- [23] L. M. Miller, G. C. Smith. Tensile fracture in carbon steel. *J. Iron Steel Institute* (1970) 208: 998-1005.
- [24] J. Toribio, B. González, J. C. Matos, F. J. Ayaso. Anisotropic fracture behaviour of progressively drawn pearlitic steel. *Key Eng. Mater.* (2011) 452-453:1-4.
- [25] J. Toribio, B. González, J. C. Matos. Strength anisotropy and mixed mode fracture in heavily drawn pearlitic steel. *Fatigue & Fracture Eng. Mater. Struct.* (2013) 36:1178-1186.

INFLUENCIA DE LOS METODOS DE PREPARACION DE MUESTRAS EN LAS PROPIEDADES MECANICAS A FRACTURA DE ACEROS ESTRUCTURALES

M. Calispa^{1*}, I. Ulacia¹, J. Larrañaga¹, J. Elguezabal¹, B. Alberdi¹, D. Santamaria¹

¹ Facultad de ingeniería de Mondragon Unibertsitatea – Departamento de Mecánica y Producción Industrial, Loramendi 4, Arrasate-Mondragon 20500, Spain

* Persona de contacto: mecalispa@mondragon.edu

RESUMEN

Los aceros estructurales se utilizan ampliamente en componentes de pared delgada, como las uniones semirrígidas no apertadas entre vigas y columnas en sistemas de estanterías industriales. Para comprender la transición de la deformación plástica a la fractura en estas aplicaciones, es fundamental una caracterización precisa de su comportamiento a fractura. Este estudio analiza las propiedades a tracción del acero estructural S275JR, evaluando el efecto de tres métodos de mecanizado para obtener muestras en la respuesta mecánica del material: electroerosión por hilo, corte por láser y corte por chorro de agua. Se ensayaron tres geometrías de probetas por cada método de corte, representando estados de tensión críticos de tracción, corte y una transición entre ambos. Se examinó el estado del borde de las muestras y su influencia en el mecanismo de fractura y la propagación de grietas mediante correlación digital de imágenes (DIC-2D).

Los resultados indican que las probetas cortadas por láser presentan desviaciones significativas en la resistencia y la elongación máxima en comparación con los otros dos métodos de corte. Además, la medición de la micro dureza HV reveló un endurecimiento superficial en los bordes de las probetas, lo que afecta la iniciación y propagación de grietas, así como la fractura del material. Estas diferencias son particularmente notorias en geometrías con secciones reducidas, lo que puede influir significativamente en la calibración de modelos de daño dúctil mediante el método de elementos finitos (FEM). Por otro lado, no se observó una correlación directa entre la rugosidad del acabado superficial y la respuesta fuerza-desplazamiento de las probetas.

PALABRAS CLAVE: Fractura, aceros estructurales, componentes de pared delgada.

ABSTRACT

Structural steels are widely used in thin-walled components, such as unbolted semi-rigid beam-column joints in industrial racking systems. A precise characterization of their fracture behaviour is essential to understanding the transition from plastic deformation to fracture in these applications. This study examines the tensile properties of S275JR structural steel, assessing the effect of three machining methods for specimen cutting on the material's mechanical response: wire electrical discharge machining, laser cutting, and water jet cutting. Three specimen geometries were tested for each cutting method, representing critical stress states of tension, shear, and a transition between them. The edge condition of the specimens and its influence on fracture mechanisms and crack propagation were evaluated using digital image correlation (DIC-2D).

The results show that laser-cut specimens exhibit significant deviations in maximum strength and elongation compared to the other two cutting methods. Additionally, microhardness (HV) measurements revealed surface hardening at the specimen edges, which alters crack initiation, propagation, and material fracture. These differences are particularly pronounced in specimens with small cross-sections, which can substantially impact the calibration of ductile damage models using the finite element method (FEM). On the other hand, no direct correlation was found between surface roughness and the force-displacement response of the specimens.

KEYWORDS: Fracture, Structural steels, thin-walled components.

1. INTRODUCCIÓN

En años recientes el uso de estanterías industriales ha crecido simultáneamente con el sector de logística. Uno de los puntos más críticos y que aportan mayor rigidez a la estantería son las uniones semirrígidas viga-columna, las cuales sufren grandes deformaciones antes de colapsar en escenario reales. Por lo tanto, es necesario determinar el comportamiento ante fractura dúctil de esas estructuras de pared delgada.

La medición del daño dúctil durante el desarrollo de un experimento es un aspecto complejo ya que la variable daño difícilmente puede medirse directamente, como desplazamientos o deformaciones. Por este motivo, la calibración de los modelos de daño dúctil utiliza ensayos de tracción de probetas con geometrías específicas que representen estados tensionales puntuales [1].

Sin embargo, la mayoría de estos estudios de calibración de modelos de daño no detallan los métodos utilizados para la obtención de las probetas a ser ensayadas ni analizan los efectos que pueden producir sobre cambios en las propiedades del material durante este procedimiento. Ciertos estudios [2], [3] han mostrado que el método usado para preparar estas muestras puede afectar las propiedades mecánicas debido a cambios en los bordes de corte. Korkmaz et al. [4] evaluó los cambios en límite de fluencia y esfuerzo último de una aleación de titanio Ti-6Al-4V utilizando dos diferentes tamaños de probetas estándar según la norma ASTM-E8. Los resultados muestran que los métodos de corte por láser y electroerosión de alambre afectan las propiedades mecánicas del material debido al calor generado por el proceso. Adicionalmente, sugiere el uso de corte por chorro de agua para probetas a tracción debido a bajas desviaciones estándar obtenidas en comparación a los otros métodos de corte.

Dykeman et al. [3] reporta que la deformación a fractura de aceros de alta resistencia se ve influenciada por los métodos de corte de probetas. El corte por chorro de agua mostro la mayor deformación a fractura seguida por corte por láser y punzonado. Además, el corte por chorro de agua produce un menor daño aparente en las superficies de corte mientras que los cortes de láser y punzonado presentan daños de hasta 300µm de profundidad.

A pesar de que se han analizado los efectos de ciertos métodos de corte para obtención de probetas para ensayos a tracción, las muestras por lo general son geometrías estándar, sin incluir formas que representen estados tensionales distintos a tracción pura y que podrían verse influenciado mayormente debido a la reducción de secciones.

El principal objetivo de este estudio es evaluar los efectos de tres técnicas de preparación de probetas orientadas a calibrar parámetros de daño dúctil sobre las propiedades de mecánicas del acero estructural S275JR, las deformaciones de fractura y estado de los bordes de corte. Esta investigación utiliza correlación digital de imágenes (DIC) para obtener deformaciones y desplazamientos en un área localizada.

2. METODOLOGIA

2.1. Geometrías de probetas y métodos de corte

En este estudio, tres geometrías detalladas en la Figura 1 de probetas han sido evaluadas. Cada geometría está orientada a reproducir un estado tensional específico necesario para obtención de constantes de daño dúctil.

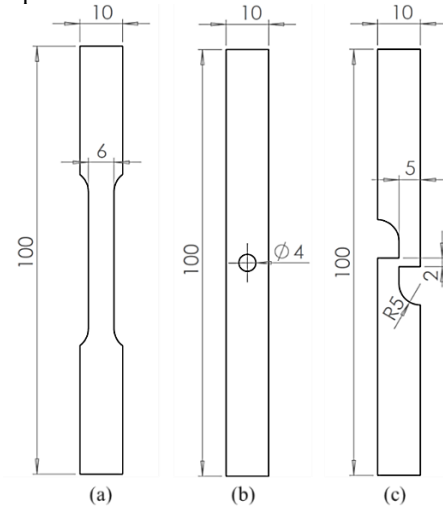


Figura 1. Geometrías utilizadas en los ensayos: (a) Tracción Uniaxial (TU), (b) Agujero Central (AC), Corte Puro (CP)

La primera geometría representa un estado de triaxialidad para tensión uniaxial (TU), además proveerá información de los cambios en deformación y tensión. La segunda geometría (AC) está orientada a reproducir estados tensionales de tensión uniaxial pura más precisos, por otro lado, permitirá evaluar la influencia del corte en secciones diferentes a la estándar. La tercera configuración (CP) busca analizar la influencia de los modos de corte en geometrías especiales orientadas a estados tensionales de corte. Todas las muestras fueron cortadas en la dirección de laminación de una chapa de acero S275JR de 1,5 mm de espesor nominal.

Para estudiar el efecto de las condiciones finales de los bordes de corte, tres procesos de corte fueron utilizados: corte por láser, corte por chorro de agua y mecanizado por electroerosión de hilo.

2.2. Ensayos de tracción y obtención de resultados

Los ensayos de tracción fueron llevados a cabo a temperatura ambiente y condiciones cuasi – estáticas en una maquina universal MTS 810 con célula de carga de 100kN. Los desplazamientos a fractura de las probetas son capturados mediante correlación de imágenes digitales (DIC) usando una cámara JAI-GO-5000M-USB CCD. Para calcular los desplazamientos relativos, un extensómetro digital de 25mm de longitud fue utilizado. Para garantizar la repetibilidad, tres ensayos de tracción de cada geometría y método de corte fueron llevados a cabo.

Los resultados obtenidos analizan las fuerzas máximas y los desplazamientos cuando la fractura del material ocurre. Para los ensayos de agujero central y corte puro, se puede observar con la ayuda de DIC la aparición de macro grietas y definir que la fractura ocurre, sin embargo,

la fractura en las probetas tracción uniaxial la literatura reporta que las grietas aparecen internamente por lo que se asume que el fallo del material se produce cuando la curva tensión-deformación experimental una caída notable en sus valores.

2.3. Análisis de microestructuras, micro durezas y rugosidad en áreas de corte

Para evaluar el efecto producido por el calentamiento del material durante los métodos de corte, se examina los cambios en la microestructura. Adicionalmente, se midió micro dureza HV a distintas profundidades. Esta investigación incluyó un estudio paralelo para examinar la influencia de la rugosidad de las superficies de corte sobre la aparición y propagación de macro grietas. Se analizó si las deformaciones a fractura de las probetas están relacionadas directamente al acabado superficial.

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

3.1 Geometrías de probetas y métodos de corte

Una vez que las probetas han sido cortadas y antes de pintar el patrón requerido para DIC, se procede a medir el ancho de las probetas, medida que es necesaria para escalar las imágenes en el post procesamiento de DIC y para identificar tolerancias de corte de las probetas. Los valores son presentados en la tabla 1.

Tabla 1. Ancho de probetas con los tres tipos de corte.

	Anchura (mm)		
	Tracción Uniaxial	Agujero Central	Corte Puro
HILO	6.02	10.24	10.15
AGUA	6.06	10.41	10.38
LÁSER	6.02	10.17	10.22

Se puede observar que la mayor desviación de los valores nominales de ancho (6mm para TU y 10mm para AC y CP) se produce por el método de corte por chorro de agua, seguido en valores similares corte por láser e hilo.

3.2 Ensayos de tracción y obtención de resultados

La figura 2 muestra las diferencias obtenidas en las curvas tensión-deformación de la configuración TU para los tres métodos de corte. La tabla 2 resume los valores de las propiedades mecánicas de cada método. De los valores obtenidos en el ensayo de tracción uniaxial (TU) se puede observar que el límite de fluencia no se ve afectado notablemente por los métodos de corte, con el valor más alto registrado por el corte por láser. De forma similar se observa que los valores de tensión máxima no difieren significativamente y se observa nuevamente el valor mayor registrado en la probeta de láser.

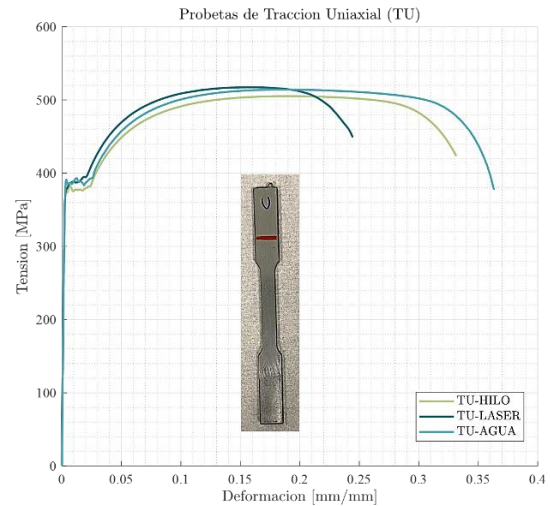


Figura 2. Curva tensión vs deformación para muestras cortadas por Hilo, Láser y Agua a tracción uniaxial (TU)

Tabla 2. Resumen de las propiedades mecánicas de las probetas cortadas por Hilo, Láser y Agua

	Límite de fluencia [MPa]	Tensión Max. [MPa]	Deformación a fractura [mm/mm]
Hilo	382.9	505.4	0.33
Láser	395.1	517.4	0.24
Agua	391.1	514.3	0.36

Sin embargo, los valores de la deformación a fractura si se ven afectados por el corte de láser en comparación con los cortes por hilo y agua. Estos resultados son congruentes con los reportados por Goshert et al. para un acero QP980 [5].

La Figura 3 resume los valores promedios de fuerza máxima y desplazamiento a fractura de las configuraciones agujero central y corte puro. Para las configuraciones de agujero central, los valores de fuerzas máximas en las probetas de hilo y agua se las podría considerar equivalentes, sin embargo, la fuerza máxima del corte por láser es considerablemente superior además de presentar una desviación estándar mayor que el resto. Esto se atribuye a un endurecimiento generado por el calor del proceso de corte de láser. Por otro lado, los desplazamientos máximos al visualizar macro grietas no presentan variaciones notables entre los métodos de corte, sin embargo, durante el ensayo se observa que las curvas fuerza-desplazamiento del corte por láser, una vez alcanzada la fuerza máxima, la evolución de la fractura del material es diferente a los otros dos métodos y un descenso de la capacidad de resistencia (fuerza) pronunciado. Dykeman et al. [3] también reportó variaciones muy pequeñas en deformaciones de fractura para acero de bajo carbono.

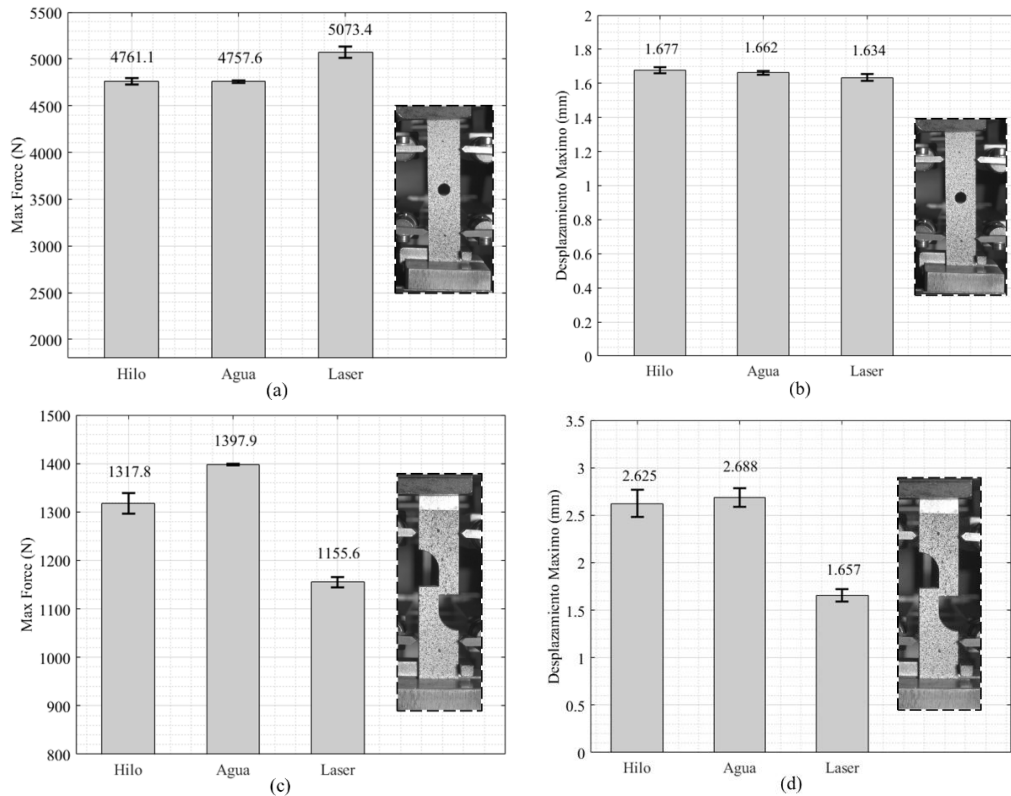


Figura 3. (a) Fuerzas máximas agujero central, (b) desplazamientos máximos agujero central, (c) Fuerzas máximas corte puro y (d) desplazamientos máximos corte puro

Los ensayos de la configuración Corte Puro (CP) muestran variaciones mas representativas en los resultados. Diferente a lo observado en las probetas AG, las muestras obtenidas por láser no alcanzan fuerzas mayores que los cortes por hilo y agua. La diferencia de fuerza máxima entre los valores del corte por hilo y agua es mayor que todos los ensayos anteriores, pero esto se le podría atribuir la excentricidad que se genera en el ensayo por la geometría de la probeta. Esta excentricidad se muestra en la figura 5, entre la posición inicial y final de la probeta y se produce en todas las probetas ensayadas lo que descarta un error al momento de realizar el ensayo o una falla de la máquina de tracción. Con la ayuda de DIC se observa que la excentricidad es mayor en las probetas cortadas por hilo.

El desplazamiento máximo también es considerablemente menor para la probeta cortada por láser. Por otro lado, las mediciones del corte por láser presentan menos desviaciones estándar. Este comportamiento del corte por láser es anormal y mucho más marcado en este tipo de configuraciones “especiales” debido a las secciones reducidas, este comportamiento se debe al endurecimiento producido por el calor del corte. La influencia de usar probetas de este método de corte para obtener parámetros de daño dúctil modificaría considerablemente la eficiencia de los modelos.

3.3 Análisis de microestructuras, micro durezas y rugosidad en áreas de corte

La diferencia de deformaciones máximas en los tres procesos de corte podría estar relacionadas a la rugosidad superficial producida por cada método de corte y por ende la forma en la que aparecen y se propagan las grietas en fractura del material. La figura 6 muestra las rugosidades en una superficie para cada tipo de corte. La tabla 4 muestra los valores de la altura media del área seleccionada (S_a) y la altura media cuadrática (S_q) para determinar que superficie presenta mayor rugosidad. Se observa que se presenta una mayor rugosidad en las superficies cortadas mediante agua comparado con los otros dos métodos de corte que, a pesar de presentar superficies visualmente diferentes tienen valores similares de S_a y S_q . Si se relaciona estos valores de rugosidad con los gráficos de la figura 3 no se observa una relación directa pues las probetas que presentan comportamientos diferentes en las tres geometrías es el método de corte por láser, mientras que el valor diferente de rugosidad se produce en las probetas de corte por agua.

Se concluye entonces que no existe una relación directa aparente entre la rugosidad y la propagación de grietas en ensayos monotónicos quasi-estáticos a tracción y que esta influencia es más notoria en fractura producida por fatiga, como ha sido reportado en literatura [6]. Kikuchi et al. [7] analiza la influencia de la rugosidad en ensayos de tracción, llegando a conclusiones similares al de este estudio.

Se puede observar en la Figura 7.b que el corte por láser produce un cambio notable en la zona afectada térmicamente y esto puede conllevar a modificaciones en la fractura del material. La figura 8 muestra el perfil de micro dureza HV medida a diferentes distancias para evaluar este endurecimiento, se registraron 10 mediciones separados 0.02mm. Los resultados muestran una elevada dureza en la zona afectada térmicamente en la muestra de láser y se extiende hasta 0.1 mm de la cara de corte.

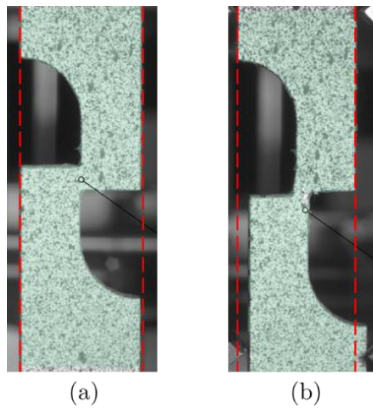


Figura 4. Excentricidad en probetas PS durante ensayo. (a) posición inicial (b) posición previa a fractura.

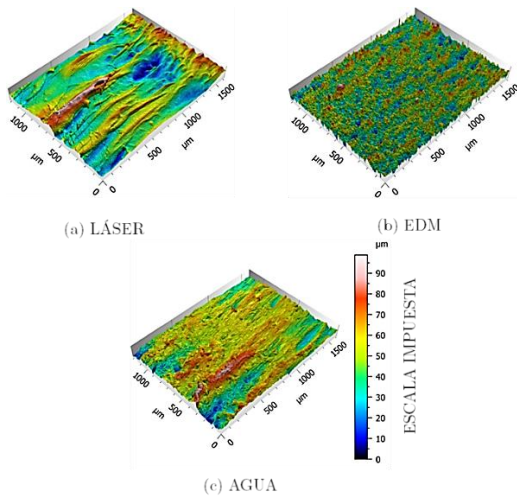


Figura 5. Rugosidad 3D de cada tipo de corte: (a) Láser (b) Hilo y (c) Agua.

Tabla 3. Valores de rugosidad de cada proceso de corte

	TIPO DE CORTE					
	HILO		AGUA		LÁSER	
	Prom.	Des. Est.	Prom.	Des. Est.	Prom.	Des. Est.
Sq (μm)	5.36	0.56	10.53	1.55	5.56	0.49
Sa (um)	4.29	0.44	8.15	1.18	4.4	0.31

Los métodos de corte por hilo y por chorro de agua son bastante constantes, lo que sugiere una afectación mínima de la micro dureza.

Este endurecimiento superficial del material en las muestras cortadas por láser se ve claramente reflejado en el comportamiento de los valores reportados en la figura 3. Las propiedades mecánicas del material cambian de manera especial en las configuraciones AC y CP donde los bordes afectados están más cerca entre ellos. Por otro lado, se puede ver que existe una diferente iniciación de la fractura en las probetas cortadas por láser. En la figura 9, con la ayuda de DIC se observa la aparición de macro grietas y posterior fractura. Se observa una concentración de tensiones mayor en la muestra de láser.

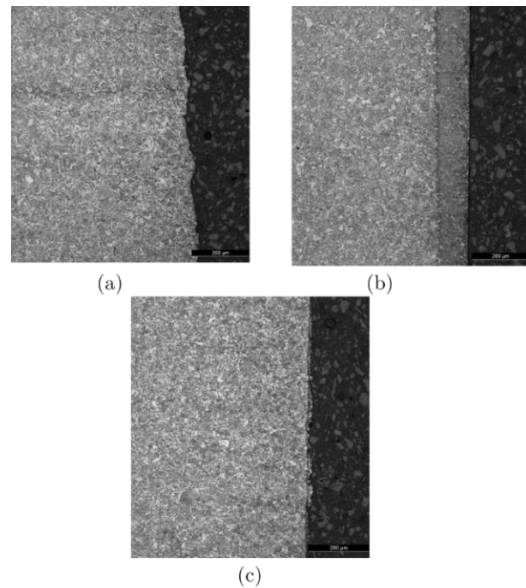


Figura 6. Microestructura de los bordes cortados con los tres procesos de corte (200 μm): (a) Agua, (b) Láser y (c) Hilo.

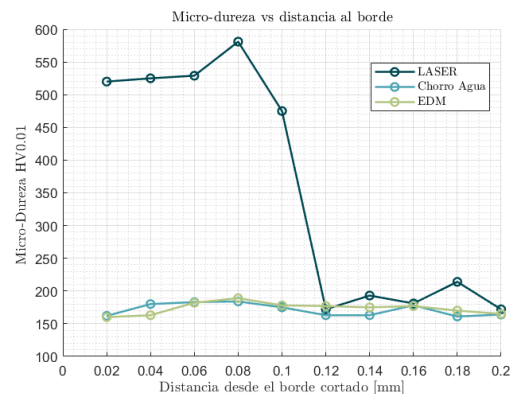


Figura 7. Micro dureza HV vs distancia al borde de corte

Además, existe una formación de ‘necking’ mayor también en la probeta de láser. Por otro lado, la Figura 9.c y 9.d muestran cómo se produce la aparición de macro grietas. En el corte por hilo, esta aparición se produce de forma repentina en ambos lados del agujero mientras que en la probeta láser esta aparición es por separado en cada lado del agujero y la propagación de la grieta es más fluida. Referente a la fractura en probetas de corte puro, la figura 10 muestra cómo se produce la concentración de tensiones y aparición de grietas de los métodos de corte por láser y por chorro de agua.

La concentración de tensiones y deformación en las probetas CP es mucho más marcada como se observa en la Fig. 10a y 10b para las fuerzas máximas alcanzadas. La aparición de una grieta macro y fractura en la muestra cortada por chorro de agua (Fig 10c) se produce repentinamente, con un ángulo de inclinación de aproximadamente 45°. Cuando la muestra cortada por láser alcanza la fuerza máxima, empieza a perder capacidad de resistencia, lo cual es indicador de aparición de grietas, posiblemente internas, y la grieta macro aparece paulatinamente con un ángulo de fractura más cercano a 90°, el cual es buscado en este tipo de configuraciones.

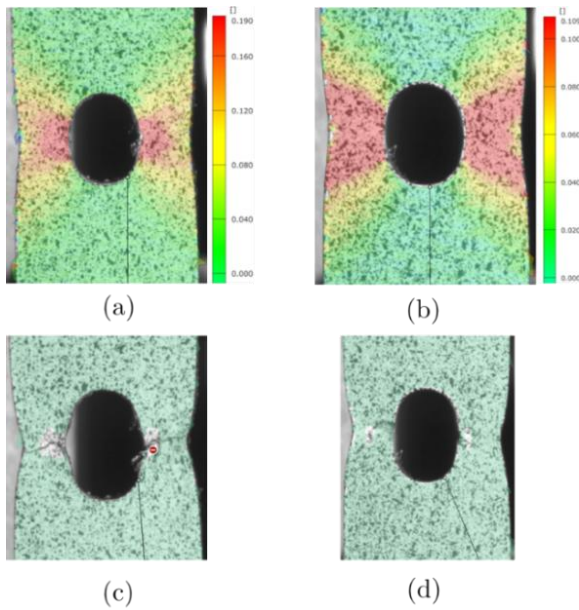


Figura 8. Muestras AC por corte de hilo y Láser analizadas utilizando DIC: (a) Hilo en fuerza máxima, (b) Láser en fuerza máxima, (c) Hilo aparición de macro grieta y (d) Láser aparición de macro grieta.

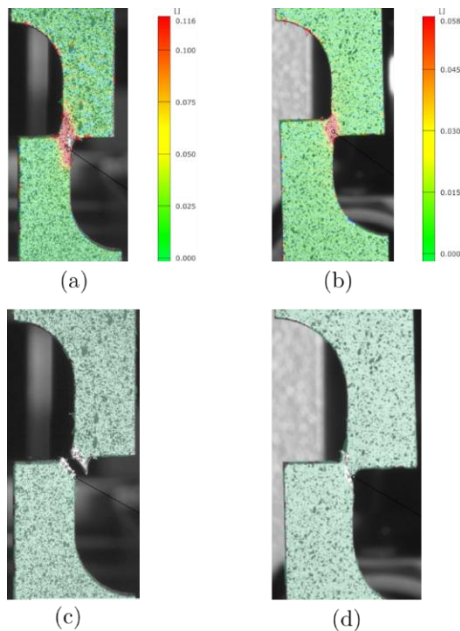


Figura 9. Muestras CP por corte por chorro de agua y láser utilizando DIC: (a) fuerza máxima probeta de chorro de agua, (b) Fuerza máxima para probeta de Láser, (c) Aparición de macro grieta probeta de chorro de agua y (d) Aparición de macro grieta probeta de láser.

4. CONCLUSIONES

Los ensayos de tracción muestran que los métodos de mecanizado de corte por chorro de agua e hilo obtienen resultados equivalentes para geometrías estándar y agujero central, sin embargo, para geometría de corte puro existe una desviación mayor en los valores de fuerza máxima y deformación de fractura.

La excentricidad observada en las probetas de corte puro por hilo es mayor y esto hace que difieran los valores con el corte por agua.

Por otro lado, el método de corte por láser mostró diferencias en todos los ensayos. Estas muestras tienen un ligero mayor límite de fluencia y tensión última de rotura en las probetas TU, aunque una menor deformación total comparada con las probetas obtenidas por hilo y chorro de agua. Esto se debe al endurecimiento superficial en los bordes producido por el proceso de corte.

Para los ensayos de AC y CP la diferencia por endurecimiento es más evidente aun dada la reducción de sección, por lo que la obtención de parámetros de calibración de modelos de daño experimentales de estas geometrías podría no representar valores reales e influir negativamente.

Adicionalmente, no se observa una correlación directa concluyente de la rugosidad superficial obtenida por cada método de corte sobre las curvas fuerza-desplazamiento obtenidas. En base a lo expuesto, no se recomienda utilizar el método de corte por láser para extraer muestras utilizadas en calibración de modelos de daño dúctil. En caso de utilizar corte por agua, es necesario considerar las tolerancias en las medidas nominales de corte.

REFERENCIAS

- [1] Y. An, G. Zhou, R. Cui, H. Li, and J. Ou, "Ductile Fracture Prediction Framework of Low Yield Point Steel LYP225 under Monotonic Loading: Experiment and Simulation," *Journal of Structural Engineering*, vol. 150, no. 6, Jun. 2024, doi: 10.1061/jsendh.steng-13067.
- [2] H.-C. Shih, C.-K. Hsiung, and B. Wendt, "Optimal production trimming process for AHSS sheared edge stretchability improvement," SAE Technical Paper, 2014.
- [3] J. Dykeman *et al.*, "Characterization of edge fracture in various types of advanced high strength steel," SAE Technical Paper, 2011.
- [4] H. G. Korkmaz, S. Toros, and M. Türköz, "The Effect of Specimen Size and Preparation Method on the Mechanical Properties of Ti-6al Sheets," 2021.
- [5] B. Goshert, O. R. Terrazas, D. K. Matlock, and C. J. Van Tyne, "Sample edge effects on tensile properties and sheet formability," in *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, IOP Publishing, 2018, p. 012064.
- [6] W. Feng, M. M. Arouche, and M. Pavlovic, "Influence of surface roughness on the mode II fracture toughness and fatigue resistance of bonded composite-to-steel joints," *Constr Build Mater*, vol. 411, p. 134358, 2024.
- [7] M. Kikuchi, R. Sucaria, G. Souza, and M. Beltrami, "The influence of specimen surface roughness on tensile testing result," in *24th ABCM International Congress of Mechanical Engineering*, 2017.

ENSAYOS DE COMPRESIÓN DIAMETRAL EN VAINAS DE COMBUSTIBLE NUCLEAR AVANZADO CROMADAS

M. Cristóbal Beneyto^{1*}, J. Ruiz Hervías¹

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

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

RESUMEN

Desde el accidente ocurrido en la central nuclear de Fukushima Daiichi en 2011, se han iniciado diversos programas para desarrollar nuevos combustibles tolerantes a accidentes (ATF) con el objetivo de aumentar el tiempo de respuesta en caso de un accidente severo. Algunos de estos diseños se basan en vainas convencionales (tubos de Zr) recubiertas con materiales que mejoren su resistencia a la corrosión en vapor de agua a alta temperatura. Se ha llevado a cabo una extensa investigación, principalmente sobre el comportamiento a la corrosión de las vainas ATF en condiciones normales de operación y en escenarios de accidente severo. Sin embargo, se ha prestado menos atención a la influencia del recubrimiento en el comportamiento mecánico de las vainas en condiciones de accidente relacionados con el transporte y la manipulación del combustible gastado. En este estudio, muestras de vaina de Zr con recubrimiento de Cr fueron sometidas a ensayos en autoclave durante 210 días. Posteriormente, se realizaron ensayos de compresión diametral a 20°C y 300°C. El comportamiento mecánico es bastante diferente entre los dos conjuntos de muestras analizados, principalmente debido a los distintos materiales de vaina. Las diferencias entre las muestras recubiertas y sin recubrimiento son más pronunciadas a 20°C que a 300°C. En ambos casos, la carga máxima es notablemente menor en las muestras que no tienen recubrimiento ni han sido ensayadas en autoclave (sin capa de óxido).

PALABRAS CLAVE: ATF, Cromado, RCT, Vainas, Circonio.

ABSTRACT

Since the accident that occurred at the Fukushima Daiichi NPP in 2011, different programs were started to develop new Accident Tolerant Fuels (ATF) with the aim of increasing the coping time in the case of a severe accident. Some of the new designs are focused on conventional Zr cladding coated with materials that improve cladding behaviour in high-temperature water vapour. Extensive research has been done mainly on the corrosion behaviour of the cladding in normal operation or in severe accident conditions, but less interest has been paid to the influence of the coating in the mechanical behaviour of the cladding. It is important to ensure cladding performance in normal operation and in severe accident scenarios, but also in the accidents related with transport and handling of spent fuel. In this paper, different Cr-coated ATF Zr samples were tested in autoclave for 210 days. Afterwards, they were subjected to ring compression tests at 20°C and 300 °C. The mechanical behaviour is quite different for the two sets of samples tested, mainly because of the different cladding material employed in both cases. Typically, the differences between the coated and uncoated samples are more pronounced at 20°C. The results are more homogeneous at 300°C, although the load is noticeable smaller for the uncoated as-received samples for both sets of samples.

KEYWORDS: ATF, Cr coating, RCT, cladding, zirconium.

1. INTRODUCCIÓN

Los reactores nucleares de agua ligera (LWR por sus siglas en inglés) son actualmente los más numerosos entre los empleados para la generación eléctrica. Este tipo de reactor utiliza como combustible pastillas de UO₂ contenidas dentro de tubos de circonio denominados

vainas. La combinación de ambos materiales es una tecnología que ha probado durante años su buen comportamiento en condiciones normales de operación.

En 2011 tuvo lugar un accidente en la central nuclear de Fukushima Daiichi (Japón) debido al tsunami generado por el terremoto que afectó a dicha central. Desde

entonces, se han tratado de desarrollar alternativas al combustible tradicional que permitan mejorar el margen de seguridad en caso de accidente severo. Numerosos programas fueron iniciados con el objetivo de desarrollar lo que empezaron a denominarse “*accident tolerant fuels*” o ATF [1]. Este nuevo tipo de combustible busca mejorar tanto las propiedades de las pastillas de combustible como las de las vainas. Entre las propuestas de vaina más prometedoras se encuentran aquellas basadas en mejorar, mediante la adición de recubrimientos, la resistencia a corrosión en vapor de agua a alta temperatura. Una de las ventajas es que suponen pequeñas modificaciones de la tecnología actual, y su desarrollo y posterior licenciamiento se supone más sencillo que en otras propuestas.

La mayoría de los trabajos realizados hasta la fecha se centran en evaluar la resistencia a corrosión de vainas recubiertas, ya sea en autoclave simulando condiciones normales de operación [2], [3], [4], o en vapor de agua a alta temperatura [3], [4], [5]. Es importante entender el efecto que dicho recubrimiento puede tener en el comportamiento mecánico de las vainas, especialmente una vez que el combustible se extrae del reactor. Si durante el manejo del combustible gastado se produce la caída de este, las vainas pueden verse sometidas a compresión debido al contacto con la rejilla que las mantiene unidas [6]. Esta condición de carga puede reproducirse en laboratorio mediante ensayos de compresión diametral. Aunque ya se han realizado algunos estudios [7], [8], es necesario realizar ensayos en más condiciones distintas.

El objetivo de este trabajo es evaluar el comportamiento mecánico de distintos tipos de vainas de circonio recubiertas de cromo mediante ensayos de compresión diametral. Para ello, distintas vainas ATF -así como material de referencia sin recubrimiento- se han sometido a corrosión en autoclave durante 210 días. Después, se han realizado ensayos de compresión diametral a 20 y 300 °C, tanto en vainas sometidas a corrosión como en estado de recepción. Los resultados muestran que el efecto del recubrimiento es apreciable a temperatura ambiente, pero desaparece a alta temperatura.

2. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

2.1 Material

Los materiales usados para este trabajo han sido suministrados dentro del proyecto “*Testing and Simulation for Advanced Technology and Accident Tolerant Fuels (ATF-TS)*” de la Agencia Internacional de la Energía Atómica (IAEA).

La lista de materiales utilizados se muestra en la Tabla 1. Se han investigado distintas vainas ATF de circonio recubiertas en su superficie exterior de cromo, así como vainas sin recubrimiento como referencia. Han sido proporcionadas por otros participantes del proyecto

ATF-TS: *Czech Technical University* (CTU) de Praga y *Atomic Energy Organization of Iran* (AEOI). CTU ha proporcionado vainas de ZIRLO Optimizado con recubrimientos de Cr depositados mediante *Unbalanced Magnetron Sputtering Physical Vapour Deposition* (PVD-UMS). AEOI ha suministrado muestras de vaina de aleación Zr1Nb recristalizada recubiertas de Cr mediante *Physical Vapour Deposition* (PVD). Ambos centros han suministrado también material de referencia sin recubrimiento. Las muestras utilizadas tienen 10 mm de longitud y 9,1 mm de diámetro exterior. En el caso de las muestras CTU, el espesor de pared es de 0,57mm. En el caso de las muestras AEOI es de 0,66 mm.

Tabla 1. Lista de materiales investigados.

Fabricante	Material	Recubrimiento
CTU	ZIRLO opt.	Cr
		s/ recubrimiento
AEOI	Zr1Nb	Cr
		s/ recubrimiento

2.2 Corrosión en autoclave

Las muestras han sido sometidas a corrosión en autoclave durante un tiempo total de 210 días. El ensayo se ha realizado en un autoclave de 4 litros de capacidad, en agua líquida a 360 °C y 18,6 MPa de. Se han añadido 2,2 ppm de litio y 1000 ppm de boro para simular la composición del agua del circuito primario de refrigeración de un reactor de agua presurizada (PWR). Tanto la superficie exterior como la interior de las muestras han estado expuestas a este medio durante el ensayo.

Tras 210 días de corrosión en autoclave, se ha calculado la ganancia en peso por unidad de área de las muestras, usando para ello como referencia la norma ASTM-G2M. Algunas muestras se han preparado mediante técnicas metalográficas y se han observado mediante microscopía electrónica de barrido (SEM).

2.3 Ensayos de compresión diametral

Para estos ensayos se han utilizado muestras de 10 mm de longitud. Las muestras fueron ensayadas en una máquina universal de ensayos SUZPECAR con una célula de carga de 5 KN. En el ensayo dos placas cilíndricas paralelas aplican una carga diametral sobre la muestra. El ensayo consiste en desplazar hacia abajo una de las placas controlando el desplazamiento -a una velocidad 0,5 mm/min-, a la vez que se registra el desplazamiento y la carga aplicada a la muestra. Se realizaron ensayos a temperatura ambiente y a 300 °C, en muestras suministradas por CTU y AEOI, con y sin recubrimiento, en estado de recepción y tras 210 días de corrosión en autoclave.

3. RESULTADOS Y DISCUSION

3.1 Corrosión en autoclave

Tras 210 días de corrosión en autoclave, se ha calculado la ganancia en peso por unidad de área de las muestras. Los resultados se muestran en la Tabla 2, expresados en mg/dm^2 .

Tabla 2. Ganancia en peso por unidad de área (en mg/dm^2) de las muestras de vaina cromadas y sin recubrimiento, tras 210 días de corrosión en autoclave.

Material	Ganancia en peso (mg/dm^2)
CTU s/ recubrimiento	65 ± 3
CTU-Cr	29 ± 3
AEOI s/ recubrimiento	84 ± 3
AEOI-Cr	38 ± 3

Como se ha mencionado anteriormente, el recubrimiento está situado en la superficie exterior de las muestras de tubo, pero la superficie interior (no recubierta) también se encuentra en contacto con el agua durante el ensayo de corrosión. Esto implica que, en el caso de las muestras recubiertas, la ganancia en peso total será la combinación de la ganancia en peso de las superficies interior y exterior.

Como se puede observar en la Tabla 2, para las muestras suministradas por ambos fabricantes, la ganancia en peso de las muestras recubiertas es menos de la mitad de la ganancia en peso de las muestras sin recubrimiento. Teniendo en cuenta que la superficie interior representa algo menos de la mitad de la superficie total en ambos casos, se puede concluir que la ganancia en peso del recubrimiento de cromo es despreciable comparada con el del circonio.

Después de 210 días de corrosión en autoclave, algunas muestras fueron pulidas y observadas mediante SEM. La Figura 1 muestra dos imágenes de SEM de la sección transversal de la superficie exterior de las muestras de CTU después de 210 días en autoclave, con y sin recubrimiento de Cr.

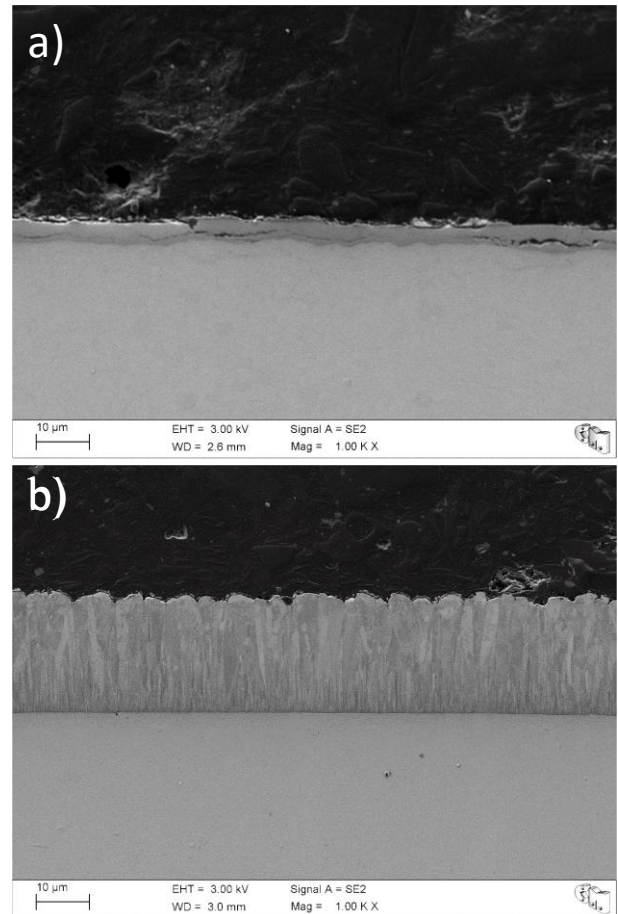


Figura 1. Imágenes de SEM correspondientes a la sección transversal de la superficie exterior de muestras CTU tras 210 días de corrosión en autoclave: a) sin recubrimiento y b) con recubrimiento de cromo.

En la Figura 1a, que corresponde a la muestra de CTU sin recubrimiento, la parte inferior de la imagen (gris claro) corresponde al Zr, mientras que la parte superior de la imagen (negro) corresponde a la resina de montaje metalográfico. Entre ellas, se observa otra capa de color gris oscuro. Esta capa corresponde al óxido de circonio formado en la autoclave y tiene un grosor aproximado de 3 micras. Se pueden observar algunas grietas en el óxido, pero se cree que estas han sido producidas durante el proceso de pulido.

En la Figura 1b, que corresponde a la muestra de CTU con recubrimiento de Cr, se pueden observar tanto la resina (arriba) como el Zr (abajo), al igual que en la Figura 1a. Entre estas capas se encuentra el recubrimiento de Cr, con un espesor de unas 20 micras, en el que no se observan grietas ni delaminaciones.

La Figura 2 muestra dos imágenes de SEM de la sección transversal de la superficie exterior de las muestras de AEOI después de 210 días en autoclave, con y sin recubrimiento de Cr.

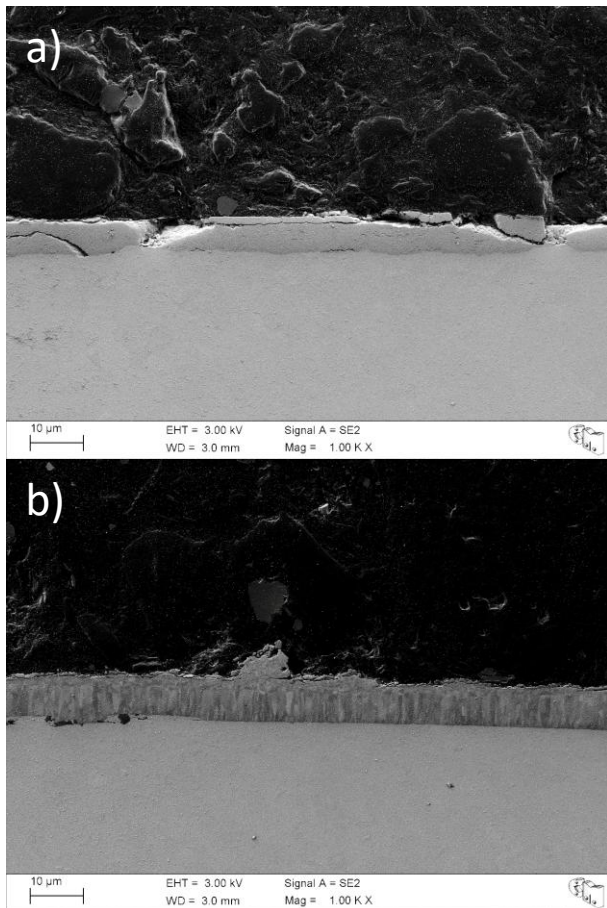


Figura 2. Imágenes de SEM correspondientes a la sección transversal de la superficie exterior de muestras AEOI tras 210 días de corrosión en autoclave: a) sin recubrimiento y b) con recubrimiento de cromo.

Al igual que en la figura anterior, la parte inferior de cada imagen muestra la vaina de Zr, mientras que la parte superior (de color negro) muestra la resina de montaje. En la Figura 2a se puede apreciar la capa de óxido, de unas 6 micras de espesor. Las grietas, nuevamente, se atribuyen al proceso de pulido. En la Figura 2b, se puede observar el recubrimiento de Cr. Al igual que en las muestras de CTU, el recubrimiento es bastante homogéneo, sin grietas aparentes, y tiene un grosor de aproximadamente 6 micras.

3.2 Ensayos de compresión diametral

Las curvas fuerza-desplazamiento de los ensayos RCT correspondientes a las muestras de CTU se representan en la Figura 3, para 20 °C y 300 °C.

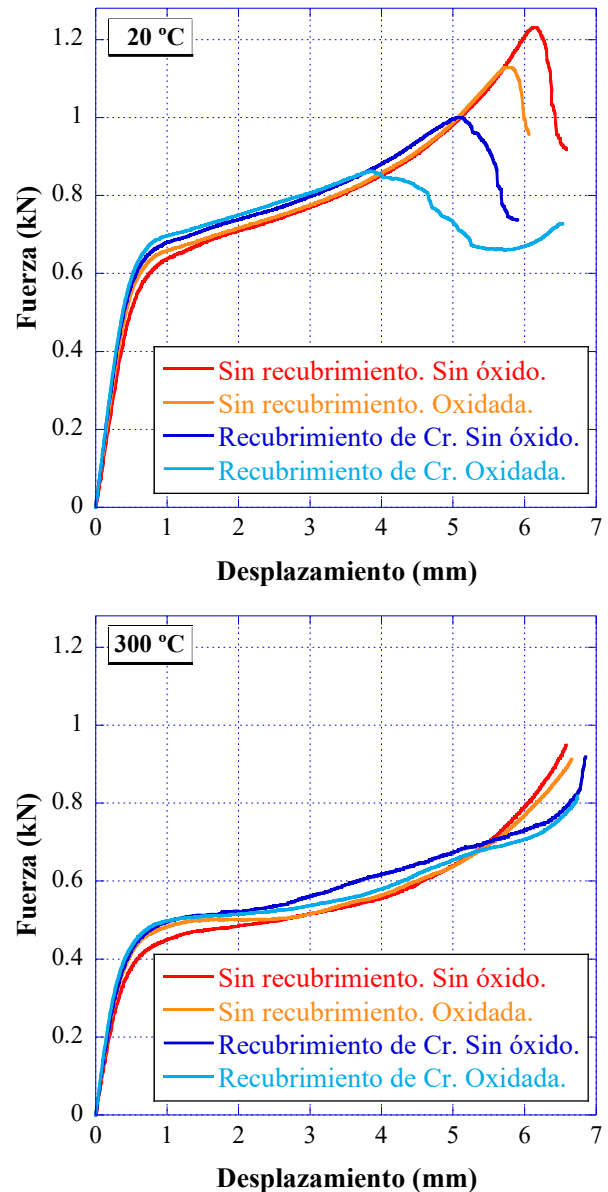


Figura 3. Curvas fuerza-desplazamiento de los ensayos RCT de muestras CTU ensayadas a: a) 20 y b) 300 °C.

Para la muestra sin recubrimiento y sin oxidar, ensayada a 20 °C (curva roja en la Figura 3a), la carga aumenta de manera monótona con el desplazamiento, con una región lineal hasta aproximadamente 0,5 kN. La carga máxima es ligeramente superior a 1,2 kN para un desplazamiento de aproximadamente 6 mm. Luego, la carga disminuye con el desplazamiento. Se observa un comportamiento similar en las demás muestras, aunque la carga máxima y el desplazamiento correspondiente son diferentes. Para la muestra sin recubrimiento y oxidada (es decir, tras el ensayo en autoclave), se observa una mayor rigidez en la región lineal, y su curva se encuentra por encima de la de la muestra en estado de recepción, aunque la carga máxima es un poco menor (aproximadamente 1.1 kN). Este valor es aún menor en la muestra con recubrimiento de Cr sin oxidar (1 kN) y más bajo en las muestras con recubrimiento de Cr y oxidadas (0,9 kN). En estas últimas, la disminución de la carga después de alcanzar

la carga máxima no es tan suave, presentando pequeñas pero repentinas caídas de carga. Antes de la carga máxima, las curvas de las muestras recubiertas están por encima de las de las muestras sin recubrimiento. No se encuentran diferencias significativas entre las muestras recubiertas antes y después de ser sometidas a oxidación en autoclave.

El recubrimiento incrementa la rigidez de la muestra de manera similar a la capa de óxido en las muestras sin recubrimiento. La reducción de carga máxima en las muestras recubiertas puede deberse al comportamiento más frágil del cromo (en comparación con la aleación de Zr) a 20°C. Las muestras recubiertas y oxidadas presentan la menor carga máxima, debido a la combinación de ambos efectos.

Las muestras ensayadas a 300°C (Figura 3b) presentan un comportamiento diferente. En este caso, la carga aumenta de manera monótona con el desplazamiento, pero la región lineal es más pequeña (hasta aproximadamente 0.3 kN). No se observa una carga máxima ni caídas de carga. A esta temperatura, las diferencias entre las muestras recubiertas y sin recubrimiento son menos pronunciadas. Durante los ensayos, la carga es ligeramente mayor en las muestras recubiertas, hasta desplazamientos de 5,5 mm.

Las curvas fuerza-desplazamiento de los ensayos RCT correspondientes a las muestras de AEOI se muestran en la Figura 4, para 20 °C y 300 °C.

A 20°C (Figura 4a), la carga aumenta de manera monótona con el desplazamiento, con una región lineal que muestra una rigidez similar en todos los casos. Para este material, a diferencia de las muestras de CTU, no se observan caídas de carga. Esto se debe a la diferente microestructura de ambas aleaciones. Comparando la muestra sin recubrimiento en estado de recepción con la muestra sin recubrimiento oxidada, la carga es menor en la muestra en estado de recepción para un mismo desplazamiento. Se observa un resultado similar al comparar las muestras con recubrimiento de Cr. En este caso, la influencia de la capa de óxido es mayor que en el caso de los materiales CTU, posiblemente debido al mayor grosor del óxido en las muestras de AEOI. El efecto del recubrimiento es similar, ya que la carga es mayor en las muestras recubiertas en comparación con las muestras sin recubrimiento, tanto en estado de recepción como oxidadas.

A 300°C (Figura 4b), todas las muestras presentan un comportamiento similar, excepto la muestra sin recubrimiento en estado de recepción, cuya curva fuerza-desplazamiento se encuentra claramente por debajo de las demás.

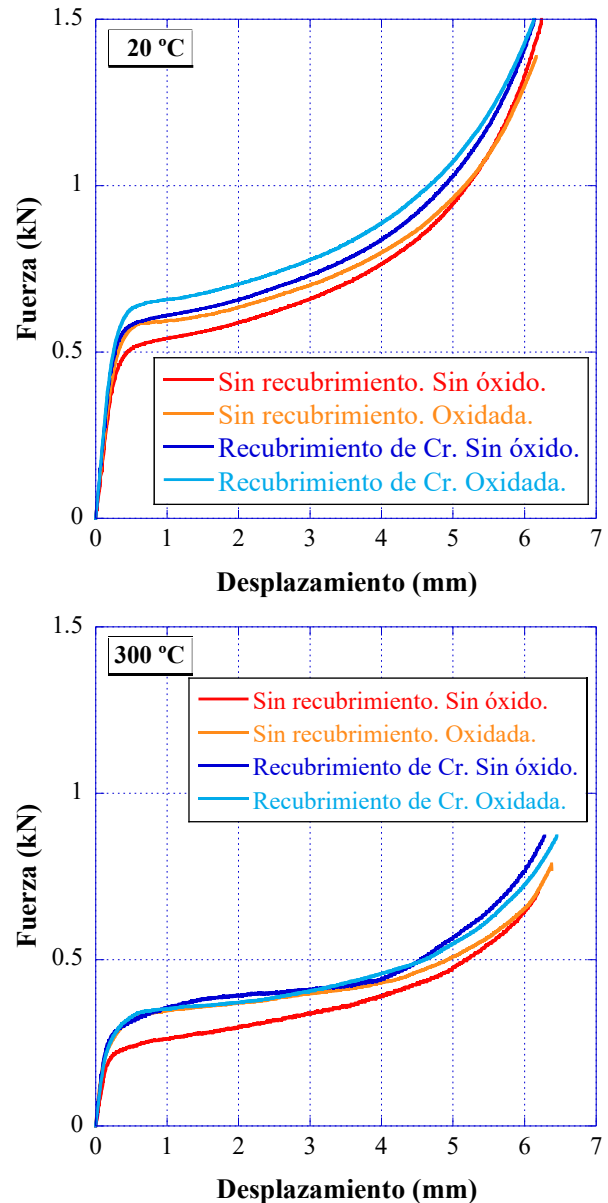


Figura 4. Curvas fuerza-desplazamiento de los ensayos RCT de muestras AEOI ensayadas a: a) 20 y b) 300 °C.

4. CONCLUSIONES

En este trabajo se han realizado ensayos de corrosión en autoclave durante 210 días en una disolución que simula la composición química del agua del circuito de refrigeración primario de un reactor PWR. Se han empleado muestras de dos tipos de combustible ATF (vainas de circonio con recubierto de Cr). Los resultados muestran que la oxidación en las muestras recubiertas es despreciable en comparación con las muestras sin recubrimiento. El recubrimiento de cromo se mantiene estable, sin signos visibles de disolución, agrietamiento o delaminación tras la oxidación en autoclave.

Las muestras sometidas a corrosión en autoclave se han ensayado en compresión diametral, a 20 y 300°C. Los resultados de los ensayos a 20°C revelan que las muestras

de ZIRLO optimizado -con o sin recubrimiento de Cr-, alcanzan una carga máxima a valores de desplazamiento considerables, seguida de una caída de carga. En el caso de las muestras recubiertas, la carga máxima es menor que en las muestras sin recubrimiento. Además, la carga máxima disminuye en las muestras oxidadas (después de 210 días en autoclave) en comparación con las muestras sin oxidar.

Sin embargo, a 300°C la carga aumenta de forma monótona, sin que haya un máximo de carga. No se aprecian diferencias significativas entre las muestras recubiertas y sin recubrimiento, ni entre las muestras oxidadas y sin oxidar.

En el caso de las muestras de AEOI (Zr1Nb) ensayadas a 20°C, no se observan caídas de carga en los ensayos de compresión diametral. Las muestras recubiertas con Cr alcanzan cargas más altas para el mismo valor de desplazamiento en comparación con las muestras sin recubrimiento. Se observa el mismo comportamiento al comparar las muestras oxidadas con las muestras sin oxidar.

A 300°C, no se aprecian diferencias significativas entre las muestras recubiertas con Cr (oxidadas y en estado de recepción) y las muestras oxidadas sin recubrimiento. Sin embargo, la curva fuerza-desplazamiento de la muestra en estado de recepción sin recubrimiento se encuentra claramente por debajo de las del resto.

AGRADECIMIENTOS

Los materiales han sido suministrados dentro del “Coordinated Research Project (CRP) T120322” de la IAEA titulado “Testing and Simulation for Advanced Technology and Accident Tolerant Fuels (ATF-TS)” (IAEA, 2020). Los autores quieren expresar su agradecimiento a la CTU y AEOI por proporcionar el material este trabajo, y a Westinghouse Electric Company por suministrar el material base usado para producir las muestras recubiertas en CTU.

Este trabajo ha sido financiado por el Consejo de Seguridad Nuclear en la convocatoria de I+D+I del año 2021 dentro del proyecto INDECOVA.

REFERENCIAS

[1] S. J. Zinkle, K. A. Terrani, J. C. Gehin, L. J. Ott, y L. L. Snead, «Accident tolerant fuels for LWRs: A perspective», *Journal of Nuclear Materials*, vol. 448, n.º 1-3, pp. 374-379, 2014, doi: 10.1016/j.jnucmat.2013.12.005.

[2] H. Ma *et al.*, «Corrosion behavior of Cr-coated zirconium alloy cladding in LiOH/H3BO3-containing water at 360 °C», *Corros Sci*, vol. 222, sep. 2023, doi: 10.1016/j.corsci.2023.111386.

[3] J. Krejčí *et al.*, «Development and testing of multicomponent fuel cladding with enhanced accidental performance», *Nuclear Engineering and Technology*, vol. 52, n.º 3, pp. 597-609, mar. 2020, doi: 10.1016/j.net.2019.08.015.

[4] J. C. Brachet *et al.*, «Early studies on Cr-Coated Zircaloy-4 as enhanced accident tolerant nuclear fuel claddings for light water reactors», *Journal of Nuclear Materials*, vol. 517, pp. 268-285, abr. 2019, doi: 10.1016/j.jnucmat.2019.02.018.

[5] H. Yeom, B. Maier, G. Johnson, T. Dabney, M. Lenling, y K. Sridharan, «High temperature oxidation and microstructural evolution of cold spray chromium coatings on Zircaloy-4 in steam environments», *Journal of Nuclear Materials*, vol. 526, dic. 2019, doi: 10.1016/j.jnucmat.2019.151737.

[6] 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>

[7] J. Kim, S. H. Joung, y Y. Lee, «Effect of Cr coating on the mechanical integrity of Accident Tolerant Fuel cladding under ring compression test», *Journal of Nuclear Materials*, vol. 585, nov. 2023, doi: 10.1016/j.jnucmat.2023.154603.

[8] S. H. Joung, J. Kim, M. Ševeček, J. Stuckert, y Y. Lee, «Post-quench ductility limits of coated ATF with various zirconium-based alloys and coating designs», *Journal of Nuclear Materials*, vol. 591, abr. 2024, doi: 10.1016/j.jnucmat.2024.154915.

EFFECTO DEL ENDURECIMIENTO POR DEFORMACIÓN EN FRÍO EN LA SUSCEPTIBILIDAD A LA FRAGILIZACIÓN POR HIDRÓGENO DEL ACERO INOXIDABLE SUPERUSTENÍTICO 904L

S. Castaño^{1*}, A. Núñez², J. Belzunce, C. Rodríguez

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

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

* Persona de contacto: castanosofia@uniovi.es

RESUMEN

El acero inoxidable superaustenítico 904L posee una microestructura totalmente austenítica muy estable que, en consecuencia, es muy resistente a la fragilización por hidrógeno, siendo de este modo una buena opción para su empleo como material estructural en servicios bajo altas presiones de hidrógeno. Sin embargo, este acero tiene un límite elástico relativamente bajo (265 MPa). Una forma sencilla y económica de aumentar la resistencia del acero es sometándolo a un proceso de laminación en frío. En este trabajo se partió de una chapa de acero 904L y se redujo su espesor un 10% mediante laminación en frío. De este modo, se logró duplicar el límite elástico del acero, hasta alcanzar 503 MPa.

Con los dos aceros (acero base y acero endurecido por laminación en frío) se realizaron ensayos de tracción y ensayos para la determinación de la tenacidad a la fractura, tanto al aire como con hidrógeno interno, introducido en un reactor de hidrógeno puro gaseoso a 300°C y 19 MPa durante 24 horas. Las probetas precargadas de hidrógeno se ensayaron bajo una velocidad de desplazamiento muy pequeña con objeto de dar tiempo suficiente a la difusión del hidrógeno. Se comprobó que las propiedades de ambos aceros variaban poco con la presencia de hidrógeno y que los micromecanismos de fallo operativos, determinados utilizando técnicas de microscopía electrónica de barrido, fueron siempre totalmente dúctiles (coalescencia de microcavidades).

PALABRAS CLAVE: Acero 904L, Acero austenítico, Laminación en frío, Fragilización por hidrógeno, Tenacidad a la fractura.

ABSTRACT

904L superaustenitic stainless steel has a fully stable austenitic microstructure, which makes it highly resistant to hydrogen embrittlement, being a good choice for use as a structural material in high-pressure hydrogen environments. However, this steel has a relatively low yield strength (265-280 MPa). A simple and cost-effective way to increase the strength of the steel is by subjecting it to a cold rolling process. In this study, a 904L steel plate was used, and its thickness was 10% reduced through cold rolling. This approach successfully doubled the steel's yield strength, reaching 515-520 MPa.

Tensile tests and tests for determining fracture toughness were conducted on both steels (base steel and cold-rolled steel) in air and with internal hydrogen, introduced using a pure gaseous hydrogen reactor maintained under 19 MPa at 300°C for 24 hours. A very low displacement rate was used with the hydrogen precharged specimens, to allow enough time for hydrogen diffusion within the specimen. It was found that the properties of both steels were only slightly affected by the presence of hydrogen, and the operative failure micromechanisms, determined using scanning electron microscopy techniques, were always fully ductile (coalescence of microvoids).

KEYWORDS: 904L Steel, Austenitic steel, Cold rolling, Hydrogen embrittlement, Fracture toughness.

1. INTRODUCCIÓN

El hidrógeno se perfila como un vector energético clave en la transición hacia una economía global sostenible [1]. Su alta densidad energética y su combustión limpia lo convierten en una alternativa prometedora a los combustibles fósiles en diversos sectores, desde el transporte hasta la generación de energía [2]. Sin embargo, el almacenamiento y el transporte seguro y eficiente de hidrógeno presenta desafíos tecnológicos significativos. En particular, la fragilización por

hidrógeno es un fenómeno crítico que puede afectar la integridad estructural en estas aplicaciones industriales, comprometiendo la seguridad y la durabilidad de los distintos equipos [3].

Los aceros inoxidables austeníticos pueden ser una buena opción para fabricar los componentes necesarios para el almacenamiento y el transporte de hidrógeno a muy alta presión. Esta familia de aceros posee una alta solubilidad y una muy baja difusividad del hidrógeno, debido a su alta concentración de austenita, junto con

una tenacidad a la fractura muy elevada. El coeficiente de difusión del hidrógeno, D_H , y la solubilidad, S_H , se pueden estimar en los aceros inoxidables austeníticos utilizando las expresiones siguientes [4]:

$$D_H (\text{m}^2/\text{s}) = 8.9 \cdot 10^{-7} \exp(-52900/RT) \quad (1)$$

$$S_H (\text{ppm}/\text{MPa}^{1/2}) = 34.6 \exp(-5900/RT) \quad (2)$$

Donde R es la constante de los gases (8.314 J/molK) y T la temperatura en K. Además, la fugacidad puede calcularse mediante la expresión (3), en la que P , es la presión de gas, y b una constante igual a 15.84 cm³/mol, cuando la presión se expresa en MPa:

$$f = P \exp(bP/RT) \quad (3)$$

Y conocida la solubilidad, la concentración de hidrógeno que satura el material, C_H , se obtiene aplicando la ecuación de Sievert:

$$C_H = S_H \cdot (f)^{1/2} \quad (4)$$

No obstante, para conseguir un buen comportamiento mecánico de los aceros austeníticos en servicios bajo fuertes presiones de hidrógeno es esencial asegurar una microestructura austenítica muy estable, es decir, que no se transforme en martensita al ser deformada plásticamente. Esta estabilidad está directamente relacionada con el equivalente en níquel, Ni_{eq} , que se puede calcular utilizando la expresión (5) [5]:

$$Ni_{eq}(\%) = Ni + 12.93\%C + 7.55\%N + 0.72\%Cr + 0.88\%Mo + 1.11\%Mn + 0.27\%Si \quad (5)$$

Valores de Ni_{eq} por encima de 28-30% aseguran la ausencia de fragilización por hidrógeno en ensayos de tracción realizados bajo fuertes presiones de hidrógeno [6]. El acero inoxidable superaustenítico 904L, muy aleado con níquel, cromo y molibdeno, tiene una estabilidad microestructural muy alta ($Ni_{eq} > 40\%$), que podría evitar la transformación martensítica incluso en regiones situadas delante de grietas (en el caso de componentes agrietados), donde se generan tensiones locales de tracción extremadamente altas. Destaca, también, su excelente comportamiento frente a la corrosión. No obstante, este acero tiene la limitación de presentar un límite elástico bastante bajo, lo que lo hace inutilizable en la fabricación de grandes depósitos a presión. No obstante, una forma sencilla y económica de aumentar el límite elástico de este acero es mediante laminación en frío. Máxime cuando ya se ha demostrado [7] que tras reducciones tan altas como el 90%, la microestructura austenítica del acero 904L se sigue manteniendo estable.

Este trabajo analiza el efecto de la deformación por laminación en frío en el comportamiento a tracción y en la tenacidad a la fractura de un acero inoxidable superaustenítico 904L en un ambiente que simula una alta presión de hidrógeno y compara los resultados obtenidos con los determinados en los mismos ensayos

realizados al aire. Se han estudiado también los micromecanismos de fallo que operan tanto al aire como en presencia de hidrógeno.

2. MATERIALES Y MÉTODOS

2.1. Materiales

El material de partida en este trabajo ha sido un acero superaustenítico 904L, suministrado por Acerinox en forma de chapa de 8 mm de espesor, cuya composición química se muestra en la tabla 1. El valor de Ni_{eq} (expresión (5)) es 44.3%, por lo que cabe esperar una estabilidad microestructural excelente.

Tabla 1. Composición química. Acero 904L (% en peso)

C	Cr	Ni	Mo	Si
0.020	19.75	24.55	4.25	0.45
Mn	P	S	Cu	N
2.0	0.025	0.003	1.45	0.3

Para obtener el material laminado en frío, un trozo de la chapa de partida (8 mm de espesor) se laminó en frío hasta que se alcanzó un espesor de 7.2 mm, lo que supone una reducción del 10% (acero 904L-10%).

2.2. Precarga de hidrógeno

Como el coeficiente de difusión del hidrógeno en este acero a temperatura ambiente es extremadamente bajo ($3.2 \cdot 10^{-16}$ m²/s, utilizando la expresión (1)), con objeto de estudiar el comportamiento mecánico del acero en presencia de hidrógeno es necesario utilizar probetas ya precargadas de hidrógeno. Para ello se utilizó como fuente de hidrógeno gas a alta presión y temperatura. Haciendo uso de las expresiones (2), (3), (4), bajo la condición de servicio real más exigente (una presión de 80MPa H₂ y una temperatura de 55°C), la concentración de hidrógeno que saturaría el acero sería 45 ppm (ver tabla 2). Teniendo en cuenta que se disponía de un reactor de hidrógeno cuya presión máxima era 19 MPa, y haciendo uso de nuevo de las expresiones (2) a (4), se comprueba que, utilizando esta presión, junto con una temperatura de 300 °C también se llega a obtener la concentración requerida. Se ha considerado, además, que 24 horas era un tiempo suficiente para alcanzar la saturación en las probetas utilizadas.

Tabla 2. Acero 904L, contenido de hidrógeno a saturación

Condición de servicio	Contenido H (ppm, en peso)
80 MPa H ₂ a 55°C	45
19 MPa H ₂ a 300°C	45

Para verificar la concentración de hidrógeno en los aceros, se precargaron pequeñas probetas de 8x8x0.5mm al mismo tiempo que las probetas de tracción y fractura y la concentración de hidrógeno se midió con la ayuda de un analizador LECO DH603.

2.3. Análisis metalográfico y ensayos de tracción y dureza

El análisis metalográfico de los aceros se llevó a cabo sobre muestras obtenidas al seccionar transversalmente las chapas. Estas fueron desbastadas, pulidas y, finalmente, se atacaron con el reactivo metalográfico Kalling 2. Sobre estas mismas probetas se llevó a cabo la medida de dureza utilizando la escala Vickers bajo una carga de 31.25 kg.

Los ensayos de tracción se realizaron en una máquina de tracción Instron 5582, equipada con una célula de carga de 100 kN, siguiendo las especificaciones de la norma ISO 6892-1. Se utilizaron probetas cilíndricas de 4 mm de diámetro y 28 mm de longitud. La deformación se registró con un extensómetro con una longitud calibrada de 25 mm. La velocidad de desplazamiento utilizada en todos los ensayos ha sido de 0.01 mm/min, con objeto de permitir una cierta movilidad del hidrógeno interno y propiciar lo más posible la fragilización. Los ensayos de tracción sobre probetas precargadas de hidrógeno interno sólo se llevaron a cabo en el acero 904L sin deformar.

2.3. Ensayos de fractura

Con el fin de continuar caracterizando el comportamiento mecánico de las dos calidades de acero (904L y 904L-10%) se llevaron a cabo también ensayos para la determinación de la tenacidad a la fractura, tanto al aire como utilizando probetas precargadas de hidrógeno. Para ello, se empleó una máquina servohidráulica MTS con una célula de carga de 100 kN y probetas de flexión con entalla lateral, tipo SENB, con un ancho igual a 20 mm y con un espesor igual al de la chapa (8 mm en el caso del acero 904L y 7.2 mm en el del 904L-10%). Se utilizó siempre la orientación T-L, en la que la grieta crecía en la dirección de laminación de la chapa.

El crecimiento de la grieta durante el ensayo se midió con la ayuda de un extensómetro tipo COD, utilizando el método de la flexibilidad conforme indica la norma ASTM E1820. La figura 1 muestra la disposición experimental utilizada en este ensayo. Tras completar el proceso de prefisuración por fatiga y con objeto de aumentar la triaxialidad de tensiones en el frente de la grieta, se mecanizaron dos entallas laterales, de manera que el espesor efectivo final utilizado, B_N , era aproximadamente igual a 6 mm.

En los ensayos de fractura realizados al aire se utilizó una velocidad de desplazamiento estándar de 0.5 mm/min, mientras que para la caracterización de las probetas precargadas de hidrógeno se redujo la velocidad a 0.01 mm/min para dar más tiempo al

movimiento del hidrógeno en la región de proceso del frente de la grieta.

Se llevó a cabo un monitoreo continuo de la carga aplicada durante el ensayo (P), del desplazamiento medido en el punto de carga (v) y de la apertura del extensómetro (COD). Posteriormente, se generaron los gráficos P-v y P-COD, y se calculó la curva de resistencia J-R o J- Δa , utilizando las expresiones recogidas en la norma ya citada. Finalmente, se determinó el valor de la integral J necesaria para el inicio del crecimiento de la grieta ($J_{0.2}$), que corresponde a un avance real de 0.2 mm, que se calculó en el punto de intersección de la curva J- Δa con la línea de enrocamiento (blunting line, BL). En este caso, la BL utilizada fue la propuesta por la normativa europea ESIS P2-92, tras comprobar que con esta familia de aceros esta propuesta era la que realmente describía el crecimiento efectivo de la grieta en la región de enrocamiento. Esta línea de enrocamiento se describe mediante la ecuación (6):

$$J_{BL_ESIS} = 3.75 \cdot \sigma_{us} \cdot \Delta a \quad (6)$$

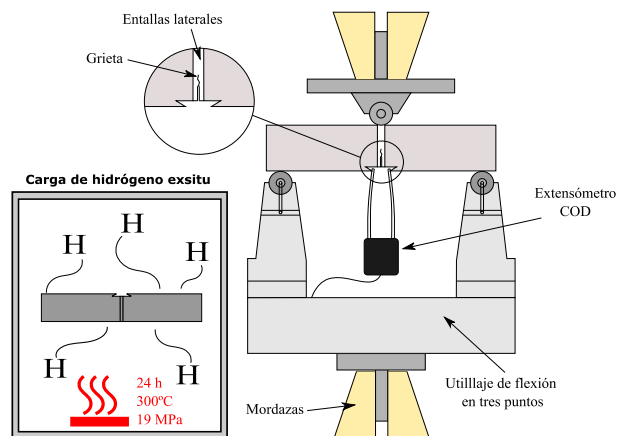


Figura 1. Configuración de ensayo utilizada para la determinación de la tenacidad a la fractura

La fragilización por hidrógeno se evaluó a través del índice de fragilización (IF), calculado según la expresión (7).

$$IF (\%) = \frac{J_{0.2} - J_{0.2H}}{J_{0.2}} \cdot 100 \quad (7)$$

Donde $J_{0.2}$ y $J_{0.2H}$ son los valores de la tenacidad a la fractura en el inicio del crecimiento estable de la grieta, obtenidos respectivamente en ensayos al aire y con probetas precargadas de hidrógeno. Este índice varía entre 0%, cuando $J_{0.2} = J_{0.2H}$ (ausencia de fragilización) y 100%, es decir, fragilización total, cuando $J_{0.2H} = 0$.

Una vez concluidos estos ensayos, se llevó a cabo un análisis fractográfico detallado mediante un microscopio electrónico de barrido (SEM JEOL-JSM5600), que se operó bajo un voltaje de 20 kV, con

el objetivo de identificar los micromecanismos de fallo operativos en cada caso.

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

3.1. Contenido en hidrógeno y curva de desorción

La Figura 2 muestra la curva de desorción obtenida con el acero 904L sin deformar. Como puede observarse, en los primeros análisis, realizados una vez concluida la precarga gaseosa, el acero mostraba una concentración de hidrógeno de unos 55 ppm, valor ligeramente superior al teórico esperado (45 ppm). Se observa que la concentración inicial permanece prácticamente constante hasta pasados 30 días, por lo que por muy lentas que sean las velocidades de ensayo utilizadas, se puede afirmar que el contenido de hidrógeno se mantendrá durante todo el ensayo.

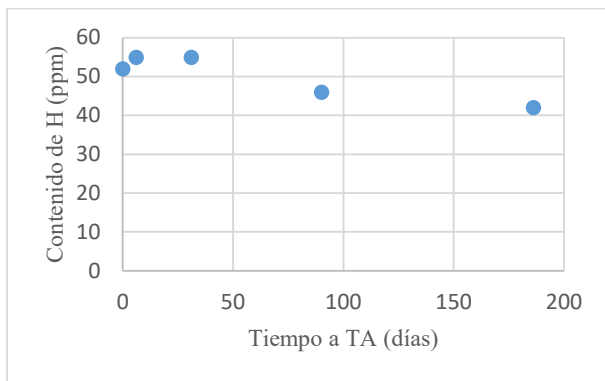


Figura 2. Desorción de hidrógeno a TA. Acero 904L.

3.2. Microestructura y dureza

En la figura 3 se presentan las microestructuras de los aceros. El acero 904L (Figura 2.(a)) muestra una microestructura completamente austenítica maclada, con un tamaño medio de grano del orden de 30 μm . El ligero bandeado visible en la imagen se atribuye a la existencia de una cierta segregación. Además, la orientación horizontal de la micrografía coincide con la dirección de laminación de la chapa. En el caso del acero 904L laminado en frío, además, se aprecian líneas de deslizamiento generadas como resultado del proceso de deformación en frío sufrido.

Se midieron durezas Vickers iguales a 158 HV en el acero 904L y 210 HV en el acero 904L-10% (endurecimiento del 33%).

3.3. Propiedades mecánicas a tracción

En la figura 4 se presentan las curvas tensión-deformación obtenidas con el acero 904L sin deformar y deformado en frío un 10% en ensayos realizados al aire. La deformación en frío aplicada ha permitido lograr un fuerte incremento del límite elástico a expensas de una reducción significativa del alargamiento a tracción.

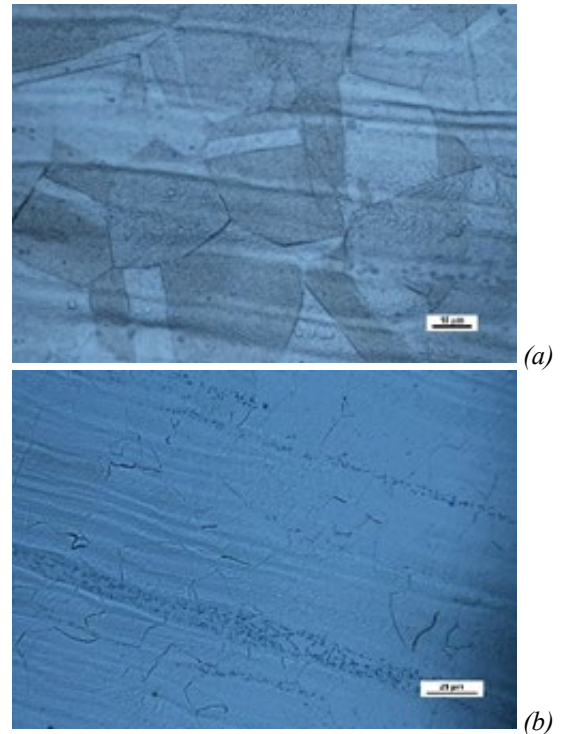


Figura 3. Microestructura de los aceros: a) 904L, b) 904L-10%

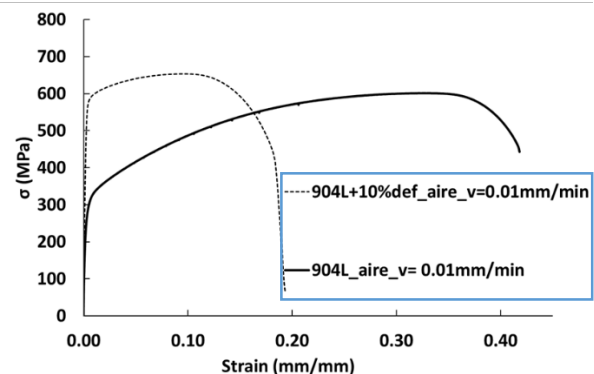


Figura 4. Curvas tensión-deformación a tracción al aire. Acero 904L y 904L-10%.

La Tabla 3 expone los resultados obtenidos en los ensayos de tracción (límite elástico, resistencia a la tracción y alargamiento) realizados tanto al aire como utilizando las probetas precargadas de hidrógeno. La entrada de hidrógeno apenas modifica las propiedades a tracción del acero 904L.

Tabla 3. Resultados de los ensayos de tracción

Acero	σ_{ys} (MPa)	σ_{us} (MPa)	A (%)
904L (Aire)	265	600	42
904L (Precarga H ₂ gas)	280	600	39
904L+10% (Aire)	503	650	35

3.4. Tenacidad a la fractura

La figura 5 muestra las curvas J-R obtenidas en ensayos al aire y con probetas precargadas de hidrógeno con los aceros 904L y 904L-10%.

En esta figura también se han representado las líneas de enromamiento correspondientes a la normativa ESIS, que son las que se utilizaron para el cálculo del parámetro $J_{0.2}$. El valor medio de este parámetro, junto con las constantes de la ley potencial que describe las curvas J-R se recogen en la tabla 4. En esta tabla también se muestran los índices de fragilización por hidrógeno obtenidos con los dos aceros analizados.

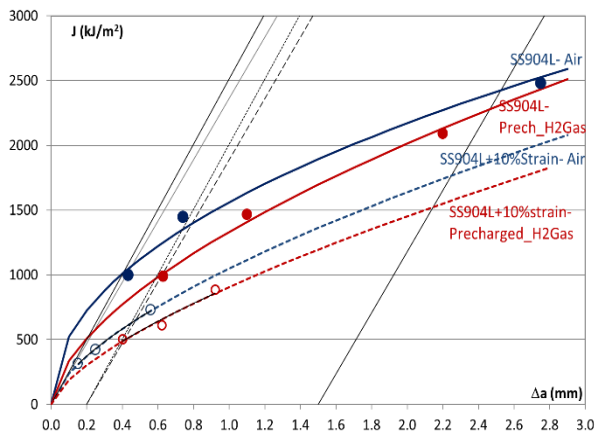


Figura 5. Curvas J-R obtenidas en los ensayos de fractura. Aceros 904L y 904L-10%. Ensayos al aire y con probetas precargadas de H.

La deformación en frío aplicada ha reducido significativamente la tenacidad a la fractura del acero 904L, pero debe destacarse que ésta sigue siendo aún muy elevada. Por su parte, la precarga de hidrógeno gas se traduce en una disminución de la tenacidad ligera, dando lugar a índices de fragilización inferiores al 30%, tanto en el acero base como en el acero predeformado. Se destaca que el acero endurecido por laminación en frío precargado fuertemente de hidrógeno muestra una tenacidad a la fractura muy alta, 500 kJ/m².

Por último, hay que considerar que la velocidad de desplazamiento utilizada ($v=0.01\text{mm/min}$), corresponde aproximadamente a una velocidad máxima de $0.04\text{MPa}\sqrt{\text{m/s}}$ en la zona de comportamiento elástico-lineal.

Tabla 4. Resultados de los ensayos de tenacidad a la fractura. Aceros 904L y 904L-10%

Acero	$J_{0.2}$ (kJ/m²)	C	m	IF (%)
904L (Aire)	1400	1561	0.476	
904L (Precarga H ₂ gas)	1000	1332	0.596	29
904L-10% (Aire)	650	1050	0.642	
904L-10% (Precarga H ₂ gas)	500	907	0.68	23

3.5. Análisis fractográfico

La figura 6 recoge dos imágenes de la superficie de fractura de una probeta del acero 904L ensayada al aire. La vista general (Figura 6(a)) muestra cómo una parte importante del daño (señalada mediante una flecha) corresponde realmente a la zona enromada o estirada, y solo al final de esta región se observa un cierto crecimiento dúctil (recuadro). Una imagen bajo un mayor número de aumentos de esta última región de crecimiento dúctil de la grieta se puede ver en la figura 6(b). Se trata de un micromecanismo dúctil, consistente en la nucleación, crecimiento y coalescencia de microcavidades. Las probetas de acero 904L precargadas de hidrógeno mostraron aspectos microfractográficos similares.

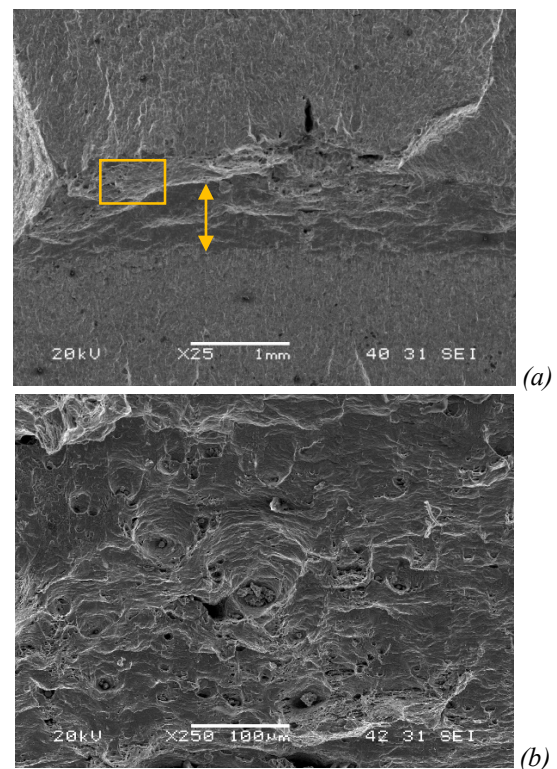


Figura 6. Superficie de fractura. Acero 904L ensayada al aire. (a) Vista general, (b) región de crecimiento dúctil

Por otro lado, las superficies de fractura de las probetas de acero 904L-10% ensayadas tanto al aire como precargadas de hidrógeno también mostraron patrones microfractográficos similares. A modo de ejemplo, la figura 7(a) expone una vista general de la región de inicio del crecimiento de grieta, que permite diferenciar perfectamente la región estirada (se ha señalado en la imagen) de la región de crecimiento dúctil. La figura 7(b) muestra ahora el micromecanismo de crecimiento dúctil operativo, que vuelve a ser la coalescencia de microcavidades.

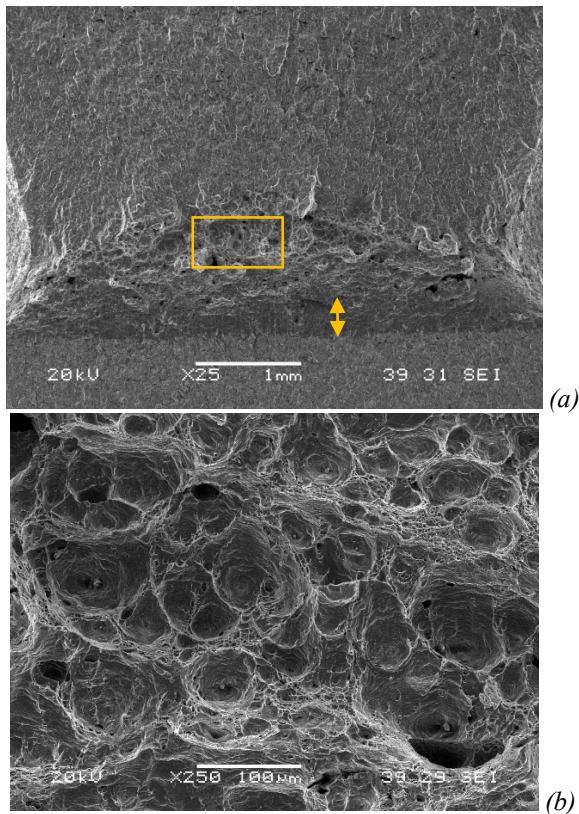


Figura 7. Superficie de fractura. Probeta de acero 904L+10% precargada de H. (a) Vista general, (b) región de crecimiento dúctil

4. CONCLUSIONES

Tras aplicar un proceso de laminación en frío al acero 904L, que supuso una reducción de espesor del 10%, y analizar su comportamiento mecánico en presencia de una alta cantidad de hidrógeno interno, se destacan las siguientes conclusiones:

- Mediante la aplicación de una presión de hidrógeno de 19 MPa a una temperatura de 300°C durante 24 horas, se ha conseguido introducir en el acero 904L una concentración de hidrógeno de 55 ppm, muy similar a la que cabe esperar que se introdujera en el acero bajo unas condiciones de trabajo severas pero realistas (80MPa H₂ y 55°C).
- Con una reducción de espesor del 10% se ha logrado doblar el límite elástico del acero 904L, pasando de 265 MPa a 503 MPa. Por su parte, la tenacidad a la fractura se ha reducido en más del 50%, pasando de 1400 kJ/m² a 650 kJ/m².
- La presencia de hidrógeno interno en el acero 904L apenas modifica sus propiedades a tracción y solo reduce ligeramente la tenacidad a la fractura del acero 904L original y deformado. El acero 904L deformado un 10% con un fuerte contenido de hidrógeno mantiene una tenacidad a la fractura muy alta, 500 kJ/m².
- El micromecanismo de fallo operativo para el crecimiento estable de la grieta en los ensayos de fractura realizados al aire y con probetas precargadas de hidrógeno en los aceros 904L y 904L-10% ha sido siempre totalmente dúctil, no habiéndose observado ningún indicio de fragilización.
- El acero superaustenítico 904L endurecido por deformación en frío se revela como una muy buena opción a la hora de fabricar componentes para prestar servicios bajo fuertes presiones de hidrógeno.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecer la financiación recibida del Ministerio de Economía, Industria y Competitividad a través de los proyectos PID2021-124768OB-C22 y 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] Martin, A., Agnoletti, M.-F., & Brangier, E. (2020). Users in the design of Hydrogen Energy Systems: A systematic review. *International Journal of Hydrogen Energy*, 45(20), 11889-11900.
- [2] Arniella, V., Zafra, A., Álvarez, G., Belzunce, J., & Rodríguez, C. (2022). Comparative study of embrittlement of quenched and tempered steels in hydrogen environments. *International Journal of Hydrogen Energy*, 47(2022), 17056–17068.
- [3] Dong, L., Wang, S., Wu, G., Gao, J., Zhou, X., & Wu, H.-H. (2022). Application of atomic simulation for studying hydrogen embrittlement phenomena and mechanism in iron-based alloys. *International Journal of Hydrogen Energy*, 47(2022), 20288–20309.
- [4] San Marchi C., Somerday B.P., Robinson S.L., Permeability, solubility and diffusivity of hydrogen isotopes in stainless steels at high gas pressures, *Int. J. of Hydrogen Energy*, 32, 2007, 100-116.
- [5] Takaki S., Nanba S., Imakawa K., Macadre A., Yamabe J., Matsunaga H., Matsuoka S., Determination of hydrogen compatibility for solution-treated austenitic stainless steels based on new proposed niquel equivalent equation, *Int. J. of Hydrogen Energy*, 41, 2016, 15095-15100.
- [6] Yamabe J., Takakuwa O., Matsunaga H., Itoga H., Matsuoka S., Hydrogen diffusivity and tensile-ductility loss of solution-treated austenitic stainless steels with external and internal hydrogen, *Int. J. of Hydrogen Energy*, 42, 2017, 13289-13299.
- [7] Sohrabi M.-J., Mirzadeh H., Roostaei M., Renk O., Geranmayeh A.R., Mahmudi R., Tailoring the microstructure and mechanical properties of superaustenitic stainless steel by cold rolling and recrystallization annealing, *Archives of Civil and Mechanical engineering*, 23, 2023, 247.

EVOLUCIÓN DE LA CEMENTITA DURANTE EL TREFILADO DE ACEROS PERLÍTICOS: EFECTO SOBRE LA FRACTURA ANISÓTROPICA

Rocío Rodríguez, Iván Balboa, Javier Ayaso, Jesús Toribio

Grupo de Investigación en Fractura e Integridad Estructural (GIFIE), Universidad de Salamanca (USAL)
Campus Viriato, Avda. Requejo 33, 49022 Zamora, España
Correo-e: toribio@usal.es

RESUMEN

Este artículo analiza el daño microestructural inducido en microestructuras de perlita durante el trefilado, con especial atención al análisis de la evolución de las láminas de cementita como resultado directo del proceso de trefilado (*microdaño en la cementita*). El estudio se realizó a partir de la observación de la microestructura de alambres pertenecientes a los diferentes pasos de una cadena real de trefilado, formada por siete etapas de trefilar. La evolución de los micro-defectos en la cementita puede ser clave en el proceso de fractura posterior de los alambres de acero perlítico trefilado, ya que los eventos de microdaño laminar inducidos por el trefilado actúan como eslabones más débiles o precursores/iniciadores de la fractura, afectando así la integridad microestructural de los alambres.

PALABRAS CLAVE: acero perlítico de alta resistencia, trefilado, colonias perlíticas, láminas de ferrita/cementita, defectos inducidos por el trefilado, microdaño laminar, mecanismos de fisuración.

ABSTRACT

This article analyzes the microstructural damage in pearlite microstructures during cold drawing, with special attention to the analysis of the evolution of intracolony microdefects produced in pearlitic steel wires as a direct result of the cold drawing process (*cementite microdamage*). The study was carried out from the observation of the microstructure of wires belonging to the different steps of a real cold drawing chain, formed by seven stages of cold drawing. The evolution of cementite microdefects can be key in the subsequent fracture process of the cold drawn pearlitic steel wires, since the drawing-induced cementite microdamage events act as weakest links or fracture precursors/initiators, thereby affecting the microstructural integrity of the wires.

KEYWORDS: high-strength pearlitic steel, cold drawing, pearlite colonies, ferrite/cementite lamellae, drawing-induced defects, lamellar microdamage, cracking mechanisms.

1. INTRODUCCIÓN

El trefilado produce cambios microestructurales en el acero, cambios tales como una reorientación de las colonias de perlita y de las láminas que las conforman en la dirección del eje longitudinal del alambre, una disminución progresiva del espaciado interlaminar, así como un aumento en la esbeltez de las colonias [1, 2].

Cabe destacar la existencia de colonias cuyas láminas no se han orientado en la dirección del proceso de trefilado (*pseudocolonias perlíticas*), que no se han orientado completamente, por lo que presentan un espaciado interlaminar anómalo y pueden influir sobre el comportamiento en fractura [3, 4].

Desde el punto de vista del comportamiento mecánico del material, el proceso de trefilado genera un aumento del límite elástico y de la resistencia a tracción del acero

por medio de un mecanismo de endurecimiento por deformación causado por el propio proceso de deformación en frío.

El trefilado es un proceso mecánico que consiste en hacer pasar por hileras sucesivas el alambre teniendo estas un menor radio de salida que de entrada del alambre y produciéndose por tanto una reducción de la sección y un aumento de longitud en cada paso [5]. Investigaciones previas han estudiado la evolución microestructural de los aceros perlíticos durante el trefilado y su relación con la resistencia y la ductilidad [6-10].

Las colonias de perlita están formadas por láminas alternas de ferrita y cementita. Las láminas de cementita se ven sometidas no sólo a las fuerzas ejercidas por el trefilado, sino también al constreñimiento de las colonias vecinas.

Muchos son los científicos que estudian el comportamiento, al parecer anómalo, que presentan las láminas de cementita. Entre ellos cabe destacar la importante aportación de Gavriljuk [11] el cual ha publicado varios estudios sobre la disolución de las láminas de cementita. La disolución propiamente dicha de la cementita se refiere a que debido al proceso de trefilado, la composición de la cementita se ve alterada, pues se desprende una fracción de carbono que hace que las láminas tengan capacidad de curvarse. La utilización de métodos como el análisis termomagnético, la espectroscopía de Mössbauer y la fricción interna permitieron concluir que la separación de las láminas y las tensiones ejercidas estaban relacionadas con la descomposición de la cementita. Gavriljuk concluyó que cuanto menor es la separación de las láminas de ferrita y de cementita, mayor es la descomposición de la cementita, y que a mayores tensiones, más intensa es dicha descomposición [12].

Danoix et al. determinaron la eficacia de las pruebas atómicas tomográficas en la observación de la disolución de las láminas de cementita, así como consideraron la posibilidad del estudio de la extensión de la misma con dicho procedimiento [13]. No obstante, hay que considerar que, siendo la cementita un componente del acero perlítico que aporta dureza, a veces y debido a las tensiones ejercidas durante el proceso de trefilado se comporta como un material ciertamente dúctil.

Los estudios referenciados ponen en relieve la importancia del comportamiento de la cementita dentro del acero y la necesidad de dar respuesta a la relación entre el comportamiento y su influencia en los procesos de fractura. En realidad la posible ductilidad de la cementita sigue siendo hoy en día un enigma, pues la comunidad científica todavía no ha encontrado pruebas irrefutables de que esté componente del acero perlítico posea dicha cualidad. Sin embargo es difícil explicar como un material que no posea ductilidad puede presentarse describiendo curvaturas tan acentuadas, como las observadas a veces, sin llegar a fragmentarse.

Con respecto a los análisis fractográficos de este tipo de aceros, numerosas investigaciones versan sobre el comportamiento localmente anisótropo en fractura de aceros progresivamente trefilados en presencia de entallas mostrando, por un lado, el rol de la delaminación microestructural previa a la generación de la zona de proceso de fractura (ZPF), y por otro lado, la influencia tanto del cambio microestructural como de los micro defectos generados por el proceso de trefilado [14,15]. También cabe destacar el estudio concerniente al comportamiento anisótropo en fractura de aceros perlíticos trefilados prefisurados por fatiga [16].

En este trabajo se analiza el microdaño generado por las deformaciones de la cementita que se observa en los alambres de acero perlítico durante el propio proceso de

trefilado y como dichos microdaños pueden influir en el posterior proceso de fractura, pudiendo ser claves en el comportamiento localmente anisótropo de los alambres fuertemente trefilados.

2. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

2.1. Materiales

El material empleado es un acero perlítico perteneciente a una cadena real de trefilado compuesta por 7 hileras. El acero perlítico utilizado pertenece a una misma colada cuya familia se ha denominado E. En la Tabla 1 se indica la composición química de dicha colada.

Tabla 1. Composición química (% en peso) de los aceros de la familia E (el resto es Fe).

C	Mn	Cr	Si	S	P	Al	V
0.79	0.68	0.22	0.21	0.01	0.01	0.003	0.06

La nomenclatura utilizada para identificar los alambres consta de una letra que indica la familia de origen del alambre, y un número que representa la etapa de trefilado a la que pertenece (0 para el alambrrn inicial; 7 para el producto final) y números del 1 al 6 para los alambres correspondientes a los pasos intermedios. En este trabajo se han estudiado todos los alambres que componen los pasos del proceso de trefilado.

En la Tabla 2 se ha incluido la característica geométrica más relevante como es el diámetro correspondiente a los alambres de los diferentes pasos (D), el módulo de Young (E), el límite elástico (σ_Y), la deformación plástica acumulada al final de cada etapa del proceso de trefilado (ϵ_{cum}^p) y la resistencia a tracción (σ_R) para cada alambre en estudio. La Figura 1 se muestran las curvas tensión verdadera *versus* deformación verdadera ($\sigma-\epsilon$) para todos los alambres de acero objeto de estudio.

Tabla 2. Propiedades mecánicas y geométricas de los aceros analizados.

Acero	D (mm)	E (GPa)	σ_Y (GPa)	ϵ_{cum}^p	σ_R (GPa)
E0	11.03	199	0.72	0.00	1.23
E1	9.90	192	0.83	0.22	1.28
E2	8.95	194	0.91	0.42	1.36
E3	8.21	192	0.93	0.59	1.41
E4	7.49	196	1.02	0.78	1.50
E5	6.80	199	1.13	0.97	1.60
E6	6.26	200	1.16	1.13	1.62
E7	5.04	208	1.49	1.57	1.83

Como se puede observar en la Tabla 2 y en la Figura 1 a medida que aumenta el grado de trefilado del alambre aumentan el módulo de Young, el límite elástico, la deformación plástica acumulada y la tensión de rotura. Se produce por tanto un claro endurecimiento por deformación que consigue que el acero obtenga una mayor resistencia mecánica.

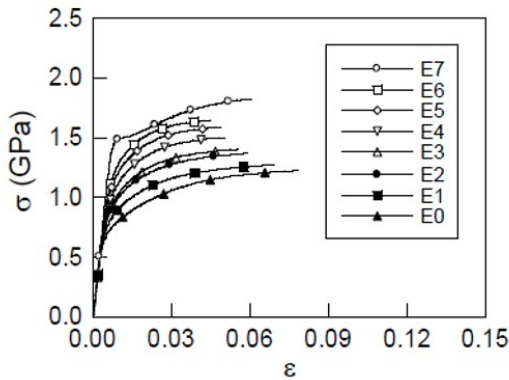


Figura 1. Curvas tensión verdadera versus deformación verdadera (σ - ϵ) para los alambres de acero pertenecientes a la familia E.

2.2. Métodos

Las muestras se han preparado siguiendo un proceso riguroso para su posible posterior visualización en el microscopio electrónico de barrido (MEB). El proceso consiste en una primera realización de cortes, longitudinal y transversal, para posteriormente embutir las mitades obtenidas en una resina de tipo fenólica templada térmicamente mediante un montaje de compresión en caliente, tal y como se muestra en la Figura 2. Una vez obtenidas las muestras embutidas se procede al pulido y esmerilado de la mismas hasta lograr una superficie especular. La revelación de la microestructura perlítica se obtiene al someter a las muestras a un ataque químico con ácido nítrico (HNO_3) al 3% de solución en etanol comercial puro. Una vez finalizado estos procesos se procede a su observación materialográfica en MEB. Las micrografías obtenidas en esta investigación, debido a los cortes longitudinales realizados, presentan la dirección vertical coincidente con la dirección longitud del alambre, dirección del proceso de trefilado.

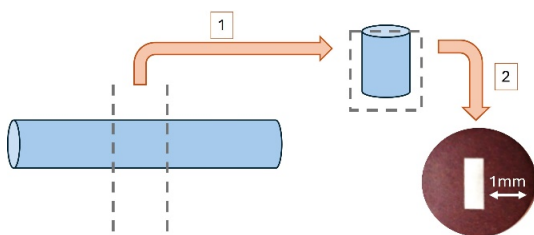


Figura 2. Preparación de muestras: cortes transversal y longitudinal, montaje en resina

3. EVOLUCIÓN MICROESTRUCTURAL EN EL ACERO DURANTE EL TREFILADO

La evolución microestructural jerárquica de los aceros perlíticos durante el trefilado (en los dos niveles de colonias y láminas perlíticas) fue estudiada por Toribio y Ovejero [1,2,8,10] mostrando las siguientes tendencias: esbeltización de colonias [1], disminución del espaciado interlaminar [8] y orientación en la dirección del trefilado (eje del alambre) tanto de colonias [2] como de láminas [10].

En las micrografías de la microestructura del acero perlítico se observan colonias formadas por láminas alternas de ferrita y cementita que se han revelado tras el ataque químico realizado. En la Figura 3 se muestran dos micrografías pertenecientes al alambroón inicial, alambre sin trefilar, y al alambre de pretensado comercial. En ambas micrografías se pueden observar dos niveles microestructurales, el superior formado por colonias de perlita y el inferior consistente en las láminas de ferrita y cementita ($\text{Fe}/\text{Fe}_3\text{C}$) de las cuales están compuestas dichas colonias. En la micrografía perteneciente al alambroón inicial se observa cómo las colonias de perlita no poseen orientación predilecta; por el contrario en la micrografía perteneciente al último paso del proceso, alambre trefilado, dichas colonias han sufrido una esbeltización.

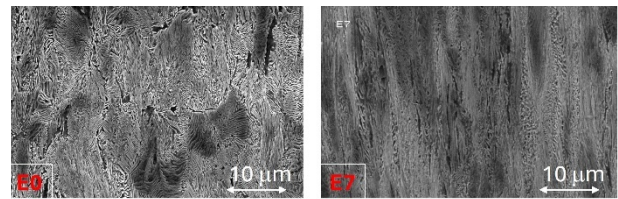


Figura 3. Microestructura perlítica en alambroón inicial (E0) y alambre de pretensado comercial (E7).

En el análisis de la microestructura referente a las láminas de ferrita y cementita que conforman las colonias se puede observar, tal y como se ha documentado, que las láminas se orientan a favor de la dirección del proceso de trefilado salvo en casos excepcionales como son las pseudocolonias [17], cuyas láminas no se han podido direccionar en la orientación del proceso y han quedado constreñidas por las colonias vecinas cuyas láminas sí se han orientado.

4. DAÑO INTRACOLONIAL Y CONSECUENCIAS SOBRE FISURACIÓN Y FRACTURA

Como se ha explicado en la bibliografía referenciada así como en la propia observación de las micrografías obtenidas en el proceso de conformado en frío al cual se someten los alambres de acero perlítico, se produce una reorganización microestructural. Las láminas de las colonias se orientan progresivamente a favor de la dirección del proceso, de modo que rotan con la posibilidad de cierto microdaño como consecuencia de la constricción lateral impuesta por las hileras de trefilado y de las deformaciones plásticas muy severas. Esta sección analiza este tipo de microdaño relacionado con la rotura por curvatura de las láminas de cementita, un microdaño que se ha observado en los alambres pertenecientes a todos los pasos de la cadena de trefilado.

La rotura por curvatura de las láminas de cementita es un tipo de micro-daño puntual que se observa dentro de las láminas de una colonia, las cuales aparecen curvadas debido al acomodamiento de ésta durante el proceso de trefilado. La mayoría de las láminas que conforman las colonias de perlita se curvan al ser sometidas a las tensiones propias del proceso de trefilado, siendo más

apreciables las curvaturas cuanto más difiere la orientación de las láminas con respecto a la del proceso de trefilado.

Uno de los casos más claros de este tipo de micro-daño se presenta en las pseudocolonias perlíticas. En los micro-daños de rotura por curvatura, las láminas de cementita se fragmentan debido al acomodamiento de la colonia con respecto a las colonias vecinas, Figura 4.

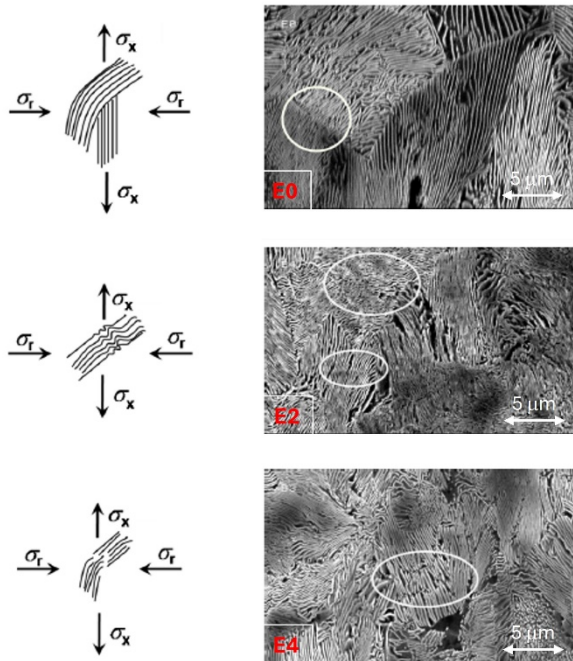


Figura 4. Micrografía de alambres débilmente trefilado que muestran micro-daño piel de leopardo.

En la bibliografía científica clásica, cf. Languillaume *et al.* [18], se han publicado estudios acerca de las formas en que se podría producir la disolución de las láminas de cementita en los aceros perlíticos a lo largo del proceso de trefilado. Estos investigadores demostraron que el grosor de dichas láminas influye en las curvaturas de las mismas, siendo las láminas más delgadas las que aparecen con curvaturas más pronunciadas. Otros científicos como Nam *et al.* [19], utilizando también microscopía electrónica de alta resolución y análisis de Mössbauer, determinaron la influencia de las características microestructurales en la disolución de la cementita tales como el espaciado interlaminar y el tamaño de las colonias. Con estas investigaciones se puede afirmar que existe un umbral microestructural de disolución de la cementita, pues a medida que disminuye el espaciado interlaminar, la fracción de cementita que se disuelve se reduce. Sin embargo el tamaño de las colonias influye muy poco en la disolución de la cementita.

En la Figura 5 se puede ver como las tensiones que imperan en el proceso de trefilado producen la curvatura de las láminas de cementita, así como su posterior rotura según avanza el proceso.

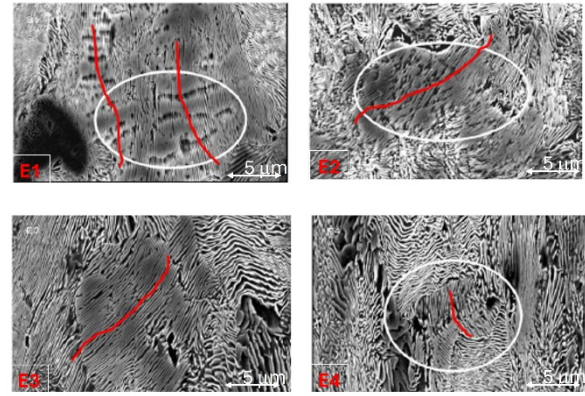


Figura 5. Micrografías pertenecientes a los diferentes pasos del proceso de trefilado en las que se muestra el micro-daño denominado rotura por curvatura.

El micro-daño de rotura por curvatura puede evolucionar a lo largo del proceso de trefilado de las siguientes formas, como se muestra en la Figura 6: (i) deformándose en la dirección del proceso de trefilado (eje longitudinal del alambre) aumentando su anchura; (ii) llegando a crear verdaderos laberintos con el material fragmentado, a veces constreñido en diferentes direcciones.

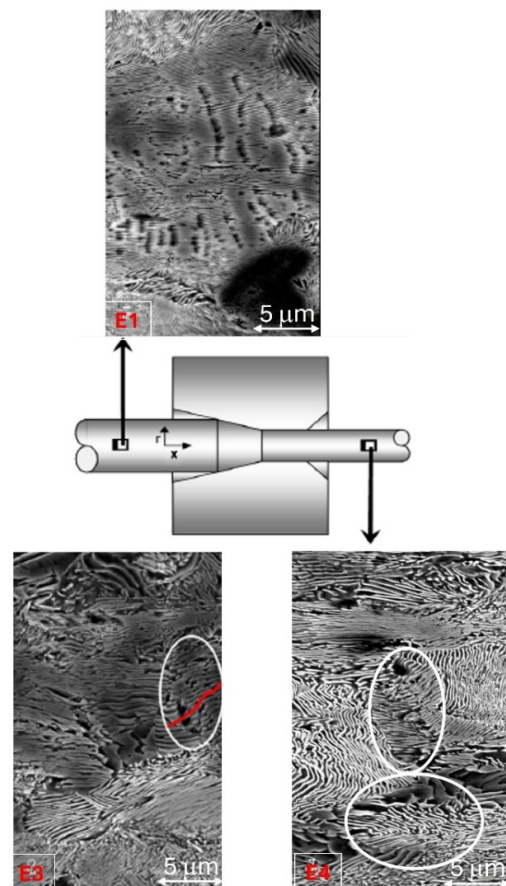


Figura 6. Evolución del micro-daño denominado rotura por curvatura de láminas de cementita durante el proceso de trefilado.

4.2. Micromecanismos de fisuración

El microdaño rotura por curvatura que se produce en las láminas de cementita lleva asociada la creación de microfisuras más o menos orientadas en la dirección del proceso de trefilado cuanto mayor sea el grado de trefilado del alambre en cuestión. Esta generación de microfisuras puede influir en los micromecanismo de fisuración y de forma general al propio comportamiento macroscópico de fatiga y fractura de los aceros perlíticos progresivamente trefilados descritos en este trabajo.

Con el objetivo de determinar la posible influencia del microdaño de rotura por curvatura se analiza los principales mecanismos de fisuración en la mecánica de fractura. El primero de estos referente a la fatiga o fisuración subcrítica en aire y el segundo fisuración crítica (fractura) en aire y el último a la fisuración asistida por el ambiente.

El primer tipo de fisuración es la subcrítica por fatiga, en la cual se observa que el camino de fractura es transcolonial y translaminar [20], es decir, avanzan atravesando las colonias de perlita y rompiendo las láminas de ferrita/cementita. El micro daño de rotura por curvatura por tanto puede influir en la desviación del camino de fractura haciendo de zona predilecta para su paso a nivel transcolonial. En este tipo de fisuración se ha demostrado la influencia de los siguientes factores: la orientación de la lámina la cual controla el tamaño y el ángulo de las microdeflexiones en el camino de la grieta de fatiga y el espaciado interlaminar que condiciona la distancia libre para el movimiento de dislocaciones en la fase ferrítica.

Las investigaciones previas referentes al segundo tipo de fractura/fisuración crítica [21,22] constatan como la fractura se desvía progresivamente, comportamiento anisótropo, a medida que aumenta el grado de trefilado, relacionándose un mayor ángulo de deflexión cuanto mayor es el grado de trefilado del alambre.

El proceso de trefilado produce un endurecimiento por deformación en frío en los alambres de acero perlítico. En los gráficos desplazamiento ($F-u$) de los estudios previos analizados se muestra como en muestras pre-fisuradas, de al alambres inicial existe una linealidad en las mismas mientras para las curvas de los ensayos realizados con el alambre de pretensado comercial se exhibe una carga F_Y asociada con una inestabilidad local o *pop-in*, después de lo cual la carga sigue aumentando de manera no lineal hasta la fractura final F_{max} [23,24].

A nivel fractográfico se muestran en la Figura 7 dos fractografías pertenecientes a ambos alambres extremos, en las cuales se puede observar la deflexión del camino de fractura en los alambres fuertemente trefilados. El *pop-in* está relacionado con la deflexión del camino de fractura y pudiese estar causado por el paso de la fisura a través de este microdaño intracolonial de rotura por curvatura de

láminas de cementita podría conseguir desviar el camino de fractura a su paso debido a su orientación a favor del proceso de trefilado, sumado a la esbeltización de las colonias y la orientación de las láminas que las conforman a favor de la dirección de trefilado.

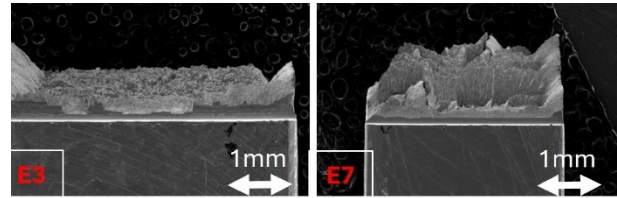


Figura 7. Superficie de fractura para una barra de acero perlítico débilmente trefilado (izquierda) y para un alambre de acero fuertemente trefilado (derecha).

Con respecto a fractura en presencia de entallas de aceros perlíticos progresivamente trefilados [25] se observó la necesidad de tanto orientación microestructural como también triaxialidad (constreñimiento) para producir fractura anisótropa y deflexión del camino de fractura.

5. CONCLUSIONES

La reorganización microestructural que produce el proceso de trefilado en aceros perlíticos, i.e., esbeltización de las colonias y la orientación de las láminas que la conforman a favor de la dirección del proceso, así como la disminución del espaciado interlaminar, es el principal factor que genera la deflexión del camino de fractura en aceros fuertemente trefilados. No obstante, no es el único factor que está involucrado en la desviación del camino de fractura. Esta reorganización microestructural lleva también consigo la generación de micro-daños.

En la presente investigación se ha analizado el microdaño generado por rotura por curvatura, el cual es más acusado en colonias con láminas no orientadas a favor de la dirección del trefilado, *pseudocolonias*, pero también se observa en colonias que poseen las láminas orientadas en la dirección de dicho proceso, generando en ambos casos microfisuras orientadas a favor de la dirección de trefilado. Por todo lo expuesto se concluye que pueden ser una de las causas de la desviación del camino de fractura observada en los alambres fuertemente trefilados, *fractura anisótropa*, y por ende responsable del fenómeno de *pop-in* en el caso de fractura/fisuración

Agradecimientos

Los autores agradecen vivamente el suministro de acero progresivamente trefilado por parte de las empresas EMESA TREFILERÍA (Arteixo, La Coruña, España) y TREFILERÍAS QUIJANO (Los Corrales de Buelna, Santander/Cantabria, España).

REFERENCIAS

- [1] J. Toribio, E. Ovejero. Microstructure evolution in a pearlitic steel subjected to progressive plastic deformation. *Mater. Sci. Eng.* (1997) A234-236: 579-582.
- [2] J. Toribio, E. Ovejero. Microstructure orientation in a pearlitic steel subjected to progressive plastic deformation. *J. Mater. Sci. Lett.* (1998) 17:1037-1040.
- [3] J. Toribio, E. Ovejero, M. Toledano. Microstructural bases of anisotropic fracture behaviour of heavily drawn steel. *Int. J. Fract.* (1997) 87: L83-L88.
- [4] J. Toribio, E. Ovejero, F. J. Ayaso, R. Rodríguez. Identificación de nuevas unidades microestructurales en aceros eutectoides trefilados, 5^{as} *Jornadas Internacionales de Metalografía y Caracterización Microestructural*, San Sebastián, 2008.
- [5] C. W. Wheelock. Metallographic and physical properties of some cold drawn wires (1949).
- [6] J. D. Embury, R. M. Fisher. The structure and properties of drawn pearlite. *Acta Metall.* (1966) 14:147-159.
- [7] J. Toribio, B. González, J.C. Matos. Microstructure and mechanical properties in progressively drawn pearlitic steel. *Mater. Trans.* (2014) 55:93-98.
- [8] J. Toribio, E. Ovejero. Effect of cumulative cold drawing on the pearlite interlamellar spacing in eutectoid steel. *Scripta Mater.* (1998) 39:323-328.
- [9] J. Toribio. On the intrinsic character of the stress-strain curve of a prestressing steel. *J. Testing Eval.* (1992) 20:357-362.
- [10] J. Toribio, E. Ovejero. Effect of cold drawing on microstructure and corrosion performance of high-strength steel. *Mech. Time-Dependent Mater.* (1998) 1:307-319.
- [11] V.G. Gavriljuk. Comment on cementite decomposition in heavily pearlite steel wire. *Scripta Mater.* (2002) 46:175-177.
- [12] V.G. Gavriljuk. Decomposition of cementite in pearlitic steel due to plastic deformation. *Mater. Sci. Eng.* (2003) 345:81-89.
- [13] F. Danoix, D. Julien, X. Sauvage, J. Copreaux. Direct evidence of cementite dissolution drawn pearlitic steels observed by tomographic atom probe. *Mater. Sci. Eng.* (1998) 250:8-13.
- [14] F. J. Ayaso, B. González, J. Toribio. Deflexión del camino de fractura anisótropa por delaminación en aceros de pretensado comercial. *Anal. Mec. Fract.* (2006) 23:449-452.
- [15] J. Toribio, F. J. Ayaso. Anisotropic fracture behaviour of cold drawn steel: a materials science approach. *Mater. Sci. Eng.* (2003) A343:265-272.
- [16] J. Toribio, B. González, J. C. Matos, F. J. Ayaso. Anisotropic fracture behaviour of progressively drawn pearlitic steel. *Key Eng. Mater.* (2011) 452-453:1-4.
- [17] J. Toribio. Identification of a new microstructural unit in cold drawn pearlitic steel: the pearlitic pseudocolony. *Procedia Structural Integrity* (2020) 26:360-367.
- [18] J. Languillaume, G. Kapelski, B. Baudet. Cementite dissolution in heavily cold drawn pearlitic steel wires. *Acta Mater.* (1997) 45:1210-1212.
- [19] W. J. Nam, C. M. Bae, S. J. Oh, S.J. Kwon. Effect on interlamellar spacing on cementite dissolution during wire drawing of pearlitic steel wires. *Scripta Mater.* (2000) 42:457-463.
- [20] J. Toribio, J. C. Matos, B. González. A macro- and micro-approach to the anisotropic fatigue behaviour of hot-rolled and cold-drawn pearlitic steel. *Eng. Fract. Mech.* (2014) 123:70-76.
- [21] J. Toribio, F. J. Ayaso, R. Rodríguez, I. Balboa. Papel clave de las pseudocolonias perlíticas en la fractura anisótropa de muestras entalladas en “V” de aceros perlíticos trefilados. *Revista Española de Mecánica de la Fractura* (2022) 3:57-62.
- [22] J. Toribio. Unconventional pearlitic pseudocolonies affecting macro-, micro- and nano-structural integrity of cold-drawn pearlitic steel wires: *Resembling van Gogh, Bernini, Mantegna and Picasso*. *Procedia Structural Integrity* (2020) 28: 2404-2409.
- [23] J. Toribio, B. González, J. C. Matos. Strength anisotropy in prestressing steel wires. *Materials with Complex Behaviour II: Properties, Non-Classical Materials and New Technologies* (2012) pp. 259-270
- [24] J. Toribio, B. González, J. C. Matos. Strength anisotropy and mixed mode fracture in heavily drawn pearlitic steel. *Fatigue & Fracture Eng. Mater. Struct.* (2013) 36:1178-1186.
- [25] J. Toribio, F. J. Ayaso. On the necessity of triaxiality and microstructural orientation to produce anisotropic fracture in cold drawn pearlitic steel: *Resembling John Ford's Monument Valley*. *Procedia Structural Integrity* (2020) 28:2416-2423.

COMPORTAMIENTO COHESIVO DEL ACERO MARTENSÍTICO DE MEDIO CARBONO PARA BARRAS ESTRUCTURALES DE ALTA RESISTENCIA

P. Santos^{1,2}, A. Valiente¹ y M. Iordachescu¹

¹ Departamento de Ciencia de Materiales, Escuela T. S. de Ingenieros de Caminos, Canales y Puertos, ² Departamento de Física Aplicada e Ingeniería de Materiales, Escuela T.S. de Ingenieros Industriales, Universidad Politécnica de Madrid.

Persona de contacto: patricia.santos@upm.es

RESUMEN

El acero martensítico de medio carbono ha sido recientemente incorporado al limitado grupo de materiales empleados en la fabricación de barras de alta resistencia para ingeniería estructural. En este trabajo se analiza el proceso de fractura de uno de estos aceros experimental y analíticamente, aplicando la norma BS-8571 y el modelo cohesivo de Dugdale. Los valores de la apertura de la fisura y de la integral J medidos en los ensayos de tracción de probetas SENT prefisuradas por fatiga se contrastan con las predicciones teóricas del modelo cohesivo deducidas para la probeta SENT mediante la función de Green propuesta por Chell en combinación con el principio de superposición y el teorema de reciprocidad de Maxwell-Betti.

PALABRAS CLAVE: Acero martensítico de medio carbono, fractura, modelo cohesivo, probeta SENT

ABSTRACT

Lath martensite steel has recently been incorporated into the rank of materials used in manufacturing of high strength bars for structural engineering. This work deals with the fracture behavior of one of these steels, which is examined experimentally and analytically on the respective bases of the BS-8571 standard and the Dugdale's cohesive model. Fatigue precracked SENT specimens were tensile tested up to fracture and the measured crack opening displacement and J-integral were compared with those predicted of the cohesive model as derived for the SENT specimen from the Green function due to Chell in combination with the superposition principle and the Maxwell-Betty reciprocal theorem.

KEYWORDS: High strength lath martensite steel, fracture, cohesive cracking, single edge notch tension

1. INTRODUCCIÓN

Las diferentes configuraciones de probeta empleadas en Mecánica de Fractura para medir la tenacidad de los materiales metálicos dúctiles en ambiente inerte y bajo carga estática tienen mucho común, pero en el caso de los aceros estructurales no todas se adaptan a la geometría final de conformado del producto, con la cual el acero adquiere sus características definitivas. En particular, tanto las probetas de flexión en tres puntos como las distintas variedades de probetas compactas contempladas en la normativa ASTM [1, 2] para medir la resistencia al crecimiento de una fisura preexistente mediante la integral J son difícilmente compatibles con productos de acero de alta resistencia conformados linealmente, como las barras estructurales o las tuberías de presión.

La norma de reciente aparición BS-8571 [3] salva esta dificultad adoptando las probetas de tracción con fisura SENT (Single Edge Notch Tension). La zona de ensayo de las probetas SENT es un prisma esbelto de sección rectangular, que contiene una entalla lateral prolongada por una fisura de fatiga y que se somete a un esfuerzo creciente de tracción según la directriz del prisma. A la facilidad propia de la aplicación de cargas de tracción, el método BS-8571 une la ventaja de no requerir medidas de desplazamientos sobre la línea de carga para determinar la energía de deformación absorbida por la probeta, ya que sólo es necesario

hacerlo sobre la cara de la probeta donde se ha practicado la entalla. Esta peculiaridad mejora la precisión del método para obtener experimentalmente los valores de la integral J [4, 5], además de propiciar el uso de sistemas de medida por vídeo-extensometría digitalizada. Si a ello se une que la norma contempla explícitamente la realización de ensayos en medios líquidos, resulta un instrumento especialmente apropiado para evaluar la resistencia a la fisuración ambientalmente asistida y para poder compararla con la evaluada en ambiente inerte.

En el caso de las barras de acero de alta resistencia para construcción esta posibilidad que ofrece la norma BS-8571 adquiere singular importancia a causa de la sensibilidad potencial de las barras a la fisuración asistida por hidrógeno y a la forma normalizada de evaluarla en laboratorio, sometiendo el acero al efecto combinado de una acción mecánica y de una solución líquida (medio FIP) con alto poder fragilizante [6]. La norma puede ser aplicada a probetas SENT extraídas de las barras en ambiente inerte y en medio FIP para evaluar la resistencia a la fisuración por medio de la integral J y cuantificar la sensibilidad al hidrógeno comparando los valores obtenidos.

Este planteamiento ha sido adoptado en este trabajo con una nueva generación de barras con microestructura constituida por martensita de medio carbono cuyos componentes presentan tres niveles de agregación [7], lo que permite me-

jorar la tenacidad y temperatura de transición dúctil-frágil del acero [8] sin renunciar a las resistencias a tracción del orden de 1 GPa requeridas en los usos estructurales típicos de las barras de acero de alta resistencia para construcción. Los aspectos más relevantes del comportamiento de este acero en relación con los usos estructurales de las barras han sido presentados por los autores en otro lugar [9].

El presente trabajo describe la experimentación realizada en ambiente inerte y explica los resultados obtenidos en términos del modelo de fisuración cohesiva aplicado analíticamente a la probeta SENT a partir de los trabajos de Chell [10]. La constante fundamental del modelo cohesivo, la resistencia cohesiva, se presta especialmente a cuantificar la influencia del hidrógeno en la fragilización ambientalmente asistida del acero por cuanto los micro-mecanismos principales de degradación a que está asociada, HELP (hydrogen-enhanced localized plasticity) y HEDE (hydrogen enhanced decohesion) [11], inciden directamente en la capacidad de la microestructura para deformarse sin dar lugar a localizaciones o roturas.

2. EXPERIMENTACIÓN REALIZADA

2.1. Material

El material utilizado para llevar cabo la investigación es acero de alta resistencia y estructura martensítica, con la composición química dada en la tabla 1. Fue suministrado por el fabricante en barras lisas de 23 mm de diámetro por ser su forma final como producto comercial de construcción, principalmente para su uso en tendones estructurales y armaduras activas.

Tabla 1. Composición química del acero estudiado

C	Mn	Si	P	S	Cu	Ni	Cr	V	Ti	Fe
0,45	0,65	1,77	0,017	0,004	0,11	0,06	0,15	0,003	0,03	Bal.

Las propiedades mecánicas que indican el comportamiento del acero se han determinado mediante ensayos de tracción simple realizados con probetas cilíndricas de 5 mm de diámetro y cabezas roscadas que fueron extraídas de las barras haciendo coincidir las direcciones longitudinales respectivas. La tabla 2 recoge los valores medios obtenidos en los cuatro ensayos realizados para las propiedades más indicativas.

Tabla 2. Propiedades mecánicas del acero estudiado

Módulo elástico, [GPa]	Límite elástico [MPa]	Resistencia a tracción [MPa]	[%] máxima elongación uniforme	Constantes de Ramberg-Osgood	
				n	σ_0 (MPa)
220	988	1138	8	8,2	1640

La microestructura del acero, determinada mediante análisis metalográfico y microscopía electrónica de barrido (SEM), puede verse en la figura 1. La fase esencialmente presente es martensita de medio carbono, si bien en la superficie de las barras se aprecia una capa de ferrita de entre 10 y 40 μm de espesor debido al proceso de descarbu-

ración superficial que experimentan los aceros sometidos a tratamientos térmicos con temperaturas elevadas. Conforme a su condición de martensita de medio carbono, el constituyente cristalográfico básico de la matriz martensítica que sirve de sustrato a la capa de ferrita son los denominados listones o tiras de martensita. La agregación de listones a tres niveles que configura la microestructura del acero se origina dentro del grano austenítico previo. El nivel primario son bloques de listones paralelos, el nivel intermedio son paquetes de bloques con pequeñas diferencias de orientación entre sí, y el nivel superior son los propios granos austeníticos, transformados generalmente en tres paquetes de distinta orientación [7, 8].

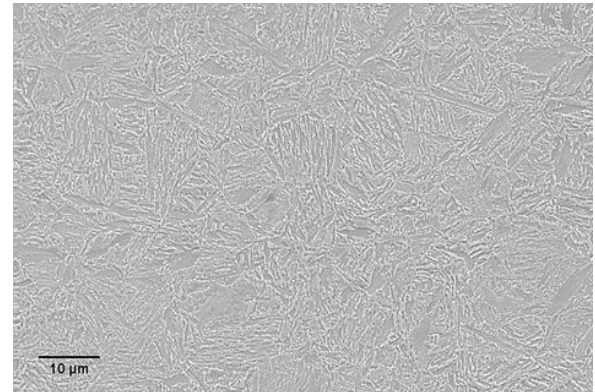


Figura 1. Microestructura del acero martensítico de bajo carbono en la dirección transversal de las barras.

2.2. Ensayos de fractura

La figura 2 muestra las probetas SENT empleadas en los ensayos de fractura según las especificaciones de la norma BS-8571. La configuración de partida era una muestra cilíndrica extraída de la barra en dirección axial, con 6 mm de diámetro, cabezas roscadas y 60 mm de longitud libre entre roscas. Los 23 mm centrales de esta longitud fueron mecanizados hasta ser transformados en un prisma con sección rectangular de $2,5 \times 5,3 \text{ mm}^2$ más los correspondientes acuerdos de transición. En el centro del prisma, sobre una de las caras de 2,5 mm de anchura, se practicó por electroerosión una entalla en V de 0,5 mm de profundidad. La posterior fisuración por fatiga de la probeta SENT se llevó a cabo aplicando bloques de ciclos armónicos de carga de tracción con amplitud constante pero reducida escalonadamente entre bloques sucesivos. Un extensómetro resistivo convencional adosado a la probeta sobre la cara lateral entallada y centrado en la boca de la entalla permitió controlar el proceso de fisuración sin superar el 40 % de la carga de agotamiento plástico correspondiente al tamaño de fisura progresivamente alcanzado.

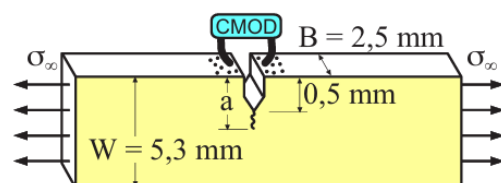


Figura 2. Probetas SENT empleadas en los ensayos de fractura.

Una vez fisuradas, las probetas fueron sometidas a carga creciente de tracción registrando la fuerza $\sigma_\infty WB$ aplica-

da y la apertura de la fisura CMOD, ésta con un extensómetro virtual de 5 mm de base adosado a la cara donde se practicó la entalla y basado en la identificación de los puntos materiales de la base de medida mediante pintura moteada y en la toma secuencial de imágenes digitales a lo largo de todo el ensayo. La posterior digitalización y comparación de las imágenes mediante el sistema de análisis computarizado VIC-2D proporciona los valores del CMOD. En total se realizaron cinco ensayos del tipo descrito, llegándose a la rotura de la probeta en tres de ellos y siendo interrumpido los dos restantes en carga máxima. A fin de conocer el crecimiento de fisura, en uno de estos ensayos y en dos de los primeros se efectuaron repetidas descargas parciales con las correspondientes recargas. La pendiente de la recta de descarga es la rigidez R de la probeta SENT para el tamaño de fisura $a = \tilde{a}W$ alcanzado, y la relación entre ambas magnitudes es conocida, de modo que la primera determina la segunda, junto con el espesor B de la probeta y el módulo de elasticidad E del acero.

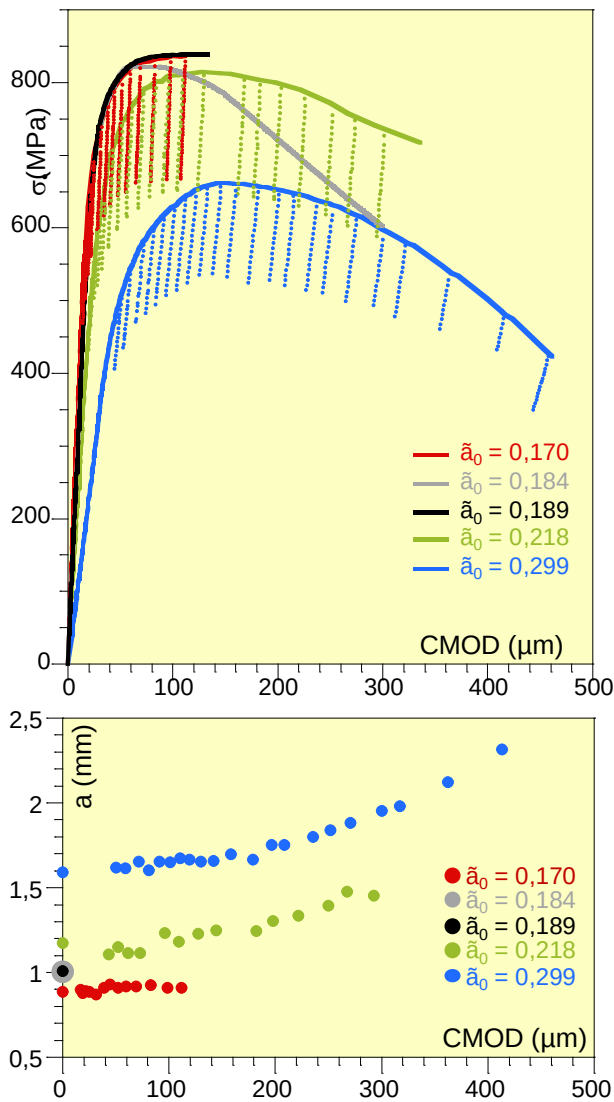


Figura 3. Cargas aplicadas (gráfico superior) y tamaños de fisura (gráfico inferior) registrado en los ensayos de fractura como función del CMOD.

La relación propuesta en la referencia [12]:

$$R = EB \frac{(\cos \frac{\pi a}{2})^2}{4a(4,88 - 3,42 \cos \frac{\pi a}{2})} \quad (1)$$

ha sido la empleada para obtener los valores del tamaño de fisura. Los registros carga-CMOD se han representado en la figura 3, con la carga expresada en términos de la tensión remota σ_∞ y con las probetas identificados por el tamaño inicial relativo de fisura $\tilde{a}_0$.

Las diferencias de pendientes iniciales que se observan en la figura 3a reflejan la diferencia de tamaños de las fisuras iniciales de fisura. Los máximos de carga son prolongados y las fisuras no muestran indicaciones significativas de crecimiento hasta que la caída de carga se manifiesta claramente. Esto sugiere que el inicio del crecimiento está asociado a algún proceso de deformación local inestable que tiene lugar en el frente de la fisura.

Los valores de la integral J medidos hasta el comienzo de la caída de carga en los cinco ensayos aplicando el método BS-8571 se han representado frente al CMOD en la figura 4. La dependencia entre ambas variables es lineal, tras el comienzo de tipo parabólico que predice la Mecánica de Fractura Elástico Lineal en régimen SSY (Small Scale Yielding), toda vez que en dicho régimen el CMOD y la integral J son proporcionales a la carga y a su cuadrado respectivamente.

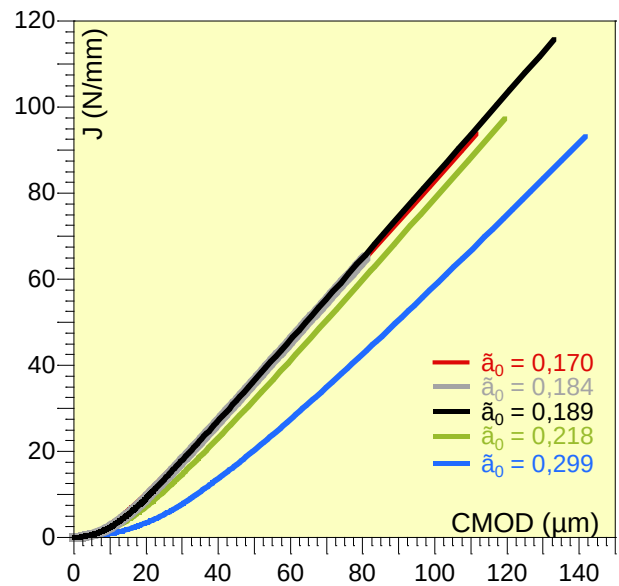


Figura 4. Valores de la integral J registrados hasta carga máxima en los ensayos de fractura como función del CMOD.

El valor medio de los cinco valores de la integral J correspondientes al comienzo de la caída de carga y de propagación de la fisura es de 93 N/mm, con una desviación típica del 19%.

3. APLICACIÓN DEL MODELO COHESIVO A LA PROBETA SENT

Originalmente, la fisura cohesiva fue introducida [13] para modelizar las no linealidades que se producen en el frente de la fisura mediante una prolongación de ésta capaz de

transmitir una tensión uniforme Y de tracción entre ambas caras hasta anular la singularidad del campo de tensiones en dicho frente, a través del factor de intensidad de tensiones. Esta condición determina el tamaño de la extensión cohesiva de la fisura. En la posterior evolución del modelo [11] la resistencia cohesiva Y es sustituida como constante del material por una ley característica, la cual establece una relación biunívoca entre la separación adquirida por cada pareja de puntos de la fisura cohesiva surgida del mismo punto material inicial (apertura COD) y las tensiones de tracción iguales y opuestas transmitidas de uno a otro.

La función de Green propuesta por Chell para la configuración de la probeta SENT [9] permite particularizar el modelo cohesivo con resistencia Y a dicha probeta para deducir la curva teórica correspondiente J-CMOD. La función de Green $G(x, a)$ es el factor de intensidad de tensiones K_p/p generado por unidad de carga en una probeta SENT con una fisura de profundidad a cuando sus caras están comprimidas por sendas fuerzas lineales aplicadas a profundidad x y de valor p por unidad de espesor. El principio de superposición y el teorema de reciprocidad [14] determinan el factor de intensidad de tensiones K_σ y el campo $\omega = \omega(x, a)$ de aperturas COD de la fisura para cualquier distribución de tensiones normales $\sigma(x)$ de compresión actuando sobre ambas caras de la fisura (Fig. 5):

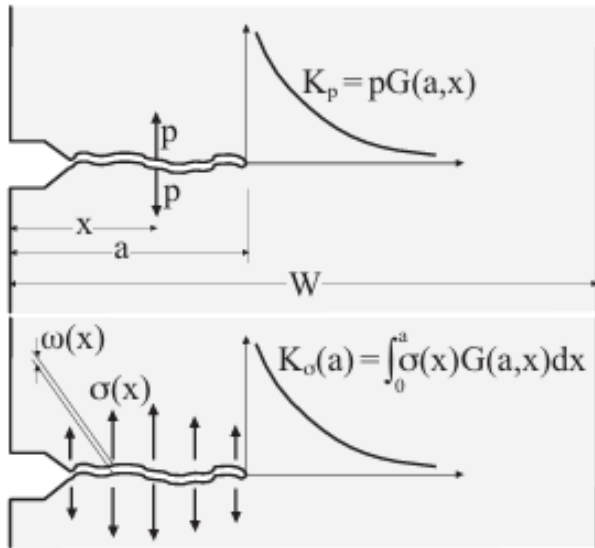


Figura 5. Factor de intensidad de tensiones de la probeta SENT.

$$\omega = \omega(x, a) = \frac{2}{E} \int_x^a G(t, x) K_\sigma(t) dt \quad (2)$$

con E el módulo de elasticidad del material de la probeta asumiendo tensión plana. La función de Green propuesta por Chell es:

$$G(a, x) = \sqrt{W} k\left(\frac{a}{W}\right) h_2(a, x) \quad (3)$$

donde $h_2(a, x)$ es la derivada respecto a la segunda variable de la función dada $h(a, x)$:

$$h(a, x) = 1 - \left(1 - \frac{x}{W}\right)^2 \frac{2}{\pi} \arccos\left(\frac{x}{a} \frac{W-a}{W-x}\right) \quad (4)$$

y el factor $k(a/W)$ se deduce del factor de intensidad de tensiones K_∞ de la probeta SENT bajo tensiones uniformes $\sigma(x) = \sigma_\infty$ en toda la fisura, o equivalentemente, cargada a tracción lejos de la fisura con tensión remota σ_∞ .

$$K_\infty = \int_0^a \sigma_\infty G(a, t) dt = \sigma_\infty \sqrt{W} k\left(\frac{a}{W}\right) [h(a, t)]_0^a = \sigma_\infty \sqrt{W} k\left(\frac{a}{W}\right) \quad (5)$$

Para la expresión de K_∞ dada en [11] resulta:

$$k\left(\frac{a}{W}\right) = \frac{1,504 + 4,04 \frac{a}{W} + 0,74 \left(1 - \sin \frac{\pi a}{2W}\right)^3}{\sqrt{2 \operatorname{ctg} \frac{\pi a}{2W} \cos \frac{\pi a}{2W}}} \quad (6)$$

La nulidad del factor de intensidad de tensiones $K_\infty - K_Y$ debido a la acción conjunta de las tensiones remotas de tracción σ_∞ y de las tensiones Y desarrolladas en la zona cohesiva de la fisura determina la longitud total A que ésta adquiere al cargar la probeta a tracción (Fig. 6).

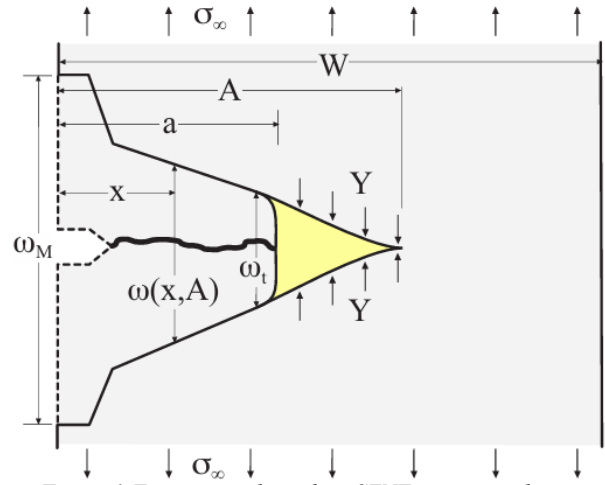


Figura 6. Tensiones en la probeta SENT con zona cohesiva.

$$K_Y = \int_a^A Y G(A, t) dt = Y \sqrt{W} k\left(\frac{A}{W}\right) [1 - h(A, a)] \quad (7)$$

$$K_\infty = K_Y \Rightarrow \sigma_\infty = Y [1 - h(A, a)]$$

$$A = \frac{a}{\tilde{a} + (1 - \tilde{a}) \cos\left(\frac{\pi \sigma_\infty}{2Y} \frac{1}{(1 - \tilde{a})^2}\right)} \quad (8)$$

donde $\tilde{a} = a/W$ es el tamaño relativo de fisura.

El campo de aperturas $\omega(x)$ de la fisura con la probeta bajo carga de tracción es la diferencia de los dados por la Eq. (2) con tamaño de fisura A para los factores de intensidad de tensiones $K_\infty(t)$ y $K_Y(t)$:

$$\begin{aligned} \omega &= \omega(x) = \frac{2}{E} \int_x^A G(t, x) (K_\infty(t) - K_Y(t)) dt \\ &= \frac{2W}{E} \int_x^A k^2\left(\frac{t}{W}\right) h_2(t, x) (\sigma_\infty - Y [1 - h(t, a)]) dt \\ &= \frac{2WY}{E} \int_x^A k^2\left(\frac{t}{W}\right) h_2(t, x) [h(t, a) - h(A, a)] dt \quad (9) \end{aligned}$$

La Eq. (9) particularizada en las posiciones $x = a$ y $x = 0$ proporciona las aperturas ω_t y ω_M de la fisura en el frente de fatiga (CTOD) y en el arranque de la entalla (CMOD):

$$\omega_t = \frac{2WY}{E} \int_a^A k^2 \left(\frac{t}{W}\right) h_{,2}(t, a) [h(t, a) - h(A, a)] dt \quad (10)$$

$$\omega = \frac{2WY}{E} \int_a^A k^2 \left(\frac{t}{W}\right) h_{,2}(t, 0) [h(t, a) - h(A, a)] dt \quad (11)$$

En el modelo cohesivo se concluye que el valor de la integral J es el producto $Y\omega_t$ al elegir como contorno de integración las dos caras de la zona cohesiva, luego la Eq. (10) es también el cociente J/Y . Las integrales de las Eq. (10) y Eq. (11) se han resuelto numéricamente y combinado con la Eq. (9) para hallar la tensión remota aplicada y el valor de la integral J en función del CMOD y del tamaño relativo $\tilde{a} = a/W$ de fisura, con el módulo de elasticidad E y la resistencia cohesiva Y como constantes genéricas. La Fig. 7 muestra los resultados, que coinciden plenamente con los obtenidos en [9] como curvas carga-CTOD. Los valores de la integral J adimensional de la Fig. 7 son también los del CTOD adimensional $(\omega_t E)/(WY)$.

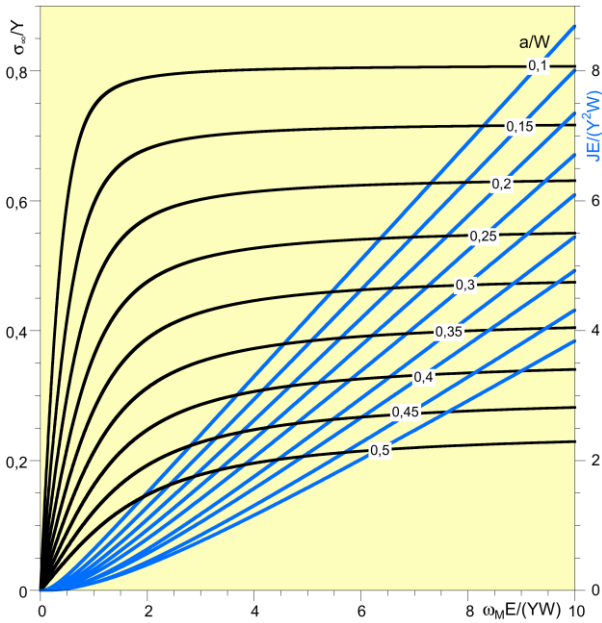


Figura 7. Curvas carga-CMOD e integral J de la probeta SENT según el modelo cohesivo.

El máximo asintótico de las curvas carga-CMOD corresponde a la condición $A = W$ de que la fisura y la zona cohesiva ocupen por completo la sección transversal fisurada. En virtud de la Eq. (8), la tensión remota límite $\sigma_{\infty Y}$ es:

$$A = W \Rightarrow \sigma_{\infty Y} = Y \left(1 - \frac{a}{W}\right)^2 \quad (12)$$

La relación de dependencia entre el tamaño relativo de fisura y la pendiente del tramo recto que presenta la curva correspondiente de la integral J se puede ajustar con correlación prácticamente total mediante la relación lineal:

$$\frac{dJ}{d\omega_M} = \left(0,908 - 0,898 \frac{a}{W}\right) Y \quad (13)$$

4. INTERPRETACIÓN DE RESULTADOS EN TÉRMINOS DEL MODELO COHESIVO

La similitud de formas que se observa al comparar las curvas integral J -CMOD del modelo cohesivo (Fig. 7) y de los ensayos del acero estudiado (Fig. 4) es la primera indicación de que el comportamiento del acero responde al modelo cohesivo. La identificación de la pendiente constante que adoptan ambos tipos de curvas cuando se supera el régimen SSY permite determinar el valor de la resistencia cohesiva Y de dicho acero con la Eq. (12), que ha de ser una constante del material, y por tanto no depender del tamaño de fisura. Además, el hecho experimental de que el crecimiento de la fisura de fatiga y la caída de la carga de ensayo comiencen simultáneamente sugiere que ambos se activan cuando la extensión de la zona cohesiva se vuelve inestable al aproximarse la tensión remota aplicada al límite $\sigma_{\infty Y}$ dado por la Eq. (13). La identificación de este límite con el máximo de la carga de ensayo σ_m proporciona un segundo valor de la resistencia cohesiva de dicho acero que no sólo debe ser independiente del tamaño de fisura, sino que también debe coincidir con el obtenido a partir de las pendientes, $dJ/d\omega_M$. La tabla 3 recoge los valores Y_J y Y_σ de la resistencia cohesiva Y respectivamente hallados por ambos procedimientos.

Tabla 3. Resistencia cohesiva según resultados de ensayo.

a/W	0,170	0,184	0,189	0,218	0,299	
σ_m	836	822	842	815	661	
$dJ/d\omega_M$	935	937	920	948	821	
Y_J	1238	1261	1246	1331	1284	$1272 \pm 3\%$
Y_σ	1214	1235	1277	1333	1345	$1281 \pm 5\%$

Las dispersiones de las dos series de valores obtenidos para el conjunto de los cinco ensayos realizados son significativamente bajas (3 % y 5 %), los dos valores medios de cada una apenas difieren entre sí y respecto a la resistencia a tracción de 1269 MPa que determinan para el acero, en términos de tensión verdadera, sus constantes de la ley de Ramberg-Osgood.

5. RECAPITULACIÓN Y CONCLUSIONES

El modelo de la fisura cohesiva ha sido particularizado por métodos analíticos a la configuración de probeta SENT para determinar el tipo de registros referentes a la integral J que resultan de aplicar la norma BS8571 a materiales cuyo comportamiento en fractura sea acorde con dicho modelo.

Los resultados han permitido constatar que la fisura cohesiva reproduce cabalmente el mecanismo con que el acero martensítico de medio carbono y alta resistencia se opone a la propagación de grieta bajo carga mecánica cuando es ensayado conforme a dicha norma. La fractura comienza al volverse inestable el proceso de carga con la extensión de la zona cohesiva. La resistencia cohesiva del acero y el tamaño de fisura de la probeta SENT son los factores determinantes de la inestabilidad, pero también lo son de la variación lineal previa a la inestabilidad que la integral J

experimenta con el CMOD.

La coincidencia de los valores de la resistencia cohesiva obtenidos en los diferentes ensayos de fractura para el acero martensítico de medio carbono, tanto a partir de la carga máxima como de la evolución previa de la integral J, es consistente con su condición de constante del material. Igualmente, su valor es coherente con el significado físico de dicha magnitud, por cuanto no difiere de la resistencia a tracción del material expresada como tensión verdadera.

La explicación del comportamiento en fractura del acero mediante el modelo cohesivo señala una vía cuantitativa para evaluar su sensibilidad a la fragilización por hidrógeno, realizando los ensayos de fractura con probetas SENT prefisuradas por fatiga en ambiente inerte y en ambiente fragilizante, y comparando los valores de la resistencia cohesiva. Dado que en este tipo de ensayos la acción del hidrógeno se concentra en el frente de la fisura, la resistencia cohesiva constituye un indicador idóneo para evaluar el efecto fragilizador del hidrógeno sobre el material, especialmente si se tiene en cuenta el papel determinante que la cohesión microestructural y la deformación plástica desempeñan en los micromecanismos más aceptados de fragilización por hidrógeno, HELP y HEDE.

AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen la ayuda recibida a través del proyecto RTI-2018-097221-B-I00 financiado por MCIN/AEI/10.13039/501100011033 y “FEDER Una manera de hacer Europa” de la “Unión Europea”, así como por el proyecto PRE-2019-088263 financiado por MCIN/AEI/10.13039/501100011033.

REFERENCIAS

- [1] *E1820: Standard Test Method for Measurement of Fracture Toughness*, American Society for Testing and Materials, ASTM 2006.
- [2] *E1737: Standard Test Method for J-integral Characterization of Fracture Toughness*, American Society for Testing and Materials, ASTM 1996.
- [3] *BS8571: Method of test for determination of fracture toughness in metal-lic materials using single edge notched tension (SENT) specimens*, The British Standard Institution. BS 2018.
- [4] S. Cravero y C. Ruggieri, *Estimation procedure of J-resistance curves for SE(T) fracture specimens using unloading compliance*, Engineering Fracture Mechanics 74, 2735–2757, 2007.
- [5] J. Teixeira, J. E. Pérez y E. M. Castrodeza, *Normalization method for J-R curve determination using SENT specimens*, Engineering Fracture Mechanics, 199, 658-671 (2018).
- [6] International Organization for Standardization, UNE-EN ISO 15630-3 *Aceros para el armado y el pretensado del hormigón. Métodos de ensayo. Parte 3: Aceros para pretensar*, ISO, 2019.
- [7] J. W. Morris, C. Kinney, K. Pytlewski, Y. Adachi, *Microstructure and cleavage in lath martensitic steels*, Sci. Technol. Adv. Mater. 14 (2013).
- [8] J. W. Morris, *On the Ductile-Brittle Transition in Lath Martensitic Steel*, ISIJ International, 51 No. 10, 1569–1575, 2011.
- [9] P. Santos, M. Iordachescu, A. Valiente y E. Scutelnicu, *Fatigue, Fracture, and Damage Tolerance of Ultrahigh-Strength Martensitic Tendon-Rods for Structural Engineering*, Applied Sciences, 14, 11543 (2024).
- [10] G.C. Chell, B. A. Bilby, A. H. Cottrell and K. H. Swinden *model solutions for centre and edge cracked plates subject to arbitrary mode I loading*, International Journal of Fracture, 12 135-147 (1976).
- [11] L. Jemblie, V. Olden y O. M. Akselsen, *A review of cohesive zone modeling as an approach for numerically assessing hydrogen embrittlement of steel structures*, Phil. Trans. R. Soc. A 375, 20160411 (2017).
- [12] H. Tada, P.C. Paris y G.R. Irwin, *The Stress Analysis of Cracks Handbook*, ASME Press, Nueva York, (2000).
- [13] B. A. Bilby, A. H. Cottrell y K. H. Swinden, *The spread of plastic yield from a Notch*, Proc. Roy. Soc. A272, 304-314 (1963).
- [14] J. R Rice, *Some remarks on elastic crack-tip fields*, Int. J. Solids Structures, 8, 751-758 (1972).

**NUEVAS APORTACIONES AL CONCEPTO DE INTEGRIDAD ESTRUCTURAL:
RECORDANDO A LEONARDO DA VINCI Y A GALILEO GALILEI**

Jesús Toribio

Grupo de Investigación en Fractura e Integridad Estructural (GIFIE), Universidad de Salamanca (USAL)
Campus Viriato, Avda. Requejo 33, 49022 Zamora, España
Correo-e: toribio@usal.es

RESUMEN

Este artículo se dirige hacia un nuevo concepto de integridad estructural, incluyendo un enfoque novedoso e innovador, ensanchando la amplitud de la definición, y ofreciendo así un *análisis multi-nivel* cubriendo todas las *escalas de longitud* en el marco teórico de los términos novedosos de integridad *giga-*, *mega-*, *macro-*, *micro-* y *nano-*estructural, y así la ciencia de la mecánica de fractura & integridad estructural puede considerarse como una rama de la ciencia & ingeniería de materiales, y se propone la nueva idea de *integridad material* (o *integridad del material*, o *integridad estructural del material*). Asimismo, el concepto de integridad estructural se amplía a campos como la *biología* (en la escala de análisis de los virus) o al caso de *estructuras conceptuales* (no materiales) como obras musicales o literarias (*integridad estructural conceptual*), así como a las áreas del comportamiento humano y de la psicología, desarrollando el concepto de *integridad estructural personal* (o, simplemente, *integridad personal*), un concepto de naturaleza psicológica que puede oponerse a la idea de fractura (o ruptura) de la personalidad. Se hace énfasis en el enfoque “*cervantino*” de naturaleza española sobre la base de *El Quijote* de Miguel de Cervantes, dentro del cual también podía definirse propiamente un enfoque “*quijotesco*” de los asuntos humanos, y el enfoque “*velazqueño*”, también de naturaleza española, sobre la base de la obra maestra “*La rendición de Breda*” pintada por Velázquez. The artículo supone también un emocionado tributo al artista e ingeniero Leonardo da Vinci, así como al físico y matemático Galileo Galilei por sus trabajos pioneros en resistencia de materiales, fractura e integridad estructural.

PALABRAS CLAVE: Material *versus* estructura, concepto de integridad estructural, integridad *giga*estructural, integridad *mega*estructural, integridad *macro*estructural, integridad *micro*estructural, integridad *nano*estructural, integridad *material*, *estructuras inmateriales*, integridad estructural conceptual, integridad personal, enfoque “*cervantino*”, enfoque “*quijotesco*”, enfoque “*velazqueño*,” Leonardo da Vinci, Galileo Galilei.

ABSTRACT

This paper is directed towards a new concept of structural integrity, including a novel and forward-looking approach, and broadening the amplitude of the definition, thereby offering a *multi-level analysis* comprising and covering *all length scales* in the theoretical framework of the innovative terms of *giga-*, *mega-*, *macro-*, *micro-* and *nano-*structural integrity, and thus the science of fracture mechanics & structural integrity can be seen as a branch of material science & engineering, and the novel idea of *material integrity* (or *material structural integrity*, or *structural integrity of the material*) is proposed. In addition, the concept of structural integrity is extended to fields such as the *biology* (at the length scale of viruses) or to the case of *non-material structures* such as musical or literature works (*conceptual structural integrity*), as well as to the areas of human behaviour and psychology, developing the concept of personal structural integrity (or, simply, personal integrity), a concept of psychological nature that can be opposed to the idea of fracture (or rupture) of the personality. Emphasis is made on the “*cervantino*” approach of Spanish nature on the basis of “*Don Quijote*” by Miguel de Cervantes, inside which also a “*quijotesco*” approach of human issues could be properly defined and the “*velazqueño*” approach, also of Spanish nature, on the basis of the master work “*The Surrender of Breda*” painted by Velázquez. The paper represents also a heartfelt tribute to the artist and engineer Leonardo da Vinci, as well as to the physicist and mathematician Galileo Galilei for their pioneering works in the fields of material strength, fracture and structural integrity.

KEYWORDS: Material *versus* structure, concept of structural integrity, *giga*structural integrity, *mega*structural integrity, *macro*structural integrity, *micro*structural integrity, *nano*structural integrity, *material* integrity, *non-material structures*, conceptual structural integrity, personal integrity, “*cervantino*” approach, “*quijotesco*” approach, “*velazqueño*” approach, Leonardo da Vinci, Galileo Galilei.

1. INTRODUCCIÓN

El presente artículo presenta nuevas aportaciones al concepto de *integridad estructural*, con diferentes escalas de análisis (*giga*, *mega*, *macro*, *micro* y *nano*) y distintos enfoques conceptuales, sobre la base y a modo de continuación de trabajos previos del autor [1-7].

2. FRACTURA & INTEGRIDAD ESTRUCTURAL: PASADO, PRESENTE Y FUTURO

El Grupo Europeo de Fractura pasó a denominarse en 1990 Sociedad Europea de Integridad Estructural [8]. El denominado *International Congress on Fracture* (ICF) fue fundado por Takeo Yokobori en Sendai (Japón) [9]. El Comité Ejecutivo de ICF (ICF ExCo) en Anaheim (USA, 2011) [10], Fig. 1, propuso el nuevo concepto de *Academia Mundial de Integridad Estructural*: “ICF-The World Academy of Structural Integrity” (ICF-WASI) aunque finalmente no fue adoptado durante el Congreso Mundial de Fractura (ICF13) celebrado en Beijing [11].

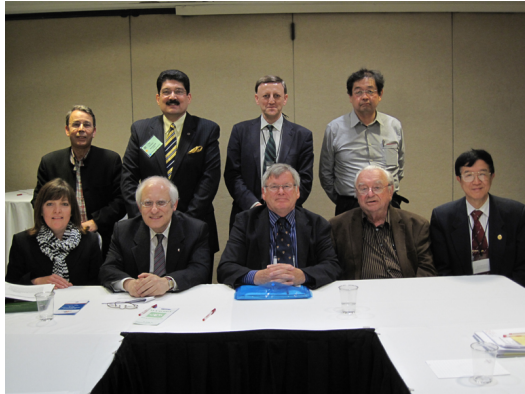


Fig. 1. Reunión del Comité Ejecutivo de ICF (ICF ExCo) en mayo de 2011 en Anaheim (USA) [10]: Mimoun Elboujdaini, Ravi Chona, Jesús Toribio, Takashi Kuriyama, Susanne Bachofer, Alberto Carpinteri, David Taplin, Paul Paris y Shouwen Yu.

3. FRACTURA & INTEGRIDAD ESTRUCTURAL: UN ENFOQUE MULTI-ESCALA

3.1. Integridad gigaestructural

En geología (*tectónica de placas*), se denomina *falla* a una fractura, una auténtica *giga*-fisura (Fig. 2), lo cual permite hablar de *integridad gigaestructural*.

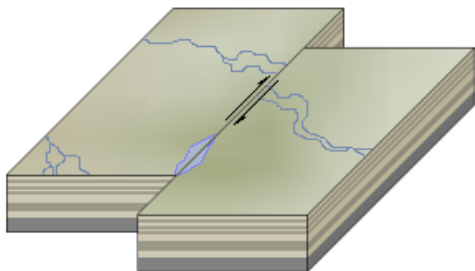


Fig. 2. Falla tectónica de desplazamiento horizontal.

3.2. Integridad megaestructural

El término *integridad megaestructural* se introduce para grandes estructuras ingenieriles como puentes (Fig. 3).



Fig. 3. Puente del Pedrido en La Coruña (Galicia, España).

3.3. Integridad macroestructural

El concepto de *integridad macroestructural* es aplicable a elementos estructurales reales (a escala de laboratorio) o muestras experimentales. La Fig. 4 ofrece el perfil de fractura en una probeta entallada de acero perlítico trefilado con fractura anisótropa y deflexión del camino de fisuración. Dicho perfil se ha denominado en inglés *Monument Valley Profile* (MVP) [12].

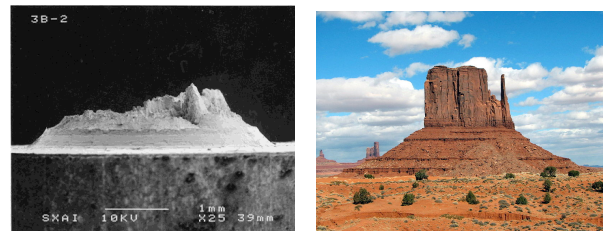


Fig. 4. Perfil de fractura en una muestra entallada de acero perlítico trefilado y *Monument Valley*.

3.4. Integridad microestructural

El término *integridad microestructural* fue propuesto por Toribio en 2017 [13]. A este respecto, la Fig. 5 muestra la llamada *pseudocolonia perlítica*, un nuevo término acuñado por Toribio *et al.* en 1997 [14], e identificado con precisión por el autor en 2020 [15], describiendo sus efectos en la fractura del material [16].

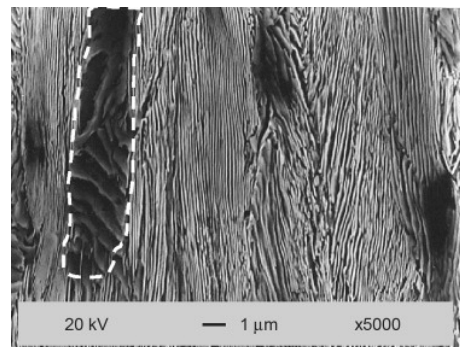


Fig. 5. *Pseudocolonia perlítica* en acero perlítico fuertemente trefilado.

3.5. Integridad nanoestructural

Los aceros fuertemente trefilados pueden considerarse como *micro-compuestos* o *nano-compuestos* formados por láminas alternadas de ferrita (Fe) y cementita (Fe_3C) que presentan un espaciado interlaminar de 30 nm. En este marco teórico, el concepto innovador de integridad *nanoestructural* es adecuado: las láminas de cementita hiper-espaciadas, curvadas y fracturadas que se muestran en la Fig. 6, y en las cuales la escala de daño se produce a nivel nanométrico. Tales defectos nanoestructurales condicionan el comportamiento del material en escalas superiores (*micro*-, *macro*- y *mega*-).

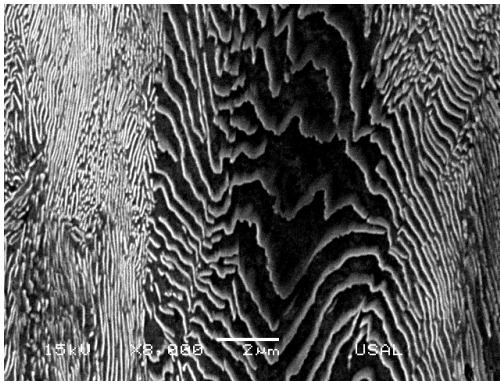


Fig. 6. Vista ampliada (x8000) de una pseudocolonia perlítica en un acero perlítico fuertemente trefilado.

También en la escala de la integridad nanoestructural, uno de los pilares de la lucha contra la enfermedad COVID-19 es la rotura de la integridad estructural del coronavirus SARS-CoV-2 (Fig. 7).

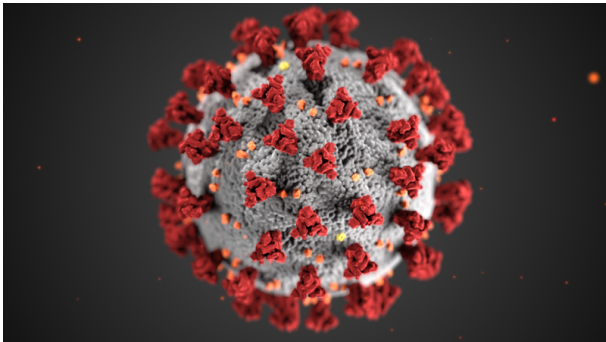


Fig. 7. Coronavirus SARS-CoV-2.

4. MATERIAL vs. ESTRUCTURA

4.1. Marco conceptual: estructuras materiales e inmateriales

Así como todo material es una estructura (macro-estructura, micro-estructura, etc.) no toda estructura es un material, puesto que existen *estructuras inmateriales* como, por ejemplo, una obra literaria (novela, poesía, etc.) o una obra musical, e.g., una cantata de Bach o un cuarteto de cuerda de Beethoven.

4.2. Estructuras materiales: integridad del material

En lo que se refiere a estructuras materiales, se propone en este artículo la nueva idea de *integridad material* (o, también, *integridad del material* o, más extensamente, *integridad estructural del material*).

4.3. Estructuras inmateriales y concepto de integridad estructural conceptual (inmaterial): recordando a Miguel de Cervantes y a Johann Sebastian Bach

La Fig. 8 muestra el retrato de Miguel de Cervantes Saavedra por Juan de Jáuregui y la cubierta de la novela *Don Quijote de la Mancha*, impresionante obra maestra cuya *integridad estructural conceptual (inmaterial)* debe preservarse mediante la lectura íntegra de la obra completa, y no simplemente de un capítulo.

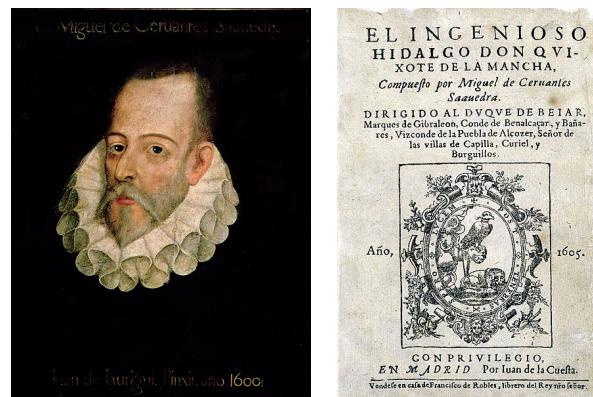


Fig. 8. Retrato de Miguel de Cervantes Saavedra por Juan de Jáuregui y cubierta de *Don Quijote de la Mancha*.

La Fig. 9 muestra el retrato de Johann Sebastian Bach por Elias Gottlob Haussmann y parte del Oratorio de Navidad (*Weihnachts Oratorium*) BWV 248, una colosal obra maestra cuya *integridad estructural conceptual (inmaterial)* se presrva mediante la interpretación total del oratorio completo (seis cantatas) y no meramente de una cantata.



Fig. 9. Retrato de Johann Sebastian Bach por Elias Gottlob Haussmann y compases del Oratorio de Navidad (*Weihnacht Oratorio*) BWV 248.

5. INTEGRIDAD ESTRUCTURAL PERSONAL

5.1. Marco conceptual

En esta sección, el concepto de integridad estructural se amplía para incluir la *integridad estructural personal* o, simplemente, la *integridad personal*, un concepto de naturaleza psicológica que se opone a la idea de fractura (o ruprura) de la personalidad.

5.2. Enfoque “cervantino” o “quijotesco”

La Fig. 10 muestra el monumento a Cervantes con la estatua de Miguel de Cervantes Saavedra y de los personajes *Don Quijote de la Mancha* y *Sancho Panza*. Dichos caracteres (*Don Quijote & Sancho*) representan dos variantes de *integridad estructural personal* (o, simplemente, *integridad personal*), puesto que se comportan como típicas personalidades cervantinas (también personalidades típicas españolas): *Don Quijote* demostrando sobriedad y austeridad mientras *Sancho* exhibe un comportamiento más barroco.

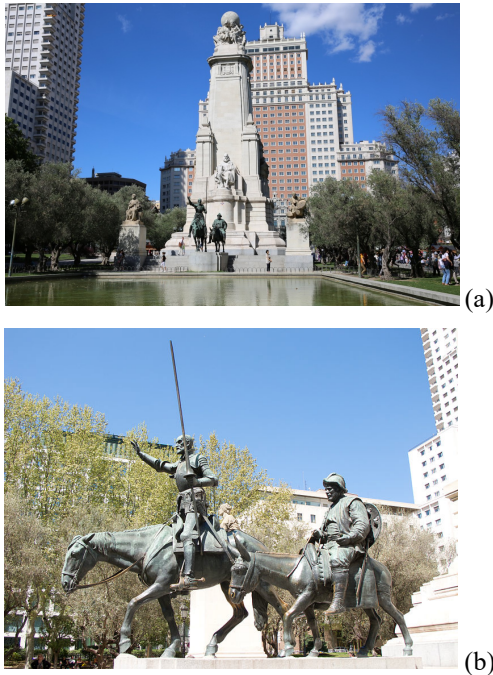


Fig. 10. Monumento a Cervantes en la Plaza de España (Madrid), incluyendo la estatua del escritor Miguel de Cervantes Saavedra y las de los personajes *Don Quijote de la Mancha* y *Sancho Panza* (a) y vista de perfil de *Don Quijote* y *Sancho* (b).

5.3. Enfoque “velazqueño”

La Fig. 11 muestra *La rendición de Breda*, una obra maestra de Velázquez que refleja el momento (5 de junio de 1625) en que el general holandés Justin Nassau rinde la ciudad de Breda a las fuerzas españolas comandadas por el General Ambrosio Spínola. Dicho general exhibe el espíritu “velazqueño”: *integridad personal* (o *integridad estructural personal*), elegancia, generosidad y amabilidad con el ejército derrotado.



Fig. 11. *La rendición de Breda* de Velázquez.

6. CONCLUSIONES Y REFLEXIONES FINALES

1. Este artículo propone nuevos pasos hacia un *concepto novedoso y original de la integridad estructural*, ofreciendo un *enfoque multi-nivel* que cubre todas las escalas de longitud: *integridad giga-, mega-, macro-, micro- y nano-estructural*.
2. En lo que se refiere a los análisis de fallo ingenieril, en muchas ocasiones las escalas más pequeñas de integridad estructural afectan a las mayores (la *pérdida local de integridad estructural* afaceta a la *pérdida global* de la misma).
3. En análisis de fallo en ingeniería aeronáutica o aeroespacial, la *pérdida local de integridad estructural* de unidades muy pequeñas como tornillos, pasadores o alambres podrían conducir al fallo catastrófico del avión y a accidentes fatales.
4. Dicho enfoque multi-escala fue aplicado exitosamente por Toribio [16], estudiando las pseudocolonias perlíticas no convencionales que afectan la integridad *macro-, micro- y nano-estructural* de alambres de acero perlítico trefilados en frío.
5. La idea innovadora de *integridad estructural del material* (o, simplemente, *integridad material*) se propone también en el marco conceptual de la ciencia e ingeniería de materiales considerando que el propio material es una estructura.
6. El concepto de integridad estructural se extiende a también a las *estructuras inmateriales* (obras literarias y musicales), introduciendo el concepto nuevo e innovador de *integridad estructural inmaterial* o, más propiamente, *integridad estructural conceptual*.
7. El concepto de integridad estructural se amplía al campo psicológico para establecer, además, la idea de *integridad estructural personal* o, en aras de la brevedad, simplemente *integridad personal* (resistencia psicológica, carácter, ...).

7. EPÍLOGO: ENTRE LEONARDO DA VINCI Y GALILEO GALILEI

Este artículo está enfocado hacia un nuevo concepto de integridad estructural y, en este marco conceptual, el autor quiere rendir tributo al genio italiano, artista e ingeniero, Leonardo da Vinci, cuya estatua se muestra en la Fig. 12. Sus experimentos pioneros sobre fractura de alambres de acero constituyen un evento clave y pionero en lo que se refiere a mecánica de fractura e integridad estructural. La Fig. 13 muestra su famoso dibujo estudiando las proporciones del cuerpo humano: el denominado *Hombre de Vitrubio*.



Fig. 12. Estatua de Leonardo da Vinci

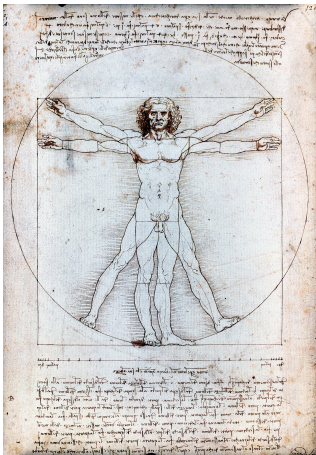


Fig. 13. Dibujo del Hombre de Vitrubio

Además, el artículo desea plantear un tributo sincero a otro genio italiano, Galileo Galilei, físico y matemático, cuyo retrato se muestra en la Fig. 14. Galileo puede considerarse el padre de la mecánica de fractura tras sus experimentos sobre fractura de ménsulas de madera.

La Fig. 15 muestra el ensayo para evaluar la carga crítica (peso colgante) de una viga con empotramiento simple (ménsula), el cual aparece en un capítulo de su libro *Dimostrazioni Matematiche* (Fig. 16).

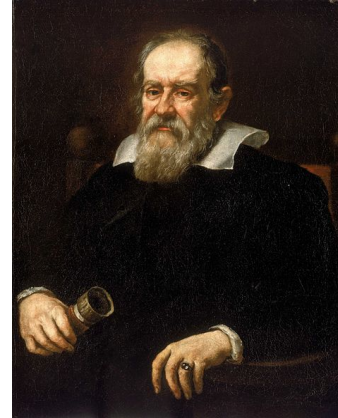


Fig. 14. Retrato del célebre físico y matemático toscano Galileo Galilei

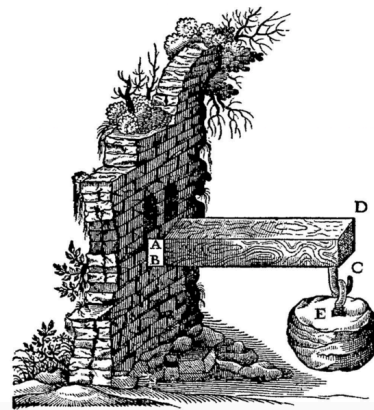


Fig. 15. Esquema de ensayo de viga en ménsula empotrada (Galileo Galilei).

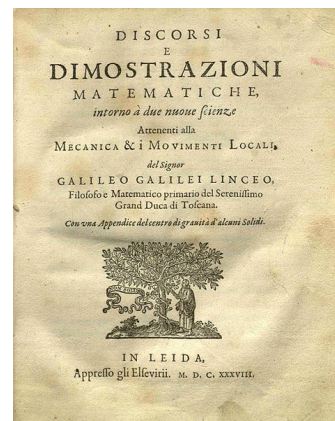


Fig. 16. *Dimostrazioni Matematiche* (Galileo Galilei).

Agradecimientos institucionales

El autor agradece la financiación proporcionada por las siguientes instituciones españolas nacionales: Ministerio de Ciencia y Tecnología (MICYT; Proyecto MAT2002-01831), Ministerio de Educación y Ciencia (MEC; Proyecto BIA2005-08965), Ministerio de Ciencia e Innovación (MICINN; Proyecto BIA2008-06810),

Ministerio de Economía y Competitividad (MINECO; Proyecto BIA2011-27870), así como la institución regional Junta de Castilla y León (JCyL; Proyectos SA067A05, SA111A07 and SA039A08).

Agradecimientos personales

El autor agradece muy sinceramente las fructíferas discusiones sobre el concepto de integridad estructural con David Taplin, Alberto Carpinteri y Shouwen Yu durante la reunión del Comité Ejecutivo de ICF (*International Congress on Fracture Executive Committee*; ICF ExCo) el 19 de mayo de 2011 en Anaheim (USA).

También se desea expresar el sincero agradecimiento a Krishnaswamy Ravi-Chandar y Leslie Banks-Sills por las discusiones mantenidas con el autor durante el 13er Congreso Internacional de Fractura o *13th International Conference on Fracture* (ICF13) desarrollado en Beijing del 16 al 21 de junio de 2013.

In Memoriam

El artículo se dedica a honrar la memoria de los Profs. Dominique Francois y Keith Miller, maestros y amigos, cuya acción pionera y entusiasta permitió el desarrollo de la actual Sociedad Europea de Integridad Estructural (*European Structural Integrity Society*, ESIS), con anterioridad denominado Grupo Europeo de Fractura (*European Group on Fracture*, EGF), cf. Fig. 17.

El documento también está dedicado a la memoria del Profesor Paulo Lazzarin, maestro y amigo, uno de los principales padres fundadores de la escuela italiana de mecánica de fractura, así como a la memoria del Profesor Robert Goldstein, maestro y amigo, fundador de la escuela rusa de Mecánica de Fractura, cf. Fig. 17.



Fig. 17. Keith Miller (UK), Dominique Francois (France), Paulo Lazzarin (Italy) and Robert Goldstein (Russia).

REFERENCIAS

- [1] J. Toribio. Towards a New Concept of Structural Integrity. *1st Mediterranean Conference on Fracture and Structural Integrity (MedFract1)*. Athens, Greece, February 26-28, 2020.
- [2] J. Toribio. Towards a New Concept of Structural Integrity. *Procedia Structural Integrity* 26 (2020) 354–359.
- [3] J. Toribio. Broadening the Amplitude of the Definition of Structural Integrity: *A Tribute to Galileo Galilei*. *26th Meeting of the Italian Group on, Fracture (IGF26)*. Torino & Virtual. May 25-27, 2021.
- [4] J. Toribio. Broadening the Amplitude of the Definition of Structural Integrity: *A Tribute to Galileo Galilei*. *Procedia Structural Integrity* 33 (2021) 1123-1130.
- [5] J. Toribio. More Steps Towards an Innovative Concept of Structural Integrity: *Between Leonardo da Vinci and Galileo Galilei*. *Keynote Plenary Lecture*. *4th International Conference on Structural Integrity (ICSI2021)*. Madeira & Virtual. August 30-September 1, 2021.
- [6] J. Toribio. More Steps Towards an Innovative Concept of Structural Integrity: *Between Leonardo da Vinci and Galileo Galilei*. *Procedia Structural Integrity* 37 (2022) 977-984.
- [7] J. Toribio. Ampliando el Concepto de Integridad Estructural: *Un Tributo a Galileo Galilei*. *Revista Española de Mecánica de Fractura* 1 (2021) 161-166.
- [8] EGF. European Group on Fracture (EGF) Newsletter Nr. 12, Spring 1990 (1990).
- [9] D. Taplin, A. Saxena. ICF: The World Academy of Structural Integrity – Retrospective and Prospective. *Strength, Fracture and Complexity* 7 (2011) 109–121.
- [10] A. Carpinteri, D. Taplin, S. Bacher. *International Congress on Fracture Executive Committee (ICF ExCo)*, Anaheim, USA, May 19, 2011.
- [11] ICF13. Thirteen (13th) International Conference on Fracture. Beijing, China, June 16-21 (2013). (<https://www.icf13.org/>).
- [12] J. Toribio, F.J. Ayaso. On the Necessity of Triaxiality and Microstructural Orientation to Produce Anisotropic Fracture in Cold Drawn Pearlitic Steel: *Resembling John Ford's Monument Valley*. *Procedia Structural Integrity* 28 (2020) 2416-2423.
- [13] J. Toribio. Structural Integrity of Progressively Cold-Drawn Pearlitic Steels: *From Raffaello Sanzio to Vincent van Gogh*. *Procedia Structural Integrity* 3 (2017) 3-10.
- [14] J. Toribio, E. Ovejero, M. Toledano. Micro-structural Bases of Anisotropic Fracture Behaviour of Heavily Drawn Steel. *International Journal of Fracture* 87 (1997) L83-L88.
- [15] J. Toribio. Identification of a New Microstructural Unit in Cold Drawn Pearlitic Steel: *The Pearlitic Pseudocolony*. *Procedia Structural Integrity* 26 (2020) 360-367.
- [16] J. Toribio. Unconventional Pearlitic Pseudo-colonies affecting Macro-, Micro- and Nano-Structural Integrity of Cold-Drawn Pearlitic Steel Wires: *Resembling van Gogh, Bernini, Mantegna and Picasso*. *Procedia Structural Integrity* 28 (2020) 2404-2409.

FRACTURA DE MATERIALES CERÁMICOS Y PÉTREOS

ESTUDIO DE LA ADHERENCIA FIBRA-MATRIZ ENTRE LA MATRIZ DE YESO Y FIBRAS POLIMÉRICAS PROCEDENTES DE PROCESOS DE RECICLADO

J.L. García¹, F. Suárez^{2*}

¹ Departamento de Ingeniería Mecánica y Minera, Universidad de Jaén, EPS de Jaén – Campus Las Lagunillas, s/n, 23071 Jaén, España

² Departamento de Ingeniería Mecánica y Minera, Universidad de Jaén, EPS de Linares – Campus Científico Tecnológico de Linares, Cinturón Sur, s/n, 23700 Linares (Jaén), España

* Persona de contacto: fsuarez@ujaen.es

RESUMEN

Hay numerosos estudios sobre el refuerzo de matrices de yeso con gran variedad de materiales, incluyendo materiales poliméricos, pero no muchos estudios sobre el refuerzo de matrices con fibras poliméricas empleando residuos plásticos procedentes de plantas de reciclado, que puedan ayudar a la mezcla aportando una mayor resistencia a flexión y tracción. El presente estudio analiza la interfaz entre polímeros y matriz de yeso, empleando para ello distintos polímeros procedentes de plantas de reciclado. El objetivo del estudio es analizar la utilización de productos poliméricos de desecho, reutilizándolos y reduciendo su consiguiente vertido al medio ambiente. Se analiza la viabilidad del empleo de fibras como material de refuerzo para mejorar las características mecánicas del yeso y se estudian diferentes materiales poliméricos para identificar el más adecuado para ello, incluyendo tereftalato de polietileno (PET), polietileno de alta densidad (HDPE), polietileno de media densidad (MDPE) y polipropileno (PP). Se realizan ensayos de pull-out monitorizados mediante un sistema de correlación digital de imágenes. Finalmente, se analiza la eficiencia de adherencia entre estos materiales, contemplando diferentes longitudes de embebimiento para identificar longitudes óptimas de fibras para el refuerzo de la matriz.

PALABRAS CLAVE: Yeso, Fibras poliméricas, Ensayo de pull-out.

ABSTRACT

There are many studies on the reinforcement of gypsum matrices with a wide variety of materials, including polymeric materials, but not many studies on the reinforcement of matrices with polymer fibers using plastic waste from recycling plants, which can enhance the mix by providing greater flexural and tensile strength. This study analyzes the interface between polymers and gypsum matrix, using different polymers from recycling plants. The objective of the study is to analyze the use of polymer waste products, reusing them and reducing their dumping and consequent impact on the environment. The feasibility of using fibers as a reinforcement material to improve the mechanical characteristics of the gypsum is analyzed and different polymeric materials are studied to identify the most suitable of them, including polyethylene terephthalate (PET), high density polyethylene (HDPE), medium density polyethylene (MDPE) and polypropylene (PP). Pull-out tests monitored with a digital image correlation system are performed. The adhesion efficiency between these materials is analyzed, considering different embedding lengths to identify optimal fiber lengths for the reinforcement of the matrix.

KEYWORDS: Gypsum, Polymer fibres, Pull-out test.

1. INTRODUCCIÓN

A lo largo de la historia el yeso ha sido uno de los materiales de construcción más empleados, debido a sus múltiples aplicaciones como, por ejemplo: juntas, paneles prefabricados, acabados interiores, mampostería, etc. Además de poseer unas buenas características al ser ignífugo, tener buenas propiedades aislantes, tanto térmicas como acústicas, y proporcionar excelentes acabados interiores.

Actualmente, el yeso ha experimentado un crecimiento en su uso y ha conllevado un aumento de la calidad de los elementos fabricados con este material. El presente trabajo se encuadra en mejorar las propiedades del yeso, analizando el efecto de la adición de fibras poliméricas procedentes de residuos plásticos a su composición.

En la actualidad hay numerosos estudios empleando diferentes tipos de fibras como refuerzo en la matriz de yeso para mejorar sus propiedades mecánicas [1][2][3],

e incluso utilizando fibras poliméricas [4][5], pero los autores del presente estudio no tienen conocimiento de estudios que empleen fibras poliméricas procedentes de residuos plásticos, como envases, recipientes, bolsas, tuberías, cuerdas, etc., en matrices de yeso.

En este trabajo se estudia la adherencia entre la interfaz fibra-matriz, empleando fibras poliméricas procedentes de plantas de reciclaje de plásticos y matrices de yeso. Al mismo tiempo, este trabajo pretende contribuir a la economía circular y encontrar un uso alternativo a los desechos plásticos que son uno de los principales causantes de la contaminación del planeta.

Se fabricarán probetas de yeso con fibras embebidas perpendicularmente para ensayarlas mediante el ensayo de pull-out sincronizado con un sistema de correlación de imágenes. De este modo se logra correlacionar la fuerza necesaria para extraer la fibra del interior de la matriz de yeso con la longitud extraída.

2. TRABAJO EXPERIMENTAL

2.1. Fabricación de probetas

En los ensayos de pull-out se han empleado tres tipos de fibras poliméricas diferentes, PET, MDPE y PP, introduciéndolas en la matriz en dos profundidades distintas: 20 y 30 mm. Además, en dos de ellas se han utilizado dos tipos de geometría. Las fibras tienen una longitud de 100 mm y 3 mm de ancho y la matriz de las probetas se ha fabricado de yeso.

La Tabla 1 muestra la nomenclatura utilizada para denominar cada una de las probetas ensayadas, diferenciando tipo de fibra, profundidad de embebimiento y geometría.

Tabla 1. Nomenclatura empleada en los ensayos de pull-out con probetas de yeso y fibras poliméricas recicladas.

Tipo	Descripción	Nomenclatura
Matriz	Yeso	Y
Fibras	PET	PET
	MDPE	MDPE
	PP	PP
Geometría	Lisas	0
	Onduladas	1
Profundidad	20 mm	20
	30 mm	30

Las fibras de MDPE y PP empleadas provienen de una planta de reciclaje de plásticos, mientras que las fibras de PET se obtienen recortando un envase comercial de bebidas. La geometría y profundidad de embebimiento en la matriz que se han estudiado son resultado de un análisis anterior, en el que se llegó a la conclusión que éstas eran las mejores condiciones en las que las fibras

pueden tener una mayor adherencia fibra-matriz, y por tanto, tener una mayor resistencia a extraerse del interior de la probeta.

Las probetas elaboradas son prismáticas con unas dimensiones de 32 x 32 x 40 mm, fabricadas según la norma UNE-EN 13279-2 [6], en las que se han introducido perpendicularmente las diferentes fibras poliméricas a las profundidades especificadas en la tabla 1, dando como resultado las probetas que se muestran en la Figura 1.

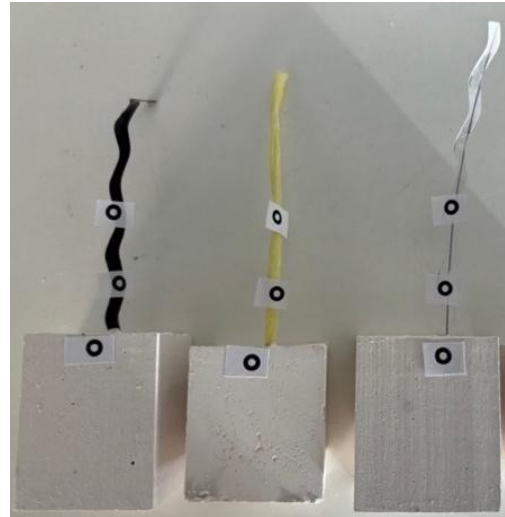


Figura 1. Algunas probetas utilizadas en los ensayos de pull-out.

2.2. Ensayo de pull-out

El ensayo de pull-out consiste en realizar un esfuerzo a tracción sobre una fibra embebida en el interior de una matriz a una profundidad determinada para caracterizar la interfase existente entre fibra-matriz, dando como resultado un diagrama fuerza-desplazamiento con el que se estudia su evolución durante el ensayo.

El ensayo se ha realizado con una máquina de ensayos Instron 5967, aplicando la fuerza de tracción a una velocidad de 1,2 mm/min hasta llegar a un desplazamiento máximo de 15 mm, empleando para ello el software “Bluehill 3”. La Figura 2 muestra un esquema del montaje del ensayo, así como una imagen obtenida durante uno de ellos, en la que se aprecian los puntos de referencia empleados para calcular la longitud de fibra extraída de la matriz durante el arrancamiento.

2.3. Correlación digital de imágenes (DIC)

Simultáneamente al ensayo de pull-out, se ha realizado una medición empleando la correlación digital de imágenes (DIC), como muestra la Figura 3, que, mediante la captura de imágenes, nos permite calcular desplazamientos y deformaciones. Estas capturas de imagen se realizan con una frecuencia de una imagen por segundo, pudiendo así monitorizar el

desplazamiento de la fibra en la matriz de yeso mediante los puntos de referencia que se pueden observar en la Figura 1. Además, para realizar la captura de imágenes se ha empleado el software “Flycapture 2”.

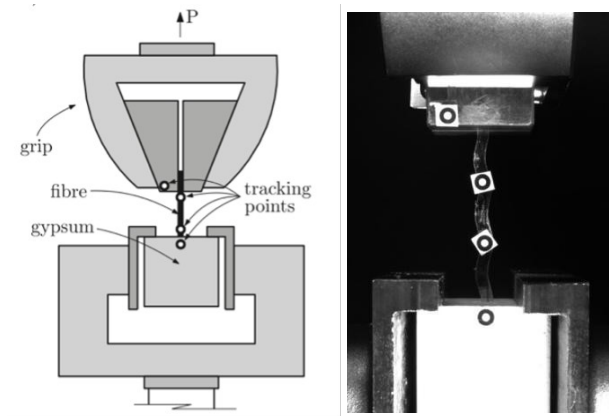


Figura 2. Ensayo de pull-out monitorizado con DIC.

La Figura 3 muestra el montaje del ensayo, en el que un ordenador controla la máquina universal y otro recoge las imágenes obtenidas con la cámara para su posterior postprocesado con DIC.

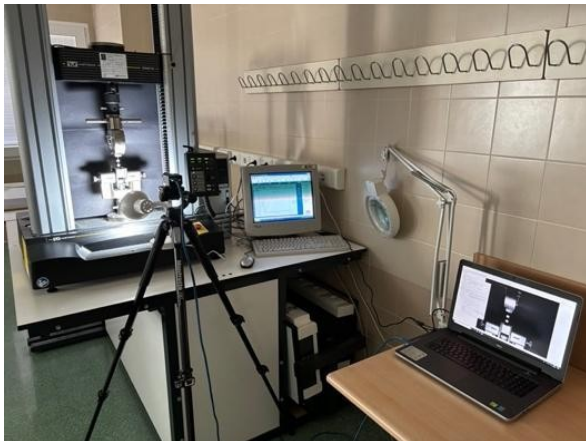


Figura 3. Ensayo de pull-out monitorizado con DIC.

También, se ha utilizado el software “ImageJ” para obtener el desplazamiento entre dos puntos y obtener el deslizamiento producido entre la fibra y la matriz de yeso. Para el procesado de los datos, se ha calculado un valor al que se ha denominado *slip*.

El valor de *slip* indica la longitud de la fibra que es extraída de la matriz de yeso al realizar el esfuerzo de tracción sobre ella. Este valor se obtiene en píxeles, ya que se calcula a partir de imágenes digitales. Observando la Figura 4, se puede determinar que el *slip* es igual a la variación de longitud Δl_1^i menos el alargamiento producido en esa longitud l_1^0 debido al alargamiento elástico, que puede obtenerse a partir de la variación de longitud de l_2^0 , tal y como se muestra en la expresión (1).

$$slip^i = \Delta l_1^i - \frac{\Delta l_2^i}{l_2^0} \cdot l_1^0 \quad (1)$$

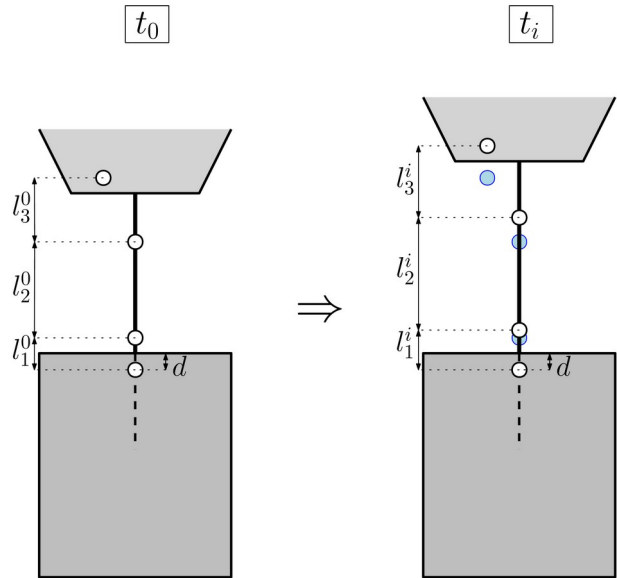


Figura 4. Esquema de parámetros empleados en el cálculo del *slip*.

3. MATERIALES

- Tereftalato de polietileno (PET)

Posee propiedades como ligereza, impermeabilidad y alta resistencia. Se destina principalmente a la fabricación de envases de bebidas.

- Polietileno de media densidad (MDPE)

Se caracteriza por ser resistente a los ácidos y su resistencia a impactos. Se utiliza para la fabricación de bolsas de transporte, accesorios de gas y tuberías.

- Polipropileno (PP)

Es un polímero termoplástico que presenta buena resistencia a tracción, flexión y fatiga, además de ser ligero y resistente a sustancias químicas. Se emplea en la fabricación de piezas de automóviles, envases para alimentos y elaboración de cuerdas y bolsas reutilizables.

La Figura 5 muestra las fibras empleadas, siendo las dos fibras transparentes, de PET, las dos de color negro, de MDPE y la amarilla, de PP.

- Yeso

El yeso empleado está compuesto por sulfato cálcico semihidratado, siendo una escayola E35 (A1) suministrada por la empresa Escayescos, que suele ser empleada en la fabricación de prefabricados de yeso.

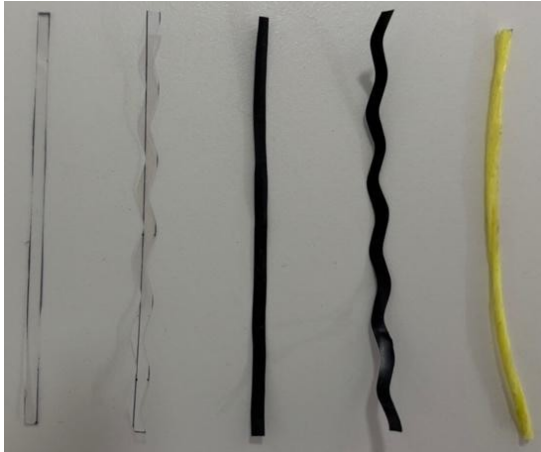


Figura 5. Fibras empleadas en los ensayos de pull-out.

4. RESULTADOS

Las gráficas que se muestran a continuación se presentan con diferentes colores y trazos para su mejor interpretación. Las líneas o barras con trazos discontinuos muestran las probetas con fibras lisas y los trazos continuos pertenecen a las probetas con fibras onduladas. De igual forma, cada uno de los diferentes plásticos empleados tienen asignado un color, siendo el azul empleado para las fibras de PET, el verde para las fibras de HDPE, el rojo para las fibras de MDPE y el negro y gris para las fibras de PP. También se diferencia entre las fibras embebidas a 20 ó 30 mm, representando los resultados correspondientes a las embebidas 20 mm con un color más claro y los de las embebidas a 30 mm con un color más oscuro, dentro de la gama de colores establecida para cada tipo de fibra.

En la Figura 6 se representan las curvas fuerza-desplazamiento, en la Figura 7 se muestran los valores medios de la carga máxima soportada por las fibras y en la Figura 8 los valores medios de *slip*. Además, estos valores se muestran de forma numérica en la Tabla 1.

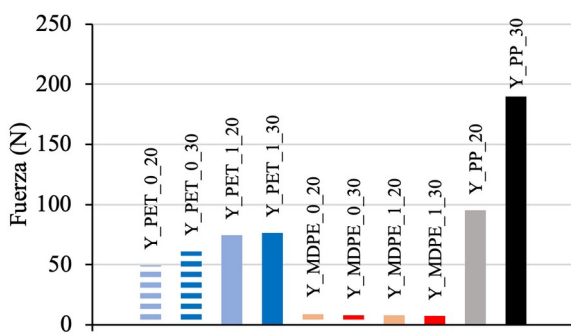


Figura 6. Gráfica fuerza-desplazamiento del ensayo de pull-out con probetas de yeso.

Observando los resultados obtenidos se puede apreciar cómo las fibras de MDPE no presentan apenas variación en sus resultados, ni entre las dos profundidades ensayadas, 20 y 30 mm, ni entre las dos geometrías empleadas, lisas y onduladas. Esto puede observarse en

las Figuras 6 y 7 y, de forma numérica, en la Tabla 2. Además, en la Figura 8 se puede observar que en estos casos el valor de *slip* es muy reducido, indicador de una buena adherencia fibra-matriz, pero, al ser los valores de fuerza muy bajos, puede deducirse que la fibra se deforma de manera plástica bajo una carga inferior a la requerida para su extracción. Esto hace que la fibra ofrezca una baja resistencia y sea descartada como fibra de refuerzo.

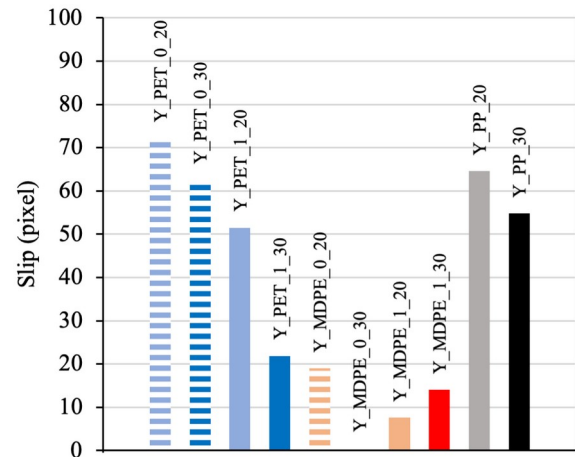


Figura 7. Resultados de fuerza máxima en ensayos de pull-out con probetas de yeso.

Las fibras de PET muestran un mejor rendimiento cuanto mayor es la profundidad de embebimiento, así como también alcanzan mayor carga cuando la geometría es ondulada, llegando a soportar fuerzas alrededor de los 70 N. Este mejor resultado de la fibra ondulada frente a la fibra lisa se debe a una mejor distribución de esfuerzos a lo largo de la longitud ondulada de la fibra, evitando concentraciones puntuales de tensiones y ofreciendo una mejor resistencia.

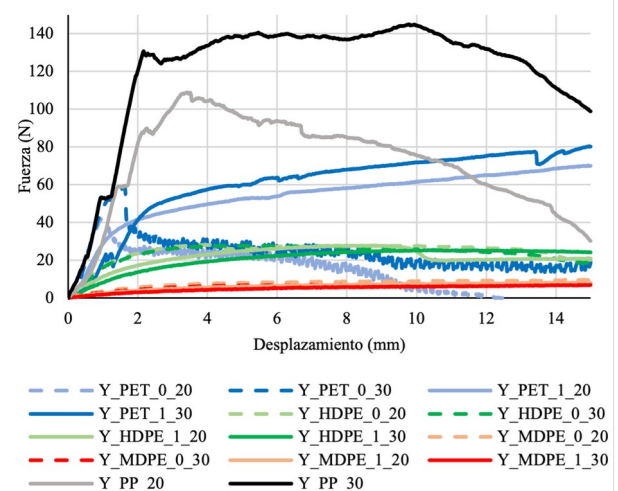


Figura 8. Resultados de *slip* en los ensayos de pull-out con probetas de yeso.

Las fibras de PP son las que notablemente proporcionan mejores resultados, como se muestra en las Figuras 6 y 7. En la Tabla 2 se puede comprobar cómo las fibras de PP llegan a soportar hasta 190 N de fuerza, alcanzando en la mayoría de los ensayos valores superiores a 100 N. Además, en la Figura 6 se puede observar cómo, una vez alcanzado su valor máximo de fuerza, la curva fuerza-desplazamiento no desciende de forma brusca, sino que es capaz de mantener una resistencia notable, que disminuye paulatinamente, debido a que la fibra no experimenta una rotura, sino un deterioro progresivo de su adherencia a la matriz.

Tabla 2. Resultados de los ensayos de pull-out con probetas de yeso.

Probetas	Media carga máxima (N)	Media slip (px)
Y_PET_0_20	49,15	72,11
Y_PET_0_30	60,75	62,51
Y_PET_1_20	74,36	51,48
Y_PET_1_30	76,24	21,87
Y_MDPE_0_20	9,37	18,94
Y_MDPE_0_30	8,01	0,57
Y_MDPE_1_20	8,09	7,61
Y_MDPE_1_30	7,36	14,00
Y_PP_20	95,05	64,52
Y_PP_30	189,64	54,75

5. CONCLUSIONES

En este trabajo se ha realizado un estudio para comprobar la viabilidad de emplear fibras procedentes de residuos plásticos como refuerzo en matrices de yeso. Se han realizado ensayos de pull-out con fibras embebidas a diferentes profundidades y con dos tipos de geometría. Del estudio realizado se pueden extraer las siguientes conclusiones:

- Las fibras de HDPE y MDPE presentan unos valores de carga muy reducidos.
- Las fibras onduladas tienen una mejor distribución de tensiones a lo largo de su curvatura, además de proporcionar un mejor agarre mecánico con la matriz de yeso.
- Las fibras con mejores resultados han sido las fibras de PP, presentando una buena adherencia fibra-matriz, además de conseguir unos elevados valores de carga soportada, resistiendo valores superiores a los 150 N.

AGRADECIMIENTOS

Este trabajo es parte de la ayuda PID2023-149321OA-C33 (NUMFIB), financiada por el Ministerio de Ciencia, Innovación y Universidades de España, por la

Agencia Estatal de Investigación (10.13039/501100011033) y por el FSE+.

REFERENCIAS

- [1] F. Iucolano, D. Caputo, F. Leboffe, B. Liguori. *Mechanical behavior of plaster reinforced with abaca fibers*. Construction and Building Materials, 99 (2015) 184-191.
- [2] N. Sakthieswaran, M. Sophia. *Prosopis juliflora fibre reinforced green building plaster materials—An eco-friendly weed control technique by effective utilization*. Environmental Technology & Innovation, 20 (2020) 101158
- [3] J.S. Alcaraz, I.M. Belda, E.J. Sanchis, J.M.G. Borrell. *Mechanical properties of plaster reinforced with yute fabrics*. Composites Part B: Engineering, 178 (2019) 107390.
- [4] M.G. Alberti, A. Enfedaque, J.C. Gálvez. *Fracture mechanics of polyolefin fibre reinforced concrete: Study of the influence of the concrete properties, casting procedures, the fibre length and specimen size*. Engineering Fracture Mechanics, 154 (2016) 225-244.
- [5] F. Suárez, L. Felipe-Sesé, F.A. Díaz, J.C. Gálvez, M.G. Alberti. *On the fracture behaviour of fibre-reinforced gypsum using micro and macro polymer fibres*. Construction and Building Materials, 244 (2020) 118347.
- [6] UNE-EN 13279-2. Yesos de construcción y conglomerantes a base de yeso para la construcción. Parte 2: Métodos de ensayo, AENOR, 2006.
- [7] J.L. García, F. Suárez. *Estudio de la interfase fibra-matriz entre fibras PET y matrices de yeso y mortero de cemento*. Revista de Mecánica de la Fractura, Vol. 5 (2023)

ESTUDIO NUMÉRICO DE ENSAYOS DE TRACCIÓN INDIRECTA DE HORMIGÓN DE ULTRA-ALTA RESISTENCIA PARA AMPLIACIÓN DE CURVAS DE EFECTO DE TAMAÑO

B. Sanz^{1*}, J. Planas¹, J. Sancho^{1,2}

¹Dep. de Ciencia de Materiales, E.T.S. de Ingenieros de Caminos, Canales y Puertos, Universidad Politécnica de Madrid, C/ Profesor Aranguren 3, 28040 Madrid, España

²Dep. de Estructuras de Edificación, E.T.S. de Arquitectura, Universidad Politécnica de Madrid, Avda. Juan de Herrera 4, 28040 Madrid, España

*Persona de contacto: beatriz.sanz@upm.es

RESUMEN

El hormigón de ultra-alta resistencia reforzado con fibras es un material emergente con alto interés científico y tecnológico que todavía requiere investigación en cuanto a la determinación de los parámetros que definen su comportamiento en fractura. Centrándonos en la resistencia a tracción, entendida como la tensión de iniciación de fisuración, en trabajos anteriores se estudió la posibilidad de utilizar una versión del ensayo de tracción indirecta con instrumentación adecuada con resultados satisfactorios, debido a la aparición de un máximo local. Sin embargo, es necesario un estudio paramétrico del efecto de tamaño y de las propiedades del material. Por otro lado, algunas de las mezclas utilizadas hoy en día presentan valores fuera de los rangos estudiados en las curvas disponibles de efecto de tamaño de hormigón y otros materiales casi-frágiles, como se encontró en otro trabajo realizado en colaboración con la Asociación Nacional de Fabricantes de Traviesas de Ferrocarril. En el artículo actual se analizan los factores de las simulaciones de ensayos con probetas cilíndricas utilizando elementos finitos con fisura cohesiva, tales como el uso de elementos junta en el plano de fisuración principal y los parámetros modificables en estudios adimensionales, como base de los futuros estudios paramétricos detallados correspondientes.

PALABRAS CLAVE: Fisura cohesiva, Ensayo de tracción indirecta, Hormigón reforzado con fibras, Material casi-frágil, Método de los elementos finitos

ABSTRACT

Ultra-high performance fibre-reinforced concrete is an emergent material with a high scientific and technological interest which still requires research about the determination of the parameters that define its fracture behaviour. Focussing on the tensile strength, conceived as the stress corresponding to crack initiation, in previous works a version of indirect tensile tests with the adequate instrumentation was investigated, with satisfactory results, since a local maximum occurs. However, a parametric study is necessary to analyse the effect of the size and properties of the material. In addition, some of the mixtures used nowadays present values out of the ranges considered in the available size-effect curves of concrete and other quasi-brittle materials, as found in another work carried out in collaboration with the Spanish Association of Railway Sleeper Element Manufacturers. In the current paper, the factors of simulations of tests with cylindric specimens by using finite elements with a cohesive crack are analysed, such as the use of joint elements along the foreseeable cracking plane and the eligible parameters of dimensionless studies, to obtain the basis for the corresponding further parametric studies.

KEYWORDS: Cohesive crack, Diametral compression tests, Fiber reinforced concrete, Quasi-brittle material, Finite element method

1 INTRODUCCIÓN

El hormigón de ultra-alta resistencia reforzado con fibras, conocido por sus siglas en inglés como UHPFRC, es un material emergente con un alto interés científico y tecnológico, debido a sus propiedades mecánicas excelentes, como por ejemplo una resistencia a compresión varias veces la de un hormigón ordinario, que se consigue gracias al diseño de mezclas muy compactas [1, 2]. Sin embargo, la caracterización y modelado de su comporta-

miento mecánico, especialmente del comportamiento en fractura, todavía requiere investigación.

Centrándonos en la resistencia a tracción, entendida como la tensión de iniciación de fisuración, en trabajos anteriores se estudió como alternativa a los ensayos directos la posibilidad de utilizar una versión mejorada del ensayo de compresión diametral, también conocido como ensayo brasileño, con instrumentación adecuada [3, 4], ya que aparece un máximo local cercano a la resistencia a trac-

ción, como se comprobó mediante experimentos y simulaciones numéricas. Sin embargo, es necesario un estudio paramétrico sistemático del efecto de tamaño y de las propiedades del material para asegurar un diseño apropiado del experimento que permita detectar el máximo local y el valor de resistencia con suficiente precisión [5].

Por otro lado, en un estudio reciente realizado en colaboración con la Asociación Nacional de Fabricantes de Traviesas de Ferrocarril (AFTRAV) [6], cuyo objetivo era determinar los principales parámetros de fractura del hormigón en las fábricas utilizando una implementación particular del método de ensayos indirectos propuesto por Planas y colaboradores [7] y proporcionar verificación experimental del método, se puso de manifiesto la necesidad de ampliar las curvas de efecto de tamaño del ensayo brasileño propuestas por Rocco y colaboradores [8, 9], debido a que algunas de las mezclas utilizadas hoy en día presentan relaciones de geometría y longitud de fragilidad fuera de los rangos habituales. En un primer estudio numérico iniciado en [10] con resultados presentados en [11], se obtuvieron curvas de efecto de tamaño ampliadas para el caso de probetas cilíndricas, considerando las mismas relaciones entre el ancho de las bandas de reparto de la carga y diámetro que en el trabajo de Rocco y colaboradores. Sin embargo, en las simulaciones se utilizaron modelos bidimensionales con una zona refinada entre las bandas con tamaño de elemento dado, por lo que el número de elementos en cada caso fue diferente según el ancho de banda considerado, por lo que resulta conveniente mejorar el estudio utilizando modelos en los que no varíe la malla.

Dado el volumen de simulaciones a realizar en ambos casos, previo a la ampliación de los estudios, se van a realizar los ajustes correspondientes de los modelos y se van a explorar técnicas que reduzcan el coste computacional, como aprovechar la simetría del problema y utilizar una capa de elementos junta en el plano donde se espera se ha comprobado se forma una fisura principal frente a utilizar modelos completos de las probetas. En el presente artículo se presentan las bases para el caso de probetas cilíndricas, aunque en el futuro el estudio se ampliará al caso de probetas cúbicas. En particular, se resumen las características de las simulaciones adimensionales, se analiza la influencia del número de elementos en modelos simplificados, y se comparan los resultados de simulaciones de cilindros completos con elementos fisurables en todo el dominio y de cuartos de cilindros con una capa de elementos junta. Todas las simulaciones se han realizado utilizando el programa de elementos finitos COFE (*Continuum Oriented Finite Element*) con elementos finitos con fisura embebida adaptable [12] que siguen el modelo de fisura cohesiva introducido por Hillerborg y colaboradores [13].

En el artículo, siguiendo a esta introducción, la Sec. 2 resume el modelo de fractura del hormigón, las bases de las simulaciones y los parámetros, la Sec. 3 analiza los resultados y la Sec. 4 presenta las conclusiones principales.

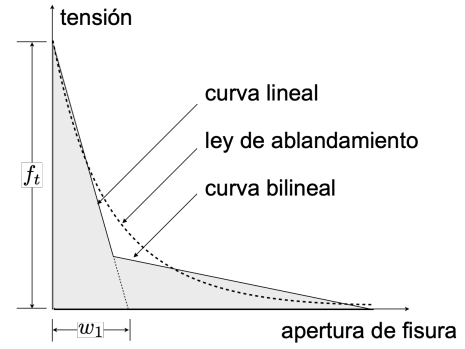


Figura 1. Ley de ablandamiento y aproximación mediante una curva bilineal.

2 MODELO NUMÉRICO

Para las simulaciones numéricas se ha seguido la técnica presentada en [14, 4], cuyos aspectos principales se resumen a continuación.

2.1 Modelo de fractura

Para el comportamiento en fractura del hormigón, se ha utilizado el modelo de fisura cohesiva de Hillerborg [13], en el que se supone que cuando una fisura se abre en Modo I, todavía transmite tensión σ entre sus caras siguiendo una relación única $f(w)$ que se conoce como *ley de ablandamiento* y que es función de la apertura de fisura w . Para cargas genéricas, se asume una ley tensión-separación vectorial, considerando el vector tensión $\mathbf{t}$ que actúa en una de las caras de la fisura y el vector desplazamiento $\mathbf{w}$. A nivel numérico, se ha utilizado el modelo generalizado presentado en [15], en el que se tiene en cuenta la relación α^2 entre las energías de fractura en modos II y I y la relación β^2 entre las rigideces a cortante y normal a través de la siguiente ley vectorial:

$$\mathbf{t} = \frac{f(\kappa)}{\kappa} (w_n \mathbf{n} + \beta^2 \mathbf{w}_s), \quad \kappa = \max[w^{eq}(\mathbf{w})] \quad (1)$$

donde w_n y $\mathbf{w}_s$ son las componentes normal y tangencial del vector desplazamiento, respectivamente, $\mathbf{n}$ es la normal unitaria a la cara de referencia de la fisura, y κ una variable de daño que se calcula en función de una separación equivalente w^{eq} , que se define conjuntamente con una tensión equivalente t^{eq} como:

$$w^{eq} := \sqrt{w_n^2 + \frac{\beta^2}{\alpha^2} w_s^2}, \quad t^{eq} := \sqrt{t_n^2 + \frac{t_s^2}{\alpha^2 \beta^2}} \quad (2)$$

siendo w_s el módulo de la componente tangencial de desplazamiento, y t_n y t_s el módulo de las componentes normal y tangencial del vector tensión, respectivamente. En este trabajo suponemos $\alpha = \beta = 1.0$, conforme a los resultados presentados en [15].

Como ley de ablandamiento, en este trabajo se ha seleccionado una ley lineal, definida por la resistencia a tracción f_t y la abscisa de corte w_1 , como muestra la Figura 1. Esta ley es adecuada para reproducir el comportamiento de fisuras con apertura pequeña, como las que se

Tabla 1. Parámetros en las simulaciones: módulo de elasticidad adimensional E^* y relación entre la segunda longitud de fragilidad y el diámetro ℓ_2/D .

E^*	1.0	2.0	4.0	8.0	16.0
ℓ_2/D	1.0	2.0	4.0	8.0	16.0

esperan en el entorno del máximo en el material sin reforzar, pero se utilizará una ley bilineal como la esquematizada en simulaciones de material con fibras o casos en los que se detecte que el máximo ocurre para aperturas mayores que el correspondiente al punto de quiebro de la ley bilineal.

2.2 Características de las simulaciones

Las simulaciones se han realizado utilizando el programa de elementos finitos COFE (*Continuum Oriented Finite Element*), que implementa elementos con fisura embebida adaptable [12]. En estos, la fisura puede cambiar su orientación en función del campo local de tensión principal mayor, hasta que se alcanza una apertura límite $w_{th} = \alpha' w_1$, donde $\alpha' = 0.2$ es el factor de adaptación.

Para el estudio numérico, se han realizado simulaciones adimensionales, utilizando la técnica presentada en [14], en la que se considera una ley de ablandamiento adimensional, de manera que todos los valores de tensión σ se dividen por f_t , los valores de desplazamiento y apertura de fisura se dividen por w_1 , y los valores de longitudes y geometría se dividen por el diámetro de la probeta D . Como resultado, el módulo de elasticidad de las simulaciones también está escalado, y resulta:

$$E^* = \frac{\ell_2}{D}, \quad \ell_2 := \frac{E w_1}{f_t} \quad (3)$$

donde ℓ_2 es una longitud característica del material, que llamamos *segunda longitud de fragilidad* y está relacionada con la longitud de fragilidad ℓ_1 utilizada en otros trabajos [8, 9, 7] siendo $\ell_2 = 2\ell_1$.

Puesto que el efecto de tamaño se puede analizar modificando la relación ℓ_1/D , como en [8, 9], lo que se consigue modificando D o cualquiera de los parámetros que intervienen en la definición de ℓ_1 , en este trabajo se ha optado por modificar E , manteniendo constantes el resto de parámetros. Para el material sin fisurar se supone un comportamiento elástico lineal, con coeficiente de Poisson $\nu = 0.17$ y módulo de elasticidad adimensional E^* variable. La Tabla 1 muestra los valores de este parámetro, y la relación ℓ_2/D correspondiente, manteniéndose el resto de parámetros adimensionales $f_t^* = w_1^* = 1.0$. Nótese que un aumento en la relación ℓ_2/D es equivalente a disminuir el tamaño de la probeta o considerar un material menos frágil.

Para el estudio se han definido dos tipos de modelos bidimensionales: muestras cilíndricas en las que todos los elementos son fisurables y cuartos de cilindros que incluyen una capa de elementos junta en el plano donde se espera la formación de una fisura principal, aprovechando la simetría del problema. La Figura 2 muestra un esquema de los dos modelos y la malla utilizada. En am-

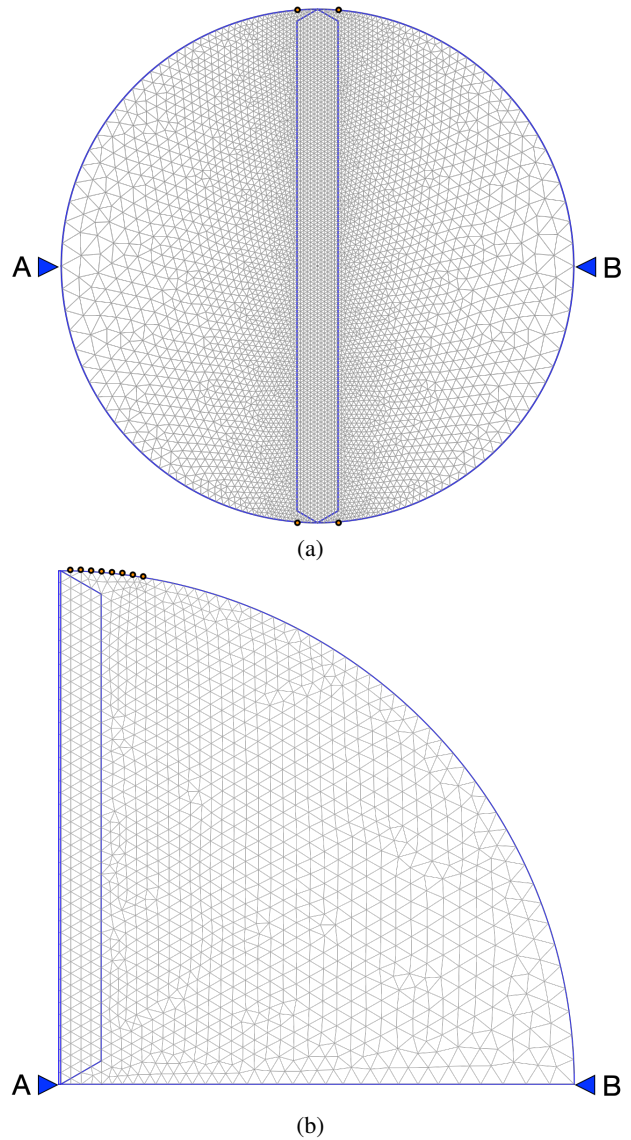


Figura 2. Modelos utilizados en este estudio: cilindro completo (a) y cuarto de cilindro con una capa de elementos junta en el plano de simetría vertical (b).

bos casos la malla se ha obtenido utilizando el programa Gmsh [16], con el algoritmo de mallado "Delaunay". Los elementos son triángulos con gradiente de deformación constante y fisura cohesiva embebida, y en el caso de un cuarto de cilindro se incluye una capa de elementos junta tipo cuadriláteros de espesor inicial nulo en el plano vertical de simetría. En el modelo correspondiente al cilindro completo, Figura 2(a), se han considerado dos zonas con diferente refinamiento, delimitadas por las líneas azules: la zona central, estructurada para asegurar elementos con forma adecuada y mayor refinamiento para captar adecuadamente las fisuras, coincidiendo con el de las bandas de reparto de carga que contienen doce elementos y están delimitadas por los nudos naranjas, y la zona exterior, no estructurada y con tamaño de elemento hasta siete veces mayor en la zona exterior correspondiente a los nudos centrales. En el modelo correspondiente a un cuarto de cilindro, Figura 2(b), se han considerado dos zonas de

manera acorde, estructurada y no estructurada, con ancho de la zona estructurada equivalente a la del modelo anterior. En este caso la malla está preparada para modificar el ancho de banda sin afectar al número de elementos, para lo que se han incluido los nudos señalados en naranja. Se han considerado refinamientos con 4, 8, 16 y 32 elementos en la zona central, para seleccionar el tamaño óptimo. La comparación de los dos modelos descritos se ha realizado con un refinamiento de 4 elementos en la zona central, que corresponde a la imagen de la figura, lo que proporciona suficiente precisión, pero para la ampliación de curvas de efecto de tamaño se considerará un mayor refinamiento, conforme a los resultados de la Sección 3.

Las simulaciones se han llevado a cabo con control de desplazamiento entre los dos puntos que definen el diámetro perpendicular al eje de carga (puntos A y B en la Figura 2), y se ha aplicado carga uniforme en las líneas que representan las bandas de reparto de carga, con ancho $b/D = 0.08$ en todos los casos incluidos en este artículo, imponiendo un vector tensión uniforme en los modelos de cilindros completos, y un tensor de tensiones uniforme en los modelos de cuartos de cilindros. El tamaño de los pasos se ajustó en cada caso para captar el máximo con suficiente resolución.

3 RESULTADOS

A partir de la carga P resultante de las simulaciones, se calculó la tensión nominal σ_N siguiendo la fórmula del estándar ASTM-C496 como:

$$\sigma_N = \frac{2P}{\pi DL} \quad (4)$$

donde D es el diámetro de la probeta y L la longitud.

La Figura 3 muestra las curvas adimensionales de tensión nominal frente a desplazamiento horizontal y las curvas de tensión nominal frente a apertura de fisura para cilindros completos y para cuartos de cilindros. Para la escala de las figuras, las diferencias entre las curvas son inapreciables, por lo que se considera adecuada la opción de utilizar simulaciones con cuartos de cilindros y una capa de elementos junta en el plano de simetría vertical. Como se observa en las curvas de tensión frente a desplazamiento adimensionales, Figura 3(a), el pico de las curvas es menos abrupto al aumentar la relación ℓ_2/D y tiene un valor cada vez más alejado de la resistencia a tracción teórica f_t del material, de acuerdo con los resultados presentados en [9], por lo que resulta necesario obtener expresiones analíticas para corregir el valor de resistencia a tracción f_{ts} determinada a partir del ensayo brasileño para nuevas mezclas, lo que se abordará en los estudios numéricos futuros mencionados. Las curvas de tensión frente a apertura de fisura adimensionales, Figura 3(b), son equivalentes a las anteriores, salvo por la contribución elástica del material, lo que permite observar que el máximo se alcanza para aperturas de fisura cada vez mayores con el aumento de ℓ_2/D .

Además de la diferencia en el valor y forma del pico, se observa una diferencia en el patrón de fisuración. La Fi-

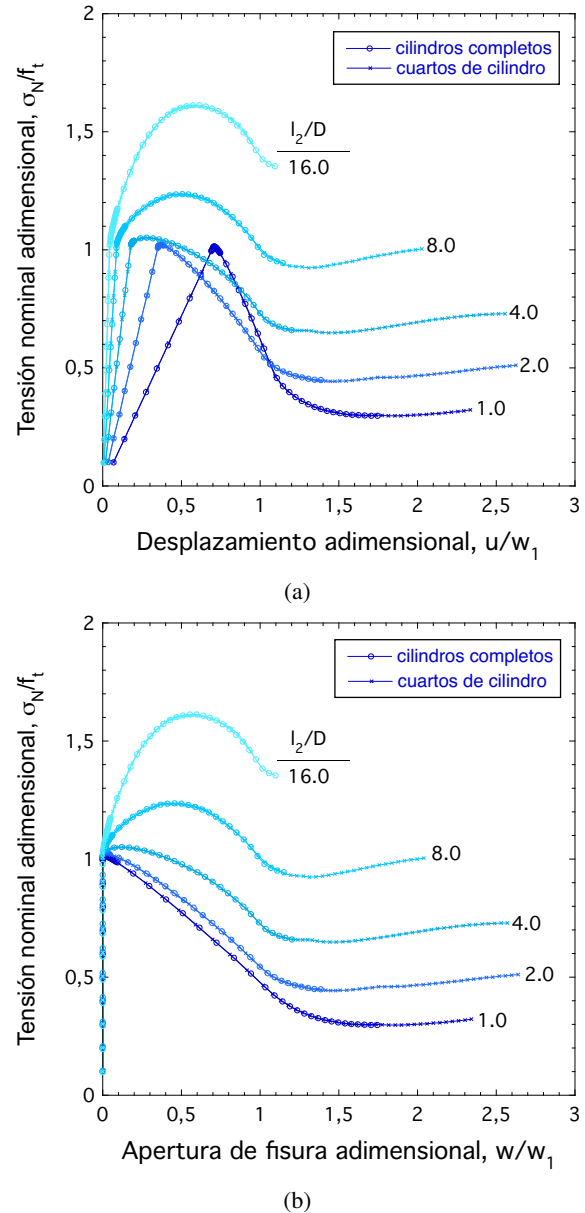


Figura 3. Curvas adimensionales de tensión nominal frente a desplazamiento horizontal y curvas de tensión nominal frente a apertura de fisura para cilindros completos (a) y cuartos de cilindro con una capa de elementos junta (b).

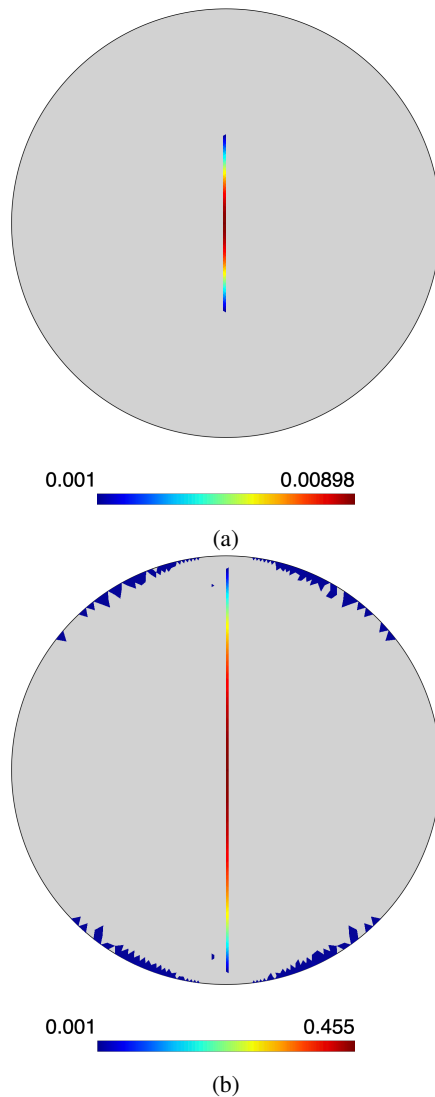


Figura 4. Patrón de fisuración obtenido en el máximo para modelos de cilindros completos con $\ell_2/D = 1.0$ (a) y $\ell_2/D = 8.0$ (b).

gura 4 muestra el mapa de fisuras obtenido en el máximo para dos casos seleccionados de modelos de cilindros completos, con $\ell_2/D = 1.0$ y $\ell_2/D = 8.0$, con indicación de la apertura de fisura adimensional. En todos los casos se forma una fisura principal en el plano de simetría vertical que se propaga desde el centro hasta los extremos, lo que justifica el uso de elementos junta en los modelos simplificados. En el caso más frágil, Figura 4(a), la fisura tiene una apertura muy pequeña, mucho menor que w_{th} , lo que significa que a nivel numérico la fisura no ha localizado, mientras que en el otro caso considerado, Figura 4(b), la fisura en el máximo está mucho más abierta y se forman además fisuras secundarias próximas al contorno del cilindro.

La Figura 5 muestra una vista ampliada en el máximo de las curvas adimensionales de tensión nominal frente a desplazamiento horizontal para cuartos de cilindro con varios tamaños de malla, con indicación del número de elementos en el ancho de la zona con malla estructural.

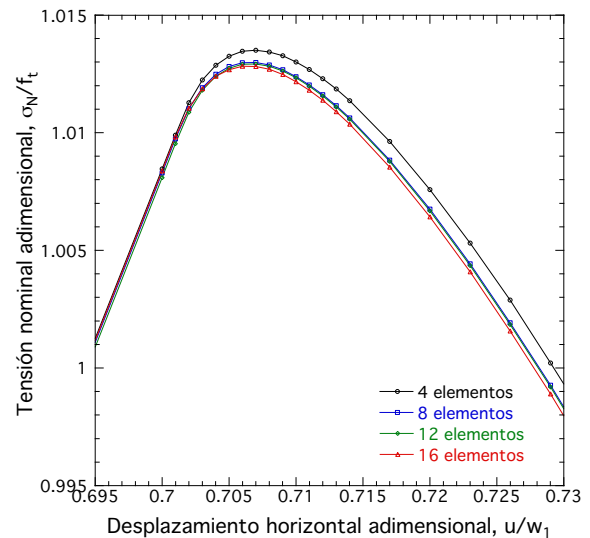


Figura 5. Curvas adimensionales de tensión nominal frente a desplazamiento horizontal para cuartos de cilindro con tamaños de malla que contienen en el ancho de la zona estructurada el número de elementos indicado en la leyenda.

da. Se observa que la diferencia en la determinación del máximo es despreciable, menor del 0.07% entre la curva más refinada y la más gruesa, por lo que la malla con 4 elementos en la zona estructurada se considerada adecuada para los fines del presente estudio. Sin embargo, para las simulaciones definitivas para ampliación de las curvas de efecto de tamaño se considerará la malla con 8 elementos, para mejorar la precisión en la determinación del máximo.

4 CONCLUSIONES

En este trabajo se ha presentado un estudio de las simulaciones de ensayos brasileños de probetas cilíndricas, analizando factores como el tamaño de la malla y el uso de modelos de cilindros completos con todos los elementos fisurables frente a modelos de cuartos de cilindros con una capa de elementos junta en el plano de simetría vertical. Las principales conclusiones del estudio son las siguientes:

- Los dos modelos considerados, cilindros completos con todos los elementos fisurables y cuartos de cilindros que incorporan una capa de elementos junta en el plano donde se forma una fisura principal, son adecuados para la ampliación de las curvas de efecto de tamaño, con curvas de resultados que se solapan.
- En ambos casos se obtiene un pico marcado en las curvas de tensión frente a desplazamiento horizontal y en las de tensión frente a apertura de fisura, próximo a la resistencia a tracción del material en el caso de probetas con relación ℓ_2/D bajas, es decir, frágiles. Sin embargo, el pico es menos abrupto y tiene un valor mayor al aumentar ℓ_2/D , en co-

herencia con los resultados presentados en [9], lo que pone de manifiesto la necesidad de obtener expresiones analíticas actualizadas para mezclas con valores D/ℓ_1 fuera de los rangos habituales.

- El refinamiento de la malla en los modelos de un cuarto de cilindro tiene una influencia pequeña en el pico, pero en los estudios numéricos de ampliación de las curvas de efecto de tamaño se seleccionarán mallas con 8 elementos en el ancho de la zona estructura para disminuir el error.

AGRADECIMIENTOS

La publicación es parte del proyecto PID2021-125553NB-I00, financiado por MCIN/AEI/10.13039/501100011033/FEDER, UE.

REFERENCIAS

- [1] M. Yudenfreund, I. Odler, and S. Brunauer. Hardened portland cement pastes of low porosity i. materials and experimental methods. *Cement and Concrete Research*, **2**(3), 313 – 330, 1972.
- [2] D. Roy, G. Gouda, and A. Bobrowsky. Very high strength cement pastes prepared by hot-pressing and other high-pressure techniques. *Cement and Concrete Research*, **2**, 349–366, 05 1972.
- [3] B. Sanz, J. Planas, V. Rey de Pedraza, R. Sancho, J. Sanz, J. Sancho, and F. Gálvez. Experimental and numerical analysis of brazilian tests in the determination of the tensile strength of uhpfr. *Revista de Mecánica de la Fractura*, **2**, 41–46, 2021.
- [4] B. Sanz, J. Planas, V. R. de Pedraza, R. Sancho, J. M. Sancho, and F. Gálvez. Numerical and experimental study of initiation of cracking of uhpfr by means of brazilian tests. *Theoretical and Applied Fracture Mechanics*, **118**, 103276, 2022.
- [5] B. Sanz, J. Planas, and J. M. Sancho. Simulation of brazilian tests of ultra-high performance fibre-reinforced concrete. In *Computational Modelling of Concrete and Concrete Structures*, pages 130–137, 2022.
- [6] B. Sanz, J. Planas, and L. Albajar. Experimental verification of indirect tests for stress-crack opening curve of concrete in tension from a round robin test: application to railway sleeper elements. *Materials and Structures*, **55**(8), 217, 2022.
- [7] J. Planas, G. V. Guinea, J. C. Gálvez, B. Sanz, and A. M. Fathy. Chapter 3. indirect tests for stress-crack opening curve. In J. Planas, editor, *Report 39: Experimental Determination of the Stress-Crack Opening Curve for Concrete in Tension - Final report of RILEM Technical Committee TC 187-SOC*, pages 13–29. RILEM Publications SARL, 2007.
- [8] C. Rocco, G. V. Guinea, J. Planas, and M. Elices. Size effect and boundary conditions in the brazilian test: Experimental verification. *Materials and Structures*, **32**(3), 210–217, 1999.
- [9] C. Rocco, G. V. Guinea, J. Planas, and M. Elices. Size effect and boundary conditions in the brazilian test: Theoretical analysis. *Materials and Structures*, **32**, 437–444, 1999.
- [10] C. Ramos. Ampliación de las curvas de efecto de tamaño del ensayo brasileño en hormigón mediante el método de los elementos finitos. Master's thesis, Universidad Politécnica de Madrid, 2023.
- [11] B. Sanz, J. Planas, and C. Ramos. Simulaciones de ensayos de tracción en probetas cilíndricas de hormigón para ampliación de las curvas de efecto de tamaño. *Revista de Mecánica de la Fractura*, **7**, 143–148, 2024.
- [12] J. M. Sancho, J. Planas, D. A. Cendón, E. Reyes, and J. C. Gálvez. An embedded crack model for finite element analysis of concrete fracture. *Engineering Fracture Mechanics*, **74**(1-2), 75–86, 2007.
- [13] A. Hillerborg, M. Modéer, and P.-E. Petersson. Analysis of crack formation and crack growth in concrete by means of fracture mechanics and finite elements. *Cement and Concrete Research*, **6**(6), 773–781, 1976.
- [14] J. Planas, B. Sanz, and J. Sancho. Numerical analysis of size-effect in uhpfr beams subjected to wide-span four-point bending. *Revista de Mecánica de la Fractura*, **1**, 149–154, 2021.
- [15] J. Planas, B. Sanz, and J. M. Sancho. Vectorial stress-separation laws for cohesive cracking: in concrete and other quasibrittle materials. *International Journal of Fracture*, **223**(77–92), 2020.
- [16] C. Geuzaine and J.-F. Remacle. Gmsh: A 3-d finite element mesh generator with built-in pre- and post-processing facilities. *International Journal for Numerical Methods in Engineering*, **79**(11), 1309–1331, 2009.

PROCEDIMIENTO PARA LA CALIBRACIÓN AUTOMÁTICA DE LOS PARÁMETROS DE FRACTURA DE UN HORMIGÓN REFORZADO CON FIBRAS

F. Suárez^{1*}, J.F. Aceituno¹, J. Donaire¹

¹ Departamento de Ingeniería Mecánica y Minera, Universidad de Jaén, EPS de Linares
Campus Científico Tecnológico de Linares, Cinturón Sur, s/n 23700 Linares (Jaén), España.

* Persona de contacto: fsuarez@ujaen.es

RESUMEN

En los últimos años se han propuesto modelos numéricos para reproducir el comportamiento mecánico del hormigón con fibras empleando un diagrama de ablandamiento trilineal, definido por seis parámetros incluyendo valores de tensiones (f_t, f_k, f_r) y de apertura de fisura (w_k, w_r, w_f). La calibración de estos parámetros generalmente resulta en un proceso de prueba y error que implica un número elevado de simulaciones hasta identificar los valores que se ajustan al comportamiento observado experimentalmente. En este trabajo se presenta un procedimiento de calibración para estos parámetros empleando un modelo de fisura distribuida desarrollado en el software de elementos finitos OOFEM y el paquete de optimización de la librería SciPy de Python, ambos de acceso libre. Se emplea el algoritmo de Nelder-Mead para ajustar los resultados numéricos al diagrama experimental y analiza aspectos clave como el número de puntos de referencia utilizados en el proceso de calibración y los factores de ponderación aplicados a éstos. Para evaluar el ajuste numérico se define un factor de desviación que se reduce cuando el ajuste numérico se aproxima al diagrama experimental en los puntos de referencia definidos. Este procedimiento permite calibrar los seis parámetros de forma automática, reduciendo significativamente el tiempo de calibración y con una alta precisión.

PALABRAS CLAVE: Fractura, OOFEM, SciPy, HRC, calibración automática.

ABSTRACT

In recent years, some studies have proposed numerical models to reproduce the mechanical behaviour of fiber-reinforced concrete using a trilinear softening diagram defined by six parameters, including stress values (f_t, f_k, f_r) and crack opening values (w_k, w_r, w_f). The calibration of these parameters usually consists of a trial-and-error process involving a large number of simulations to identify the values that match the experimental results. This work presents a calibration procedure for these parameters using a smeared crack model developed in the finite element software OOFEM and the optimization package from Python's SciPy library, both freely available. The Nelder-Mead algorithm is used to adjust the numerical results to the experimental diagram and key aspects such as the number of reference points used in the calibration process and the weighting factors applied to them are analysed. A deviation factor is defined to evaluate the numerical adjustment, this factor decreases as the numerical results approach the experimental diagram at the defined reference points. This procedure enables the automatic calibration of the six parameters, with a significant reduction of the required time and providing high accuracy.

KEYWORDS: Fracture, OOFEM, SciPy, FRC, automatic calibration.

1. INTRODUCCIÓN

El hormigón reforzado con fibras (HRF) es un material cuya aplicación no es nueva [1], pero cuyo uso ha aumentado en los últimos años, en parte debido a su inclusión en normativas estructurales de referencia [2-3]. Este interés ha motivado numerosos estudios experimentales centrados en analizar cómo distintos factores de fabricación afectan sus propiedades en estado fresco y endurecido. Además, y de forma paralela, se han desarrollado diversas estrategias para la modelización numérica de la fractura en HRF [5-8],

destacando el empleo de un diagrama de ablandamiento trilineal.

El diagrama trilineal se define mediante seis parámetros ($f_t, f_k, f_r, w_k, w_r, w_f$) que relacionan la apertura de fisura con la tensión y dependen de propiedades físicas del HRF, como la resistencia del hormigón, la longitud de las fibras o su proporción en la mezcla [9]. La definición de estos parámetros requiere un proceso de calibración en el que se comparan curvas numéricas y experimentales, que emplea un análisis inverso basado en ensayos experimentales con probetas entalladas y

simulaciones numéricas no lineales. Dado el número de parámetros involucrados, este proceso implica un ajuste iterativo que, como valor aproximado, puede suponer la creación de unos 25 modelos.

Por otro lado, el diagrama trilineal ha sido utilizado previamente en modelos de fractura embebida [9] y, más recientemente, ha sido implementado en un modelo de fisuración difusa en el código de elementos finitos OOFEM [10].

En este trabajo se propone un procedimiento de calibración automática de los parámetros del diagrama trilineal empleando puntos de referencia de la curva experimental y el algoritmo de optimización Nelder-Mead, disponible en SciPy [11]. El artículo se estructura de la siguiente manera: en la segunda sección se describe brevemente el modelo de fisuración difusa utilizado y el diagrama trilineal. La tercera sección detalla el procedimiento de calibración, incluyendo la definición del factor de desviación empleado para comparar las curvas numéricas y experimentales, así como el algoritmo Nelder-Mead utilizado en el proceso de optimización. En la cuarta sección, el algoritmo se aplica a un ensayo experimental de flexión en tres puntos, analizando dos aspectos clave: i) la influencia del número de puntos de referencia en la calibración y ii) el impacto de los factores de ponderación aplicados a estos puntos. Finalmente, se resumen las principales conclusiones.

2. OBJETIVO

El objetivo de este trabajo es desarrollar un procedimiento de calibración automático que permita caracterizar correctamente los parámetros que describen el comportamiento de un hormigón reforzado con fibras, definido con un diagrama de ablandamiento trilineal. A continuación se describe de forma resumida el modelo de fisura difusa empleado y se detallan los seis parámetros que han de calibrarse para caracterizar el material. El lector puede consultar una descripción más detallada del modelo en [8].

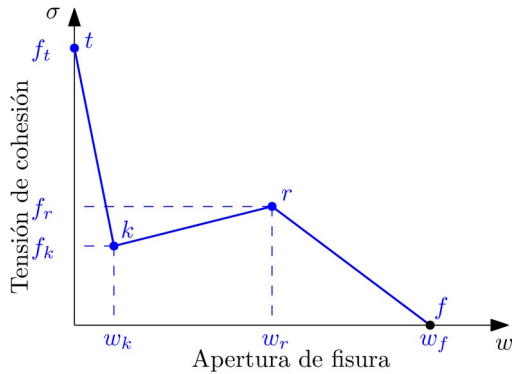


Figura 1. Diagrama de ablandamiento trilineal.

2.1. Modelo de fisuración con diagrama de ablandamiento trilineal

En este modelo, el daño se introduce numéricamente en el material mediante el parámetro de daño ω , que varía entre 0 (sin daño) y 1 (completamente dañado), y reduce la resistencia del material a través del tensor de rigidez D de la siguiente manera:

$$D = (1 - \omega) D_e \quad (1)$$

donde D_e representa el tensor elástico.

El daño se relaciona con la deformación del material a través de la deformación equivalente que, en este caso, se obtiene con la siguiente expresión, basada en el criterio de Rankine:

$$\varepsilon_{eq} = \frac{1}{E} \sqrt{\sum_{I=1}^3 \langle \bar{\sigma}_I \rangle^2} \quad (2)$$

donde E representa el módulo elástico del hormigón, $\bar{\sigma}_I$ las tensiones principales ($I = 1, 2, 3$), siendo $\langle \bar{\sigma}_I \rangle$ sus valores positivos.

El valor del parámetro de daño ω se obtiene para cada una de las ramas del diagrama trilineal con las siguientes expresiones:

- Entre los puntos t y k :

$$\omega = \frac{E}{E + h \left(\frac{f_k - f_t}{w_k} \right)} - \frac{1}{\varepsilon_{eq}} \frac{E \varepsilon_0}{E + h \left(\frac{f_k - f_t}{w_k} \right)} \quad (3)$$

Tramo $k-r$: $\varepsilon_k \leq \varepsilon_{eq} < \varepsilon_r$

$$\omega = \frac{E}{E + h \left(\frac{f_r - f_k}{w_r - w_k} \right)} + \frac{1}{\varepsilon_{eq}} \cdot \frac{w_k \left(\frac{f_r - f_k}{w_r - w_k} \right) - f_k}{E + h \left(\frac{f_r - f_k}{w_r - w_k} \right)} \quad (4)$$

Tramo $r-f$: $\varepsilon_r \leq \varepsilon_{eq} \leq \varepsilon_f$

$$\omega = \frac{E}{E + h \left(\frac{-f_r}{w_f - w_r} \right)} + \frac{1}{\varepsilon_{eq}} \cdot \frac{w_r \left(\frac{-f_r}{w_f - w_r} \right) - f_r}{E + h \left(\frac{-f_r}{w_f - w_r} \right)} \quad (5)$$

donde E representa el módulo de elasticidad del hormigón, ε_0 la deformación en la que se alcanza la resistencia a tracción f_t ($\varepsilon_0 = f_t/E$) y h el ancho de fisura, determinado proyectando el elemento finito en la dirección de la máxima deformación principal en el inicio del daño, según lo propuesto por Oliver [5], que garantiza que el proceso de fractura se adapte al tamaño del elemento y que la energía disipada sea la correcta. Dado que E es un valor conocido y que h depende de la geometría del elemento finito y se calcula en cada elemento durante la simulación numérica, es necesario calibrar seis parámetros para describir el comportamiento a fractura del FRC: $\varepsilon_0, f_k, f_r, w_k, w_r, w_f$.

3. PROCEDIMIENTO DE CALIBRACIÓN

3.1. Datos de entrada

El objetivo del procedimiento de calibración es determinar un conjunto de parámetros del material ($\varepsilon_0, f_k, f_r, w_k, w_r, w_f$) que permitan reproducir el comportamiento experimental de una probeta de hormigón reforzado con fibras (FRC) mediante un modelo numérico. Para ello, el proceso de calibración requiere tres elementos fundamentales:

- Un resultado experimental a ajustar, como un diagrama carga-desplazamiento.
- Un modelo de elementos finitos inicial que represente el ensayo experimental, incluyendo la geometría y las condiciones de contorno, pero sin definir las propiedades del material, ya que su determinación es el objetivo de la calibración.
- Valores iniciales de los parámetros a calibrar para iniciar el proceso.

3.2. Factor de desviación

Una vez definido el modelo inicial, se obtiene un resultado numérico que se compara con el diagrama experimental. Para cuantificar esta comparación, se define un valor escalar denominado λ , que permite evaluar la diferencia entre ambos diagramas y sirve como referencia en las iteraciones sucesivas para su minimización. Este valor, denominado en adelante factor de desviación, permite comparar los valores de carga numéricos y experimentales en puntos específicos y se define de la siguiente manera:

$$\lambda = \frac{\sum ||y_{i,exp} - y_{i,num}||}{\sum y_{i,exp}} \cdot weight_i \quad (6)$$

donde $y_{i,exp}$ representa la carga experimental en el desplazamiento de referencia i , $y_{i,num}$ es la carga numérica correspondiente en el desplazamiento de referencia i y $weight_i$ permite obtener un valor ponderado en el que algunos puntos de referencia pueden tener un mayor peso que otros en la calibración.

3.3. Algoritmo de calibración

Para ajustar los seis parámetros que definen el comportamiento del material, se utiliza el método de Nelder-Mead; se escoge este método porque no requiere información adicional sobre la función a minimizar. El método de Nelder-Mead hace uso de un *simplex* y evalúa la función en cada vértice, pudiendo resumir su funcionamiento en los siguientes pasos:

- **Inicialización y ordenación:** se evalúa la función en cada vértice del *simplex* y se ordenan de mejor a peor.
- **Reflexión:** se obtiene un punto de reflexión calculando el centroide de todos los vértices

(excluyendo el peor) y reflejándolo a través del vértice peor. Si el punto de reflexión devuelve un valor mejor que el segundo peor vértice pero no mejor que el mejor, el siguiente *simplex* se obtiene reemplazando el peor vértice por el punto de reflexión.

- **Expansión:** si el punto de reflexión devuelve un valor mejor que el mejor vértice, se obtiene un punto de expansión más allá del punto de reflexión. Si el punto de expansión devuelve un valor mejor que el punto de reflexión, reemplaza el peor vértice en el nuevo *simplex*.
- **Contracción:** si el punto de reflexión devuelve un valor peor que el segundo peor vértice pero mejor que el peor, se obtiene un punto de contracción.
- **Retracción:** si todas las operaciones anteriores no conducen a un *simplex* mejorado, se define un nuevo *simplex* moviendo todos los vértices hacia el mejor vértice.

La Figura 2 muestra un esquema de estas operaciones para un *simplex* en un espacio bidimensional, lo que permite una representación sencilla.

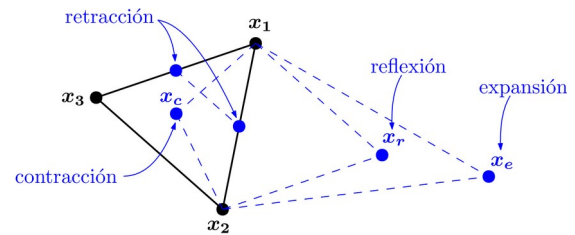


Figura 2. Esquema de funcionamiento del algoritmo Nelder-Mead.

Por lo tanto, el método de Nelder-Mead necesita una función a minimizar y un conjunto de parámetros a ajustar. En este caso, el objetivo es minimizar el factor de desviación definido por la ecuación (6), para lo que se define una función que calcula el factor de desviación para un conjunto específico de parámetros. La Figura 3 describe el funcionamiento de esta función, que recibe un modelo base de elementos finitos (FEM), un conjunto de parámetros a evaluar y un diagrama experimental para la comparación.

compute_dev_factor	
Input	
	• Modelo base FEM • Valores iniciales: ($\varepsilon_0, f_k, f_r, f_t, w_k, w_r$)₀ • Curva experimental
Output	
	• Factor de desviación: $\lambda = \frac{\sum y_{i,exp} - y_{i,num} }{\sum y_{i,exp}} \cdot weight_i$

Figura 3. Esquema de la función a minimizar.

El modelo FEM se modifica con el conjunto de parámetros del material y se calcula, produciendo un

diagrama numérico que se compara con el experimental, devolviendo un valor escalar que corresponde al factor de desviación definido anteriormente.

3.4. Automatización con OOFEM y SciPy

Un esquema del procedimiento de calibración propuesto se muestra en la Figura 4; los elementos en azul representan los datos que se proporcionan inicialmente como valores dados.

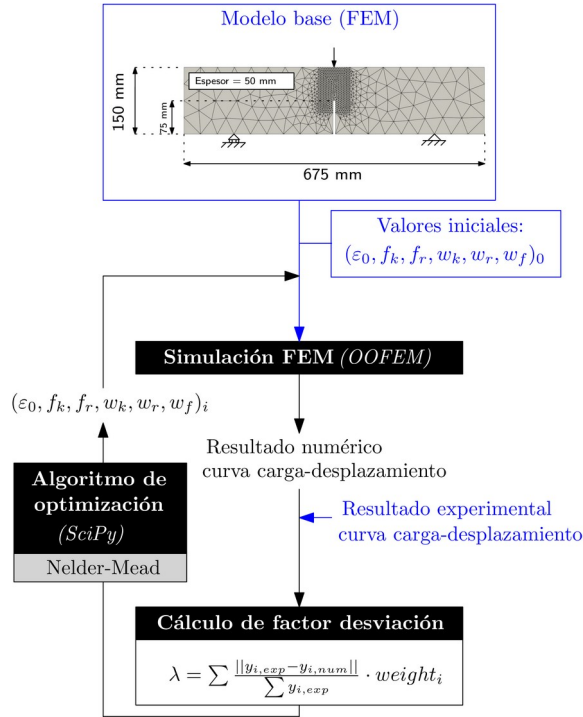


Figura 4. Esquema del algoritmo de calibración.

Se proporciona un modelo base de elementos finitos (FEM), que describe la geometría y las condiciones de contorno, junto con una estimación inicial de los parámetros del material a ajustar $(\varepsilon_0, f_k, f_r, w_k, w_r, w_f)_0$. El modelo FEM se modifica inicialmente para que el comportamiento del material sea descrito por la estimación inicial de los parámetros y se calcula, proporcionando un diagrama carga-desplazamiento. Este diagrama numérico se compara con el experimental y se obtiene un valor del factor de desviación. Tras este primer cálculo, comienza el proceso de iteración utilizando el algoritmo de Nelder-Mead descrito previamente, que modifica progresivamente cada uno de los seis parámetros del material para minimizar el valor del factor de desviación; $(\varepsilon_0, f_k, f_r, w_k, w_r, w_f)_i$ representa el conjunto de parámetros utilizados en la iteración i . En este trabajo no se ha definido un criterio de convergencia y el proceso se realiza durante 200 iteraciones para observar la consistencia del procedimiento. Los valores de los factores de reflexión, expansión y contracción utilizados en el algoritmo de Nelder-Mead son los adoptados por defecto en la implementación de SciPy: $\alpha = 1$, $\gamma = 2$ y $\rho = 0.5$.

4. RESULTADOS

En esta sección se analizan los resultados del procedimiento de calibración descrito, empleando como referencia experimental el de un ensayo a flexión en tres puntos con una probeta de HRF fabricada con 10 kg/m^3 de macrofibras de poliolefina de 48 mm de largo con las propiedades que se muestran en la Tabla 1. La geometría de la probeta se muestra en la Figura 4.

Tabla 1. Propiedades de las fibras de poliolefina.

Densidad (g/cm ³)	Diámetro equiv. (mm)	Resist. a tracción (Mpa)	Módulo elástico (GPa)
0.91	0.92	> 500	> 9

En este estudio, se analizarán seis casos para comprobar la influencia de la selección de los puntos de calibración y su efecto en el resultado:

- **Caso 1:** Con cuatro puntos de referencia, relacionados con cuatro aspectos clave del diagrama carga-desplazamiento: carga máxima, caída inicial de carga, carga máxima de recuperación y rama de caída final de carga, todos con el mismo peso en la calibración.
- **Caso 2:** Se emplean 100 puntos de referencia, distribuidos uniformemente a lo largo del eje de desplazamiento, todos con el mismo peso en la calibración.
- **Caso 3:** Se utilizan todos los puntos de referencia del Caso 1 y del Caso 2, con el mismo peso en la calibración.
- **Caso 4:** Se utilizan los cuatro puntos del Caso 1 con un peso de 1.0 y los 100 puntos de referencia distribuidos uniformemente del Caso 2 con un peso de 0.5.
- **Caso 5:** Se utilizan los cuatro puntos clave del Caso 1 con un peso de 1.0 y los 100 puntos de referencia distribuidos uniformemente del Caso 2 con un peso de 0.25.
- **Caso 6:** Se utilizan los cuatro puntos clave del Caso 1 con un peso de 1.0 y los 100 puntos de referencia distribuidos uniformemente del Caso 2 con un peso de 0.1.

Los casos 1 a 3 permiten analizar la influencia de los puntos de control seleccionados y los casos 3 a 6 la influencia de la ponderación de estos puntos

4.1. Influencia de los puntos de control empleados

Para los casos 1 a 3, el procedimiento de calibración proporciona los diagramas carga desplazamiento mostrados en la Fig. 5a (la Fig. 5b muestra un detalle del comienzo del diagrama). Los tres enfoques proporcionan un buen ajuste general con el diagrama experimental, representado con una línea gris punteada. Si se analiza la parte inicial del diagrama carga-desplazamiento, se observan diferencias interesantes. El pico inicial es claramente distinto en cada caso.

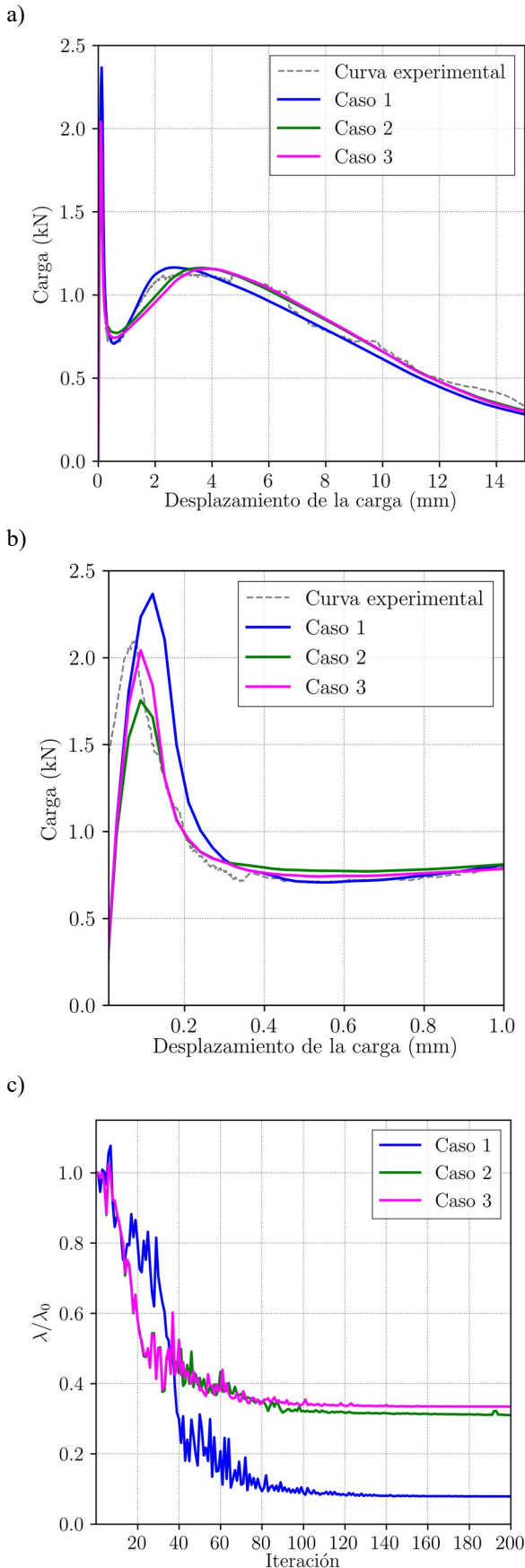


Figura 5. Resultado usando distintos puntos de referencia (Casos 1 a 3): curva carga-desplazamiento (con detalle) y evolución del valor de λ .

El Caso 1, que sólo usa cuatro puntos de referencia en el proceso de calibración, sobreestima claramente este pico de carga, mientras que el Caso 2 lo subestima y el Caso 3 proporciona la aproximación más precisa. En cuanto a la disminución de carga después del pico inicial, los tres enfoques proporcionan una aproximación bastante buena, aunque el Caso 2 proporciona un valor de carga ligeramente mayor. En cualquier caso, el Caso 3 parece proporcionar la mejor aproximación, ya que los otros dos enfoques tienen cierta falta de precisión alrededor del pico de carga. Si se analiza la precisión de la calibración en términos del factor de desviación, la Fig. 5c muestra la evolución del factor de desviación λ a lo largo del proceso de calibración, normalizado con el valor λ_0 , que corresponde al valor de λ en la primera iteración. En los tres casos, se obtiene una buena aproximación después de 100 iteraciones.

4.2. Influencia de la ponderación de los puntos de control

Los Casos 4, 5 y 6 utilizan un factor de ponderación de 1 para los cuatro puntos clave del Caso 1 y factores de ponderación de 0.5, 0.25 y 0.1, respectivamente, para los otros 100 puntos de referencia distribuidos de manera uniforme, empleados en el Caso 2.

La Fig. 6a muestra los diagramas carga desplazamiento mostrados y la Fig. 6b un detalle del comienzo de dichas curvas, comparándolas con el diagrama experimental, representado con una línea gris punteada, mientras que la Figura 6c muestra la evolución del factor de desviación λ a lo largo del proceso de calibración, normalizado con el valor λ_0 . En todos los casos, el proceso de calibración produce un buen ajuste general, aunque se pueden observar diferencias relevantes alrededor del pico inicial. Los Casos 3 y 4 proporcionan resultados muy similares, con el pico de carga cerca del valor experimental. Sin embargo, los Casos 5 y 6 muestran valores de pico menos precisos. Esto puede explicarse fácilmente, ya que reducir la relevancia de los puntos distribuidos uniformemente en el proceso de calibración a través del cálculo del factor de desviación λ lleva finalmente a un esquema de calibración similar al del Caso 1, donde sólo se consideraron cuatro puntos clave.

5. CONCLUSIONES

- El procedimiento de calibración propuesto ayuda a encontrar un conjunto de parámetros materiales que ajustan correctamente el modelo numérico a un diagrama experimental dado.
- La selección de los puntos tiene gran influencia en el resultado del ajuste numérico. Si faltan puntos clave, el resultado numérico no puede reproducir correctamente algunas partes del diagrama.

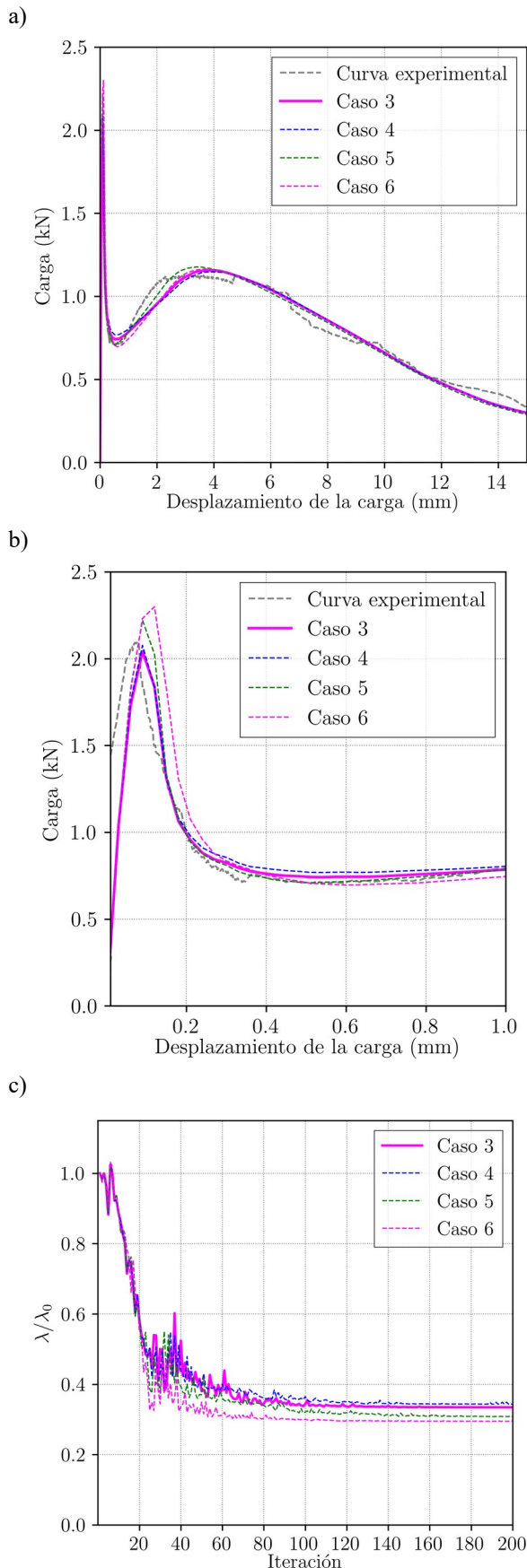


Figura 6. Resultado usando distintos puntos de referencia (Casos 1 a 3): curva carga-desplazamiento (con detalle) y evolución del valor de λ .

- El uso de diferentes factores de ponderación en algunos puntos de referencia para hacerlos más influyentes en el proceso de calibración es efectivo, aunque no ha demostrado ser muy relevante para obtener un buen ajuste.

AGRADECIMIENTOS

Este trabajo es parte de la ayuda PID2023-149321OA-C33 (NUMFIB), financiada por el Ministerio de Ciencia, Innovación y Universidades de España, por la Agencia Estatal de Investigación (10.13039/501100011033) y por el FSE+.

REFERENCIAS

- [1] Zollo RF. *Fiber-reinforced concrete: an overview after 30 years of development*. Cement and Concrete Composites. 1997;19(2):107-22.
- [2] Código estructural: Anejos 1-18. Ministerio de Transportes, Movilidad y Agenda Urbana, Madrid, España; 2021.
- [3] fib Model Code 2010. Fédération Internationale du Béton fib/International Federation for Structural Concrete: Paris, France. Ernst & Sohn, Wiley; 2013.
- [5] Oliver J, Linero DL, Huespe AE, Manzoli O. *Two-dimensional modeling of material failure in reinforced concrete by means of a continuum strong discontinuity approach*. Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering. 2008;197(5):332-48.
- [6] Havlásek P, Kabele P. *A detailed description of the computer implementation of SHCC material model in OOFEM*. CTU in Prague. 2017.
- [7] Carvalho MR, Barros JAO, Zhang Y, da Costa DD. *A computational model for simulation of steel fibre reinforced concrete with explicit fibres and cracks*. Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering. 2020;363:112879.
- [8] Suárez F. *A smeared crack formulation for simulating fracture of fibre-reinforced concrete by means of a trilinear softening diagram*. Engineering Fracture Mechanics. 2023;288:109356.
- [9] Alberti M, Enfedaque A, Gálvez J, Reyes E. *Numerical modelling of the fracture of polyolefin fibre reinforced concrete by using a cohesive fracture approach*. Composites Part B: Engineering. 2017;111:200-10.
- [10] Patzák B. *OOFEM—an object-oriented simulation tool for advanced modeling of materials and structures*. Acta Polytechnica. 2012;52(6).
- [11] Nelder JA, Mead R. *A simplex method for function minimization*. The computer journal. 1965;7(4):308-13.

FRACTURA DE MATERIALES POLIMÉRICOS Y COMPOSITES

SENSIBILIDAD AL EFECTO ENTALLA DE POLÍMEROS OBTENIDOS MEDIANTE FABRICACIÓN POR FILAMENTO FUNDIDO: COMPARATIVA ENTRE ABS, PLA Y ASA

S. Cicero^{1*}, S. Arrieta¹

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: ciceros@unican.es

RESUMEN

El efecto entalla en el comportamiento a fractura se define como el aumento de la capacidad resistente a fractura del material cuando el defecto que causa la rotura final no tiene un radio en su frente que tiende a cero, como ocurre con las fisuras, sino que dicho radio toma un valor finito. Los materiales con mayor sensibilidad al efecto entalla desarrollan, por tanto, un aumento considerable de su capacidad resistente a fractura a medida que aumenta el radio en el fondo del defecto. Por su parte, la fabricación por filamento fundido (FFF, *Fused Filament Fabrication*) es una técnica en desarrollo que, en el caso de los materiales de naturaleza polimérica, ha encontrado su mayor aplicación en la fabricación de prototipos. Con el objetivo de desarrollar materiales poliméricos y compuestos de matriz polimérica fabricados por FFF con otro tipo de funciones, como por ejemplo las estructurales, es necesario conocer (entre otros aspectos) su comportamiento en fractura en presencia de defectos. En este trabajo, precisamente, se analiza cómo se comportan a fractura algunos de los polímeros más frecuentemente utilizados en la impresión FFF (ABS, PLA y ASA), tanto en presencia de fisuras como de entallas. En general, el PLA resulta el más tenaz en presencia de fisuras y el que más efecto entalla desarrolla, particularmente en la orientación de trama 45/-45.

PALABRAS CLAVE: Fractura, entalla, FFF, ABS, PLA, ASA.

ABSTRACT

The notch effect on the fracture behaviour may be defined as the increase in the fracture resistance of the material when the defect that causes the final failure does not have a radius at its tip that tends to zero, as occurs with cracks, but instead such radius takes a finite value. Materials with greater sensitivity to the notch effect therefore develop a considerable increase in their fracture resistance as the radius at the defect tip increases. On the other hand, Fused Filament Fabrication (FFF) is a developing technique that, in the case of materials of a polymeric nature, has found its greatest application in the manufacturing of prototypes. With the aim of developing polymeric materials and polymer matrix composites manufactured by FFF with other types of applications, such as structural parts, it is necessary to know (among other aspects) their fracture behaviour in the presence of defects. In this work, precisely, we analyse the fracture behaviour of some of the most frequently used polymers in FFF printing (ABS, PLA and ASA), in the presence of both cracks and notches. Overall, PLA presents the highest fracture toughness and develops the largest notch effect, particularly for raster orientation 45/-45.

KEYWORDS: Fracture, notch, FFF, ABS, PLA, ASA.

1. INTRODUCCIÓN

La Fabricación Aditiva (AM) es una tecnología ampliamente utilizada que permite generar de forma sencilla geometrías complejas, por lo que se ha convertido en una herramienta esencial en la Industria 4.0 [1,2]. La AM incluye diversas tecnologías (ej. *binder jetting*, estereolitografía, sinterizado selectivo por láser, etc.) Una de las tecnologías de AM más conocidas es el modelado por deposición fundida (FDM), propuesto por primera vez y registrado por Stratasys [3]. Esta

tecnología también se conoce como FFF (*Fused Filament Fabrication*), y consiste en extruir un filamento de material fundido a través de una boquilla. El material extruido se depone capa a capa para construir el componente final siguiendo un modelo digital predefinido. La tecnología FFF requiere materiales que puedan ser impresos, manteniendo su funcionalidad, lo que en la práctica implica un bajo coeficiente de expansión térmica, una fluidez adecuada y unas propiedades mecánicas suficientemente altas una vez solidificado el material [4,5]. Entre sus principales

limitaciones se encuentran el riesgo de alabeo durante la impresión, la rugosidad superficial, la baja resistencia resultante en numerosas ocasiones (especialmente en la dirección Z) y la anisotropía de las piezas impresas.

La FFF permite imprimir distintos materiales, como polímeros, metales y materiales compuestos. Cuando se trata de polímeros y compuestos de matriz polimérica, el acrilonitrilo-butadieno-estireno (ABS) y el ácido poliláctico (PLA) son los materiales más utilizados. Los autores han analizado previamente el comportamiento mecánico de estos dos materiales, incluido el efecto de entalla en condiciones de fractura [6,7], así como el del acrilonitrilo estireno acrilato (ASA [8]), que constituye una alternativa al ABS en condiciones de ambiente agresivo.

A través de la tecnología FFF, la calidad de las piezas impresas, la eficiencia de la producción y las propiedades mecánicas se ven afectadas por un gran número de parámetros de impresión, como la temperatura de la boquilla, el espesor de capa, la temperatura de la cama de impresión, la velocidad de impresión, el nivel de relleno, la orientación de la trama, el tipo de estructura de relleno, etc. [9-11]. En este contexto, la bibliografía presenta numerosos trabajos que analizan cómo cambian las propiedades de tracción con los parámetros de impresión (ej., [9-12]). En general, cuando se trata de materiales FFF (estrictamente) poliméricos, las propiedades de tracción son mayores cuando la orientación de la trama coincide con la dirección de carga, cuando el nivel de relleno es del 100%, la velocidad de impresión es moderada y el espesor de capa es reducido. Por otro lado, los trabajos que analizan el efecto de los parámetros de impresión en el comportamiento final a fractura son más limitados, y más aun en relación con el efecto entalla.

En este sentido, el efecto entalla se refiere a la capacidad de un determinado material de aumentar su resistencia a fractura (o a otros procesos de fisuración) en presencia de concentradores de tensiones que tienen un radio finito en su fondo. Dicho de otra manera, si la resistencia a fractura en presencia de fisuras (defectos infinitamente afilados con radio cero en su punta) se cuantifica mediante la tenacidad a fractura, cuando el defecto es una entalla con radio finito en su punta, la resistencia a fractura se cuantifica mediante la tenacidad aparente a fractura. Cuanto mayor sea el efecto entalla en el material, y para un determinado radio de entalla, mayor será la tenacidad aparente a fractura frente a la tenacidad a fractura. La necesidad de estudiar este efecto viene derivada de tres cuestiones fundamentales:

- 1) Gran parte de las condiciones de rotura en componentes estructurales vienen dadas por defectos tipo entalla.
- 2) El tratamiento de entallas como si fueran fisuras da lugar a resultados que pueden ser demasiado conservadores. El desarrollo de metodologías de

evaluación de entallas reduce este conservadurismo y puede usarse igualmente en beneficio de la integridad estructural introduciendo un efecto entalla lo suficientemente elevado en puntos críticos desde el punto de vista estructural.

- 3) La magnitud del efecto entalla es muy variable, y depende de cada material.

El marco teórico probablemente más utilizado hoy en día para analizar el efecto entalla es la Teoría de Distancias Críticas (TDC), un conocido cuerpo de conocimiento que permite analizar procesos de fractura, fatiga y corrosión bajo tensión en materiales entallados. Aunque fue propuesta por primera vez a mediados del siglo pasado [13,14], ha sido ampliamente desarrollada en las dos últimas décadas (ej., [15-21]).

Con todo ello, en este trabajo se analiza el efecto entalla en tres polímeros ampliamente utilizados en FFF, ya sea en solitario o como matriz de compuestos reforzados de matriz polimérica. Estos polímeros son el ABS, el PLA y el ASA. En todos ellos se realizarán ensayos de fractura en probetas de flexión en tres puntos con entallas en U de diferentes radios que varían desde 0 mm (defectos tipo fisura) hasta 2 mm, y considerando tres ángulos de impresión diferentes. Así, la Sección 2 incluye la descripción de los materiales y los métodos utilizados en el análisis, la Sección 3 presenta los resultados obtenidos y la correspondiente discusión y análisis, y la Sección 4 recapitula las principales conclusiones.

2. MATERIALES Y MÉTODOS

Los tres materiales analizados en este trabajo han sido ampliamente estudiados en trabajos previos [6-8], donde el lector puede encontrar los detalles de las distintas investigaciones. En todos ellos hay unas condiciones comunes:

- Ensayo de probetas de tracción según ASTM D638 [22].
- Ensayo de probetas de fractura según ASTM D6068 [23], dado que no siempre cumplen condiciones de fractura elástico-lineales (propias de la ASTM D5045 [24]). En todos los casos, las probetas son de flexión en tres puntos (SENB, *Single Edge Notch Bending*).
- Las probetas de fractura se ensayan con entallas en U de radios que varían desde 0 mm (fisuras) hasta 2 mm. Las entallas se mecanizaron, no se imprimieron, con el objeto de eliminar anisotropías locales adicionales en el fondo del defecto.
- Los tres materiales se imprimieron en tres orientaciones de trama (*raster orientation*) diferentes: 0/90, 45/-45, 30/-60.

Las condiciones de impresión de cada material fueron las establecidas de forma comercial por cada fabricante de filamentos, luego no son exactamente coincidentes en los tres materiales. En concreto, fueron las siguientes:

- ABS [7]: altura de capa: 0.3 mm; ancho de línea: 0.4 mm; grado de relleno: 100%; temperatura de impresión: 230 °C; temperatura de cama: 95 °C; velocidad de impresión: 40 mm/s.
- PLA [6]: altura de capa: 0.3 mm; ancho de línea: 0.4 mm; grado de relleno: 100%; temperatura de impresión: 200 °C; temperatura de cama: 75 °C; velocidad de impresión: 30 mm/s.
- ASA [8]: altura de capa: 0.2 mm; ancho de línea: 0.42 mm; grado de relleno: 100%; temperatura de impresión: 250 °C; temperatura de cama: 90 °C; velocidad de impresión: 40 mm/s.

Las probetas de tracción utilizadas, siempre con geometría según norma, pueden consultarse en [6-8]. La geometría de las probetas de fractura es casi coincidente en los tres materiales, mostrándose un ejemplo esquemático en la figura 1. La única diferencia existente es que en el caso del ASA el espesor es de 5 mm, frente a los 4 mm del ABS y del PLA.

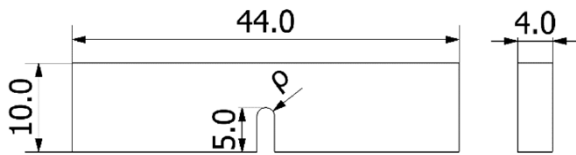


Figura 1. Geometría de las probetas de fractura de ABS y PLA, para un radio de entalla dado (ρ). Dimensiones en mm.

Los resultados de resistn fractura se cuantifican en términos de tenacidad aparente a la fractura (K_{mat}^N), que en el caso de las probetas fisuradas coincide con la tenacidad a fractura del material (K_{mat}). Posteriormente, los resultados de K_{mat}^N serán analizados mediante el uso de la TDC, la cual comprende diferentes metodologías, todas ellas caracterizadas por el uso de un parámetro del material con unidades de longitud denominado distancia crítica (L). En los análisis a fractura, L sigue la ecuación (1):

$$L = \frac{1}{\pi} \left(\frac{K_{mat}}{\sigma_0} \right)^2 \quad (1)$$

donde K_{mat} es, de nuevo, la tenacidad a la fractura del material y σ_0 es la resistencia inherente del material. En aquellos materiales con comportamiento elástico lineal tanto en la escala micro como en la macro, σ_0 coincide con la resistencia a la tracción del material (σ_u), mientras que en materiales con comportamiento no lineal, como en el caso de los estudiados en este trabajo, σ_0 requiere calibración.

Las metodologías que componen el TDC se basan en el conocimiento del campo de tensiones generado en la punta del defecto [15], siendo dos de ellas, el Método del Punto (PM, *Point Method*) y el Método de la Línea (LM, *Line Method*), los que presentan un mejor equilibrio entre complejidad y precisión en las predicciones. El PM es el enfoque más simple y asume que la fractura se produce cuando la tensión alcanza la tensión inherente, a una distancia desde la punta del defecto igual a $L/2$ [14]. El criterio de rotura, resulta, por tanto:

$$\sigma \left(\frac{L}{2} \right) = \sigma_0 \quad (2)$$

El LM, por su parte, considera que la fractura ocurre cuando la tensión promedio a lo largo de una distancia de $2L$ (medida desde la punta del defecto) alcanza la resistencia inherente (σ_0). Por tanto, la condición de fractura queda establecida por la ecuación (3):

$$\frac{1}{2L} \int_0^{2L} \sigma(r) dr = \sigma_0 \quad (3)$$

Adicionalmente, K_{mat}^N puede estimarse para entallas en U a partir de la combinación del campo de tensiones de Creager-Paris en la punta de la entalla [25] con los criterios de fractura de la TDC. En el caso del LM, la estimación resultante viene dada por la ecuación (4):

$$K_{mat}^N = K_{mat} \sqrt{1 + \frac{\rho}{4L}} \quad (4)$$

Partiendo de resultados experimentales de K_{mat}^N para distintos radios de entalla, el ajuste de la ecuación (4) con L como parámetro de ajuste, permite calibrar (precisamente) esta propiedad del material. Este proceso es el que va a seguirse en el siguiente apartado para los tres materiales de interés, teniendo en cuenta además que L cuantifica la sensibilidad del material al efecto entalla, de tal manera que valores de L reducidos implican una alta sensibilidad al efecto entalla, y (al contrario) valores elevados de L suponen que el material experimenta un efecto entalla reducido.

3. RESULTADOS Y ANÁLISIS

Las propiedades de tracción de los tres materiales, para cada orientación de trama, se muestran en la tabla 1. Por su parte, la figura 2 recoge los resultados de tenacidad aparente en términos absolutos para los tres materiales y las tres orientaciones. Se muestran tanto los resultados experimentales de forma individual, como el mejor ajuste de los mismos según la ecuación (4) y el criterio de mínimos cuadrados. Finalmente, la figura 3 recoge los mismos resultados del ajuste en términos relativos, normalizando los ajustes de tenacidad aparente por la correspondiente tenacidad a fractura, mientras que la tabla 2 recoge los distintos valores de L .

Tabla 1. Propiedades a tracción de los materiales. E : módulo de elasticidad; σ_u : tensión de rotura; ϵ_u : deformación bajo carga máxima.

Material	Orientación	E (MPa)	σ_u (MPa)	ϵ_u (%)
ABS	0/90	2241	51.7	2.8
	45/-45	2388	60.8	3.1
	30/-60	2329	59.3	2.9
PLA	0/90	3769	52,0	1,7
	45/-45	2751	41,1	2,6
	30/-60	3313	42,0	1,9
ASA	0/90	1050	19.4	2.8
	45/-45	1053	18.5	4.5
	30/-60	990	16.5	2.8

En relación con las propiedades de tracción, se observa que el ABS tiene la mayor resistencia, el PLA tiene la mayor rigidez (E) y el ASA es el que presenta los valores resistentes más reducidos (y la mayor ductilidad media). En cuanto a la sensibilidad de los resultados con respecto a la orientación de la trama, el PLA es más sensible que el ABS y el ASA.

Con respecto al comportamiento a fractura, la primera evidencia es que el PLA genera los mayores valores de tenacidad aparente a fractura en todo el rango de radios de entalla analizados. Por su parte, el ASA se encuentra en la situación opuesta. Además, tanto el ABS como el ASA tienen un efecto entalla bastante similar en las tres orientaciones de trama, con curvas de ajuste sensiblemente paralelas. Sin embargo, en el caso del PLA la orientación 45/-45 tiene un efecto entalla muy superior a las orientaciones 0/90 y 30/-60, de tal manera que si para condiciones fisuradas la tenacidad a fractura es claramente menor en la orientación 45/-45, para los radios de entalla mayores esta misma orientación presenta los mayores valores de tenacidad aparente a fractura.

La normalización de las curvas de tenacidad aparente con respecto al valor correspondiente de tenacidad a fractura permite comparar directamente el efecto entalla (ver figura 3). Esta comparación queda cuantificada igualmente en los valores de L recogidos en la tabla 2.

Tanto la figura 3 como la tabla 2 revelan que el ASA, junto con los valores de tenacidad a la fractura más bajos, presenta igualmente el menor efecto entalla, con valores de L claramente por encima del milímetro, y con aumentos de la resistencia a fractura inferiores al 20% en las tres orientaciones de trama para radios de entalla de 2 mm. En el otro extremo se encuentra el PLA, con los mayores valores de tenacidad a fractura en condición fisurada y con el mayor efecto entalla de las tres orientaciones de trama, especialmente en el caso de la orientación 45/-45, que con una L de 0.15 mm genera aumentos en la resistencia a fractura del 108% para un

radio de entalla de 2 mm. Dicho aumento queda limitado al 32% en la orientación 30/-60 y al 40% en la orientación 0/90. El ABS, por su parte, tiene en las tres orientaciones un efecto entalla (y un valor de L) muy similar, y del mismo orden de magnitud del observado en el PLA en las orientaciones 0/90 y 30/-60. El aumento de resistencia a fractura en este material para radios de entalla de 2 mm varía entre el 24% para la orientación 0/90, y el 44% para la orientación 30/-60.

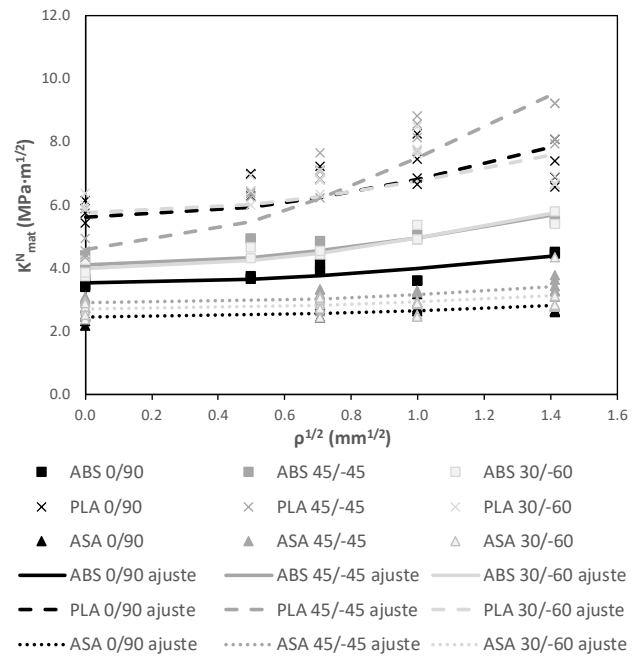


Figura 2. Resultados de los ensayos de tenacidad aparente a fractura y mejor ajuste según Método de la Línea (ecuación (4)).

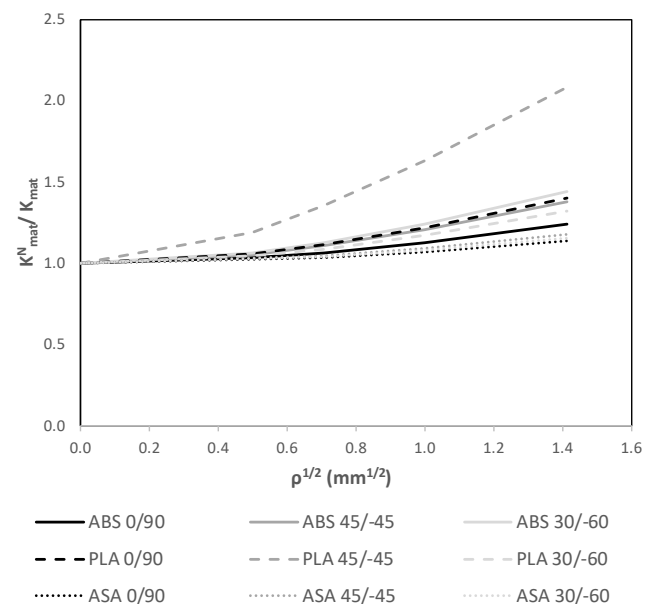


Figura 3. Resultados normalizados de las curvas de ajuste de la tenacidad aparente a fractura.

Tabla 2. Valores de L en los distintos materiales analizados.

Material	Orientación	L (mm)
ABS	0/90	0.92
	45/-45	0.55
	30/-60	0.46
PLA	0/90	0.52
	45/-45	0.15
	30/-60	0.67
ASA	0/90	1.68
	45/-45	1.29
	30/-60	1.50

Puede observarse cómo, en todo caso, el efecto de la orientación de la trama en el efecto entalla (y en los valores de L) no es siempre el mismo, y depende de cada material.

4. CONCLUSIONES

Este trabajo recoge los resultados de resistencia a fractura de tres materiales poliméricos generados por fabricación aditiva: ABS, PLA y ASA. Los tres, además, se han generado con tres orientaciones de trama diferentes (0/90, 45/-45 y 30/-60) y con sus correspondientes condiciones comerciales de impresión. La resistencia a fractura se ha cuantificado tanto en condición fisurada (tenacidad a fractura) como en presencia de entallas en U con radios en su punta de hasta 2 mm (tenacidad aparente a fractura).

El efecto entalla, cuantificado mediante la Teoría de Distancias Críticas (particularmente, mediante el Método de la Línea), es mayor en el PLA, y mucho menor en el ASA, el cual (además) tiene los menores valores de resistencia a fractura en todo el rango de defectos considerados.

Finalmente, una de las orientaciones del PLA, la 45/-45, es particularmente interesante, ya que genera un efecto entalla notablemente superior al del resto de casos. Para esta orientación el valor de la distancia crítica (L) es de 0.15 mm, y el aumento de la resistencia a fractura para radios de entalla del 2 mm está por encima del 100%.

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] R. Godina, I. Ribeiro, F. Matos, B.T. Ferreira, H. Carvalho, P. Peças. *Impact Assessment of Additive Manufacturing on Sustainable Business Models in Industry 4.0 Context*, Sustainability, 12 (2020) 7066.
- [2] R.A. D'Aveni. *The pan-industrial revolution: how new manufacturing titans will transform the world*, Houghton Mifflin Harcourt, Boston, USA, 2018.
- [3] S.S. Crump, A.E.P.D. Muir. *Creating Three-Dimensional Objects*, 005121329A. U.S. Patent. 1992.
- [4] C.E. Duty, T. Drye, A. Franc. *Material Development for Tooling Applications Using Big Area Additive Manufacturing (BAAM) (No. ORNL/TM-2015/78, 1209207)*, U.S. Department of Energy, Office of Scientific and Technical Information: Oak Ridge, TN, USA, 2015.
- [5] D. Moreno Nieto, V. Casal López, S.I. Molina. *Large-format polymeric pellet-based additive manufacturing for the naval industry*, Additive Manufacturing, 23 (2018) 79-85.
- [6] 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*, Theoretical and Applied Fracture Mechanics, 114 (2021) 103032.
- [7] S. Cicero, V. Martínez-Mata, A. Alonso-Estebanez, L. Castanon-Jano, B. Arroyo, B. *Analysis of notch effect in 3D-printed ABS fracture specimens containing U-notches*, Materials, 13 (2020) 4716.
- [8] S. Cicero, F. Devito, M. Sánchez, S. Arrieta, B. Arroyo. *Notch effect in acrylonitrile styrene acrylate (ASA) sin-gle-edge-notch bending specimens manufactured by fused filament fabrication*, Materials, 17 (2024) 5207.
- [9] A. El Magri, S. Vanaei, S. Vaudreuil. *An overview on the influence of process parameters through the characteristic of 3D-printed PEEK and PEI parts*, High Performance Polymers, 33 (2021) 862-880.
- [10] A. El Magri, S. Vaudreuil, K.E. Mabrouk, M.E. Touhami. *Printing temperature effects on the structural and mechanical performances of 3D printed Poly-(phenylene sulfide) material*, IOP Conference Series: Materials Science and Engineering, 783 (2020) 012001.
- [11] M.-H. Hsueh, C.-J. Lai, K.-Y. Liu, C.-F. Chung, S.-H. Wang, C.-Y. Pan, W.-C. Huang, C.-H. Hsieh, Y.-S. Zeng. *Effects of printing temperature and filling percentage on the mechanical behavior of fused deposition molding technology components for 3D printing*, Polymers, 13 (2021) 2910.
- [12] S. Ziemian, M. Okwara, C.W. Ziemian. *Tensile and fatigue behavior of layered acrylonitrile butadiene styrene*, Rapid Prototyping Journal, 21 (2015) 270-278.

- [13] H. Neuber. *Theory of Notch Stresses: Principles for Exact Calculation of Strength with Reference to Structural Form and Material*, Springer: Berlin/Heidelberg, Germany, 1958.
- [14] R.E. Peterson. *Methods of correlating data from fatigue tests of stress concentration specimens*, Stephen Timoshenko Anniversary Volume, 1938, 179.
- [15] D. Taylor. *The Theory of Critical Distances: A New Perspective in Fracture Mechanics*, Elsevier: London, UK, 2007.
- [16] S. Cicero, V. Madrazo, I. Carrascal. *Analysis of notch effect in PMMA using the Theory of Critical Distances*, Engineering Fracture Mechanics, 86 (2012) 56-72.
- [17] S. Cicero, V. Madrazo, T. Garcia. *Analysis of notch effect in the apparent fracture toughness and the fracture micromechanisms of ferritic-pearlitic steels operating within their lower shelf*, Engineering Failure Analysis, 36 (2014) 322-342.
- [18] S. Cicero, T. García, V. Madrazo. *Application and validation of the notch master curve in medium and high strength structural steels*, Journal of Mechanical Science and Technology, 29 (2015) 4129-4142.
- [19] F.T. Ibáñez-Gutiérrez, S. Cicero, I. Carrascal. *On the influence of moisture content on the fracture behaviour of notched short glass fibre reinforced polyamide 6*, Composites Part B Engineering, 159 (2019) 62-71.
- [20] S. Cicero, T. Garcia, J. Castro, V. Madrazo, D. Andrés. *Analysis of notch effect on the fracture behaviour of granite and limestone: An approach from the Theory of Critical Distances*, Engineering Geology, 177 (2014) 1-9.
- [21] C.T. Ng, L. Susmel. *Notch static strength of additively manufactured acrylonitrile butadiene styrene (ABS)*, Additive Manufacturing, 34 (2020) 101212.
- [22] *ASTM D638-14; Standard Test Method for Tensile Properties of Plastics*, ASTM International: West Conshohocken, PA, USA, 2014.
- [23] *ASTM D6068-10(2018); Standard Test Method for Determining J-R Curves of Plastic Materials*, ASTM International: West Conshohocken, PA, USA, 2018.
- [24] *ASTM D5045-14; Standard Test Methods for Plane-Strain Fracture Toughness and Strain Energy Release Rate of Plastic Materials*, ASTM International: West Conshohocken, PA, USA, 2014.
- [25] M. Creager, P.C. Paris, P.C. *Elastic field equations for blunt cracks with reference to stress corrosion cracking*, International Journal of Fracture Mechanics, 3 (1967) 247-252.

CARACTERIZACIÓN DE LA FRACTURA DE UNIONES BIMATERIALES EN MODOS PUROS I Y II UTILIZANDO EL ÚTIL DE FLEXIÓN EN MODO MIXTO

F. Mujika^{1*}, A. Arrese¹, A. Boyano², J. de Gracia¹

¹ Grupo MecMat – Departamento de Ingeniería Mecánica, Escuela de Ingeniería de Gipuzkoa, Plaza Europa 1, Donostia-San Sebastián 20018, Spain

² Grupo MecMat – Departamento de Ingeniería Mecánica, Escuela de Ingeniería de Gipuzkoa, Calle Nieves Cano, 12, Vitoria-Gasteiz 01006, Spain

* Persona de contacto: faustino.mujika@ehu.eus

RESUMEN

Los ensayos normalizados de fractura interlaminar y de uniones adhesivas en modos I y II se refieren a configuraciones simétricas desde el punto de vista geométrico y material. Tiene interés el caracterizar uniones asimétricas, bien bi-materiales o bien del mismo material, cuando la grieta no está en la mitad del espesor. Recientemente, se han establecido las relaciones entre los espesores de los brazos de grieta para obtener fractura en modos puros I y II. El siguiente paso que se plantea en este trabajo, es analizar la configuración de ensayo de flexión en modo mixto (*mixed mode bending*, MMB) variando la longitud del brazo de palanca del útil, para obtener las condiciones de modo puro, de forma que la relación entre espesores de la unión bimaterial no deba estar prefijada.

PALABRAS CLAVE: Unión asimétrica, Modo Puro, Tasa de Liberación de Energía.

ABSTRACT

The standardised interlaminar fracture and adhesive bond tests in modes I and II refer to geometrically and materially symmetric configurations. It is of interest to characterise asymmetric joints, either bi-material or of the same material, when the crack is not in the middle of the thickness. Recently, relationships between crack arm thicknesses have been established to obtain the conditions of fracture in pure modes I and II. The next step proposed in this work, is to analyse the mixed mode bending (MMB) test configuration, by varying the length of the tool lever arm to obtain the pure mode conditions, so that the thickness ratio of the bimaterial joint should not be pre-fixed.

KEYWORDS: Asymmetric Joint, Pure Mode, Energy Release Rate.

1. INTRODUCCIÓN

La fractura interlaminar es uno de los factores más limitativos en el comportamiento mecánico de composites. Los ensayos de viga en doble voladizo (*Double Cantilever Beam*, DCB) y flexión con entalla final (*End Notched Flexure*, ENF), fueron diseñados para caracterizar la fractura interlaminar en modos de fractura I y II, respectivamente. Dichas configuraciones de ensayo también se utilizaron en la caracterización de uniones adhesivas en modos I y II. Cuando no existe simetría geométrica o material, puede surgir la fractura en modo mixto I+II. Esta situación es habitual en el caso de uniones bimateriales, o en el caso de materiales monolíticos, cuando la grieta no está situada en el plano medio de la probeta. Recientemente, las condiciones de modo puro se han relacionado con la integral- J [1], obteniéndose la misma condición para modo puro en los

casos de configuraciones DCB y ENF asimétricas. Los ensayos correspondientes, se denominan ADCB y AENF. Dicha condición establece una relación entre los espesores de los brazos de grieta, que está directamente relacionada con lo módulos de flexión de dichos brazos. En consecuencia, las uniones bimateriales se pueden caracterizar en modo puro con probetas obtenidas de la misma placa, lo que supone una ventaja considerable. Los resultados de la propuesta analítica coinciden con los resultados obtenidos aplicando la técnica de cierre virtual de punta de grieta (*virtual crack closure technique*, VCCT) en el método de los elementos finitos (MEF). Se han obtenido las expresiones de la tasa de liberación de energía (*energy release rate*, ERR) que corresponde a los ensayos ADCB y AENF en modo puro y se han comparado con los resultados obtenidos mediante VCCT, obteniendo una correlación excelente [2].

Sin embargo, se plantea el problema de caracterizar uniones que no cumplen las condiciones geométricas de modo puro por distintas razones. En el presente trabajo, se analizan las condiciones de modo puro en probetas ensayadas en la configuración de flexión en modo mixto (*mixed mode bending*, MMB). Dicho ensayo constituye una combinación de las configuraciones DCB y ENF y fue diseñado para caracterizar la fractura de probetas simétricas en modo mixto [3]. La versatilidad que proporciona dicha configuración, modificando únicamente la longitud de palanca, es la base para definir ensayos en probetas asimétricas, denominados AMMB. Se deducen las relaciones analíticas que corresponden a modos puros y se discuten brevemente para el caso concreto de una unión entre acero y aluminio. Finalmente, las previsiones realizadas se analizan mediante MEF en Abaqus, aplicando VCCT.

2. LA INTEGRAL J EN FRACTURA ELÁSTICA LINEAL

La integral J fue definida por Rice [4] y puede expresarse como:

$$J = \int_0^{\delta_n^*} \sigma d\delta_n + \int_0^{\delta_t^*} \tau d\delta_t \quad (1)$$

siendo σ y τ las tensiones normal y tangencial δ_n^* y δ_t^* los desplazamientos relativos normal y tangencial de los puntos del inicio de la zona de proceso de daño (*fracture process zone*, FPZ). La integral de la ecuación (1) puede interpretarse como una integral de evolución, que incluye las tensiones y desplazamientos relativos en una posición fijada en el transcurso del proceso. Se supone una relación lineal entre la tensión y el desplazamiento relativo de cada uno de los modos, de la forma:

$$\sigma = \sigma_0 \left(1 - \frac{\sigma_0}{\delta_n^*} \delta_n \right) \quad \tau = \tau_0 \left(1 - \frac{\tau_0}{\delta_t^*} \delta_t \right) \quad (2)$$

Siendo σ_0 y τ_0 las tensiones máximas que corresponden a separación nula en la punta de grieta, dadas por:

$$\sigma_0 = \frac{1}{w} \frac{dF_n}{dx} \quad \tau_0 = \frac{1}{w} \frac{dF_t}{dx} \quad (3)$$

Tomando una coordenada x con origen en la punta de grieta y dirigida hacia la grieta, en fractura elástica lineal, se cumple que:

$$\begin{aligned} (dF_n)_{x=0} &= F_n(0) - F_n(-\Delta a) = F_n(0) = F_n^* \\ \delta_n^* &= \delta_n(-\Delta a) = \delta_n(-\Delta a) - \delta_n(0) = -(d\delta_n)_{x=0} \end{aligned} \quad (4)$$

Los resultados de (4) pueden extenderse a las componentes tangenciales. Por otra parte, sustituyendo (2) en (1), se obtiene:

$$J = \frac{1}{2} \sigma_0 \delta_n^* + \frac{1}{2} \tau_0 \delta_t^* \quad (5)$$

Asumiendo un cierre de grieta, resulta $dx = -da$. Sustituyendo los resultados de (4) en (5), la integral J en el caso de fractura elástica lineal, puede expresarse como:

$$J = \frac{1}{2w} F_n^* \left(\frac{d\delta_n}{da} \right)_{x=0} + \frac{1}{2w} F_t^* \left(\frac{d\delta_t}{da} \right)_{x=0} \quad (6)$$

La ecuación es la misma que se utiliza al aplicar VCCT en el MEF. Los desplazamientos relativos normales y sus derivadas son:

$$\begin{aligned} \delta_n &= v_1 - v_2 = (v_1 - v_2)_b + (v_1 - v_2)_s \\ \frac{d\delta_n}{da} &= (\theta_1 - \theta_2)_b + \left(\frac{dv_1}{da} - \frac{dv_2}{da} \right)_s \end{aligned} \quad (7)$$

donde v_1 y v_2 son los desplazamientos verticales del brazo superior e inferior, respectivamente, en la punta de grieta. Los subíndices b y s se refieren a flexión y cortante, respectivamente. Agrupando los términos de cada brazo, la ecuación (7) puede expresarse como:

$$\frac{d\delta_n}{da} = \left(\theta_{1b} + \frac{dv_{1s}}{da} \right) - \left(\theta_{2b} + \frac{dv_{2s}}{da} \right) = \phi_1 - \phi_2 \quad (8)$$

Por otra parte, los desplazamientos relativos tangenciales y sus derivadas son:

$$\begin{aligned} \delta_t &= u_1 - u_2 \\ \frac{d\delta_t}{da} &= \varepsilon_1 - \varepsilon_2 \end{aligned} \quad (9)$$

donde u_1 y u_2 son los desplazamientos horizontales del brazo superior e inferior, respectivamente, en la punta de grieta. Además, ε_1 es la deformación normal de la cara inferior del brazo superior y ε_2 es la deformación de la cara superior en el brazo inferior. Sustituyendo (8) y (9) en (6), resulta:

$$J = \frac{1}{2} F_n^* (\phi_1 - \phi_2)_{x=0} + \frac{1}{2} F_t^* (\varepsilon_1 - \varepsilon_2)_{x=0} \quad (10)$$

Según (10), las contribuciones en modo puro son:

$$\begin{aligned} J_I &= \frac{1}{2} F_n^* (\phi_1 - \phi_2)_{x=0} \\ J_{II} &= \frac{1}{2} F_t^* (\varepsilon_1 - \varepsilon_2)_{x=0} \end{aligned} \quad (11)$$

3. CONDICIONES GENERALES DE MODO PURO

Las condiciones de modo puro se pueden establecer en base a las ecuaciones (11). El modo puro I ocurre cuando $J_{II} = 0$, es decir, cuando $F_t^* = 0$ o bien $\varepsilon_1 = \varepsilon_2$ en la punta de grieta. El modo puro II se produce cuando

$J_I = 0$ es decir, cuando $F_n^* = 0$ o $\phi_1 = \phi_2$ en la punta de grieta. Es pertinente subrayar que las condiciones de fuerza y deformación nula se satisfacen simultáneamente en ambos casos. El significado físico es que, si la fuerza es nula, no existe causa para generar una deformación asociada. A la inversa, si la deformación es nula, no existe necesidad de una fuerza asociada que la impida.

4. CONFIGURACIÓN DEL ENSAYO MMB

En la configuración MMB, la fuerza F se puede aplicar a una distancia variable c , como se muestra en la Figura 1, para el caso de un ensayo AMMB, en una probeta asimétrica.

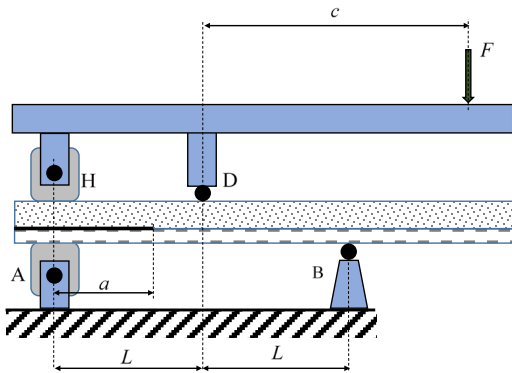


Figura 1. Configuración del ensayo MMB.

La probeta soporta una fuerza hacia abajo en el punto D y una fuerza hacia arriba en el punto H, que se calculan aplicando las condiciones de equilibrio en la parte superior del útil, siendo:

$$F_H = F \frac{c}{L} \quad F_D = F \left(1 + \frac{c}{L} \right) \quad (12)$$

Aislando la probeta, se determinan las fuerzas de reacción en A y en B. Se supone que la fuerza en A es hacia abajo y la fuerza en B es hacia arriba, siendo:

$$R_A = F \frac{c-L}{2L} \quad R_B = F \frac{c+L}{2L} \quad (13)$$

4. CONDICIONES DE MODO PURO EN MMB

4.1. Modo puro I

Siendo w el ancho de la probeta y h_1 y h_2 los espesores de los brazos de grieta superior e inferior, respectivamente, las deformaciones normales en la punta de grietas son:

$$\varepsilon_1 = \frac{6F_H a}{E_1 w h_1^2} \quad \varepsilon_2 = \frac{6R_A a}{E_2 w h_2^2} \quad (14)$$

Imponiendo la condición de igualdad de deformaciones, se obtiene la siguiente relación R_1 para las fuerzas aplicadas en A y H:

$$R_1 = \frac{R_A}{F_H} = e r^2 \quad (15)$$

siendo $e = \frac{E_2}{E_1}$ y $r = \frac{h_2}{h_1}$. Sustituyendo las fuerzas de las ecuaciones (12) y (13), la longitud c_1 que genera modo puro I viene dada por:

$$c_1 = \frac{L}{1 - 2e r^2} \quad (16)$$

En este caso, para unas dimensiones y propiedades del material determinadas, podemos variar la distancia c_1 para obtener las condiciones de modo puro. No obstante, se deben cumplir algunas limitaciones. Para que la probeta se abra, F_H en la ecuación (12) debe ser positiva por lo que debe ser $c_1 > 0$. Imponiendo esta condición en (16), resulta:

$$r^2 < \frac{1}{2e} \quad (17)$$

La ecuación (17) se puede escribir como:

$$\frac{h_2}{h_1} < \sqrt{\frac{E_1}{2E_2}} \quad (18)$$

Por ejemplo, en el caso de que el brazo superior sea de acero y el inferior de aluminio, la relación queda:

$$\frac{h_2}{h_1} < \sqrt{\frac{3}{2}} = 1,225 \quad (19)$$

En la Figura 2 se muestran los valores normalizados $c_{10} = \frac{c_1}{L}$ admisibles, considerando un brazo de palanca máximo de $3L$.

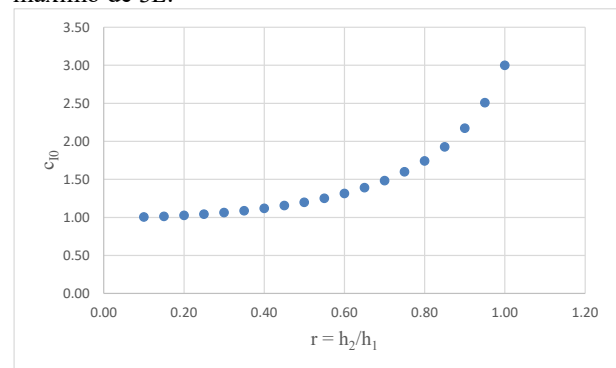


Figura 2. Brazo de palanca para modo I puro.

Por otra parte, para evitar el contacto entre los brazos de grieta y asegurar apertura, el brazo superior debe ser más rígido que el brazo inferior. En la Figura 2, con valores de r menores que 1, el brazo superior, además de tener mayor módulo, tiene mayor espesor, por lo que su rigidez es mayor.

4.1. Modo puro II

En modo II, las tensiones normales entre los brazos de grieta deben ser nulas para que se produzca modo puro. Por lo tanto, la fuerza cortante en el brazo superior debe ser igual a F_H en la zona no agrietada a la izquierda de D, en la Figura 1. La fuerza cortante del brazo superior se determina como la resultante de las tensiones tangenciales en el brazo superior. Dichas tensiones se obtienen aplicando la teoría de vigas laminadas (*laminated beam theory*, LBT) [5]. Dicha fuerza cortante es función de la geometría, de los módulos de flexión de los brazos de grieta y de la fuerza cortante de la sección completa. La fuerza cortante de la sección completa es:

$$V = \frac{1}{2} F_D = \frac{1}{2} F \left(1 + \frac{c}{L}\right) \quad (20)$$

La fuerza cortante en el brazo superior es [1]:

$$V_1 = \frac{1}{2} F \left(1 + \frac{c}{L}\right) R_{II} \quad (21)$$

siendo

$$R_{II} = \frac{1 + e(3r^2 + 4r)}{1 + e^2 r^4 + 2er(2 + 2r^2 + 3r)} \quad (22)$$

Imponiendo la condición $V_1 = F_H$, combinando las ecuaciones (12), (21) y (22) se obtiene la longitud c_{II} que genera modo puro II:

$$c_{II} = \frac{R_{II}}{2 - R_{II}} \quad (23)$$

Dado que se debe cumplir $c_{II} > 0$, en (23) se debe cumplir que $R_{II} < 2$. Según (22), esta condición se satisface siempre para cualquier valor de r , fijado un valor de e .

El presente desarrollo no tiene en cuenta la interacción entre los brazos de grieta. Para evitar el contacto, el brazo inferior debe ser más rígido que el brazo superior.

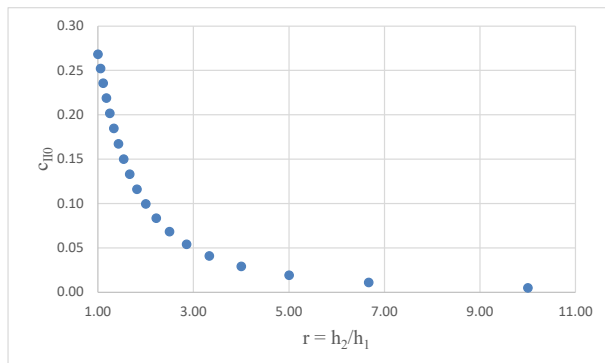


Figura 3. Brazo de palanca para modo II puro.

Dado que la situación de los brazos debe ser inversa en modos I y II, la Figura 3 muestra los valores normalizados $c_{II0} = \frac{c_{II}}{L}$ calculados para los valores de abscisa inversos a los de la Figura 2, dado que la probeta se debe considerar en posición invertida.

4.3. Ejemplo para ambos modos

Siguiendo con el ejemplo anterior, tenemos una probeta de acero y aluminio. El espesor del brazo de acero es de 2 mm y el del brazo de aluminio es de 1 mm. En el caso de modo puro I:

$$h_1 = 2 \text{ mm}, h_2 = 1 \text{ mm} \\ c_1 = 1,20 L$$

En el caso de modo puro II:

$$h_1 = 1 \text{ mm}, h_2 = 2 \text{ mm} \\ c_1 = 0,10 L$$

Por lo tanto, se pueden utilizar probetas de una misma placa para caracterizar la unión en modos puros I y 2.

5. RESULTADOS DE MEF

Se han analizado en Abaqus, aplicando VCCT, los modelos detallados en el apartado anterior, siendo la longitud $L = 60$ mm. Se han utilizado elementos lineales de 4 nodos con integración total, debido a que los efectos del cortante no son importantes para los materiales y dimensiones utilizadas. En el caso de modo I puro, la fuerza aplicada $F = 100$ N y en el caso de modo puro II, $F = 200$ N. En ambos casos, el modo preponderante supera el 99 %. La Figuras muestran las configuraciones deformadas de los casos de modo I puro y modo II puro, respectivamente.



Figura 4. Deformada correspondiente a modo I.

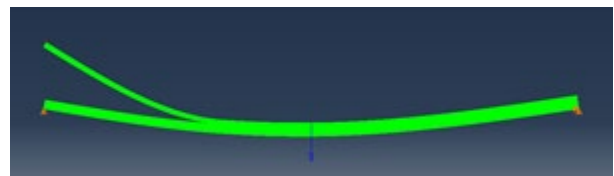


Figura 5. Deformada correspondiente a modo II.

5. CONCLUSIONES

Se han determinado las condiciones para que una probeta bimaterial ensayada en la configuración MMB falle en modo puro I o en modo puro II. Dichas condiciones se obtienen variando la longitud del brazo de palanca. Los brazos de palanca para modo puro I son mayores que L y los obtenidos para modo puro II son menores que L . Para

evitar la interferencia entre brazos, en modo puro I el brazo de grieta más rígido debe ser el superior y en modo puro II el brazo de grieta más rígido debe ser el inferior. Las previsiones realizadas se han corroborado con el MEF, aplicando VCCT.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecer la financiación recibida por la Universidad del País Vasco (UPV/EHU) en las actividades del grupo MecMat (GIU21/015).

REFERENCIAS

- [1] F. Mujika, P. Tsokanas, A. Arrese, P.S. Valvo, L.F.M da Silva. *Mode decoupling in interlaminar fracture toughness tests on bimaterial specimens*, Engineering Fracture Mechanics, 290 (2023) 109454
- [2] F. Mujika, P. Tsokanas, A. Arrese, L.F.M. da Silva. *Energy release rate in bimaterial specimens tested in pure modes I and II*, Engineering Fracture Mechanics, 301 (2024) 110012
- [3] J.H. Crews Jr, J. R. Reeder. *A mixed-mode bending apparatus for delamination testing*, NASA technical memorandum 100662 (1988) Mechanics of Materials, 116 (2018) 11-32
- [4] 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
- [5] F. Mujika, M Olave, M.A. Cantera, U. Garitanonaindia, M. Isasa, A. Arrese. *On the equivalent flexural and shear moduli of laminated beams: Definition and determination by bending tests*, Composites part A, 175 (2023) 107802

SIMULACIÓN NUMÉRICA DEL FALLO DE LAMINADOS DE FIBRA DE CARBONO-EPOXI CON DEFECTOS DE FABRICACIÓN MEDIANTE PHASE FIELD

A.R. Quiñonero Moya*, D. Infante García, J.E. Tarancón, E. Giner

Instituto Universitario 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: anquimo@upv.es

RESUMEN

El creciente uso de los materiales compuestos en componentes estructurales hace necesario un profundo conocimiento de sus capacidades mecánicas. A pesar de los avances técnicos actuales, es común que los laminados de material compuesto presenten defectos de fabricación, tales como arrugas fuera del plano de las láminas, comprometiendo su integridad estructural. En este trabajo, se presenta un análisis numérico de un laminado sometido a tracción que contiene una ondulación fuera del plano de las láminas. Se ha seleccionado el enfoque variacional de fractura Phase Field para modelizar el fallo de dicho laminado en la mesoescala. Con una formulación consistente en un tensor estructural que favorece la propagación de las grietas en determinadas direcciones, se ha conseguido capturar el comportamiento ortótropo de las propiedades resistentes de las láminas unidireccionales de material compuesto. En general, el modelo es capaz de capturar correctamente el inicio y propagación del fallo en la zona de la ondulación.

PALABRAS CLAVE: Phase Field, materiales compuestos, defectos de fabricación.

ABSTRACT

The increasing use of composite materials in structural components requires a thorough understanding of their mechanical capabilities. Despite current technical advancements, some composite material laminates exhibit manufacturing defects, such as out-of-plane wrinkles in the plies, which affect their structural integrity. This work presents a numerical analysis of a laminate subjected to tension that contains an out-of-plane wrinkle in the plies. The variational fracture approach, known as Phase Field, has been selected to model the failure of this laminate at the mesoscale. With a formulation based on a structural tensor that promotes crack propagation in specific directions, the orthotropic behavior of the strength properties of unidirectional composite plies has been successfully captured. In general, the model is able to correctly capture the failure initiation and propagation in the wrinkled area.

KEYWORDS: Phase Field, composite materials, manufacturing defects.

1. INTRODUCCIÓN

Los materiales compuestos cuentan con excelentes propiedades mecánicas en relación con su peso, lo que los hace candidatos ideales a ser usados en la construcción de medios de transporte debido al ahorro de combustible que conllevan. Lamentablemente, los materiales compuestos también cuentan con complejos mecanismos de fallo que dificultan la optimización de su vida útil y obligan a desechar componentes que probablemente podrían seguir cumpliendo con sus tareas en servicio, especialmente en sectores tan críticos como el aeronáutico. Uno de los factores a tener en cuenta en la predicción del fallo es la existencia de defectos de fabricación. Entre ellos, este trabajo se centra en las ondulaciones de las láminas fuera del plano del laminado [1]. Estas ondulaciones suelen aparecer en laminados de alto espesor [2] o curvos [3–5] y suele ser complicado

detectarlas mediante inspección visual. Se han desarrollado trabajos que permiten su detección con ensayos no destructivos como digital image correlation (DIC) [6] o termografía [7]. No detectarlas podría poner en riesgo la estructura de material compuesto, ya que se ha demostrado que reducen rigidez y resistencia de los laminados que las contienen [6].

Hasta ahora, el análisis numérico de este tipo de defectos en laminados se ha llevado a cabo utilizando modelos de daño continuo para modelizar el fallo intralaminar y modelos de zona cohesiva para capturar la delaminación [6,8]. En este trabajo, se propone el uso del enfoque variacional de fractura Phase Field (PF) originalmente propuesto en [9–11]. Debido a la naturaleza isótropa de la formulación original de PF, se han ido creando diferentes formulaciones para tener en cuenta la fractura ortótropa, destacando dos de ellas: la utilización de un

tensor estructural que propone direcciones preferentes y prohibidas de propagación de grieta [12] y el uso de diferentes variables de PF para representar distintos mecanismos de fallo [13].

En este trabajo, se ha modelizado el fallo de un laminado quasi-isótropo que contiene una ondulación fuera de plano mediante el modelo de PF consistente en el uso de un tensor estructural. Además, se han comparado los resultados obtenidos con los ensayos experimentales presentados en [6].

2. MODELO NUMÉRICO

El enfoque variacional de fractura PF consiste en la representación de las fuertes discontinuidades producidas por las grietas a partir de una variable de daño continua y difusa. La formulación de PF utilizada en este trabajo considera un tensor estructural para establecer direcciones preferentes de crecimiento de grieta, pero mantiene una única variable de daño que producirá una degradación isotrópica en las propiedades del material. El potencial de energía interna se muestra en la ecuación (1), y contiene la aportación de la energía de deformación elástica, que se encuentra degradada mediante una función de degradación, y la energía de fractura, cuyo valor se ha regularizado mediante una función de densidad de grieta.

$$U = \int_{\Omega} g(\phi) \psi_0 dV + \int_{\Omega} G_c \gamma_0(\phi, \nabla \phi) dV - W \quad (1)$$

Siendo $g(\phi)$ la función de degradación, ψ_0 la densidad de energía de deformación considerando material intacto, G_c la tasa crítica de liberación de energía en la dirección de mayor rigidez del material, W el trabajo de las fuerzas externas y γ_0 la función de densidad de grieta. Se ha seleccionado el modelo AT1 [14] para la modelización del daño. Dicho modelo incluye una zona elástica del material antes de iniciar el daño, obteniendo curvas tensión-deformación similares a las observadas experimentalmente. En dicho modelo de daño, la función de degradación adquiere la forma $g(\phi) = (1 - \phi)^2$ y la función de densidad de grieta, incluyendo el tensor estructural $\mathbf{A}$, se define en la expresión (2).

$$\gamma_0(\phi, \nabla \phi) = \frac{\phi}{c_w l_0} + \frac{l_0}{c_w} (\nabla \phi \cdot \mathbf{A} \cdot \nabla \phi) \quad (2)$$

donde $\phi \in [0,1]$ es la variable de daño de PF, l_0 es la longitud característica y c_w es el parámetro de normalización de PF, que para el modelo AT1 adquiere el valor de 8/3. El tensor estructural $\mathbf{A}$ adopta la forma de una matriz diagonal en coordenadas locales del material. Se tomará un valor de 1 para el término que acompañe a la dirección de mayor rigidez del material (dirección de las fibras) y se escalarán el resto de componentes utilizando la relación entre la energía de fractura en dirección de mayor rigidez y las de menor rigidez, tal y como se propone en [13]. Otra técnica para determinar el

valor de las componentes del tensor estructural consiste en emplear relaciones de longitudes características estimadas para producir la fractura a una tensión dada [15]. El modelo de PF se empleará de forma que capture el fallo de la dirección longitudinal del laminado y la delaminación del mismo, asimilando dicho fallo al del fallo de láminas transversales.

Se ha utilizado un esquema de resolución alternativo (*staggered*), consistente en la resolución escalonada del problema mecánico y del problema de daño. Este tipo de esquema requiere incrementos de carga pequeños para capturar correctamente la evolución del daño. En este trabajo, se han empleado incrementos de $5 \cdot 10^{-4}$ mm.

En [6] se estudia el efecto en las propiedades mecánicas causado por numerosas ondulaciones a lo largo de un laminado cuasi-isótropo bajo ensayos de tracción. Se concluye que, aunque la delaminación y el fallo de las láminas en dirección transversal aparece distribuido en el laminado, el fallo final del mismo se produce en la ondulación que incluye el defecto más severo. La severidad de los defectos suele determinarse mediante la relación entre la amplitud del defecto y la longitud del mismo [8], siendo más dañino cuanto mayor sea ésta. Sin embargo, la ondulación más severa de acuerdo a la definición anterior no es aquella que produjo el fallo del laminado. Debido a que en las probetas utilizadas en los ensayos las ondulaciones aparecen en distintas posiciones del espesor, se puede concluir que la secuencia de apilado del laminado también juega un papel destacado en el desarrollo del daño. En este trabajo, se ha tomado únicamente la ondulación crítica de las probetas ensayadas en [6]. El defecto modelado tiene una amplitud de 0.5 mm y una longitud de onda de 11 mm. La longitud total del modelo es el doble de la longitud de la zona ondulada, de forma que las cargas aplicadas se distribuyan uniformemente conforme al principio de Saint-Venant. La secuencia de apilado del laminado es [45/0/-45/90/0/90/0/90/-45/0/45]_s. El espesor de cada lámina es de 0.184 mm en las zonas sin defecto del laminado. El material que conforma los laminados es PREPREG M21E/34%/UD194/IMA-12K/300 mm.

Debido al elevado esfuerzo computacional que supone el uso de PF, se ha restringido el modelo a 2D. Para ello, se toma un corte en el plano X-Z del laminado (direcciones de carga longitudinal X y espesor del laminado Z) y se consideran condiciones de deformación plana. Se han modelizado todas las láminas del laminado de forma explícita, contando cada una de ellas con las propiedades del material orientadas en el plano 1-3. La creación de la ondulación se ha llevado a cabo mediante la expresión (3).

$$\Delta h = \frac{B\delta}{2} \cos\left(\frac{2\pi x}{\lambda}\right) \quad (3)$$

donde Δh representa el incremento en la posición del espesor de una interfaz determinada, δ es la amplitud

máxima de la ondulación, λ es la longitud de la ondulación, B es una función que controla la variación de la amplitud de la función a lo largo del espesor (tomando un valor de 1 en el centro del espesor de la ondulación y 0 en los extremos) y x representa la coordenada longitudinal respecto al centro de la ondulación.

Las propiedades elásticas del material se obtuvieron a partir de ensayos experimentales. La longitud característica de todas las láminas se ha establecido en 0.04 mm, de forma que el espesor de las láminas sea mayor que la longitud característica y se calcule adecuadamente el campo ϕ . Finalmente, la tasa crítica de liberación de energía ha sido tomada de [15]. Concretamente, se ha tomado el valor de G_{c0} para el fallo de las láminas orientadas a 0° ; la tasa crítica de liberación de energía para las láminas orientadas a 90° se ha tomado como G_{c23} , debido a que las tensiones tangenciales predominan el fallo en la zona de inicio del mismo. Finalmente, se ha estimado una tasa crítica de liberación de energía para las láminas orientadas a $\pm 45^\circ$ utilizando los valores de G_{c0} y G_{c90} y asumiendo un modo mixto equilibrado de las tensiones en el plano utilizado en 2D. Las estimaciones se han realizado utilizando las expresiones (4) y (5) propuestas por Hutchinson y Suo [16]. Además, se ha considerado que la tasa crítica de liberación de energía para la delaminación es la misma que para el fallo en modo I de las láminas orientadas a 90° . Las propiedades se recogen en la Tabla 1.

Tabla 1. Propiedades mecánicas del material.

E_1 (MPa)	167000
E_2 (MPa)	9500
ν_{12}	0.21
ν_{23}	0.44
G_{12} (MPa)	5800
l_0 (mm)	0.04
G_{c0} (N/mm)	97.8
G_{c45} (N/mm)	1.38
G_{c90} (N/mm)	1.1

$$G_{ceq} = G_{c90}(1 + \tan^2((1 - \lambda)\psi)) \quad (4)$$

donde ψ representa la medida angular en la relación entre modo I y modo II, correspondiendo 0° a modo I puro y 90° a modo II puro. En este caso, se ha impuesto un valor de 45° . Por otra parte, λ se obtiene mediante la expresión (5).

$$\lambda = 1 - \frac{2}{\pi} \tan^{-1} \sqrt{\frac{G_{c90}}{G_{c0}} - 1} \quad (5)$$

El cálculo del modelo se ha llevado a cabo utilizando el software comercial ABAQUS. Aprovechando la analogía térmica con el problema de PF, se han modificado las subrutinas presentadas en [17] para adaptarlas a materiales ortótropos y se ha mallado la geometría utilizando elementos CPE4T. Se han

empleado 10 elementos en el espesor de cada capa, de forma que se cumpla la relación $l_0/h_e > 2$ y se obtenga una discretización que permita una representación adecuada de la propagación de las grietas. Con el fin de que el grado de libertad de PF sea independiente en láminas contiguas y de ese modo evitar que el daño se propague de una lámina a otra, se han duplicado los nodos en las interfaces del modelo y se han impuesto ecuaciones de restricción en los grados de libertad referentes a los desplazamientos en el plano de los mismos. De este modo, los desplazamientos son continuos de una lámina a otra, pero no necesariamente el campo de PF. Se han utilizado un total de 150252 elementos y 164946 nodos. La Figura 1 muestra una comparativa entre el modelo de elementos finitos y la ondulación real.

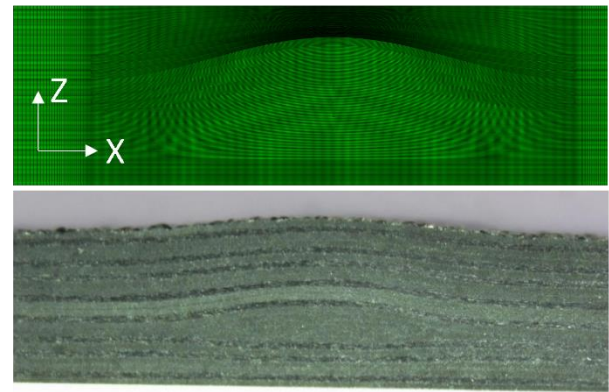


Figura 1. Comparación del modelo de elementos finitos con la geometría real.

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Se ha simulado el ensayo consistente en aplicar una carga de tracción con control en desplazamientos en dirección longitudinal del laminado.

La Figura 2 muestra la distribución final del campo de PF junto con un mapa de colores para identificar la orientación de cada una de las láminas.

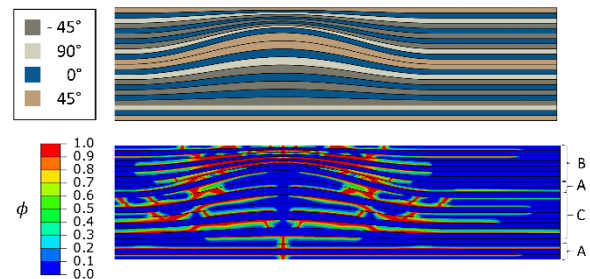


Figura 2. Orientación de las láminas (superior) y campo de PF al final de la simulación (inferior).

La progresión de daño en el modelo comienza con el fallo de una de las láminas orientadas a 90° situada en la zona de la ondulación en que se estrechan las láminas, concretamente, en la zona A superior. La combinación de

tensiones normales y tangenciales que aparecen en dicha zona y su baja tenacidad y resistencia promueve el fallo temprano de dicha lámina. Esta primera grieta adquiere la forma de delaminación que se propaga por la interfaz con la lámina contigua. El daño comienza a salir de la interfaz, provocando la degradación en todo su espesor y, por lo tanto, produciendo el fallo intralaminar. Además, esta primera grieta atraviesa la interfaz para propagarse como una grieta transversal a través de las láminas orientadas a $\pm 45^\circ$ contiguas a la primera que falla.

En el incremento de carga siguiente, aparecen grietas transversales en las láminas orientadas a 90° y $\pm 45^\circ$ en la zona inferior del laminado, lugar donde se ha considerado que el laminado no tiene ondulación (Zona A inferior).

Al seguir aumentando la carga, aparecen numerosas grietas transversales en las láminas orientadas a $\pm 45^\circ$ y 90° de la zona superior del laminado, que contiene las láminas más delgadas (Zona B).

Finalmente, se produce la nucleación de numerosas grietas en las interfaces de las láminas orientadas a 90° y $\pm 45^\circ$ localizadas en el centro del espesor del laminado (Zona C). Estas siguen dos caminos posibles: recorrer la interfaz de la lámina en que han nacido, reproduciendo así una posible delaminación, o atravesar la lámina a la que pertenecen en dirección del espesor para unirse a grietas nucleadas en otras láminas. Con este segundo mecanismo, se reproducen las grietas transversales encontradas en los ensayos experimentales antes del fallo final del laminado.

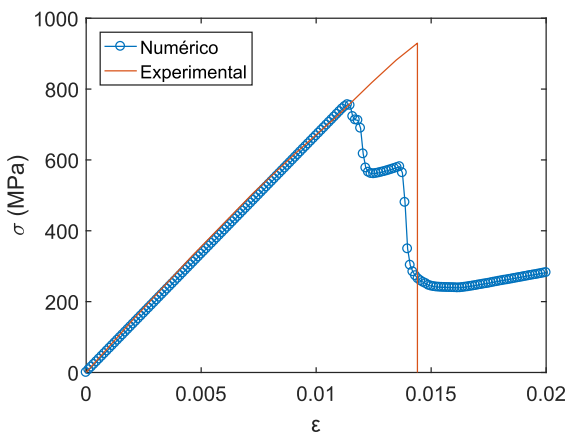


Figura 3. Curvas tensión aparente-deformación aparente para los modelos numéricos y el ensayo experimental [6].

Por su parte, las láminas orientadas a 0° no sufren el fallo longitudinal. Esto es debido principalmente al bajo valor de la longitud característica y a la gran tenacidad a la fractura del fallo longitudinal. La longitud característica necesita ser suficientemente pequeña para reproducir la delaminación del laminado y el fallo intralaminar. También se ha demostrado en la literatura que el valor de l_0 influye en la tensión a la que se produce la nucleación

de las grietas [15]. La resistencia longitudinal de las láminas a 0° se ha determinado experimentalmente en un valor de aproximadamente 3000 MPa. El valor estimado de l_0 para producir el fallo a dicha tensión es de 0.68 mm, lo que supondría tener una grieta difusa que abarcara más de 3 láminas a la vez. Esta incompatibilidad geométrica impide la representación del fallo de las láminas a 0° .

La Figura 3 muestra las curvas de tensión-deformación aparentes para el modelo numérico y el ensayo del laminado descrito en [6]. Se aprecia que el modelo numérico predice una menor resistencia del laminado. Para nuestro modelo, se distinguen tres fases diferenciadas: zona lineal hasta el fallo de las láminas más delgadas del espesor, primera caída de carga tras este fallo y, finalmente, fallo de las láminas en la posición central del espesor. Se aprecia como la primera caída de carga es excesivamente severa comparada con el ensayo experimental, en el que únicamente se aprecia relevancia real del fallo final de las láminas longitudinales. Este hecho podría radicar en diversos factores.

En primer lugar, la geometría se ha modelado de forma simplificada. La variación del espesor de las láminas fruto de la distribución sinusoidal puede afectar a la distribución de cargas en el laminado y a la resistencia de cada lámina por separado. Además, se ha simplificado el problema considerándolo bidimensional, asumiendo que la forma del defecto es constante en la anchura del laminado y despreciando efectos de borde del laminado.

El segundo factor a tener en cuenta es la incertidumbre en las propiedades resistentes del material. Cabe destacar que no se ha intentado realizar una calibración de las mismas para obtener un mejor ajuste. Además de haber tomado valores propios de un material similar obtenido en la literatura, la consideración de la longitud característica como parámetro numérico afecta a la tensión de nucleación de grietas. Una alternativa de cara a futuros modelos es la utilización de distribuciones aleatorias de daño en el material. Las distribuciones del daño pueden asemejarse a microdefectos en forma de microgrietas, por lo que la influencia del valor de l_0 podría reducirse al existir grietas previamente nucleadas.

Además, es importante reconocer el hecho de que se está utilizando un modelo de PF que considera propiedades resistentes ortótropas pero una degradación de propiedades elásticas isótropa. Esta degradación fuerza la reducción de rigidez longitudinal de las láminas incluso aunque el fallo se haya producido en dirección transversal. En la simulación de daño en materiales ortótropos mediante mecánica del daño continuo es habitual utilizar diversas variables de daño para diferenciar los distintos mecanismos de fallo del material y evitar la degradación de propiedades en direcciones no adecuadas. Por ejemplo, se asume que el material se degrada completamente ante un fallo de fibra pero sólo se reducen las propiedades transversales si el fallo se produce en dicha dirección. Aunque las láminas de 90°

no tienen gran influencia en la rigidez y resistencia del laminado analizado, el hecho de degradar completamente las láminas de $\pm 45^\circ$ ante lo que sería un fallo transversal en modelos de daño continuo produce la pronunciada primera caída de carga que se ha encontrado en el modelo numérico, conduciendo a mayores incrementos de carga en las láminas intactas y acelerando también su proceso de fallo.

Finalmente, hay que considerar que el modelo numérico constituye únicamente una parte de la probeta real ensayada. El coste computacional necesario para modelizar toda la geometría se considera demasiado elevado para el presente trabajo.

4. CONCLUSIONES

Se ha modelizado el fallo de un laminado cuasi-isótropo mediante un modelo de PF que considera la ortotropía en las propiedades resistentes del material. Este modelo es capaz de capturar la propagación de diversos tipos de grietas como transversales o delaminación sin incluir explícitamente una capa de elementos para capturar el fallo de la interfaz. Debido a la naturaleza isótropa de la degradación de las propiedades elásticas, el modelo infravalora la resistencia de los laminados. De cara a futuro se acometerán dos mejoras en el modelo: una modelización más precisa de la geometría a analizar y el uso de formulaciones de PF con varias variables de daño para los distintos mecanismos de fallo.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecer la financiación recibida a través del proyecto PID2023-151610OB-C22 financiado por MICIU/AEI/10.13039/501100011033 y FEDER, UE. También desean agradecer la ayuda PRE2021-097626 financiada por MCIN/AEI/10.13039/501100011033 y por el FSE+.

REFERENCIAS

- [1] P. Kulkarni, K.D. Mali, S. Singh. *An overview of the formation of fibre waviness and its effect on the mechanical performance of fibre reinforced polymer composites*, Composites: Part A: Applied Science and Manufacturing, 137 (2020)
- [2] A. Altmann, P. Gesell, K. Drechsler. *Strength prediction of ply waviness in composite materials considering matrix dominated effects*, Composite Structures, 127 (2015) 51–59
- [3] X. Xu, M.I. Jones, H. Ali, M.R. Wisnom, S.R. Hallett. *Effect of out-of-plane wrinkles in curved multi-directional carbon/epoxy laminates*, Composites Science and Technology, 197 (2020)
- [4] H. Hu, D. Cao, Z. Cao, S. Li. *Experimental and numerical investigations of wrinkle effect on failure behavior of curved composite laminates*, Composite Structures, 261 (2021)
- [5] M. Naderi, M. Ji, S. Liyanage, U. Palliyaguru, S. Soghrati, N. Iyyer, W. Seneviratne, N. Phan. *Experimental and numerical analysis of wrinkles influence on damage mechanisms and strength of L-Shape cross-ply composite beams*, Composites Science and Technology, 223 (2022)
- [6] J.V. Calvo, A.R. Quiñonero-Moya, N. Feito, M.H. Miguélez, E. Giner. *Influence of distributed out-of-plane waviness defects on the mechanical behavior of CFRP laminates*, Composite Structures, 323 (2023)
- [7] R. Elhajjar, R. Haj-Ali, B.S. Wei. *An Infrared Thermoelastic Stress Analysis Investigation for Detecting Fiber Waviness in Composite Structures*, Polymer - Plastics Technology and Engineering, 53 (2014) 1251–1258.
- [8] S. Mukhopadhyay, M.I. Jones, S.R. Hallett. *Tensile failure of laminates containing an embedded wrinkle; numerical and experimental study*, Composites Part A: Applied Science and Manufacturing, 77 (2015) 219–228
- [9] G.A. Francfort, J.-J. Marigo. *Revisiting brittle fracture as an energy minimization problem*, Journal of the Mechanics and Physics of Solids, 46 (1998) 1319–1342
- [10] B. Bourdin, G.A. Francfort, J.-J. Marigo. *Numerical experiments in revisited brittle fracture*, Journal of the Mechanics and Physics of Solids, 48 (2000) 797–826
- [11] B. Bourdin, G.A. Francfort, J.J. Marigo. *The variational approach to fracture*, Journal of Elasticity, 91 (2008) 5–148
- [12] S. Teichtmeister, D. Kienle, F. Aldakheel, M.A. Keip. *Phase field modeling of fracture in anisotropic brittle solids*, International Journal of Non-Linear Mechanics, 97 (2017) 1–21
- [13] J. Bleyer, R. Alessi. *Phase-field modeling of anisotropic brittle fracture including several damage mechanisms*, Computational Methods in Applied Mechanics and Engineering, 336 (2018) 213–236
- [14] K. Pham, H. Amor, J.J. Marigo, C. Maurini. *Gradient damage models and their use to approximate brittle fracture*, International Journal of Damage Mechanics, 20 (2011) 618–652.
- [15] A. Quintanas-Corominas, J. Reinoso, E. Casoni, A. Turon, J.A. Mayugo. *A phase field approach to simulate intralaminar and translaminar fracture in long fiber composite materials*, Composite Structures, 220 (2019) 899–911
- [16] J. Hutchinson, Z. Suo. *Mixed mode cracking in layered materials*, Advances in Applied Mechanics, 29 (1991) 63–191
- [17] Y. Navidtehrani, C. Betegón, E. Martínez-Pañeda. *A simple and robust Abaqus implementation of the phase field fracture method*, Applications in Engineering Science, 6 (2021)

FRACTURA DE BARRAS GFRP PARA EL ARMADO DEL HORMIGÓN

L. Juárez¹, S. Medkouri¹, A. Morales^{1*}

¹ CEDEX – Laboratorio Central de Estructuras y Materiales, Alfonso XII, 3-5, Madrid, 28014, Spain

* Asunción Morales: asuncion.morales@cedex.es

RESUMEN

En España hay muchas estructuras de hormigón que tienen que soportar ambientes agresivos, en especial para hacer frente a los cloruros de origen marino que provocan problemas de corrosión que hacen que su durabilidad sea muy inferior a la esperada. Una de las alternativas para mitigar, e incluso eludir, las consecuencias de la corrosión de las armaduras de acero, sería su sustitución por armaduras de otros materiales, como es el caso de los polímeros reforzados con fibras de vidrio (GFRP). Dado que su uso es bastante escaso y la experiencia muy limitada en España, es muy importante conocer las características y el comportamiento de este material como armadura para el hormigón, y en concreto aquellas que lo diferencian en mayor medida del acero tradicional. En este artículo se analizan las distintas formas de rotura de esta tipología de armado frente a distintos esfuerzos, así como los factores propios de cada tipo de barra y de su fabricación y acabado que pueden influir en los distintos tipos de roturas. Los resultados y conclusiones se basan en los trabajos experimentales realizados en el Laboratorio Central de Estructuras y Materiales del CEDEX en los últimos 3 años.

PALABRAS CLAVE: Hormigón armado, armaduras GFRP, formas de rotura.

ABSTRACT

In Spain there are many concrete structures that are exposed to aggressive environments, especially to chlorides of marine origin. Chloride attack causes corrosion problems that involve a durability much lower than expected. One of the alternatives to mitigate, and even avoid, the consequences of corrosion of steel reinforcements would be to replace them with reinforcements made of other materials, such as glass fibre reinforced polymers (GFRP). Given that its use is quite scarce, and the experience is very limited in Spain, it is very important to know the characteristics and behaviour of this material as reinforcement for concrete, and specifically those that differentiate it from traditional carbon steel. This article analyses the different forms of breakage of this type of reinforcement under different stresses, as well as the specific factors to each type of bar and its manufacturing and finishing that can influence the different types of breaks. The results and conclusions are based on experimental work carried out in the Central Laboratory of Structures and Materials of CEDEX in the last 3 years.

KEYWORDS: Reinforced concrete, GFRP rebars, fracture types.

1. INTRODUCCIÓN

La protección de las armaduras frente a la corrosión obliga a diseñar elementos estructurales con recubrimientos mayores, dosificaciones que eviten la pérdida de alcalinidad del hormigón y mezclas con componentes de mejores prestaciones, usando mayores cantidades de cemento, aditivos o adicciones especiales. Como alternativa o, si fuera el caso, complemento a estas medidas anticorrosivas, se plantea la posibilidad de **uso de armaduras distintas a las de acero al carbono convencional**. En concreto, en este artículo se revisan las propiedades, situación práctica y formas de rotura de las armaduras de compuestas de polímeros reforzados con fibras de vidrio.

2. EJEMPLOS DE USO DE ARMADURAS GFRP EN ESPAÑA

Los polímeros reforzados con fibras están formados por **fibras continuas** impregnadas de **resina polimérica**. Las fibras tienen alta resistencia y rigidez y son la columna vertebral del material, mientras que la matriz polimérica

ata y protege a las fibras, las mantiene separadas y transfiere las tensiones. La resina debe ser química y térmicamente compatible con las fibras, y juega un papel importante en el control del comportamiento tenso-deformacional y en la resistencia en ambientes corrosivos.

Las fibras más comunes son de vidrio (GFRP), carbono (CFRP) y aramida (AFRP), y más recientemente se están utilizando también las de basalto (BFRP). Este artículo se centra exclusivamente en las primeras, que son las que se han utilizado más en España como armaduras internas del hormigón. En cuanto a las resinas, existen fundamentalmente dos tipos, las termoestables, que al calentarse tras el curado mantienen su forma hasta que se descomponen a alta temperatura, y las termoplásticas, que reblandecen de forma reversible solidificándose al enfriar. Las más habituales para la fabricación de armaduras son la resina epoxi y la resina de viniléster que se encuentran dentro del primer grupo de resinas mencionado.

El **proceso de fabricación** más habitual de las barras de FRP es la **pultrusión**. Se trata de un proceso productivo por medio del cual se obtienen de forma continua materiales compuestos de sección constante. Durante el mismo, se somete a las materias primas a arrastre, para formar la barra, y parado, para realizar operaciones de impregnado, conformado, curado y corte. Para **mejorar la adherencia** con el hormigón de las barras, hay varias técnicas, como la impresión de deformaciones en la superficie, la aplicación de un revestimiento de arena, la sobreposición de una nueva superficie o la combinación de varias.

Debido a las notables ventajas de durabilidad, principalmente en ambientes muy agresivos, que tienen las barras FRP para el armado del hormigón se está multiplicando su investigación y desarrollo tecnológico, lo que además está suponiendo un notable incremento de su empleo a nivel internacional, tanto en Norteamérica como en Europa. Hay países que ya disponen de códigos y guías de aplicación y otros están trabajando en la elaboración de documentos similares, como también es el caso de España. En este momento, el material tiene poca trayectoria de uso, no existe normativa a nivel nacional y el diseño con esta tipología de armaduras no está contemplado implícitamente en la reglamentación. Aún así, hay que indicar que existen ya algunas obras de cierta relevancia en las que se ha empleado este material para el armado del hormigón. En el ámbito de las obras portuarias destacan las siguientes:

- **Bloques del dique de punta Langosteira (A Coruña).** El refuerzo del manto principal del dique de abrigo consistió en la fabricación y colocación de 35 bloques cúbicos de 4 m de lado, de hormigón HM-30/20/I+Qb+E. 31 bloques de densidad 2,66 t/m³ y los 4 restantes de densidad 2,82 t/m³, armados en ambos casos con 60 barras de GFRP de diámetro $\Phi 32$ mm. Se colocaron en total 7560 m de barras. (Información y fotografías facilitadas por la Autoridad Portuaria de A Coruña y la empresa Galaicontrol. Ver Figura 1).
- **Espaldón del dique suroeste de Escombreras, Cartagena (Murcia).** La reparación se ejecutó en 2015 y consistió en la demolición del espaldón de 400 m de longitud y recrecido con hormigón HA-35 desde la cota +8 a la +10. El armado se ejecutó con barras de acero al carbono en la cara interna, y de polímero reforzado con fibras de vidrio en la cara externa. Se colocaron 9 barras GFRP $\Phi 32$ mm por metro lineal de armadura principal y 5 barras $\Phi 20$ mm por metro lineal de armadura transversal. Se colocaron en total 67.000 kg de armaduras GFRP (Información facilitada por la Autoridad Portuaria de Cartagena y la empresa RTHp. Ver Figura 2).
- **Espaldón del dique de la bocana norte del puerto de Barcelona.** La solución propuesta y

ejecutada, entre finales de 2023 y principios de 2024, consistió en la demolición y reconstrucción de los 130 cm superiores del espaldón. Como resultado de los cálculos se colocaron 5 barras de diámetro $\Phi 25$ mm por metro lineal en el lado mar y 5 barras de diámetro $\Phi 16$ mm por metro lineal en el lado tierra. Como armadura longitudinal se dispusieron 5 barras de diámetro $\Phi 16$ mm por metro lineal. El recubrimiento de todas las armaduras de GFRP fue de 50 mm. (Ver Figura 3).



Figura 1. Punta Langosteira. Armadura GFRP en distintas fases de fabricación de los bloques.



Figura 2. Espaldón de Escombreras. Arriba, armadura GFRP durante una de las fases de hormigonado; abajo, croquis de la intervención y armadura interior © [1].

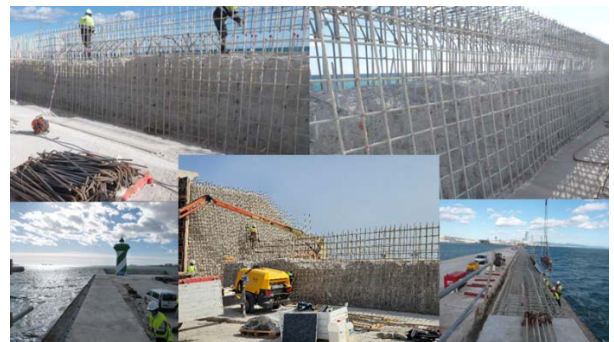


Figura 3. Espaldón en el puerto de Barcelona, en distintas fases del proceso de ejecución.

Fuera del ámbito portuario también hay algunas obras puntuales dignas de mención:

- **Pantallas** para ejecución de **nuevas estaciones de metro**.
- Sustitución de las cubiertas de la **Catedral de Nuestra Señora de los Remedios de La Laguna**. [2].
- Ampliación del **tranvía de Vitoria**.

Estas obras de referencia no han sido diseñadas con regulación específica española, por carecer de ella, pero en este momento se abre una importante oportunidad ya

que, a nivel europeo, se está en proceso de redacción de una nueva generación de Eurocódigos Estructurales. En concreto, el proyecto de revisión de la norma UNE-EN 1992-1-1 Eurocode 2: Design of concrete structures, incluye, entre otras novedades, un anejo informativo dedicado a las reglas específicas de aplicación cuando se emplea la alternativa de armaduras FRP para el refuerzo interno de estructuras sometidas predominantemente a cargas estáticas [3]. Además, aunque estas armaduras no están cubiertas por ninguna norma armonizada, recientemente se ha aprobado y publicado en el Diario Oficial de la Unión Europea, al amparo del Reglamento de Productos de Construcción, el Documento de Evaluación Europea EAD 260023-00-0301, que ya permite su libre comercialización en el mercado único con marcado CE y, por tanto, mejora la información concreta y específica de las características, propiedades y prestaciones de cada fabricante [4]. Se está además en proceso de estudio y redacción de una guía de aplicación española, como ya se dispone en otros países.

3. CARACTERÍSTICAS DE LAS ARMADURAS GFRP

Además de la ausencia de corrosión, hay otras **características de las armaduras GFRP** que se pueden considerar para decidir su empleo como refuerzo del hormigón:

- Mayor resistencia a la tracción longitudinal.
- Peso considerablemente más ligero, lo que beneficia su transporte y colocación en obra. Su densidad oscila entre 1,25 y 2,1 g/cm³.
- Transparencia magnética.
- Aislantes térmicos y eléctricos.
- Facilidad de demolición para estructuras temporales.

Las **características físico-mecánicas** de las armaduras poliméricas **difieren notablemente de las de acero** y, por tanto, así sucede también con las propiedades resistentes del hormigón armado resultante. Aunque las reglas de diseño del hormigón reforzado con barras de FRP son análogas a las del hormigón reforzado con barras de acero, no es posible sustituir directamente una tipología de armaduras por otra, debido a las numerosas **divergencias** que tienen sus características y propiedades y, por tanto, a causa del diferente comportamiento de los dos materiales:

- Los productos de FRP son elásticos hasta el fallo, son frágiles y no avisan antes de la rotura. Por el contrario, el acero es un material dúctil (ver Figura 4).
- Los productos de FRP son anisótropos caracterizados por una alta resistencia a tracción en dirección de las fibras. Esta anisotropía afecta negativamente a la resistencia a cortante en dirección transversal. El acero en cambio es un material isótropo.

- Los productos de FRP tienen un módulo de elasticidad bajo, del orden de 4 veces inferior al del acero. Esta propiedad puede determinar que en el diseño de elementos de hormigón sea más crítica la deformación que la resistencia, contrariamente a lo que suele suceder cuando se emplea el acero (ver Figura 4).

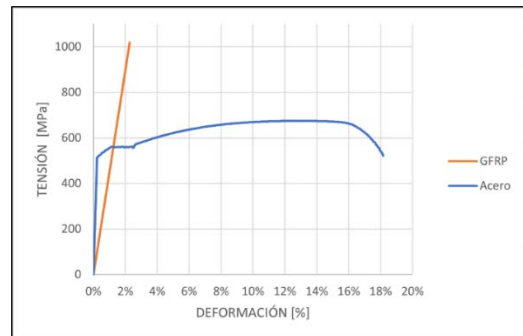


Figura 4. resistencia a tracción: comparativa entre acero y GFRP.

- Los productos de FRP presentan el fenómeno denominado fatiga estática o rotura por fluencia; barras sometidas a carga constante pueden fallar después de un cierto periodo de tiempo llamado de *endurancia*. Esta circunstancia no se da en el acero.
- La resistencia a tracción de las barras de FRP, a diferencia de las barras de acero, puede disminuir al aumentar el diámetro.

La **adherencia con el hormigón** de las armaduras FRP depende de la composición resina-fibra, del proceso de fabricación, de las condiciones medioambientales y, sobre todo, del tipo de superficie de acabado de las armaduras. La interacción de la unión de las barras de FRP con el hormigón es diferente a la del acero en muchos aspectos. En el caso de las barras de acero corrugadas, la interacción surge principalmente de la acción mecánica de la corruga de la barra contra el hormigón. En el caso de las barras de FRP, con un módulo elástico más bajo y con ondulaciones superficiales menos prominentes que las corrugas de las barras de acero, la interacción en el contacto tiene un carácter más friccional. El fallo de la adherencia en las barras de acero se debe al aplastamiento del hormigón en la zona cercana a las corrugas, mientras que en el FRP se debe principalmente al fallo parcial en el hormigón y a posibles daños en el acabado superficial de la armadura FRP [5].

La adherencia con el hormigón es fundamental en las zonas de anclaje. En cualquier caso, hay que tener en cuenta que frecuentemente el diseño de hormigón armado con barras de FRP está definido por estados límites de servicio, debido a la mayor deformabilidad, por lo que se cuenta con una reserva de resistencia antes de la pérdida de adherencia superior a la de las barras de acero. Existen varios métodos de ensayo para determinar

la adherencia, el más utilizado para armaduras FRP es el conocido como pull-out [6]. Los valores recomendados de resistencia mínima están entre 7,6 y 10 MPa [7] y [8].



Figura 5. Distintas superficies de acabado.

4. FRACTURA DE ARMADURAS GFRP

Internacionalmente la norma más relevante para la realización de ensayos y pruebas experimentales sobre armaduras FRP es la ISO 10406-1 [6], que establece métodos de ensayo estandarizados que permiten analizar el comportamiento de estas barras frente a distintos tipos de esfuerzos, como tracción cortante o flexión; así como realizar pruebas de fatiga o adherencia con el hormigón.

4.1. Fractura frente a esfuerzos de tracción

Los parámetros que caracterizan el comportamiento a tracción de las barras de FRP son el módulo elástico, la resistencia a tracción y la deformación en carga máxima. Estas armaduras no presentan comportamiento plástico, por lo que no se puede hablar de límite elástico, se caracterizan por una relación lineal entre la tensión y la deformación hasta rotura. Los valores de referencia indicados en la Tabla 1 serían característicos de armaduras en las que la proporción en volumen de fibras estuviera entre 0,5 y 0,7.

Tabla 1. Valores típicos de los parámetros que caracterizan la resistencia a tracción [5] [9].

	Límite Elástico [MPa]	Resist. [MPa]	Módulo elástico [GPa]	Deform. lím. elás [%]	Deform. rotura [%]
Acero	276 - 517	450 - 700	200	0,14 - 0,25	5,0 - 20,0
GFRP	---	450 - 1.600	35 - 60	---	1,2 - 3,7



Figura 6. Arriba., Abajo: Izda., ensayo de tracción; Dcha., probeta inmediatamente después de la rotura.

A diferencia de las armaduras de acero y debido a la mencionada anisotropía de los materiales de FRP, es muy importante en la realización correcta de estos ensayos el emboquillado y anclaje de la probeta durante el ensayo, generalmente a base de tubos metálicos rellenos de resina de unión o cemento expansivo, que evite el daño transversal sobre la armadura.

En la Figura 6 se muestra claramente el tipo de rotura más característico de las armaduras GFRP, que se produce por la rotura completa de las fibras fuera de la zona de emboquillado y en toda la sección transversal, resultando de la forma tipo escoba (broom-like). La rotura es totalmente frágil y se produce de modo casi simultáneo en todas las fibras pero en distintas secciones transversales. Este tipo de rotura es casi exclusivo para diámetros finos y medios, cuando el ensayo de tracción se ha realizado correctamente y sin provocar daño a la armadura en la zona de mordazas (Figura 7).

A medida que aumenta el diámetro de la barra la rotura suele ser menos brusca y es fácil que se produzca la separación y rotura de las fibras mayoritariamente en determinadas zonas de la superficie exterior, permaneciendo cohesionadas algunas zonas de la sección transversal más interiores. Esta rotura menos completa de los diámetros mayores se debe al mayor gradiente de carga entre las fibras exteriores y las centrales y es la causa de que en los productos de FRP disminuya la resistencia a tracción al aumentar el diámetro.



Figura 7. Forma de rotura tipo escoba.



Figura 8. Forma de rotura tipo en la que predomina la fractura de las fibras más exteriores de la armadura.

Los tipos de rotura por tracción descritos hasta ahora se deben a la fractura de todas las fibras o de parte de ellas. Se puede describir también otro tipo de fractura en el que interviene además el fallo de la resina en la capacidad de transmitir tensiones desde el exterior de la barra hacia el interior; en este caso se observa una rotura en el sentido longitudinal de la barra que separa el bloque central de fibras respecto al bloque de fibras del anillo exterior, tal como puede verse en la Figura 9.



Figura 9. Fractura por deslizamiento entre fibras.

Finalmente se puede describir otro tipo de rotura, relacionado en este caso con el procedimiento de fabricación de las barras y la configuración de las fibras en la sección transversal. Existen barras que se fabrican con un tejido exterior que zuncha las fibras longitudinales, teóricamente para aumentar la resistencia a compresión de este tipo de armaduras, pero que además influyen en la forma de rotura a tracción, evitando que el tipo de rotura denominado como escoba se desarrolle en su totalidad, las fibras normalmente fallan en grupo en una misma sección transversal, no se dispersan en su totalidad y se combina con fallos parciales por deslizamiento entre grupos de fibras.



Figura 10 Fractura fibras zunchadas

4.2. Fractura frente a esfuerzos de cortante

Las armaduras de FRP tienen en general una baja **resistencia a cortante**, porque su capacidad para soportar este tipo de esfuerzo está gobernada por la matriz. El trenzado o enrollando de fibras transversales a las principales mejora el comportamiento a cortante de este tipo de productos. Dos son los mecanismos que lo determinan y cada uno de ellos tiene su propio método de ensayo [6] para evaluar los valores característicos:

- La **resistencia al corte transversal** τ_s , que depende de las propiedades de las fibras, y que es singularmente importante cuando se emplea este tipo de barras como pasadores. Las distintas guías de referencia recomiendan resistencias mínimas variables entre 130 y 180 MPa [7] y [8]. El tipo de fractura característico es la de cortante puro, produciéndose la fractura, tanto de las fibras como de la resina, en la misma sección transversal. Es muy raro que se produzcan fallos parciales por deslizamiento longitudinal entre las fibras en algunas zonas de la sección transversal antes del corte completo de la barra (Figura 11).
- La **resistencia al corte interlaminar** τ_i , que viene determinada por las propiedades de la matriz y de la interfase fibra/matriz. Las guías recomiendan resistencias mínimas de entre 40 y 50 MPa, según los casos [8]. Se determina mediante un ensayo de flexión en una probeta con los apoyos muy juntos (viga corta).



Figura 11: Resistencia a cortante transversal

4.3. Fractura frente a esfuerzos de flexión

En cuanto a la **resistencia a flexión** de las armaduras GFRP, viene gobernada por las propiedades de la fibra y de la interfaz. No existen valores de referencia para esta propiedad ni métodos estandarizados, pero no deja de tener importancia dado que es un tipo de resistencia a la que se ha recurrido tradicionalmente en el control de calidad de las obras, como sustituto al ensayo de tracción para determinar el módulo elástico y las resistencias a tracción y deformación última. Los ensayos de tracción son difíciles y largos de preparar, por la necesidad de evitar roturas por compresión y aplastamiento en la zona de las mordazas; esto ha llevado a utilizar los ensayos de flexión en tres puntos como sustituto rápido para obtener los parámetros de tracción, tanto en control de producción como en control de calidad.

En este tipo de pruebas es importante minimizar la probabilidad de que se produzca fallo por cortante (como sucede en el ensayo de viga corta descrito en el apartado anterior); para evitarlo, la longitud mínima entre apoyos se está considerando en los trabajos experimentales de modo que cumpla la ratio de 1:25 con relación al diámetro de la barra, con lo que se obtienen roturas por flexión pura [10]. El tipo de fractura característico es la combinación de la compresión en la zona superior de la barra (aplastamiento) y la tracción en la zona inferior (fibras despegadas de la barra que acaban rompiendo).

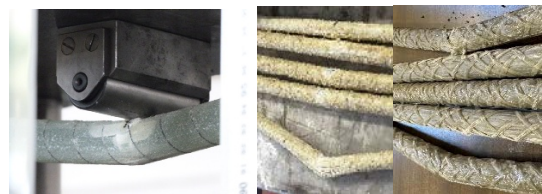


Figura 12: Roturas por flexión ensayo en tres puntos

4.4. Fractura frente a cargas cíclicas

En cuanto a la resistencia a la **fatiga** debido a la acción de las cargas cíclicas, los códigos de diseño son muy conservadores [9] o incluso recomiendan el empleo de este material para elementos sometidos fundamentalmente a cargas estáticas [3]. El motivo está en la gran cantidad de factores que afectan al comportamiento a fatiga y en la escasez de investigación de su efecto, fundamentalmente en la adherencia con el hormigón. El comportamiento a fatiga empeora a temperaturas elevadas o en presencia de humedad, o cuando existe algún tipo de degradación en la resina. Al igual que en el caso del acero, otros factores propios de la secuencia de cargas, como la frecuencia del ciclo, la tensión media y la ratio de tensiones (relación entre el valor mínimo y el máximo) también influyen en este tipo de resistencia.

La resistencia a la fatiga se caracteriza generalmente a través de las curvas de Wöhler (o curvas S-N) que definen el número de ciclos antes de la fractura para una

amplitud de tensiones y una ratio dadas. Generalmente se determina el límite de fatiga como la amplitud de tensiones para la que se superan los dos millones de ciclos sin que se produzca la rotura. Las guías recomiendan alcanzar valores entre el 20 y el 35 % de la tensión de rotura [9] y [8]. La norma ISO 10406-1 [6] también define un método estandarizado para la determinación de la resistencia a fatiga.

El tipo de rotura observado en las armaduras GFRP frente a cargas cíclicas se puede decir que consta de dos fases. En una primera se empiezan a apreciar daños en la superficie de la barra, en la que, como en los ensayos de tracción estática, las fibras se encuentran más traccionadas. Es frecuente también observar deslizamiento de unos grupos de fibras con relación a otros debido a fallo de la resina para transmitir tensiones y que los daños visibles aparezcan en un lado de la barra. La histéresis de cargas provoca que el módulo de deformación sea cada vez más bajo. Es frecuente que en las barras en las que el acabado superficial se remate mediante fibras o tejidos helicoidales estos rompan antes del fallo generalizado de las fibras longitudinales exteriores e incluso que aparezcan cada cierta distancia zonas fisuradas transversalmente en la resina con algunas fibras superficiales rotas o sueltas. Pasado un cierto número de ciclos de esta primera fase en la que los daños se van haciendo cada vez más patentes, en una segunda fase se produciría la rotura por tracción, pero mayoritariamente en la superficie de la barra debido al mayor daño acumulado en las fibras exteriores.

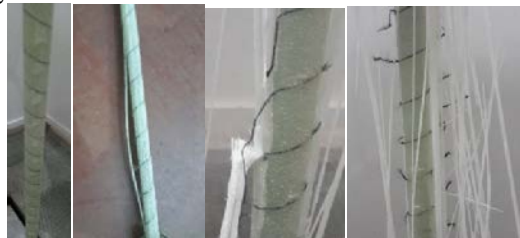


Figura 13. Modos de fractura frente a cargas cíclicas.

5. CONCLUSIONES

En este artículo se han indicado las obras más importantes construidas en España con armaduras GFRP. Aunque no son muchas, las más antiguas están ya cumpliendo los 10 años de servicio. Dado que es probable que el marco de regulación europeo en que nos encontramos incentive el uso de armaduras GFRP para el refuerzo interno del hormigón, principalmente en aquellos ambientes y en aquellas condiciones en las que su uso sea especialmente ventajoso, es importante seguir investigando sobre este material teniendo en cuenta que sus características y, por tanto las del hormigón diseñado con ellas, son muy distintas a las del acero tradicional.

En este artículo se han detallado los distintos modos de fractura de las armaduras GFRP y se ha mostrado la tipología y modos de fallo frente a esfuerzos de distinto tipo. La variedad de éstos y su notable diferencia con las armaduras de acero muestra la necesidad de

investigación, no solo de las características del material, sino también de su interacción con el hormigón; y todo ello teniendo en cuenta que, por las particularidades propias de estas armaduras, en ningún caso se puede aplicar directamente el conocimiento que se tiene del hormigón tradicional.

Agradecimientos

Estos trabajos están parcialmente financiados por el proyecto GFRPort (*Refuerzos de GFRP para hormigón estructural como estrategia para promover su uso en obras portuarias: estudio de propiedades y durabilidad*) concedido en el marco de la convocatoria correspondiente al año 2022 de ayudas a proyectos de colaboración público-privada del Plan Estatal de Investigación Científica, Técnica y de Innovación 2021-2023, en el marco del Plan de Recuperación, Transformación y Resiliencia.

Los autores agradecen al CEDEX, entidad a la que pertenecen y una de las concesionarias del proyecto, la oportunidad de abrir la línea de investigación sobre armaduras GFRP y también quieren agradecer su colaboración a las otras entidades concesionarias del proyecto, tanto públicas (Grupo AMADE de la Universidad de Girona) como privadas (Rover Maritime y Vialobra-RTHp).

Bibliografía

- [1] M. Jauregui Pajares, "Puerto de Cartagena. Recreido del espaldón del dique suroeste," *Revista del MITMA*, no. 718, pp. 56-65, Octubre 2021.
- [2] P. Tanner, C. Lara, J. L. Bellod and D. Sanz, "The plastic cathedral": Innovation to extend the service life of a heritage structure," *Structural Concrete*, 8 12 2019.
- [3] AENOR, "UNE-EN 1992-1-1 Eurocode 2: Design of concrete structures Part 1-1: General rules and rules for buildings, bridges and civil engineering structures," 2023.
- [4] EOTA, "EAD 260023-00-0301 Carbon, glass, basalt and aramid Fibre Reinforced Polymer bars as reinforcement of structural elements," 2023.
- [5] Fib: CEP-FIP, "FRP reinforcement in RC structures, Bulletin n°. 40," 2007.
- [6] ISO, "ISO 10406-1:2015 Fibre-reinforced polymer (FRP) reinforcement of concrete — Test methods — Part 1: FRP bars and grids," 2015.
- [7] ASTM, "D7957/D7957M-22 Standard Specification for Solid Round Glass Fiber Reinforced Polymers Bars for Concrete Reinforcement," 2022.
- [8] CSA, "S807 Specification for fibre-reinforced polymers," 2019.
- [9] ACI, "ACI 440.1R-15 Guide for the Design and Construction of Structural Concrete Reinforced with Fiber-Reinforced Polymer Bars," 2015.
- [10] L. Echeverría, Á. Ruiz Emparanza, A. Nanni and F. J. De Caso y Basalo, "Quality control methodology for composite FRP rebars," in *Fifth International Conference on Sustainable Construction Materials and Technologies*, 2018.
- [11] L. Echeverría, Á. Ruiz Emparanza, A. Nanni and F. J. De Caso y Basalo, "Quality," in *Fifth International Conference on Sustainable Construction Materials and Technologies*, 2029.

EVALUACIÓN DEL PROCEDIMIENTO DE EXTRAPOLACIÓN DE LA LEY COHESIVA EN DIFERENTES CONDICIONES AMBIENTALES.

A. Arrese¹, F. Mujika¹, P. Vigón², A. Argüelles², J. Viña³

¹ Grupo MecMat – Departamento de Ingeniería Mecánica, Escuela de Ingeniería de Gipuzkoa, Plaza Europa 1, Donostia-San Sebastián 20018, Spain

² Departamento de Construcción e Ingeniería de Fabricación, Universidad de Oviedo, Campus de Viesques, 33203 Gijón, España

³ Departamento de Ciencia de los Materiales e Ingeniería Metalúrgica, Universidad de Oviedo, Campus de Viesques, 33203 Gijón, España

Persona de contacto: ainhoa.arrese@ehu.eus

RESUMEN

En este trabajo se investiga el efecto de las condiciones ambientales sobre la ley de cohesiva de un material compuesto sometido a carga en modo I. Para ello, se aplica un método de extrapolación desarrollado recientemente por los autores, el cual se extiende al modo I y permite extraer la relación tensión cohesiva-separación a partir de la curva experimental carga-desplazamiento sin considerar una forma predefinida de la ley cohesiva.

El procedimiento se valida tanto numérica como experimentalmente con el objetivo de evaluar su precisión al extrapolar las propiedades interlaminares en diferentes condiciones ambientales, utilizando las **curvas maestras** calibradas en condiciones de laboratorio.

PALABRAS CLAVE: Ley cohesiva, Condiciones ambientales; Modo I.

ABSTRACT

This paper investigates the effect of environmental conditions on the cohesive law of a composite material under mode I loading. An extrapolation method recently developed by the authors is extended to mode I and used to extract the cohesive stress-separation relation from the experimental load-displacement curve without considering a predefined shape of the cohesive law.

The procedure is validated both numerically and experimentally in order to evaluate its accuracy in extrapolating the interlaminar properties under different environmental conditions, using the **key curves** calibrated under laboratory conditions.

KEYWORDS: Cohesive law; Enviromental conditions; Mode I.

1. INTRODUCCIÓN

Recientemente, se ha propuesto un método de reducción de datos basado en la flexibilidad que permite determinar la tasa de liberación de energía J y el desplazamiento relativo de la punta de la grieta Δ en modos de fractura I y II [1,2] como función del avance de la grieta equivalente.

El método, basado en la teoría de vigas, asume que todos los efectos asociados con el desarrollo del daño están incluidos en la longitud de la grieta equivalente obtenida a partir de la variación de la flexibilidad.

Se han derivado expresiones analíticas para la flexibilidad C , el desplazamiento relativo en la punta de la grieta Δ y el J -Integral, todos los cuales son función de las propiedades elásticas de los adherentes, la configuración del ensayo, las dimensiones de la sección transversal de las probetas, la carga aplicada y la longitud de la grieta equivalente (a_e).

Al reescribir las expresiones de C , Δ y la J -Integral como multiplicación de funciones separadas, se definen nuevas expresiones factorizadas con respecto a la carga aplicada y los espesores del adhesivo y del adherente, de la flexibilidad (C_{0i}), la J -Integral (J_{0i}) y el

desplazamiento de la punta de la grieta (Δ_{0i}) para cada modo de fractura [3, 4].

Asumiendo que todos los efectos asociados al daño están incluidos en la longitud de la grieta equivalente, y de acuerdo con las expresiones polinómicas de J_{0i} , C_{0i} y Δ_{0i} con respecto a a_e , se obtienen relaciones invariantes entre J_{0i} - C_{0i} y Δ_{0i} - C_{0i} para cualquier relación de espesor de adhesivo-adherente de un sistema de material y configuración de ensayo.

La naturaleza invariante de las curvas J_{0i} - C_{0i} y Δ_{0i} - C_{0i} permite considerar estas curvas como una propiedad del sistema material y la configuración de ensayo.

Este hecho conduce al siguiente resultado interesante:

Si las curvas clave J_{0i} - C_{0i} y Δ_{0i} - C_{0i} se calibran mediante ensayos realizados en las condiciones más favorables para la adquisición de datos experimentales, entonces es posible extrapolar J y Δ y, en consecuencia, la ley cohesiva procesando únicamente de la curva carga-desplazamiento, siempre que se mantengan las propiedades del adherente y la configuración de la ensayo.

El presente trabajo evalúa la validez del método de extrapolación utilizando las curvas maestras determinadas en condiciones de laboratorio para determinar las propiedades de uniones adhesivas bajo diferentes condiciones ambientales.

2. VERIFICACIÓN NUMÉRICA DEL MÉTODO PROPUESTO

Se ha llevado a cabo un análisis de elementos finitos bidimensional para examinar la idoneidad del procedimiento de reducción de datos propuesto para extraer la ley de cohesiva para el ensayo ENF (End Noched Flexure test) bajo diferentes condiciones ambientales.

En el ensayo ENF, la luz entre apoyos es $2L = 120$ mm, el espesor $2h=4$ mm, la anchura es $w=25$ mm y la grieta inicial de 30 mm. Las propiedades elásticas correspondientes al adherente y su variación con la temperatura se muestran en la Tabla 1.

Tabla 1. Propiedades del adherente.

	E_f (GPa)	G_{LT} (GPa)	E_f (GPa)
RT	120	4.0	7.8
HOT	114	3.64	6.6
COLD	126	4.36	9.0

En el modelo desarrollado en ABAQUS se han utilizando elementos de deformación plana 2D de cuatro

nodos (CPE4) para el adherente y elementos cohesivos de cuatro nodos (COH2D4) para simular el adhesivo.

Debido a que el objetivo es verificar el procedimiento de extrapolación y la precisión de las leyes cohesivas extraídas bajo diferentes condiciones ambientales, se han incluido diferentes leyes cohesivas (Fig.1) para simular el comportamiento del adhesivo en las diferentes condiciones.

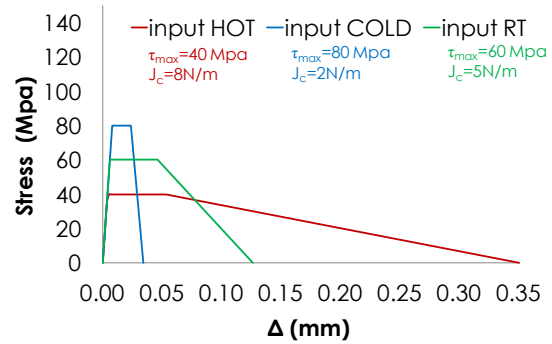


Figura 1. Leyes cohesivas utilizadas en el modelo de Elementos Finitos.

Asumiendo el carácter invariante de las curvas J_{0i} - C_{0i} y Δ_{0i} - C_{0i} , es posible extraer las Curvas Maestras para modo I a partir de los datos del ensayo RT siguiendo el diagrama de flujo que se muestra en la Fig. 2.

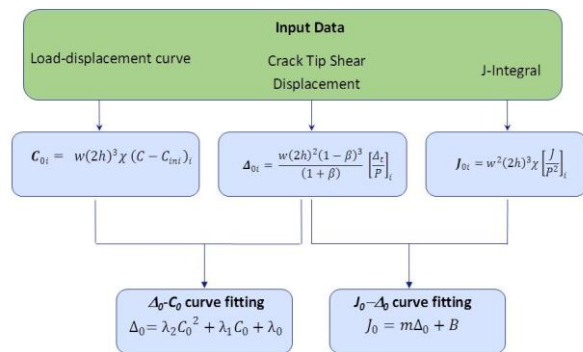


Figura 2. Diagrama de flujo para extrapolar la ley cohesiva

En la Fig. 3 se muestran las Curvas Maestras obtenidas a partir del ensayo ENF realizado en condiciones RT.

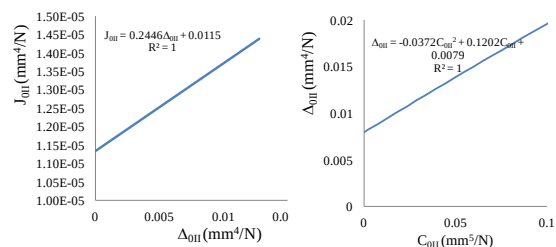


Figura 3. Curvas Maestras obtenidas del ensayo a temperatura ambiente.

Una vez obtenidas las *Curvas Maestras*, siguiendo el procedimiento de extrapolación que se muestra en la **Fig. 4**, se pueden extrapolar los resultados a diferentes temperaturas procesando únicamente la curva carga desplazamiento.

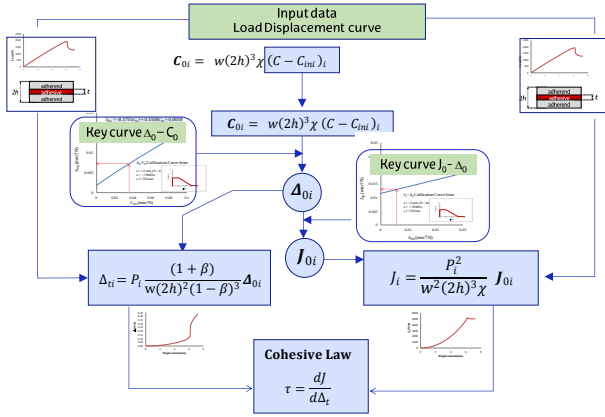


Figura 4. Diagrama de flujo para extrapolar la ley cohesiva

En la **Fig. 5** se muestran los resultados obtenidos aplicando el procedimiento de extrapolación para los ensayos virtuales ENF simulando diferentes condiciones ambientales. Se comparan las curvas $J-\Delta$ y las leyes cohesivas obtenidas mediante la extrapolación, con los introducidos en el modelo.

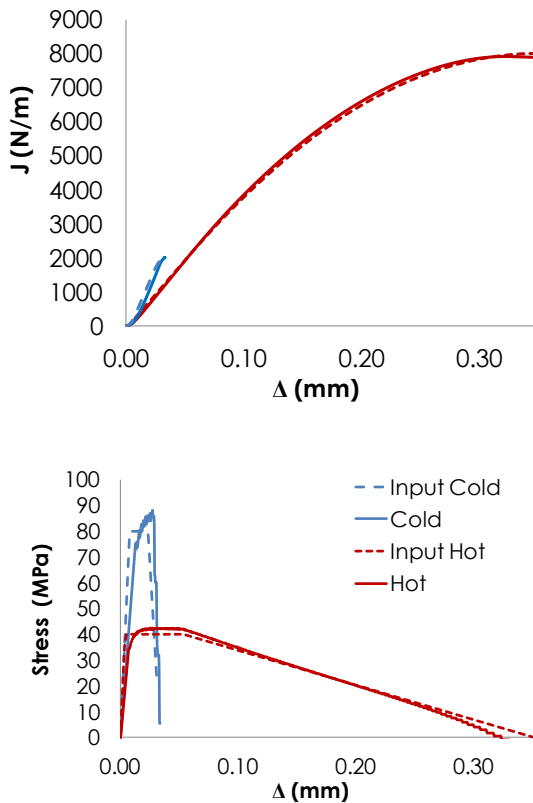


Figura 5. Curvas $J-\Delta$ y leyes cohesivas extrapoladas frente a las originales.

Los resultados de la verificación numérica demuestran que el procedimiento de extrapolación proporciona resultados satisfactorios.

3. VERIFICACIÓN EXPERIMENTAL DEL MÉTODO PROPUESTO

Se ha llevado a cabo un análisis experimental para examinar la aplicabilidad del procedimiento de reducción de datos propuesto para extraer la ley de cohesiva para el ensayo DCB (Double Cantilever Beam).

En el ensayo DCB, el espesor de la probeta es $2h=6\text{ mm}$, la anchura es $w=25\text{ mm}$; y la grieta inicial 50 mm . Las propiedades elásticas correspondientes a AS4/8552 son $E_f=144.7\text{ GPa}$, $G_{13}=5.36\text{ GPa}$ y $E_t=10.6\text{ GPa}$.

Debido a que el objetivo es verificar la idoneidad del procedimiento de extrapolación y la precisión de las leyes cohesivas extraídas se han realizado ensayos experimentales variando la temperatura $T= -30, 0, 20$ y 90°C .

En la **Fig.6** se muestran las curvas $J_{0i}-C_{0i}$ y $\Delta_{0i}-C_{0i}$ para ensayos en modo I a diferentes temperaturas.

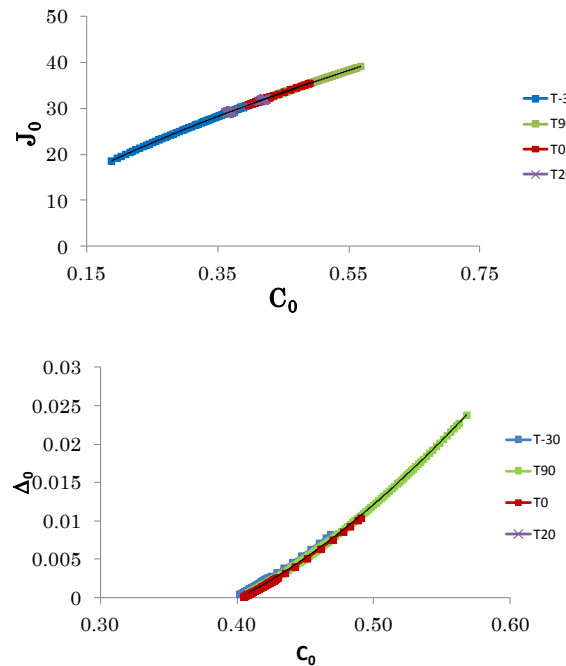


Figura 6. Curvas $J_{0i}-C_{0i}$ y $\Delta_{0i}-C_{0i}$ en modo I

De acuerdo con las **Fig. 6**, se puede validar experimentalmente que las curvas $J_{0i}-C_{0i}$ y $\Delta_{0i}-C_{0i}$ son invariantes.

Por tanto, asumiendo el carácter invariante de las curvas $J_{0i}-C_{0i}$ y $\Delta_{0i}-C_{0i}$, se extraen las *Curvas Maestras* para modo I a partir de los datos del ensayo DCB realizado en condiciones ambientales de laboratorio.

En la **Fig. 7** se muestran las curvas maestras obtenidas.

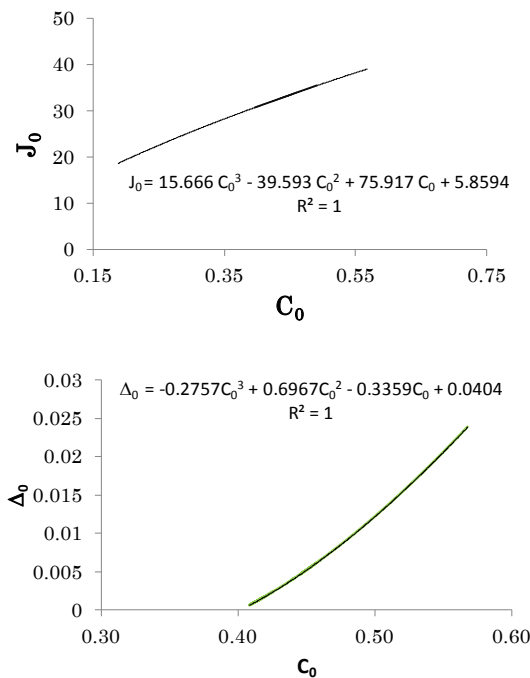


Figura 7. Curvas Maestras obtenidas del ensayo a temperatura ambiente.

Una vez obtenidas las *Curvas Maestras*, siguiendo el procedimiento de extrapolación que se muestra en la Fig. 4, se obtienen los resultados experimentales para los ensayos DCB a diferentes temperaturas.

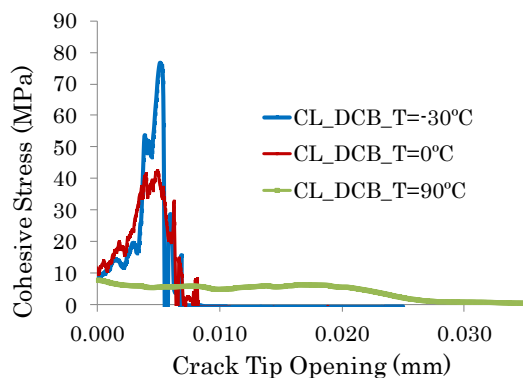


Figura 8. Leyes cohesivas extrapoladas.

4. CONCLUSIONES

El presente trabajo evalúa la validez del método de extrapolación utilizando las *Curvas Maestras* determinadas en condiciones de laboratorio para obtener las propiedades tanto interlaminares como de uniones adhesivas bajo diferentes condiciones ambientales.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecer la financiación recibida por la Universidad del País Vasco (UPV/EHU) en las actividades del grupo MecMat (GIU21/015).

REFERENCIAS

- [1] A. Arrese, A. Boyano, J. de Gracia, F. Mujika A novel procedure to determine the cohesive law in DCB tests. *Composites Science and Technology*, 2017, **152**, p. 76- 84.
<https://doi.org/10.1016/j.compscitech.2017.09.012>
- [2] A. Arrese, N. Insausti, F. Mujika, M. Perez-Galmés, J. Renart, A novel experimental procedure to determine the cohesive law in ENF tests *Composites Science and Technology*, 2019, **170**, p. 42–50.
<https://doi.org/10.1016/j.compscitech.2018.11.031>
- [3] A. Arrese, I. Adarraga, N. Insausti, J. Renart, C. Sarrado. Mode II cohesive law extrapolation procedure of composite bonded joints. *Engineering Fracture Mechanics*, 2021 **244**, **1**, 107563
<https://doi.org/10.1016/j.engfracmech.2021.107563>
- [4] A. Arrese, U. Garitaonandia, I. Adarraga, F. Mujika. Cohesive law extrapolation procedure for mode I and II adhesive bonds: numerical validation. *Revista de Materiales Compuestos*, 2024 **8**(1).
DOI: 10.23967/r.matcomp.2024.01.13

INTEGRIDAD ESTRUCTURAL DE COMPUESTOS PP/rPET-O PARA FFF: MICROFIBRILACIÓN DE FASE FRENTE A COMPATIBILIZACIÓN REACTIVA

Leandro Martínez-Orozco*, Noel León, Antoine Boyer, Tobias Abt, M^a Lluïsa Maspoch, 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

Esta comunicación evalúa el impacto en el comportamiento mecánico y la resistencia a la propagación de grietas a velocidades moderadamente altas en piezas fabricadas por FFF de dos polipropilenos modificados —uno con glicidil metacrilato (GMA) y otro con anhídrido maleico (MA)— utilizados como compatibilizantes reactivos de una mezcla 80/20 %p/p de PP/REx-rPET-O. Los ensayos se realizaron en probetas SENB mediante impacto instrumentado en configuración Charpy, realizados en condiciones cuasiestáticas. El análisis cuantitativo, basado en las curvas carga-deflexión, empleó la integral J dinámica (J_{Id}) según la metodología de Sumpter y Turner, adaptada por Grellmann para ensayos de impacto. Las micrografías MEB revelaron que los compatibilizantes promovieron la disolución de la morfología oblonga característica de la mezcla base, mostrando en cambio un efecto emulsificante más pronunciado y mejor cohesión interfacial en la mezcla con PPgGMA. Sin embargo, las características inherentes al proceso FFF limitaron el análisis cuantitativo, exigiendo una corrección de la sección resistente. Estructuralmente, la emulsificación de la fase secundaria promovió un aumento de ~36% en el módulo dinámico (E_d) para la mezcla procesada con PPgGMA, y del ~31% el esfuerzo dinámico de fluencia (σ_{yd}) de la mezcla procesada con PPgMA. No obstante, el análisis fractográfico mostró que la resistencia a la propagación inestable de grietas se vio favorecida por la morfología de la formulación base.

PALABRAS CLAVE: PP/rPET-O, ecoblends, compatibilización, microfibrilación, FFF, impacto instrumentado.

ABSTRACT

This communication evaluates the impact on the mechanical behaviour and resistance to crack propagation at moderately high speeds in FFF manufactured parts of two modified polypropylenes - one with glycidyl methacrylate (GMA) and the other with maleic anhydride (MA) - used as reactive compatibilizers of an 80/20 % w/w PP/REx-rPET-O blend. The tests were performed on SENB specimens by instrumented impact in Charpy configuration, carried out under quasi-static conditions. Quantitative analysis, based on load-deflection curves, used the dynamic J-integral (J_{Id}) according to the methodology of Sumpter and Turner, adapted by Grellmann for impact testing. SEM micrographs revealed that the compatibilizers promoted the dissolution of the characteristic oblong morphology of the base blend, showing instead a more pronounced emulsifying effect and better interfacial cohesion in the PPgGMA blend. However, the inherent characteristics of the FFF process limited the quantitative analysis, requiring a correction of the resistive section. Structurally, the emulsification of the secondary phase promoted an increase of ~36% in the dynamic modulus (E_d) for the PPgGMA-processed blend, and ~31% in the dynamic yield stress (σ_{yd}) of the PPgMA-processed blend. However, fractographic analysis showed that the resistance to unstable crack propagation was favoured by the morphology of the base formulation.

KEYWORDS: PP/rPET-O, ecoblends, compatibilization, microfibrillation, FFF, instrumented impact.

1. INTRODUCCIÓN

La economía circular de plásticos enfrenta una paradoja crítica: mientras la producción global crece un 8.05% anual [1], solo el 9% del PET opaco (PET-O) posconsumo se reintegra en cadenas de valor de alto rendimiento, como fibras técnicas o composites estructurales [2]. Este desbalance es particularmente preocupante en la UE, donde el 72% de los envases opacos terminan en vertederos pese a las metas del 65% de reciclaje para 2025 [3].

En el pasado, se ha expuesto por múltiples autores, los retos asociados a la incorporación del PET-O reciclado (rPET-O) a las cadenas de reciclaje y producción bien establecidas que tiene el PET transparente [4-7]. Sin embargo, su alta disponibilidad (producción global de ~5 Mt/año [2,

8]) lo posiciona como recurso estratégico si se superan estas barreras técnicas.

En ese contexto, las mezclas de polipropileno (PP) y polietileno tereftalato (PET) son de particular interés científico y técnico, y han sido previamente estudiadas por diversos autores [5, 9-11]. El PP ofrece ventajas clave: baja huella de carbono (1.84 kg CO₂/kg vs. 2,23 kg CO₂/kg del PET virgen [12]) y estabilidad térmica compatible con procesamiento en fundido.

Múltiples proyectos europeos han mostrado interés en la revalorización del PET-O reciclado (rPET-O) [13, 14]. Entre las estrategias implementadas más destacadas se incluyen la extrusión reactiva con agentes multiepoxidados (REx-rPET-O) y el mezclado en fundido con otros polímeros, como el

PP, con el objetivo de optimizar sus características y expandir sus oportunidades de reutilización [5].

Una estrategia prometedora en este ámbito es la modificación del rPET-O mediante extrusión reactiva y su incorporación como fase reforzante en proporciones del 20% en peso dentro de matrices de PP. Este enfoque permite mejorar las propiedades mecánicas del material compuesto resultante gracias a la posible microfibrilación de la fase de PET, por ejemplo, durante el procesamiento por fabricación por filamento fundido (FFF) [7].

No obstante, esta combinación presenta inconvenientes por la baja adhesión entre ambas fases. Para tratar este asunto, se ha planteado la inclusión de dos grados de copolímeros injertados de PP: PP injertado con anhídrido maleico (PPgMA) y PP injertado con glicidil metacrilato (PPgGMA). Estos compatibilizantes poseen la capacidad de potenciar la adhesión interfacial y fomentar una dispersión más homogénea de las fases [3, 15].

En esta comunicación, se presenta un análisis comparativo del desempeño mecánico a fractura de una mezcla 80/20 %p/p del sistema PP/REx-rPET-O y dos alternativas compatibilizadas derivadas de la misma. El estudio se centrará en la evaluación de la Integral J dinámica, determinada mediante ensayos de impacto instrumentado en configuración Charpy adaptada a probetas SENB (*Single-edge-notched bend*). Asimismo, se comparará el desempeño mecánico de piezas producidas por fabricación con filamento en fundido (FFF) y por moldeo por inyección.

2. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

2.1 Materia prima

Se prepararon 3 mezclas, con composiciones 80/20 %p/p de PP/REx-rPET-O, y manteniendo la misma proporción entre fases, se compatibilizaron 2 mezclas 70/20/10 %p/p de PP/ REx-rPET-O/compatibilizante, siendo los compatibilizantes implementados grados copolímero-injerto de PP con anhídrido maleico (PPgMA), por una parte, y con glicidil metacrilato (PPgGMA), por la otra. Los nombres comerciales y propiedades principales de todos los grados de polímeros empleados se encuentran previamente descritos en [3].

2.2 Procesamiento

Con la intención de prevenir la degradación hidrolítica de las materias primas procesadas, antes de cada etapa de procesamiento se procedió a secar el material durante 4 horas, en una tolva de deshumidificación Piovan (DSN506HE, Santa María di Sala, Italia) con punto de rocío de -40 °C. La temperatura de secado fue de 120 °C para todo material o mezcla que no contuviera PP, y de 100 °C para aquellas formulaciones en las que PP hubiese sido agregado.

A) Extrusión reactiva del rPET-O y preparación de las mezclas en fundido

El rPET-O se procesó por extrusión doble husillo con un 1,5 %p/p de SamfE. Tanto la etapa de extrusión reactiva, como la preparación de las mezclas en fundido siguieron los procedimientos y las condiciones previamente descritas en [3].

Como material principal de comparación, se estableció la mezcla 80/20 %p/p (PP/Rex-rPET-O) no compatibilizada, a partir de la cual se sustituyó un porcentaje de la matriz por un 10%p/p de PPgMA o PPgGMA (mezclas compatibilizadas). La codificación utilizada para las formulaciones 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	-	-
M1am	70	20	10	-
M2gma	70	20	-	10

b) Obtención de probetas por fabricación con filamento fundido (FFF)

Se utilizó un equipo de manufactura aditiva por filamento fundido con aporte de granza Voladora NX-pellets (Tumaker S.L., Oiartzun, España). Se fijó la velocidad de impresión en 1900 mm/min, lo que resultó en una tasa aparente de cizallamiento de aproximadamente 300 s⁻¹ a la salida de la boquilla (diámetro de 0,8 mm). Se establecieron las temperaturas de la boquilla y la cama en 210 °C y 100 °C, respectivamente. Se fijó el valor del multiplicador de impresión en 3, y se modificó el ancho del filamento a 0,38 mm.

Se eligió un modo de relleno al 100% y se imprimieron barras prismáticas (4x8x45 mm³ aprox.) utilizando un patrón de llenado rectilíneo mallado, con capas intercaladas impresas en ángulos de 0°, 45°, 90° y -45° (Figura 1). Las condiciones de impresión se mantuvieron para todos los materiales. Se utiliza el subíndice “FFF” para distinguir a los especímenes preparados por este método.



Figura 1. Esquema del patrón de llenado rectilíneo de malla para las probetas prismáticas con detalle de deposición de capa a 45° sobre capa 0°.

2.3 Impacto Charpy

Para caracterizar el comportamiento a la fractura por impacto de los materiales compuestos, se realizaron ensayos de impacto pendular en configuración Charpy (Ceast Dartvis, Instron, Norwood, MA, USA)

de acuerdo a lo establecido en las normas ISO 13586 e ISO 17280 [16, 17] (metodología monoprobeta). La energía nominal del impacto fue de 2,4J y se escogió un martillo de masa equivalente de 3,7 kg, lo que proporcionaba una velocidad de impacto de 1 m.s⁻¹.

Las barras prismáticas fueron mecanizadas sobre el centro de su espesor para producir probetas tipo SENB. La pre-entalla en configuración V (45° de flanco) fue mecanizada utilizando una entalladora motorizada modelo Notchvis 6951.000 (CEAST, Torino, Italia). La longitud de la pre-entalla quedó comprendida entre el 45 y 55% del ancho nominal de las probetas. Finalmente, su agudización se hizo mediante la técnica “tapping” con una cuchilla de afeitar con radio de filo de 0,13 μm.

2.4 Determinación de la Integral J

La integral J (J_{id}) fue evaluada con el objetivo de cuantificar la resistencia del material a la propagación inestable de grieta. Para ello, se determinó el módulo dinámico de flexión (E_d) y el esfuerzo dinámico de fluencia (σ_{yd}) mediante ensayos de impacto en especímenes no entallados de cada una de las mezclas. La obtención de estos parámetros partió de la determinación del punto de transición del comportamiento elástico al elasto-plástico al final de la parte lineal del gráfico fuerza-deflexión. Se utilizaron las siguientes ecuaciones [18]:

$$E_d = \frac{F_{gy} s^3}{4BW^3 f_{gy}} \quad \text{Ec.1}$$

$$\sigma_{yd} = \frac{3F_{gy} s}{2BW^2} \quad \text{Ec. 2}$$

Con B como el espesor de la probeta, W su ancho, F las cargas experimentadas por los especímenes y f las deflexiones correspondientes. El subíndice “gy” indica el punto de transición entre el comportamiento elástico al elasto-plástico, mientras que “max” indica el punto en el que se alcanza la carga máxima. La Figura 2 muestra de forma esquemática cómo son obtenidos dichos parámetros tanto para probetas entalladas como no entalladas, de acuerdo a la metodología propuesta por Grellmann [18], quien considera que a partir del punto en el que se alcanza el máximo de carga inicia la propagación de grieta, estable para el caso del esquema.

Ahora bien, para la determinación del valor de resistencia a la propagación inestable de grieta sólo se incluyó el resultado de las probetas cuyo comportamiento cumplió con las condiciones de carga, energía y tiempo de contacto establecidos en la literatura [18]. El valor de J_{id} fue calculado a partir de la evaluación del método de Sumpster y Turner [19], tomando como límite el valor de F_{max} . De acuerdo a este método, J_{id} se determina a partir de las contribuciones elástica y plástica del proceso carga-deflexión de las probetas, siguiendo la sucesión de expresiones que se presentan a continuación:

$$J_{id} = J_{el} + J_{pl} \quad \text{Ec.3}$$

$$J_{el} = \eta_{el} \frac{A_{el}}{B - (W - a)} \quad \text{Ec.4}$$

$$J_{pl} = \eta_{pl} \frac{A_{pl}}{B(W - a)} \frac{(W - a_{eff})}{(W - a)} \quad \text{Ec. 5}$$

$$\eta_{el} = \frac{2F_{gy} s^2 (W - a)}{f_{gy} E_d B W^3} f^2 \left(\frac{a}{W} \right) (1 - v^2) \quad \text{Ec.6}$$

$$A_{el} = \frac{1}{2} f_{gy} \frac{F_{max}^2}{F_{gy}} \quad \text{Ec. 7}$$

$$f \left(\frac{a}{W} \right) = 2,9 \left(\frac{a}{W} \right)^{\frac{1}{2}} - 4,6 \left(\frac{a}{W} \right)^{\frac{3}{2}} + 21,8 \left(\frac{a}{W} \right)^{\frac{5}{2}} - 37,6 \left(\frac{a}{W} \right)^{\frac{7}{2}} + 38,7 \left(\frac{a}{W} \right)^{\frac{9}{2}} \quad \text{Ec.8}$$

$$\eta_{pl} = 2 - \frac{\left(1 - \frac{a}{W} \right) (0,892 - 4,476 \frac{a}{W})}{1,125 + 0,892 \frac{a}{W} - 2,238 \left(\frac{a}{W} \right)^2} \quad \text{Ec. 9}$$

$$A_{pl} = A_G - A_{el} \quad \text{Ec. 10}$$

$$a_{eff} = a + a_{BS} \quad \text{Ec. 11}$$

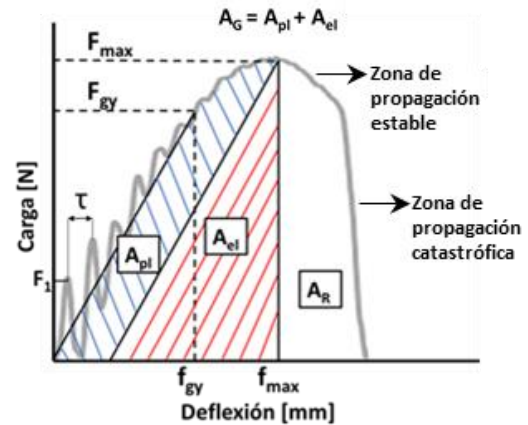


Figura 2. Esquema de la obtención de los parámetros de interés para el cálculo de propiedades a fractura.

De acuerdo a Grellman, siendo A_G el término asociado a la energía de iniciación de propagación de la grieta (Figura 2) y a_{BS} , la extensión asociada a la propagación estable de la grieta, medida a partir de la superficie de fractura por microscopía óptica y asociada a la zona 2 de la Figura 3. Para aquellas probetas cuya superficie de fractura se vió afectada de forma homogénea y no se distinguen diferentes zonas, el valor de a_{BS} fue estimado como [18, 19]:

$$a_{BS} = \frac{A_G}{\sigma_{yd} B f_{max}} \quad \text{Ec.12}$$

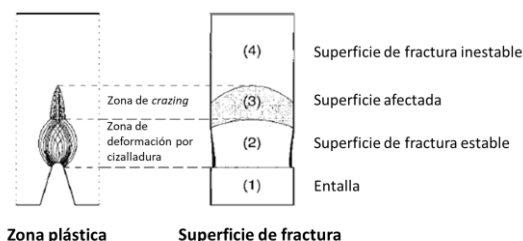


Figura 3. Diagrama esquemático que muestra la formación de varias zonas delante de la punta de la grieta (tomada de [20]).

2.5 Análisis reológico

El comportamiento del módulo de almacenamiento (G') y la viscosidad compleja (η^*) de las mezclas preparadas fueron obtenidos usando una metodología de cizalladura oscilatoria de pequeña amplitud, conocida como SAOS (por sus siglas en inglés *Small-Amplitud Shear Oscillation*) para entender el comportamiento reológico de los materiales a la temperatura de impresión. Para dicho fin, se empleó un reómetro AR-G2 (TA Instruments, New Castle, DE, USA) en configuración de platos paralelos con un gap constante de 1 mm, bajo atmósfera seca de N₂. Antes de ser estudiada, la granza fue secada durante la noche bajo vacío a 80 °C. Se llevaron a cabo barridos dinámicos de frecuencia a 210°C en la región viscoelástica lineal bajo deformación controlada a al 2%, en un rango de frecuencia angular de 1 a 600 rad/s, valores que, subsecuentemente, fueron transformados a velocidad de deformación aplicando la regla de Cox-Merz.

2.6 Análisis morfológico y fractográfico

Se llevó a cabo usando un microscopio electrónico de barrido (JSM-7001F, JEOL Ltd., Tokio, Japón) con una tensión de aceleración de 2 kV. Previo a la observación se depositó una fina capa de platino/paladio, en una proporción 80/20 %p/p, sobre la superficie de observación. La morfología de las mezclas se estudió en superficies de fractura criogénica de la sección transversal de los especímenes impresos. Por su parte, el análisis fractográfico se desarrolló sobre las superficies de fractura post-impacto.

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

3.1 Morfología generada

Micrografías de la zona central de la superficie de fractura criogénica de probetas prismáticas de las 3 formulaciones impresas por FFF, se presentan en la Fig. 4. Las imágenes confirman el carácter inmisible y bifásico de las mezclas. Particularmente, la micrografía a) revela una segunda fase aislada, parcialmente orientada en la dirección de flujo, llegando en algunos casos a formar microfibrillas. Sin embargo, también se puede apreciar una baja adhesión entre la matriz y dicha fase secundaria [6], como se observa más detalladamente en la Figura 5.

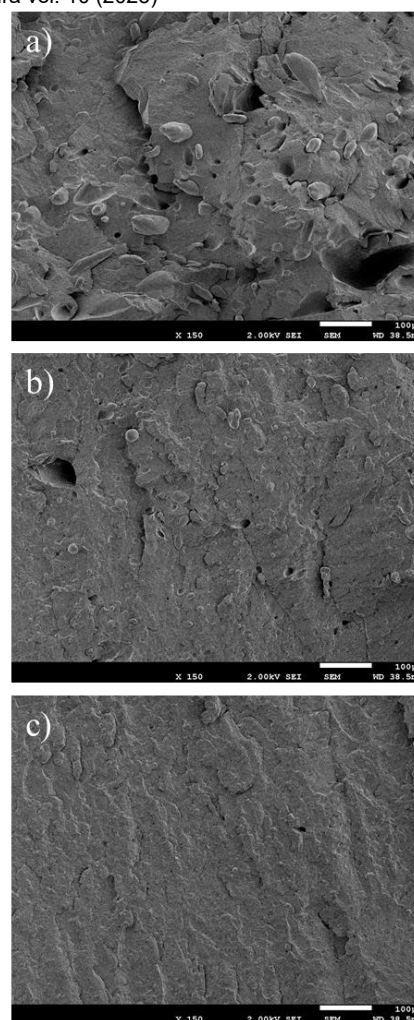


Figura 4. Micrografías (MEB) (150X) de la superficie de fractura criogénica de las muestras producidas por FFF de los mezclas. Micromarca de 100µm. a) M0FFF. b) M1-gmaFFF. c) M2-amFFF.

Por otra parte, al observar las superficies de las mezclas compatibilizadas, la distinción entre ambas fases se dificulta. Además de apreciarse una reducción de tamaño considerable de la fase secundaria, las partículas de esta parecieran estar recubiertas por la matriz, lo que sugiere una mayor afinidad entre el PP y el REx-rPET-O. Este carácter emulsificante ya ha sido reportado anteriormente en la literatura [3, 21], y en este caso, pareciera ser mayor para la mezcla M2gma.

3.2 Calidad de la impresión

La Fig. 6 presenta micrografías de la superficie de fractura criogénica, mostrando el perfil completo del área transversal de las probetas. Las diferencias observadas pueden atribuirse a mecanismos microestructurales contrastantes, por ejemplo, en M0, la fase secundaria de tendencia microfibrilar pareciera restringir la movilidad molecular durante la deposición, limitando la relajación de cadenas y reduciendo la formación de porosidad, lo que se traduce en una consolidación entre capas mejorada.

Por otra parte, para el caso de las mezclas compatibilizadas, en M1am, se promueve una contracción post-deposición pronunciada, como se

evidencia en el detalle de la Figura 6.b), lo que genera discontinuidades entre capas que disminuyen el contacto efectivo. Finalmente, en M2gma, la compatibilización eficiente mediada por PPgGMA homogeniza la distribución de fases, estabilizando la interfaz y minimizando defectos, lo que explica su superficie de fractura uniforme.

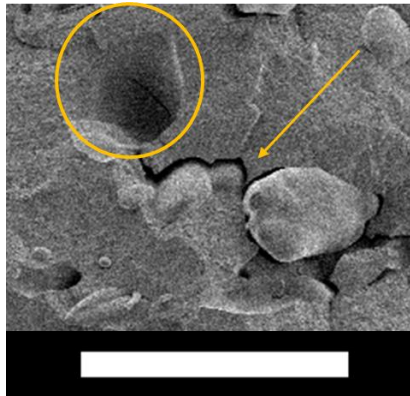


Figura 5. Detalle de micrografía (150X) de la superficie de fractura criogénica de M0, con micromarca de 100 μm . La flecha indica una zona de descohesión interfacial entre la matriz y la fase secundaria, mientras que el círculo resalta la profundidad de un agujero dejado tras el desprendimiento de una partícula oblonga.

Los ensayos SAOS fueron incorporados al presente estudio con la intención de establecer relaciones entre el comportamiento reológico en estado fundido, la calidad de la deposición del filamento durante el FFF y las propiedades mecánicas a fractura finales de las probetas. Parámetros reológicos como la viscosidad compleja (η^*) y el módulo de almacenamiento en cizalla (G') permiten predecir la calidad de la adhesión entre capas y la formación de defectos, factores determinantes en la resistencia al impacto [22].

Los ensayos se llevaron a cabo a 210°C, temperatura que coincide con la experimentada por el material durante la deposición en fundido. De acuerdo a la literatura, la temperatura de fusión pico (T_m) del REx-rPET-O es de 246,8°C [5], por lo que a 210°C la fase secundaria de la mezcla no ha empezado a fundir aún. En consecuencia, el resultado que se reporta es el de una matriz fundida con una segunda fase en estado sólido.

En la Figura 7, η^* y G' se presentan como función de la velocidad de deformación ($\dot{\gamma}$), acotada entre los valores 100 y 500 s^{-1} , rango que coincide con lo experimentado por el filamento a la salida de la boquilla del equipo de FFF (300 s^{-1}). A este valor de $\dot{\gamma}$, M0 muestra los valores más altos tanto para G' como para η^* , lo que podría estar indicando que la morfología observada de la fase secundaria (Figura 4) presenta una estructura más rígida y una mayor capacidad para resistir la deformación elástica, lo que, simultáneamente, también debe contribuir con su resistencia significativa al flujo viscoso.

En contraste, a pesar de presentar una morfología análoga a la de M2gma, M1am exhibe valores notablemente más bajos para ambas propiedades, lo

que sugiere que el PPgGMA posee una capacidad de compatibilización superior. Se ha documentado que, en mezclas inmiscibles, la aparición de deslizamientos interfaciales entre fases puede provocar una reducción en la viscosidad compleja, lo que podría explicar lo observado [23].

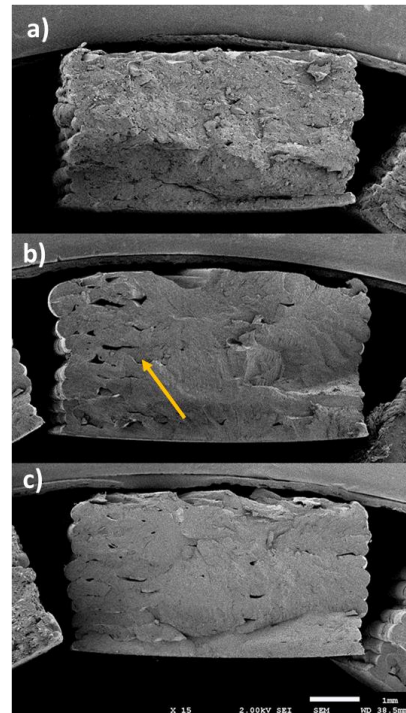


Figura 6. Micrografías (MEB) (15X) de la superficie de fractura criogénica de las muestras producidas por FFF de los mezclas. Micromarca de 100mm. a) M0. b) M1ma. c) M2gma.

En lo que respecta a la calidad de la impresión, múltiples factores condicionan el resultado final. Por ejemplo, ha sido documentado como un G' elevado después del cizallamiento podría causar fenómenos de recuperación elástica, lo que se traduce en la tendencia del material a la contracción del filamento extruido, resultando afectada la adhesión entre capas [24]. Asimismo, se ha reportado como una mayor viscosidad en las condiciones de impresión podría implicar una mejor estabilidad estructural durante la impresión y consolidación de la pieza fabricada [25].

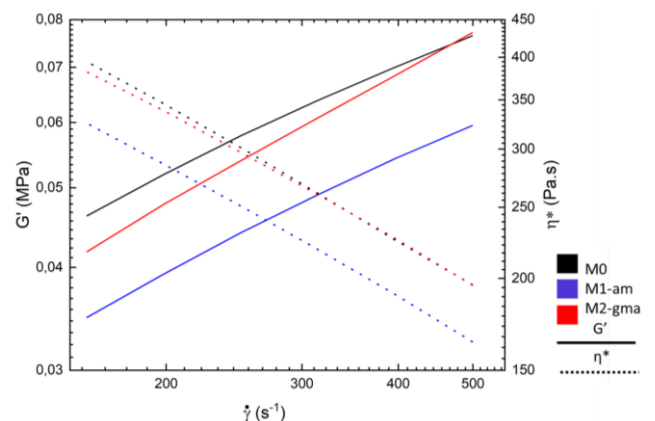


Figura 7. Viscosidad compleja (η^*) y módulo de almacenamiento por cizalla (G') vs. Velocidad de deformación en cizalla ($\dot{\gamma}$) de los sistemas estudiados.

Dado el papel crítico de la calidad de la deposición del filamento de polímero en la determinación del comportamiento de fractura de las mezclas, se introduce un coeficiente de normalización (C_{FFF}) para aislar su contribución. El coeficiente, definido por la Ec. 11 como la relación entre la densidad aparente de un conjunto de muestras impresas por FFF y la de muestras homólogas moldeadas por inyección (de acuerdo a las condiciones ya establecidas en [11], se denotarán con el subíndice *-iny* cuando corresponda), sirve para desvincular las propiedades del material de los artefactos inducidos por el proceso (por ejemplo, porosidad, defectos entre capas, etc.). Al normalizar el rendimiento mecánico en función de este parámetro, permitimos una evaluación directa de la resistencia a la fractura independiente de la variabilidad de la impresión 3D.

$$C_{FFF} = \frac{\rho_{FFF}}{\rho_{iny}} \quad \text{Ec.11}$$

Los valores de C_{FFF} obtenidos para las mezclas se presentan en la Tabla 3. Análogo a lo observado en la Fig. 6, M0 y M2gma exhiben valores de C_{FFF} muy similares (~0,94), mientras que M1am presenta un valor apreciablemente menor (0,90). Esta reducción de C_{FFF} para M1am corrobora la observación previa sobre la superficie de fractura, la cual se percibía de forma irregular, caracterizada por una mayor presencia de orificios entre capas y una adhesión interfacial inferior, en comparación a los otros 2 sistemas.

Tabla 3. Coeficiente de normalización de los efectos de la producción de muestras por FFF.

	M0	M1am	M2gma
C_{FFF}	0,94	0,90	0,94

3.4 Comportamiento a fractura

En la Tabla 4 se presentan los valores determinados para los parámetros dinámicos, E_d y σ_{yd} , mediante ensayos de impacto en especímenes no entallados de cada una de las mezclas.

Tabla 4. Parámetros dinámicos determinados a partir del punto de transición elástica a elasto-plástica.

	E_d (MPa)	σ_{yd} (MPa)
M0-FFF	2090 ± 214	21,9 ± 1,4
M1am-FFF	2047 ± 75	31,7 ± 4,0
M2gma-FFF	3256 ± 137	27,1 ± 1,7
M0- <i>iny</i>	3711 ± 140	30,9 ± 0,6
M1am- <i>iny</i>	3462 ± 266	35,6 ± 2,6
M2gma- <i>iny</i>	3648 ± 136	35,7 ± 2,2

Al comparar los resultados de las probetas FFF compatibilizadas con los de M0, se observa que

M2gma presenta un aumento del 36% en el módulo dinámico (E_d), consolidándose como el material más rígido bajo carga dinámica, lo que es congruente con la microestructura homogénea y estable previamente observada. La buena dispersión de partículas y la ausencia de defectos críticos, como porosidad o microfibrillas, favorecen una respuesta elástica más eficiente, permitiendo almacenar energía sin disiparla plásticamente; por su parte la morfología de la fase secundaria de M0 podría actuar como concentradora de esfuerzos, afectando la capacidad de la mezcla para almacenar energía elástica antes de la propagación de la grieta.

Por otro lado, el menor valor de E_d para M1am probablemente está relacionado con los defectos derivados de su fabricación por FFF. La presencia de huecos entre capas y una adhesión deficiente afectan la transferencia de esfuerzos, reduciendo su valor. Sin embargo, esta tendencia se invierte en el caso de σ_{yd} , que en comparación con M0, exhibe un aumento de alrededor de 31%. Para M1am, esto podría indicar que el nivel de compatibilización logrado por el PPgMA es óptimo, ya que mejora la capacidad de la mezcla para soportar más carga antes de deformarse plásticamente, retrasando el inicio de la propagación de la grieta y permitiendo una mayor absorción de energía durante las primeras etapas de la fractura.

Finalmente, los resultados de ambas propiedades dinámicas en inyección muestran valores considerablemente más cercanos entre sí, entre las diferentes mezclas, lo que respalda la idea bien establecida que el moldeo por inyección es un proceso de fabricación que genera piezas con una mayor homogeneidad en su desempeño mecánico.

Para los especímenes no entallados la resistencia al impacto suele definirse como la energía necesaria para que tanto la iniciación de la grieta como su propagación. Ahora bien, para los especímenes que contienen una entalla agudizada, la resistencia al impacto está principalmente controlada por la propagación de la grieta [26]. La tipología de las curvas carga-deflexión obtenidas durante los ensayos de este tipo de probetas se presenta en la imagen 8.

Las curvas carga-desplazamiento de las probetas entalladas exhibieron diferentes comportamientos en función de la presencia de agentes compatibilizantes y del tipo de proceso de fabricación por el que fueron preparadas. Por ejemplo, M0 presentó diagramas carga-deformación no lineales derivados del desarrollo de una zona de daño significativa en la punta de la grieta, independientemente del proceso de fabricación. Una vez alcanzado el valor máximo de carga, la grieta se propagó de forma estable con un suministro continuo de energía del péndulo a la probeta y la generación de una zona blanquecina delante de la punta de la grieta sin que llegasen a fracturar.

Contrariamente, el desempeño a impacto de M1am y M2gma dependió del tipo de proceso por el que fueron fabricadas. En FFF, una vez alcanzada la carga máxima, ambas mezclas experimentaron una fluencia

acompañada con el desarrollo de una zona emblanquecida delante de la punta de la grieta, sin embargo, la fractura final ocurrió de forma catastrófica con una propagación inestable de la grieta, lo que podría categorizarse como una fractura semifrágil [27]. En moldeo por inyección, al alcanzar F_{max} , se desarrolló una propagación completamente inestable de la grieta; no obstante, se ha demostrado [20] que incluso materiales con un mecanismo dominante de propagación inestable de grieta presentan zonas en las que se observa como una pequeña propagación estable de la grieta precede el evento catastrófico. La Fig. 9 muestra este fenómeno para las muestras inyectadas de las mezclas compatibilizadas.

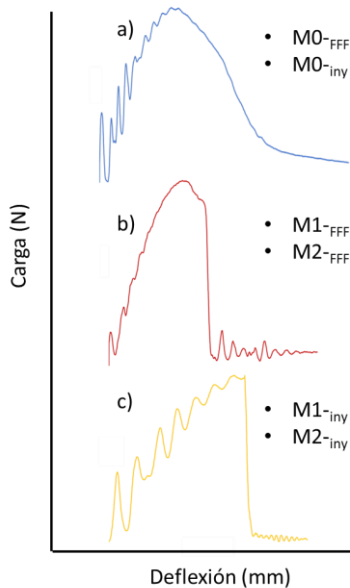


Figura 8. Imágenes esquemáticas de las curvas carga-deflexión de los sistemas estudiados.: (a) Curva elasto-plástica con propagación estable y formación de bisagra. (b) Curva elasto-plástica con iniciación de propagación estable y posterior avance catastrófico. (c) Curva elasto-plástica con propagación inestable de grieta.

En la Fig. 10 se le da un valor numérico a la resistencia a la propagación inestable de grieta mediante el concepto de la integral J . Este método permite desarrollar una interpretación energética del comportamiento de la fractura de materiales que presentan un comportamiento no lineal casi independiente del tiempo, es decir, una deformación elástico-plástica [28]. La evaluación de la tenacidad de la grieta relacionada con la propagación inestable de la grieta se realizó sobre la idea propuesta por Sumpter y Turner [19], cuyo método se basa en la separación de las componentes elástica y plástica del área bajo las curvas carga-deflexión. Los valores asociados a los especímenes impresos se presentan corregidos por C_{FFF} .

De esta manera, se aprecia una tendencia clara en la mezcla M0, que presenta valores de J_{id} más altos en comparación con las otras dos formulaciones. Asimismo, para esta mezcla, ambos métodos de fabricación (FFF e inyección) muestran valores dentro del rango de la desviación estándar, lo que sugiere que, una vez aplicada la corrección por C_{FFF} ,

el proceso de fabricación no influye de manera significativa en la tenacidad a la fractura de este material.

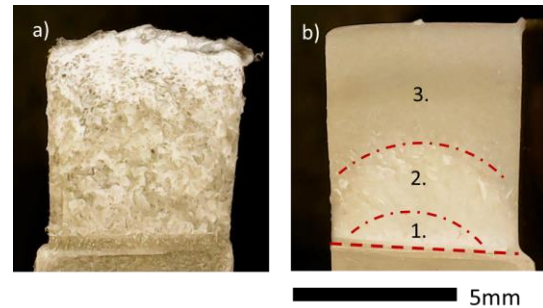


Figura 9. Fotografías por microscopio óptico, superficies de fractura de probetas moldeadas por inyección, (a) M0 muestra el emblanquecimiento producto de la disipación de energía por deformación plástica. (b) Probeta compatibilizada, desarrollo de zonas de distinta naturaleza en la punta de la grieta: (1.) Se corresponde con el desarrollo de una zona de deformación plástica. En (2.) Ocurre la transición crítica, marcada por un cambio de textura, que eventualmente deviene en la propagación catastrófica de la grieta (3.).

Por otra parte, en las mezclas M1 y M2, los valores de J_{id} disminuyen en comparación con M0 para ambos procesos productivos. Desde la perspectiva del moldeo por inyección, ambas mezclas compatibilizadas presentan un comportamiento similar; de hecho, el proceso de inyección ofrece una consolidación óptima, la combinación de alta presión y temperatura favorece una dispersión homogénea de la fase secundaria, estabilizando la interfaz con la matriz de PP.

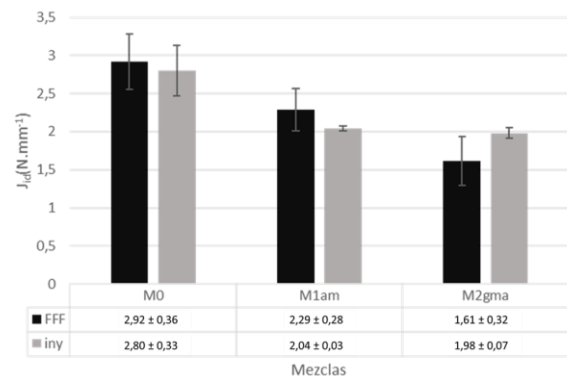


Figura 10. Valores de integral J , J_{id} de los sistemas estudiados en función de su proceso de fabricación.

Sin embargo, es probable que sea precisamente la mejora en la adhesión interfacial sumado a su fina dispersión lo que limite la capacidad de su fase secundaria para deformarse plásticamente, lo que explicaría la reducción de los valores de J_{id} observada en estas mezclas. Hecho que se ve aumentado en el resultado de M2gma-FFF debido a la mayor rigidez (E_d) que presenta.

La Figura 11 muestra micrografías de las superficies de fractura obtenidas mediante MEB. Para la mezcla M0 se observa una marcada descohesión interfacial entre la matriz y la fase secundaria de REX-rPET-O. Esta interacción sugiere un trabajo coordinado entre

ambas fases, que probablemente contribuye con el alivio de la triaxialidad del sistema, facilitando el desgarro y, en consecuencia, incrementando la energía absorbida durante la fractura.

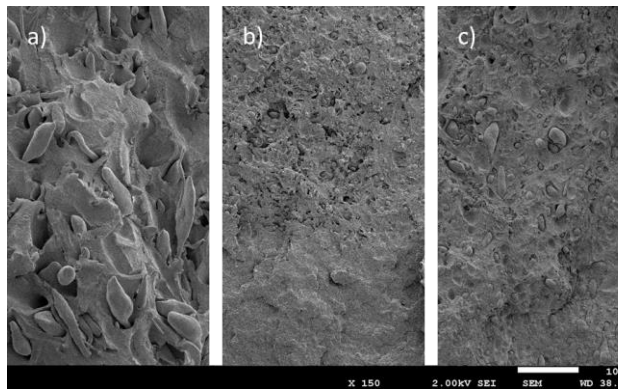


Figura 11. Micrografías (150 X) de las superficies de fractura de las formulaciones. (a) M0, (b) M1am y (c) M2gma.

En contraste, M1am y M2gma exhiben un patrón de fractura más complejo, con dos zonas diferenciadas. La zona inferior muestra una fractura de carácter frágil, evidenciada por una escasa deformación plástica de la matriz. A medida que la grieta avanza y la longitud del ligamento se reduce, se observa una transición hacia una fractura más dúctil, donde pareciera que las fases operan de manera más efectiva en la disipación de la energía del impacto.

En estos sistemas, durante la etapa inicial de propagación, la grieta parece avanzar preferentemente a través de la matriz, lo que indica que, energéticamente, resulta más eficiente esto que superar las fuerzas de cohesión interfacial, sugiriendo esto que la compatibilización modifica no sólo la morfología de la fase secundaria, sino también el mecanismo de propagación de la grieta.

4. CONCLUSIONES

En este estudio, se caracterizaron mezclas 80/20 % p/p de PP y REx-rPET-O (1,5 % p/p de SamfE), compatibilizadas por la sustitución en un 10% p/p de PP por dos copolímeros injerto de PP con anhídrido maleico y glicidil metacrilato, respectivamente. Dichas mezclas fueron conformadas por FFF y moldeado por inyección para fabricar muestras prismáticas a las que se les realizó un estudio de mecánica de la fractura que empleó la integral J dinámica (J_{Id}) de acuerdo a la metodología de Sumpter y Turner, y adaptada por Grellmann para ensayos de impacto.

La adición de un agente compatibilizante, indiferentemente de cuál, condiciona el tipo de morfología que se obtiene en la fase dispersa de REx-rPET-O embebida en la matriz de PP, pasándose de una morfología tipo oblonga con tendencia a formar microfibrillas a una morfología de partículas dispersas.

En lo que respecta a las propiedades dinámicas, M2gma presentó el valor más alto de E_d , aumentando

un ~36% respecto a M0. A su vez, M1am alcanzó un valor de σ_{yd} ~31% mayor que el de la formulación base. No obstante, fue precisamente M0 quien alcanzó el mayor valor de J_{Id} , con $2,92 \pm 0,36 \text{ Nmm}^{-1}$, lo que sugiere un trabajo más coordinado entre ambas fases, y que, probablemente, contribuye con el alivio de la triaxialidad del sistema, facilitando el desgarro y, en consecuencia, incrementando la energía absorbida durante la fractura.

AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen al proyecto: EcoPolyRub (Ref. PID2023-151338NB-I00), financiado por MICIU/AEI/10.13039/501100011033/FEDER.

También agradecen a la *Agència de Gestió d'Ajuts Universitaris i de Recerca* (AGAUR) por el reconocimiento y la ayuda otorgada como *grupo consolidado de recerca* al eb-POLICOM Polímers i Compòsits Ecològics i Biodegradables Ref.: 2021 SGR 01042.

Asimismo, Leandro Martínez-Orozco expresa su agradecimiento a 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*. 2023. <https://plasticseurope.org/es/plasticseurope-publica-plastics-the-fast-facts-2023>.
- [2] Ellen MacArthur Foundation, Programa de las Naciones Unidas para el Medio Ambiente. The Global Commitment 2023 Progress Report. 2023. Disponible en: <https://www.ellenmacarthurfoundation.org/global-commitment-2023/overview>
- [3] Martínez-Orozco L, León N, Biancalana C, Maspoch ML, Santana Pérez O. *Comportamiento a fractura de mezclas PP/rPET-O compatibilizadas*. Revista de Mecánica de la Fractura; 2024; 8:149-155.
- [4] Taniguchi A, Cakmak M. *The suppression of strain induced crystallization in PET through sub-micron TiO2 particle incorporation*. Polymer; 2004; 45(19):6647-6654.
- [5] León-Albiter N, Santana OO, Martínez Orozco L, Candau N, Maspoch ML. *Performance of Recycled Opaque PET Modified by Reactive Extrusion*. Polymers; 2024; 16:2843.
- [6] Loaeza Becerril AD. Polymer blends based on postconsumer waste of opaque poly(ethylene terephthalate) and polypropylene. [Tesis doctoral]. Universitat Politècnica de Catalunya; 2023.
- [7] Loaeza D, Cailloux J, Santana Pérez O, Sánchez-Soto M, Maspoch ML. *Extruded-calendered sheets of fully recycled PP/opaque PET blends: Mechanical*

and fracture behaviour. *Polymers*; 2021; 13(14):2360.

[8] Plastics Europe. *Plastics – the Facts 2022*. 2022. Disponible en: <https://plasticseurope.org>

[9] Friedrich K, Evstatiev M, Fakirov S, Evstatiev O, Ishii M, Harrass M. *Microfibrillar reinforced composites from PET/PP blends: Processing, morphology and mechanical properties*. *Composites Science and Technology*; 2005; 65:107–116.

[10] Kuzmanović M, Delva L, Mi D, Martins CI, Cardon L, Ragaert K. *Development of crystalline morphology and its relationship with mechanical properties of PP/PET microfibrillar composites containing POE and POE-g-MA*. *Polymers*; 2018; 10(3):291.

[11] Yi X, Xu L, Wang YL, Zhong GJ, Ji X, Li ZM. *Morphology and properties of isotactic polypropylene/poly(ethylene terephthalate) in situ microfibrillar reinforced blends: Influence of viscosity ratio*. *European Polymer Journal*; 2010; 46(6):719–730.

[12] Association of Plastic Recyclers (APR). *Life Cycle Impacts of Plastic Packaging Compared to Virgin Alternatives*. 2020. Disponible en: <https://plasticsrecycling.org/wp-content/uploads/2024/08/APR-Recycled-vs-Virgin-LCA-May2020.pdf>. (Recuperado en 2025).

[13] RevalPET. *RevalPET: Proyecto europeo para el reciclaje de PET opaco*. Universidad del País Vasco; 2020. Disponible en: https://www.ehu.eus/en/web/europeanprojects/busca-dor/-/asset_publisher/OWqW93e8A6Mm/content/revalpet-up-interreg-project.

[14] RevalPET'UP. *RevalPET'UP: Proyecto europeo para la valorización del PET opaco reciclado*. Universidad del País Vasco; 2016. Disponible en: https://www.ehu.eus/es/web/europeanprojects/interreg-vi/-/asset_publisher/u7Ti/content/revalpet-up-interreg-project-1.

[15] Papadopoulou CP, Kalfoglou NK. *Comparison of compatibilizer effectiveness for PET/PP blends: Their mechanical, thermal and morphology characterization*. *Polymer*; 2000; 41:2543–2555.

[16] International Organization for Standardization. *Plastics — Determination of fracture toughness (GIC and KIC) — Linear elastic fracture mechanics (LEFM) approach*. ISO 13586:2000.

[17] International Organization for Standardization. *Plastics — Determination of shear fracture toughness and shear fracture energy*. ISO 17280:2015.

[18] Grellmann W, Seidler S. *Deformation and Fracture Behaviour of Polymers*. Springer; Berlín, Alemania; 2001.

[19] Sumpter JDG, Turner CE. *Cracks and Fracture*. ASTM STP 601:3. 1976.

[20] Han Y, Lach R, Grellmann W. Effects of rubber content and temperature on unstable fracture behavior

in ABS materials with different particle sizes. *J Appl Polym Sci*. 2001;79(1):9-15.

[21] M. Pracella, D. Chionna, *Reactive Compatibilization of Blends of PET and PP Modified by GMA Grafting*, *Macromol. Symp.*, 2003, 198, 161-171.

[22] Das A, Gilmer EL, Biria S, Bortner MJ. *Importance of Polymer Rheology on Material Extrusion Additive Manufacturing: Correlating Process Physics to Print Properties*. *ACS Appl Polym Mater*. 2021;3(3):1218-1249.

[23] Van Puyvelde P, Moldenaers P. *Rheology-morphology relationships in immiscible polymer blends*. In: *Micro and nanostructured multiphase polymer blend systems*. Boca Raton, FL: CRC Press; 2005. p. 421–440.

[24] Duty C, Ajinjeru C, Kishore V, Compton B, Hmeidat N, Chen X, et al. *What makes a material printable? A viscoelastic model for extrusion-based 3D printing of polymers*. *J Manuf Process*. 2018; 35:526-537

[25] Martínez-Orozco L, León N, Cailloux J, Sánchez-Soto M, Maspoch ML, Santana O. *EcoBlends'up: PLA/BioPA blends composites, microfibrillated "in situ" through additive manufacturing*. *Theor Appl Fract Mech*. 2022; 118:103255.

[26] Hristov V, Lach R, Krumova M, Grellmann W. *Fracture toughness of modified polypropylene/poly(styrene-ran-butadiene) blends*. *Polym Int*. 2004; 53(8):1275–1285.

[27] Bucknall CB. *Characterizing toughness using standard impact test, in Polymer Blends. Vol. 2, Formulations & Performance*. 1999; ed by Paul DR and Bucknall CB. Wiley-Interscience, New York, p 59.

[28] Anderson TL. *Fracture Mechanics: Fundamentals and Applications*. Boca Raton: CRC Press; 1995.

THE CORROSION-INHIBITING EFFECT OF GRAPHENE OXIDE ON STEEL REINFORCEMENT EMBEDDED IN CONCRETE EXPOSED TO A 3.5M NaCl SOLUTION

L. Djenaoucine¹, C. Argiz¹, Á. Picazo², A. Moragues¹ and J. C Gálvez^{1*}

¹ Departamento de Ingeniería Civil: Construcción, E.T.S de Ingenieros de Caminos, Canales y Puertos, Universidad Politécnica de Madrid, c/Profesor Aranguren 3, 28040 Madrid, Spain.

²Departamento de Tecnología de la Edificación, E.T.S. de Edificación, Universidad Politécnica de Madrid, Avda. Juan de Herrera 6, 28040 Madrid, Spain.

* Persona de contacto: jaime.galvez@upm.es

RESUMEN

La corrosión del refuerzo de acero en estructuras de hormigón armado expuestas a ambientes ricos en cloruros es un desafío crítico para la durabilidad. Este estudio evalúa el óxido de grafeno (OG) como inhibidor de corrosión, analizando dos concentraciones (0.0005 % y 0.005 % en peso de cemento) en hormigón armado sumergido en NaCl 3.5M durante un año. Mediante las técnicas de Potencial de Circuito Abierto (OCP), Electroquímica (EIS) y Resistencia a la Polarización Lineal (LPR), se observó que ambas dosificaciones reducen significativamente la corrosión, siendo más efectiva la de 0.005 %. Esto se reflejó en menores valores de I_{CORR} , mayor impedancia y la formación de bucles capacitivos más grandes en EIS. La inspección visual y el análisis SEM-EDS confirmaron la adsorción de OG en la superficie del acero, formando una capa pasiva protectora que limita la difusión de iones corrosivos. Estos resultados posicionan al OG como un nanomaterial prometedor para mejorar la resistencia a la corrosión en hormigón armado en ambientes agresivos.

PALABRAS CLAVE: Hormigón; óxido de grafeno; inhibición de la corrosión; acero de refuerzo; ambiente con cloruros; mediciones electroquímicas.

ABSTRACT

The corrosion of steel reinforcement in reinforced concrete structures exposed to chloride-rich environments is a critical durability challenge. This study evaluates graphene oxide (GO) as a corrosion inhibitor by analysing two concentrations (0.0005% and 0.005% by cement weight) in reinforced concrete immersed in 3.5M NaCl for one year. Using Open Circuit Potential (OCP), Electrochemical Impedance Spectroscopy (EIS), and Linear Polarization Resistance (LPR) techniques, it was observed that both dosages significantly reduced corrosion, with 0.005% being the most effective. This was reflected in lower I_{CORR} values, higher impedance, and the formation of larger capacitive loops in EIS measurements. Visual inspection and SEM-EDS analysis confirmed GO adsorption on the steel surface, forming a protective passive layer that limits the diffusion of corrosive ions. These findings position GO as a promising nanomaterial for enhancing corrosion resistance in reinforced concrete exposed to aggressive environments.

KEYWORDS: concrete; graphene oxide; corrosion inhibition; reinforcing steel; chloride environment; electrochemical measurements.

1. INTRODUCTION

Reinforced concrete is widely used in engineering due to its cost-effective and abundant raw materials but faces durability challenges, particularly steel reinforcement corrosion in aggressive environments. This issue is critical in marine and coastal areas with high chloride concentrations, where chloride ions penetrate the concrete, disrupt the passive layer, and initiate corrosion [1,2]. The corrosion process is influenced by concrete porosity, chloride levels, and oxygen diffusion [3]. To mitigate this, strategies such as cathodic protection [4], stainless steel reinforcement [5], epoxy coatings [6,7], and corrosion inhibitors [8,9] have been explored, though they often present cost and environmental limitations.

Nanomaterials, such as graphene oxide (GO), have shown promise as corrosion inhibitors, particularly in concrete. GO improves the microstructure of concrete and the concrete-rebar interface by accelerating the hydration process, which results in reduced porosity. Previous studies have demonstrated the effectiveness of other nanomaterials like nano-silica and nano-TiO₂ in enhancing corrosion resistance. GO, with its high specific surface area and oxygen-containing functional groups, promotes cement hydration and forms a denser matrix, improving durability against aggressive agents like chloride ions. Research has shown the positive effects of nanomaterials on steel reinforcement corrosion resistance. For instance, nano-SiO₂ reacts with Ca(OH)₂ in concrete to form secondary calcium silicate hydrate, which enhances chemical stability and structural density,

improving impermeability and reducing sulfate-induced corrosion [10]. Similarly, nano-TiO₂ has been shown to enhance the corrosion resistance of reinforcing bars when used as a cement replacement [11]. GO, derived from graphene, is known for its large surface area, excellent mechanical and thermal conductivity properties, and a surface rich in active oxygen groups [12][13]. These functional groups facilitate GO dispersion in water and serve as nucleation sites, accelerating hydration and the formation of hydration products. GO has been extensively studied for its ability to improve the microstructure of cement hydration products, alter crystal size, and form a denser, more compact linkage structure [14].

The durability of concrete incorporating GO has been extensively studied, particularly its resistance to aggressive penetrations like chloride ions and its permeability to water and gas. Research indicates that adding GO to the cement matrix improves resistance to aggressive elements by forming a robust barrier that restricts the movement of harmful chemicals. For instance, incorporating 0.05 wt% GO into concrete reduced chloride penetration depth by 56.8% compared to reference concrete [15]. Furthermore, the inclusion of 0.08 wt% GO in concrete composites reduced water absorption by 90% after 90 days of curing [16]. Another study found that adding GO to ground granular furnace slag (GGBFS) increased the compressive strength of concrete and provided the highest corrosion resistance among all tested mixtures, even in saltwater immersion [17].

Although extensive research has been conducted on the strength and durability of cement-based materials containing GO, its effect on the corrosion behavior of steel reinforcement embedded in cementitious composites remains underexplored. This study seeks to address this gap by evaluating the influence of GO on the corrosion resistance of steel reinforcement in concrete. Concrete specimens will be prepared with two GO dosages: 0.0005% and 0.005% by weight of cement, alongside a reference specimen without GO. These specimens will undergo electrochemical measurements, and after one year of cyclic immersion and drying in a 3.5M sodium chloride solution, the corrosion of the steel bars will be analyzed using scanning electron microscopy coupled with energy-dispersive X-ray spectroscopy (SEM-EDS).

2. EXPERIMENTAL CAMPAIGN

2.1. Materials and mix proportion

The concrete mixes used in this study included Ordinary Portland Cement (OPC) CEM I 52.5 R and siliceous aggregates: sand (0–2 mm) and gravel (4–8 mm and 4–12 mm). GO from Graphenea®, pre-dispersed in water at 4 g/L, was added in dosages of 0.0005% and 0.005% by weight of cement. A polycarboxylate-based super-

plasticizer (Sika ViscoCrete20 HE) was used to enhance workability. The chemical compositions of OPC and GO are provided in Tables 1 and 2.

2.2. Steel rebar preparation

The steel bars used conform to the B500SD grade (UNE 36068: 2011) with the following composition (wt.%): 0.30% Carbon, 0.29% Silicon, 0.40% Manganese, 0.05% Sulfur, 0.05% Zinc, and the balance Iron. The cleaning procedure involved submerging each steel rebar in an HCl:H₂O (1:1) solution with 3.5 g/L hexamethylenetetramine and subjecting it to ultrasonic treatment for 3 minutes. The rebars were then rinsed with tap and distilled water, dried, and wrapped with adhesive insulating tape, leaving an exposed area of 7.54 cm² for chloride penetration (see Fig. 2a). This process was repeated for six steel bars across three concrete types, with two samples embedded in each concrete type. The results presented are the mean of two samples of the same type.

2.3. Specimens preparation

Three concrete mixes were prepared to assess the influence of GO on durability: HBDGO_0005 (0.0005% GO), HBDGO_005 (0.005% GO), and HBDGO_0 (control, n° GO). The water-to-cement (w/c) ratio and superplasticizer (PCs/c) were kept constant at 0.45 and 0.40%, respectively.

Initially, 25% of the total water was mixed with the superplasticizer and stirred manually for 1 minute. GO was then added and stirred for 2 minutes. This water-PCs-GO suspension was set aside. Using an automatic concrete mixer, gravel and sand were mixed for 1 minute, followed by adding cement and blending for 25 seconds. The remaining 75% of water was added while the mixer was rotating, followed by the water-PCs-GO suspension. The mixture was blended for an additional 30 seconds.

For gas permeability tests, cylindrical specimens (ø100×50 mm³) were used. Electrical resistivity was evaluated using cylindrical specimens (ø300×150 mm³). Electrochemical examinations were conducted on cylindrical specimens (ø100×110 mm³) with embedded steel bars. After 24 hours, the molds were removed, and the specimens were cured in a chamber at 20 ± 2°C and 98% relative humidity for 28 days.

2.4. Electrochemical measurements in chloride environment

After 28 days of curing, electrochemical measurements were conducted over 52 cycles (365 days), each consisting of 5 days of wetting in a 3.5M NaCl solution and 2 days of drying at 23 ± 2°C and 50 ± 5% relative humidity. Corrosion behavior was monitored using open circuit potential (OCP), linear polarization resistance (LPR), and electrochemical impedance spectroscopy

(EIS) with a potentiostat/galvanostat and Nova 2.4.1 software.

OCP was measured for 300s with a 3 M KCl Ag/AgCl reference electrode. LPR tests were conducted in the potential range of -20 mV to +20 mV versus OCP at a scan rate of 0.1667 mV/s. Polarization resistance (R_p) values were obtained from the slope $\Delta E/\Delta I$ at OCP. The corrosion current density (I_{CORR}) was calculated using the Stern-Geary constant (B) and polarization resistance (R_p):

$$I_{CORR} = \frac{B}{R_p \times A} \quad (1)$$

EIS tests were performed with a signal amplitude of 10^{-2} V and a frequency range of 100 kHz to 0.01 Hz. Impedance data were analyzed using Nova 2.4.1 software.

2.5. Optical Microscopy and Scanning Electron Microscopy (SEM)

After one year (52 cycles) of electrochemical measurements, the reinforced concrete samples were split by diametral compression, and the steel rebars were extracted. The rebar surfaces were visually examined and analyzed using an optical microscope and a Tescan Vega-3 SEM. Elemental and mineral analyses were performed using energy-dispersive X-ray spectroscopy (EDS) to assess the corrosion products and surface morphology.

3. RESULTS AND DISCUSSION

3.1. Electrochemical Behavior

Figure 2. a. shows the corrosion potential (OCP). The initial OCP values for steel reinforcement in HBDGO_0 reference concrete were around -250 mV, progressively decreasing until cycle 18, reaching the medium corrosion potential zone. After cycle 18, the OCP values declined further to -500 mV to -600 mV and remained stable until cycle 52, suggesting severe corrosion.

Table 1. Chemical composition of CEM I 52,5 R Portland cement obtained by XRF (wt.%)

Elements	CaO	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	K ₂ O	MgO	Na ₂ O	TiO ₂	P ₂ O ₅	SO ₃	LOI
Wt. (%)	61.5	20.5	5.03	3.20	1.05	1.45	0.15	0.25	0.19	3.35	2.39

Table 2. Chemical composition of GO

Elements	Carbon	Oxygen	Sulphur	Nitrogen	Hydrogen
Wt. (%)	49-56	51-50	0-2	0-1	0-1

Table 3. Mixture proportion of concrete

Concrete type	Cement (kg/m ³)	C-Agg (kg/m ³)	F-Agg (kg/m ³)	Water (kg/m ³)	Sand (kg/m ³)	GO* (wt.%)	SP* (kg/m ³)
HBDGO_0	385	495	349	171.46	974	0	1.54
HBDGO_0005	385	495	349	170.54	974	0.0005	1.54
HBDGO_005	385	495	349	161.84	974	0.005	1.54

(*) relative to cement weight

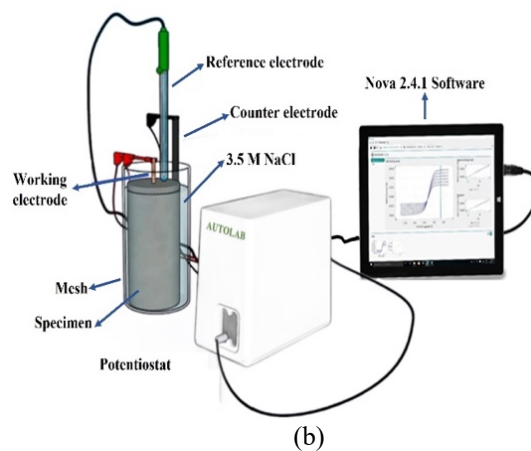
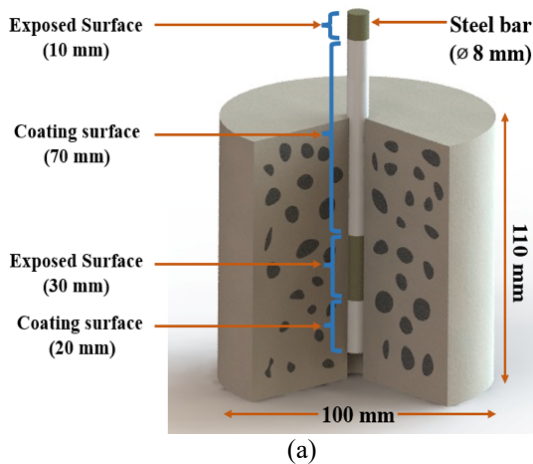


Figure. 1. (a) A schematic diagram of a typical concrete test specimen; (b) a schematic view of the experimental setup used for the electrochemical measurements.

In HBDGO_0005 and HBDGO_005 concretes, the OCP values followed similar trends. In HBDGO_0005, the initial OCP was -235 mV, indicating medium corrosion risk, which shifted negatively to -470 mV by cycle 32, then recovered to -230 mV by cycle 42. HBDGO_005 had a more positive initial OCP (~ -150 mV), indicating low corrosion risk, which later dropped to -394 mV in cycle 27 but recovered to around -200 mV by cycle 45, suggesting a low corrosion risk. This displacement of corrosion potentials towards more positive values suggests GO acts as an anodic corrosion inhibitor. HBDGO_0 showed initial OCP values around -350 mV, which sharply declined to -500 mV and -600 mV after cycle 17 and remained between -500 mV and -600 mV throughout the remaining cycles, indicating a higher corrosion risk. In contrast, HBDGO_0005 and HBDGO_005 showed the least negative OCP values (> -200 mV), indicating lower corrosion risks. HBDGO_005 exhibited slightly more positive potentials than HBDGO_0005, likely due to polarization effects or the formation of a protective layer on the steel surfaces [18,19].

The shift towards more positive OCP values suggests that GO acts as an anodic-type inhibitor, reducing the anodic reaction rate by forming a protective layer on the steel surface, thereby enhancing the corrosion resistance of steel reinforcement in concrete. This behavior is consistent with other studies, where anodic inhibitors

cause a positive potential shift by forming a stable passive film [20,21].

The corrosion current density (I_{CORR}) of steel bars is critical for assessing corrosion in concrete. Figure 2.b. shows the I_{CORR} of steel bars in HBDGO_0, HBDGO_0005, and HBDGO_005 after 52 cycles, equivalent to one year of cyclic wet-dry conditions. In reference concrete HBDGO_0, I_{CORR} ranged from 0.05 to 0.08 $\mu\text{A}/\text{cm}^2$ until cycle 28, indicating negligible corrosion. After this, it increased to 0.18 $\mu\text{A}/\text{cm}^2$, oscillating from 0.18 to 0.22 $\mu\text{A}/\text{cm}^2$, indicating low corrosion. In HBDGO_0005 and HBDGO_005, the I_{CORR} values differed, ranging from 0.07 to 0.17 $\mu\text{A}/\text{cm}^2$ for HBDGO_0005, which declined steadily after cycle 36, reaching 0.02 $\mu\text{A}/\text{cm}^2$ by the last cycle. In HBDGO_005, the I_{CORR} gradually increased to 0.07 $\mu\text{A}/\text{cm}^2$ before decreasing to 0.01 $\mu\text{A}/\text{cm}^2$ by cycle 52. The addition of GO in concrete helps passivate the reinforcement, with I_{CORR} values remaining below 0.1 $\mu\text{A}/\text{cm}^2$, indicating the retention of the passive state throughout the exposure period. Initially, I_{CORR} increases up to cycle 24 due to oxygen consumption in the concrete matrix. Over time, this oxygen supply is exhausted, and oxygen begins to diffuse through the concrete to the steel reinforcement, becoming the controlling factor for the corrosion rate [22,23].

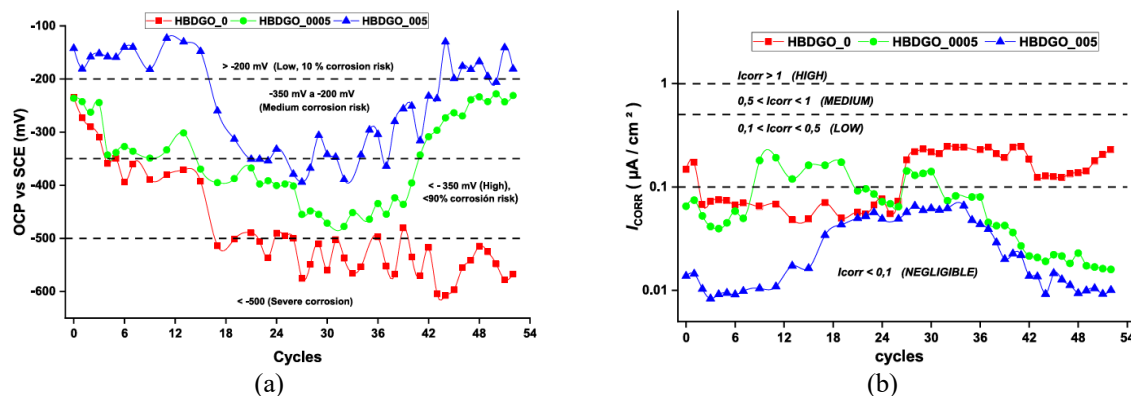


Figure. 2. (a) Open circuit potential (OCP) versus cycles number, and (b) Corrosion current density (I_{corr}) versus cycles number.

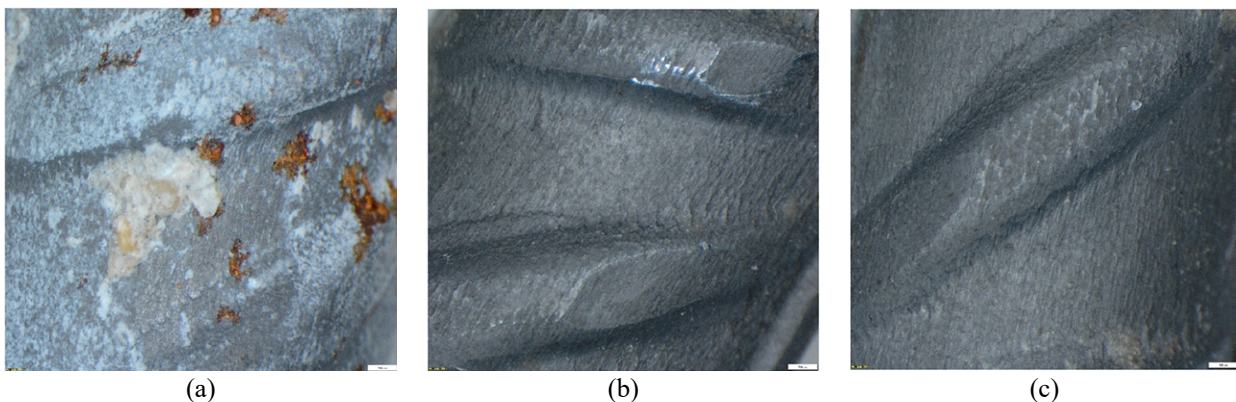


Figure. 3. Optical micrographs of steel reinforcement extracted from chloride-contaminated concrete (a) HBDGO_0, (b) HBDGO_0005, and (c) HBDGO_005.

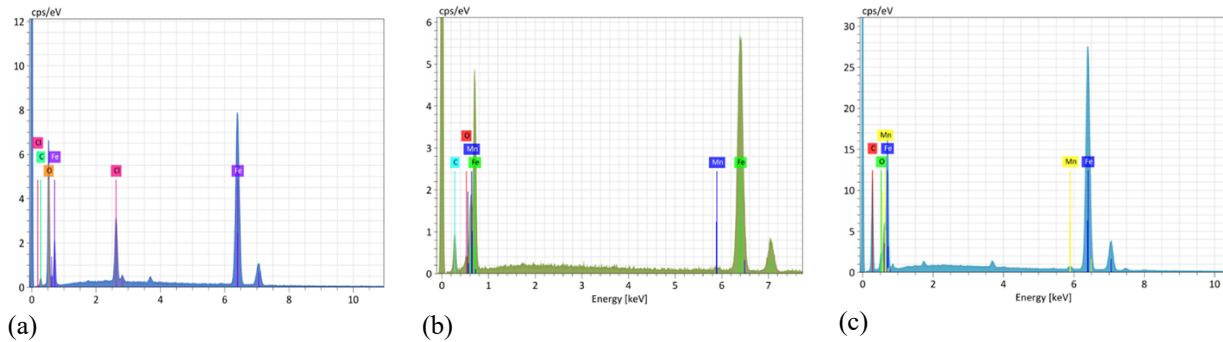


Fig. 4. EDS characterization of rebar surface that was embedded in (a) HBDGO_0; (b) HBDGO_0005; and (c) HBDGO_005.

In GO-modified concrete, I_{CORR} decreases after 24 cycles due to depleted oxygen and reduced diffusion from the surrounding environment. GO acts as a filling agent, refining pores and strengthening the microstructure, inhibiting further oxygen ingress [14]. It also promotes hydration, acting as a nucleation site for hydration reactions that densify the concrete matrix [14,24]. GO's large surface area and hydrophilic functional groups help with internal curing, creating a dense microstructure that enhances protection for the steel reinforcement against corrosion. This improvement is consistent with studies showing that GO promotes hydration kinetics and reduces permeability and corrosion rates [25,26]. In contrast, in reference concrete (without GO), oxygen continues to diffuse through the pore network, leading to sustained increases in I_{corr} values.

The findings confirm that the addition of GO significantly enhances the electrochemical performance of reinforced concrete. The positive shift in OCP values and the reduction in I_{CORR} demonstrate GO's effectiveness as an anodic corrosion inhibitor. The improved R_p values and phase angles observed in EIS further corroborate the protective effects of GO. GO's ability to densify the concrete matrix, reduce oxygen diffusion, and promote hydration kinetics contributes to its superior performance. The reduced I_{CORR} values in GO-modified specimens suggest that GO minimizes corrosion sites by forming a compact microstructure and a stable passive layer on the steel surface. These findings emphasize the potential of GO as a sustainable and effective solution for improving the durability of concrete structures in aggressive environments.

3.2. Visual Examination and SEM-EDS Analysis

Optical microscopy analysis of the steel specimens after one year of exposure to a 3.5M NaCl solution under cyclic wetting and drying conditions is shown in Fig. 3. The steel bar in the reference concrete exhibited rust spots and white deposits, indicating chloride ion diffusion through the concrete pores. In contrast, the GO-modified concrete specimens showed no signs of deterioration, with the steel surface remaining intact and clean. These observations align with electrochemical

measurements, which showed a significant reduction in the corrosion rate and an increase in the polarization resistance for the steel bars in GO-modified concrete. This confirms the effectiveness of GO as a corrosion inhibitor for steel reinforcement in concrete.

The elemental compositions of the steel bars were investigated by EDS (Figure 4). The EDS results showed that the elemental iron (Fe) content on the steel reinforcement bar in HBDGO_0 was 49.77 %, indicating corrosion. In contrast, the Fe content in HBDGO_0005 and HBDGO_005 specimens was significantly higher, at 69.67 % and 72.31 %, respectively, suggesting that GO effectively inhibited the oxidative dissolution of the iron. The elemental carbon (C) content was also higher in the GO-modified concrete, with values of 10.85 % and 17.06 % in HBDGO_0005 and HBDGO_005, respectively, compared to only 1.88 % in HBDGO_0. The C detected in the GO-modified specimens is attributed to the GO incorporated on the steel surface, forming a carbon-based protective layer that acts as a barrier against corrosion. The chloride content on the surface of the reinforcing steel was significantly lower in the GO-modified specimens, with no traces of chloride in HBDGO_0005 and HBDGO_005, compared to 14.16% in HBDGO_0. This indicates that GO effectively hinders chloride ion diffusion towards the steel surface, as supported by the increase in resistivity and oxygen permeability in the GO-modified concrete. These results confirm that the addition of GO improves the concrete's resistance to chloride penetration by refining the pore structure through the filling of capillary pores, contributing to a denser microstructure.

4. CONCLUSIONS

- GO acts as a long-term corrosion inhibitor for steel-reinforced concrete, with 0.005 wt% proving the most effective.
- These findings support the use of GO as a sustainable and effective solution for improving the durability of concrete structures in aggressive environments.
- The visual and EDS analysis demonstrated that GO significantly enhances the corrosion resistance of

steel bars in concrete, inhibiting oxidative iron dissolution and chloride penetration, by forming a passive layer composed of carbon.

ACKNOWLEDGMENTS

The authors gratefully acknowledge the financial support provided by the Ministry of Economy, Industry and Competitiveness of Spain by means of the Research Fund Project PID2019-108978RB-C31 and TED2021-130734B-I00.

REFERENCES

- [1] B. Yu, J. Liu, Z. Chen, Probabilistic evaluation method for corrosion risk of steel reinforcement based on concrete resistivity, *Constr Build Mater* 138 (2017) 101–113.
- [2] I. Papanikolaou, N. Arena, A. Al-Tabbaa, Graphene nanoplatelet reinforced concrete for self-sensing structures – A lifecycle assessment perspective, *J Clean Prod* 240 (2019).
- [3] A. Poursaeed, B. Ross, The Role of Cracks in Chloride-Induced Corrosion of Carbon Steel in Concrete—Review, *Corrosion and Materials Degradation* 3 (2022) 258–269.
- [4] G. Qiao, B. Guo, J. Ou, F. Xu, Z. Li, Numerical optimization of an impressed current cathodic protection system for reinforced concrete structures, *Constr Build Mater* 119 (2016) 260–267.
- [5] A. Bautista, S.M. Alvarez, E.C. Paredes, F. Velasco, S. Guzman, Corrugated stainless steels embedded in carbonated mortars with and without chlorides: 9-Year corrosion results, *Constr Build Mater* 95 (2015) 186–196.
- [6] M. V. Diamanti, A. Brenna, F. Bolzoni, M. Berra, T. Pastore, M. Ormellese, Effect of polymer modified cementitious coatings on water and chloride permeability in concrete, *Constr Build Mater* 49 (2013) 720–728.
- [7] M. Ali Asaad, P. Bothi Raja, G. Fahim Huseien, R. Fediuk, M. Ismail, R. Alyousef, Self-healing epoxy coating doped with *Elaeagnus guineensis*/silver nanoparticles: A robust corrosion inhibitor, *Constr Build Mater* 312 (2021).
- [8] R. Aslam, M. Mobin, J. Aslam, Nanomaterials as corrosion inhibitors, *Inorganic Anticorrosive Materials: Past, Present and Future Perspectives* (2022) 3–20.
- [9] M.J. Anjum, H. Ali, W.Q. Khan, J. Zhao, G. Yasin, Metal/metal oxide nanoparticles as corrosion inhibitors, *Corrosion Protection at the Nanoscale* (2020) 181–201.
- [10] Saloma, A. Nasution, I. Imran, M. Abdullah, Improvement of concrete durability by nanomaterials, in: *Procedia Eng*, Elsevier Ltd, 2015: pp. 608–612.
- [11] M.M. Sadawy, E. Elsharkawy, Effect of Nano-TiO₂ addition on Mechanical Properties of Concrete and Corrosion Behavior of Reinforcement Bars, 2016. www.ijera.com.
- [12] Z. Lu, C. Lu, C.K.Y. Leung, Z. Li, Graphene oxide modified Strain Hardening Cementitious Composites with enhanced mechanical and thermal properties by incorporating ultra-fine phase change materials, *Cem Concr Compos* 98 (2019) 83–94.
- [13] J. Guerrero-Contreras, F. Caballero-Briones, Graphene oxide powders with different oxidation degree, prepared by synthesis variations of the Hummers method, *Mater Chem Phys* 153 (2015) 209–220.
- [14] L. Zhao, X. Guo, L. Song, Y. Song, G. Dai, J. Liu, An intensive review on the role of graphene oxide in cement-based materials, *Constr Build Mater* 241 (2020).
- [15] C. Liu, X. Hunag, Y.Y. Wu, X. Deng, Z. Zheng, B. Yang, Studies on mechanical properties and durability of steel fiber reinforced concrete incorporating graphene oxide, *Cem Concr Compos* 130 (2022).
- [16] S.C. Devi, R.A. Khan, Effect of graphene oxide on mechanical and durability performance of concrete, *Journal of Building Engineering* 27 (2020).
- [17] C. Bhojaraju, S.S. Mousavi, C.M. Ouellet-Plamondon, Influence of GGBFS on corrosion resistance of cementitious composites containing graphene and graphene oxide, *Cem Concr Compos* 135 (2023).
- [18] M.Z.N. Khan, F. uddin A. Shaikh, Y. Hao, H. Hao, Synthesis of high strength ambient cured geopolymer composite by using low calcium fly ash, *Constr Build Mater* 125 (2016) 809–820.
- [19] B. Pradhan, Corrosion behavior of steel reinforcement in concrete exposed to composite chloride-sulfate environment, *Constr Build Mater* 72 (2014) 398–410.
- [20] M.B. Valcarce, M. Vázquez, Carbon steel passivity examined in alkaline solutions: The effect of chloride and nitrite ions, *Electrochim Acta* 53 (2008) 5007–5015.
- [21] H. Ashassi-Sorkhabi, M. Es'haghi, Corrosion inhibition of mild steel in acidic media by [BMIm]Br Ionic liquid, *Mater Chem Phys* 114 (2009) 267–271.
- [22] D. Khatami, S. Hajilar, B. Shafei, Investigation of oxygen diffusion and corrosion potential in steel-reinforced concrete through a cellular automaton framework, *Corros Sci* 187 (2021).
- [23] R.R. Hussain, Effect of moisture variation on oxygen consumption rate of corroding steel in chloride contaminated concrete, *Cem Concr Compos* 33 (2011) 154–161.
- [24] S.C. Paul, A.S. van Rooyen, G.P.A.G. van Zijl, L.F. Petrik, Properties of cement-based composites using nanoparticles: A comprehensive review, *Constr Build Mater* 189 (2018) 1019–1034.
- [25] X. Zhang, S. Zhou, H. Zhou, D. Li, The effect of the modification of graphene oxide with γ -aminopropyltriethoxysilane (KH550) on the properties and hydration of cement, *Constr Build Mater* 322 (2022) 126497.
- [26] N. Sharma, S. Sharma, S.K. Sharma, R.L. Mahajan, R. Mehta, Evaluation of corrosion inhibition capability of graphene modified epoxy coatings on reinforcing bars in concrete, *Constr Build Mater* 322 (2022) 126495.

ESTUDIO DE LA PROPAGACIÓN DE GRIETAS POR FATIGA EN HIDROGELES DE DOBLE RED POLIACRILAMIDA-ALGINATO

A.J. Cano¹, M. Martínez¹, C. Reinhardt, A. Salazar^{1,2*}, J. Rodríguez^{1,2}

¹Grupo de Durabilidad e Integridad Mecánica de Materiales Estructurales.
Escuela Superior de Ciencias Experimentales y Tecnología. Universidad Rey Juan Carlos.
C/ Tulipán s/n, 28933 Móstoles-España

* Persona de contacto: alicia.salazar@urjc.es

²Instituto de Investigación de Tecnologías para la Sostenibilidad (ITPS)
Universidad Rey Juan Carlos

RESUMEN

Este trabajo investiga la propagación de grietas por fatiga en hidrogeles de doble red compuestos por poliacrilamida y alginato, materiales conocidos por sus destacadas propiedades mecánicas y aplicaciones potenciales en biomedicina e ingeniería de tejidos. A diferencia de los estudios previos existentes en bibliografía, que se han realizado en condiciones secas o parcialmente hidratadas, este estudio se enfoca en ensayos realizados en condiciones de inmersión total, un aspecto hasta ahora no explorado en la literatura científica. Por tanto, el objetivo es analizar el comportamiento a fatiga de un hidrogel de doble red poliacrilamida alginato siguiendo la metodología de los elastómeros y la basada en la integral J. Los resultados obtenidos evidencian la similitud de los resultados en régimen estacionario obtenidos por ambas metodologías. Además, se determinó el umbral de crecimiento de grietas por fatiga.

PALABRAS CLAVE: Propagación de grietas por fatiga, umbral de crecimiento de grietas por fatiga, hidrogel poliacrilamida-alginato.

ABSTRACT

This work investigates fatigue crack propagation in polyacrylamide-alginate double-network hydrogels, materials known for their outstanding mechanical properties and potential applications in biomedicine and tissue engineering. Unlike previous studies in the literature, which have been conducted under dry or partially hydrated conditions, this study focuses on tests performed under full immersion conditions, an issue so far unexplored in the scientific literature. Therefore, the objective is to analyze the fatigue behavior of a polyacrylamide-alginate double-network hydrogel using both elastomer and J-integral methodologies. The results demonstrate the similarity of the results obtained in the steady-state regime with both methodologies. Furthermore, the fatigue crack growth threshold was determined.

KEYWORDS: Fatigue crack propagation, fatigue crack growth, polyacrylamide-alginate hydrogel.

1. INTRODUCCIÓN

Los hidrogeles son materiales bifásicos compuestos por una red polimérica con un gran contenido de agua en su interior (aproximadamente el 90 % en peso). Esta capacidad de contener agua les confiere una alta biocompatibilidad y, en consecuencia, son utilizados en aplicaciones en el campo de la biomedicina [1], la bioingeniería, la robótica blanda [2], músculos artificiales, actuadores blandos, máquinas blandas [3], paneles táctiles extensibles [4], etc. En muchas de estas aplicaciones, es requisito que los hidrogeles soporten cargas cíclicas prolongadas.

Los hidrogeles suelen ser materiales frágiles, por lo que el alcance de sus aplicaciones ha estado siempre limitado por sus malas propiedades mecánicas, hasta que Gong et al. [5] descubrieron los hidrogeles de doble red. Un

hidrogel de doble red está formado por dos redes de polímeros interpenetrados, pudiendo estar las dos redes reticuladas químicamente, reticuladas físicamente o una reticulada químicamente y la otra reticulada físicamente. En general, una de las redes poliméricas se encarga de disipar energía durante la fractura, y la otra red garantiza la integridad durante grandes deformaciones. Todo ello manteniendo el alto contenido de agua del hidrogel.

La fatiga se ha estudiado exhaustivamente en todos los materiales, incluidos metales, cerámicas, plásticos, elastómeros y materiales compuestos, pero en comparación, el estudio de la fatiga de los hidrogeles es reciente y escaso. El primer estudio sobre el crecimiento de grietas en un hidrogel bajo cargas cíclicas fue publicado en 2017 [6]. Y desde entonces, han aparecido en la literatura trabajos sobre el comportamiento en fatiga de hidrogeles frágiles [6] e hidrogeles de doble red [7]

utilizando el procedimiento empleado para la caracterización a fatiga de elastómeros [8-9]. No obstante, el conocimiento alcanzado sobre el comportamiento en fatiga y el procedimiento para obtener la resistencia a fatiga de los hidrogeles es aún bastante limitado.

Según los estudios realizados, un hidrogel agrietado puede experimentar tres fallos característicos de tipo mecánico: el fallo por fatiga, si la rotura ocurre bajo sollicitaciones cíclicas; la fractura retardada, si la rotura ocurre después de un intervalo de tiempo tras la aplicación de la sollicitación [6, 10]; por último, el fallo por fractura que se produce bajo una sollicitación que crece de manera monótona hasta alcanzar un valor crítico que produce el crecimiento de grieta [10]. Los fallos por fatiga o por fractura retardada están caracterizados por un valor umbral. El umbral de crecimiento de grietas por fatiga es menor que el asociado a la fractura retardada y ambos tienen, lógicamente, valores inferiores al valor crítico de la tasa de liberación de energía bajo cargas monótonas crecientes. Sin duda alguna, para diseñar componentes sometidos a cargas monótonas u oscilantes es importante conocer el comportamiento a fractura, frente a fractura retardada y bajo cargas cíclicas, siendo relevante conocer los valores críticos o umbrales de la tasa de liberación de energía asociados a cada uno de estos fallos. Por ello, el objetivo de este trabajo es establecer el comportamiento a fractura y a fatiga de un hidrogel de doble red poliacrilamida-alginato. Para la caracterización a fatiga se utilizó tanto la metodología de los elastómeros como la basada en la integral J. Todos los ensayos se llevaron a cabo en inmersión, siendo la principal diferencia con los trabajos encontrados en la literatura, los cuales, fueron realizados en aire o en atmósferas con humedad controlada.

2. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

2.1. Materiales

Los hidrogeles de poliacrilamida-alginato fueron sintetizados siguiendo el método de dos pasos descrito en [11] a excepción de la utilización de un fotopolimerizador para curar la red de poliacrilamida. La concentración de alginato fue del 14wt% (PAAM-14ALG).

La configuración de ensayo utilizada para la caracterización a fractura y a fatiga fue la de *pure shear*, con las dimensiones mostradas en la Figura 1. Los ensayos se realizaron en probetas con o sin grieta y la longitud de grieta inicial se introdujo deslizando una cuchilla afilada, siendo la longitud de grieta inicial de 25 mm.

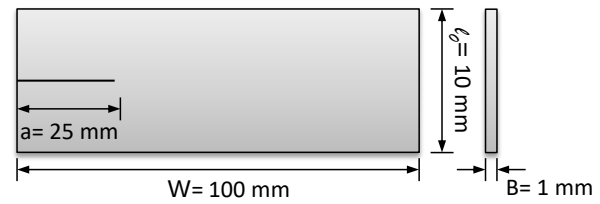


Figura 1. Configuración *pure shear* con dimensiones de las probetas de fractura.

Los ensayos se realizaron en una máquina electrodinámica MTS Acumen con una célula de carga de 100 N y en inmersión, utilizando una cámara realizada ad-hoc. Además, antes de los ensayos, las probetas fueron preparadas superficialmente generando un patrón de puntos aleatorio con una pintura negra resistente al agua para poder utilizar la técnica de Correlación Digital de Imágenes. Los ensayos se grabaron con un videoextensómetro *Correlated Solutions VIC3D* para determinar tanto el campo de desplazamientos/deformaciones como el crecimiento estable de fisura, Δa .

2.2. Caracterización a fractura

Los ensayos de fractura se llevaron a cabo en control de desplazamiento y a una velocidad de 3 mm/min.

La energía específica de rotura se obtuvo siguiendo la metodología característica de la Mecánica de la Fractura Elástica No Lineal. Los autores comprobaron que los valores de los parámetros de fractura obtenidos mediante el método de los elastómeros son similares a los obtenidos determinando el valor crítico de la integral J [11].

El valor crítico de la integral J, J_c , asociada al inicio de propagación de la grieta se obtuvo según la ecuación:

$$J_c = \frac{\eta U}{B(W - a)} \quad (1)$$

siendo U la energía bajo la curva fuerza (F) – desplazamiento (u) en el instante del inicio de la propagación, B el espesor, W el ancho, a la longitud de grieta inicial, y η un factor geométrico adimensional que toma valores de 1 para la configuración de *pure shear*. Además, se determinará el valor de la extensión, λ , definida como $\lambda = \frac{l}{l_0}$, asociada al inicio de propagación de la grieta.

2.3. Caracterización del crecimiento de grietas por fatiga

Los ensayos de propagación de grietas por fatiga se realizaron en control de desplazamiento, imponiendo una onda de carga triangular a una velocidad de 100 mm/min. La relación de cargas, R, fue igual a 0. En todo momento

se monitorizó el avance de grieta en función del número de ciclos.

Como se ha comentado anteriormente, los ensayos se analizaron siguiendo dos metodologías, la de los elastómeros [12-15] y la basada en la integral J. En el caso de la metodología de los elastómeros, se han de realizar dos ensayos para cada extensión máxima, uno en una probeta con grieta y otro en una probeta sin grieta. En la probeta agrietada se midió el avance de grieta en función del número de ciclos, registrando una relación lineal entre ambos y determinando la velocidad de crecimiento de grieta, $\frac{da}{dN}$, como la pendiente de la curva avance de grieta vs N. La tasa de liberación asociada, G, se obtuvo con la siguiente ecuación

$$G = \omega l_0 \quad (2)$$

siendo ω la densidad de energía, ω calculada como el área bajo la curva tensión (σ) – extensión (λ) de un ciclo en régimen estacionario. Esta densidad de energía ω se obtiene a partir de un ensayo de fatiga de una probeta de *pure shear* sin agrietar, imponiendo la misma extensión máxima alcanzada en la probeta agrietada en la zona alejada de la grieta. La pareja de ensayos de propagación de grietas por fatiga realizados para una misma extensión máxima utilizando una probeta agrietada y otra lisa corresponden con un único punto de la curva $\frac{da}{dN}$ vs G. Se realizaron ensayos a distintas extensiones máximas y se determinó el umbral como el valor de la tasa de liberación para velocidad de crecimiento de grieta nulo resultante de ajustar los datos $\frac{da}{dN}$ vs G a una relación lineal.

En los ensayos de propagación de grietas por fatiga en probetas agrietadas se aplicó la metodología de la Mecánica de la Fractura No Lineal. Para ello, el parámetro utilizado fue la integral J cuyo valor se determinó utilizando la ecuación (1) siendo a la longitud de grieta instantánea y U el área bajo la curva fuerza – desplazamiento del ciclo de descarga asociado.

3. RESULTADOS

3.1. Propiedades a fractura

La Figura 2 muestra las curvas características Fuerza-desplazamiento resultantes de los ensayos de fractura, donde $\times$ indica el punto asociado al inicio de propagación de la fisura, que en estos materiales ocurre en la zona previa al máximo de la curva. Los ensayos proporcionaron un valor de la energía específica de rotura fue de $71 \pm 8 \text{ J/m}^2$.

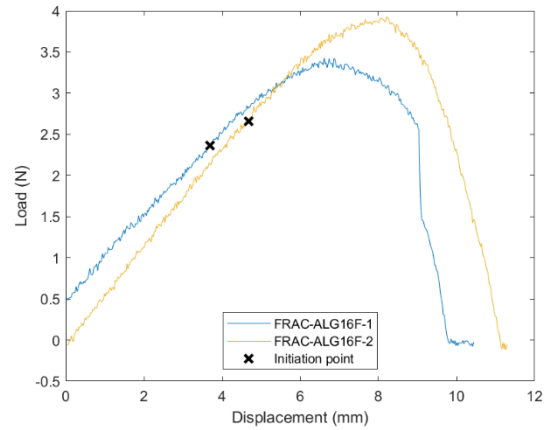


Figura 2. Curvas fuerza-desplazamiento de probetas de fractura donde $\times$ indica el punto del inicio de propagación de la fisura.

3.2. Comportamiento del crecimiento de grietas por fatiga

La Figura 3 muestra las curvas de avance de fisura frente al número de ciclos para las diferentes extensiones analizadas. A excepción de los primeros ciclos, la relación entre ambos parámetros es básicamente lineal, pudiendo obtener un valor de la velocidad de crecimiento de fisura, $\frac{da}{dN}$, para cada una de las extensiones λ aplicadas.

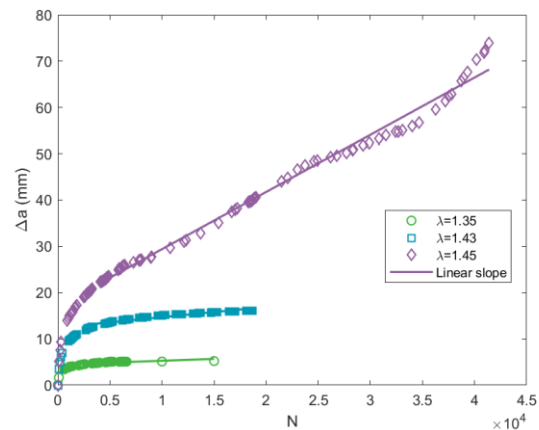


Figura 3. Crecimiento de grieta, Δa , frente al número de ciclos, N.

Para obtener la tasa de liberación de energía para una extensión determinada λ , es necesario realizar ensayos de fatiga en probetas sin grieta y quedarse con los ciclos en régimen estacionario. La figura 4 muestra la evolución de los ciclos de histéresis con el número de ciclos para ensayos realizados a una extensión máxima, $\lambda = 1.4$. Para los primeros ciclos se observó una fuerte histéresis, que fue reduciéndose con el número de ciclos hasta alcanzar un régimen estacionario en el que la curva tensión (s) – extensión (λ) apenas experimenta modificaciones. La densidad de energía ω se obtuvo como el área bajo la curva tensión-extensión tal y como muestra la figura,

para finalmente determinar la tasa de liberación asociada con la ecuación (2).

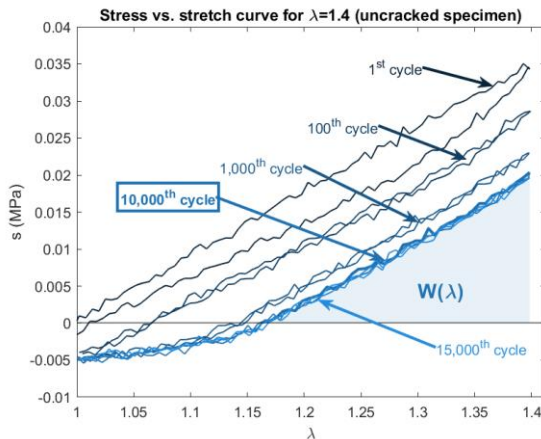


Figura 4. Evolución de las curvas tensión (s) – extensión (λ) con el número de ciclos para una probeta pure shear sin grieta con una extensión aplicada $\lambda=1.4$. El régimen estacionario se alcanzó para los 10.000 ciclos.

La Figura 5 muestra la curva $\frac{da}{dN}$ vs G para ensayos de propagación de grietas por fatiga en probetas agrietadas a diferentes extensiones máximas λ . Al utilizar la metodología de los elastómeros se obtienen los símbolos rellenos, mientras que los símbolos abiertos y el trazo continuo son los resultantes de aplicar la Mecánica de la Fractura No Lineal. En este último caso, la curva de propagación es decreciente y en el régimen estacionario la velocidad de crecimiento alcanza un valor constante con apenas variación de la integral J . Por ello, la parte baja de la curva de propagación siguiendo la metodología de la Mecánica de la Fractura es coincidente con el punto obtenido tras la aplicación de la metodología de los elastómeros. Esto indica la compatibilidad entre ambas metodologías. En las curvas de propagación, los puntos asociados a las mayores velocidades de crecimiento de grieta se han unido con trazos continuos y se corresponden con los datos de los primeros ciclos en los que la relación entre a vs N no es lineal, como se muestra en la Figura 3.

Por último, los puntos de la curva de propagación en régimen estacionario pueden ajustarse a una relación lineal y la intersección de esta recta con el eje de G para una velocidad de crecimiento de grieta igual a 0 permite obtener un valor umbral de la tasa de liberación de energía, G_0 . Este valor umbral representa el valor de la tasa de liberación de energía por debajo de la cual no se produce crecimiento de fisura en régimen estacionario. El valor umbral para este material fue de $G_0=22 \text{ J/m}^2$, similar a los obtenidos en hidrogeles de doble red poliacrilamida-alginato [10].

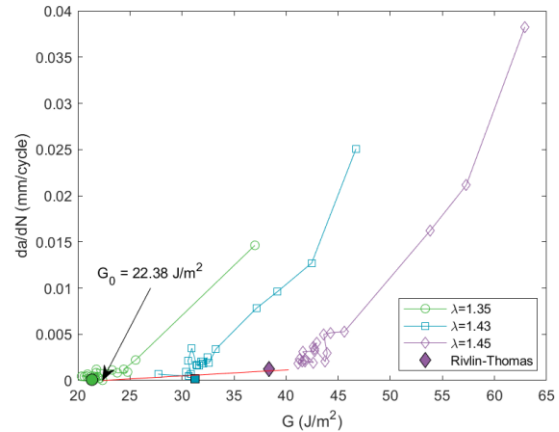


Figura 5. Curvas $\frac{da}{dN}$ vs G : símbolos rellenos corresponden a las curvas de propagación siguiendo la metodología de los elastómeros [14-15]; trazos abiertos corresponden a curvas de propagación siguiendo la metodología de la Mecánica de la Fractura No Lineal. Se muestra el valor umbral de la tasa de liberación de energía en fatiga, G_0 .

5. CONCLUSIONES

En este trabajo se ha determinado el comportamiento a fractura y el comportamiento del crecimiento de grietas por fatiga en inmersión de un hidrogel de doble red poliacrilamida-alginato con un 14 wt% de alginato. En el caso del análisis del comportamiento a fatiga se ha utilizado tanto la metodología de los elastómeros como la Mecánica de la Fractura No Lineal.

Los ensayos de fractura, analizados siguiendo la metodología de la Mecánica de la Fractura no Lineal, proporcionando un valor de la energía específica de rotura de $71 \pm 8 \text{ J/m}^2$. En el caso del comportamiento a fatiga, tanto la metodología de los elastómeros como la de la Mecánica de la Fractura No Lineal arrojaron los mismos valores de velocidad de crecimiento de grieta y de tasa de liberación de energía en régimen estacionario. Se obtuvo el valor umbral de la tasa de liberación de energía por debajo del cual el crecimiento de grieta en régimen estacionario es nulo, resultando ser e igual a 22 J/m^2 .

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] J. Li, D.J. Mooney, Designing hydrogels for controlled drug delivery, *Nature Reviews Materials* 1 (12) (2016): 16071
- [2] Y. Lee, W.J. Song, J.Y. Sun, Hydrogel soft robotics, *Materials Today Physics* 15 (2020): 100258.

- [3] X. Liu, J. Liu, S. Lin, X. Zhao, Hydrogel machines, *Materials Today* 36 (2020): 102–124.
- [4] M. S. Sarwar, Y. Dobashi, C. Preston, J. K. M. Wyss, S. Mirabbasi, J. D. W. Madden, Bend, stretch, and touch: Locating a finger on an actively deformed transparent sensor array. *Science Advances* 3 (2017): e1602200.
- [5] J. P. Gong, Y. Katsuyama, T. Kurokawa, Y. Osada, Double-network hydrogels with extremely high mechanical strength. *Advanced Materials* 15(14) (2003): 1155–1158.
- [6] J Tang, J. Li, J. J. Vlassak, Z. Suo, Fatigue fracture of hydrogels, *Extreme Mechanics Letters* 10 (2017) 24–31.
- [7] W. Zhang, X. Liu, J. Wang, J. Tang, J. Hu, T. Lu, Z. Suo, Fatigue of double-network hydrogels, *Engineering Fracture Mechanics* 187 (2018) 74–93.
- [8] W. Mars, A. Fatemi, 2002. A literature survey on fatigue analysis approaches for rubber. *International Journal of Fatigue* 24 (2017): 949–961.
- [9] W. Mars, A. Fatemi, 2004. Factors that affect the fatigue life of rubber: a literature survey. *Rubber Chemistry Technology* 77 (2004): 391–412.
- [10] R. Bai, J. Yang, Z. Suo, Fatigue of hydrogels, *European Journal of Mechanics / A Solids* 74 (2019): 337–370.
- [11] C. Reinhards-Hervás, A.J. Cano, A. Rico, A. Salazar, J. Rodríguez, Fracture resistance of polyacrylamide-alginate hydrogels, *Engineering Fracture Mechanics* 295 (2024): 109812.
- [12] R. S. Rivlin, A. G. Thomas. Rupture of rubber. I. Characteristic energy for tearing. *Journal of Polymer Science* 10 (1953): 291–318.
- [13] A. G. Thomas. The development of fracture mechanics for elastomers. *Rubber Chemistry and Technology* 67 (3) (1994): G50–G60.
- [14] S. Kaang, C. Nah, Fatigue crack growth of double-networked natural rubber, *Polymer* 39 (1998): 2209–2214.
- [15] S. Kaang, Y. W. Jin, Y. Huh, W. J. Lee, W. B. Im, A test method to measure fatigue crack growth rate of rubbery materials, *Polymer Testing* 25 (2006) 347–352.

SIMULACIÓN DE FATIGA EN ELEMENTOS DE SUSPENSIÓN PRIMARIA FERROVIARIA PARA OPTIMIZACIÓN DE REQUISITOS DE HOMOLOGACIÓN

M. Isasi^{1*}, R. Pagalday¹, J. Murua², I. Mendi-García²

¹Leartiker, Xemein Etorbidea 12A 4, 48270 Markina-Xemein, Bizkaia, Spain

²CAF, Construcciones y Auxiliar de Ferrocarriles, Departamento CAF, Jose Miguel Iturriotz, 26, 20200 Beasain, Gipuzkoa

* Persona de contacto: misasi@leartiker.com

RESUMEN

Este estudio se centra en la simulación de fatiga en un elemento de suspensión primaria ferroviaria, específicamente en el bloque de caucho, utilizando una metodología integrada que combina programas especializados como Abaqus y Endurica (módulos: CL y DT). Abaqus se emplea para el análisis por elementos finitos y la estimación del histórico de deformaciones, que luego se utilizan para alimentar los cálculos de vida a fatiga en Endurica CL. Se realizan simulaciones incrementales para estimar la variación de rigidez mediante la co-simulación entre Abaqus y Endurica DT. Los modelos de material implementados en estos programas permiten representar comportamientos críticos del caucho, incluyendo hiperelasticidad, efecto Mullins y viscoelasticidad, garantizando una simulación precisa de la fatiga y la degradación del material. La metodología proporciona una simulación precisa del comportamiento a fatiga del bloque de caucho, apoyando los ajustes de homologación y mejorando el rendimiento. La validación inicial mostró predicciones satisfactorias en las simulaciones pre-fatiga y post-fatiga. Luego, se utilizó la técnica para amplificar la señal, con resultados validados por su buena correlación. Las pruebas virtuales de fatiga con varios incrementos de carga demostraron una reducción significativa en los ciclos de fatiga. Esta tecnología de modelización computacional permite predecir la evolución de la rigidez en suspensiones de caucho durante el diseño, optimizando las condiciones de homologación y ofreciendo una ventaja competitiva.

PALABRAS CLAVE: Fractura, Fatiga, Caucho.

ABSTRACT

This study focuses on the fatigue simulation of primary railway suspension elements, specifically the rubber block, using an integrated methodology that combines specialized programs such as Abaqus and Endurica (modules: CL and DT). Abaqus is used for finite element analysis and deformation history estimation, which are then used to feed fatigue life calculations in Endurica CL. Incremental simulations are performed to estimate stiffness variation through co-simulation between Abaqus and Endurica DT. The material models implemented in these programs allow for the representation of critical rubber behaviours, including hyperelasticity, Mullins effect, and viscoelasticity, ensuring accurate simulation of fatigue and material degradation. The methodology provides a precise simulation of the rubber block's fatigue behavior, supporting homologation adjustments and improving performance. Initial validation showed satisfactory predictions in both pre-fatigue and post-fatigue simulations. The technique was then used to amplify the signal, with results validated due to good correlation. Virtual fatigue tests with various load increments demonstrated a significant reduction in fatigue cycles. This computational modeling technology enables the prediction of stiffness evolution in rubber suspensions during design, optimizing homologation conditions and offering a competitive advantage.

KEYWORDS: Fracture, Stiffness-Loss, Rubber.

1. INTRODUCCIÓN

El caucho es ideal para muchas aplicaciones, como neumáticos, aislantes de vibraciones, juntas y soportes estructurales, debido a su capacidad de soportar grandes alargamientos sin deformaciones permanentes o fractura. Sin embargo, estas aplicaciones imponen grandes deformaciones estáticas y dinámicas a lo largo del

tiempo, haciendo de la durabilidad y la fatiga factores críticos en el diseño de piezas de caucho. En el caso de la suspensión primaria ferroviaria de caucho-metal, que es el primer elemento elástico entre la vía y la caja de grasa del bogie, la pieza está sometida a grandes oscilaciones y deformaciones dinámicas debido a las señales transmitidas por la vía y el peso del bogie. Es crucial que las características mecánicas del caucho se mantengan

dentro de márgenes admisibles para garantizar la dinámica del tren. La suspensión primaria debe cumplir con elevados requerimientos mecánicos para asegurar tanto la seguridad como el confort de los pasajeros, evitando ruidos, vibraciones indeseables y riesgos de descarrilamiento.

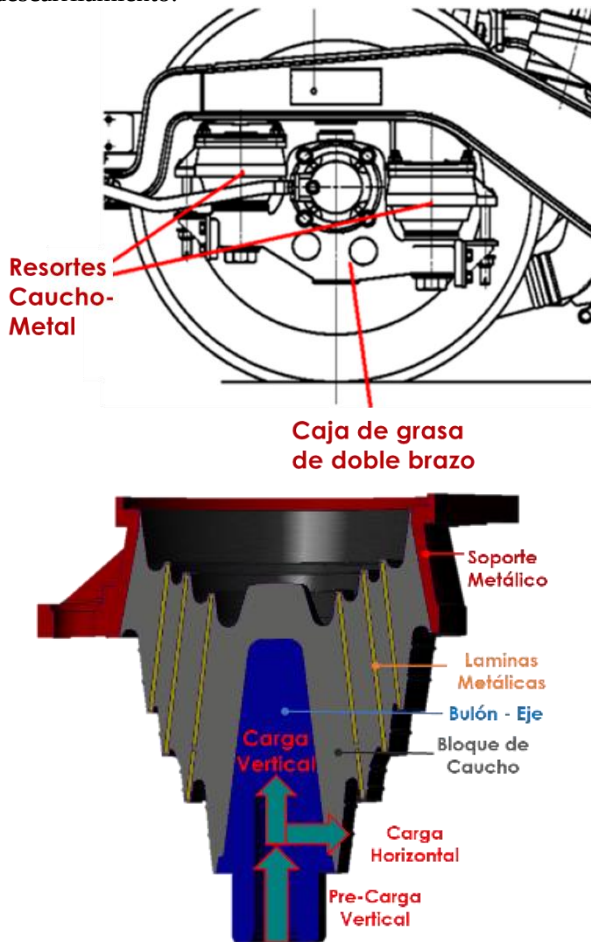


Figura 1. Modelo de bogie-vehículo de CAF [1] y sección transversal del elemento de suspensión, representando las cargas

El análisis de fatiga de la suspensión primaria se centra en el bloque de caucho e implica comprender su comportamiento mecánico, caracterizado por una alta elasticidad no lineal. Esto requiere el uso de modelos constitutivos complejos en simulaciones por elementos finitos [2]. Son varios los factores inciden en la durabilidad de los componentes de caucho [3]. Para la parte específica del análisis de fatiga se han modelado los efectos nucleares, la curva de la tasa de crecimiento de grietas por fatiga, el tamaño de las precursoras de grietas, así como la mejora de la vida a fatiga y ralentización del crecimiento de grietas debido a la cristalización por deformación bajo cargas no relajantes. En esta investigación los datos de material y parámetros de los modelos se obtuvieron de la literatura, específicamente de un caucho de naturaleza similar, reforzado con negro de humo y con una dureza comparable [4].

Esta investigación utiliza una metodología que combina el software de elementos finitos Abaqus y los

complementos de la herramienta especializada en análisis de fatiga de elastómeros Endurica: CL para el análisis y predicción de la vida útil, y DT el solucionador incremental que simula cómo cambian las propiedades del caucho con el tiempo y bajo cargas repetitivas. Se elaboran scripts de Python para desarrollar flujos de trabajo de co-simulación, facilitando el análisis de envejecimiento y pérdida de rigidez cíclica.

Gracias a las simulaciones precisas de la fatiga del caucho, la metodología proporciona datos fundamentales para tomar decisiones informadas y optimizar los requisitos de homologación, reduciendo la duración y el coste de los ensayos. Los ensayos virtuales han demostrado una disminución significativa en el número de ciclos de fatiga, y la correlación entre los modelos predictivos y los resultados experimentales refuerza la fiabilidad de esta tecnología

2. ANÁLISIS

El análisis de fatiga de la suspensión primaria centrada en el bloque de caucho comienza con un estudio por elementos finitos utilizando el software Abaqus. En esta etapa, se modela la geometría de la pieza incorporando parámetros hiperelásticos [2] y del efecto Mullins [5]. Esto permite convertir el historial de cargas de fatiga del componente en un historial de deformaciones para cada elemento. Estas deformaciones alimentan las simulaciones de fatiga en el software especializado Endurica, con los complementos CL y DT, que determinan el comportamiento a fatiga de los cauchos. Aunque varios factores afectan la durabilidad de los componentes de caucho, para el análisis de la suspensión primaria se han modelado los factores principales. Esta información se integra para calcular la vida útil y la variación de rigidez a fatiga del componente mediante co-simulación de Abaqus y Endurica. Con Endurica CL se calcula la vida útil y con Endurica DT se simula la variación de rigidez con ciclos incrementales.

2.1. Modelado de la Suspensión Primaria por Elementos Finitos

La suspensión primaria es una pieza de caucho-metal diseñada para absorber y gestionar las cargas y vibraciones del bogie. Está compuesto por un eje central, un casquillo exterior metálico y anillos intermedios unidos por caucho de baja dureza. La carga se aplica a través del eje central, soportando tanto el peso del bogie como las fuerzas dinámicas del movimiento del tren. Las pruebas de durabilidad, que simulan estas condiciones, aseguran que el componente mantenga su rendimiento a lo largo del tiempo, siendo sometido a millones de ciclos bajo precarga vertical (peso del bogie) y ciclos sincronizados biaxiales de fuerza vertical y horizontal de valores nominales.

Para el modelo de elementos finitos, se modeló la cavidad del molde, la cual se simplificó y discretizó para el

análisis. Se modeló la mitad de la pieza utilizando simetrías y restricciones geométricas. Se simuló el enfriamiento para representar la contracción del caucho. La carga aplicada, al ser biaxial, permitió reducir el tamaño del modelo y, en consecuencia, el tiempo de cálculo y los recursos computacionales. Se aplicaron las condiciones de contorno y las cargas considerando las dimensiones finales de la pieza, y se simuló tanto la precarga como la carga cíclica de fatiga. Se han utilizado elementos hexagonales tipo C3D8R, que son elementos sólidos tridimensionales de ocho nodos con integración reducida. El modelo consta de 45,264 elementos de este tipo. Debido a la baja dureza y rigidez del material, fue necesario utilizar cálculos de elementos finitos en modo explícito mediante Abaqus/Explicit, debido a las grandes deformaciones y no linealidades presentes que el modelo implícito no pudo resolver. La carga aplicada, al ser biaxial, permitió reducir el tamaño del modelo y, en consecuencia, el tiempo de cálculo y los recursos computacionales. Se aplicaron las condiciones de contorno y las cargas considerando las dimensiones finales de la pieza, y se simuló tanto la precarga como la carga cíclica de fatiga.

2.2. Modelado Completo del Material para Fatiga

El comportamiento hiperelástico se modeló utilizando el modelo de Yeoh [6]. Este modelo determina la densidad de energía de deformación, W , mediante tres constantes elásticas (C_{10} , C_{20} , C_{30}) y la primera invariante de deformación (I_1):

$$W = C_{10}(I_1 - 3) + C_{20}(I_1 - 3)^2 + C_{30}(I_1 - 3)^3. \quad (1)$$

El efecto de Mullins, asociado a la relajación que sufre el material en los primeros ciclos de deformación, se ha modelado mediante el enfoque propuesto por Ogden y Roxburgh [7]. Este modelo extiende los modelos hiperelásticos tradicionales para incluir el efecto de Mullins, que se manifiesta como una reducción de la rigidez del material tras los primeros ciclos de carga y descarga. Introduce una función de ablandamiento que depende de la energía de deformación acumulada y su máximo histórico, permitiendo así capturar el comportamiento de ablandamiento del caucho reforzado. Este efecto se modela utilizando un modelo constitutivo convencional, $\tilde{W}(\lambda_1)$ que se modifica para considerar el comportamiento quasi-estático, $W(\lambda_1, \eta)$. El parámetro del daño, η , se define mediante tres parámetros: r , m , and β , tal y como se muestra a continuación:

$$\eta = 1 - \frac{1}{r} \operatorname{erf} \left(\frac{\tilde{W}_{\max} - \tilde{W}_0}{m + \beta \tilde{W}_{\max}} \right). \quad (2)$$

El análisis de la vida a fatiga emplea la clásica teoría de la mecánica de fractura, determinándose los ciclos de vida a partir de la integral de la ley de potencias que define la velocidad de crecimiento de la grieta. Bajo la suposición de que las grietas, inicialmente defectos microscópicos en el caucho, se forman en cualquier

punto de la geometría y pueden crecer en cualquier plano, se estudia un grupo de planos posibles de crecimiento en los puntos críticos de la geometría. Se realiza el cálculo de 200 planos en el centroide de cada elemento, Mars [8].

Los parámetros de los modelos utilizados para el análisis de fatiga se obtuvieron de la literatura [9], pero es pertinente detallar el proceso específico y no estandarizado que ensayo y calibración. El análisis se realiza sobre cuatro tipos de ensayo, que se pueden agrupar en dos categorías: nucleación y de propagación de grieta. Los dos ensayos iniciales son monotónicos: uno se realiza sobre una probeta de tensión plana entallada y el otro sobre una probeta de tensión simple sin entalla. Ambos ensayos sirven para determinar los niveles críticos de nucleación y propagación de grietas.

El ensayo monotónico de tensión plana hasta rotura determina la tasa crítica de liberación de energía, también conocida como tenacidad a la fractura (T_c). La densidad de energía de deformación crítica W_c se determinó integrando la trayectoria de carga de la curva de tensión-deformación de ingeniería. La integración se realizó desde la deformación inicial cero hasta la deformación en la que se observó la fractura rápida de las muestras entalladas, correspondiente al inicio de la propagación de la grieta. De esta forma, el cálculo de T_c se realiza siguiendo el método de Rivlin y Thomas[10]:

$$T_c = W_c h_0. \quad (3)$$

El comportamiento de propagación de grietas se determina mediante ensayos de ciclado sobre probetas de tensión plana entallada. Todos los ensayos se han realizado a relajación completa $R = 0$. Cuando la energía de desgarro T se mantiene por debajo del umbral T_0 , las grietas no crecen debido a la fatiga mecánica, sino por el ataque del ozono en la punta de la grieta. El crecimiento es a velocidades muy bajas, pudiendo llegar a una vida infinita en estas condiciones. Una vez superado el punto de transición. Una vez traspasado el punto de transición, donde $T_0 < T < T_c$, y T_c es la energía de desgarro crítica que marca el inicio del crecimiento inestable de la grieta, la velocidad de crecimiento y la fuerza impulsora están relacionadas por una ley de potencias con una pendiente F . Cuando $T < T_c$, la velocidad de crecimiento de grieta aumenta desde un valor máximo determinado r_c hasta velocidades muy elevadas. Para definir completamente la cinética de crecimiento de grieta, dc/dN , se ha utilizado un esquema similar al de Lake y Lindley [4], simplificado por Thomas [11] y modificada por Mars [12]:

$$\frac{dc}{dN} = r_c \left(\frac{T}{T_c} \right)^F. \quad (4)$$

Los parámetros r_c , T_c y F se determinan mediante el ajuste de la curva respuesta de propagación de grieta. La determinación de T_0 requiere metodologías y técnicas de elevado costo, y las solicitaciones en los componentes de suspensión suelen estar muy por debajo de estos valores.

Por lo tanto, es práctica habitual utilizar valores de la literatura. Para el caucho en estudio, se toma convencionalmente $T_0 = 50 \text{ J/m}^2$.

La calibración del tamaño del precursor de grietas, c_0 en Endurica se realiza mediante la comparación de observaciones de la vida de nucleación de grietas con una familia de curvas de deformación-vida. Estas curvas se calculan a partir de ensayos de fatiga hasta rotura en probetas de tensión simple sin entallar. Este proceso permite determinar el tamaño intrínseco del defecto en el material. En este caso, se ha tomado un valor medio para la naturaleza del caucho en estudio.

$$s = \sum_{i=1}^m \left(N_i - \int_{c_0}^{c_f} \frac{1}{r(T(\varepsilon_i))} dc \right)^2 \quad (5)$$

El estudio de Lindley[9] caracterizó la tasa de crecimiento de grietas por fatiga de la cauchos que cristalizan por deformación en función de la relación R-ratio (R_T). La R_T es la relación entre el mínimo y el máximo del ciclo. Lindley calculó R basándose en la historia de la tasa de liberación de energía. Si se cumple este comportamiento, puede ajustarse al modelo de la ley de cristalización de Mars-Fatemi[13], que se define de la siguiente manera.

$$r = r_c \left(\frac{T}{T_c} \right)^{F(R)}. \quad (6)$$

r es la velocidad de crecimiento de grieta, T , r_c and T_c fueron ya descritos previamente. Una vez F_i se ha tabulado en función de R_i para todos los ensayos, se calcula la función de deformación-cristalización $\chi(R)$ de la siguiente manera:

$$\chi(R) = 1 - \frac{F(0)}{F(R)}. \quad (7)$$

La función tabular $\chi(R)$ obtenida de este modo representa el efecto de cristalización de la deformación sobre la velocidad de crecimiento de la grieta, y puede introducirse directamente en el solucionador de vida a fatiga Endurica como una función tabular.

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Los resultados de los ensayos experimentales físicos de la suspensión primaria se han tomado del informe de homologación presentado por el proveedor ferroviario. Los ensayos virtuales se ejecutaron bajo las condiciones originales y reales descritas en el informe: una pre-carga vertical equivalente al peso del bogie y una carga biaxial cíclica de fatiga en las direcciones horizontal y vertical.

Para validar los modelos de la metodología de simulación, se compararon las curvas de comportamiento virtuales y físicas de fuerza-desplazamiento en dirección vertical. Primero, se comparó la predicción de la simulación de Abaqus para validar el modelo de elementos finitos con la curva experimental pre-fatiga.

En segundo lugar, para validar la metodología de co-simulación Abaqus-Endurica DT, se compararon las curvas tras el ensayo de durabilidad completo, después de N ciclos de fatiga. Para ello, en el modelo de material de Endurica DT, se añadió una función de daño genérica para definir la variación de la rigidez del caucho debido a las cargas repetitivas.

En la inspección visual de la Figura 2 se observa una buena concordancia en las curvas de comportamiento vertical, tanto pre-durabilidad como post-durabilidad. Las medidas de rigidez secante se deben ocultar por confidencialidad, pero se obtuvo un error inferior al 2 % entre los resultados de los ensayos físicos y los virtuales, tanto en el estado pre- como en el post-durabilidad.

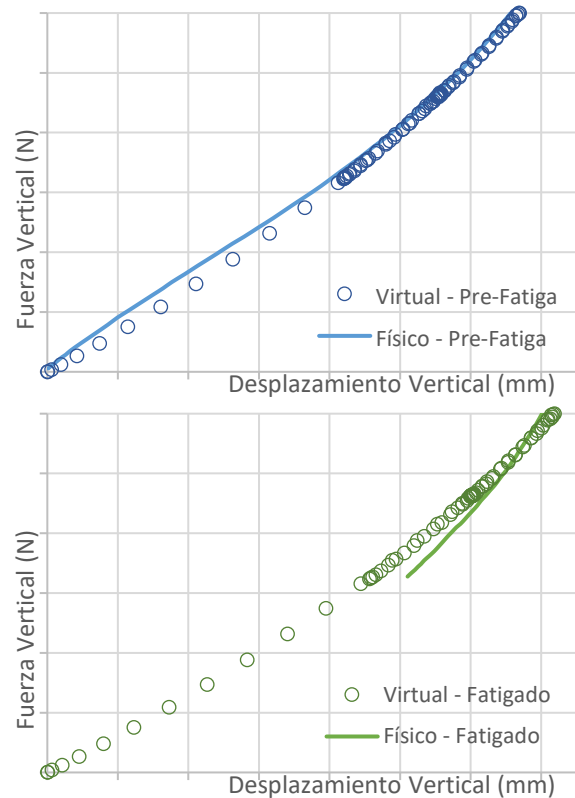


Figura 2. Comportamiento fuerza-desplazamiento en la dirección vertical de la suspensión primaria. El primer gráfico muestra los resultados pre-fatiga; el segundo post-fatiga. Las líneas continuas representan los ensayos reales, y los puntos discontinuos las simulaciones.

En la Figura 3 se observan los resultados de rigidez remanente de cada elemento estimados por Endurica DT en el visualizador de Abaqus. En la ilustración de la izquierda, se representa el estado a $N/10$ ciclos de vida de durabilidad, donde el componente muestra una única zona de daño, con elementos en rojo. En la ilustración de la derecha, a N ciclos totales de durabilidad, se observan tres zonas de daño. La escala de colores representa el resultado de SDV_Stiffness; en rojo se muestran los elementos que se encuentran al 24% de su rigidez

normalizada respecto al original, lo que significa que están completamente dañados.

En la Figura 3 se observan los resultados de rigidez remanente de cada elemento estimada por Endurica DT en el visualizador de Abaqus. En la ilustración izquierda se representa el estado a $N/10$ ciclos de vida durabilidad el componente muestra una única zona de daño, con elementos en rojo. Mientras, en la derecha a N ciclos totales de durabilidad se observan tres zonas de daño. La escala de colores representa el resultado de SDV_Stiffness, en rojo se muestran lo que se encuentra a 0.24 de su rigidez normalizada respecto al original, lo que significa se encuentra completamente dañado.

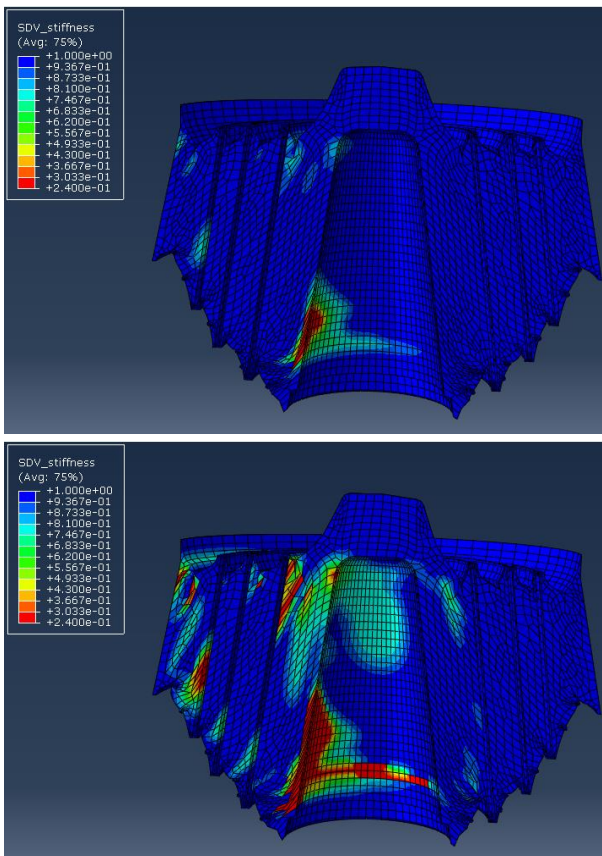


Figura 3. Suspensión primaria deformada a máxima carga de ciclismo. La escala de colores muestra la rigidez normalizada. Superior: 10% de los ciclos de durabilidad. inferior: 100% de los ciclos.

Finalmente, validados los modelos para la fatiga, se ejecutó una batería de ensayos virtuales. Para el incremento de cargas, se definió un factor multiplicativo que aumentaba en intervalos de 0,1, desde 1 hasta 1,5, resultando en una matriz de 6x6 debido a la carga biaxial aplicada en dos direcciones, generando 36 simulaciones.

Mediante Endurica CL se estimó la vida a fatiga para cada elemento, siendo el de menor vida estimada quien determina la durabilidad del componente. Sin embargo, los resultados del elemento con la menor vida útil podrían estar influenciados por singularidades en los cálculos de

Abaqus/Explicit, por lo que se da mayor peso en el análisis a los resultados del décimo elemento para obtener un resultado más estable y representativo. De estas predicciones con cargas incrementadas se calcula el ahorro en los ensayos de fatiga en porcentaje respecto a las cargas originales de homologación. Se observó que el mayor ahorro se obtenía con incrementos simétricos de carga en ambas direcciones. Este ahorro se resume en la Tabla 1 con los valores para cada incremento de carga. Como es de esperar, a mayor incremento de carga, mayor es el ahorro. Por ejemplo, observando las predicciones para los décimos elementos, un incremento de cargas del 30% supondría un ahorro del 57%, mientras que un incremento del 50% supondría un ahorro del 65%

Tabla 1. Tabla de presentación del número de ciclos de ensayo de homologación según el aumento de carga.

	1 ^{er} Elemento	10 ^o . Elemento
Original x 1,2	35%	47%
Original x 1,3	39%	57%
Original x 1,4	39%	60%
Original x 1,5	50%	65%

Este análisis numérico debe complementarse con la inspección visual para determinar el tamaño y el número de las zonas de daño. Las predicciones de vida para cada elemento se vuelcan en el fichero de resultados de Abaqus para su visualización. En la Figura 4 se comparan las predicciones de vida a fatiga con las cargas originales y con las cargas multiplicadas por 1.5. Se observa que la suspensión pasaría de tener una zona crítica a tres. Estas zonas se encuentran en la cara donde asienta y realiza las cargas de compresión dinámica el eje central.

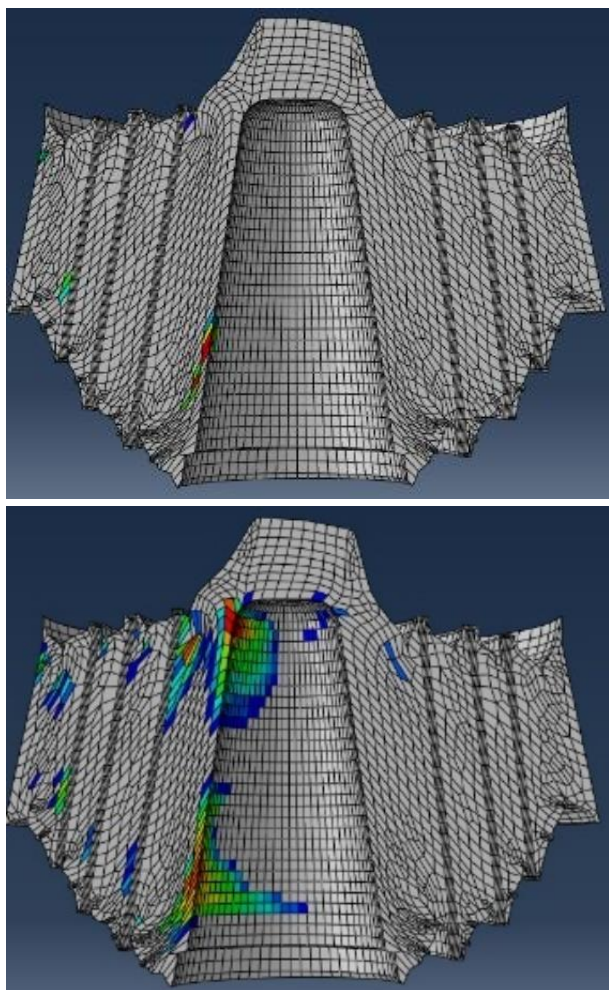


Figura 4. Predicción de vida a fatiga en Endurica CL mostrada en Abaqus. Superior: cargas originales. Inferior: cargas multiplicadas por 1.5.

4. CONCLUSIONES

Este proyecto de investigación ha validado la herramienta para el refinamiento y mejora continua de los enfoques analíticos y predictivos de la suspensión primaria ferroviaria. La metodología implementada ha ofrecido una simulación detallada del comportamiento del bloque de caucho bajo condiciones de fatiga, estableciendo los parámetros del material necesarios para las simulaciones específicas de fatiga. La concordancia entre los modelos predictivos y los experimentales físicos fortalece la confiabilidad de la tecnología. Los ensayos virtuales, como se muestra en la Tabla 1 y la Figura 4, demuestran la posibilidad de reducir considerablemente el número de ciclos de fatiga. Además, se han establecido directrices para la redefinición de ensayos, haciéndolos más eficientes y con resultados equivalentes

REFERENCIAS

[1] E. Iñiguez, «Guía de iniciación al diseño dinámico de vehículos ferroviarios», 2012.

[2] A. H. Muhr, «Modeling the Stress-Strain Behavior of Rubber», *Rubber Chemistry and Technology*, vol. 78, n.º 3, pp. 391-425, jul. 2005, doi: 10.5254/1.3547890.

[3] W. V. Mars y A. Fatemi, «Factors that Affect the Fatigue Life of Rubber: A Literature Survey», *Rubber Chemistry and Technology*, vol. 77, n.º 3, pp. 391-412, jul. 2004, doi: 10.5254/1.3547831.

[4] G. J. Lake y P. B. Lindley, «Mechanical Fatigue Limit for Rubber», *Rubber Chemistry and Technology*, vol. 39, n.º 2, pp. 348-364, may 1966, doi: 10.5254/1.3544847.

[5] L. Mullins, «Softening of Rubber by Deformation», *Rubber Chemistry and Technology*, vol. 42, n.º 1, pp. 339-362, mar. 1969, doi: 10.5254/1.3539210.

[6] O. H. Yeoh, «Characterization of Elastic Properties of Carbon-Black-Filled Rubber Vulcanizates», *Rubber Chemistry and Technology*, vol. 63, n.º 5, pp. 792-805, nov. 1990, doi: 10.5254/1.3538289.

[7] R. W. Ogden y D. G. Roxburgh, «A pseudo-elastic model for the Mullins effect in filled rubber», *Proceedings of the Royal Society of London. Series A: Mathematical, Physical and Engineering Sciences*, vol. 455, n.º 1988, pp. 2861-2877, 1999.

[8] W. V. Mars, «Method and article of manufacture for estimating material failure due to crack formation and growth», US 2002/0139194 A1

[9] P. B. Lindley, «Relation between hysteresis and the dynamic crack growth resistance of natural rubber», *International Journal of Fracture*, vol. 9, n.º 4, pp. 449-462, 1973.

[10] R. S. Rivlin y A. G. Thomas, «Rupture of rubber. I. Characteristic energy for tearing», *Journal of Polymer Science*, vol. 10, n.º 3, pp. 291-318, 1953.

[11] A. G. Thomas, «The Development of Fracture Mechanics for Elastomers», *Rubber Chemistry and Technology*, vol. 67, n.º 3, pp. 50-67, jul. 1994, doi: 10.5254/1.3538688.

[12] W. V. Mars, J. Kingston, A. Muhr, S. Martin, y K. W. Wong, «Fatigue Life Analysis of an Exhaust Mount», en *Constitutive Models for Rubber IV: Proceedings of the fourth European Conference on Constitutive Models for Rubber, ECCMR 2005, Stockholm, Sweden, 27-29 June 2005*, P.-E. Austrell y L. Kari, Eds., CRC Press, 2005, pp. 23-30.

[13] W. V. Mars y A. Fatemi, «A Phenomenological Model for the Effect of R Ratio on Fatigue of Strain Crystallizing Rubbers», *Rubber Chemistry and Technology*, vol. 76, n.º 5, pp. 1241-1258, nov. 2003, doi: 10.5254/1.3547800.

[14] W. V. Mars, I. Mikel, y A. Aitor, «Loss of Stiffness During Fatigue and the Development of Crack Precursors», en *Constitutive Models for Rubber VIII*, London: CRC Press, 2013, pp. 355-360.

FRACTURA DE MATERIALES BIOLÓGICOS

ESTUDIO DE FRACTURA A ESCALA MICROESTRUCTURAL EN TRABÉCULAS HUMANAS CONSIDERANDO PROPIEDADES ELÁSTICAS Y RESISTENTES ORTÓTROPAS

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.es

A escala microestructural, el tejido óseo trabecular está compuesto por fibras de colágeno mineralizadas que se organizan en paquetes lamelares alineados con el eje longitudinal de la trabécula en su superficie. La remodelación ósea, que actúa en la superficie trabecular, es responsable de dicha orientación preferente, mientras que en el interior de las trabéculas el tejido se considera isótropo debido a la falta de alineación del tejido lamelar. Además, en el interior, se preserva tejido óseo más antiguo y de mayor mineralización. De esta manera, el hueso trabecular es ortótropo y heterogéneo. No obstante, en los modelos biomecánicos de elementos finitos (EF), se suelen considerar propiedades isótropas y homogéneas a la hora de modelar el tejido óseo, lo cual puede resultar en una incorrecta predicción de la distribución de tensiones y de su fractura.

Este trabajo evalúa, mediante modelos numéricos, la influencia de considerar ortotropía y heterogeneidad a nivel de tejido óseo en el fallo a compresión y a flexión de una trabécula aislada a escala microestructural. Además, se ha implementado un modelo microescala para aplicar propiedades resistentes del tejido lamelar de la trabécula en función de la densidad mineral ósea y la microporosidad tisular. Mediante los resultados de este estudio se ha observado que la heterogeneidad y ortotropía son dos propiedades importantes a tener en cuenta en el modelado de tejido trabecular debido a su efecto en la distribución de tensiones y en la propagación de fracturas a escala microestructural.

PALABRAS CLAVE: Hueso trabecular, tejido lamelar, fractura, elementos finitos, modelo micromecánico de resistencia.

ABSTRACT

On a microstructural scale, bone cancellous tissue is composed of mineralised collagen fibres that are organised into lamellar packets aligned along the longitudinal axis of trabeculae on its surface. Bone remodelling, which acts on the surface of cancellous tissue, is responsible for that preferred orientation, while in the interior of the trabeculae the tissue is considered to be isotropic due to the lack of alignment of the lamellar tissue. In this inner region of trabeculae, older tissue is preserved. Thus, cancellous bone is non-isotropic and heterogeneous. However, finite element models of trabecular tissue often assume isotropic and homogeneous properties, which could result in an inaccurate prediction of the stress distribution and its fracture.

Consequently, in this work we evaluate, through numerical simulation, the influence of considering both orthotropy and heterogeneity at tissue level on the compression and flexural failure of a single trabecula on a microstructural scale. In addition, we have implemented a microscale model in order to apply the strength properties of lamellar trabecular tissue in terms of bone mineral density and tissue microporosity. The results showed that both heterogeneity and orthotropy are two important properties to take into account when modelling trabecular tissue, for they have a great effect on the stress distribution and the fracture propagation on a microstructural scale.

KEYWORDS: Trabecular bone, lamellar tissue, fracture, finite element, strength micromechanical model.

1. MOTIVACIÓN

El tejido trabecular tiene una microestructura 3D altamente compleja y jerárquica formada por estructuras verticales y horizontales denominadas trabéculas, que le confieren rigidez y ductilidad (ver Figura 1) [1]. Desde el punto de vista microestructural, dichos puntales se encuentran en su mayoría orientados según el eje principal de carga del hueso, resultando en propiedades ortótropas a nivel de cada trabécula [2]. Además, las

trabéculas están a su vez compuestas por tejido lamelar, el cual está organizado en paquetes lamelares formados por fibrillas de colágeno mineralizado [2]. Esta nanoestructura también da lugar a propiedades ortótropas a nivel de tejido ya que las fibrillas de colágeno se encuentran alineadas principalmente a lo largo del eje longitudinal de la trabécula en su región superficial [2]. La remodelación ósea es un proceso biológico por el cual se forma nuevo hueso en la superficie trabecular, causando un cambio en la morfología y geometría de los

puntales, lo cual eventualmente conduce a la reorientación y reorganización de las trabéculas [2, 3]. De este modo, en su interior se puede encontrar tejido más antiguo, de mayor contenido de mineralización en comparación con la superficie trabecular y con unas propiedades isotropas [2]. Esta variación de mineralizaciones dentro de los puntales produce que el tejido trabecular sea heterogéneo [2].

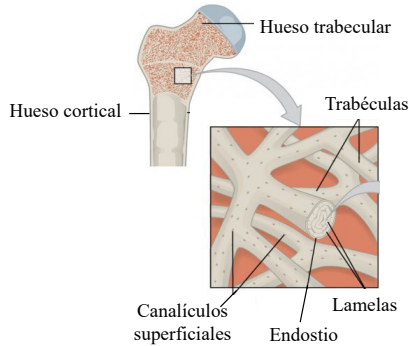


Figura 1. Estructura jerárquica del hueso trabecular. Adaptado de [4].

A pesar de que el tejido trabecular es ortótropo y heterogéneo, los modelos de elementos finitos de hueso esponjoso normalmente asumen propiedades isotropas y homogéneas [2]. La falta de estudios que consideran ortotropía en tejido trabecular se debe a la alta complejidad del hueso y el gran número de trabéculas que se pueden encontrar en la muestra, lo cual hace que la asignación de orientaciones sea difícil y, manualmente, prohibitiva [2]. Además, aun con la relevancia clínica debido al crecimiento actual y futuro de fracturas óseas por el aumento del envejecimiento de la población, también hay una falta de modelos validados que describen el comportamiento de fractura de trabéculas individuales [2]. El conocimiento del comportamiento mecánico local es necesario para mejorar la comprensión del fallo a nivel tisular y de la predicción de la generación local de microgrietas y, eventualmente, del fallo general del hueso trabecular. De esta manera, se podría mejorar los métodos de análisis de riesgo de fractura y las estrategias terapéuticas para el tratamiento de enfermedades de fragilidad ósea, como la osteoporosis [5].

Este trabajo evalúa, mediante modelos numéricos, la influencia de considerar ortotropía y heterogeneidad a nivel de tejido óseo en el fallo microestructural a compresión y a flexión de una trabécula aislada. Además, se ha implementado un modelo microescala para aplicar las propiedades resistentes del tejido lamelar de la trabécula en función de la densidad mineral ósea (DMO) y la microporosidad tisular (p).

2. MATERIALES Y MÉTODOS

En la Figura 2 se muestra la metodología llevada a cabo a lo largo de este trabajo, en el que se estudia el comportamiento micromecánico de fallo en trabéculas humanas. Para ello, se han generado cuatro modelos de

EF considerando cuatro casos distintos: dos modelos homogéneos contemplando propiedades isotropas (Hm-I) y ortótropas (Hm-O) y otros dos modelos heterogéneos teniendo también en cuenta isotropía (Ht-I) y ortotropía (Ht-O).

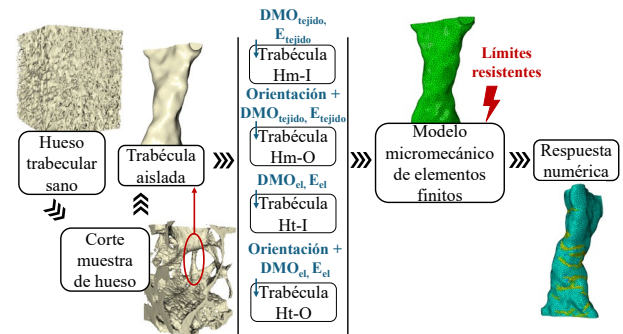


Figura 2. Metodología seguida en este trabajo.

2.1. Aislamiento de trabéculas humanas

Una muestra de tejido trabecular procedente de una cabeza femoral de una mujer de 42 años fue escaneada por microCT a una resolución isotropa de 13.5 μm . Estas imágenes microCT fueron segmentadas mediante el software ScanIP por medio de un método manual de umbralización y un análisis de conectividad. A continuación, se seleccionó una región de interés del tejido trabecular de aproximadamente 3 mm y se aisló una única trabécula (ver Figura 3).

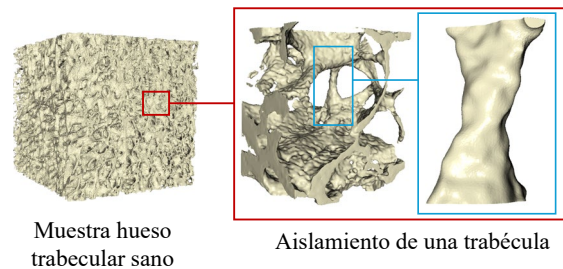


Figura 3. Obtención de una trabécula humana.

2.2. Modelos para propiedades elásticas de tejido óseo en una trabécula aislada

Mediante ScanIP se generó una malla de tetraedros cuadráticos (código C3D10 en Abaqus) para cada modelo de trabécula contemplando cuatro casos: dos de ellos homogéneos teniendo en cuenta propiedades isotropas (Hm-I) y ortótropas (Hm-O) y otros dos modelos heterogéneos considerando isotropía (Ht-I) y ortotropía (Ht-O).

2.2.1. Modelo homogéneo e isotropo

Este modelo considera un único material en toda la trabécula estimado a partir de la densidad mineral ósea (DMO) media de la trabécula aislada. Para calcularla, utilizamos el procedimiento descrito por Shileo *et al.* (2008) [7] a partir de la densidad de la estructura

trabecular escaneada por microCT ($\rho_{\mu CT}$), obteniendo la densidad mineral ósea media de la muestra trabecular en gHA^1/cm^3 (ver Ecuación 1, 2 y 3).

$$\rho_{\mu CT} = 1.1575 GS + 781.87 \quad (1)$$

$$\rho_{\mu CT} = -0.05 + 0.98\rho_{Ceniza} \quad (2)$$

$$DMO_{media} = (\rho_{Ceniza}/0.6) \quad (3)$$

Obtenida la DMO_{media} de la malla trabecular, se utilizó la expresión para el cuello femoral de Morgan *et al.* (2003) para estimar el módulo de Young medio a nivel de tejido trabecular en función de la DMO_{media} (Ecuación 4).

$$E_{medio} = 6850 DMO_{media}^{1.49} \quad (4)$$

2.2.2. Modelo homogéneo y ortótropo

Este modelo considera dos regiones en la trabécula: una exterior orientada según la trabécula (ortótropa) y una interior no orientada (isótropa) y más mineralizada. Para ello, generamos dos máscaras en ScanIP, correspondientes a esa región interna más mineralizada y al exterior alineado (ver Figura 4). Para definir la densidad de cada región, se obtuvieron los niveles de gris medio de las dos zonas del tejido trabecular y, posteriormente, siguiendo las Ecuaciones 1, 2 y 3 se estimaron la $DMO_{interna}$ y la $DMO_{externa}$ de la trabécula aislada.

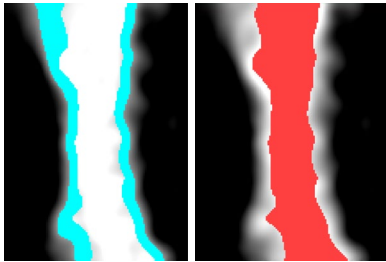


Figura 4. Obtención de la máscara externa (izquierda, en azul) y de la máscara interna (derecha, en rojo).

En segundo lugar, para definir la orientación preferente del tejido lamelar en la superficie trabecular, se obtuvieron primeramente las direcciones principales de los elementos de malla de la región externa mediante un código de usuario de Matlab. A continuación, estas direcciones principales fueron utilizadas para una subrutina de usuario de Abaqus Standard (v6.14), asignando cada orientación a su elemento de malla correspondiente y alineándolos así según la superficie y el eje longitudinal de la trabécula (ver Figura 5).

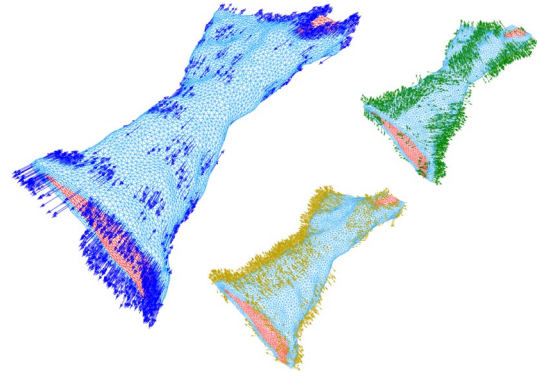


Figura 5. Orientación de los elementos de la máscara externa de una trabécula aislada. Con flechas azules se muestra la dirección 1 correspondiente al eje longitudinal de la trabécula y las direcciones transversales 2 y 3 en amarillo y verde.

Por último, para aplicar las propiedades elásticas al tejido óseo, se utilizaron las propiedades ortótropas obtenidas por Megías *et al.* (2022) [9] para tejido lamelar, mientras que, para estimar el módulo elástico a nivel de tejido en la región interna de la trabécula, se consideró la Ecuación 4. En estas ecuaciones de [9] se calculan las propiedades elásticas del tejido en función de la microporosidad tisular y la DMO (ver Ecuación 5-13).

$$C_{11} = 7.3876 e^{-0.022229 p} e^{0.82134 DMO} \quad (5)$$

$$C_{22} = 5.4868 e^{-0.021726 p} e^{0.58165 DMO} \quad (6)$$

$$C_{33} = 5.8386 e^{-0.021805 p} e^{0.58304 DMO} \quad (7)$$

$$C_{44} = 1.3475 e^{-0.02013 p} e^{0.72977 DMO} \quad (8)$$

$$C_{55} = 1.4673 e^{-0.02058 p} e^{0.81231 DMO} \quad (9)$$

$$C_{66} = 1.4682 e^{-0.02060 p} e^{0.81189 DMO} \quad (10)$$

$$C_{23} = 2.1878 \times 10^9 - 1.2627 \times 10^8 p + 8.4022 \times 10^5 p^2 + 4.0292 \times 10^9 DMO - 1.1405 \times 10^9 DMO^2 \quad (11)$$

$$C_{13} = -6.6623 \times 10^9 - 1.1082 \times 10^8 p - 3.9345 \times 10^5 p^2 + 30227 p^3 + 3.0459 \times 10^{10} DMO - 2.5596 \times 10^{10} DMO^2 + 7.0279 \times 10^9 DMO^3 \quad (12)$$

$$C_{12} = -3.6721 \times 10^9 - 1.0889 \times 10^8 p - 6.1566 \times 10^5 p^2 + 36350 p^3 + 1.9131 \times 10^{10} DMO - 1.0812 \times 10^{10} DMO^2 + 5.8818 \times 10^8 DMO^3 \quad (13)$$

2.2.3. Modelo heterogéneo e isótropo

Este modelo considera las variaciones de módulo de elasticidad en el tejido trabecular a partir de su densidad. Para aplicar heterogeneidad de tejido se realizó el mismo

¹ HA es la abreviatura de hidroxiapatita.

procedimiento que en el caso homogéneo, pero obteniendo primeramente el nivel de gris de cada elemento de malla (GS_{elemento}). Posteriormente, siguiendo las Ecuaciones 1, 2 y 3, se estimaron las DMOs de cada elemento de malla (DMO_{Elemento}). Esta diferencia de mineralizaciones a lo largo de la trabécula se puede observar en la Figura 6, donde los colores azules y verdes corresponden a menores DMOs mientras que los colores amarillos y rojos hacen referencia a DMOs más altas. En esta imagen se puede observar cómo efectivamente la mineralización es mayor hacia el interior de la trabécula.

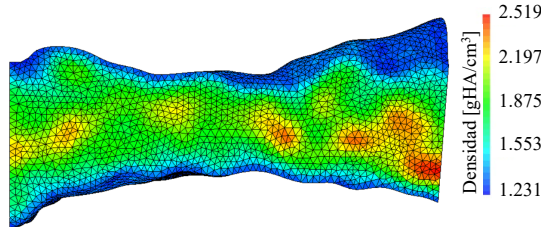


Figura 6. Diferencias de DMO en tejido trabecular.

2.2.4. Modelo heterogéneo y ortótropo

Este modelo heterogéneo considera dos regiones: una zona orientada superficial y una zona interior isotropa. Así, de cada una de las máscaras obtuvimos el GS de cada elemento de malla y, finalmente, su DMO_{Elemento} . A continuación, orientamos los elementos de la región externa mediante el mismo procedimiento anteriormente explicado. Por último, aplicamos isotropía mediante la Ecuación 4 a cada elemento de malla de la región interna y ortotropía utilizando las ecuaciones de tejido lamelar de [9] en la máscara externa.

2.3. Modelo para propiedades resistentes de tejido óseo en una trabécula aislada

Se ha utilizado el modelo micromecánico sugerido por Vercher *et al.* (2024) [10], en el cual se estiman los límites resistentes del tejido lamelar a tracción y compresión en la dirección longitudinal y transversal contenidas en el plano lamelar, en función de la DMO y de la microporosidad tisular ($p = 2.5\%$ en este trabajo). Dentro de las Ecuaciones 14-17, los límites resistentes de tejido lamelar se denotan como $S^c_{\text{Long}}(DMO, p)$, $S^t_{\text{Long}}(DMO, p)$, $S^c_{\text{Transv}}(DMO, p)$ y $S^t_{\text{Transv}}(DMO, p)$ para el eje longitudinal y transversal, respectivamente, además de la densidad de la HA ($\rho_{HA} = 3.6 \text{ g/cm}^3$) y de sus límites resistentes a tracción ($S^t_{HA} = 190 \text{ MPa}$) y a compresión ($S^c_{HA} = 917 \text{ MPa}$) [10]. A continuación, se implementó una subrutina de usuario USFLD en Abaqus para simular el fallo de una trabécula aislada mediante un criterio de degradación ortótropo. En consecuencia, el fallo trabecular se modeló como la degradación de las propiedades mecánicas elásticas al superar los límites resistentes de tejido lamelar.

$$S^t_{\text{Long}}(DMO, p) = S^t_{HA} \left(\frac{DMO}{\rho_{HA}} \right)^{0.11024} \left[1 - \left(\frac{p}{100} \right)^{0.29755} \right] \quad (14)$$

$$S^c_{\text{Long}}(DMO, p) = S^c_{HA} \left(\frac{DMO}{\rho_{HA}} \right)^{0.90634} \left[1 - \left(\frac{p}{100} \right)^{0.33564} \right] \quad (15)$$

$$S^t_{\text{Transv}}(DMO, p) = S^t_{HA} \left(\frac{DMO}{\rho_{HA}} \right)^{0.05025} \left[1 - \left(\frac{p}{100} \right)^{0.11559} \right] \quad (16)$$

$$S^c_{\text{Transv}}(DMO, p) = S^c_{HA} \left(\frac{DMO}{\rho_{HA}} \right)^{0.10076} \left[1 - \left(\frac{p}{100} \right)^{0.16183} \right] \quad (17)$$

De esta manera, la degradación de las propiedades elásticas la implementamos dentro del enfoque de la Mecánica de Daño Continuo siguiendo la Ecuación 18, 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. El daño se ha supuesto que evoluciona de acuerdo con la Ecuación 19 y 20, donde D_1 hace referencia al daño longitudinal (respecto a la dirección preferente del tejido lamelar, con una degradación del 90 %) y D_2 al daño transversal (respecto a la dirección preferente del tejido lamelar, con una degradación del 50 %). Dentro de estas ecuaciones, los límites resistentes se denotan como $S^c_{\text{Long}}(DMO, p)$, $S^t_{\text{Long}}(DMO, p)$, $S^c_{\text{Transv}}(DMO, p)$ y $S^t_{\text{Transv}}(DMO, p)$ para el eje longitudinal y transversal, respectivamente, mientras que S_{11} , S_{22} y S_{33} hacen referencia a las tensiones principales en el eje longitudinal (1) y transversal (2 y 3).

$$\sigma = (1 - D) C \varepsilon \quad (18)$$

$$D_1 = \begin{cases} 0 & \begin{matrix} S^c_{11} < S^c_{\text{Long}}(DMO, p) \\ S^t_{11} < S^t_{\text{Long}}(DMO, p) \end{matrix} \\ 0.9 & \begin{matrix} S^c_{11} \geq S^c_{\text{Long}}(DMO, p) \\ S^t_{11} \geq S^t_{\text{Long}}(DMO, p) \end{matrix} \end{cases} \quad (19)$$

$$D_2 = \begin{cases} 0 & \begin{matrix} S^c_{22} < S^c_{\text{Transv}}(DMO, p) \\ S^c_{33} < S^c_{\text{Transv}}(DMO, p) \\ S^t_{22} < S^t_{\text{Transv}}(DMO, p) \\ S^t_{33} < S^t_{\text{Transv}}(DMO, p) \end{matrix} \\ 0.5 & \begin{matrix} S^c_{22} \geq S^c_{\text{Transv}}(DMO, p) \\ S^c_{33} \geq S^c_{\text{Transv}}(DMO, p) \\ S^t_{22} \geq S^t_{\text{Transv}}(DMO, p) \\ S^t_{33} \geq S^t_{\text{Transv}}(DMO, p) \end{matrix} \end{cases} \quad (20)$$

2.5. Condiciones de contorno

La modelización del fallo una trabécula aislada de longitud 0.727 mm se realizó aplicando dos casos de carga: una compresión y una flexión. Para ello, se encastraron los nodos de una de las caras, mientras que en la cara contraria se les aplicó un desplazamiento en la dirección de la trabécula del 3 % para simular una compresión y, por su parte, un desplazamiento del 5 % en dirección transversal a la trabécula para simular su flexión.

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Los resultados muestran que considerar heterogeneidad mineral en el tejido trabecular desplaza las tensiones más altas hacia el interior de la trabécula tanto en los modelos isotropos como ortotropos sometidos a compresión o flexión. Esto se debe al aumento de la DMO por los mecanismos de mineralización secundaria y por la remodelación ósea que tiene lugar en la superficie del tejido trabecular. De esta manera, los elementos internos son más densos y resistentes que en el caso homogéneo, donde se visualiza una distribución de tensiones más homogénea y con tensiones superficiales más altas (ver Figura 7).

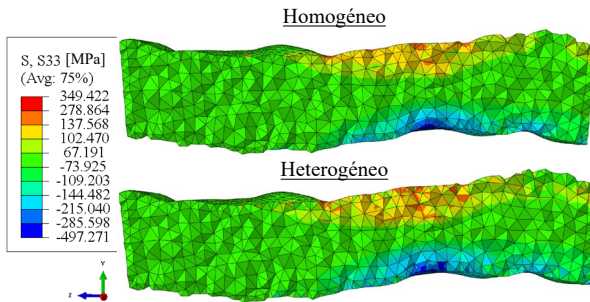


Figura 7. Efecto de la heterogeneidad en los modelos isotropos sometidos a flexión y degradación por superación de los límites resistentes.

Por otro lado, la alineación de los elementos de malla al eje longitudinal de la trabécula da lugar a una acumulación de tensiones en la zona orientada en comparación con el modelo isotropo. De esta manera, la ortotropía actúa como un mecanismo de refuerzo, haciendo de la trabécula una estructura más eficiente mecánicamente (ver Figura 8).

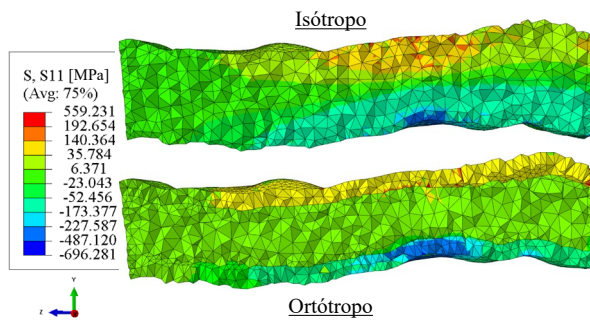


Figura 8. Efecto de la ortotropía en los modelos heterogéneos sometidos a flexión y degradación por superación de los límites resistentes.

Otro efecto que encontramos al aplicar propiedades elásticas ortotropas es el aumento de zonas de fallo que no se dan cuando se considera únicamente isotropía (ver Figura 9). Esto permite observar la gran influencia sobre los resultados que tiene considerar la ortotropía propia del tejido lamelar junto con la orientación preferente de este.

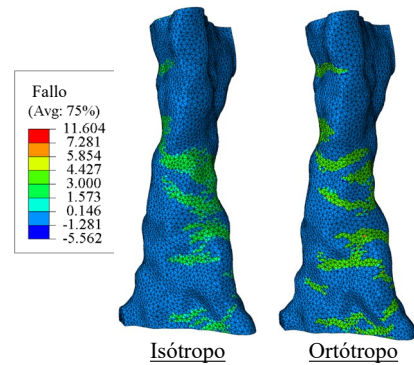


Figura 9. Efecto de la ortotropía en los modelos heterogéneos sometidos a compresión que sufren degradación de sus propiedades elásticas por superación de los límites resistentes.

Por último, en el caso de la trabécula sometida a flexión, se ha podido observar una acumulación de daño claramente asimétrica, siendo predominante a tracción. Además, existe una diferencia entre los modelos isotropos y ortotropos, donde en estos últimos las fibras del tejido lamelar alcanzan un fallo por compresión mayor que en el caso isotropo (ver Figura 10).

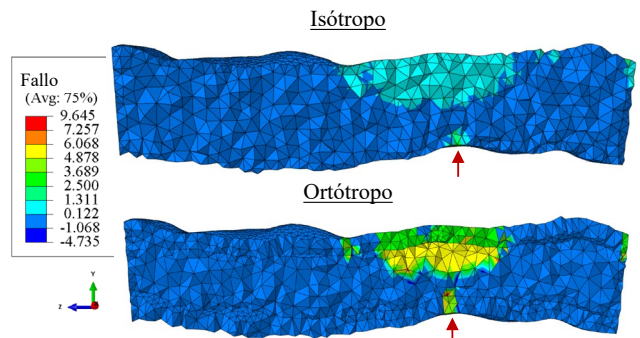


Figura 9. Efecto de la ortotropía en los modelos heterogéneos sometidos a flexión y degradación por superación de los límites resistentes. Con una flecha roja se indica el fallo a compresión.

4. CONCLUSIONES

En este trabajo se ha conseguido modelar una trabécula humana teniendo en cuenta la direccionalidad del tejido lamelar y las propiedades elásticas y resistentes ortotropas y heterogéneas propias del hueso trabecular. Además, para modelar el fallo ortótropo a nivel microestructural del puntal, se han aplicado las propiedades resistentes del tejido lamelar de la trabécula en función de la DMO y la microporosidad tisular.

Por un primer lado, se ha observado que la heterogeneidad desplaza las tensiones más altas hacia el interior de la trabécula, lo cual es consecuencia del interior más mineralizado del tejido trabecular. Estas menores tensiones superficiales implican que, al considerar heterogeneidad, el inicio de fallo sucedería a

una carga mayor que al considerar propiedades homogéneas. La ortotropía y la orientación preferente superficial tienen también un efecto directo en la distribución de tensiones en el puntal, concentrándose mayoritariamente en esta zona orientada y protegiendo así el interior de la trabécula frente a fracturas debido a esa direccionalidad. Además, tanto las propiedades elásticas ortótropas como la alineación de los elementos de malla producen un aumento de las regiones de fallo en comparación con los modelos isotropos. De este modo, en este trabajo se ha demostrado que es relevante considerar la ortotropía, la orientación preferente del propio tejido lamelar y la heterogeneidad en la distribución de tensiones y en la propagación de microfracturas.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecer la financiación recibida desde el Ministerio de Ciencia e Innovación y Universidades y el Fondo Europeo de Desarrollo Regional (FEDER) a través de los proyectos PID2020-118920RB-I00, PID2020-118480RB-C21 y PID2023-151610OB-C22 financiado por MCIN/AEI/10.13039/501100011033 y a la Generalitat Valenciana por CIGE/2023/110 y CIACIF/2023/454.

REFERENCIAS

- [1] Oftadeh R, Perez-Viloria M, *et al.* *Biomechanics and mechanobiology of trabecular bone: a review.* Journal of Biomechanical Engineering, 2015; 137(1):0108021–01080215. DOI: 10.1115/1.4029176.
- [2] Hammond MA, Wallace, JM *et al.* *Incorporating tissue anisotropy and heterogeneity in finite element models of trabecular bone altered predicted local stress distributions.* Biomechanics and Modeling in Mechanobiology, 2018; 17; 605–614. DOI: 10.1007/s10237-017-0981-8.
- [3] Reznikov N, Chase H, *et al.* *The 3D structure of the collagen fibril network in human trabecular bone: Relation to trabecular organization.* Bone, 2015; 71; 189-195. DOI: 10.1016/j.bone.2014.10.017.
- [4] Bone structure – cancellous bone, Oregon State University.
- [5] Ridha H and Thruner PJ. *Finite element prediction with experimental validation of damage distribution in single trabeculae during three-point bending tests.* Journal of the Mechanical Behaviour of Biomedical Materials, 2013; 27; 94-106. DOI: /10.1016/j.jmbbm.2013.07.005.
- [6] Megías R. *Analysis of osteoporosis effect on the mechanical behaviour and morphometry of human cancellous bone.* Tesis Doctoral, UPV, 525 Valencia (España), 2024. DOI: 10.4995/Thesis/10251/206355
- [7] Shileo E, Dall'Ara E, *et al.* *An accurate estimation of bone density improves the accuracy of subject-specific finite element models.* Journal of Biomechanics, 2008; 41; 2483-2491. DOI: 10.1016/j.jbiomech.2008.05.017.
- [8] Morgan EF, Bayraktar HH, *et al.* *Trabecular bone modulus-density relationships depend on anatomic site.* Journal of Biomechanics, 2003; 36; 897- 904. DOI: 10.1016/S0021-9290(03)00071-X.
- [9] Megías R, Vercher-Martínez A, *et al.* *Numerical modelling of cancellous bone damage using an orthotropic failure criterion and tissue elastic properties as a function of the mineral content and microporosity.* Computer Methods and Programs in Biomedicine, 2022; 219; 106764. DOI: 10.1016/j.cmpb.2022.106764.
- [10] Vercher-Martínez A, Megías R, *et al.* *Estimation of the in-plane ultimate stress of lamellar tissue as a function of bone mineral density and osteocyte lacunae porosity.* Computer Methods and Programs in Biomedicine, 2024; 248; 108120. DOI: 10.1016/j.cmpb.2024.108120.

CARACTERIZACIÓN DE LA TENACIDAD Y RESISTENCIA DE LAS INTERFACES CEMENTANTES EN HUESO CORTICAL MEDIANTE EL CRITERIO ACOPLADO

A.R. Quiñonero Moya, D. Infante García*, R. Belda, A. Vercher-Martínez, E. Giner

Instituto Universitario 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: dieingar@upv.es

RESUMEN

El tejido óseo presenta una estructura jerárquica en la que las propiedades mecánicas y las respuestas en una determinada escala influyen en el comportamiento a escalas superiores. En el hueso cortical, los principales componentes microestructurales incluyen las osteonas, el hueso intersticial y las líneas cementantes. La línea cementante se considera una interfaz débil que rodea las osteonas y desempeña un papel crucial en la mejora de la tenacidad a la fractura al desviar o atrapar grietas. Por lo tanto, la estimación de su resistencia y tenacidad a la fractura es de interés científico. Este estudio caracteriza la resistencia mecánica y la tenacidad a la fractura de la línea cementante utilizando un enfoque de mecánica de la fractura finita basado en el criterio acoplado. Se realizaron ensayos experimentales en probetas entalladas extraídas de la diáfisis de una tibia ovina. El modelo numérico incorporó osteonas segmentadas en la región cercana a la entalla. La tenacidad a la fractura de la línea cementante se estimó minimizando una función objetivo que incluía el criterio acoplado. Estos resultados contribuyen a una mejor comprensión del comportamiento mecánico de la línea cementante y su papel en la mecánica de fractura del hueso cortical.

PALABRAS CLAVE: Criterio acoplado, tenacidad a la fractura, líneas cementantes, hueso cortical.

ABSTRACT

Bone tissue exhibits a hierarchical structure where mechanical properties and responses at one scale influence behavior at higher scales. In cortical bone, the primary microstructural components include osteons, interstitial bone, and cement lines. The cement line is considered a weak interface surrounding osteons, playing a crucial role in enhancing fracture toughness by deflecting or trapping cracks. Therefore, estimating its strength and fracture toughness is of scientific interest. This study characterizes the mechanical resistance and fracture toughness of the cement line using a finite fracture mechanics approach based on the coupled criterion. Experimental tests were conducted on notched specimens extracted from the diaphysis of an ovine tibia. The numerical model incorporated segmented osteons near the notch. The fracture toughness and strength of the cement line were estimated by minimizing an objective function that includes the coupled criterion. These findings contribute to a better understanding of the mechanical behavior of the cement line and its role in cortical bone fracture mechanics.

KEYWORDS: Coupled criterion, fracture toughness, cement lines, cortical bone.

1. INTRODUCCIÓN

La fractura ósea es un problema de salud pública importante causado por el alto riesgo que sufre la población de edad avanzada. Debido a su estructura jerárquica, comprender los mecanismos de fractura ósea en la microescala es fundamental para una correcta evaluación y tratamiento del riesgo de fractura. En el hueso cortical, se pueden encontrar diferentes constituyentes en la microescala, como osteonas, canales de Havers, lagunas osteocitarias y tejido intersticial. Además, existen unas interfaces entre las osteonas y el tejido intersticial denominadas líneas cementantes (LC).

La composición de las LC y sus propiedades materiales (PM) aún son hoy en día controvertidas [1]. Además, se ha demostrado que las LC juegan un papel relevante en el comportamiento frente a la fractura porque las grietas crecen principalmente a lo largo de estas interfaces [2].

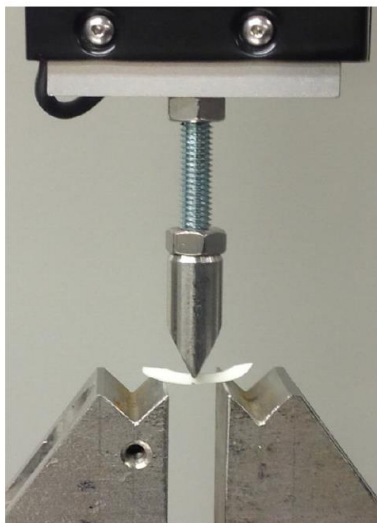
Las propiedades mecánicas de los constituyentes del hueso cortical y las características de la microestructura determinan la respuesta macromecánica en cuanto a resistencia y tenacidad. Aunque hoy en día la microestructura se puede revelar con técnicas de imágenes médicas, como la microtomografía computarizada (μ -CT), la tinción o la microscopía de luz

polarizada, la caracterización de las PM sigue siendo un desafío. Debido a la dificultad de evaluar las propiedades mecánicas de los microconstituyentes del hueso cortical utilizando solo ensayos experimentales, se han desarrollado en la literatura modelos numéricos que tienen en cuenta la fractura a nivel microestructural. Los modelos de elementos finitos (EF) de hueso cortical en la microescala que se encuentran en la literatura generalmente implementan elementos enriquecidos, modelos de zona cohesiva (CZM), mecánica de daño continuo (CDM) [2] o, más recientemente, modelos de campo de fase (PF) [3,4].

Este trabajo presenta una primera aproximación a la estimación de la tenacidad a la fractura y la resistencia de las líneas cementantes en el hueso cortical utilizando un enfoque basado en la mecánica de la fractura finita (MFF). Revisamos cuatro experimentos realizados por los autores en muestras de hueso cortical ovino bajo flexión de tres puntos [2] con nuevas imágenes μ -CT de alta resolución. Las tensiones de la interfaz y la tasa de liberación de energía de fractura se calculan utilizando un análisis de elementos finitos elásticos lineales. Para cuantificar las propiedades resistentes de la interfaz se resuelve un problema inverso que utiliza una adaptación del CC para interfaces y un algoritmo de optimización.

2. ENSAYOS EXPERIMENTALES

En este trabajo analizamos cuatro muestras de hueso cortical obtenidas de una tibia ovina esqueléticamente madura. Estas muestras y sus ensayos de flexión en tres puntos fueron evaluados en un artículo publicado por el grupo [2]. Las muestras en forma de viga se cortaron de diferentes secciones transversales de 1 mm de espesor de la diáfisis de la tibia. Se realizó mecánicamente una muesca de aproximadamente 0,5 mm de ancho. Las cuatro muestras de hueso cortical fueron sometidas a ensayos de flexión en tres puntos utilizando una máquina universal electromecánica.



Three-point bending test

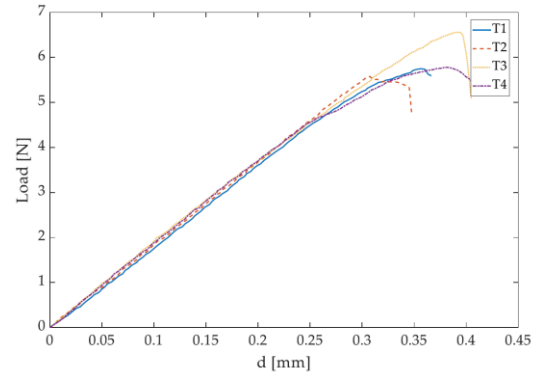


Figura 1. Configuración de ensayo de flexión de tres puntos (arriba) y respuesta de fuerza-desplazamiento de las cuatro muestras evaluadas (abajo).

Se realizó una adquisición de μ -CT (Xradia 620 Versa, ZEISS, servicio de microscopía UPV) para cada muestra a dos resoluciones diferentes: una resolución basta (24 μ m) se utilizó para definir el contorno general de la muestra, mientras que una resolución alta (1.5 μ m) permitió delinear las líneas cementantes, osteonas y canales de Havers de interés en la región de la grieta.

3. CRITERIO ACOPLADO PARA INTERFACES BASADO EN LA MECÁNICA DE LA FRACTURA FINITA

Leguillon [5] propuso originalmente un criterio de inicio de fractura basado en el cumplimiento simultáneo de dos criterios: uno basado en tensiones y otro energético. Además, el criterio acoplado (CC, de sus siglas en inglés) supone la formación de una longitud de grieta finita abrupta Δa cuando se aplican ambos criterios. Por lo tanto, las dos condiciones generalmente proporcionan un sistema de dos desigualdades con dos variables indeterminadas: la carga crítica P_c y Δa .

Sin embargo, el CC original no consideró la contribución de las tensiones tangenciales y los modos mixtos de fractura. Es importante resaltar que las tensiones tangenciales no se pueden omitir en presencia de interfaces entre materiales diferentes, como en las líneas cementantes. Para ello, seguimos la extensión de CC propuesta por Mantić [6] para el fallo de interfaces en materiales compuestos. De este modo, se consideran las tensiones tangenciales en el criterio de tensiones y el modo mixto de carga en el criterio energético [7].

En este trabajo, el criterio basado en tensiones supone un valor crítico de la tensión normal σ_c y tangencial τ_c que deben cumplirse en todos los puntos l pertenecientes a la extensión de la grieta con longitud finita Δa como en [7], siguiendo la ecuación (1).

$$D(l) = \left(\frac{\sigma_{nt}(l)}{\sigma_c} \right)^p + \left(\frac{\tau_{nt}(l)}{\tau_c} \right)^p \geq 1 \quad (1)$$

para $0 \leq l \leq \Delta a$

siendo D un parámetro que controla la condición de fallo en tensiones a lo largo de la interfaz dependiendo de la tensión normal de la interfaz σ_{nt} la tensión de la interfaz de cortadura τ_{nt} y un parámetro relacionado con la forma de la curva de fallo p [6,7] que comúnmente se toma como 2. La segunda condición proviene del balance de energía incremental considerando los estados antes y después del inicio de la fractura.

$$\Delta\Pi + \Delta K + \Delta\Gamma = 0 \quad (2)$$

siendo $\Delta\Pi$ y ΔK el cambio de la energía potencial y cinética, respectivamente. Además, $\Delta\Gamma$ es la energía de fractura producida debido al área de grieta formada $t\Delta a$, donde t es el espesor de la muestra. Considerando un caso estático inicial, la condición de energía se convierte en la expresión (3).

$$-\Delta\Pi \geq \Delta\Gamma \quad (3)$$

El lado izquierdo de la ecuación anterior es la energía liberada por el sistema durante la extensión de la grieta, que se puede calcular mediante la ecuación (4).

$$\Delta\Pi = t \int_0^{\Delta a} G(a) da \quad (4)$$

La regularización de $\Delta\Pi$ por la extensión finita del área de la grieta $t\Delta a$ es la denominada tasa de liberación de energía incremental G^{inc} .

$$G^{inc}(\Delta a) = \frac{\Delta\Pi}{t\Delta a} = \frac{1}{\Delta a} \int_0^{\Delta a} G(a) da \quad (5)$$

El lado derecho de la ecuación (3) indica la resistencia energética del material requerida para la extensión abrupta de la grieta, que se puede calcular integrando la tasa de liberación de energía crítica G_c a lo largo de la extensión de grieta supuesta Δa .

$$\Delta\Gamma = t \int_0^{\Delta a} G_c(\psi(a)) da \quad (6)$$

Como se comentó anteriormente, se espera que la grieta crezca bajo cargas de modo mixto, particularmente en modo I+II. Como es bien sabido, la tenacidad del material puede cambiar significativamente bajo el modo puro I, G_{1c} , o el modo puro II, G_{2c} . Por lo tanto, se ha considerado una ley de la energía superficial que depende de la carga modal propuesta por Hutchinson y Suo [8].

$$G_c = G_{1c}(1 + \tan^2[(1 - \lambda)\psi]) \quad (7)$$

donde ψ es una medida angular de la carga del modo II al modo I, que va desde 0° , para el modo I puro y 90° , para el modo II puro, y λ controla la mezcla de tenacidad. Similar a $\Delta\Pi$, la regularización de $\Delta\Gamma$ por la extensión

abrupta de la superficie de la grieta finita $t\Delta a$ es la tasa de liberación de energía crítica promedio $\overline{G_c}(\Delta a)$.

$$\overline{G_c}(\Delta a) = \frac{\Delta\Gamma}{t\Delta a} = \frac{1}{\Delta a} \int_0^{\Delta a} G_c(\psi(a)) da \quad (8)$$

Por lo tanto, la expresión final del balance de energía incremental inicial en términos de tasas de energía superficial (es decir, tasas de energía regularizadas) está dada por la siguiente expresión.

$$G^{inc}(\Delta a) \geq \overline{G_c}(\Delta a) \quad (9)$$

Obsérvese que, como se señala en [7], el miembro del lado derecho de la ecuación (9) está acotado entre G_{1c} y G_{2c} . Por otro lado, el miembro del lado izquierdo de la ecuación aumenta monótonamente.

El CC para las interfaces se puede resumir como el cumplimiento de ambas condiciones necesarias representadas a continuación.

$$D(l) \geq 1 \quad 0 \leq l \leq \Delta a \\ G^{inc}(\Delta a) \geq \overline{G_c}(\Delta a) \quad (10)$$

Las desigualdades que definen el CC se convierten en igualdades (las llamadas geometrías positivas) en los casos en que las funciones de tensión y tasa de liberación de energía muestran una disminución y un aumento monótonos, respectivamente.

4. ESTIMACIÓN DE LAS TENSIONES INTERFACIALES Y TASA DE LIBERACIÓN DE ENERGÍA PARA PROBLEMA INVERSO

4.1. Estimación de las tensiones interfaciales y tasa de liberación de energía

La aplicación de la condición de tensión del CC requiere el cálculo de las tensiones normales y tangenciales a lo largo de la interfaz en la carga crítica. Además, la condición de energía requiere el cálculo de la tasa de liberación de energía a lo largo de la interfaz en la carga crítica. Tanto las tensiones como las energías se pueden estimar mediante modelos numéricos como se explica a continuación.

Las tensiones de la interfaz se pueden calcular utilizando sólo un análisis de elementos finitos elásticos lineales para el punto de carga crítica para cada muestra. Los microconstituyentes del hueso cortical (osteonas, matriz intersticial y canales de Havers) se modelaron utilizando un modelo de elementos finitos de tensión plana 2D (figura 2). La segmentación de imágenes del plano medio de μ -CT se utiliza para definir con precisión la geometría de la osteona cerca de la entalla. Una definición precisa de la geometría compleja de las muestras y los constituyentes es un aspecto crítico para una estimación correcta de las tensiones de la interfaz. Se omiten otras osteonas en este análisis porque la porosidad es baja y las

propiedades elásticas de las osteonas y el tejido intersticial son significativamente similares. Así, para el análisis del problema inverso se modeló únicamente la osteona donde se inició la grieta. En el resto del sólido se utilizaron propiedades elásticas isotrópicas homogeneizadas del tejido cortical. Las propiedades elásticas asumidas de las osteonas y la matriz intersticial utilizadas en este trabajo se calibraron previamente en la literatura [2]. Se han establecido elementos de tamaño 1 μm en la zona de interés.

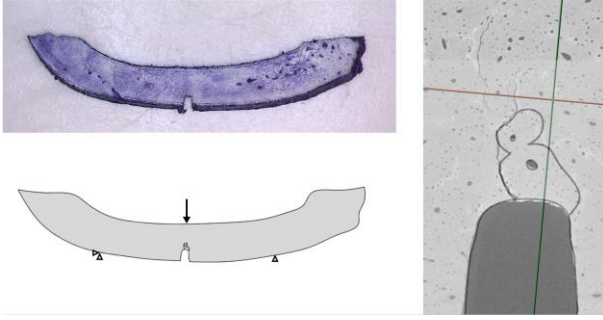


Figura 2. Muestra ovina cortical con muescas (T4): imagen de microscopía y μ -CT vs geometría del modelo.

Siguiendo trabajos previos en la literatura [6,7], la mixicidad en diferentes puntos de la interfaz se calcula como se indica en la siguiente ecuación.

$$\psi(l) = \tan^{-1} \left(\frac{\sigma_{nt}(l)}{\tau_{nt}(l)} \right) \quad (11)$$

La tasa de liberación de energía se calcula mediante un enfoque de diferencia finita de la energía de deformación elástica en análisis sucesivos de elementos finitos elásticos aumentando incrementalmente la longitud de grieta. El modelo numérico anterior, utilizado para el cálculo de las tensiones de interfaz, se utilizó como referencia. La energía de deformación elástica total U se estimó en simulaciones sucesivas i donde se duplicaron y liberaron nodos consecutivos ubicados a lo largo de la interfaz. De esta manera, la tasa de liberación de energía se evalúa cada 1 μm ya que ese es el tamaño del elemento. A continuación, la función de la tasa de liberación de energía a medida que la grieta crece a lo largo de la interfaz se puede aproximar de forma discreta siguiendo la ecuación (12).

$$G(a_i) \approx \frac{1}{t} \left| \frac{U(a_{i+1}) - U(a_i)}{a_{i+1} - a_i} \right| \quad (12)$$

4.2. Problema inverso

Un análisis inverso consiste en el cálculo de las entradas a partir de las salidas. Como se vio en la sección anterior, la aplicación del CC generalmente implica el cálculo de dos resultados (es decir, la carga crítica y la longitud finita de la grieta) a partir de varios datos de entrada (la resistencia a la tracción, la tenacidad, etc.). Este trabajo tiene como objetivo estimar las propiedades del material

de la interfaz mediante la aplicación del CC utilizando las tensiones de interfaz y las tasas de liberación de energía calculadas a partir del modelo numérico y la carga crítica de los experimentos presentados en las secciones anteriores.

Para simplificar el problema, se han considerado diferentes hipótesis sobre las PMs para aplicar el CC para interfaces. Se ha considerado que la fractura está dominada por el modo de vector de tensión I (SVMi). El SVMi considera que la resistencia normal y tangencial, y la tenacidad, en modo I y modo II, son iguales. Por lo tanto, solo se requieren 2 PMs (una para la resistencia y otra para la tenacidad). Nótese que los modelos de fractura simples con menos PMs son preferibles porque minimizan las incertidumbres en los datos de entrada y, a menudo, son suficientes para capturar el comportamiento de fallo de un sistema bajo ciertas circunstancias. Sin embargo, es bien sabido que el modo II y las tensiones tangenciales juegan un papel importante en el fallo de la interfaz.

En este trabajo, la calibración de las PMs se realiza a través de la minimización de la siguiente función objetivo (FO) usando un algoritmo genético (AG) implementado en la *toolbox* de optimización global de MatLab (ver ecuación (13)). La FO busca la raíz cuadrada del error promedio mínimo para los cuatro experimentos realizados en la aplicación del CC para predecir la carga crítica. Nótese que D y G se evalúan discretamente en los mismos puntos (es decir, nodos) a lo largo de la interfaz. Además, como se explicó anteriormente, l representa la distancia en la que se debe satisfacer el criterio de tensión, correspondiente a la misma longitud de la grieta finita Δa para la que también se debe satisfacer el criterio de energía (es decir, el cumplimiento de ambas condiciones).

$$OF(\mathbf{x}) = \sqrt{\sum_{i=1}^4 \min \left((D_i(l) - 1)^2 + (G_i^{inc}(\Delta a) / \bar{G}_{ic}(\Delta a) - 1)^2 \right)} \quad (13)$$

siendo $\mathbf{x}$ un vector que contiene las PM. La FO busca el punto más cercano a 0 siguiendo tanto el criterio de tensión como el de energía del CC. Nótese también que la longitud de grieta abrupta no se considera una PM. Por lo tanto, se pueden encontrar diferentes longitudes de grietas abruptas para cada muestra, siendo resueltas previamente en la FO para cada muestra y $\mathbf{x}$.

El rango inicial para cada PM es de entre 10 y 150 MPa para la resistencia y de entre 0.005 y 3 N/mm para la tenacidad, lo que cubre el rango de valores considerados previamente en la literatura. Utilizamos una configuración predeterminada que se usa comúnmente para problemas de optimización de propósito general que usan AG, como un tamaño de población de 15 veces la cantidad de PMs y una fracción de cruce de 0.8. Las configuraciones predeterminadas proporcionaron convergencia y precisión sin necesidad de ajustes de parámetros adicionales.

5. RESULTADOS

En el caso de SVMi, solo se requieren dos PMs para la aplicación del CC. El CC implica el cumplimiento de dos igualdades para geometrías positivas. Se puede obtener un espacio bidimensional (es decir, una línea) de soluciones para las PMs que predice exactamente la carga crítica para cada ensayo en SVMi porque la carga crítica se conoce a priori y la longitud crítica es desconocida. La figura 3 muestra el espacio bidimensional de soluciones $\sigma_c - G_c$ para los cuatro ensayos estudiados en este trabajo, T1-T4. Idealmente, todas las líneas se cruzarían en un único punto que definiría las PMs esperadas. Sin embargo, debido a varias fuentes de incertidumbre, podemos observar cómo tres de ellas se cruzan cerca de las PMs obtenidas con el AG y el espacio de soluciones para un ensayo está relativamente alejado del punto optimizado. No obstante, nótese que la incertidumbre de la resistencia ósea suele ser significativamente mayor que 10 MPa.

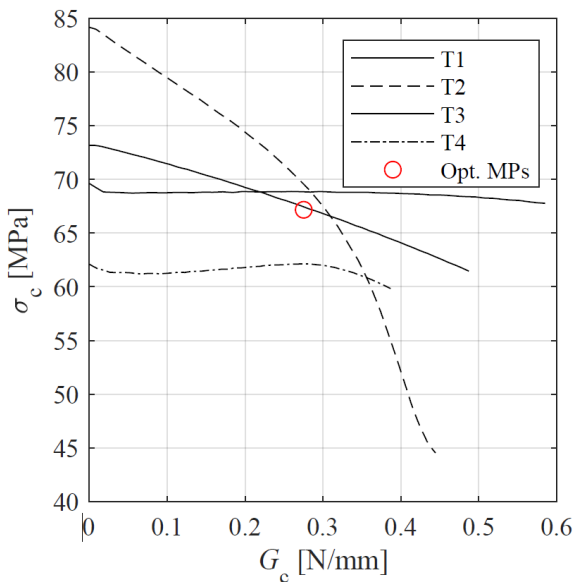


Figura 3. Representaciones bidimensionales de las PMs de las posibles soluciones en el modelo CC SVMi para las cuatro muestras estudiadas y PMs estimadas (marcador circular).

6. CONCLUSIONES

En este trabajo se ha llevado a cabo la primera estimación de la resistencia y tenacidad considerando tensiones tangenciales y cargas de modo mixto para líneas cementantes, basándose en el enfoque de la MFF. Debido a la robustez del enfoque MFF y el CC, la cuantificación se puede realizar rápidamente mediante análisis elásticos lineales. Se pueden definir diferentes criterios de tensión para obtener un mejor ajuste de las propiedades de resistencia con el comportamiento real del material. Las PMs estimadas muestran una buena concordancia con los datos disponibles en la literatura. La metodología

presentada puede ser además aplicada a otros problemas como en materiales heterogéneos con interfaces débiles.

AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen el apoyo financiero recibido a través del proyecto PID2023-151610OB-C22 financiado por MICIU/AEI/10.13039/501100011033 y FEDER, UE, el proyecto PID2020-118920RB-I00 financiado por MICIU/AEI/10.13039/501100011033 y "FEDER Una manera de hacer Europa", subvención PRE2021-097626 financiada por MICIU/AEI/10.13039/501100011033 y por "FSE+", programa PROMETEO 2021/046 y CIGE/2023/110 financiado por la Generalitat Valenciana. También se agradece la financiación del Vicerrectorado de Investigación de la Universitat Politècnica de València con el proyecto "Primeros Proyectos de Investigación" (PAID-06-23). CRUE-Universitat Politècnica de València.

REFERENCIAS

- [1] M. Wang, S. Li, A. vom Scheidt, M. Qwamizadeh, B. Busse, V. V. Silberschmidt. *Numerical study of crack initiation and growth in human cortical bone: Effect of micro-morphology*, Engineering Fracture Mechanics, 232 (2020): 107051.
- [2] E. Giner, R. Belda, C. Arango, A. Vercher-Martínez, J. E. Tarancón, F. J. Fuenmayor. *Calculation of the critical energy release rate G_c of the cement line in cortical bone combining experimental tests and finite element models*, Engineering fracture mechanics, 184 (2017): 168-182.
- [3] E. Maghami, J.P. Moore, T.O. Josephson, A.R. Najafi. *Damage analysis of human cortical bone under compressive and tensile loadings*. Computer methods in biomechanics and biomedical engineering, 25, no. 3 (2022): 342-357.
- [4] A.R. Quiñonero-Moya, D. Infante-García, A. Vercher-Martínez, E. Giner. *Simulation of cortical bone microcracking in three-point bending test using phase field fracture model*. Procedia Structural Integrity 66 (2024): 175-180.
- [5] D. Leguillon. *Strength or toughness? A criterion for crack onset at a notch*. European Journal of Mechanics-A/Solids, 21, no. 1 (2002): 61-72.
- [6] V. Mantič. *Interface crack onset at a circular cylindrical inclusion under a remote transverse tension. Application of a coupled stress and energy criterion*. International journal of Solids and Structures, 46, no. 6 (2009): 1287-1304.
- [7] I.G. Garcia, D. Leguillon. *Mixed-mode crack initiation at a v-notch in presence of an adhesive joint*. International Journal of Solids and Structures, 49, no. 15-16 (2012): 2138-2149.
- [8] J.W. Hutchinson, and Z. Suo. *Mixed mode cracking in layered materials*. Advances in applied mechanics 29 (1991): 63-191.

TÉCNICAS EXPERIMENTALES

ENSAYO DE PROBETAS ENTALLADAS Y EXTRACCIÓN DE PARÁMETROS MEDIANTE MEDIDAS DE CAMPO COMPLETO UTILIZANDO EL MÉTODO DE LOS CAMPOS VIRTUALES

J.C. Suárez-Bermejo^{1*}, B. Moreno², A. Silva-Campillo¹, A.S. Cruces², P. Lopez-Crespo²

¹ Universidad Politécnica de Madrid – ETSI Navales, Avda. de la Memoria 4, Madrid 28040, Spain

² Universidad de Málaga – Escuela de Ingenierías Industriales, C/ Dr Ortiz Ramos s/n, Málaga 29071, Spain

* Persona de contacto: juancarlos.suarez@upm.es

RESUMEN

El ensayo de materiales 2.0 (MT2.0) constituye un nuevo paradigma en el campo de los ensayos mecánicos de materiales, que combina mediciones de campo completo de deformaciones, mediante correlación digital de imágenes (DIC), con la identificación inversa de parámetros constitutivos del material a partir de estados de tensión heterogéneos (no estáticamente determinados). En este trabajo, se ha empleado el método de los campos virtuales (VFM) como procedimiento para determinar los parámetros mecánicos del material, utilizando el ensayo de disco Brasileño para fractura en modo mixto. En primer lugar, se presenta el planteamiento teórico del VFM, basado en el principio de los trabajos virtuales (PVW), donde se busca identificar unos parámetros constitutivos que satisfagan la formulación débil de la ecuación de equilibrio de tensiones para un campo de deformaciones obtenido experimentalmente, para varias geometrías de probetas de ensayo. Un procedimiento iterativo permite, a partir del modelo constitutivo postulado y de una propuesta inicial de parámetros, ir actualizando el campo de tensiones hasta verificar su convergencia mediante algún tipo de criterio apropiado.

PALABRAS CLAVE: Método de los campos virtuales, Correlación digital de imágenes, Ensayo de materiales 2.0.

ABSTRACT

Materials testing 2.0 (MT2.0) is a new paradigm in the field of mechanical testing of materials, which combines full-field strain measurements by digital image correlation (DIC) with the inverse identification of constitutive material parameters from heterogeneous (not statically determined) stress states. In this work, the virtual field method (VFM) has been employed as a procedure to determine the mechanical parameters of the material, using the Brazilian disk test for mixed-mode fracture. First, the theoretical approach of the VFM, based on the principle of virtual works (PVW), is presented, where the aim is to identify constitutive parameters that satisfy the weak formulation of the stress equilibrium equation for an experimentally obtained deformation field, for several geometries of test specimens. An iterative procedure allows, starting from the postulated constitutive model and an initial proposal of parameters, to update the stress field until its convergence is verified by means of some kind of appropriate criterion.

KEYWORDS: Virtual fields method, Digital image correlation, Materials testing 2.0.

1. INTRODUCCIÓN

El método de los campos virtuales (VFM, *Virtual Fields Method*) [1] se ha posicionado como una estrategia atractiva y eficiente para la identificación de parámetros constitutivos de materiales, aprovechando las mediciones de campo completo de desplazamientos obtenidas mediante técnicas como la Correlación de Imagen Digital (DIC, *Digital Image Correlation*) [2]. A continuación, se presenta de forma general el VFM, comparándolo con otros métodos de identificación de parámetros y destacando sus ventajas e inconvenientes.

Este método se basa en el principio de los trabajos virtuales (PVW, *Principle of Virtual Works*), un concepto fundamental en la mecánica de sólidos deformables, que establece que el trabajo virtual interno (energía de deformación) debe ser igual al trabajo virtual externo (trabajo realizado por las fuerzas externas) para cualquier campo de desplazamientos virtuales compatible. Esto se expresa, sin tomar en consideración las fuerzas volumétricas y los efectos de inercia, tal como se muestra en (1):

$$-\int_V \sigma^{DIC} : \epsilon^* dv + \int_{\partial v} T \cdot u^* ds = 0 \quad (1)$$

donde: σ^{DIC} es el tensor de tensiones obtenido a partir de los datos de deformaciones derivados del DIC, que depende de los parámetros del material, ϵ^* es el tensor de deformaciones virtuales, $\mathbf{T}$ es el vector de fuerzas aplicadas en el contorno, $\mathbf{u}^*$ es el campo de desplazamientos virtuales, v es el volumen de la muestra de ensayo, ∂v es la superficie de la probeta. El campo virtual de deformaciones puede ser calculado a partir de la expresión (2):

$$\epsilon_{ij}^* = \frac{1}{2}(u_{i,j}^* + u_{j,i}^*) \quad (2)$$

Además, el campo de tensiones que aparece en la expresión (1) puede ser expresado en función del campo de deformaciones obtenido mediante DIC, utilizando un modelo constitutivo ($\mathbf{C}$) que proporcione la relación esperada entre tensiones y deformaciones [3].

Como el DIC proporcionan únicamente medidas de campo completo en la superficie de la muestra, es necesario establecer como suposición un estado de tensión plana en la probeta de ensayo. De esta manera, las integrales de volumen y superficie pueden ser simplificadas, transformándolas en integrales de superficie y de línea, respectivamente, tal como se muestra en la ecuación (3):

$$-h \int_s \sigma^{DIC}(\epsilon^{DIC}(\mathbf{X}, t), \mathbf{C}): \epsilon^*(\mathbf{X}, t) ds + h \int_{\partial s} \mathbf{T}(\mathbf{X}, t) \cdot \mathbf{u}^*(\mathbf{X}, t) dl = 0 \quad (3)$$

donde h es el espesor de la muestra, s es la superficie de la probeta y ∂s es su contorno, siendo $(\mathbf{X}, t)$ las coordenadas espaciales y temporal respectivamente. De esta manera, el trabajo virtual de las cargas aplicadas en el contorno quedará expresado en función de las lecturas de la célula de carga, F_a , asegurando que el desplazamiento vertical virtual en el punto de aplicación de la carga es constante y tomando la componente horizontal como cero.

La técnica DIC permite obtener valores de desplazamientos con una elevada densidad superficial de puntos de medida. De esta manera, es posible integrar el trabajo virtual de las fuerzas internas aproximando las integrales por sumas discretas, tal como se muestra en (4):

$$-h S_t^2 \sum_{t=1}^{N_t} \sum_{i=1}^N (\sigma_{xx}^{t,i} \epsilon_{xx}^{*,t,i} + \sigma_{yy}^{t,i} \epsilon_{yy}^{*,t,i} + 2\sigma_{xy}^{t,i} \epsilon_{xy}^{*,t,i}) + F_a(t) u^* = 0 \quad (4)$$

donde S_t es el tamaño del paso del DIC en metros, N es el número de puntos utilizados por el DIC y N_t es el número de escalones de carga. Si el modelo constitutivo es lineal, el sistema de ecuaciones es lineal y se puede resolver directamente para obtener los parámetros del material. Para un modelo constitutivo no lineal los parámetros correspondientes son identificados mediante un procedimiento iterativo. La convergencia de este

proceso se controla mediante una función de coste, como puede considerarse de manera muy adecuada al cuadrado del valor del lado izquierdo de (4).

Entre las ventajas del VFM podemos mencionar su eficiencia computacional: el VFM no requiere simulaciones de elementos finitos (FE) en cada iteración, lo que lo hace significativamente más rápido que otros métodos, como la actualización de modelos de elementos finitos (FEMU, *Finite Element Model Updating*) [4]. También es reseñable la flexibilidad: el VFM se puede aplicar a una amplia gama de modelos constitutivos, tanto lineales como no lineales. Por otra parte, no se requiere la distribución de fuerzas: a diferencia de otros métodos, el VFM no necesita conocer la distribución exacta de las fuerzas aplicadas en el contorno y solo se requiere la resultante de la fuerza aplicada, lo que facilita el diseño de experimentos mecánicos.

En cuanto a las desventajas de este procedimiento, señalemos la sensibilidad a la elección de los campos virtuales: la elección de los campos virtuales puede afectar la precisión y robustez en la identificación de parámetros, puesto que una mala elección de los campos virtuales puede conducir a resultados erróneos o a una convergencia lenta del proceso iterativo. Adicionalmente, requiere mediciones de campo completo: el VFM necesita mediciones de campo completo del desplazamiento o la deformación en toda la superficie de la probeta, lo que puede constituir una limitación en algunas aplicaciones. Por último, existe la necesidad de reconstrucción del campo de tensiones: en modelos constitutivos no lineales, el VFM requiere un algoritmo para calcular el campo de tensiones a partir del campo de deformación medido, lo que puede introducir errores adicionales.

La selección de campos virtuales es un aspecto crucial en la implementación del VFM [5]. Existen tres estrategias principales para la elección de campos virtuales. Campos virtuales definidos manualmente: esta es la estrategia más utilizada en casos no lineales y, por lo general, se utilizan polinomios o funciones seno/coseno; esta estrategia es la más fácil de implementar, pero depende del usuario y no garantiza los mejores resultados. Campos virtuales basados en la rigidez: esta estrategia calcula los campos virtuales a partir de la matriz de rigidez tangente del material; esta estrategia es más robusta frente al ruido experimental, pero su implementación es más compleja debido al cálculo de la matriz de rigidez tangente. Campos virtuales basados en la sensibilidad: esta estrategia determina los campos virtuales de acuerdo con un mapa de sensibilidad de tensiones; los campos virtuales se determinan dando más peso a las ubicaciones donde se codifica más información sobre un parámetro; esta estrategia ofrece una implementación más sencilla que la estrategia basada en la rigidez.

2. ENSAYO DE DISCO BRASILEÑO ENTALLADO

El ensayo del disco brasileño con probeta entallada (BDCN, *Brazilian Disc with Central Notch*) es una técnica experimental ampliamente utilizada en la mecánica de fractura para estudiar el comportamiento de materiales cuasi-frágiles bajo condiciones de carga mixta modo I/II. Este ensayo, gracias a su configuración geométrica y de carga relativamente sencilla, permite inducir diferentes grados de combinación de modos de fractura, lo que lo convierte en una herramienta versátil para la caracterización de materiales como el hormigón, la roca y otros materiales cuasi-frágiles. En nuestro caso,

El ensayo BDCN se realiza sobre una probeta cilíndrica con una entalla central preexistente. La probeta se coloca entre dos placas de carga y se somete a una carga de compresión diametral. La entalla, que se introduce mediante técnicas como el corte con chorro de agua, actúa como un concentrador de tensiones, promoviendo la iniciación y propagación de la fractura en su punta. En los ensayos realizados [6], ya publicados y que se han empleado en este trabajo para la aplicación del VFM, se ha partido de una probeta cilíndrica normalizada con un diámetro $2R = 150$ mm y un espesor B de 30 mm. La longitud de la muesca inicial es de 60 mm, tal como se muestra en la figura 1.

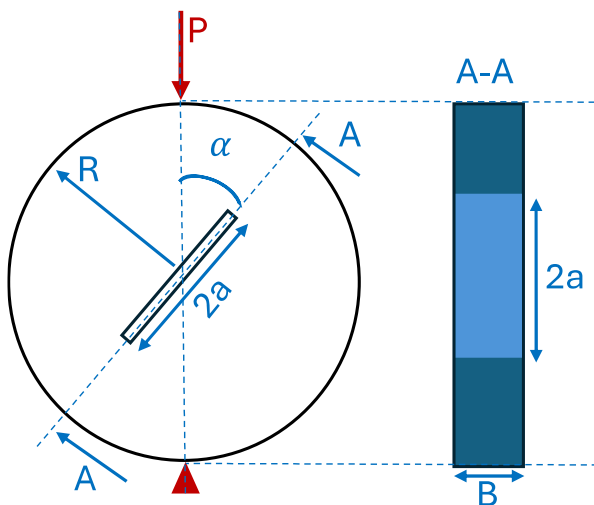


Figura 1. Dimensiones y condiciones de contorno de un disco brasileño con entalla central (BDCN).

La orientación de la entalla con respecto a la dirección de la carga aplicada (ángulo α) determina la proporción de modo I (apertura) y modo II (deslizamiento) de sollicitación en los vértices de la entalla. Debido a la presencia de carga en modo mixto I/II, la grieta comienza a desviarse a partir de una trayectoria recta, cuando la carga aumenta. Las condiciones de tensión se describen a menudo como una relación de mixicidad que suele expresarse mediante el parámetro M^e . El parámetro M^e varía de cero (para el modo II puro) a uno (para el modo I puro), indicado en (5).

$$M^e = \frac{2}{\pi} \arctg \left(\frac{K_I}{K_{II}} \right) \quad (5)$$

donde los factores de intensidad de tensiones (SIF, *Stress Intensity Factor*) para cada modo vienen dados por la expresión (6).

$$K_i = \frac{P\sqrt{a}}{RB\sqrt{\pi}} \frac{1}{\sqrt{1-\frac{a}{R}}} Y_i(a/R, \alpha) \quad (6)$$

Los valores de las funciones de forma para el modo I y el modo II se pueden encontrar en la literatura, por ejemplo [7].

En general, el proceso de agrietamiento del hormigón implica la separación entre el árido y la pasta de cemento, la microfisuración de la matriz, la ramificación de las fisuras y la formación de puentes entre las microfisuras. Estas fases de agrietamiento se producen por delante de la entalla, en la denominada zona de proceso de fractura (FPZ, *Fracture Process Zone*) [8]. El desarrollo de la FPZ es la razón principal del comportamiento cuasi-frágil tras alcanzar la carga máxima. Las propiedades típicas de la FPZ que interesa estudiar son su longitud l_{FPZ} y su anchura w . Ambos parámetros pueden estudiarse mediante diversos métodos experimentales, pero en este caso nos decantaremos por la correlación de imagen digital (DIC). Además, las condiciones de carga de modo mixto I/II afectan al desarrollo de la FPZ en el hormigón. La FPZ se desvía de la trayectoria recta debido a la presencia del modo mixto I/II y al aumento de la carga en modo II [9]. La figura 2 muestra la imagen de una de las probetas preparadas para el ensayo BDCN, en este caso con $\alpha = 15^\circ$ y $2a = 60$ mm.

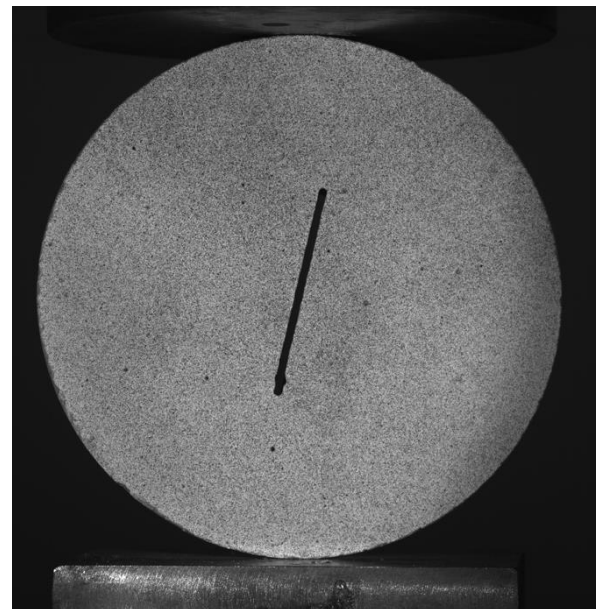


Figura 2. Probeta BDCN ($\alpha = 15^\circ$) con patrón de moteado aplicado mediante spray.

3. MATERIALES Y MÉTODOS

La mayor ventaja de utilizar probetas BDCN reside en los ensayos de estructuras de hormigón antes de su renovación, ya que normalmente se utilizan muestras cilíndricas obtenidas mediante perforación para obtener información básica sobre las propiedades del material. Las probetas de ensayos utilizadas en esta investigación han sido, no obstante, fabricadas con hormigón de alta resistencia (HPC, *High-Performance Concrete*) que se diseñó con la intención de producir elementos estructurales de hormigón prefabricados, más finos y ligeros. Los áridos se componen de arena natural 0/4 mm y granito triturado de alta calidad 4/8 mm (el tamaño máximo de los áridos es de 8 mm). Se utilizó cemento Portland CEM I 42,5 R con tres aditivos minerales. El ligante consiste de un 81% CEM I 42,5 R, 9,5% metacaolín, 7,5% GBFS y 2,5% piedra caliza. La relación agua/ligante fue de 0,22. Se seleccionó un superplastificante a base de policarboxilato teniendo en cuenta su compatibilidad con el cemento. El hormigón se preparó en un volumen de 0,7 m³ y se vertió en moldes.

Los ensayos se realizaron en condiciones de carga en modo I, modo mixto I/II y modo puro II. Las diferentes condiciones de modo mixto se consiguen variando el ángulo de inclinación de la entalla α frente a la posición de la carga. En este trabajo se han considerado tres probetas, con los datos geométricos de la tabla 1.

Tabla 1. Dimensiones medidas en los discos brasileños entallados utilizados.

Probeta	a/R	α	D (mm)	B (mm)	2a (mm)
6_3_1	0,406	0°	149,18	30,56	60,59
6_3_2	0,403	5°	149,23	30,48	60,21
6_3_3	0,404	15°	149,17	30,56	60,29

Se aplicó un patrón de moteado sobre la superficie de las muestras BDCN para producir una distribución aleatoria de la intensidad de gris. El tamaño de los agregados gruesos no es adecuado para la adquisición directa de datos DIC, ya que son mayores que el subconjunto de píxeles utilizado en la evaluación de los desplazamientos. Este patrón se obtuvo pintando la superficie de la muestra de blanco y aplicando un spray negro (ver figura 2). Esto permitió una correcta adquisición de desplazamientos y deformaciones por DIC.

Para los ensayos de fractura estática se utilizó un equipo servohidráulico MTS con una capacidad máxima de 100 kN. Este equipo es capaz de inducir desplazamientos verticales a una velocidad de 0,01 mm/s. Se utilizó una cámara CCD Flir Gazelle con una resolución de 4,1 MPxl. A fin de garantizar unas buenas condiciones de luz homogénea, para realizar mediciones DIC adecuadas, esta cámara se combinó con un objetivo Schneider acoplado a dos fuentes de luz. La distancia de trabajo se aumentó a 80 cm para reducir el error de desalineación. Debido al comportamiento frágil del ensayo, se tomaron

150 imágenes por segundo. Esta disposición del equipo proporciona un campo de visión (FOV, *Field of Vision*) de 181,24 × 181,24 mm².

Las imágenes digitales se procesaron con el programa MatchID V2024.1, utilizando tanto el módulo 2D DIC para obtener los campos de desplazamientos, como el módulo VFM para identificación de propiedades del material por el método de los campos virtuales.

4. RESULTADOS

La correlación digital de imágenes proporciona información de campo completo sobre los desplazamientos puntuales en la superficie de la muestra bajo sollicitación, comparando las imágenes tomadas antes y después de introducir la carga en el ensayo de compresión. Cada imagen capturada se divide en regiones más pequeñas, denominadas «ventanas de interrogación». El producto de correlación cruzada se utiliza para determinar la relación entre las ventanas de interrogación, antes y después de la deformación de la probeta [10]. La figura 3 muestra el campo de deformaciones para una de las probetas consideradas.

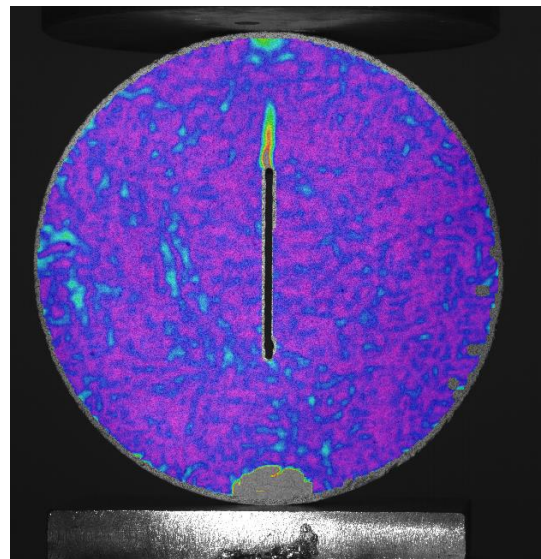


Figura 3. Medida de campo completo de las deformaciones en la probeta 6_3_1 ($\alpha = 0^\circ$).

Los campos de desplazamiento y deformación obtenidos mediante DIC se utilizan para identificar y cuantificar la FPZ. Además de los lugares de introducción de carga en la parte superior y el apoyo en la parte inferior, como puede apreciarse en la imagen, la FPZ se manifiesta como una región de alta deformación localizada en el vértice superior de la entalla. Se pueden utilizar diferentes criterios, como los valores de la deformación principal ε_{11} , para delimitar el tamaño y la forma de la FPZ justo en el momento de la rotura. La figura 4 muestra el fotograma siguiente, donde se acaba de producir la propagación de la grieta y se aprecia la rotura completa de la probeta de ensayo.

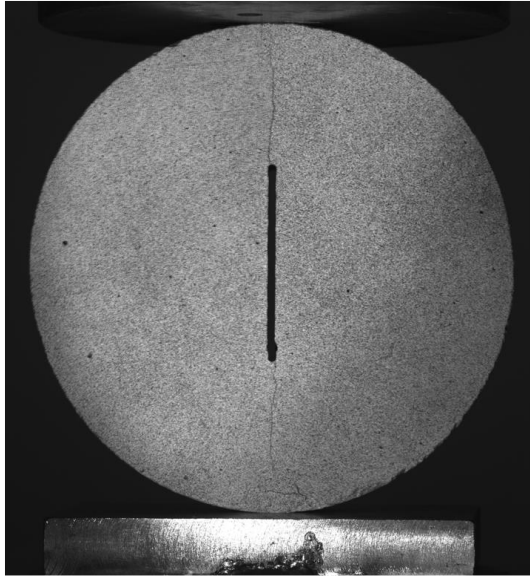


Figura 4. Probeta 6_3_1 ($\alpha = 0^\circ$) en el instante de la rotura, a partir del vértice superior de la entalla.

El estado tensional, sin embargo, no se obtiene directamente de las medidas DIC. Es necesario asumir un modelo de comportamiento del material y unos parámetros constitutivos que no tienen por qué ser conocidos con precisión, o hay que determinar con ensayos independientes. Es aquí donde entra en juego el VFM.

Si tenemos condiciones de tensión plana, podemos asumir que la tensión en la dirección perpendicular al plano de la probeta es despreciable o nula. Conociendo el trabajo realizado por las cargas externas, aplicadas en el contorno, podemos estimar en base a las deformaciones en cada punto cuál sería el mejor conjunto de parámetros constitutivos compatibles con dicho campo de deformaciones. La figura 5 muestra cómo se discretiza el dominio, dejando fuera las zonas de introducción de la carga y las condiciones de contorno, que podrían desvirtuar los resultados, para proceder al cálculo iterativo mediante VFM.

5. DISCUSIÓN Y CONCLUSIONES

Los resultados de los ensayos BDCN, combinados con la información obtenida mediante DIC y el VFM, permiten determinar varios parámetros importantes para la caracterización de la fractura en materiales cuasi-frágiles. Los SIF, K_I y K_{II} , cuantifican la intensidad del campo de tensiones en el vértice de la entalla para los modos de fractura I y II, respectivamente. Estos parámetros se pueden calcular utilizando soluciones analíticas o numéricas, pero se pueden obtener experimentalmente mediante DIC y VFM, sin necesidad de conocer de antemano los parámetros constitutivos del material.

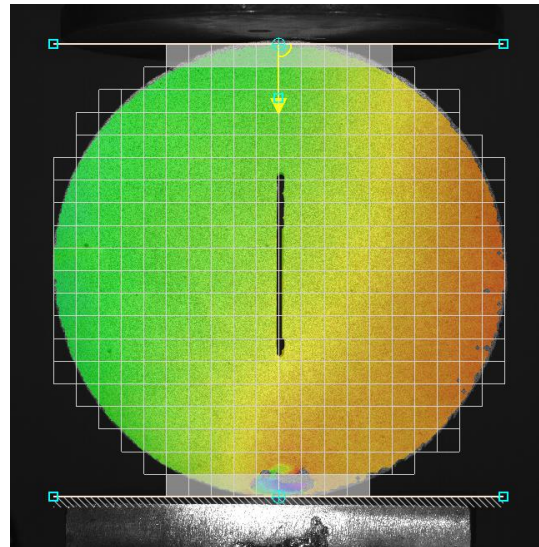


Figura 5. Probeta 6_3_1 ($\alpha = 0^\circ$): Derivación de parámetros constitutivos mediante el Método de los Campos Virtuales (VFM).

Así mismo, se puede obtener de la solución proporcionada por VFM la tensión T , que es un término de orden superior en la expansión de Williams, y que describe la distribución de tensiones en la vecindad de la punta de la entalla. La tensión T influye en la estabilidad de la fractura y en la dirección de propagación de la grieta. La figura 6 muestra el detalle de las tensiones en el vértice de grieta, determinadas mediante VFM.

La longitud de la FPZ es una medida del tamaño de la región donde ocurren procesos de microfisuración y deformación plástica antes de la propagación macroscópica de la grieta. La longitud del FPZ se puede determinar experimentalmente mediante DIC y se puede relacionar con las propiedades medidas para el material y con las condiciones de carga.

El Desplazamiento de Apertura de la Punta de la Grieta (CTOD) y el Desplazamiento de Deslizamiento de la Punta de la Grieta (CTSD) son medidas de la deformación en el vértice de la grieta, en los modos I y II, respectivamente. Estos parámetros se pueden extraer de los campos de desplazamiento obtenidos mediante DIC y se pueden utilizar para caracterizar el comportamiento de la fractura en materiales cuasi-frágiles.

Es importante tener en cuenta los efectos de tamaño en el ensayo BDCN, especialmente en materiales heterogéneos como el hormigón. Los resultados obtenidos en probetas de pequeño tamaño pueden no ser directamente extrapolables a estructuras de mayor escala.

El ensayo BDCN, combinado con la técnica DIC y con el postprocesado de resultados mediante VFM, se presenta como una herramienta valiosa para la evaluación de parámetros de fractura en estructuras de

hormigón antes de su renovación, permitiendo una estimación precisa de la longitud de la FPZ y del comportamiento cuasi-frágil del material.

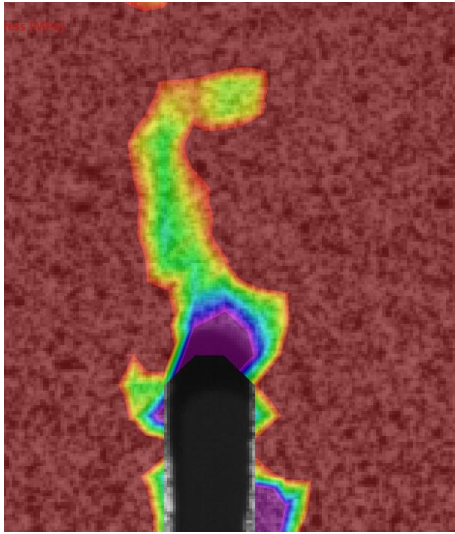


Figura 6. Probeta 6_3_1 ($\alpha = 0^\circ$): Tensiones en el vértice de la entalla, determinadas mediante VFM.

Como ventajas de la DIC en el Ensayo BDCN, se puede destacar, en primer lugar, la obtención de información de campo completo. La DIC proporciona información detallada sobre la deformación en toda la superficie de la probeta, a diferencia de los extensómetros convencionales que solo miden la deformación en puntos específicos. Adicionalmente, se trata de mediciones sin contacto, esto es, la DIC es una técnica óptica que no requiere contacto físico con la probeta, lo que evita la introducción de errores o alteraciones en el comportamiento del material. En tercer lugar, la DIC permite visualizar directamente el desarrollo del FPZ, lo que proporciona información valiosa sobre los mecanismos de fractura en el material, sobre todo si se pueden determinar los parámetros constitutivos del material mediante VFM durante el propio ensayo y no con ensayos independientes. Por último, la DIC permite cuantificar el tamaño y la forma del FPZ, lo que facilita la comparación entre diferentes materiales o condiciones de carga.

En resumen, el ensayo de disco brasileño con probeta entallada, junto con la visualización del desarrollo de la zona de proceso mediante técnicas de correlación digital de imágenes y el posprocesado de resultados mediante el método de los campos virtuales, proporciona una metodología robusta y versátil para la caracterización de la fractura en materiales cuasi-frágiles bajo condiciones de carga mixta modo I/II. Los resultados obtenidos en este ensayo son de gran utilidad para el diseño y análisis de estructuras, así como para el desarrollo de modelos constitutivos más precisos y eficientes.

AGRADECIMIENTOS

Uno de los autores, J.C. Suárez-Bermejo, desea agradecer a la Universidad Politécnica de Madrid la concesión de un año sabático que ha facilitado la realización de estos trabajos en colaboración con la Universidad de Málaga, concretamente con la Escuela de Ingenierías Industriales, y expresar su agradecimiento por ser la institución de acogida donde se está llevando a efecto la estancia.

REFERENCIAS

- [1] F. Pierron, M. Grédiac, *The Virtual Fields Method. Extracting Constitutive Mechanical Parameters from Full-field Deformation Measurements*, Springer (2012).
- [2] E.M.C. Jones (Ed.) *A Good Practices Guide for Digital Image Correlation*. International Digital Image Correlation Society, iDICs (2018).
- [3] J.M.P. Martins, A. Andrade-Campos, S. Thuillier. *Comparison of inverse identification strategies for constitutive mechanical models using full-field measurements*, International Journal of Mechanical Sciences, 145 (2018) 330-345.
- [4] A. Peshave, F. Pierron, P. Lava, D. Moens, D. Vandepitte. *Metrics to evaluate constitutive model fitness based on DIC experiments*, Strain, 60 (2024) e12473.
- [5] S. Roux, F. Hild. *Optimal procedure for the identification of constitutive parameters from experimentally measured displacement fields*, International Journal of Solids and Structures, 184 (2020) 14-23.
- [6] P. Miarka, A.S. Cruces, S. Seitzl, L. Malíkova, P. Lopez-Crespo. *Evaluation of the SIF and T-stress values of the Brazilian disc with a central notch by hybrid method*, International Journal of Fatigue, 135 (2020) 105562.
- [7] H. Tada, P.C. Paris, G.R. Irwin, A.S. of M. Engineers, A.S.M. International, *The Stress Analysis of Cracks Handbook*, 3ª ed., ASME Press, Nueva York (2000).
- [8] Z.P. Bazant, J. Planas. *Fracture and Size Effect in Concrete and Other Quasibrittle Materials*, Fracture and Size Effect in Concrete and Other Quasibrittle Materials (2019).
- [9] P. Miarka, A.S. Cruces, P. Lopez-Crespo, W. De Corte. *Fracture process zone development and length assessment under the mixed mode I/II load analysed by digital image correlation technique*, Cement and Concrete Research 173 (2023) 107261.
- [10] M.A. Sutton, J.-J. Orteu, H.W. Schreier. *Image Correlation for Shape, Motion and Deformation Measurements*, Springer (2009).

EFFECTO DE LA DEFORMACIÓN PLÁSTICA EN LA CONDUCTIVIDAD DE UN ACERO X60 PARA LA DETERMINACIÓN DEL INICIO DE CRECIMIENTO DE GRIETA MEDIANTE LA TÉCNICA DEL DCPD

R. Rodríguez-Aparicio^{1*}, V. Arniella¹, I. Montero², I.I. Cuesta¹, J. M. Alegre¹, A. Díaz¹.

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

²Enagás, Dirección de Servicios Técnicos y Tecnología. Gerencia de Equipos y Materiales. Madrid, Spain

* Persona de contacto: raparicio@ubu.es

RESUMEN

El método de caída de potencial en corriente continua (DCPD, por sus siglas en inglés) es una metodología ampliamente utilizada para la medida del crecimiento de grieta en probetas de tenacidad a fractura. Debido a la ausencia de un extensómetro directamente en contacto con la probeta, permite evaluar la integridad estructural de materiales metálicos en ensayos en ambientes extremos tales como hidrógeno a presión, ambientes corrosivos y altas temperaturas. La norma ASTM E1820 incluye un criterio arbitrario para determinar a partir de qué medida de la variación del potencial eléctrico comienza realmente a crecer la grieta, diferenciando la etapa de enromamiento o blunting de la fase de crecimiento de grieta. Sin embargo, existen varios parámetros que afectan a la medida del potencial, tales como la plasticidad del entorno de la punta de la fisura, la cual induce tanto cambios geométricos como variaciones en la conductividad de la probeta, midiéndose una grieta diferente de la que realmente está presente.

Este trabajo estudia, para el acero X60, la relación entre la deformación plástica y la conductividad eléctrica. Los resultados obtenidos permiten conocer si las variaciones en la conductividad eléctrica están influenciadas exclusivamente por la deformación geométrica o también por los cambios microestructurales asociados. Además, se ha desarrollado una simulación mecánica-eléctrica acoplada para identificar el comienzo real del crecimiento de la grieta, diferenciándolo del aumento en el potencial eléctrico originado únicamente por los cambios en la conductividad debido a la deformación plástica en la punta de la fisura.

PALABRAS CLAVE: DCPD, conductividad eléctrica, deformación plástica

ABSTRACT

The direct current potential drop method (DCPD) is a widely used methodology for the measurement of crack growth in fracture toughness specimens. Due to the absence of an extensometer directly in contact with the specimen, it allows the structural integrity of metallic materials to be evaluated in extreme environmental tests such as hydrogen under pressure, corrosive environments and high temperatures. ASTM E1820 includes an arbitrary criterion to determine at what extent of the electrical potential variation the crack actually begins to grow, differentiating the blunting stage from the crack growth phase. However, there are several parameters that affect the measurement of the potential, such as the plasticity of the crack tip environment, which induces both geometric changes and variations in the conductivity of the specimen, measuring a crack different from the one that is present.

This work studies, for X60 steel, the relationship between plastic deformation and electrical conductivity. The results obtained show whether the variations in electrical conductivity are influenced exclusively by geometric deformation or also by the associated microstructural changes. In addition, a coupled mechanical-electrical simulation has been developed to identify the actual beginning of crack growth, differentiating it from the increase in electrical potential caused solely by changes in conductivity due to plastic deformation at the crack tip.

KEYWORDS: DCPD, electrical conductivity, plastic deformation

1. INTRODUCCIÓN

Actualmente, surge la necesidad de comprobar la integridad estructural de materiales en ambientes extremos tales como hidrógeno a presión, ambientes corrosivos y altas temperaturas. Sin embargo, el uso de un extensómetro en estos ambientes se encuentra

restringido, lo que ha provocado que el método de caída de potencial en corriente continua (DCPD, por sus siglas en inglés) sea una opción ampliamente utilizada [1].

Este método consiste en una técnica no destructiva utilizada para detectar y monitorizar grietas en materiales conductores, midiendo los cambios de potencial eléctrico

causados por discontinuidades (grietas) en diferentes tipos de probetas. La review realizada por Y. Si, et al [2] menciona numerosas ventajas sobre el uso de esta técnica como la alta precisión, la capacidad de medida continua, facilidad en la instalación y su uso en ambientes extremos sin requerir acceso visual. También discute el uso de los tres métodos principales para obtener curvas de calibración; analíticos, numéricos y experimentales. Estas curvas se utilizan para traducir la diferencia de potencial en tamaño de grieta.

La norma ASTM E1820 [3], centrada en determinar la tenacidad a la fractura en materiales metálicos, utiliza el DCPD como técnica complementaria para detectar la iniciación de grieta y su posterior propagación. Uno de los desafíos en la aplicación de esta norma es la determinación confiable del inicio del crecimiento de la grieta.

Según Tarnowski et al. [4], un problema crítico del DCPD es la generación de una aparente extensión de grieta debido a la deformación plástica antes de que ocurra una fractura real. Este efecto ha sido identificado en materiales dúctiles como acero inoxidable tipo 316H, donde la plasticidad induce cambios en la resistencia eléctrica del material (sin medirla directamente), afectando la señal del DCPD incluso antes del inicio físico de la grieta. Harris et al. [5] describieron dos factores generales que gobiernan esa “falsa” medida de grieta en la señal de DCPD, estando gobernada para bajos niveles de tensión por deformaciones en la punta de grieta y, para altos niveles de tensión, por contracciones geométricas asociadas a la deformación plástica de toda la probeta.

Este estudio se centra en medir la conductividad del acero X60 bajo diferentes niveles de deformación plástica. Los valores de conductividad son posteriormente incluidos en una simulación eléctrico-mecánica de una probeta CT para demostrar cómo la señal del DCPD aumentaría sin que la grieta haya comenzado a crecer.

2. MATERIALES Y MÉTODOS

2.1. Material y probetas

El material empleado en este estudio es un acero X60 que proviene de un tramo de tubería que ha estado en servicio facilitado por Enagás. Para las medidas de la conductividad, se mecanizaron 4 cilindros en dirección longitudinal con diámetro de 6 mm y longitud de 110 mm. La necesidad de que sean cilindros reside en que, para medir correctamente la conductividad, el flujo de corriente en su interior debe ser uniforme y esto solo se consigue si la geometría es constante en un tramo de longitud suficiente. También se mecanizó una probeta de tracción de 4 mm de diámetro para obtener la curva tensión-deformación del material. En la Figura 1 se

muestra la configuración de cómo se obtuvieron las probetas de la tubería.

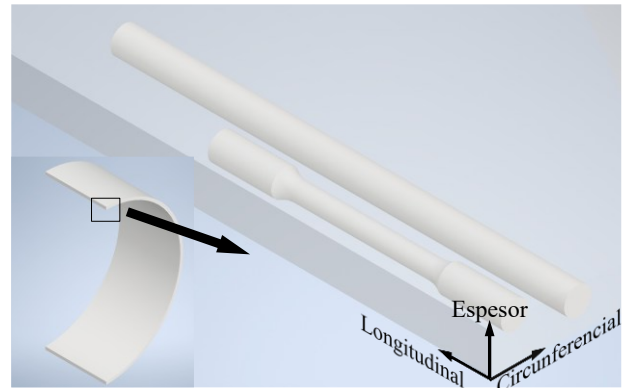


Figura 1. Orientación de las probetas extraídas del tramo de tubería

Se ha utilizado una máquina MTS junto con un extensómetro para controlar la deformación de cada uno de los cilindros. También se ha usado para extraer la curva tensión-deformación del material ensayando la probeta de tracción.

2.2. Método de medida de conductividad

Se ha utilizado una fuente de corriente continua de la marca KEYSIGHT modelo N5744A y un nanovoltímetro de la marca KEITHLEY modelo 2182A. Ambos servirán para medir la conductividad.

Para la medida de la conductividad se utilizará el método de las sondas en 4 puntos (4-point probes method), también conocido como el método de Kelvin (Figura 2). El método consiste en hacer pasar una corriente continua conocida I en los extremos del cilindro mediante dos sondas de corriente y medir la tensión V en la zona central mediante otras 2 sondas conociendo la longitud L que las separa.

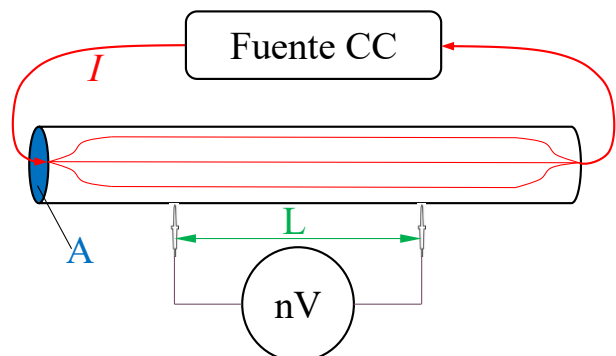


Figura 2. Esquema para medir la conductividad mediante el método de las sondas en 4 puntos.

Según la ley de Ohm, expresión (1), midiendo la tensión y la intensidad, se puede calcular la resistencia de ese tramo de cilindro.

$$V = I \cdot R \quad (1)$$

Siendo V la tensión con unidades en V, I la intensidad en A y R la resistencia en Ω . Para calcular la conductividad del material ρ según la expresión (2), hay que tener en cuenta la sección A de la zona medida, la longitud L que separa las sondas de tensión y la resistencia recién calculada R .

$$\rho = R \cdot \frac{A}{L} \quad (2)$$

Donde ρ es la resistividad medida en $\Omega \cdot m$, R la resistencia en Ω , A el área en m^2 y L la distancia en m. La conductividad eléctrica es simplemente la inversa a la resistividad, expresión (3).

$$\sigma_{elec} = \frac{1}{\rho} \quad (3)$$

Siendo σ_{elec} la conductividad eléctrica del material que se mide en S/m.

2.3. Simulación

La simulación fue realizada mediante el software Comsol debido a su sencillez a la hora de acoplar varias físicas. La probeta CT se modeló con un tamaño inicial de grieta, a_0 , de 19 mm. La dimensión W de la probeta es 38.1 mm y el espesor de la misma, B , es 6.35 mm. Se añadieron entallas laterales como permite la norma. El elemento utilizado para mallar la probeta CT fue el tetraedro de primer orden (4 nodos) con un tamaño de elemento adaptativo para refinarse alrededor de la grieta donde el gradiente de tensiones y deformaciones es mayor. Las condiciones de contorno de la parte mecánica se establecieron de forma que en el agujero inferior la rotación estaba permitida pero no podía desplazarse. La LLD (Load-Line-Displacement) se ha simulado como un parámetro de desplazamiento en el agujero superior, variando de 0 a 0.8 mm, con la rotación permitida.

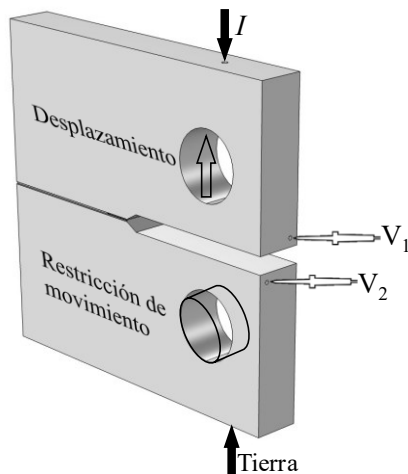


Figura 3. Condiciones de contorno de la simulación.

Las condiciones de contorno de la parte eléctrica son 2: un terminal de corriente en el pequeño agujero de la parte superior y un terminal de tierra en la parte inferior según se muestra en la Figura 3. Por último, la diferencia de potencial se midió entre los dos terminales cercanos a la grieta.

Para modelar el comportamiento real del material, se ha optado por incluir un modelo de plasticidad que consiste en añadir la propia curva experimental del material. En la parte eléctrica, se ha añadido la conductividad eléctrica medida experimentalmente. A continuación, se muestran los resultados que se incluyeron en la simulación.

3. RESULTADOS EXPERIMENTALES

3.1. Curva de tracción

La Figura 4 muestra las curvas tensión-deformación de la probeta ensayada a tracción del X60 en dirección longitudinal.

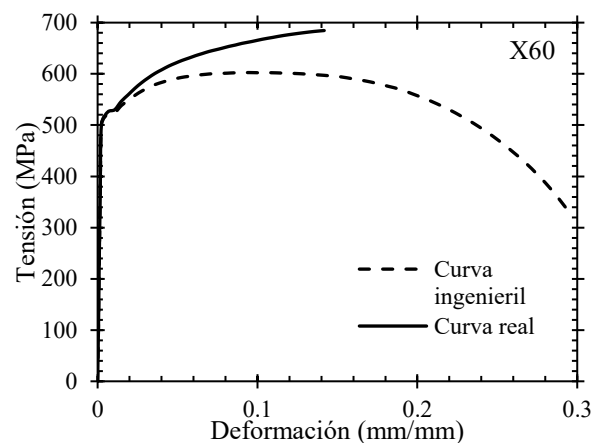


Figura 4. Curvas tensión-deformación ingenieril y real.

De estas curvas se ha obtenido un módulo elástico de 208 GPa que posteriormente se ha usado en la simulación para la parte elástica. La parte plástica también se ha introducido en la simulación obteniendo 10 puntos de la curva tensión-deformación real.

3.2. Medidas de conductividad

En la Tabla 1 se muestran las medidas de la conductividad eléctrica en función de la deformación real de cada uno de los cilindros usados. La desviación típica ha sido calculada realizando varias medidas sobre el mismo cilindro. En Figura 5 se grafican estos resultados siendo las barras de error la desviación típica calculada. Todas las medidas fueron realizadas a 19.5 °C.

Los resultados siguen una tendencia lineal con un buen grado de ajuste. La ecuación que se muestra en la figura se ha empleado posteriormente en la simulación para introducir el efecto de la deformación en la conductividad.

Tabla 1. Resultados de las medidas de conductividad

Deformación real (mm/mm)	Conductividad (S/m)	Desviación estándar (S/m)
0.000	4.808E+06	0.03E+06
0.050	4.753E+06	0.07E+06
0.081	4.696E+06	0.03E+06
0.107	4.670E+06	0.02E+06

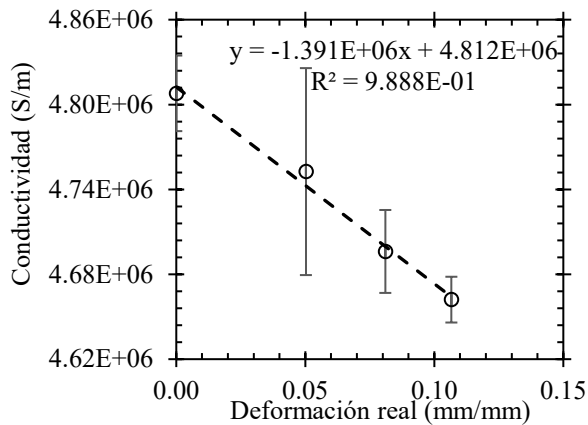


Figura 5. Conductividad eléctrica y desviación típica en función de la deformación real.

4. SIMULACIÓN

De la simulación se han obtenido las tensiones según Von Mises (Figura 6) para todos los valores de la LLD exigidos a la probeta.

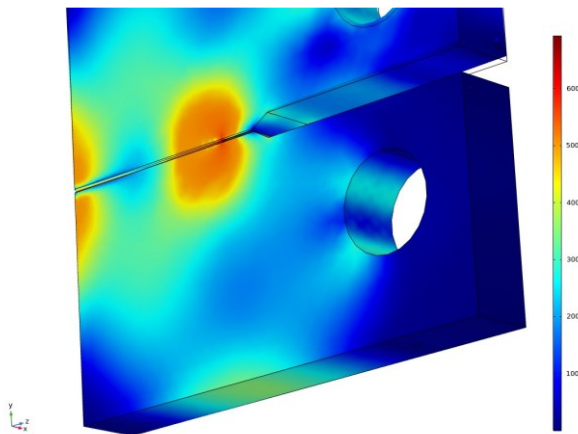


Figura 6. Tensiones de Von-Mises en la entalla de la probeta CT.

También se obtuvieron las deformaciones plásticas (Figura 7) para observar que no hay deformación geométrica a lo largo de la entalla. Al no haber contribución de la deformación geométrica a la señal del DCPD en el rango de la LLD simulada, la única

contribución posible es la variación de conductividad en la punta de la grieta antes de que esta comience a crecer.

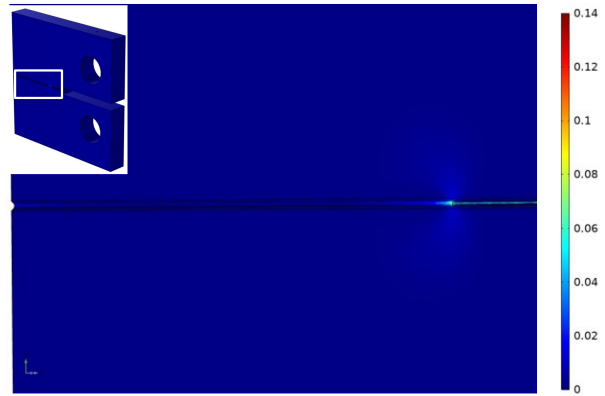


Figura 7. Deformación plástica nula a lo largo de la entalla.

En la Figura 8 se muestra la tensión máxima de Von Mises en función de la LLD, esta tensión servirá de indicador para comprender aproximadamente cuando debería comenzar a crecer la grieta. En rojo se muestra la diferencia de potencial medida entre terminales en función de la LLD. Como puede observarse, la diferencia de potencial (o la señal del DCPD) comienza a incrementarse mucho antes de que la grieta empiece a propagar, este incremento se traduce en un crecimiento de grieta irreal.

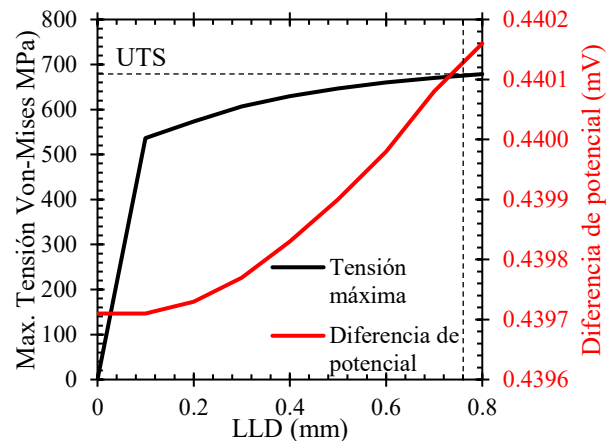


Figura 8. Máxima tensión de Von Mises y diferencia de potencial en función del desplazamiento del agujero superior de la probeta CT.

5. DISCUSIÓN

Antes de comparar en un futuro artículo las curvas simuladas con curvas experimentales, es importante distinguir otros factores que afectan la señal del DCPD que no han sido discutidos en este artículo.

El control preciso de la temperatura es uno de los factores clave que afectan la señal del DCPD. En el artículo de W. Cai et al. [6] se observa como un cambio de tan solo 2°C

produce un cambio en la conductividad de aproximadamente un 1.7%. Por lo tanto, sería necesario medir la conductividad a la temperatura a la que se haya realizado el ensayo experimental para poder compararlo correctamente. El aumento de la temperatura disminuye la conductividad lo que provoca un aumento en la señal del DCPD. Pequeñas variaciones de temperatura (incluso décimas de grado) durante el ensayo pueden provocar cambios en la señal del DCPD “falseando” la medida del mismo. Por lo tanto, se necesitan ambientes altamente controlados para medir grieta mediante DCPD y, además, no deberían usarse valores altos de intensidad ya que pueden calentar la propia probeta debido al efecto Joule.

Otro punto para considerar la diferencia entre curvas simuladas y experimentales puede ser la colocación correcta de los terminales de corriente en tensión. En el artículo de K.M. Tarnowski et al. [4] se busca la mejor configuración en la que colocar los terminales para disminuir el ruido en la curva del DCPD, sin embargo, pequeñas dispersiones pueden deberse a que estos terminales no estén colocados en la realidad exactamente igual que en la simulación.

Sin embargo, los resultados de este artículo parecen estar de acuerdo con predicciones realizadas por Harris and Burns [5] (Figura 9) en probetas diferentes como las SENT. En la figura se observa la diferencia de potencial normalizada frente a la fuerza aplicada. El objetivo del siguiente esquema es diferenciar dos zonas en esta curva donde tendremos primero influencias de la plasticidad en la punta de grieta (zona elástica) y, posteriormente, se tendrá una mayor contribución de las contracciones geométricas en el plano de rotura (zona plástica).

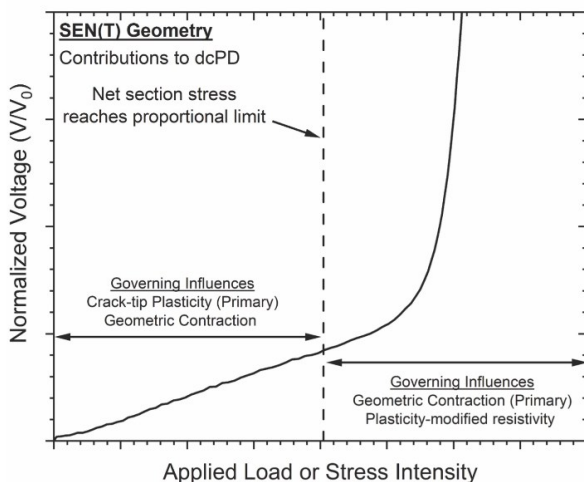


Figura 9. Curva diferencia de potencial en función de carga. Separación en dos zonas diferenciando mecanismos principales [5].

6. CONCLUSIONES

Se ha establecido un procedimiento experimental basado en el método de las sondas en 4 puntos y se llevaron a

cabo mediciones de conductividad con diferentes niveles de deformación plástica. Las principales conclusiones son:

- La conductividad del material disminuye a medida que la deformación plástica aumenta.
- La relación entre conductividad y deformación plástica sigue una tendencia lineal en los puntos estudiados.
- Durante el ensayo de fractura simulado, la diferencia de potencial se ha incrementado previo al comienzo del inicio de grieta debido a la plasticidad en la punta de grieta, indicando que en la señal del DCPD hay contribuciones diferentes al avance de grieta. Además, estas han sido cuantificadas en la zona elástica del ensayo.

AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen la financiación de la Junta de Castilla y León a través del proyecto Safe H2 (BU-040-P23) cofinanciados con fondos FEDER. Este trabajo también ha sido financiado por la Junta de Castilla y León, el MCINN y los fondos NextGenerationEU/PRTR mediante el proyecto MA²TEC (C17.I01).

REFERENCIAS

- [1] N. Merah, Detecting and measuring flaws using electric potential techniques, *J Qual Maint Eng* 9 (2003) 160–175. <https://doi.org/10.1108/13552510310482406>.
- [2] Y. Si, J.P. Rouse, C.J. Hyde, Potential difference methods for measuring crack growth: A review, *Int J Fatigue* 136 (2020). <https://doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2020.105624>.
- [3] ASTM, ASTM E1820, Standard Test Method for Measurement of Fracture Toughness, 2020.
- [4] K.M. Tarnowski, D.W. Dean, K.M. Nikbin, C.M. Davies, Predicting the influence of strain on crack length measurements performed using the potential drop method, *Eng Fract Mech* 182 (2017) 635–657. <https://doi.org/10.1016/j.engfracmech.2017.06.008>.
- [5] Z.D. Harris, J.T. Burns, Evaluation of Strain-Induced Artifacts in Crack Length Measurements via the Direct Current Potential Difference Technique, in: *ASTM Special*

Technical Publication, ASTM International, 2022: pp. 138–159.

<https://doi.org/10.1520/STP163820210046>.

- [6] W. Cai, H.E. Chen, S. Xie, Y. Li, Z. Chen, T. Uchimoto, T. Takagi, Y. Kensuke, A study on influence of plastic deformation on the global conductivity and permeability of carbon steel, in: International Journal of Applied Electromagnetics and Mechanics, IOS Press, 2014: pp. 371–378.
<https://doi.org/10.3233/JAE-141853>.

ESTUDIO DE LA EFECTIVIDAD DE RECUBRIMIENTOS PARA MITIGAR LA ENTRADA DE HIDRÓGENO EN UN ACERO L415 (X60)

V. Arniella^{1*}, R. Rodríguez-Aparicio¹, I. Montero², I.I. Cuesta¹, A. Díaz¹, J.M. Alegre¹

¹Departamento de Ingeniería Civil, Escuela Politécnica Superior, Universidad de Burgos, Burgos, España

²Enagás, Dirección de Servicios Técnicos y Tecnología. Gerencia de Equipos y Materiales. Madrid, España

* Persona de contacto: varniella@ubu.es

RESUMEN

El uso de hidrógeno como nuevo vector energético juega un papel importante en la transición hacia la descarbonización de la economía actual. Se prevé que de aquí al año 2030 se produzcan y transporten 10 millones de toneladas de hidrógeno en Europa. Para lograr este objetivo será necesario tanto la construcción de tubería nueva dedicada como la reconversión de algunos tramos en servicio de la actual infraestructura gasista. Un gran porcentaje de los tramos existentes susceptibles de reconversión están fabricados de acero L415 (X60) con una capa interior de pintura epoxi, fundamentalmente para mejorar la hidráulica del transporte y, también, como protección frente a la potencial corrosividad del fluido transportado. El objetivo principal de este trabajo es cuantificar efecto de esta capa interior en la protección del acero frente a los fenómenos de fragilización por hidrógeno. Para ello, se han realizado ensayos de resistencia a la tracción en dos condiciones diferentes: a 1 bar de H₂ tras precarga a 80°C y 72 bar de H₂, y a 72 bar de H₂ tanto para el acero base como para el acero protegido con el recubrimiento. Como referencia se ensayó también el acero sin recubrimiento a 72 bar de N₂.

PALABRAS CLAVE: Recubrimientos, absorción, hidrógeno, L415, X60

ABSTRACT

The use of hydrogen as a new energy carrier is of vital importance in the transition toward a decarbonized economy. By 2030, it is estimated that more than 10 million tons of hydrogen will be produced and transported across Europe. This can be only achieved by utilizing the existing natural gas transportation infrastructure. A large percentage of the existing pipeline network is made of X60 steel with an interior epoxy coating, which provides protections against corrosion. Therefore, the objective of this study is to quantify the effect of the coating on the protection of the steel against hydrogen embrittlement phenomena. For this purpose, tensile strength tests were conducted under two different conditions: at 1 bar of hydrogen after precharging at 80°C and 72 bar of H₂, and at 72 bar of H₂, for both the base steel and the steel covered with the coating. In addition, reference tests were conducted with the uncoated steel at 72 bar of N₂.

KEYWORDS: Coatings, absorption, hydrogen, L415, X60

1. INTRODUCCIÓN

En el camino hacia una economía descarbonizada el suministro y almacenamiento de hidrógeno se ha convertido en uno de los retos a resolver. Una de las posibles soluciones es el reacondicionamiento de la red existente de tuberías que actualmente transportan gas metano [1]. Sin embargo, la fragilización por hidrógeno (FH) que sufren los materiales metálicos en contacto con hidrógeno sigue siendo un problema presente. Este fenómeno, el cual se caracteriza por disminuir la ductilidad de los materiales dando lugar a fallos prematuros, está fuertemente influenciado por la microestructura del metal y la difusión del hidrógeno en el mismo.

Está ampliamente demostrado que los aceros de alta resistencia poseen una microestructura susceptible a la fragilización por hidrógeno [2]. Esto supone un problema para el transporte y almacenaje de hidrógeno ya que para que éste sea energéticamente viable tiene presurizarse a altas presiones y por tanto, los materiales utilizados en estas instalaciones deben soportar altas tensiones. En este

sentido, y con el objetivo de reacondicionar la red existente de tuberías, los aceros del grado API 5L X80 y/o X100 quedan descartados por poseer una microestructura baenítica/martensítica, altamente susceptible a la fragilización [3]. Por el contrario, los aceros X42 o X56 poseen una microestructura ferrítica, menos propensa a la fragilización, pero su límite elástico (<400 MPa) es insuficiente para soportar las presiones requeridas. Es por ello por lo que es necesario encontrar un compromiso entre resistencia y susceptibilidad a la fragilización por hidrógeno.

El uso de recubrimientos que mitiguen la difusión de hidrógeno en el material y de esta forma se retrase la llegada de hidrógeno a las zonas críticas donde ocurre el fallo es una estrategia ampliamente utilizada en los últimos años con el objetivo de mejorar la resistencia al hidrógeno. Existen numerosos estudios que reportan el uso beneficioso de recubrimientos metálicos [4], poliméricos [5] o con materiales bidimensionales [6]. Sin embargo, su uso en aceros de la actual red de suministro de gas natural está todavía siendo objeto de estudio [7, 8].

El acero L415 (X60) presenta una buena resistencia y una microestructura adecuada para su utilización en contacto con hidrógeno. Además, diversos estudios ya han reportado su buen comportamiento en ambientes de hidrógeno [9, 10]. Sin embargo, el uso de recubrimientos en este grado de aceros está aún por explorar. Por ellos en este trabajo, se ha estudiado el efecto de un recubrimiento epoxi en la susceptibilidad a la fragilización por hidrógeno de un acero L415 (X60) a través de ensayos de resistencia a la tracción en ambiente de hidrógeno gaseoso. Otro aspecto que también se ha estudiado es la influencia de una precarga de hidrógeno antes del ensayo de tracción.

2. MATERIALES Y MÉTODOS

2.1. Materiales

Para la realización de este trabajo se utilizó un acero L415 (X60) suministrado por la empresa Enagás. Dicho acero proviene de un tubo de la red de tuberías que transporta gas natural y que estuvo en servicio durante 45 años. Este tubo presenta una soldadura helicoidal aunque para este estudio únicamente se ha trabajado con el metal base. En la tabla 1 se muestra la composición química aproximada del acero y sus propiedades mecánicas básicas.

Tabla 1. Composición química del acero L415 (%peso) y propiedades mecánicas.

C	Mn	P	S	Si
<0.22	<1.45	<0.04	<0.05	0.20-0.30
σ_{ys} (MPa)	σ_u (MPa)	A (%)		
>415	>540	>26		

Como recubrimiento se utilizó una pintura SIGMALINE 403 HS. Se trata de una pintura epoxi de dos componentes (base y endurecedor) ampliamente utilizada como recubrimiento contra la corrosión y la fricción del gas natural en su transporte a través de tuberías de acero.

2.2. Contenido de hidrógeno y curva de desorción

Se precargaron probetas cilíndricas de 6 mm de diámetro y 1.5 mm de espesor a 80°C y 72 bar de H₂ durante 72 horas en un autoclave de hidrógeno. Una vez realizada la precarga, se midieron los contenidos de hidrógeno en un analizador de hidrógeno LECO H836 a diferentes tiempos para estudiar la desorción del hidrógeno en el material.

2.3. Aplicación del recubrimiento

Se pintaron probetas cilíndricas con el objetivo de estudiar el efecto del recubrimiento en la fragilización del acero L415 utilizando el recubrimiento epoxi SIGMALINE 430 HS con una mezcla 80:20 de su componente base y endurecedor. Se realizaron tres

pasadas, dejando al menos 8 horas entre pasada. Finalmente, se dejaron curar las probetas durante 7 días antes de ser ensayadas. El espesor final del recubrimiento fue de 74-80 µm.

2.4 Ensayos de resistencia a la tracción

Se utilizaron probetas de tracción de sección circular sin entalla cuya geometría viene marcada por la norma ASTM G142 [11] y se representa en la figura 1. La dirección de las probetas corresponde a la circunferencial del tubo original.

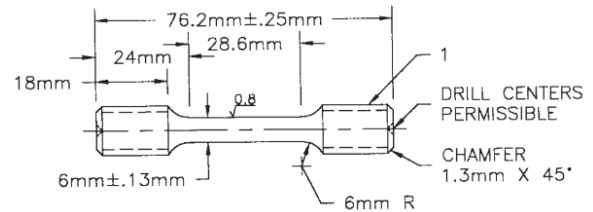


Figura 1. Dimensiones de la probeta de tracción.

En la figura 2, se muestra el equipo utilizado para llevar a cabo los ensayos de tracción *in-situ*. Se ensayaron dos condiciones de hidrógeno diferentes para estudiar el efecto del recubrimiento. La primera de ellas consistió en realizar el ensayo directamente a 72 bar de H₂, mientras que para la segunda condición se precargó la probeta a 80°C y 72 bar de H₂ durante 12 horas, se dejó enfriar otras 12 horas y se inició el ensayo bajo 1 bar de H₂. Se eligió una presión de 72 bar de H₂ debido a que se trata de la presión de servicio de esta red de tuberías.

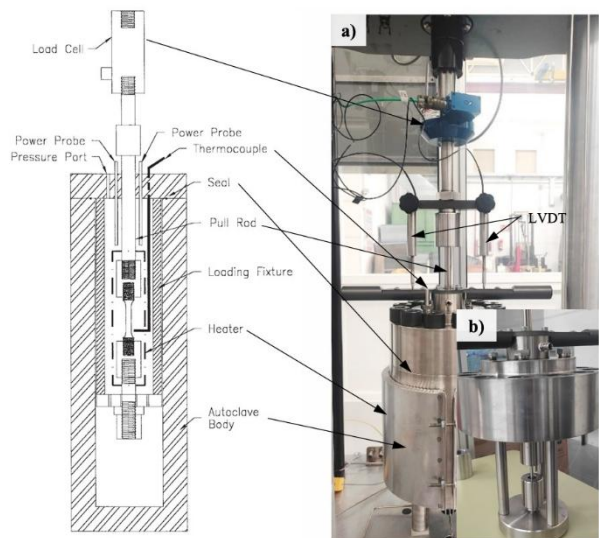


Figura 2. Esquema de la máquina de ensayos *in-situ* según norma ASTM G142 e imagen real del equipo. a) set-up general, b) ubicación probeta en el autoclave.

Además, con el objetivo de simular las condiciones más realistas posibles, en los ensayos con precarga, durante dicha precarga la probeta se sometió a una carga de 300 MPa, equivalente a la tensión que soporta la tubería en servicio con 72 bar de gas interno. Todos los ensayos se

realizaron bajo una velocidad de desplazamiento de 0,002 mm/s como marca la norma ASTM G142 y a temperatura ambiente. Para evaluar la susceptibilidad a la fragilización por hidrógeno todos los ensayos se compararon con un ensayo previo del acero sin recubrimiento bajo 72 bar de N₂ y se hizo uso del índice de fragilización, el cual se calcula utilizando la expresión (1).

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

dónde X y X_H son, respectivamente, la propiedad mecánica que estamos evaluando sin hidrógeno y con hidrógeno. En este estudio se evaluó el IF en función de la resistencia a tracción, σ_u , el alargamiento, A, y la reducción de área, RA. IF va de 0, no hay fragilización, hasta 100%, para la fragilización máxima.

2.5. Microestructura y superficie de fractura

La microestructura del acero L415 se observó mediante microscopía óptica utilizando un microscopio DMi8-M de Leica Microsystems Ltd después de preparación metalográfica convencional y ataque con Nital 5%. En el caso de las superficies de fractura, todas las probetas ensayadas se observaron en un microscopio electrónico de barrido (SEM) Jeol JSM-6460LV con un voltaje de 20 kV.

3. RESULTADOS

3.1. Microestructura del acero L415

En la figura 3 se muestra la microestructura del acero L415. Se puede observar la microestructura ferrítico – perlítica característica de estos tipos de aceros. Se observa además que tanto los granos de ferrita (fase clara) como las colonias de perlita (fase oscura) tienen forma alargada en la dirección de la laminación.

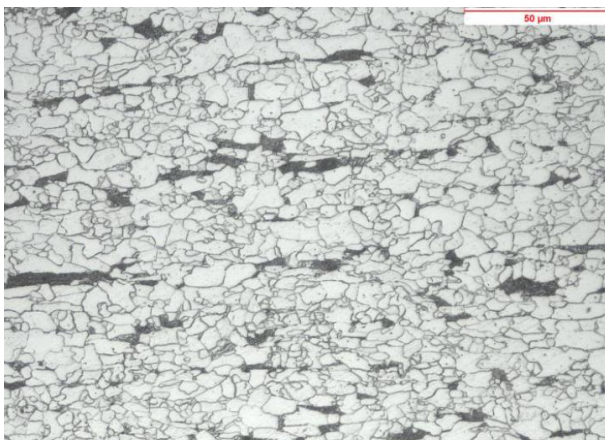


Figura 3. Microestructura del acero L415.

3.2. Curva de desorción

La figura 4 muestra la curva de desorción del acero L415 tras precarga gaseosa a 80°C, 72 bar de H₂ y 72 horas. Una vez se desconectó la temperatura se dejó enfriar la vasija hasta una temperatura de 55°C, a la cual ya era posible extraer las muestras. Durante este tiempo, se mantuvo la presión de 72 bar de H₂ por lo que las posibles pérdidas de hidrógeno son mínimas. La primera medida se tomó 17 minutos después de quitar la presión de hidrógeno. Esta medida se consideró nuestra condición inicial. Se puede observar que el contenido inicial es de 2.24 ppm de H y que a las 5 horas el contenido baja a 0.94 ppm y se mantiene constante en ese valor. A la vista de los resultados se puede considerar que en torno a 1 ppm de hidrógeno queda fuertemente atrapado y que 1.3 ppm (la diferencia entre el contenido inicial y el irreversible) se trata del hidrógeno difusible. En la figura 4, la línea verde punteada muestra el contenido de hidrógeno (0.372 ppm) del acero sin carga previa.

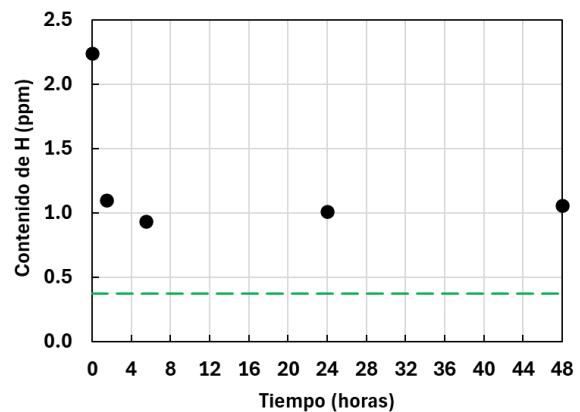


Figura 4. Contenido de hidrógeno a lo largo del tiempo tras precarga gaseosa a 80°C, 72 bar H₂ y 72 horas.

Aunque las condiciones de precarga y la geometría de las muestras no son las mismas que en los ensayos de tracción, estos valores sirven de referencia para estimar la cantidad de hidrógeno presente en dichos ensayos.

3.3. Ensayos in-situ de resistencia a la tracción

Tanto los resultados obtenidos en las probetas sin recubrimiento como con recubrimiento se recogen en la tabla 2. Lo primero que se destaca es que ni el límite elástico, ni la resistencia a la tracción se ven afectados por la presencia de hidrógeno. Sin embargo, tanto el alargamiento como la reducción de área sí se ven afectados. Se puede observar que al realizar el ensayo directamente en hidrógeno a alta presión el daño producido es mayor tanto para el ensayo con recubrimiento como sin él. Esto se debe a que el ambiente de hidrógeno durante el ensayo mecánico es mayor (72 bar) que en el realizado tras precarga (1 bar) y de acuerdo con la ley de Sievert la entrada de hidrógeno va a estar determinada por la presión de hidrógeno [12], por lo tanto, a mayor presión, mayor daño.

Tabla 2. Parámetros de tracción e IF respecto a la resistencia a tracción, el alargamiento y la estricción.

Condición	σ_{ys} [MPa]	σ_u [MPa]	A [%] (IF _A)	RA [%] (IF _{RA})
72 bar N ₂	458	563	30.8	74.2
Sin Recubrimiento Precarga 80°C/72 bar H ₂ /12 h carga+12 h enfriamiento/300MPa Ensayo 1 bar H ₂	459	577	27.2 (11.7)	59.5 (19.8)
Sin Recubrimiento 72 bar H ₂	462	570	23.5 (23.7)	41.3 (44.4)
Con Recubrimiento Precarga 80°C/72 bar H ₂ /12 h carga+12 h enfriamiento/300MPa Ensayo 1 bar H ₂	467	569	30.8 (0)	59.8 (19.4)
Con Recubrimiento 72 bar H ₂	468	586	19.8 (35.7)	30.4 (59.1)

$$IF_A = 100 (A(\text{aire}) - A(H)) / A(\text{aire})$$

$$IF_{RA} = 100 (RA(\text{aire}) - RA(H)) / RA(\text{aire})$$

El recubrimiento parece no mitigar la fragilización cuando se ensayó directamente a 72 bar de H₂, de hecho, fue la mayor fragilización observada (IF=59.1% en RA y 35.7% en A). Sin embargo, cuando el ensayo se realiza tras precarga, la probeta ensayada con recubrimiento no muestra fragilización alguna. Esto se observa más claro en las curvas tensión-alargamiento que se muestran en la figura 5.

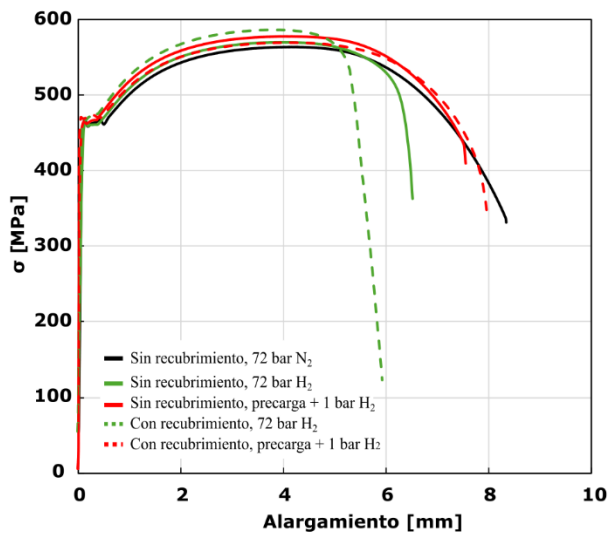


Figura 5. Curvas tensión ingenieril-alargamiento.

Se destaca, además, que en el ensayo tras precarga en la probeta con recubrimiento se observó una caída de la curva más suave, semejante a la ensayada en nitrógeno. Sin embargo, en los demás ensayos *in-situ* esta caída es mucho más abrupta lo que denota una mayor acción del hidrógeno.

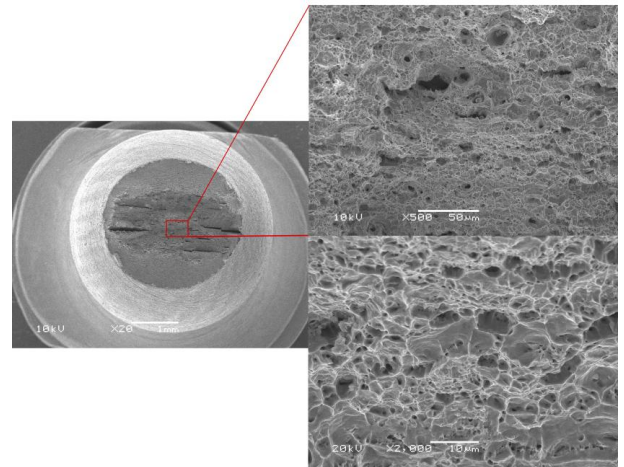
Estos resultados pueden explicarse desde el punto de vista que el uso a futuro del recubrimiento está pensado para mitigar la entrada de hidrógeno en servicio, es decir

para una presión de hidrógeno de 72 bar y una sollicitación de 300 MPa. Por lo que el efecto del recubrimiento debería evaluarse únicamente en el ensayo con precarga, que es donde se ha estudiado la entrada de hidrógeno en estas condiciones. Bajo esta premisa, el recubrimiento ha demostrado ser eficiente para la mitigación de la fragilización.

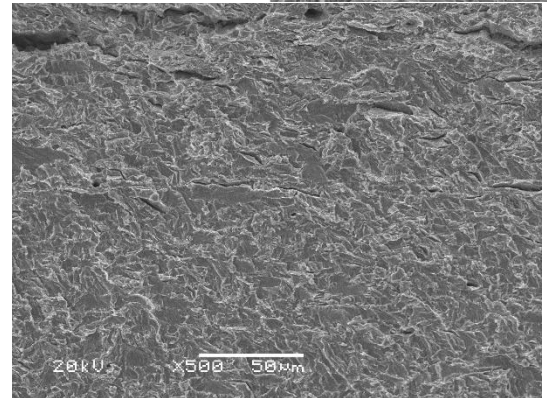
3.4. Superficies de fractura

Las superficies de fractura se observaron en el microscopio electrónico de barrido para ver el efecto del hidrógeno en la rotura. En la figura 6 se pueden observar las superficies de fractura de la probeta ensayada en N₂ (fig. 6 a)), y las ensayadas a 72 bar de H₂ (fig. 6 b) y c)).

a)



b)



c)

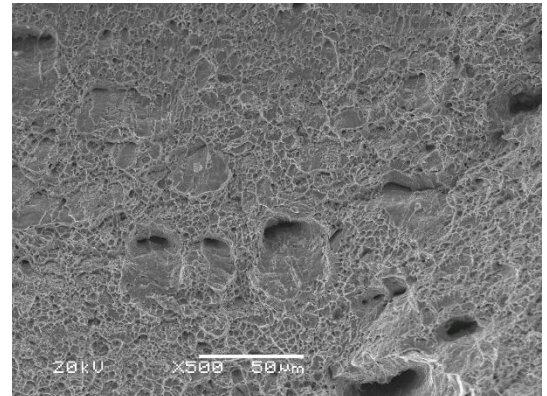


Figura 6. a) vista general y detalles del centro probeta ensayada a 72 bar N₂, detalle centro probeta ensayada a 72 bar H₂ b) con recubrimiento, c) sin recubrimiento.

La probeta ensayada con recubrimiento mostró una superficie de fractura completamente frágil incluso en el centro de la misma (fig 6. b), lo que concuerda con los resultados de tracción observados anteriormente. En cuanto a la probeta sin recubrimiento también se observaron zonas fuertemente frágiles, especialmente en el borde la probeta. En el centro, figura 6 c), se observó cierta ductilidad, aunque, comparando con la superficie de fractura en ausencia de hidrógeno (fig. 6 a)), los microhuecos presentes son mucho mas pequeños, lo que denota que el hidrógeno ha actuado incluso en el centro de la probeta.

En la figura 7 se recogen las superficies de fractura de las probetas con y sin recubrimiento ensayadas tras precarga.

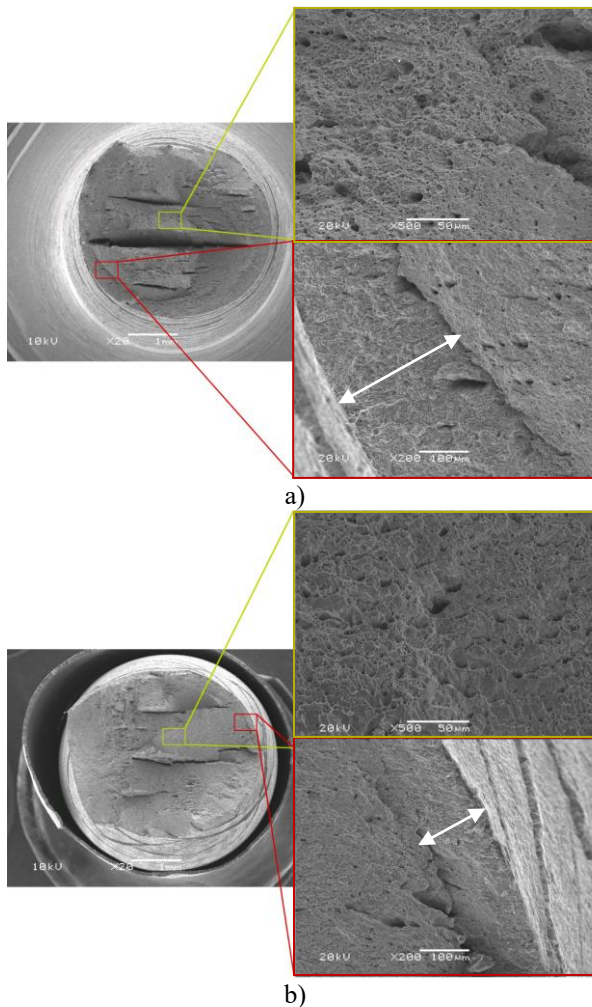


Figura 7. Ensayos a 1 bar de H_2 tras precarga, a) sin recubrimiento, b) con recubrimiento.

En este caso, en el centro de ambas probetas se encontró un mecanismo dúctil caracterizado por la coalescencia de microhuecos, pero de nuevo, estos microhuecos son más pequeños que los observados en la probeta ensayada en ausencia de hidrógeno. En la figura 7 a) se muestra en detalle la zona próxima al borde la probeta ensayada sin recubrimiento. Se encontró una zona frágil (flecha blanca) de entorno 250 μm . En la probeta con recubrimiento, también se encontró una zona frágil en la

zona más exterior de la probeta (fig. 7 b)) pero ésta era considerablemente más pequeña ($\approx 130 \mu m$), lo que reafirma el efecto mitigador del recubrimiento en este ensayo.

4. CONCLUSIONES

A raíz de los resultados expuestos anteriormente se pueden extraer las siguientes conclusiones:

- El contenido de hidrógeno sin carga resultó ser de 0.372 ppm, mientras que tras precarga a 80°C y 72 bar de H_2 el contenido fue de 2.24 ppm.
- Tras 12 horas de desorción, mismo tiempo que el tiempo de enfriamiento en los ensayos mecánicos con precarga, el contenido de hidrógeno se situó en 1 ppm, manteniéndose constante este valor a las 24 y a las 48 horas, clasificándose entonces como hidrógeno irreversible o no difusible.
- El aumento de presión en el ensayo de tracción *in-situ* dio lugar a mayores índices de fragilización en virtud de una mayor actividad de hidrógeno en el ambiente.
- Una vez observadas las micrografías se puede confirmar el efecto beneficioso del recubrimiento en la mitigación de entrada de hidrógeno, ya que se observó un mejor comportamiento mecánico ($IF < 20\%$ en RA y $IF = 0$ en A) y una menor zona frágil ($\approx 130 \mu m$).
- Por otro lado, los resultados obtenidos en el ensayo a 72 bar de H_2 con recubrimiento generan confusión ya que dieron lugar a la mayor fragilización observada, tanto en el comportamiento mecánico (59%) como en el mecanismo de fallo (totalmente frágil). Se necesitan más estudios para dilucidar qué ocurre en esta situación para que se de este comportamiento.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecer a Enagás por el suministro del material con el que se ha realizado el estudio. También desean agradecer a la consejería de educación de la Junta de Castilla y León por cofinanciar, junto al fondo FEDER, el proyecto SAFEH2 con referencia BU-040-P23.

REFERENCIAS

- [1] M. Sofian, M. B. Haq, D. Al Shehri, M. M. Rahman, and N. S. Muhammed, *A review on hydrogen blending in gas network: Insight into*

- safety, corrosion, embrittlement, coatings and liners, and bibliometric analysis*, Elsevier Ltd. (2024)
- [2] A. Imdad, V. Arniella, A. Zafra, and J. Belzunce, *Tensile behaviour of 42CrMo4 steel submitted to annealed, normalized, and quench and tempering heat treatments with in-situ hydrogen charging*, International Journal of Hydrogen Energy, 50 (2024)
- [3] J. Li, X. Gao, L. Du, and Z. Liu, *Relationship between microstructure and hydrogen induced cracking behavior in a low alloy pipeline steel* Journal of Material Science and Technology, 33 (2017)
- [4] R. A. Causey, R. A. Karnesky, and C. San Marchi, *4.16 - Tritium Barriers and Tritium Diffusion in Fusion Reactors*, Comprehensive Nuclear Materials, 1–5 (2012)
- [5] M. H. Klopffer, P. Berne, and É. Espuche, *Développement de nouveaux matériaux pour la distribution de mélanges de gaz naturel et d'hydrogène. Étude des propriétés barrière et de la durabilité de tubes polymères*, Oil and Gas Science and Technology, 70 (2015)
- [6] S. K. Bull, T. A. Champ, S. V. Raj, R. C. O'Brien, C. B. Musgrave, and A. W. Weimer, *Atomic layer deposited boron nitride nanoscale films act as high temperature hydrogen barriers*, Applied Surface Science, 565 (2021)
- [7] J. Xue *et al.*, *Manipulating nano-WS2 aggregates in electroplated Ni coating to mitigate hydrogen embrittlement in X70 pipeline steel*, Corrosion Science, 241 (2024)
- [8] Y. Zhu *et al.*, *Effect and mechanism of ionic liquid-polymer composite coating on enhancing hydrogen embrittlement resistance of X80 pipeline steel for hydrogen blended natural gas transportation*, International Journal of Hydrogen Energy, 80 (2024)
- [9] G. Zhou *et al.*, *A comparative study of hydrogen embrittlement susceptibility of X60 pipeline base metal and its weld joints made by rotary friction welding*, Journal of Materials Research and Technology, 35 (2025)
- [10] M. A. Mohtadi-Bonab, M. Masoumi, and J. A. Szpunar, *A comparative fracture analysis on as-received and electrochemically hydrogen charged API X60 and API X60SS pipeline steels subjected to tensile testing*, Engineering Failure Analysis, vol. 129 (2021)
- [11] ASTM G142 *Standard Test Method for Determination of Susceptibility of Metals to Embrittlement in Hydrogen Containing Environments at High Pressure , High Temperature, or Both*, ASTM Book of Standards, 03 (2004)
- [12] C. S. Marchi, B. P. Somerday, and S. L. Robinson, *Permeability, solubility and diffusivity of hydrogen isotopes in stainless steels at high gas pressures*, International Journal of Hydrogen Energy, 32 (2007)

ESTUDIO EXPERIMENTAL SOBRE LA FRACTURA EN MODO MIXTO EN RÉGIMEN CUASI-ESTÁTICO EN HORMIGÓN AUTOCOMPACTANTE CON REFUERZO LONGITUDINAL Y FIBRAS DE ACERO

Á. De La Rosa^{1*}, G. Ruiz², R. Moreno³

¹DIMME, Grupo de Durabilidad e Integridad Mecánica de Materiales Estructurales, Universidad Rey Juan Carlos, C. Tulipán s/n, 28933 Móstoles, Madrid, Spain

²ETSI Caminos, C. y P., Universidad de Castilla-La Mancha, Av. Camilo José Cela 2, 13071 Ciudad Real, Spain

³Instituto de Cerámica y Vidrio (CSIC), C. Kelsen 5, Campus de Cantoblanco, E-28049 Madrid, Spain

* Persona de contacto: angel.delarosa@urjc.es

RESUMEN

En este trabajo se analiza el comportamiento de la fractura en modo mixto, en régimen cuasi-estático, de probetas de hormigón autocompactante reforzados con armadura longitudinal y fibras de acero. El programa experimental consistió en ensayos de flexión en tres puntos sobre probetas prismáticas con entalla asimétrica, diseñadas para inducir y propagar fisuras en modo mixto de fractura. Se estudió la influencia de diferentes dosificaciones de fibras de acero en la iniciación y propagación de las fisuras hasta el fallo. Los principales resultados indican que la incorporación de fibras de acero mejora notablemente la capacidad de absorción de energía y la ductilidad bajo condiciones combinadas de fractura en modo I y modo II. Los resultados también ponen de manifiesto la eficacia de las fibras de acero para retrasar el fallo frágil y mejorar el comportamiento estructural. La novedad reside en la aplicación conjunta de hormigón autocompactante, armadura longitudinal y refuerzo de fibras de acero para explorar los mecanismos de fractura en modo mixto en elementos de hormigón.

PALABRAS CLAVE: Fractura cuasi-estática en modo mixto, Ensayo de flexión en tres puntos, Hormigón autocompactante reforzado con fibras de acero y armadura longitudinal.

ABSTRACT

This study examines the mixed-mode fracture behavior under quasi-static conditions of self-compacting concrete specimens reinforced with longitudinal steel bars and steel fibers. The experimental program involved three-point bending tests on prismatic specimens with asymmetric notches, specifically designed to induce and propagate mixed-mode fractures. The influence of varying steel fiber dosages on crack initiation, propagation, and ultimate failure was investigated. Key findings indicate that the incorporation of steel fibers significantly enhances energy absorption capacity and ductility under combined mode I and mode II fracture conditions. The results further highlight the effectiveness of steel fibers in delaying brittle failure and improving overall structural performance. The novelty of this study lies in the combined use of self-compacting concrete, longitudinal reinforcement, and steel fiber reinforcement to explore mixed-mode fracture mechanisms in concrete elements.

KEYWORDS: Quasi-static mixed-mode fracture, Three-point bending test, Self-compacting steel-fiber reinforced concrete and longitudinal reinforcement.

1. INTRODUCCIÓN

En las últimas décadas, son numerosas las investigaciones acerca del inicio y la propagación de fisuras en modo mixto de fractura en hormigón, tanto con enfoques experimentales como numéricos, en régimen cuasi-estático y dinámico. En el campo experimental, destacan los ensayos tipo Iosipescu en probetas

entalladas llevados a cabo por Arrea *et al.* [1,2], los ensayos en vigas con entallas descentradas realizados por John *et al.* [3] y Jenq *et al.* [4], los ensayos con doble entalla en vigas prismáticas por Bazant *et al.* [5], o los ensayos de flexión en tres y cuatro puntos bajo cargas proporcionales y no proporcionales realizados por Gálvez *et al.* [6]. Más recientemente, la incorporación de fibras ha añadido interés al estudio de la fractura en modo

mixto del hormigón, demostrando mejoras en la integridad estructural en ambos regímenes [7]. A su vez, los modelos numéricos han evolucionado con enfoques de fisura cohesiva [8] y criterios basados en la tenacidad [9]. En esta comunicación se aborda una investigación experimental sobre el comportamiento en modo mixto de fractura cuasi-estática en probetas pequeñas de hormigón autocompactante reforzado con armadura longitudinal y distintas cuantías de fibras de acero.

2. MATERIALES Y METODOLOGÍA

El diseño del hormigón autocompactante reforzado con fibras de acero (SCSFRC) se ha llevado a cabo conforme a la metodología desarrollada por De La Rosa *et al.* [10], que integra conceptos reológicos y mecánicos. En primer lugar, se midió la viscosidad plástica de la pasta de cemento (con una relación agua/cemento igual a 0.4, y superplastificante/cemento entre 0.010 y 0.012) mediante un réómetro rotacional Haake RS50, en control de velocidad de cizalla. Las proporciones de la mezcla (Tabla 1) se definieron considerando la viscosidad plástica de la pasta, las características geométricas y la cuantía de fibra de acero, la viscosidad plástica efectiva y la resistencia a compresión deseada del hormigón final. Para su fabricación, se utilizaron las siguientes materias primas: cemento Portland tipo I CEM I 52.5 N-SR (*c*), agua corriente (*w*), aditivo superplastificante poli-aril-eter (*SP*), filler calizo (*LP*), árido fino feldespático rodado 0/2 mm (*FA*) y árido grueso silíceo de machaqueo 4/8 mm (*CA*). Las fibras de acero (*f*) utilizadas fueron rectas, con una longitud de 13 mm, diámetro de 0.21 mm y esbeltez de 61.9.

Tabla 1: Cantidades de materias primas usada en cada SCSFRC (en kg por 1 m³ de hormigón).

	<i>c</i>	<i>w</i>	<i>SP</i>	<i>LP</i>	<i>CA</i>	<i>FA</i>	<i>f</i>
SCSFRC-70-00	453.6	181.4	4.5	130	783	785	0
SCSFRC-70-03	449.2	179.7	5.4	150	798	745	23.6
SCSFRC-70-06	447.6	179.0	5.4	149	762	795	47.1

El proceso de fabricación se inició con el mezclado de los materiales pulverulentos y del árido fino en seco, seguida de la adición gradual de agua y del aditivo superplastificante, con la incorporación del árido grueso y las fibras de acero al final del proceso. Las probetas se curaron en condiciones controladas de humedad y temperatura hasta los 28 días hasta realizar los ensayos mecánicos correspondientes.

La caracterización del estado fresco de los hormigones se realizó mediante los ensayos de Extensión de flujo y la Caja en L conforme a las normas UNE-EN 12350-8:2020

y UNE-EN 12350-10:2011, respectivamente. En todos los casos los hormigones fueron autocompactantes (Tabla 2), sin signos de segregación, exudación, sangrado ni lechada perimetral. El incremento de la cuantía de fibra aumentó los tiempos de flujo en ambos ensayos, lo cual era previsible ya que está relacionado con las viscosidades alcanzadas en cada hormigón. Las propiedades mecánicas (Tabla 3) fueron medidas a los 28 días: resistencia a compresión, módulo de elasticidad y tracción indirecta (en los hormigones sin fibras), en probetas cilíndricas (75 × 150 mm², diámetro × altura) conforme a ASTM C 39-C 469, UNE-EN 12390-13:2022 y ASTM C 496, respectivamente; flexión en tres puntos en probetas prismáticas (75 × 50 × 340 mm³, altura × anchura × longitud) con una distancia entre ejes de apoyo de 300 mm y entalla central 1/6 de la altura, siguiendo RILEM-TC-162-TDF:2002, UNE-EN 14651:2007+A1:2008. La energía específica de fractura se midió en probetas sin fibras acorde a [13–16]. Además, se realizaron ensayos en modo mixto de fractura en probetas con entalla descentrada (Figura 1), donde se controló el proceso de fractura en condiciones cuasi-estáticas. El estudio de la adherencia entre las barras de acero y el hormigón mostró un buen comportamiento de la intercara.

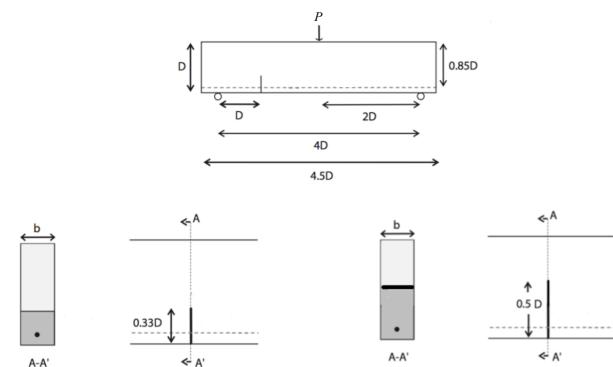


Figura 1: Geometría de las probetas (longitudinal, sección transversal y detalle de la profundidad de la entalla): derecha, $a = D/3$; izquierda, $a = D/2$.

Tabla 2: Propiedades de los SCSFRC en estado fresco: diámetro máximo de extensión en el ensayo de flujo (d_m), tiempo para alcanzar 500 mm de extensión (t_{500}), tiempos para alcanzar 200 mm y 400 mm en el ensayo de la caja en L (t_{200} y t_{400}), altura del hormigón detrás de las barras (h_1) y altura tras pasar las barras al final del ensayo (h_2).

	d_m [mm]	t_{500} [s]	t_{200} [s]	t_{400} [s]	h_1 [mm]	h_2 [mm]	h_2/h_1
SCSFRC-70-00	850	0.9	0.6	1.1	76	76	1
SCSFRC-70-03	850	1.3	0.6	1.1	84	84	1
SCSFRC-70-06	788	2.1	1.2	2.3	83	83	1

Tabla 3: Caracterización mecánica cuasi-estática de los SCSFRC (valores medios y desviación estándar, entre paréntesis): resistencia a compresión en probetas cilíndricas (f_c), resistencia a compresión en probetas cúbicas de 100 mm de lado (f_{cu}), resistencia a tracción (f_t), módulo de elasticidad (E), resistencia a flexión (f_{flex}) y energía de fractura (G_F).

	f_c [MPa]	f_{cu} [MPa]	f_t [MPa]	E [GPa]	f_{flex} [MPa]	G_F [N/m]
SCSFRC-70-00	60.5 (4.6)	67.6 (0.3)	4.6 (0.3)	30.3 (2.9)	6.3 (0.7)	93.4 (18.3)
SCSFRC-70-03	48.8 (5.2)	63.8 (2.0)	-	24.7 (1.4)	6.7 (0.3)	-
SCSFRC-70-06	49.6 (0.9)	72.1 (0.8)	-	24.1 (4.1)	7.0 (0.4)	-

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Para investigar los efectos de una entalla descentrada en el comportamiento en fractura en modo mixto en hormigón autocompactante reforzado con fibras de acero y armadura longitudinal, inicialmente, se seleccionó una profundidad de entalla $a = D/3$; sin embargo, los resultados mostraron que, para todas las cuantías de fibra, se producía fallo en modo I de fractura. Por ello, se aumentó la profundidad de la entalla hasta $a = D/2$ con el propósito de inducir condiciones de fractura en modo mixto, tomando precauciones para garantizar que la punta de la entalla no sufriera daños (la microscopía óptica realizada confirmó que no hubo daños en ninguna de las probetas). Se observó que estos mayores valores de profundidad de entalla lograron desarrollar los mecanismos de fractura esperados asociados con la propagación de una única fisura en condiciones de modo mixto. Los ensayos de flexión en tres puntos mostraron que, para la configuración $a = D/3$, la fractura ocurrió consistentemente en el centro de la probeta. Sin embargo, para $a = D/2$, el comportamiento de la fractura varió dependiendo del contenido de fibra: sin fibras, la fractura ocurrió en la entalla; con contenido intermedio de fibra, la fractura se localizó en el centro de la probeta; y con el contenido más alto de fibra, se observaron fracturas tanto en el centro de la probeta como en la entalla, simultáneamente (Figura 2, Tabla 4).

En la Figura 3 se representan los ensayos de flexión en tres puntos. Las probetas con armadura longitudinal, inicialmente, exhiben un comportamiento elástico, principalmente determinado por el módulo de elasticidad del hormigón y el refuerzo de acero longitudinal. A medida que se desarrollan microfisuras, las fibras de acero ayudan a distribuir las tensiones, limitando y controlando la propagación de las fisuras y permitiendo que las probetas soporten cargas mayores.

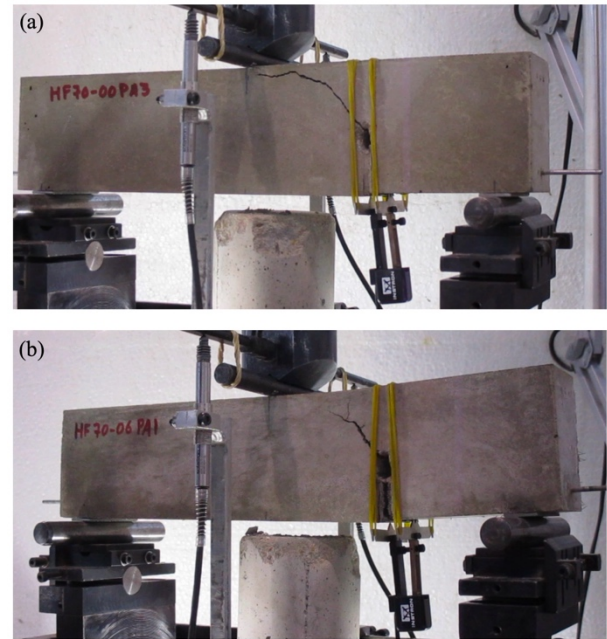


Figura 2: Ensayo de flexión en tres puntos en SCSFRC: (a) detalle de la fisuración sin refuerzo de fibras de acero; (b) detalle de la fisuración con la máxima cuantía de fibras de acero ($\phi_f = 0.6\%$).

Conforme se aumenta el contenido de fibras, la interacción entre la armadura longitudinal y las fibras mejora, lo que permite que las vigas soporten mayores cargas incluso después de la fisuración, con una transición más suave después del pico de carga, lo que mejora la absorción de energía y la ductilidad. Estos resultados indican que las fibras juegan un papel crucial en la mejora de la ductilidad del hormigón, controlando el proceso de fractura y aumentando significativamente la capacidad de absorción de energía, lo que se traduce en un mejor comportamiento una vez superado el valor de carga máxima. La evaluación de la capacidad de absorción de energía supone un parámetro de interés para evaluar la ductilidad de esta tipología de hormigones (Figura 4, Tabla 4). Se observa que, al aumentar el contenido de fibras, las probetas muestran una mayor capacidad de absorción de energía y ductilidad, previniendo la fractura frágil. La presencia de refuerzo longitudinal también influye en el mecanismo de fallo, ya que, en las probetas sin fibras, la fisuración ocurre de manera inestable. No obstante, la incorporación de fibras de acero estabiliza la propagación de las fisuras, mejorando el comportamiento post-pico de la carga y aumentando la capacidad de carga del material. Estos resultados coinciden con los de Alberti *et al.* [17], quienes notificaron que el hormigón con fibras muestra mayores deflexiones en ensayos de flexión en tres puntos comparado con el hormigón sin refuerzo de fibras.

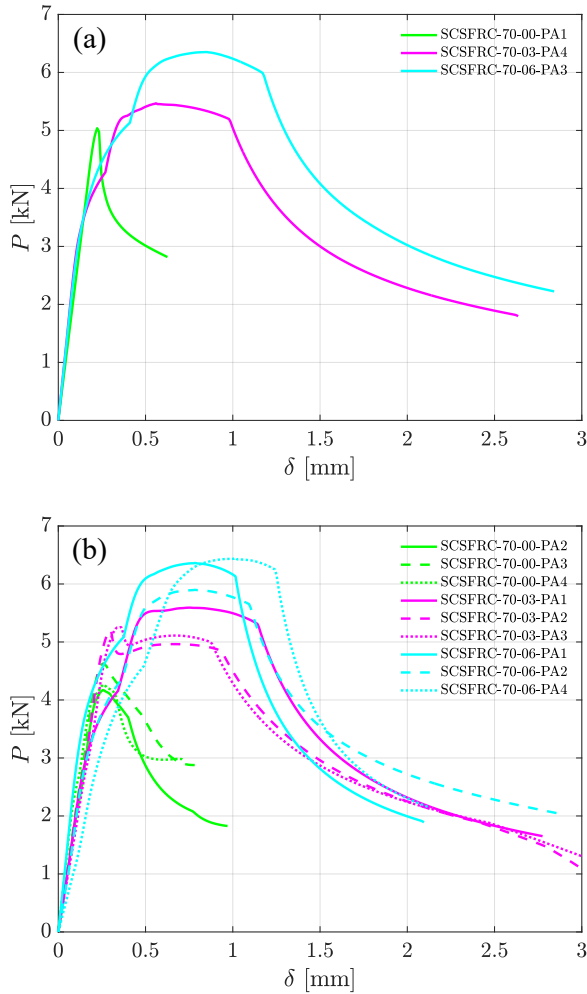


Figura 3: Curvas carga, P , desplazamiento, δ , medidas en los ensayos de flexión en tres puntos para los diferentes SCSFRC: (a) $a = D/3$; (b) $a = D/2$.

Además, la armadura longitudinal junto con las fibras contribuye a modificar el mecanismo de fallo, pasando de frágil a dúctil, lo que es crucial para el diseño de estructuras más seguras y resistentes. Este comportamiento también había sido documentado por Ruiz Carmona *et al.* [18], aunque en probetas sin refuerzo de fibras de acero, pero con armadura longitudinal y transversal.

4. CONCLUSIONES

Este estudio investiga el efecto de la profundidad de la entalla y el refuerzo con fibras y armadura de acero en el comportamiento de fractura en modo mixto de probetas de hormigón autocompactante sometidas a flexión en tres puntos. Los resultados muestran que, con una entalla descentrada de profundidad $a = D/3$, todas las probetas fallaron por fractura en modo I en el centro de esta, indicando que el refuerzo longitudinal por sí solo fue suficiente para gobernar la falla en estas condiciones. Sin embargo, al aumentar la profundidad de la entalla hasta a

$= D/2$, se introdujeron condiciones de fractura en modo mixto, lo que reveló una interacción compleja entre el refuerzo con fibras y el comportamiento de fractura. La inclusión de fibras de acero tuvo un impacto significativo en el comportamiento de la fractura: con contenidos bajos de fibras ($\phi_f = 0.3 \%$) el modo de fractura cambió de ser inducido por la entalla a una fisuración central. A concentraciones más altas de fibras ($\phi_f = 0.6 \%$) se observó una combinación de modos de fractura, incluida la aparición simultánea de fisuras en la entalla y en el centro de la probeta. Este cambio indica que un mayor contenido de fibras mejora la capacidad del hormigón para resistir fracturas en modo mixto, distribuyendo mejor las tensiones y estabilizando la propagación de fisuras. Por último, cabe destacar que el refuerzo con fibras de acero, incluso en bajas cuantías, mejora considerablemente la resistencia a la fractura en modo mixto y la ductilidad del hormigón.

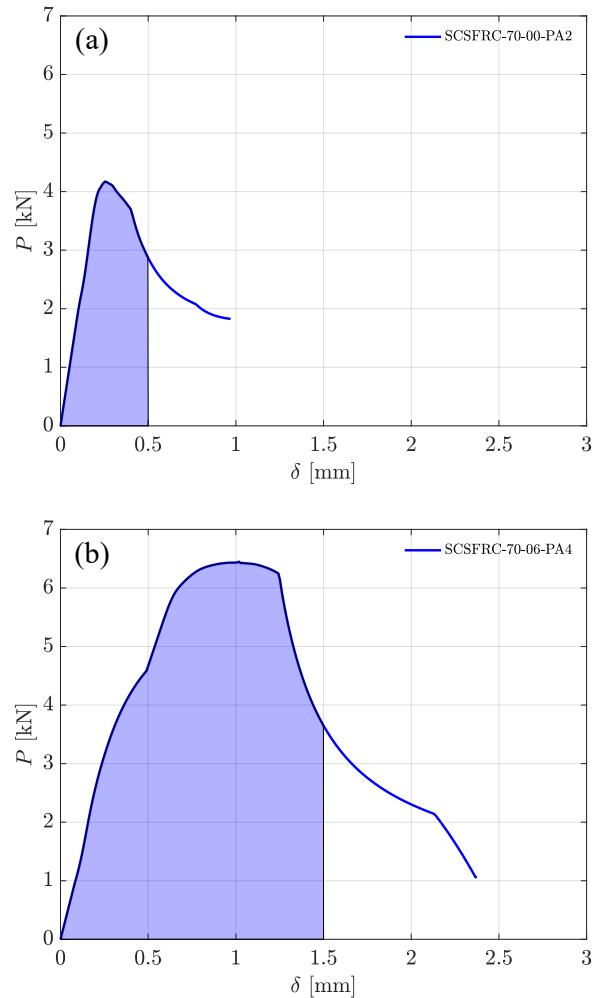


Figura 4: Trabajo medido en probetas de SCSFRC tras el ensayo de flexión en tres puntos (entalla $a = D/2$): (a) sin refuerzo de fibras de acero; (b) con el mayor contenido de fibras de acero ($\phi_f = 0.6\%$).

AGRADECIMIENTOS

Esta investigación recibió financiación de la Universidad de Castilla-La Mancha, España, y del Fondo Europeo de Desarrollo Regional a través de la subvención 2022–GRIN–34124, y del Ministerio de Ciencia e Innovación, España, a través de las subvenciones PID2019–110928RB–C31 y PID2021–124521OB–I00.

Los autores agradecen el suministro gratuito de materiales proporcionado por Cementos Portland Valderrivas, MasterBuilders Solutions, Omya Clariana, INCUSA-Saint Gobain y Bekaert.

Tabla 4: Valores de carga máxima (P_m) y trabajo (W) medidos durante el ensayo de flexión en tres puntos (W medido hasta 0.5 mm para probetas sin refuerzo de fibras y hasta 1.5 mm para probetas con fibras). Localización de la fractura para diferentes profundidades de entalla y contenidos de fibra en SCSFRC.

	a [mm]	P_m [kN]	W [N m]	Localización de la fractura
SCSFRC-70-00-PA1	D/3	5.1	1.56	Centro
SCSFRC-70-03-PA4	D/3	5.5	6.53	Centro
SCSFRC-70-06-PA3	D/3	6.4	7.74	Centro
SCSFRC-70-00-PA2	D/2	4.2	1.50	Entalla
SCSFRC-70-00-PA3	D/2	4.6	1.64	Entalla
SCSFRC-70-00-PA4	D/2	4.3	1.55	Entalla
SCSFRC-70-03-PA2	D/2	5.6	6.73	Centro
SCSFRC-70-03-PA3	D/2	5.2	6.09	Centro
SCSFRC-70-03-PA4	D/2	5.3	6.01	Centro
SCSFRC-70-06-PA2	D/2	6.4	7.19	Entalla
SCSFRC-70-06-PA3	D/2	5.9	6.89	Centro
SCSFRC-70-06-PA4	D/2	6.5	7.14	Centro-Entalla

REFERENCIAS

- [1] A. Iosipescu, *New accurate procedure for single shear testing of metals*, J. Mater. 2 (1967) 537–566.
- [2] M. Arrea, A. Ingraffea, *Mixed Mode Crack Propagation in Mortar and Concrete*, Technical report, Department of Structural Engineering, Cornell University (1982).
- [3] R. John, S.P. Shah, *Mixed-mode fracture of concrete subjected to impact loading*, J. Struct. Eng. 116 (3) (1990) 585–602, (1990) 116:3(585).
- [4] Y.S. Jenq, S.P. Shah, *Mixed-mode fracture of concrete*, Int. J. Fract. 38 (1988) 123–142.
- [5] Z.P. Bazant, P.A. Pfeiffer, *Shear fracture tests of concrete*, Mater. Struct. 19 (2) (1986) 111–121.
- [6] J.C. Gálvez, M. Elices, G.V. Guinea, J. Planas, *Mixed mode fracture of concrete under proportional and nonproportional loading*, Int. J. Fract. 94 (3) (1998) 267–284.
- [7] G. Ruiz, Á. De La Rosa, L.C. Almeida, E. Poveda, X.X. Zhang, M. Tarifa, Z.M. Wu, R.C. Yu, *Dynamic mixed-mode fracture in SCC reinforced with steel fibers: an experimental study*, Int. J. Impact Eng. 129 (2019) 101–111.
- [8] U. De Maio, F. Greco, P. Lonetti, A. Pranno, *A combined ALE-cohesive fracture approach for the arbitrary crack growth analysis*, Eng. Fract. Mech. 301 (2024) 109996.
- [9] Z. Li, Y. Gong, F. Chen, *Simulation of mixed mode I-II crack propagation in concrete using toughness-based crack initiation-propagation criterion with modified fracture energy*, Theor. Appl. Fract. Mech. 123 (2023) 103701.
- [10] Á. De La Rosa, E. Poveda, G. Ruiz, H. Cifuentes, *Proportioning of self-compacting steel-fiber reinforced concrete mixes based on target plastic viscosity and compressive strength: Mix-design procedure and experimental validation*, Constr. Build. Mater. 189 (2018) 409–419.
- [11] UNE-EN 12350-8:2020, Testing Fresh Concrete - Part 8: Self-Compacting Concrete - Slump-Flow Test, CEN–European Committee for Standardization, Brussels, Belgium, 2020.
- [12] UNE-EN 12350-10:2011, Testing Fresh Concrete - Part 10: Self-Compacting Concrete - L Box Test, CEN–European Committee for Standardization, Brussels, Belgium, 2020.
- [13] M. Curbach, J. Eibl, *Determination of the fracture energy of mortar and concrete by means of the three-point bend tests on notched beams (RILEM draft recommendation, TC–50–FMC Fracture Mechanics of Concrete)*, Mater. Struct. 18 (1985) 287–290.

- [14] G.V. Guinea, J. Planas, M. Elices, *Measurement of the fracture energy using three-point bend tests: Part 1—Influence of experimental procedures*, Mater. Struct. 25 (148) (1992) 212–218.
- [15] J. Planas, M. Elices, G.V. Guinea, *Measurement of the fracture energy using three-point bend tests: Part 2—Influence of bulk energy–dissipation*, Mater. Struct. 25 (149) (1992) 305–312.
- [16] M. Elices, G.V. Guinea, J. Planas, *Measurement of the fracture energy using three-point bend tests: Part 3—Influence of cutting the p – δ tail*, Mater. Struct. 25 (150) (1992) 327–334.
- [17] M.G. Alberti, J.C. Gálvez, A. Enfedaque, A. Picazo, W.J. Ramírez, *Mixed mode fracture of polyolefin fibre reinforced concrete*, Theor. Appl. Fract. Mech. 122 (2022) 103560.
- [18] J.R. Carmona, G. Ruiz, J.R. del Viso, *Mixed-mode crack propagation through reinforced concrete*, Eng. Fract. Mech. 74 (17) (2007) 2788–2809.

EXTENDED FORMULATION OF THE FOCUSED ION BEAM – DIGITAL IMAGE CORRELATION METHOD TO CHARACTERISE RESIDUAL STRESS DISTRIBUTIONS

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

¹ CEIT-BRTA, Paseo Manuel Lardizabal 15, 20018 Donostia.

² Universidad de Navarra, Tecnun, Paseo Manuel Lardizabal 13, 20018 Donostia.

* Persona de contacto: adlarbide@ceit.es

RESUMEN

La técnica de haz de iones focalizado-correlación digital de imágenes (*Focused Ion Beam – Digital Image Correlation*, FIB-DIC) para la medición de tensiones residuales es un método de medida mecánico, semi-destructivo. Consiste en la eliminación controlada de material de una muestra utilizando un haz de iones focalizado, seguido de la medición de la respuesta mecánica (en forma de micro deformaciones) en el material restante. Estas micro deformaciones se miden mediante algoritmos de correlación digital de imágenes de SEM, que se relacionan con los valores de tensión previas a la eliminación del material a través de simulaciones de elementos finitos. La técnica FIB-DIC ofrece una alta resolución espacial y un control preciso de la posición, característicos de las capacidades de los dispositivos SEM. En trabajos presentados en conferencias anteriores se mostró la formulación básica de la técnica, junto con una extensa validación experimental frente a técnicas de medición estándar basadas en difracción de rayos X en diversos materiales. Además, se han explorado capacidades avanzadas de la técnica, como la caracterización (preliminar) de gradientes de tensión a lo largo de la profundidad y distribuciones a relativamente gran escala espacial de tensiones superficiales. Este trabajo presenta avances en la extensión de la formulación original de la técnica FIB-DIC para desarrollar estos aspectos.

PALABRAS CLAVE: correlación digital de imagen, micromecanizado, tensiones residuales, elementos finitos

ABSTRACT

The Focused Ion Beam-Digital Image Correlation (FIB-DIC) technique for the measurement of residual stresses is a mechanical, semi-destructive method. It relies on the controlled removal of material from a sample using a focused ion beam, followed by the measurement of the mechanical response (in the form of micro-strains) in the remaining material. These micro-strains are measured via digital image correlation of SEM images and are correlated to stress values prior to material removal through finite element simulations. The FIB-DIC technique offers high spatial resolution and precise position control, characteristic of SEM device capabilities. Work presented in previous conferences showed the basic formulation of the technique, along with extensive experimental validation against standard X-ray diffraction-based measurement techniques across various materials. Additionally, advanced capabilities of the technique have been explored, such as the preliminary characterisation of stress gradients along depth and large-scale surface stress distributions. This work presents advancements in extending the original formulation of the FIB-DIC technique to further develop these aspects.

KEYWORDS: digital image correlation, microscale milling, residual stress measurement, finite element method.

1. INTRODUCCIÓN

Residual stresses play a key role in the mechanical behaviour of materials [1]. Fatigue related phenomena and distortions while processing are heavily dependent on their presence. In previous editions of this conference, a technique has been developed and implemented for the measurement of residual stresses, based on the FIB-DIC formulation [2]. This formulation is an adaptation of the hole-drilling technique to the micro-scale. It consists of the controlled removal of material in the region of interest, and the measurement of the relaxation phenomenon it causes. Residual stress relaxation occurs when the material around the free surfaces of the modified volume redistributes, in a way that compensates the initial residual stresses it was subjected to.

The measurement of these distortions allows the calculation of the stress state before material removal. In hole-drilling, material removal is typically done through the use of a drill, and the distortions it causes around the hole are measured using strain gauges. FIB-DIC techniques use smaller version of both processes, while relying on the same principle. Material removal is done through focused ion beam (FIB) milling. Measurement of the distortions around the milled volume is done through the application of digital image correlation (DIC) algorithms to images of the sample before and after material removal. Images captured in a scanning electron microscope are used for the DIC measurements, which enables carrying out measurements with microscopic spatial resolution.

In section 2 of this paper, the implementation of the technique is described, from the experimental to the computational steps. Electron and ion microscopy procedures for image acquisition and material removal will be explained. Image processing procedures is briefly described, starting with the Fourier-based digital image correlation algorithm for displacement detection and ending with the signal-enhancing procedures. Finally, the finite element simulations necessary to calculate residual stresses from the DIC measurements is stated. Examples of validation cases, already presented in previous editions of the GEF conferences [3, 4, 5], are referenced.

After describing the general formulation of the technique, the main objective of this work is explained: in one of the previously studied systems [6], a shot-peened steel sample, results compatible with the presence of a stress gradient along the depth were measured. The presence of stress gradients is not considered in the original formulation of the technique. This work aims to extend the formulation to characterise residual stress distributions along the depth. For that purpose, an iterative process is implemented, as described in section 3. Section 4 shows the results of the implemented procedure, and section 5 includes some closing remarks.

2. DESCRIPTION OF THE FIB-DIC TECHNIQUE

This section briefly describes the procedure followed to carry out a residual stress measurement using the FIB-DIC technique. A detailed description of the implementation of the technique is given in reference [6].

2.1. Microscopy

High resolution, good quality images are essential for residual stress measurements using FIB-DIC. Ultimately, the sensitivity and spatial resolution of the technique is determined by the images used in the analysis. Using the electron beam of FEI Quanta 3D FEG dual-beam microscope, high resolution images with 4096×3773 square pixels covering an area of around $150 \times 150 \mu\text{m}^2$ are captured. This translates to a pixel size of around $36 \times 36 \text{ nm}^2$. Therefore, the spatial resolution of the technique is smaller than $\approx 100 \mu\text{m}$, while its sensitivity is relative to the 36 nm pixel size.

FIB milling is a key step of the FIB-DIC measurement process, as it is the mechanism used to trigger the residual stress relaxation process. Through controlled removal of material, a slit is created in the region of interest. The material around the slit displaces, in a way that minimises traction in the free surfaces created by the milling process. The Ga^+ ion gun present in the dual-beam Quanta 3D FEG is used for this purpose, to mill slits of the order of $25\text{-}50 \mu\text{m}$ in length and a few μm in depth. Smaller volumes of material easily can be removed using the FIB system.

SEM images before and after the FIB milling process are captured, such as the ones shown in figure 1, for them to be processed using DIC algorithms, to characterise the stress relief process caused by the material removal.

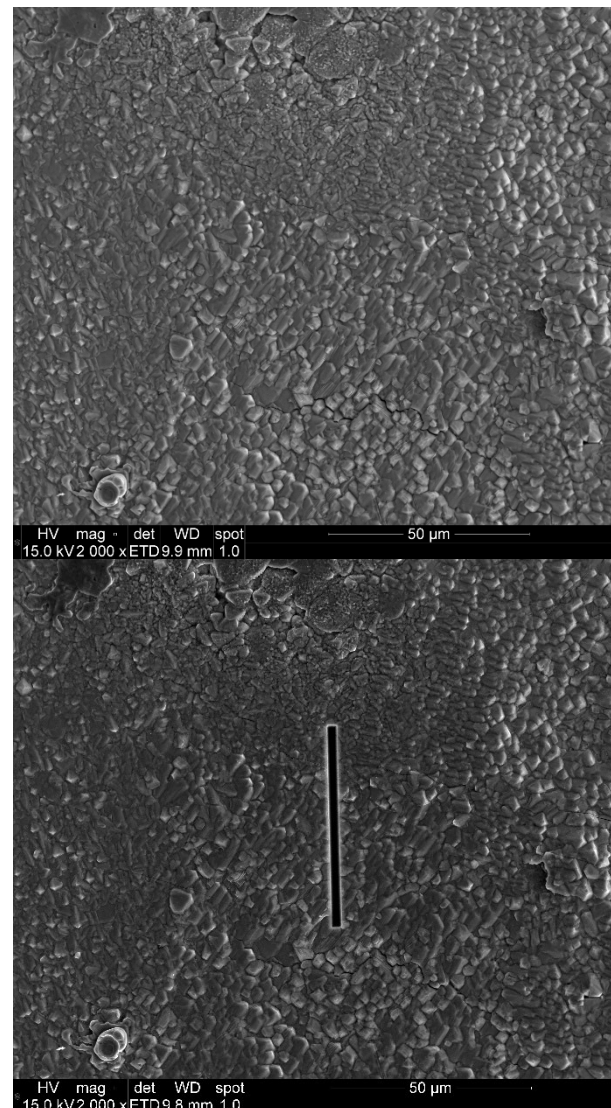


Figure 1. SEM images used for FIB-DIC measurements. Top: original surface. Bottom: surface after slit milling.

2.2. Digital Image Correlation

A digital image correlation (DIC) algorithm based on Fourier analysis was implemented. The algorithm offers sub-pixel shift detection capabilities, down to around $1/10$ of a pixel [7], which translates to displacement detections of the order of $\approx 3.6 \text{ nm}$. Both images are compared locally, to detect the spatial distribution of the shift, in what is called a displacement map.

Figure 2 shows an example of a displacement map, constructed from comparing the top and bottom SEM images in figure 1. From the displacement map, it can be deduced that the residual stresses present in the system are compressive. Quantitative analyses require analytical or numerical solutions to relate stresses to displacements.

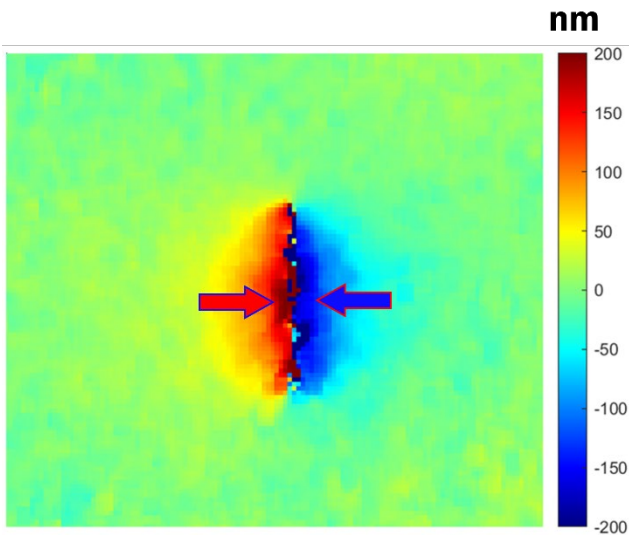


Figure 2. Displacement map constructed from locally comparing the SEM images from Figure 1. Red indicates displacements to the right, while blue represents displacements to the left. This map indicates presence of compressive residual stresses.

2.3. Finite Element Analysis

Displacements measured using the DIC algorithm are related to residual stress values via finite element simulations. Using ABAQUS/Standard, the surface relaxation process is simulated for the corresponding slit geometries. An example of the resulting stress distribution is shown in figure 3, which is similar to the one in figure 2.

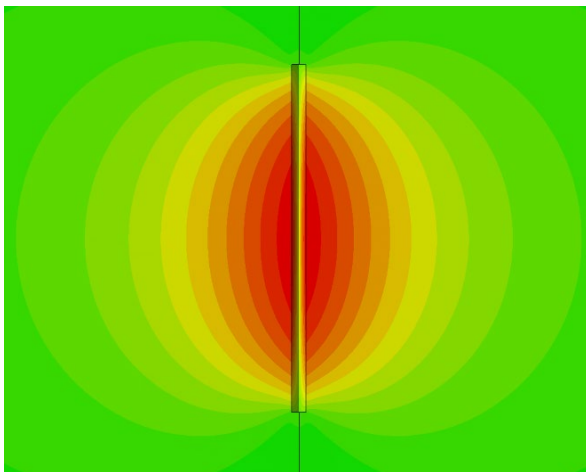


Figure 3. Example of a stress relief simulation. Magnitude of displacement is represented.

The results obtained from these simulations were normalised to ensure their scalability. Normalisation was done with respect to slit depth, so that the extracted displacement results u/h are universally reproducible for the same geometrical aspect ratios (values of w/h and l/h) of the slit. For all systems with the same length/depth and width/depth ratios, the displacement profile is similar (in a geometrical sense, meaning related by a uniform scaling).

Displacements measured using the DIC algorithms are fitted to the ones obtained using FE simulations, following equation (1).

$$u_{DIC} = \beta u_{FE} \Rightarrow \sigma_{DIC} = \beta \sigma_{FE} \quad (1)$$

2.4. Previous Studies

Extensive validation of the technique was carried out, as shown in previous works presented in this conference [3,4]. Results obtained using this implementation of the FIB-DIC technique were compared with X-ray diffraction techniques [8], which yielded good results.

In the work presented in [5], the surface a shot-peened steel sample was characterised, as-processed. In that work, measurements at multiple depth values at the same position (incrementally increasing the depth of the slit) were carried out.

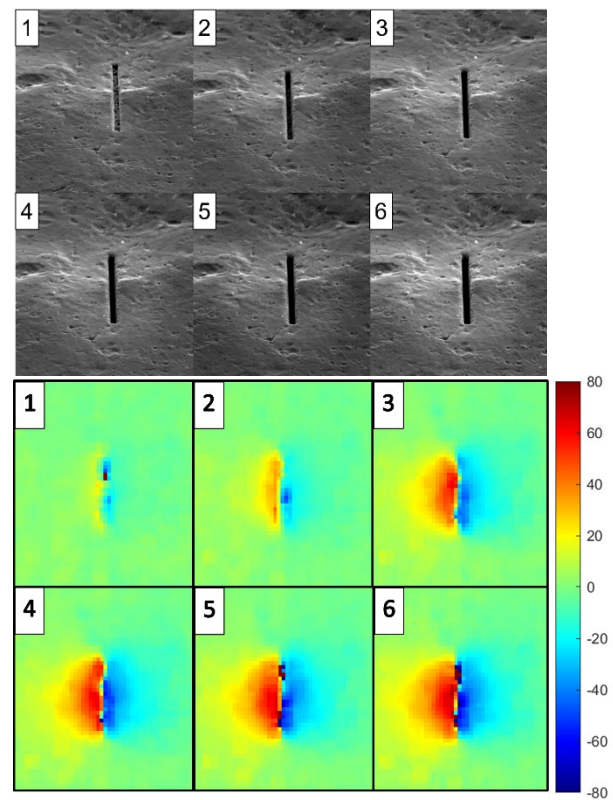


Figure 4. Slit used for incremental characterisation.

Top: images of the slit at different milling stages.

Bottom: corresponding measured displacement maps.

The results observed in that work showed signs of the presence of a residual stress gradient along the depth, especially near the surface, which was attributed to the high degrees of plastic deformation at the surface due to the peening process. This is not considered in the original formulation of this technique, which motivated this work. In the following sections, a methodology to characterise stress distributions will be described, as well as a numerical calibration tool.

3. CONSIDERATION OF STRESS GRADIENTS

Other authors have implemented depth-resolved characterisations of residual stresses with the FIB-DIC technique, using the ring-core geometry [9]. This proposed formulation is alternative to the one used in those works. On the one hand, due the milling geometry being different (single slit instead of ring-core). On the other hand, via the use of finite element simulations, as opposed to analytical expressions.

3.1. Formulation

Through the FIB-DIC technique, local displacements at the surface are measured. These displacements occur due to the stress relief process of the whole milled volume. When the stress state is not homogeneous along the depth, $\sigma = \sigma(z)$, the fitting of experimental results to the simulations does not directly relate to a single value. Instead, a representative value must be assigned to the measurement region's stress state, so that it can be compared with the experimental results.

In this formulation, this relation has been defined by adapting equation (1) to become equation (2).

$$u_{DIC} = \beta u_{FE} \Rightarrow \sigma_{DIC} = \beta \langle \sigma_{FE} \rangle \quad , \quad (2)$$

where $\langle \sigma_{FE} \rangle$ refers to the average stress along the depth of the slit, given by expression (3):

$$\langle \sigma_{FE} \rangle = \frac{1}{d} \int_0^d \sigma(z) dz \quad . \quad (3)$$

Matching the modification of the formulation, the finite element simulations of the stress relief process were adapted to include an inhomogeneous stress distribution along the depth, as shown in figure 5.

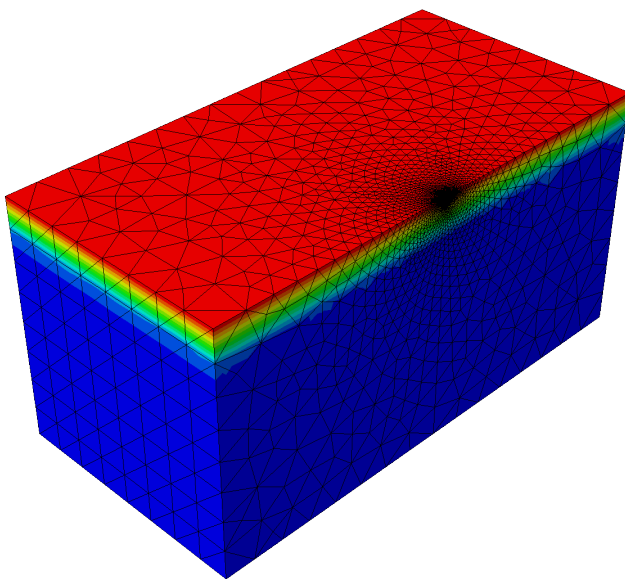


Figure 5. Example of a finite element model with a stress gradient along the depth.

3.2. Numerical Implementation of the Fitting Procedure

For the fitting procedure to characterise the residual stress distribution within the sample, multiple simulation steps are necessary. First, a gradient needs to be defined, following the simple expression in equation (4):

$$u_{DIC} = \begin{cases} \sigma_0 + \sigma_1 \frac{z}{z_{max}} & , z \leq z_{max} \\ \sigma_0 + \sigma_1 & , z_{max} < z \end{cases} \quad . \quad (4)$$

To include the gradient in the finite element simulations, a SIGINI subroutine is used, which will allow using other types of stress distributions in future versions of the formulation. After running all 6 simulations, the displacements after the stress relief procedure are extracted and fitted to the displacements measured using the FIB-DIC technique (shown in figure 4).

As discussed in section 3.1, displacement fitting factors can not be directly used to calculate stress values, a representative stress (in this formulation, the mean stress) needs to be calculated. If the proposed stress distribution accurately represents reality, the β^i scale factors and $\langle \sigma_{FE}^i \rangle$ mean stresses will be proportional for all analysed depths. Therefore, normalised $\tilde{\beta}^i = \frac{\beta^i}{\langle \sigma_{FE}^i \rangle}$ factors are introduced. These factors are expected to be equal for all depths, when the proposed distribution is adequate. Therefore, an iterative process was designed to find a set of parameters for which the normalised $\tilde{\beta}^i$ values are equal.

Figure 6 shows the graphical flowchart of an iteration.

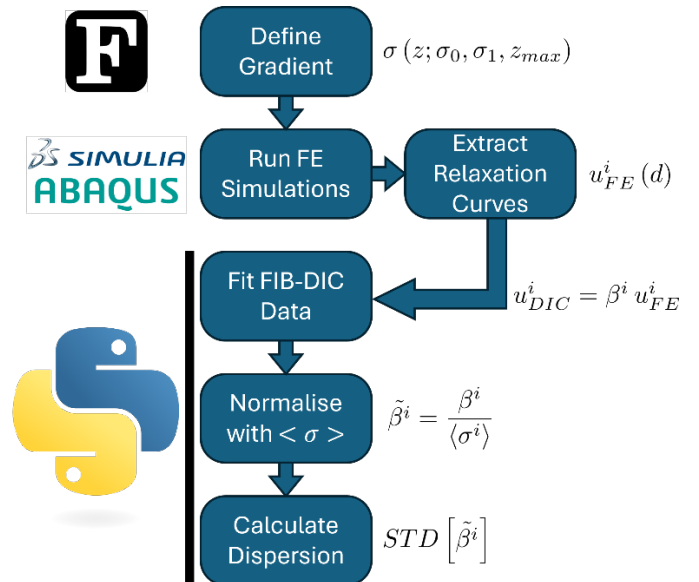


Figure 6. Flowchart of an iteration.

The goal of the fitting procedure is to minimise the standard deviation of the normalised $\tilde{\beta}^i$ factors. For that purpose, the SciPy implementation of the COBYQA algorithm (Constrained Optimization BY Quadratic Approximations) [10] was used.

4. RESULTS AND DISCUSSION

Figure 7 shows the result of the stress distribution calibration procedure. The red curve represents the proposed gradient, equation (4), the blue curve is the mean value of the stress at depth z , equation (3), and the black dots are the measured stress values, equation (2).

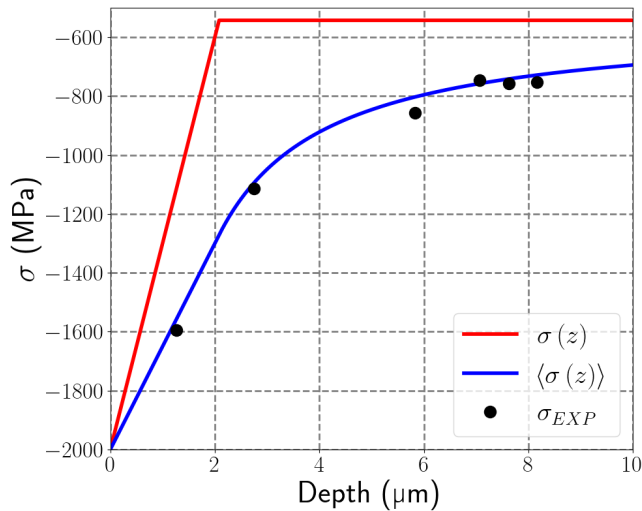


Figure 7. Result of calibration procedure.

The measured stresses closely match the mean value of the stress at all analysed depths. The proposed stress distribution is a simple model used to generate the iterative fitting procedure, and needs to be further refined. However, these results indicate that, as expected and observed in the previous work, the sample presents strong surface stresses that vanish quickly in the first few microns. As measured in [5], a further decrease in magnitude of the residual stresses occurred after electropolishing $\approx 150 \mu\text{m}$ of the sample. However, these large-scale variations are still not included in the proposed formulation.

5. CONCLUSION

In this work, preliminary work on the characterisation of the residual stress distribution along the depth of a shot-peened sample was carried out. More specifically, an extension of the FIB-DIC formulation was presented, which considers the presence of an inhomogeneous residual stress in the depth. For the analysis, experimental FIB-DIC measurements of a region of a shot-peened sample were used, at different milling depths.

For this type of analysis, an iterative solver was implemented. Variables defining the residual stress gradients along the depth were adjusted, according to the displacements obtained from finite element simulations. The distribution considered in this work was exceedingly simple: a linear variation along the depth, which saturated after a threshold depth.

A more thorough analysis requires the implementation of other distributions, especially those that combine abrupt changes (such as the one studied in this work) and large-scale variations (such as the one measured in [5]).

An interesting conclusion drawn from this work is the importance of the mean stress along the analysed depth, which is a better representative of the displacements present after the stress relief process than the local stress at the same depth. A new unknown arises from this conclusion, since multiple distributions can yield similar mean stress distributions. Further effort will be dedicated to solving this issue.

ACKNOWLEDGEMENTS

The authors would like to thank Eusko Jaurlaritza-Gobierno Vasco for supporting this work through project nG24 within the Elkartek financing programme.

The authors would also like to thank Prof. Jesús Ruiz-Hervías and Daniel Pérez-Gallego from the LMTR for providing the sample studied in this work. The initial idea to carry out this analysis stemmed from observing the results of a previous collaboration [5].

REFERENCES

- [1] P.J. Withers, H. Bhadeshia, *Residual stress. part 1 – measurement techniques*, Mater. Sci. Technol. 17 (4) (2001) 355-365.
- [2] A.M. Korsunsky, M. Sebastiani, E. Bemporad, *Residual stress evaluation at the micrometer scale: analysis of thin coatings by fib milling and digital image correlation*, Surf. Coat. Technol. 205 (7) (2010) 2393-2403.
- [3] A. Dorronsoro, J.R. Páez, J. Navarrete, A. Pan, E. Castaño, J.M. Sánchez, J.M. Martínez Esnaola, J. Alkorta, *Combination of microscale hole-drilling and digital image correlation for local measurement of residual stresses in metallic samples*, Revista Española de mecánica de fractura 4 (2022), 89-94.
- [4] A. Dorronsoro, J.R. Páez, J. Navarrete, J. Sánchez, J. M. Esnaola, J. Alkorta. *Advances in microscale residual stress measurement using focused ion beam milling and digital image correlation*. Revista española de mecánica de la fractura 5, (2023), 237-242.
- [5] A. Dorronsoro, D. Perez-Gallego, J. Ruiz-Hervías, J. M. Esnaola, J. Alkorta. *Characterisation of microscale residual stresses in a shot-peened sample using focused ion beam milling and digital image correlation*. Revista española de mecánica de la fractura 7, (2024), 21-26.
- [6] A. Dorronsoro, J. Navarrete, A. Pan, E. Castaño, J.M. Sánchez, J. Alkorta. *Digital image correlation after focused ion beam micro-slit drilling: A new technique for measuring residual stresses in*

- hardmetal components at local scale*, Int. J. Refract. Met. Hard Mater. 112 (2023) 106155.
- [7] B.S. Reddy, B.N. Chatterji, *An fft-based technique for translation, rotation and scale-invariant image registration*, IEEE Trans. Image. Process. 11 (3) (2002) 188-200.
- [8] B.D. Cullity, Elements of X-Ray Diffraction, 2nd ed., Addison Wesley Pub. Co. Inc., 1978, pp. 447–478.
- [9] M. Sebastiani, C. Eberl, E. Bemporad, G.M. Pharr. *Depth-resolved residual stress analysis of thin coatings by a new FIB–DIC method*. Materials Science and Engineering: A, 528(27) (2011), 7901-7908.
- [10] T. M. Ragonneau. *Model-Based Derivative-Free Optimization Methods and Software*. PhD thesis. Hong Kong, China: Department of Applied Mathematics, The Hong Kong Polytechnic University, 2022. URL: <https://theses.lib.polyu.edu.hk/handle/200/12294>.

MÉTODO AVANZADO PARA LA LOCALIZACIÓN EXPERIMENTAL DEL VÉRTICE DE GRIETA A PARTIR DE CORRELACIÓN DIGITAL DE IMÁGENES

J. A. Aguilera^{1*}, P. M. Cerezo¹, A. S. Cruces¹, B. Moreno¹, E. Breitbarth², P. Lopez-Crespo¹

¹ Área de Ciencia de Materiales e Ingeniería Metalúrgica. Universidad de Málaga
Escuela de Ingenierías Industriales Campus de Teatinos, Málaga. España.

² German Aerospace Center (DLR), Institute of Materials Research
Linder Hoehe, 51147 Cologne, Germany.

* Persona de contacto: j.a.aguilera@uma.es

RESUMEN

En este trabajo se presenta un análisis comparativo entre dos metodologías para la medición de la longitud de grieta en ensayos de fatiga: medición directa mediante imágenes superficiales y el Método de Intercepción de Líneas (LIM) aplicado a datos de campo de desplazamientos obtenidos mediante Correlación Digital de Imágenes (DIC). Se analizaron probetas de aluminio 2024-T351 sometidas a cargas cíclicas, monitorizando el crecimiento de grieta mediante ambas técnicas simultáneamente. Los resultados muestran una excelente concordancia entre ambas metodologías, con desviaciones mínimas en la medición de la longitud de grieta. Las velocidades de crecimiento obtenidas se encuentran dentro de la región de Paris, correspondiente a un régimen de propagación estable bajo condiciones de carga moderadas. El método LIM demostró menor dispersión en las medidas y mayor robustez frente a irregularidades superficiales. La validación cruzada entre ambas técnicas confirma la fiabilidad del método LIM como alternativa o complemento a las mediciones tradicionales, especialmente en aplicaciones que requieren automatización o donde las condiciones superficiales son desfavorables.

PALABRAS CLAVE: Localización del Vértice de Grieta, Método de Intercepción de Líneas, DIC.

ABSTRACT

This work presents a comparative analysis between two methodologies for crack length measurement in fatigue tests: direct measurement through surface images and the Line Interception Method (LIM) applied to displacement field data obtained through Digital Image Correlation (DIC). Aluminium 2024-T351 specimens were analysed under cyclic loading, monitoring crack growth using both techniques simultaneously. The results show excellent agreement between both methodologies, with minimal deviations in crack length measurement. The obtained growth rates fall within the Paris region, corresponding to stable propagation under moderate loading conditions. The LIM method demonstrated less scatter in measurements and greater robustness against surface irregularities. Cross-validation between both techniques confirms the reliability of the LIM method as an alternative or complement to traditional measurements, especially in applications requiring automation or where surface conditions are unfavourable.

KEYWORDS: Crack-tip location, Line Interception Method, DIC.

1. INTRODUCCIÓN

La Correlación Digital de Imágenes (DIC, por sus siglas en inglés) se ha establecido como una herramienta experimental fundamental en el campo de la mecánica de fractura, permitiendo el análisis detallado del comportamiento de grietas en materiales [1]. Esta técnica proporciona mediciones de campo completo de desplazamientos y deformaciones, lo que la hace especialmente valiosa para caracterizar el comportamiento de grietas y su evolución durante ensayos mecánicos [2]. La precisión en la localización de la punta de la grieta resulta crucial para la evaluación

cuantitativa de parámetros de fractura, siendo este un aspecto determinante para la fiabilidad de los resultados experimentales [3]. Los datos experimentales de alta calidad son esenciales para comprender los mecanismos de propagación de grietas, particularmente en condiciones de fatiga donde la evolución temporal del daño debe ser monitoreada con exactitud. La integración de DIC en experimentos de fatiga permite generar extensos conjuntos de datos que documentan la progresión completa del daño, desde la iniciación hasta la propagación final de la grieta[4].

Las técnicas de visión por computador han demostrado ser efectivas, por ejemplo, sistemas basados en

seguimiento por cámara y posicionamiento automático han sido desarrollados con éxito para la medición en tiempo real de la longitud de grietas durante ensayos de fatiga [5]. Sin embargo, estas técnicas de análisis de imagen presentan limitaciones significativas cuando se aplican a datos de DIC, principalmente debido al patrón de moteado requerido para la correlación digital de imágenes, que interfiere con la detección directa de la grieta mediante métodos convencionales de procesamiento de imagen.

Los métodos basados en el análisis directo de campos de desplazamiento han ganado relevancia en los últimos años. Lopez-Crespo et al. [6] implementaron un algoritmo de detección Sobel aplicado a campos de desplazamiento vertical para localizar la punta de la grieta, mientras que Shuai et al. [7] desarrollaron una metodología basada en el análisis de diferencias de desplazamiento a través de la grieta. De particular interés resulta el trabajo de Broggi et al. [8], quienes propusieron una técnica que utiliza perfiles de apertura de grieta (COD) obtenidos directamente de los campos de desplazamiento. Estos métodos han demostrado ser robustos en su aplicación, aunque pueden presentar sensibilidad al ruido experimental y requieren un procesamiento cuidadoso de los datos.

Paralelamente, se han desarrollado técnicas complementarias para la monitorización del crecimiento de grietas. El método de caída de potencial en corriente continua (DCPD) y en corriente alterna (ACPD) han sido ampliamente utilizados para la medición del crecimiento de grietas [9]. La emisión acústica (AE) se ha establecido como otra técnica valiosa para la detección y seguimiento de grietas, ofreciendo información complementaria a las mediciones ópticas [10]. Cada una de estas técnicas presenta ventajas específicas, aunque también limitaciones particulares que hacen necesario un enfoque integrado para una caracterización completa del comportamiento de la grieta.

La comunidad científica reconoce la necesidad de desarrollar métodos que combinen las ventajas del análisis de imagen tradicional con el procesamiento de datos DIC. El procesamiento eficiente de campos de desplazamiento continúa siendo un desafío, particularmente cuando se manejan grandes conjuntos de datos experimentales [11]. La automatización del proceso de detección de la punta de la grieta resulta crucial para el análisis de ensayos de fatiga de larga duración, donde se generan grandes cantidades de datos que deben ser procesados de manera eficiente y precisa. Además, la presencia de ruido experimental y las incertidumbres inherentes a las mediciones requieren métodos robustos que puedan proporcionar resultados fiables en condiciones reales de ensayo.

En este trabajo se presenta una implementación del Método de Intercepción de Líneas (LIM) para el procesamiento de campos de desplazamiento obtenidos mediante DIC. Este método combina la robustez del análisis directo de campos de desplazamiento con una implementación automatizada que permite el procesamiento eficiente de grandes conjuntos de datos.

La validación del método se realiza mediante comparación con técnicas establecidas de análisis de imagen, demostrando su aplicabilidad en condiciones de carga cíclica además de en la mejora de los gráficos de velocidad de crecimiento frente a factor de intensidad de tensiones, haciendo que los valores obtengan menor dispersión.

2. MATERIALES Y MÉTODOS

2.1. Material y espécimen

Se emplearon probetas Compact Tensión (CT) en condiciones de carga en modo I con cargas cíclicas de amplitud constante. Los especímenes procedían de una placa de aluminio 2024-T351, Tabla 1, de 5 mm de espesor. El corte en la dirección T-L da como resultado una anchura, W , de 25 mm, siendo el crecimiento de la grieta a lo largo de la dirección de laminación.

Tabla 1. Composición química en peso % del AL2024-T351. El elemento de balance es el Al [12].

Cu	Mg	Mn	Fe	Si	Zn	Ti	Cr
4.9-3.8	1.8-1.2	0.9-0.3	0.5	0.5	0.25	0.15	0.1

Tabla 2. Propiedades mecánicas del AL2024-T351 [12].

Modulo deYoung	Límite elástico	Límite de rotura	Elongación a rotura	Dureza brinell
73 GPa	325 MPa	470 MPa	20%	137

Antes de realizar cualquier ensayo, las probetas CT se someten a un proceso de lijado con diferentes grados para mejorar la precisión de la determinación de los campos de desplazamiento mediante DIC [13]. Como preparación para el ensayo de fatiga, estas muestras se preagrietan para eliminar la fase de nucleación, lo que permite un examen centrado de la propagación de la grieta. La pregrieta se realizó bajo carga en modo I durante 50,000 ciclos a una frecuencia de 10 Hz, una relación de carga, R , de 0.1 y un rango de intensidad de tensiones (ΔK) de $7 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$. La longitud de grieta final de la pregrieta fue de 6.755 mm.

2.2. Ensayo

Los ensayos de iniciación y propagación de grietas por fatiga se realizaron con la máquina de ensayos de fatiga Walter + Bai LFM-C 5kN utilizando un enfoque de carga constante a tramos, hasta que se alcanzó el umbral del material de acuerdo con la ASTM E647, Figura 1a. El ensayo comenzó con un ΔK de $6.3 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ (al principio del régimen París [14]), con una reducción del 10% de ΔK en las etapas iniciales, seguida de una reducción del 5% en las etapas posteriores, Figura 1b y Tabla 3. En cada una de estas etapas, la relación de esfuerzo de fatiga por crecimiento de grieta se estableció en $R = 0.1$. A lo

largo de cada ensayo, los datos de carga y desplazamiento se registraron automáticamente cada 0.01 segundos.

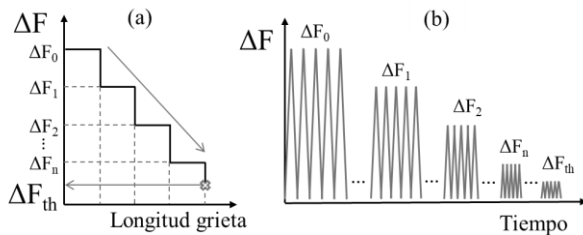


Figura 1. (a) Estrategia de reducción de carga. (b) Diagrama de los ciclos ensayados para cada tramo ΔF , manteniendo R constante en 0.1.

Tabla 3. SIF para cada tramo de reducción de carga y los ciclos de ensayados.

ΔK (MPa $\sqrt{m}$)	6.30	5.67	5.10	4.85	4.61
Ciclos	16k	20k	40k	75k	65k
ΔK (MPa $\sqrt{m}$)	4.38	4.16	3.95	3.75	
Ciclos	70k	70k	90k	80k	

2.3. Configuración de DIC

La adquisición de imágenes se realizó mediante un sistema óptico compuesto por una cámara digital CCD 8-bit 2452x2052 píxeles equipada con un microscopio de larga distancia Questar QM-100 montado sobre un soporte de tres ejes de la misma marca, que proporciona una capacidad de aumento variable. Esta configuración permite obtener un campo de visión de unos 3x2.5 mm² para el seguimiento de la grieta, manteniendo una resolución de 1.25 μm por píxel, siendo suficiente para la localización del vértice de grieta.

El protocolo de adquisición de datos se estableció con una frecuencia de captura variable, adaptada a las diferentes etapas del ensayo de fatiga. Durante la fase inicial, correspondiente a los primeros 76,000 ciclos, se registraron imágenes usando VIC-Snap, tanto en carga máxima como en carga mínima, a intervalos de 1,000 ciclos, permitiendo un seguimiento detallado de las etapas tempranas de iniciación y propagación. Posteriormente, la frecuencia de captura se ajustó a intervalos de 5,000 ciclos hasta la conclusión del experimento, optimizando así el volumen de datos generado mientras se mantiene una resolución temporal adecuada para caracterizar la evolución de la grieta. El posterior procesamiento de las imágenes se realiza en VIC-2D, obteniendo así los mapas de desplazamiento en u_x y u_y .

3. DETERMINACIÓN DEL VÉRTICE DE GRIETA Y LA VELOCIDAD DE CRECIMIENTO

3.1. Método de Medición Visual Asistida

La determinación de la posición del vértice de grieta mediante inspección visual se implementa utilizando el Visor de Imágenes de MATLAB (Image Viewer) como herramienta de análisis. Con este método, el grado de

exposición se regula de forma que la grieta sea más apreciable. Este enfoque permite una evaluación sistemática y documentada del crecimiento de grieta, combinando la capacidad de discriminación del observador humano con las funcionalidades de medición digital.

El procedimiento operativo comprende la identificación manual del vértice de grieta en cada imagen de la secuencia temporal del ensayo. La localización se realiza aprovechando el contraste natural entre la discontinuidad generada por la grieta y el material base, permitiendo determinar las coordenadas del vértice en unidades de píxeles. Esta medición se traduce posteriormente a unidades físicas mediante la calibración espacial correspondiente.

Para garantizar la fiabilidad del método, se establece un protocolo de verificación que incluye: (i) La revisión secuencial de las imágenes para asegurar la coherencia en la evolución del crecimiento, (ii) La confirmación visual de cada punto identificado mediante múltiples observaciones, y (iii) El almacenamiento automático de las coordenadas para minimizar errores de transcripción.

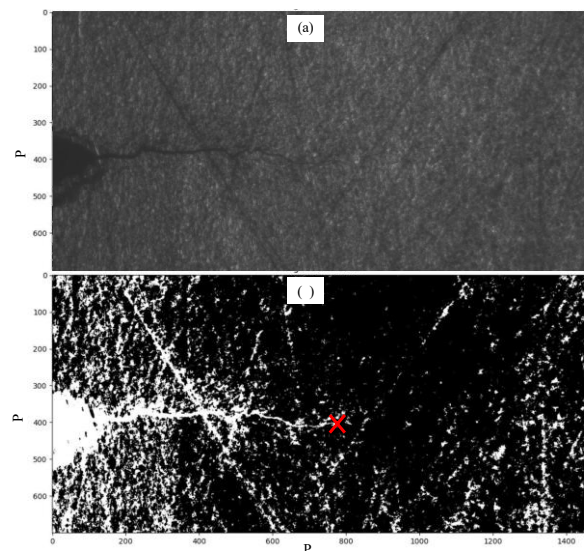


Figura 2. (a) Imagen DIC sin retocar. (b) Imagen DIC retocada cambiando la exposición con el vértice de grieta seleccionado.

Este método, aunque dependiente del criterio del operador, proporciona una base de referencia valiosa para la validación de técnicas automatizadas de detección. La integración del almacenamiento automático de datos reduce la probabilidad de errores humanos en el registro y facilita el procesamiento posterior de la información.

3.2. Método de Intercepción de Líneas

El Método de Intercepción de Líneas (LIM, por sus siglas en inglés) constituye una técnica robusta para la determinación precisa de la posición del vértice de grieta, fundamentándose en el análisis de los gradientes de desplazamiento perpendiculares al plano de propagación. Esta metodología se distingue por su reducida

sensibilidad al ruido local inherente a las mediciones DIC, lo que incrementa la fiabilidad de los resultados obtenidos.

El procedimiento se fundamenta en la definición de líneas paralelas y equidistantes en dirección vertical, aproximadamente perpendiculares a la trayectoria esperada de la grieta. Para cada una de estas líneas de intercepción, se interpola el campo de desplazamientos vertical obtenido mediante DIC. Cuando se aplica la carga máxima, una grieta abierta produce un salto característico en el desplazamiento vertical. Este salto característico se ajusta mediante una función tangente hiperbólica, definida por la expresión (1):

$$(,) = () \cdot \tanh((- ()) \cdot ()) + () \cdot + () \quad (1)$$

donde, para una línea de intercepción fija, $A(x)$ se relaciona con la distancia entre las caras de la grieta, $B(x)$ representa el punto medio entre las caras de la grieta (siendo este el parámetro de interés), $C(x)$ ajusta la pendiente de la curva, $D(x)$ describe la deformación lineal del material base, y $E(x)$ representa un desplazamiento rígido constante.

En el presente estudio, la implementación del método LIM se ha realizado mediante la librería de *Python CrackPy* [15], específicamente a través del módulo *CrackDetectionLineIntercept*. La región de análisis se delimitó en un área rectangular definida entre las coordenadas $x = [-1, 0]$ mm e $y = [-0.5, 0]$ mm, correspondiente a la zona de interés donde se esperaba localizar el vértice de grieta. La densidad de muestreo se estableció mediante un espaciado uniforme de 0.01 mm tanto en dirección x como en y , proporcionando una resolución suficiente para caracterizar adecuadamente la discontinuidad asociada a la grieta.

Un parámetro crítico en la implementación del método es el umbral de deformación equivalente, establecido en un 0.5%, valor que permite discriminar entre el material intacto y la zona afectada por la presencia de la grieta. El radio de estimación del ángulo se fijó en 5.0 mm, determinando así la región considerada para el cálculo de la orientación de propagación. La componente de desplazamiento seleccionada para el análisis fue la vertical (u_y), elección justificada por la naturaleza predominante de modo I del fenómeno estudiado.

La Figura 3 ilustra los resultados obtenidos mediante la aplicación del método LIM a los datos experimentales. Se muestran tres perfiles representativos correspondientes a diferentes distancias respecto al vértice de grieta ($x = -0.5$ mm, $x = -0.2$ mm y $x = -0.1$ mm). Las líneas negras continuas representan los datos experimentales DIC, mientras que las líneas rojas discontinuas corresponden a los ajustes mediante la función tangente hiperbólica. La línea vertical azul discontinua indica la posición del vértice de grieta determinada mediante el algoritmo.

Se observa claramente cómo la magnitud del salto en el desplazamiento disminuye progresivamente a medida que la posición de análisis se aproxima al vértice de grieta, comportamiento que confirma la correcta identificación de la posición del mismo. El perfil más

alejado del vértice (-0.5 mm) exhiben discontinuidades más acentuadas y definidas, mientras que en proximidad al vértice la transición se torna más gradual, consistente con la distribución de tensiones en esta región crítica.

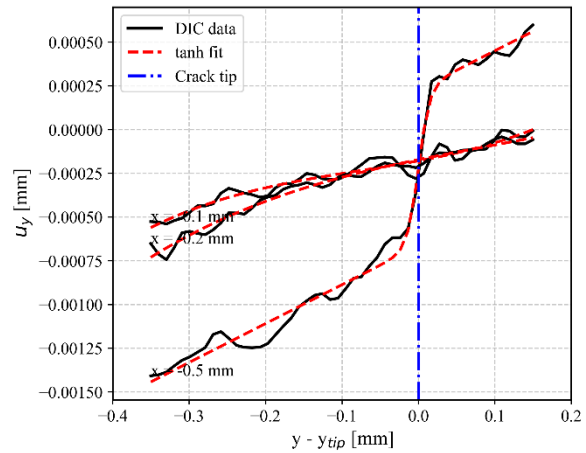


Figura 3. Representación gráfica de LIM.

3.3. Velocidad de crecimiento

La determinación de la velocidad de crecimiento de grieta (da/dN) se realizó siguiendo las directrices establecidas en la norma ASTM E647, la cual proporciona procedimientos estandarizados para la caracterización del comportamiento de materiales bajo condiciones de fatiga. En el presente estudio, se implementó el método del polinomio incremental para el cálculo de la velocidad, utilizando un polinomio de grado $n=11$ para ajustar los datos experimentales de longitud de grieta con respecto al número de ciclos.

El método polinomial, según lo recomendado por la norma, consiste en ajustar localmente un polinomio de grado n a una serie de $2n+1$ puntos consecutivos de datos (a, N). La derivada de este polinomio en el punto central proporciona una estimación de la velocidad de crecimiento de grieta en dicho punto. Esta aproximación permite filtrar el ruido inherente a las mediciones experimentales mientras preserva la tendencia general del comportamiento de la grieta.

4. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Los resultados obtenidos mediante el Método de Intercepción Lineal (LIM) se han comparado con el método tradicional de detección visual del vértice de grieta a partir de imágenes DIC. La Figura 4 muestra la obtención del vértice de grieta usando la detección automática mediante LIM sobre el mapa de tensiones. Comparando esta con la Figura 2 se ve una mejora significativa en la determinación de este parámetro teniendo en cuenta datos físicos como los mapas de desplazamientos y su conversión a tensiones de von Mises. También se puede observar en la Figura 4 los puntos que el algoritmo *CrackDetectionLineIntercept* a estimado como el camino de la grieta, el cual puede usarse para obtener el ángulo de la grieta.

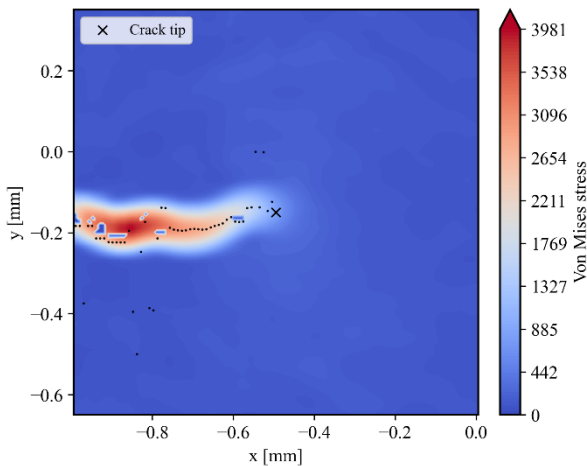


Figura 4. Mapa de tensiones de von Misses con camino de grieta y vértice de grieta estimado por LIM.

La evolución del crecimiento de grieta con respecto al número de ciclos se presenta en la Figura 5. Las curvas muestran una clara correlación entre ambos métodos de medición, validando la precisión del método LIM. Sin embargo, se observan diferencias significativas en la suavidad de las curvas obtenidas. El método visual presenta variaciones abruptas en la determinación de la longitud de grieta, que pueden atribuirse a la subjetividad inherente en la identificación visual del vértice. En contraste, el método LIM proporciona una curva más suave y continua, lo que sugiere una mayor consistencia en la detección del vértice de grieta. Esta mejora en la continuidad de los datos es particularmente relevante para el análisis de fatiga, donde la precisión en la medición del crecimiento de grieta es crucial.

La Figura 6 representa la velocidad de crecimiento de grieta (da/dN) frente al rango del factor de intensidad de tensiones (ΔK), parámetros fundamentales en el análisis de fatiga. Los resultados revelan una diferencia notable en la dispersión de los datos entre ambos métodos. El método visual muestra una mayor dispersión en los valores de velocidad de crecimiento, especialmente en los rangos intermedios y altos de ΔK . En cambio, el método LIM exhibe una dispersión significativamente menor, lo que se traduce en una mejor definición de la relación da/dN - ΔK . Esta reducción en la dispersión es particularmente importante para la determinación precisa de los parámetros de la ley de Paris y otros parámetros de crecimiento de grieta.

La reducción en la dispersión de los datos y la mayor suavidad en las curvas de crecimiento demuestran que el método LIM proporciona una alternativa más robusta y objetiva para la determinación del vértice de grieta en ensayos de fatiga.

Adicionalmente, es importante destacar que la implementación del método LIM no solo mejora la precisión en la determinación del vértice de grieta, sino que también reduce significativamente el tiempo de análisis y elimina la subjetividad inherente al método visual. Como se observa en la Figura 6, la menor dispersión en los datos de velocidad de crecimiento obtenidos mediante LIM permite una caracterización

más precisa del comportamiento del material en diferentes regímenes de propagación. Esta consistencia resulta particularmente valiosa en la región cercana al umbral y en la zona de propagación rápida, donde pequeñas variaciones en la medición pueden conducir a interpretaciones erróneas de los mecanismos de fatiga predominantes.

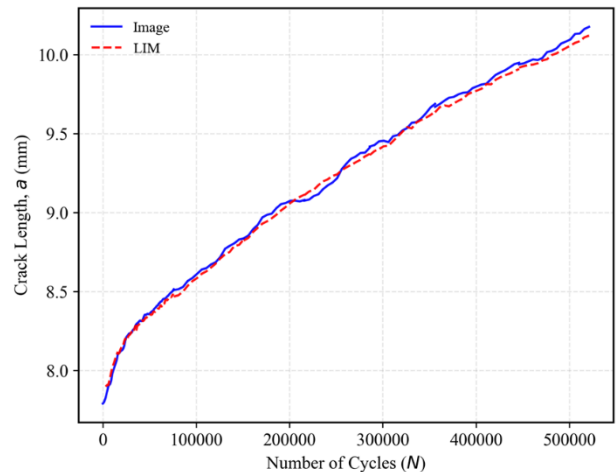


Figura 5. Crecimiento de grieta con respecto a los ciclos de carga usando el método visual y el método LIM.

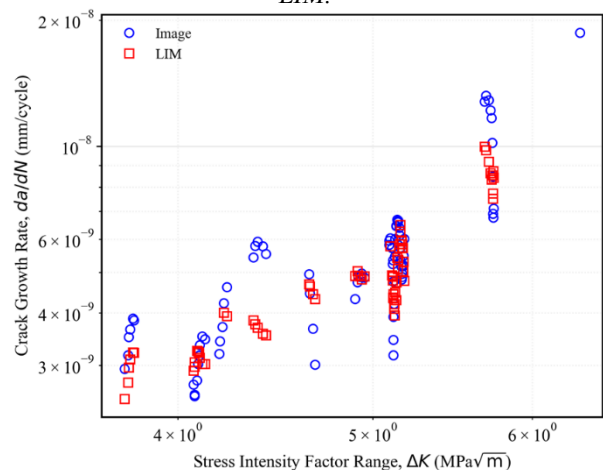


Figura 6. Velocidad de crecimiento con respecto al factor de intensidad de tensiones.

La mejora en la calidad de los datos tiene implicaciones directas en la fiabilidad de los parámetros derivados para modelos predictivos de vida a fatiga. Los coeficientes de la ley de Paris (C y m) determinados a partir de datos LIM presentarán intervalos de confianza más estrechos, lo que se traduce en predicciones más precisas de la vida residual de componentes estructurales. Asimismo, la mayor sensibilidad del método LIM permite capturar con mayor fidelidad las transiciones entre diferentes mecanismos de propagación, como se evidencia en la continuidad de la curva mostrada en la Figura 5. Esta capacidad resulta esencial para materiales que exhiben comportamientos complejos de propagación, como los micromecanismos de cierre de grieta o las interacciones con características microestructurales. La automatización

y objetividad que proporciona el método LIM lo convierte en una herramienta particularmente valiosa para el desarrollo de nuevos materiales y aleaciones con comportamiento mejorado frente a fatiga, donde la precisión en la caracterización es fundamental para establecer correlaciones válidas entre microestructura y propiedades.

5. CONCLUSIONES

El presente estudio demuestra que el Método de Intercepción Lineal (LIM) ofrece ventajas significativas frente a los métodos tradicionales de inspección visual para la determinación del vértice de grieta en ensayos de fatiga. A partir de los resultados obtenidos, se pueden extraer las siguientes conclusiones:

- El método LIM proporciona una determinación más precisa y objetiva del vértice de grieta que la inspección visual.
- La implementación mediante CrackPy automatiza el procesamiento de datos, reduciendo tiempo de análisis y eliminando subjetividad.
- El método LIM reduce la dispersión en las mediciones de da/dN frente a ΔK , mejorando la caracterización del comportamiento del material.
- La técnica demuestra robustez frente al ruido experimental en datos DIC.
- El método permite determinar simultáneamente la posición del vértice y la trayectoria de la grieta.

AGRADECIMIENTOS

Los autores quieren agradecer el siguiente apoyo financiero: «Programa Operativo FEDER de la Junta de Andalucía (España) - subvención de referencia UMA18-FEDERJA-250. Esta investigación fue apoyada por una beca FPU (Formación de Profesorado Universitario) del Ministerio de Ciencia e Innovación (MCINN) de España al segundo autor (FPU23-03834).

REFERENCIAS

- [1] M. Mokhtarishirazabad, *Estudios de propagación de grietas mediante correlación de imágenes y mecánica de la fractura*, Universidad de Málaga, 2019.
- [2] J.D. Carroll, W. Abuzaid, J. Lambros, H. Sehitoglu, *High resolution digital image correlation measurements of strain accumulation in fatigue crack growth*, International Journal of Fatigue. 57 (2013) 140–150.
- [3] L. Dellenbaugh, X. Kong, H. Al-Salih, W. Collins, C. Bennett, J. Li, E.J. Sutley, *Development of a Distortion-Induced Fatigue Crack Characterization Methodology Using Digital Image Correlation*, Journal of Bridge Engineering. 25 (2020).
- [4] T. Chen, M. Ye, C. Yao, Z. Xiao, *Fatigue behavior and digital image correlation monitoring of steel plates with mixed-mode edge cracks repaired with CFRP materials*, Composite Structures. 304 (2023) 116408.
- [5] H.L. Gao, S.S. Shen, Y. Yun, *Fatigue Crack Length Real Time Measurement Method Based on Camera Automatically Tracking and Positioning*, Applied Mechanics and Materials. 130–134 (2011) 3111–3118.
- [6] P. Lopez-Crespo, A. Shterenlikht, E.A. Patterson, P.J. Withers, J.R. Yates, *The stress intensity of mixed mode cracks determined by digital image correlation*, Journal of Strain Analysis for Engineering Design. 43 (2008) 769–780.
- [7] J. Shuai, J. Zhao, L. Lei, *Simple crack tip and stress intensity factor determination method for model I crack using digital image correlation*, Theoretical and Applied Fracture Mechanics. 122 (2022) 103621.
- [8] G. Broggi, J. Cugnoni, V. Michaud, *Implementation and parametric study of J-integral data reduction methods for the translaminar toughness of hierarchical thin-ply composites*, Engineering Fracture Mechanics. 282 (2023) 109169.
- [9] J. Corcoran, C.M. Davies, P. Cawley, P.B. Nagy, *A Quasi-DC Potential Drop Measurement System for Material Testing*, IEEE Transactions on Instrumentation and Measurement. 69 (2020) 1313–1326.
- [10] *Acoustic Emission of Metallic Specimen with Surface Defect During Fatigue Crack Growth*, in: 2021: pp. 95–104.
- [11] X. Cheng, S. Zhou, T. Xing, Y. Zhu, S. Ma, *Solving digital image correlation with neural networks constrained by strain-displacement relations*, Optics Express. 31 (2023) 3865.
- [12] B. Moreno, *An experimental analysis of fatigue crack growth under random loading*, International Journal of Fatigue. 25 (2003) 597–608.
- [13] P. Lopez-Crespo, B. Moreno, A. Lopez-Moreno, J. Zapatero, *Characterisation of crack-tip fields in biaxial fatigue based on high-magnification image correlation and electro-spray technique*, International Journal of Fatigue. 71 (2015) 17–25.
- [14] B. Moreno, A. Martin, P. Lopez-Crespo, J. Zapatero, J. Dominguez, *Estimations of fatigue life and variability under random loading in aluminum Al-2024T351 using strip yield models from NASGRO*, International Journal of Fatigue. 91 (2016) 414–422.
- [15] T. Strohmman, D. Melching, F. Paysan, A. Klein, E. Dietrich, G. Requena, E. Breitbarth, *Crack Analysis Tool in Python - CrackPy*, (2022).

DETERMINACIÓN DEL COMPORTAMIENTO A FATIGA A BAJO NÚMERO DE CICLOS DE POLIAMIDA 12 PROCESADA MEDIANTE SINTERIZADO SELECTIVO POR LÁSER

A.J. Cano^{1*}, A. Salazar^{1,2}, J. Rodríguez^{1,2}

¹Grupo de Durabilidad e Integridad Mecánica de Materiales Estructurales.
Escuela Superior de Ciencias Experimentales y Tecnología. Universidad Rey Juan Carlos.
C/ Tulipán s/n, 28933 Móstoles-España

²Instituto de Investigación de Tecnologías para la Sostenibilidad (ITPS)
Universidad Rey Juan Carlos

* Persona de contacto: alberto.cano@urjc.es

RESUMEN

La presencia cada vez más elevada de polímeros en aplicaciones estructurales anteriormente reservadas para metales hace necesaria la caracterización de su comportamiento a fatiga en especial en régimen de bajo número de ciclos. La poliamida 12 (PA-12) ocupa la mayor parte del mercado de la técnica de fabricación aditiva de Sinterizado Selectivo por Láser (SLS, Selective Laser Sintering) por poseer excelentes propiedades mecánicas y térmicas. No obstante, su caracterización a fatiga se ha centrado en régimen de alto número de ciclos, apenas existiendo información sobre su respuesta a bajo número de ciclos, donde el efecto de la respuesta no lineal es prácticamente desconocido. Por ello, el objetivo principal de este trabajo es evaluar la respuesta de la PA-12 reforzada con microesferas de vidrio y fabricada mediante SLS en condiciones de bajo número de ciclos y obtener la curva tensión deformación cíclica, que será comparada con las resultantes de ensayos monótonos a tracción y a compresión.

PALABRAS CLAVE: curva tensión-deformación cíclica, fatiga a bajo número de ciclos, polímeros procesados por fabricación aditiva, poliamida 12.

ABSTRACT

The increasing presence of polymers in structural applications previously reserved for metals makes necessary the characterization of the fatigue behavior of these materials in low cycle regime. Although polyamide 12 (PA-12) occupies the largest share of the market in additive manufacturing techniques such as Selective Laser Sintering (SLS) due to its excellent mechanical and thermal properties, its fatigue characterization has focused on high cycle regime, with little information existing on the response of these materials in low cycle fatigue where the non-linear response due to phenomena such as plasticity, viscoplasticity, Bauschinger effect, etc., is practically unknown. Therefore, the main objective of this work is to evaluate the response of PA-12 reinforced with glass beads and manufactured using SLS under low cycle fatigue and to obtain the cyclic stress-strain curve, which will be compared with those resulting from monotonous tensile and compressive tests.

KEYWORDS: cyclic stress-strain curve, low cycle fatigue, polymers processed by additive manufacturing, polyamide 12.

1. INTRODUCCIÓN

La poliamida 12 es un termoplástico ingenieril ampliamente extendido, especialmente en el sector de la fabricación aditiva, y utilizado en aplicaciones estructurales anteriormente reservadas únicamente a los metales. Algunos ejemplos típicos de aplicación son engranajes, palas de rotor, cojinetes etc [1]. Las poliamidas, especialmente las reforzadas, también se han destacado de otros polímeros de alto rendimiento en las industrias automotriz y aeroespacial por su bajo coste, fácil procesado, alta resistencia química y mecánica [2]. Debido al enorme interés que despiertan estos materiales, el análisis del fenómeno de fatiga en la poliamida ha sido bastante estudiado. Avazni et al [3] analizaron el

comportamiento a fatiga de piezas entalladas de PA-12 procesada por la técnica de fabricación aditiva Multi Jet Fusion y Salazar et al [4-6] investigaron el comportamiento mecánico y a fatiga de PA-12 sin refuerzo y con refuerzo de microesferas de vidrio procesadas por Sinterizado Selectivo por Láser. No obstante, todas las investigaciones están limitados a fatiga en régimen de alto número de ciclos (HCF, High Cycle Fatigue).

Los componentes estructurales en diferentes aplicaciones ingenieriles van a estar sometidos a cargas cíclicas durante su vida en servicio que puede provocar fallos por fatiga. Por ello, predecir el fallo por fatiga es necesario durante el diseño de un componente estructural. Cuando

estos componentes están fabricados con materiales poliméricos, es bien conocido que se emplean modelos desarrollados y validados en metales para realizar las predicciones. Es cierto que cuando los componentes trabajan en régimen de alto número de ciclos (HCF), los modelos de predicción de vida a fatiga pueden funcionar tanto para metales como para otro tipo de materiales [3-6]. No obstante, es incierto y está bastante inexplorado si los modelos de predicción de fallo en fatiga en régimen de bajo número de ciclos (LCF, Low Cycle Fatigue) desarrollados para metales siguen siendo válidos para el diseño de componentes estructurales realizados de materiales poliméricos. Aunque hoy en día, son aún escasos los componentes estructurales fabricados de materiales poliméricos que trabajen en régimen de bajo número de ciclos debido en parte a su bajo límite elástico en comparación con los metales, los avances conseguidos en el desarrollo y fabricación de materiales blandos con la proliferación de las técnicas de fabricación aditiva, hace imprescindible entender el comportamiento a fatiga de estos materiales en régimen LCF. Por ello, el objetivo de este trabajo es analizar el comportamiento a fatiga en régimen LCF de la PA-12 reforzada con microesferas de vidrio fabricada por la técnica de fabricación aditiva de Sinterización Selectiva por Láser (SLS, Selective Laser Sintering). Los ensayos se realizaron en amplitud de deformación constante a una relación de deformaciones, $R=-1$, para obtener la curva tensión-deformación cíclica, la cual será comparada con la curva tensión-deformación obtenida a partir de ensayos monótonos.

2. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

2.1. Materiales

El material objeto de estudio fue la PA-12 reforzada con microesferas de vidrio procesada por la técnica de fabricación aditiva SLS y por la empresa Prodintec, España. De partida, se utilizó el polvo comercial denominado PA3200 formado por polvo de PA12 con un tamaño comprendido entre 40 y 90 μm y reforzado con un 40 wt% de microesferas de vidrio con un tamaño promedio de 60 μm . Los detalles asociados a la fabricación pueden encontrarse en [5, 7].

Las propiedades físicas y las propiedades térmicas medidas mediante las técnicas de calorimetría diferencial de barrido (DSC, Differential Scanning Calorimetry) y análisis dinamo-mecánico (DMA, Dynamic Mechanical Analysis) se recogen en la Tabla 1. Además, los diagramas térmicos obtenidos mediante DMA se muestran en la Figura 1. Los detalles de su determinación pueden encontrarse en [5, 7].

Tabla 1. Densidad, ρ , y porcentaje de porosidad, y las propiedades térmicas obtenidas por DSC y DMA [5].

ρ (g/cm ³)	Porosidad (%)	DSC				DMA	
		T_g (°C)	T_c (°C)	T_f (°C)	χ (%)	T_α (°C)	T_β (°C)
1,3003 $\pm$ 0,0004	2,8	56,1	140,3	183,3	21,7	60,2	-62,7

La densidad de la PA-12 reforzada es de 1,34 g/cm³, por lo que el porcentaje de porosidad fue del 2,8 %. Esta porosidad es atribuible únicamente al procedimiento de fabricación. En cuanto a la información térmica obtenida del análisis DSC, sólo se observó un pico de fusión, T_f , alrededor de 183 °C, perteneciente a la fase cristalina γ de PA12 [8], mientras que el pico de cristalización, T_c , coincidió con ~ 140 °C. El porcentaje de cristalinidad, χ , fue de alrededor del 20%, bastante inferior que lo habitualmente encontrado en la PA-12 sin refuerzo debido a que las partículas duras como las microesferas deben inducir una nucleación heterogénea y, por tanto, más imperfecta afectando negativamente a la cristalinidad. Tanto el DSC como el DMA detectaron la transición vítrea, T_g o T_α , en ~ 60 °C, pero además, con el análisis DMA se confirmó la existencia de otro pico a bajas temperaturas, alrededor de -60 °C, relacionado con otro modo de relajación, conocido como temperatura de transición β , T_β [9].

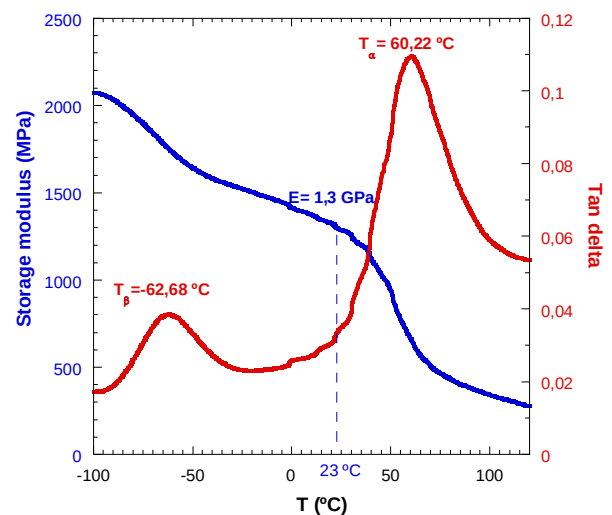


Figura 1. Termograma obtenido por DMA [5].

El termograma de la Figura 1 mostró la evolución del módulo de almacenamiento y la tan delta a partir de la cual se obtuvieron las temperaturas de transición. El módulo de almacenamiento a 23°C fue de 1,3 GPa para una frecuencia de oscilación de 1 Hz.

2.2. Caracterización mecánica

La caracterización mecánica consistió en la realización de ensayos de tracción y de compresión siguiendo las normas ASTM D638 y ASTM D695, respectivamente. Para los ensayos de tracción se utilizaron probetas tipo halterio con las dimensiones nominales mostradas en la Figura 2, mientras que para los ensayos de compresión se utilizaron paralelepípedos con dimensiones

12.7x12.7x50.8 mm³. Todos los ensayos se realizaron en control de desplazamiento en la máquina universal de ensayos mecánicos MTS Alliance RF/100. Para los ensayos de tracción se empleó una célula de carga de 5 kN y una velocidad de desplazamiento de 5 mm/min, mientras que para los ensayos de compresión se utilizó una célula de carga de 100 kN y una velocidad de 1,3 mm/min. Se utilizó la técnica de la Correlación Digital de Imágenes haciendo uso de un videoextensómetro VIC 3D para determinar el campo de desplazamientos y de deformaciones. Debido a la posible anisotropía introducida por la técnica de fabricación, los ensayos se realizaron con la dirección de la fuerza aplicada paralela a la orientación de las capas de crecimiento o deposición.

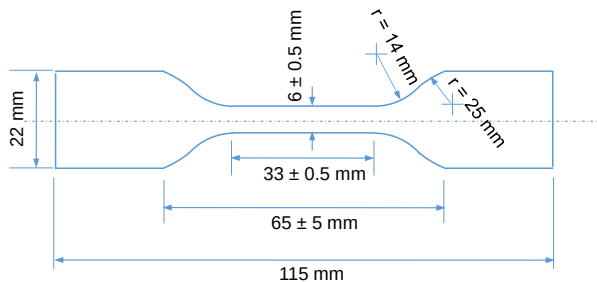


Figura 2. Dimensiones de la probeta para los ensayos de tracción con un espesor de 4 mm.

2.3. Caracterización a fatiga

Los ensayos de fatiga en régimen de bajo número de ciclos se realizaron tomando como referencia la norma ASTM E606. Las probetas utilizadas fueron de tipo halterio pero con las dimensiones mostradas en la Figura 3.

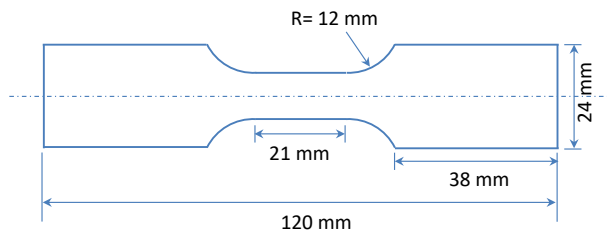


Figura 3. Dimensiones de la probeta para los ensayos de fatiga a bajo número de ciclos siendo el espesor de 6 mm.

Los ensayos se realizaron en una máquina universal de ensayos mecánicos axial-torsional MTS Bionix con una célula de carga de 15 kN utilizando un extensómetro MTS 634-31F-24. Los ensayos se realizaron en amplitud de deformación constante a $R=-1$, imponiendo una onda de deformación triangular a una velocidad de 0.4 mm/s, y hasta rotura. De nuevo la orientación de la fuerza aplicada fue paralela a la orientación de las capas de crecimiento mediante SLS.

3. RESULTADOS

3.1. Propiedades mecánicas

La Figura 4 muestra las curvas tensión (σ) – deformación (ϵ) representativas obtenidas a partir de ensayos de tracción y compresión y la tabla 2 recoge las propiedades mecánicas obtenidas de los ensayos. Es importante mencionar que los ensayos de compresión se pararon antes de alcanzar la rotura del material.

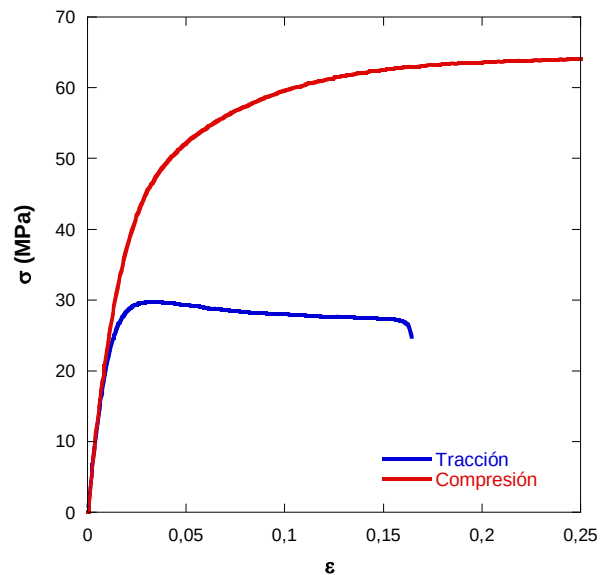


Figura 4. Curvas representativas tensión (σ) – deformación (ϵ) obtenidas a partir de ensayos de tracción (azul) y de compresión (rojo).

Lo más representativo de las curvas características es la asimetría observada entre las respuestas a tracción y a compresión bajo cargas monótonas, un efecto mucho más acusado en el caso de materiales compuestos y con una orientación preferente como los estudiados en este trabajo [10-12].

Tabla 2. Propiedades mecánicas como el módulo elástico, E , coeficiente de Poisson, ν , resistencia a tracción, σ_T (*tensión de cedencia en compresión definida al 2% de deformación permanente [10]), y deformación a rotura, ϵ_R .

	Tracción	Compresión
E (GPa)	2.43 ± 0.03	2.1 ± 0.1
ν	0.35 ± 0.01	0.40 ± 0.03
σ_T (MPa)	29.3 ± 0.4	$52.0 \pm 0.6^*$
ϵ_R (%)	15.2 ± 1.4	-

Como puede observarse, la capacidad resistente a compresión es mucho más elevada que a tracción, llegando incluso a ser más del doble. No obstante, las propiedades elásticas como el módulo elástico o el coeficiente de Poisson no diferían en exceso. El módulo en compresión fue entre un 10% y un 20% inferior al de

Tabla 3. Propiedades las curvas tensión-deformación de los ciclos en régimen estacionario: rigidez obtenida de la descarga a compresión, E_C , rigidez obtenida de la descarga a tracción, E_T , relación entre rigideces, $\frac{E_C}{E_T}$, tensión mínima, σ_{min} , tensión máxima, σ_{max} , relación entre picos de tensión, $\sigma_{min}/\sigma_{max}$, y energía disipada obtenida como el área encerrada en el ciclo de histéresis, ϖ_{dis} .

$\frac{\Delta\varepsilon}{2}$	E_C (GPa)	E_T (GPa)	$\frac{E_C}{E_T}$	σ_{min} (MPa)	σ_{max} (MPa)	$\sigma_{min}/\sigma_{max}$	ϖ_{dis} (MPa)
0.015	2,34	1,11	2,1	-24,1	17,6	-1,37	0,124
0.02	$1,97 \pm 0,03$	$0,845 \pm 0,002$	2,3	-25 ± 2	$18,0 \pm 0,5$	-1,39	$0,22 \pm 0,01$
0.0225	$2,03 \pm 0,03$	$0,90 \pm 0,03$	2,3	-31 ± 6	$17,0 \pm 0,7$	-1,82	$0,30 \pm 0,04$
0.25	$2,02 \pm 0,08$	$0,82 \pm 0,07$	2,7	-29 ± 2	$16,8 \pm 0,1$	-1,72	$0,32 \pm 0,01$
0.38	1,62	0,84	1,9	-31,7	18,6	-1,7	0,598

tracción y el coeficiente de Poisson en compresión alrededor de un 10% inferior al de tracción (Tabla 2).

3.2. Comportamiento a fatiga

Los ensayos de fatiga a $R=-1$ o en deformación reversible se realizaron para valores de deformación próximos a la deformación asociada a la tensión de cedencia en tracción del material ($\varepsilon=0.03$). En concreto, se realizaron ensayos para una amplitud de deformación, $\frac{\Delta\varepsilon}{2}$, de 0,015, 0,02, 0,0225, 0,025 y 0,038. La Figura 4 muestra las curvas tensión – deformación de los ciclos en régimen estacionario (alcanzado alrededor del 10% de la vida en fatiga), caracterizadas por: (1) presencia de histéresis, (2) respuestas a tracción y a compresión asimétricas.

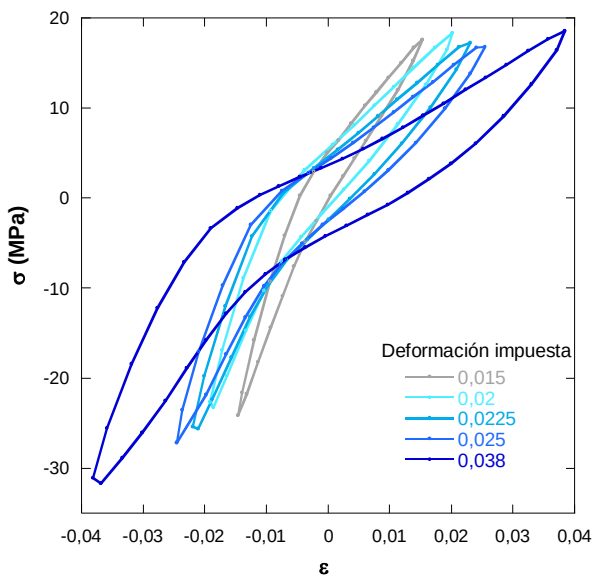


Figura 4. Curvas tensión (σ) - deformación (ε) en régimen estacionario (aproximadamente al 10% de la vida en fatiga de las probetas).

La Tabla 3 recoge las rigideces obtenidas de las descargas en tracción, E_T , y compresión, E_C , respectivamente, la relación entre ambas rigideces, los valores de la tensión máxima, σ_{max} , y mínima, σ_{min} , la relación entre tensiones y la densidad de energía

disipada, ϖ_{dis} , obtenida como el área encerrada en la curva tensión-deformación. Es importante señalar que estos materiales no tienen una descarga completamente recta debido al carácter dependiente del tiempo, aunque los datos de E_T y E_C se obtuvieron de un ajuste lineal de los datos de la descarga. En primer lugar, la rigidez a tracción en régimen cíclico es mucho menor que en el caso monótono, casi la mitad, mientras que la rigidez a compresión es análoga a la obtenida de los ensayos monótonos. En segundo lugar, la rigidez a compresión en régimen cíclico es aproximadamente el doble que a tracción. Esto unido a que la tensión mínima es muy superior a la máxima indica principalmente que el daño en tracción es mucho más elevado que en compresión. Este comportamiento también fue observado por Durjava et al [13] en PA-66 con y sin refuerzo. Por último, la densidad de energía disipada aumenta con la amplitud de deformación impuesta.

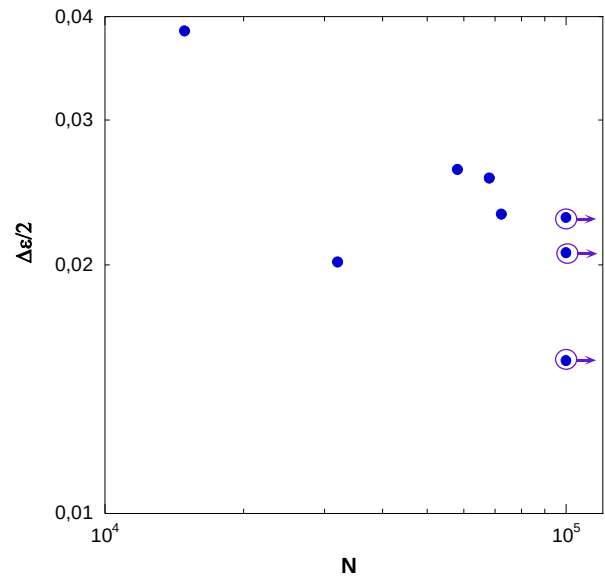


Figura 5. Curvas $\frac{\Delta\varepsilon}{2} - N$ con $O \rightarrow$ indica que esos ensayos no llegaron a romper tras 10^5 ciclos.

La Figura 5 muestra la curva $\frac{\Delta\varepsilon}{2}$ vs N donde $O \rightarrow$ indica que esos ensayos no llegaron a romper tras 10^5 ciclos.

Como puede apreciarse, la dispersión es bastante relevante.

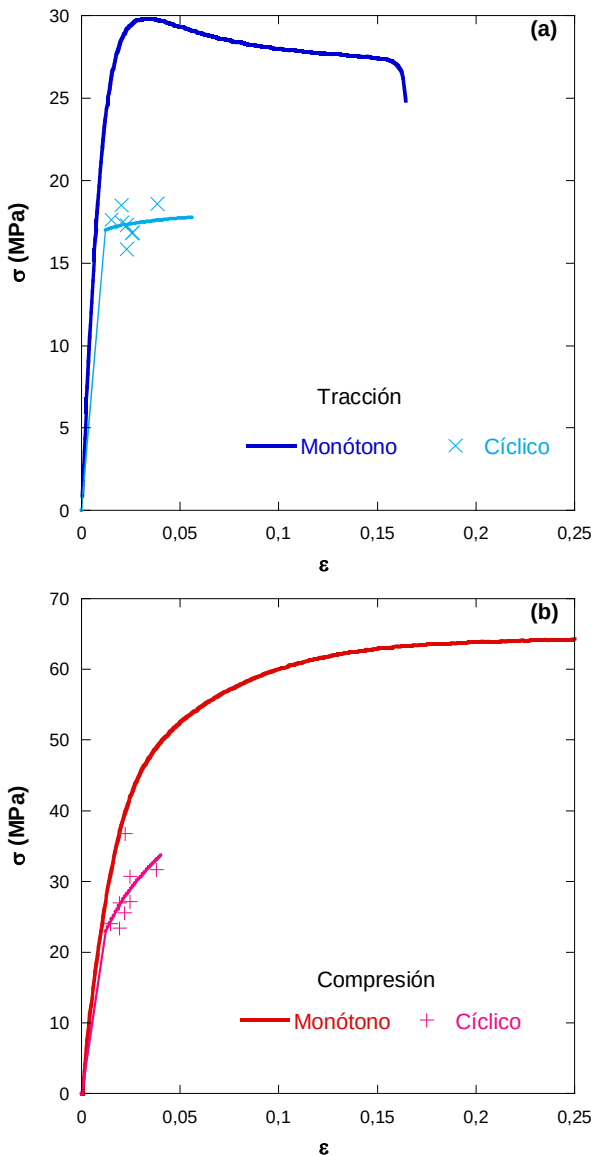


Figura 6. Curvas tensión (σ) - deformación (ϵ) monótonas y cíclicas en (a) tracción y (b) compresión.

Las Figuras 6a y 6b muestran las curvas tensión-deformación monótonas y cíclicas en tracción y compresión, respectivamente. Como puede apreciarse, existe un claro ablandamiento cíclico tanto para tracción como compresión. En ambos casos, la capacidad resistente cíclica es aproximadamente la mitad que la monótona.

4. CONCLUSIONES

En este trabajo se ha estudiado el comportamiento a fatiga en régimen de bajo número de ciclos y bajo deformación reversible de la poliamida 12 reforzada con un 40 wt% de microesferas de vidrio fabricada mediante la técnica de fabricación aditiva Sinterizado Selectivo por

Láser. La dirección de aplicación de la carga fue paralela a la orientación de las capas de deposición.

Los ensayos monótonos realizados revelaron una importante asimetría entre el comportamiento a tracción y a compresión, con una mayor capacidad resistente en compresión. Los parámetros elásticos como el módulo elástico y el coeficiente de Poisson no presentaron diferencias tan significativas, con valores ligeramente inferiores en compresión.

Los ensayos a fatiga a $R=-1$ se realizaron imponiendo deformaciones en el entorno de la deformación asociada a la tensión de cedencia en tracción. Los ciclos de fatiga alcanzaron un régimen estacionario tras aproximadamente el 10% de la vida en fatiga, con ciclos de histéresis mayores cuanto mayor era la deformación impuesta. En régimen cíclico, los datos de compresión se caracterizaron por mayor rigidez y resistencia que los correspondientes a tracción. Se determinó la curva tensión-deformación cíclica y al compararse con la monótona se obtuvo un claro ablandamiento cíclico tanto en tracción como en compresión.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecer al Ministerio de Ciencia Innovación y universidades por la financiación a través del proyecto PID2022-140868OB-I00 y a la Universidad Rey Juan Carlos por la financiación a través de los proyectos del programa propio COLDPLASTICS y M3730 del programa IMPULSO 2024.

REFERENCIAS

- [1] M.Y. Kondo, L. Montagna, G. Morgado, A. Castilho, L. Batista, E. Botelho, M. Costa, F. Passador, M. Rezende, M. Ribeiro, Recent advances in the use of polyamide-based materials for the automotive industry, *Polímeros* 32 (2022): e2022023
- [2] A.J. Cano, A. Salazar, J. Rodríguez, Structural integrity of polymers processed by additive manufacturing techniques using residual strength diagrams. *Theoretical and Applied Fracture Mechanics* 134 (2024): 104727.
- [3] A. Avanzini, D. Battini, S. Pandini, Static and fatigue behavior in presence of notches for polyamide 12 (PA12) additively manufactured via Multi Jet Fusion™ process. *International Journal of Fatigue* 161 (2022): 106912.
- [4] A. Salazar, A.J. Cano, J. Rodríguez, Mechanical and fatigue behaviour of polyamide 12 processed via injection moulding and selective laser sintering. Analysis based on Kitagawa-Takahashi diagrams. *Engineering Fracture Mechanics* 275 (2022): 108825.

- [5] A.J. Cano, A. Salazar, J. Rodríguez, Effect of temperature on the fracture behavior of polyamide 12 and glass-filled polyamide 12 processed by selective laser sintering, *Engineering Fracture Mechanics* 203 (2018): 66-80.
- [6] A. Salazar, A.J. Cano, J. Rodríguez, Fatigue life assessment of polyamide 12 processed by selective laser sintering. Damage modelling according to fracture mechanics, *Rapid Prototyping Journal* 28 (2022): 814-823.
- [7] A.J. Cano, Fatigue behaviour of polyamide 12 processed by Selective Laser Sintering. Tesis doctoral, 2022. Universidad Rey Juan Carlos.
- [8] H. Zarringhalam, N. Hopkinson, N.F. Kamperman, J.J. de Vlieger, Effects of processing on microstructure and properties of SLS Nylon 12. *Materials Science and Engineering A* 435-436 (2006): 172-80.
- [9] S. Fakirov. Handbook of Condensation Thermoplastic Elastomers. Wiley VHC; 2006.
- [10] I.M. Ward, J. Sweeney, Mechanical properties of solid polymers, 2013, 3^{er} edición. Wiley.
- [11] R.A. Duckett, I.M. Ward, A.M. Zihlif, Direct measurements of the reverse stress asymmetry in the yielding of anisotropic polypropylene. *Journal of Materials Science* 7 (Letters) (1972): 480-482.
- [12] D.J.A. Senden, J.A.W. van Dommelen, L.E. Govaert, Strain hardening and its relation to Bauschinger effects in oriented polymers. *Journal of Polymer Science Part B: Polymer Physics* 48 (2010): 1483.
- [13] A. Durjava, M Nagode, D. Šeruga. Applicability of memory rules during cyclic stress-strain response of polymers PA6 and PA66 GF30. *Materials Today Communications* 35 (2023) 106342.