Revista Española de MECÁNICA DE LA FRACTURA

ISSN: 2792-4246

Volumen 12
Julio 2026

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

Fotografía titulada “Winter is coming”, autora Marta Palacios Fernández de la Fundación ITMA. 1er premio del concurso de Fotografía Científica organizado en la edición del año 2014 correspondiente al 31 Congreso del Grupo Español de Fractura celebrado en San Lorenzo de El Escorial del 2 al 4 de abril de 2014.

Esta edición de la REVISTA ESPAÑOLA DE MECÁNICA DE LA FRACTURA contiene las comunicaciones presentadas en el 42 Congreso del Grupo Español de Fractura GEF2026. Todos los textos de dichas ponencias se encuentran publicados en los volúmenes 11 y 12 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:

Alicia SALAZAR LOPEZ (Presidenta)

Beatriz SANZ MERINO (Secretaria)

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.

Las publicaciones en 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 si 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 los derechos legales del autor, como el derecho moral o las excepciones de uso justo.

Revista Española de MECÁNICA DE LA FRACTURA
Volumen 12 –Julio 2026
ISSN: 2792-4246
Editado por la Sociedad Española de Integridad Estructural - Grupo Español de Fractura SEIE-GEF

PRESENTACIÓN

Los volúmenes 11 y 12 de la *Revista Española de Mecánica de la Fractura* recoge las comunicaciones presentadas en el Congreso Español de Fractura, correspondiente a su 42ª edición, celebrado del 11 al 13 de marzo de 2026 en el Hospital San Carlos, situado en el campus de Aranjuez de la Universidad Rey Juan Carlos.

Desde hace más de cuarenta años, los congresos organizados por la Sociedad Española de Integridad Estructural – Grupo Español de Fractura (SEIE-GEF) se han consolidado como un punto de encuentro fundamental para investigadores y profesionales dedicados al estudio de la fatiga, la fractura y la integridad estructural. En esta edición, el congreso contó con la participación de 110 asistentes, lo que pone de manifiesto la vitalidad y el interés continuado de la comunidad científica. El programa técnico incluyó 82 comunicaciones orales y 10 comunicaciones en formato póster, reflejo de la calidad, diversidad y actualidad de las líneas de investigación desarrolladas en este ámbito.

Durante el congreso tuvo lugar la entrega de la Medalla de la Sociedad, que en esta ocasión fue otorgada a Emilio Martínez Pañeda, joven investigador con una trayectoria científica sobresaliente y que desarrolla actualmente su labor en la Universidad de Oxford. Este reconocimiento destaca no solo la excelencia de sus aportaciones a la Mecánica de la Fractura, sino también su proyección y reconocimiento internacional.

La organización del congreso fue posible gracias al compromiso y esfuerzo de los organizadores locales, Alicia Salazar y Jesús Rodríguez, quienes contaron con el apoyo fundamental de los miembros del Grupo de Investigación de Durabilidad e Integridad Mecánica de Materiales Estructurales. En particular, merece una mención especial la colaboración de Mario Martínez, Alberto Cano y Andrés Montoya, cuya dedicación y trabajo resultaron clave para el correcto desarrollo del evento.

En el marco del congreso se celebraron asimismo las elecciones a la Presidencia de la Sociedad, resultando elegida Alicia Salazar López, hasta entonces Secretaria de la SEIE-GEF. En este relevo, se quiere expresar un sincero agradecimiento al presidente saliente, Francisco Gálvez Díaz-Rubio, por su excelente labor al frente de la sociedad, así como por su generosidad, cercanía y la facilidad de trabajo que ha caracterizado su etapa.

Igualmente, es importante reconocer el trabajo imprescindible de todos los miembros de la Junta Directiva, formada por Sergio Cicero, Gonzalo Ruiz, Orlando Santana, Carlos Navarro y Miriam Lorenzo, así como del tesorero Jon Ander Esnaola, cuyo esfuerzo continuado hace posible la actividad y el buen funcionamiento de la sociedad. Finalmente, se da la bienvenida a Beatriz Sanz Merino, que asumirá a partir de ahora el cargo de Secretaria de la Sociedad, con el convencimiento de que su incorporación será una valiosa aportación a esta nueva etapa.

Con este volumen, la *Revista Española de Mecánica de la Fractura* vuelve a poner de manifiesto el dinamismo y la solidez de la comunidad científica que integra la SEIE-GEF, así como su compromiso continuo con el avance y la difusión del conocimiento en el ámbito de la integridad estructural.

Alicia Salazar López
Presidenta de la Sociedad Española de Integridad Estructural – Grupo Español de Fractura

Fotografía de los asistentes al 42 congreso del Grupo Español de Fractura celebrado en el Hospital San Carlos, campus de la Universidad Rey Juan Carlos, en Aranjuez, del 11 al 13 de marzo de 2026

ÍNDICE (Volumen 12)

FRACTURA DE MATERIALES METÁLICOS 1

Micromecanismos de deterioro de cordones de acero trefilado en vigas de puente de hormigón postensado.
U. L. Fernández, J. A. Álvarez, F. Gutiérrez-Solana 3

Difusividad, atrapamiento y fragilización por hidrógeno en un acero C-Mn de alta resistencia: influencia de las intercaras ferrita/cementita.
M. Bueno, D. R. Galán-Rivera, I. Fernández-Pariente, L. B. Peral 9

Influencia de los defectos en el comportamiento mecánico de vainas de combustible nuclear avanzado sometidas al ensayo de compresión diametral.
M. Cristóbal Beneyto, J. Ruiz Hervías 15

Comportamiento mecánico y fallo de soldaduras láser autógenas a tope y en esquina para uniones en prolongación de láminas de acero solapadas.
M. Iordachescu, A. Valiente, M. de Abreu, P. Santos 21

Geometría de probeta y expresiones para la estimación de parámetros en fractura mediante ensayos small punch según norma EN-10371.
A. Fernández, B. Arroyo, J. A. Álvarez, F. Gutiérrez-Solana, S. Pérez 27

Influencia de la orientación de fabricación en la porosidad y su impacto directo en la velocidad de crecimiento de grieta en acero 18Ni300 LPBF.
P. M. Cerezo, J. A. Aguilera, A. S. Cruces, B. Moreno, P. Lopez-Crespo 33

Fragilización por hidrógeno del acero inoxidable dúplex 2205: influencia de la microestructura en el proceso de daño.
L. B. Peral, A. Díaz, R. Rodríguez-Aparicio, V. Arniella, M. Bueno, J. M. Alegre, I. I. Cuesta 39

Metodología COSME para la evaluación de integridad estructural de contenedores de transporte de combustible gastado.
S. Cicero, S. Arrieta, A. Palacio, V. Madrazo, E. Gómez-Poncela 45

Caracterización mecánica y microestructural del acero inoxidable 316L fabricado mediante deposición de energía dirigida por láser.
P. Santos, A. Camacho, M. A. Montealegre, P. Álvarez 51

FRACTURA DE MATERIALES POLIMÉRICOS Y COMPOSITES 57

Fabricación y comportamiento a fractura de propulsantes sólidos HTPB/Aluminio/Perclorato amónico.
D. Chimeno, M. Martínez, A. Salazar, R. López, J. Rodríguez 59

Estudio de la propagación de grietas por fatiga en hidrogeles de doble red poliacrilamida-alginato.
M. Martínez, A. J. Cano, A. Salazar, J. Rodríguez 65

Representatividad de los análisis planos en la iniciación del fallo en la interfaz fibra-matriz en materiales compuestos.
I. G. García, A. Quintanas-Corominas 71

Influencia del refuerzo de fibra en el comportamiento a tracción y la tenacidad a la fractura del PEEK fabricado por impresión 3D.
S. Arrieta, S. Cicero 77

Integridad estructural de materiales compuestos termoplásticos reciclados para aplicaciones de seguridad en el transporte.
J. A. Artero-Guerrero, J. Pernas-Sánchez; J. C. Nieto Fuentes, O. Castillo Campo 83

Análisis comparativo del comportamiento mecánico del PLA en filamento y piezas impresas en 3D.
P. N. B. Reis, L. Távara, M. Muñoz-Reja, M. T. Aranda, L. M. Ferreira 87

Caracterización de la Fractura en probetas de PLA impresas en 3D utilizando modelado por deposición fundida (FDM).
T. Etxebarria-Mardones, L. Moreno-Corrales, L. Saucedo-Mora 91

Efecto del envejecimiento en la respuesta a impacto de baja velocidad de composites de fibra continúa impresos en 3D.
L. M. Ferreira, M. T. Aranda, M. M. Muñoz-Reja, L. Távara 97

Explotación del efecto elastocalórico para la caracterización del proceso de fractura en compuestos base NR mediante termografía infrarroja.
A. Dimitrova, J. Becerra, B. N. Candau, O. Santana Pérez. 103

Determining tensile strength of ME-AM PLA specimens using measured geometric cross-sections.
M. Lorenzo-Bañuelos, W. M. H. Verbeeten, K. L. Spela 109

Determinación de la tenacidad a fractura en PBT-GF30: superando las limitaciones del moldeo por inyección mediante procesamiento unidireccional.
N. León-Albiter, T. Abt, L. Martinez, M. Estrada, O. Santana, M. LL. Maspoch. 115

FRACTURA DE MATERIALES BIOLÓGICOS Y BIOMATERIALES 121

Estudio de la microfractura en hueso trabecular considerando propiedades heterogéneas y ortótropas a nivel de tejido.
A. Fresquet-Monter, R. Belda, A. Vercher-Martínez, R. Megías, E. Giner 123

The influence of 3D-printed vs. pelletized matrix in the fracture energy on PLA/natural fiber composites.
A. Moumeni, K. Maou, C. Santiuste, J. A. Loya 129

Evaluación de la resistencia a la fractura en hidrogeles de doble red poliacrilamida-alginato: efecto de la velocidad de deformación y las condiciones de inmersión.
M. Martínez, A. J. Cano, A. Salazar, J. Rodríguez 135

A three network model to describe mechanical behaviour of new glassy gels toughened by solvent.
A. Rico, C. Reinhards – Hervás, J. Rodriguez, B. Chen, M. D. Dickey 141

FRACTURA DE MATERIALES CERÁMICOS Y PÉTREOS 147

Estudio de la fractura por flexión de vidrio procesado mediante láser de femtosegundo y láser continuo.
M. González-Quintas, E. Calvo-García, M. González-Longueira, A. Riveiro, R. Comesaña, J. Pou 149

FRACTURA DE HORMIGÓN 155

Influencia de las fibras de acero en la fractura en modo mixto a baja velocidad de solicitación en hormigón autocompactante armado.
A. De La Rosa, G. Ruiz, R. Moreno 157

Estudio del comportamiento a flexotracción de hormigones de muy alta resistencia reforzados con fibras de acero y basalto.
J. D. Ruiz-Martínez, J. D. Ríos, H. Cifuentes, C. Leiva 163

Estudio numérico y experimental de la geometría óptima de probeta para ensayos de resistencia a tracción directa en hormigón de ultra alta resistencia a tracción reforzado con fibras.
M. A. Vicente, A. Mena-Alonso, D. C. González, G. Ruiz, H. Cifuentes, C. Leiva, J. Mínguez 169

Multiscale numerical model of damage in fiber-reinforced cementitious composites and experimental validation.
E. Poveda, R. C. Yu, G. Ruiz, M. Tarifa 175

Autorreparación autógena inducida por cargas cíclicas en hormigones autocompactantes de cal hidráulica natural con adiciones puzolánicas
A. De La Rosa, G. Ruiz 181

Comportamiento en fractura de hormigones de cal con distintos tipos de árido grueso aptos para intervenciones de restauración y obra nueva.
L. Garijo, A. De La Rosa, J. J. Ortega, G. Ruiz 187

On the Brazilian test for determining the dynamic tensile strength of concrete using a split Hopkinson pressure bar.
F. R. Butt, B. Sanz, V. Rey, D. A. Cendón 191

Influencia del curado en autoclave en hormigón de ultra altas prestaciones con adiciones de nano-sílice.
J. D. Ruiz Martínez, C. J. Carrasco, J. D. Ríos, Y. Luna Galiano, H. Cifuentes, C. Leiva 197

TÉCNICAS EXPERIMENTALES 203

Caracterización experimental de la conductividad eléctrica en un acero X60 y modelado phase-field del crecimiento aparente de grieta medido mediante DCPD.
R. Rodríguez-Aparicio, I. I. Cuesta, J. M. Alegre, A. Díaz 205

Caracterización mecánica y electroquímica de cuerdas metálicas: de la corrosión superficial a la pérdida de rigidez dinámica.
A. Rodríguez, L. B. Peral, N. García, F. Pelayo 211

Determinación precisa y automatizada del vértice de grietas por fatiga mediante el análisis de campos de desplazamiento medidos con correlación digital de imágenes.
A. Camacho-Reyes, D. Camas, P. López-Crespo, B. Moreno, J. M. Vasco-Olmo, F. A. Díaz 217

Estudio de la velocidad de crecimiento de grietas en Inconel 718 mediante análisis de las superficies de fractura.
M. Moreno-Rubio, J. Vázquez, C. Navarro 223

Integridad mecánica de catalizadores CoCr/SBA-15 empleados para la producción de hidrógeno.
N. Sánchez, M. Martínez, P. J. Megía, A. Moreno de la Calle, A. Carrero, A. Salazar 229

Comportamiento mecánico de morteros de cemento reforzados con fibras de polipropileno reciclado: análisis mediante flexión y compresión.
J. L. García, F. Suárez 235

Dependencia microestructural de la fragilización por hidrógeno en aceros evaluada mediante el ensayo SPT electroquímico.
S. Otero, S. Sampayo, G. Álvarez, F. J. Belzunce, C. Rodríguez 241

Análisis experimental de la propagación de grietas por fatiga a partir de mediciones de CTOD obtenidas por DIC.
G. L. Gómez Gonzales, J. M. Vasco Olmo, L. Felipe Sesé, F. A. Díaz Garrido 247

Estudio de tensiones termomecánicas y resistencia a flexión en la fabricación aditiva de vidrio.
M. González-Longueira, H. Sajjad, E. Calvo-García, J. del Val, R. Comesaña, J. Pou 253

Comportamiento de un acero AISI 904L laminado en frío con hidrógeno interno mediante ensayos SPT exsitu.
S. Sampayo, S. Otero, G. Álvarez, L. B. Peral, M. Llera, C. Rodríguez 259

Estudio de la fragilización por hidrógeno en un acero X60 a través de ensayos modificados de disco de ruptura
V. Arniella, R. Tamayo, I. Montero, R. Castejón, R. Rodríguez-Aparicio, I. I. Cuesta, A. Díaz, J. M. Alegre 265

Experimental methodology for fatigue crack growth in additively manufactured cylindrical specimens.
G. L. Goméz Gonzales, F. V. Antunes, L. P. Borrego, D. M. Neto, E. R. Sérgio, F. A. Díaz Garrido 271

Estudio de la tenacidad a fractura en laminados SMC de fibra corta a diferentes velocidades de deformación mediante radiografía in-situ de rayos X.
A. Cimadevilla, J. M. Rodríguez-Sereno, J. Pernas-Sánchez, J. A. Artero-Guerrero, F. Naya, A. Vaz-Romero, B. Lukic, J. Berthe, G. Ganzenmüller, J. Pheysey, F. Martinez-Hergueta 277

Análisis de fatiga y fractura de titanio convencional y producido mediante fabricación aditiva.
D. Erena, A. Vilches-Solís, C. Navarro, J. Vázquez 281

Efecto de la velocidad de ensayo sobre la respuesta a la fragilización por hidrógeno en aceros estructurales mediante ensayos SPT
S. Otero, S. Sampayo, G. Álvarez, C. Rodríguez 287

FRACTURA DE MATERIALES METÁLICOS

MICROMECANISMOS DE DETERIORO DE CORDONES DE ACERO TREFILADO EN VIGAS DE PUENTES DE HORMIGÓN POSTENSADO

U. L. Fernández[1*], J.A. Álvarez[1], F. Gutiérrez-Solana[1]

[1] LADICIM - Departamento de Ciencia e Ingeniería del Terreno y de los Materiales, Universidad de Cantabria, Avda. Los Castros 44, 39005 Santander, España
[*] Persona de contacto: ulises.fernandez@unican.es

RESUMEN

El presente trabajo analiza el deterioro sufrido por los cordones de acero trefilado alojados en vigas de puentes de hormigón postensado que se encuentran expuestos a condiciones ambientales severas, principalmente debidas a corrosión marina. Se analizan los cambios en el comportamiento mecánico y los micromecanismos de deterioro. Para ello, se han seleccionado muestras de diferentes emplazamientos y, por tanto, sometidas a distintos grados de agresividad ambiental. Las técnicas experimentales empleadas son ensayos de tracción simple, medición de contenido de hidrógeno, tomografía axial computarizada (TAC) y análisis de fractografía, tanto de muestras rotas en servicio como de las ensayadas en laboratorio. Fundamentalmente se observa que los procesos de deterioro se inician como una pérdida de ductilidad asociada a un aumento en el contenido de hidrógeno en el acero y pérdida de sección útil debida a los procesos de corrosión.

PALABRAS CLAVE: Corrosión, Fragilización, Hormigón postensado, Vigas de puentes.

ABSTRACT

This study analyses the deterioration suffered by cold-drawn steel strands housed in post-tensioned concrete bridge beams exposed to severe environmental conditions, mainly due to marine corrosion. Changes in mechanical behaviour and the associated deterioration micromechanisms are studied. To this end, samples from different locations, and therefore subjected to varying degrees of environmental aggressiveness were selected. The experimental techniques employed include simple tensile tests, hydrogen content measurements, computed axial tomography (CAT scan), and fractographic analysis, both on strands fractured in service and on specimens tested in the laboratory. The results show that deterioration processes primarily begin with a loss of ductility associated with an increase in hydrogen content in the steel, together with a loss of effective cross-sectional area due to corrosion processes.

KEYWORDS: Corrosion, Embrittlement, Prestressed concrete, Beam bridge

1. INTRODUCCIÓN

Se han recolectado muestras de acero trefilado de pretensar provenientes de vigas de hormigón postensado de puentes que han estado expuestos a distintos grados de deterioro ambiental, con el doble propósito de evaluar si la capacidad portante y la ductilidad permanecen dentro de parámetros de seguridad mínimos, así como identificar la secuencia e interrelación de micromecanismos del deterioro observado.

A modo de referencia, se han hecho estudios de elementos de acero pretensado que han sufrido deterioro por corrosión ambiental, como los reportados en [1], en donde se realiza la evaluación del daño en los elementos de acero pretensado en un puente tipo cajón luego de 25 años en servicio, así como el trabajo investigativo realizado sobre el viaducto Niceto, localizado en la provincia de Messina, Italia [2], el cual, luego de encontrarse en servicio por más de 50 años, mostraba señales de un avanzado deterioro en los elementos de acero postensado de sus vigas longitudinales. Un caso muy similar a este último puede encontrarse en [3], en el cual también se reportan daños importantes en los elementos postensados de un puente de más de 50 años en servicio.

La corrosión tiene efectos más graves en las estructuras pretensadas, donde la combinación del pretensado con la pérdida de sección de los cordones debido a la corrosión puede aumentar el riesgo de una falla frágil [4]. Además, de acuerdo a [5], al aumentar la tensión de pretensado, los efectos de la corrosión se ven acelerados, lo cual facilita los procesos de fragilización por hidrógeno, puesto que la corrosión puede generar hidrógeno atómico, el cual se difunde en el metal, causando su fragilización y reduciendo su ductilidad y resistencia mecánica [6].

La investigación actual muestra que la vida en servicio de las estructuras de hormigón en condiciones secas y de ambiente no corrosivo es de 2 a 3 veces mayor que las de aquellas estructuras que se encuentran en condiciones de humedad y ambiente corrosivo [7] estando los casos de estudio del presente trabajo comprendidos en esta última categoría. Esto último también se encuentra evidenciado en el estudio de diez casos de fallas de cordones postensados en los Estados Unidos [8], en donde los problemas de corrosión observados fueron asociados a la

exposición al agua, a ambientes húmedos o a un relleno de grout deficiente.

2. MUESTRAS ANALIZADAS

Las muestras analizadas consisten en cordones de acero Y1770C conformados por 7 alambres con un diámetro nominal de 15.2 mm, en los que queda un alambre central recto de diámetro Ø=5.2 mm rodeado por los restantes seis alambres perimetrales de Ø=5 mm en forma helicoidal, así como alambres individuales de acero Y1570C de Ø=7 mm no grafilados. Las probetas preparadas en base a las mismas se clasifican en cuatro grupos:

Grupo 1: 2 probetas de cordones muy corroídos, los cuales fallaron estando en servicio.

Grupo 2: 3 probetas de cordones, los cuales provienen de los mismos elementos del Grupo 1, pero con un menor grado de corrosión. Los mismos no fallaron en servicio

Grupo 3: 3 probetas de cordones que no evidencian un deterioro observable a simple vista.

Grupo 4: 3 probetas de alambres no grafilados que muestran una delgada capa de óxido superficial.

Figura 1. Muestras recibidas para su análisis. Grupo 1 (arriba), Grupo 2 (medio-arriba), Grupo 3 (medio-abajo) y Grupo 4 (abajo).

De acuerdo a la propuesta de clasificación basado en el estado visual de las muestras de [9], las muestras del Grupo 1 se corresponden con un estado de deterioro muy por encima de lo aceptable, el Grupo 2 muestra indicios de rugosidad superficial que supone una señal de alerta, y los Grupos 3 y 4 estarían contenidos dentro de las clasificaciones aceptables.

3. ANÁLISIS EXPERIMENTAL

3.1. Ensayos de tracción simple

Los ensayos de tracción de los cuatro grupos se realizaron según la normativa UNE-EN_ISO_15630-3 [10]. El objetivo de estos ensayos es determinar el límite elástico, la tensión de rotura y la deformación máxima de cada muestra.

Para establecer los requisitos mínimos del comportamiento mecánico de las muestras, se ha tomado como referencia la norma prEN 10138-2:2012 [11], mostrados en la Tabla 1.

Tabla 1. Requisitos mínimos de comportamiento mecánico por grupos.

	Grupo 1	**Grupo 2**	**Grupo 3**	**Grupo 4**
Tipo de acero	Y1770C	Y1770C	Y1770C	Y1570C
Deformación hasta rotura (%)	3.5	3.5	3.5	3.5
Límite elástico al 0.1% (MPa)	1556	1556	1556	1382
Tensión hasta rotura (MPa)	1770	1770	1770	1570

En la Tabla 2 se muestran todos los resultados obtenidos y en la Figura 2 se han representado las curvas de tensión/deformación de una muestra representativa de cada grupo.

Las muestras del Grupo 1 fallaron en el régimen de comportamiento elástico, con muy poca deformación y con unas tensiones de rotura muy por debajo de lo mínimo requerido.

En el Grupo 2 existe una dispersión muy notoria de los resultados, ya que, si bien el Cordón 8 superó todos los criterios mínimos requeridos, los Cordones 7 y 9 mostraron una importante pérdida de ductilidad, llegando este último a fallar apenas alcanzó el estado de comportamiento plástico.

Por otro lado, el Grupo 3 superó todos los requisitos de aprobación, mostrando un comportamiento uniforme en todas las muestras.

Las muestras del Grupo 4 alcanzaron valores de límite elástico de más del 97% de lo mínimo requerido,

cumpliendo satisfactoriamente con los demás criterios, por lo que puede considerarse como que las muestras de este grupo también se encuentran en una situación segura.

Tabla 2. Resultados de los ensayos de tracción. En color rojo aquellos valores por debajo del mínimo requerido.

Grupo 1			
	Cordón 1	Cordón 2	
Deformación hasta rotura (%)	0.42	0.42	
Límite elástico al 0.1% (MPa)	--	--	
Tensión hasta rotura (MPa)	470.1	542.7	
Grupo 2			
	Cordón 7	Cordón 8	Cordón 9
Deformación hasta rotura (%)	2.34	4.58	0.87
Límite elástico al 0.1% (MPa)	1636.0	1646.4	--
Tensión hasta rotura (MPa)	1763.3	1833.2	1546.1
Grupo 3			
	Cordón 3	Cordón 5	Cordón 6
Deformación hasta rotura (%)	5.18	5.61	5.30
Límite elástico al 0.1% (MPa)	1641.4	1633.6	1653.4
Tensión hasta rotura (MPa)	1851.1	1850.4	1860.1
Grupo 4			
	Alambre 1	Alambre 2	Alambre 3
Deformación hasta rotura (%)	4.00	3.71	3.79
Límite elástico al 0.1% (MPa)	1343.5	1364.9	1455.1
Tensión hasta rotura (MPa)	1583.4	1610.8	1695.3

Figura 2. Curvas de tensión/deformación de algunas muestras representativas de los diferentes grupos.

3.2. Ensayos de contenido de hidrógeno

El propósito del ensayo consiste en determinar la cantidad de hidrógeno contenido en el acero (ppm), de manera a relacionar dicha medición con la pérdida de ductilidad provocada por la fragilización inducida por hidrógeno. Utilizando las mismas probetas usadas para el ensayo de tracción simple, se extrajeron de cada una entre cuatro y cinco muestras de aproximadamente 1 gramo, distanciadas al menos 5 centímetros de la superficie de rotura del primer alambre que falló durante el ensayo de tracción, de manera a cuantificar el hidrógeno contenido.

En la Tabla 3 se observa la media obtenida por grupo y la energía de rotura correspondiente a dichos grupos, siendo esta última calculada como el área bajo la curva de tensión/deformación de las muestras analizadas en el ensayo de tracción simple, promediada por grupos. Se ha elegido utilizar esta propiedad mecánica por ser un indicador de la tenacidad del material que se ve afectado de forma importante por la presencia de hidrógeno como agente fragilizante proveniente de las reacciones de corrosión del acero en medio acuoso y salino.

Tabla 3. Comparación del contenido de hidrógeno y energía de fractura de todos los grupos.

	Grupo 1	**Grupo 2**	**Grupo 3**	**Grupo 4**
Contenido de hidrógeno (ppm)	12.56	6.62	5.35	4.89
Energía de rotura (MJ/m^3)	1.06	37.34	86.43	56.06

Se evidencia una correlación entre la cantidad de hidrógeno y los resultados del comportamiento mecánico, lo cual indica la importancia de la presencia del hidrógeno en el proceso de deterioro del material. Esto es notable en la Figura 3, en donde se muestran curvas comparativas de la cantidad de hidrógeno en cada muestra con la deformación máxima correspondiente como medida de la ductilidad y con la energía de rotura como indicador de la tenacidad del material. Se puede observar que, a mayor concentración de hidrógeno, la deformación máxima y la energía de rotura se reducen considerablemente hasta llegar a un máximo de aproximadamente 8 ppm, a partir del cual se pierde casi toda la capacidad de deformación plástica. Los alambres del Grupo 4 registraron las menores cantidades de hidrógeno, pero no los mayores niveles de tenacidad, lo cual se debe a que el tipo de acero de este grupo es de menores capacidades mecánicas que el de los demás grupos.

Se observa una clara relación, prácticamente lineal, entre el mayor valor de hidrógeno y su efecto fragilizador, que se abandona para las muestras del Grupo 1 lo que sugiere que la alta concentración de hidrógeno ya no es el factor dominante, sino que este llega a un efecto máximo y que la pérdida de tenacidad aparente se asocia al efecto de la pérdida de sección y a la rugosidad superficial de estas muestras ensayadas. En la misma figura se ha trazado una curva que representa un ajuste aproximado de la tendencia del comportamiento mecánico observado con la cantidad de hidrógeno presente.

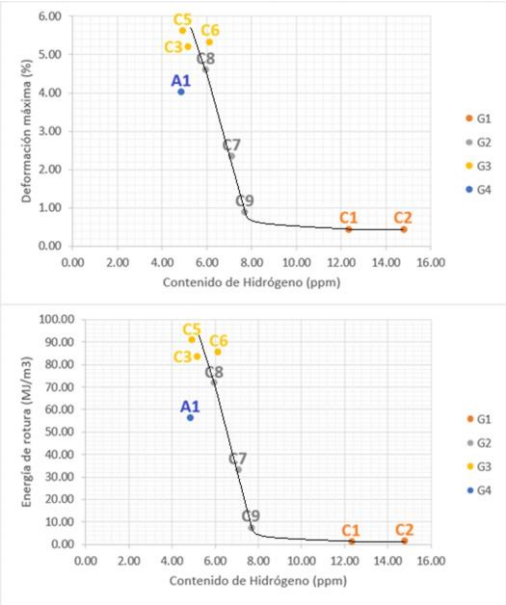


Figura 3. Correlación entre el contenido de hidrógeno con la deformación máxima (arriba) y la energía de rotura (abajo).

3.3. Tomografía axial computarizada (TAC)

El objetivo de dicho ensayo consiste en visualizar la pérdida de sección sufrida a causa de la corrosión, así como la textura superficial de las muestras. Este ensayo consiste en la realización de una tomografía axial computarizada (TAC) al extremo de uno de los alambres perimetrales rotos durante el ensayo de tracción. Para ello, se tomó una muestra de cada cordón ensayado previamente, así como una muestra de uno de los alambres transversales (Grupo 4), los cuales fueron sometidos a un tratamiento de ultrasonidos por 25 minutos en una solución de acetona para eliminar impurezas y residuos de corrosión superficial.

Como referencia, las secciones nominales que deberían medirse en un acero sin deterioro son 19.62mm2 para los alambres perimetrales de los cordones de los Grupos 1, 2 y 3, y 38.46mm2 para los alambres individuales del Grupo 4

En la Figura 4 se observa la textura superficial de las muestras, en donde es muy evidente la pérdida de sección en el Grupo 1 comparado con los Grupos 2 y 3, lo cual se asocia a una importante pérdida de material debido a la corrosión, produciendo una rugosidad superficial que propicia la aparición de entallas locales, siendo la más profunda de estas la que determine la sección de rotura. El Cordón 9 representa una transición en proceso del estado de deterioro del Grupo 2 al mismo que el del Grupo 1. En el Cordón 9 se aprecia, por la rugosidad del mismo, el inicio de los efectos de pérdida de sección por corrosión, comenzando este efecto a sumarse al de fragilización por hidrógeno.

La Figura 5 muestra las secciones medidas en las distintas muestras a lo largo del segmento analizado. Los Grupos 1, 2 y 3 son comparables puesto que comparten la misma sección nominal.

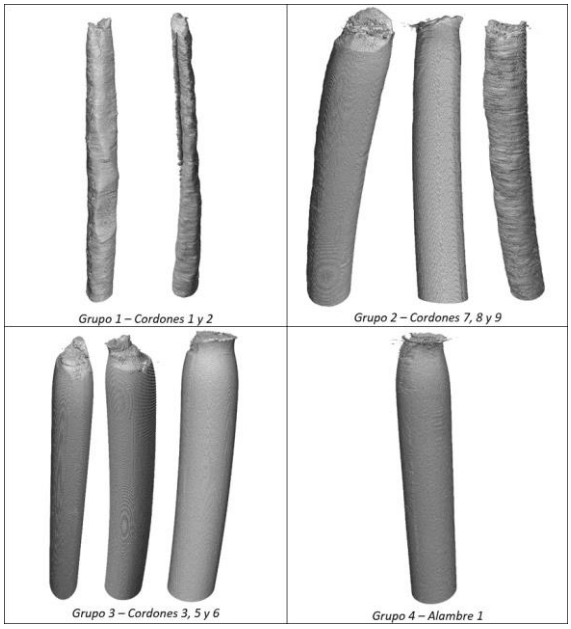


Figura 4. Tomografía axial computarizada (TAC) de todas las muestras.

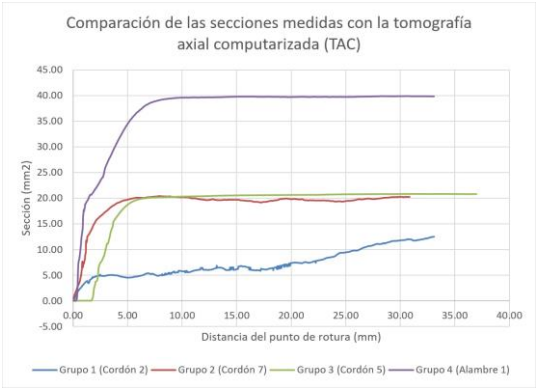


Figura 5. Comparación de las secciones medidas con la tomografía axial computarizada (TAC).

Considerado lo anterior, se observan pérdidas despreciables de sección en los Grupos 2, 3 y 4, pero en el Grupo 1 se registra una sección mínima de solo 5 mm2, lo cual representa una pérdida de sección con respecto a la nominal del 74.5%. Este orden de magnitud de pérdida de sección es consistente con la tensión de rotura registrada durante el ensayo de tracción, el cual es un 71.4% menor a la mínima requerida para su tipo de acero.

Se observa que existe una correspondencia entre los cálculos realizados por tensión de rotura y las mediciones por TAC.

3.4. Análisis fractográfico

El análisis fractográfico consiste en realizar una observación con un microscopio electrónico de barrido (SEM) a la sección de rotura de las muestras que fueron previamente ensayadas a tracción, con el objetivo de determinar los micro mecanismos que dan lugar a la falla

del material. Para el presente análisis se utilizaron las mismas muestras extraídas para el ensayo de tomografía axial computarizada (TAC).

Se muestran inicialmente las tomas realizadas a los Grupos 3 y 4, puesto que son los que muestran el menor grado de deterioro y sin mostrar señales de fragilización. Seguidamente se muestra el Grupo 2, en el cual comienzan a observarse fracturas en distintos planos de corte, lo cual es indicativo de un material fragilizado. Finalmente, se presenta el Grupo 1, que además de perder toda capacidad de deformación en estado plástico, también muestra una importante pérdida de sección útil.

En las muestras del Grupo 4 (Figura 6) se observa una concentración de procesos de micro roturas dúctiles en el centro de la pieza, lo cual se evidencia en los micro huecos visibles en la fotografía de mayor aumento. Finalmente, la falla se produce por cortante en toda la región perimetral, lo que indica un modo de fallo típico conocido como copa y cono que es característico de roturas dúctiles, esperable en un elemento con propiedades mecánicas aceptables.

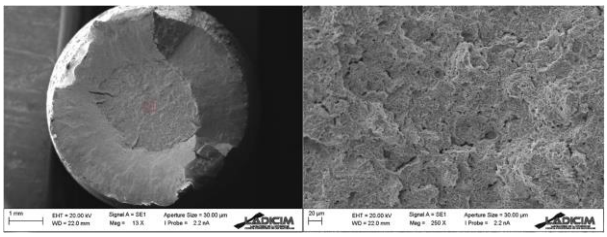


Figura 6. Análisis fractográfico del Alambre 1 del Grupo 4.

En la muestra del Grupo 3 (Figura 7) el tipo de rotura apreciado es muy similar al observado en el Grupo 4, produciéndose una concentración de micro roturas dúctiles en el centro de la pieza, para luego fallar por cortante en toda la corona periférica de la sección. De nuevo, se trata de un tipo de fallo esperable en una pieza con comportamiento mecánico aceptable.

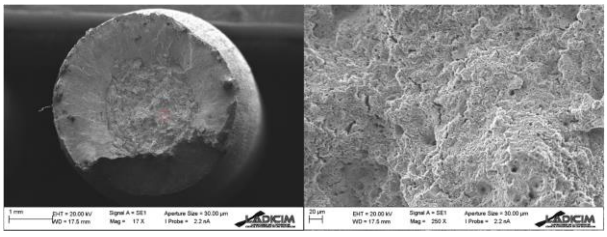


Figura 7. Análisis fractográfico del Alambre 1 del Grupo 3.

En el Grupo 2 se observan distintos puntos de origen de concentración de fallas (Figura 8), los cuales acaban uniéndose para producir la rotura final de apariencia frágil. El Cordón 8 aún muestra cierta similitud con el patrón de rotura de copa y cono observado en los Grupos 3 y 4, el cual es menos evidente en el Cordón 9, que muestra un modo de rotura frágil. Esta observación es consistente con la pérdida de ductilidad registrada en el ensayo de tracción simple y con la mayor concentración de hidrógeno medido en esta muestra.

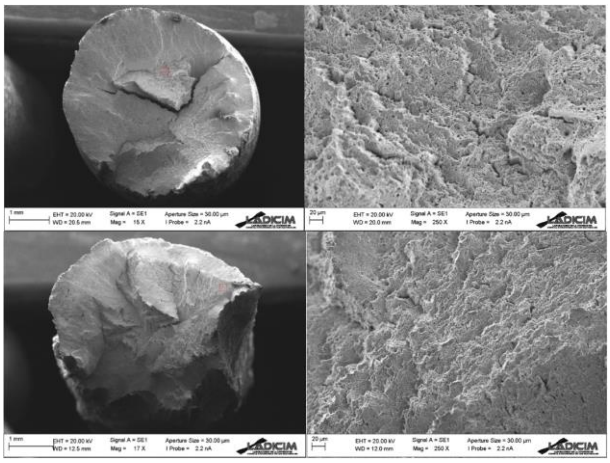


Figura 8. Análisis fractográfico de cordones del Grupo 2. Cordón 8 (arriba) y Cordón 9 (abajo).

En los dos cordones del Grupo 1 (Figura 9) se observa una considerable pérdida de sección, al punto de que ya no se conserva una forma de sección visiblemente circular. También es apreciable la presencia de distintos puntos en los cuales se han originado las micro fracturas localizadas que dieron lugar al fallo final de la pieza, siendo esta una forma de rotura frágil. Las roturas locales observadas corresponden a mecanismos con escasa capacidad de deformación, lo cual está asociado a un alto nivel de hidrógeno que limita el desarrollo plástico local y a una concentración de tensiones debido a daños locales.

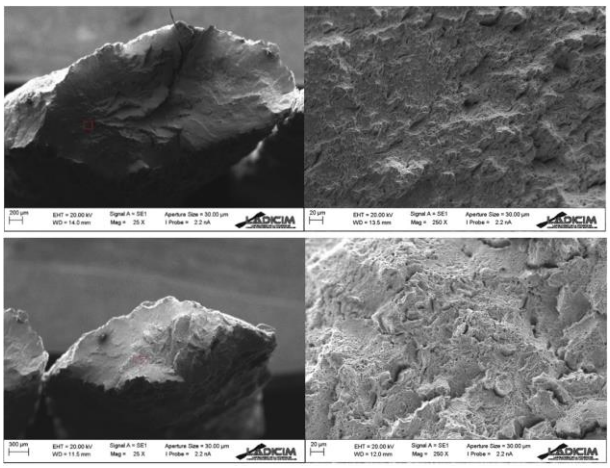


Figura 9. Análisis fractográfico de cordones del Grupo 1. Cordón 1 (arriba) y Cordón 2 (abajo).

4. CONCLUSIONES

De las muestras analizadas, y mediante la correlación de resultados obtenidos gracias a la metodología elaborada para la ejecución del presente trabajo, solo las muestras del Grupo 3 y del Grupo 4 cumplen con los requisitos mínimos de seguridad. En las demás regiones se observa

una pérdida considerable de las propiedades mecánicas, llegando estas a estar por debajo de lo mínimo requerido.

En base a los resultados de los ensayos mecánicos de tracción esquematizados en la Figura 10, de contenido de hidrógeno y tomografía axial computarizada, se observa que los cordones del Grupo 1 muestran una importante pérdida de propiedades mecánicas como consecuencia directa de la pérdida de sección por corrosión. Mientras que el Grupo 2, si bien no presenta pérdidas de sección considerables ni tampoco grandes pérdidas de resistencia mecánica, sí presentan una pérdida creciente de ductilidad que viene asociada a las cantidades importantes y crecientes de hidrógeno en el acero que fueron registradas. Este efecto es especialmente notorio en el Cordón 9, que falla muy poco después de alcanzar el límite elástico y que presenta un contenido en hidrógeno medio superior al de los cordones de su mismo grupo, así como rugosidad superficial debido a la corrosión, lo cual justifica asimismo su comportamiento.

Por lo tanto, y a modo general, queda comprobado que los altos contenidos de hidrógeno en acero producen pérdida de ductilidad y tenacidad por fragilización, pero apenas disminuyen la tensión de rotura.

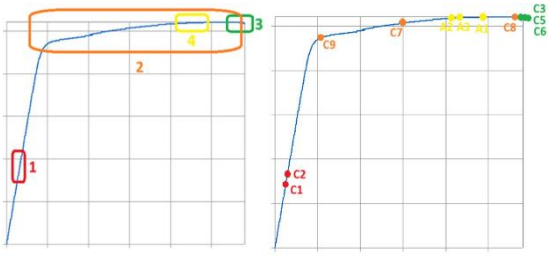


Figura 10. Esquema del comportamiento mecánico de las muestras, separados por grupos (izquierda) y consideradas individualmente (derecha).

La Figura 11 representa esquemáticamente dos regiones de comportamiento: La **Región I**, en donde la creciente concentración de hidrógeno que se produce en las reacciones propias de la corrosión genera pérdida de ductilidad y tenacidad (fragilización), y la **Región II**, que es derivada de la creciente rugosidad, con efectos de entallamiento superficial y pérdida de sección debido a la elevada corrosión de zonas más expuestas.

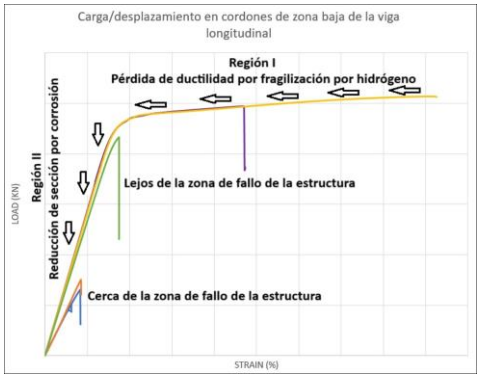


Figura 11. Curvas de tensión-deformación de las muestras de los Grupos 1 y 2.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecer a la empresa que facilitó las muestras para los análisis ejecutados en el presente trabajo.

REFERENCIAS

[1] Álvarez J.A., Arroyo B., Lacalle R., Gutiérrez-Solana F., «Evaluación del daño y la integridad estructural de cables de un puente postensado tras 25 años en servicio», Revista Española de Mecánica de la Fractura, vol. 7, pp 285-290, 2024.

[2] Messina D., Proverbio E., «Effect of prestressing corrosion on failure in bridges», Structural Concrete, vol. 24, issue 1, pp. 227-238, 2023. doi: 10.1002/suco.202200360.

[3] De Abreu M., Iordachescu M., Valiente A., «Damage analysis of the prestressing strand-wires from a 50-year-old urban viaduct», Procedia Structural Integrity, vol. 54, pp. 143-148, 2024. doi: 10.1016/j.prostr.2024.01.066.

[4] Menga A., Kanstad T., Cantero D., Bathen L., Hornbostel K., Klausen A., «Corrosion-induced damages and failures of posttensioned bridges: A literature review», Structural Concrete Journal of the fib, vol. 24, issue 1, pp. 84-99, 2022. doi: 10.1002/suco.202200297

[5] Xu F., Chen Y., Zheng X., Ma R., Tian H., «Experimental Study on Corrosion and Mechanical Behaviour of Main Cable Wires Considering the Effect of Strain», Materials, vol. 12, issue 5, 753, 2019. doi: https://doi.org/10.3390/ma12050753

[6] Nürnberger U., «Corrosion induced failures of prestressing steel», Materials and Corrosion, vol. 53, issue 8, pp. 591-601, 2002. doi: https://doi.org/10.1002/1521-4176(200208)53:8%3C591::AID-MACO591%3E3.0.CO;2-X

[7] Wang L., «Strand corrosion in prestressed concrete structures», ISBN: 978-981-99-2056-3, 2023. doi: https://doi.org/10.1007/978-981-99-2054-9

[8] Federal Department of Transportation, Turner-Fairbank Highway Research Center, «Corrosion-Induced Major Tendon Failures in Post-Tension (PT) Concrete Bridges», 2024. doi: https://doi.org/10.21949/1521593

[9] Sason A.S., «Evaluation of Degree of Rusting on Prestressed Concrete Strand», PCI Journal, vol. 37, issue 3, pp 25-30, 1992. doi: https://doi.org/10.15554/pcij.05011992.25.30

[10] UNE-EN ISO 15630-3, «Steel for the reinforcement and prestressing of concrete – Test methods – Part 3: Prestressing steel», 2019.

[11] prEN 10138-2, «European Standard – Prestressing Steels Part 2: Wire», 2000.

DIFUSIVIDAD, ATRAPAMIENTO Y FRAGILIZACIÓN POR HIDRÓGENO EN UN ACERO C-Mn DE ALTA RESISTENCIA: INFLUENCIA DE LAS INTERCARAS FERRITA/CEMENTITA

M. Bueno[1*], D.R. Galán-Rivera[1,2], I. Fernández-Pariente[1], L.B. Peral[1]

[1] Departamento de Ciencia de los Materiales e Ingeniería Metalúrgica. Escuela Politécnica de Ingeniería de Gijón. C/Wifredo Ricart s/n. Edifico de Energía. Campus de Gijón, 33203, Gijón.

[2]ArcelorMittal España, S.A., Asturias, España

[*] Persona de contacto: marcosbueno.uo@uniovi.es

RESUMEN

El transporte ferroviario se presenta como alternativa para reducir las emisiones de CO_2, gracias a su menor impacto ambiental. No obstante, los componentes de las infraestructuras ferroviarias están sometidos a elevadas tensiones durante su servicio, exigiendo el empleo de aceros de alta resistencia para garantizar su seguridad y durabilidad. A este respecto, los aceros C-Mn perlíticos se han utilizado ampliamente. Sin embargo, estos materiales son susceptibles a la fragilización por hidrógeno, puesto que pueden contener hidrógeno interno del propio proceso de fabricación que, combinado con altas tensiones y una microestructura susceptible, puede dar lugar a fallos prematuros.

En este estudio, se evalúa el efecto del hidrógeno en un acero perlítico. Se ha analizado la interacción entre el hidrógeno y la microestructura, para determinar el coeficiente de difusión aparente y la energía de activación de las trampas. Se han realizado ensayos de tracción in-situ a baja velocidad de deformación ($6 \cdot 10^{-6}$ s^{-1}) en un medio salino, bajo distintas densidades de corriente de generación de hidrógeno: -0,1, -0,5 y -1 mA/cm². Los resultados muestran un descenso de las propiedades mecánicas del acero, lo que se explica en virtud de los mecanismos de descohesión (HEDE) inducidos por el hidrógeno.

PALABRAS CLAVE: Perlita, fragilización por hidrógeno, trampas de hidrógeno, intercaras ferrita/cementita.

ABSTRACT

Rail transport is considered an alternative for reducing CO_2 emissions due to its lower environmental impact. However, railway infrastructure components are subjected to high stresses during service, requiring the use of high-strength steels to ensure their safety and durability. In this regard, pearlitic C–Mn steels have been widely used. Nevertheless, these materials are susceptible to hydrogen embrittlement, as they may contain internal hydrogen from the manufacturing process which, combined with high stresses and a susceptible microstructure, can lead to premature failures.

In this study, the effect of hydrogen on a pearlitic steel is evaluated. The interaction between hydrogen and the microstructure has been analysed in order to determine the apparent diffusion coefficient and the activation energy of trapping sites. In-situ slow strain rate tensile tests ($6 \cdot 10^{-6}$ s^{-1}) were carried out in a saline environment under different hydrogen generation current densities: −0.1, −0.5, and −1 mA/cm². The results show a decrease in the mechanical properties of the steel, which is explained by hydrogen-induced decohesion mechanisms (HEDE).

KEYWORDS: Pearlite, hydrogen embrittlement, hydrogen traps, ferrite/cementite interfaces.

1. INTRODUCCIÓN

Desde la aparición del transporte ferroviario, este se ha consolidado como un medio fundamental gracias a su capacidad para alcanzar altas velocidades y transportar grandes volúmenes de carga y pasajeros, implementando nuevos avances y expandiendo su alcance.

En la actualidad, con motivo de avanzar hacia un modelo energético basado en fuentes de energía sostenibles, renovables y de bajas emisiones de carbono, se está llevando a cabo una transición energética para reducir la dependencia de los combustibles fósiles (carbón, petróleo y gas natural). La descarbonización requiere reducir el uso de combustibles fósiles, controlar las emisiones de CO2 y adoptar tecnologías limpias. Por ello, han surgido diferentes propuestas a nivel nacional [1] y europeo [2], para potenciar y reforzar las infraestructuras ferroviarias con el objetivo de descongestionar el transporte aéreo, que representa entorno al 3% de las emisiones anuales globales de CO2 en comparación con el 0,1% emitido por los trenes [3].

Los carriles son componentes clave en cualquier sistema de transporte ferroviario, soportando el peso y movimiento continuo de los trenes. La seguridad de estas redes ferroviarias depende de la resistencia y durabilidad de los aceros de carril, que necesitan soportar importantes solicitaciones cíclicas, debido al contacto constante de las ruedas, además de diversas formas de desgaste. Los raíles son comprobados periódicamente y mantenidos en condiciones de servicio porque cualquier fallo prematuro

de los mismos puede provocar accidentes. La sustitución de carriles debidos a fallos representa un importante gasto económico.

Por tanto, la composición y las propiedades de los aceros empleados son determinantes para su desempeño y vida útil [4]. A este respecto, los aceros perlíticos C-Mn de alta resistencia han sido comúnmente empleados. Sin embargo, garantizar la integridad de una nueva red ferroviaria basada en el uso de aceros, con una resistencia mecánica todavía superior a la convencional, es fundamental, y esta integridad es particularmente crítica dada la susceptibilidad de los aceros de alta resistencia a la fragilización por hidrógeno [5]

La fragilización por hidrógeno (FPH) deteriora los metales en contacto con el hidrógeno, lo que conduce a una disminución de sus propiedades mecánicas, especialmente aquellas relacionadas con la ductilidad y la tenacidad [6]. Se ha puesto en evidencia que aproximadamente un tercio de todos los fallos son causados por corrosión [7]. El hidrógeno es incorporado al material, principalmente, durante el proceso de fabricación del acero o como resultado de procesos corrosivos, en los que, dependiendo de las condiciones, puede reducirse el hidrógeno, penetrar en el acero y provocar la FPH. [8]

Por ello, comprender la interacción que se produce entre el hidrógeno y la microestructura en este tipo de aceros es de vital importancia para explicar la mayor o menor susceptibilidad al fenómeno de FPH. A este respecto, es importante analizar la cinética de difusión y atrapamiento de hidrógeno en aceros de carril en virtud de parámetros como el coeficiente de difusión (D) y la energía de activación (E_a). Diversos estudios han analizado los fenómenos de difusión del hidrógeno y han reportado que en un acero perlítico con un 0.66% de carbono el coeficiente de difusión es $6 \cdot 10^{-10}$ m^2/s, con un límite elástico de 492 MPa [9], mientras que en un acero perlítico con 0.79% de carbono se determinó un coeficiente de difusión de $4.3 \cdot 10^{-10}$ m^2/s [10]. En cuanto a la energía de activación (E_a) de las trampas para aceros perlíticos, se reportan datos que oscilan entre 30.2 y 47.0 kJ/mol H [9].

Dado que los aceros de carril cumplen con las características ya mencionadas, resistencia relativamente alta y exposición a ambientes ricos en hidrógeno, es importante conocer el comportamiento de estos aceros frente a la FPH. A este respecto, Truschner et al. reportaron una fuerte disminución de la ductilidad en acero de carril (σ_{ys}=492 MPa) sometido a ensayos de tracción a baja velocidad de deformación (SSRT) en ambiente electroquímico [9].

En el presente trabajo se ha estudiado la cinética de difusión y atrapamiento de hidrógeno en un acero de carril empleando diversas técnicas experimentales. Esta caracterización se ha correlacionado con el deterioro mecánico estudiado mediante ensayos de tracción in situ a baja velocidad de deformación y con los micromecanismos de daño operativos.

2. MATERIAL

En el presente trabajo se ha empleado un acero perlítico C-Mn. La Tabla 1 muestra la composición química del acero objeto de estudio.

Tabla 1. Composición química (% en peso) del acero perlítico C-Mn

C	Mn	Si	Cr
0.70	1.09	0.21	0.03

En la Figura 1 se muestra la microestructura del del acero C-Mn mencionado con anterioridad en el microscopio electrónico de barrido (SEM). La microestructura presenta una estructura perlítica, compuesta por ferrita y láminas de cementita.

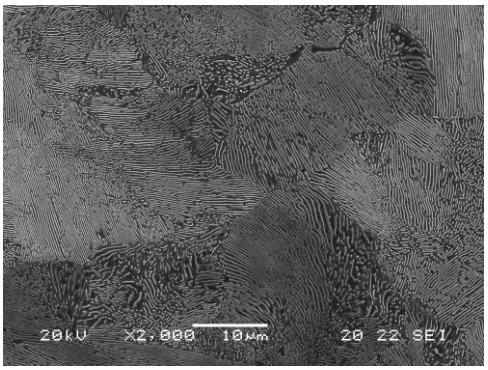


Figura 1. Microestructura acero C-Mn de carril.

En la Tabla 2 se presentan las propiedades mecánicas para este grado de acero, siendo: 'E' el módulo elástico, 'σ_{ys}' el límite elástico, 'σ_{uts}' la carga de rotura y 'A' el alargamiento.

Tabla 2. Propiedades mecánicas acero de carril C-Mn.

E (GPa)	σ_{ys} (MPa)	σ_{uts} (MPa)	A (%)
200	455	919	13

3. METODOLOGÍA

3.1. Permeación electroquímica de hidrógeno

Con el objetivo de conocer la interacción hidrógeno microestructura, se llevaron a cabo ensayos de permeación electroquímica de hidrógeno siguiendo las recomendaciones de la norma ASTM G148-97 (2018): Standard Practice for Evaluation of Hydrogen Uptake, Permeation, and Transport in Metals by an Electrochemical Technique, empleando una celda de Devanathan-Stachurski (Figura 2). En la celda de oxidación se utilizó una disolución compuesta por 0.1M de NaOH con un pH de 12. La muestra fue polarizada durante un tiempo de 22 horas, en un potencial de +0.35V

respecto al electrodo de referencia de Ag/AgCl, hasta que se obtiene una corriente residual estable, inferior a 150 nA/cm². Acto seguido, en el lado de generación de hidrógeno se vertió un electrolito salino, 3.5% de NaCl con un pH=6.7, y se procedió a generar hidrógeno bajo tres densidades de corriente: -1, -5 y -10 mA/cm². La corriente se fue aumentado progresivamente, una vez que se alcanzaba el régimen permanente en cada transitorio, hasta alcanzar la saturación de las trampas microestructurales.

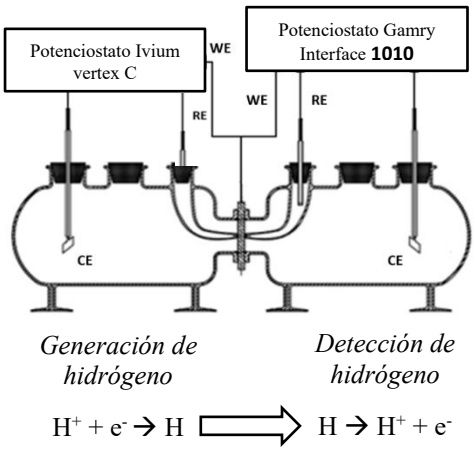


Figura 2. Celda para la realización de ensayos electroquímicos de permeación. WE: muestra C-Mn

Se ha determinado el coeficiente de difusión aparente (D_{app}) mediante la ecuación 1, donde 'e' es el espesor de la laja y 't_{lag}' el tiempo necesario para alcanzar el 63% del régimen permanente, en cada uno de los transitorios crecientes de permeación de hidrógeno. La concentración de hidrógeno aparente (C_{app}) se calculó mediante la ecuación 2, para cada uno de los transitorios. 'M_H' es la masa molar del hidrógeno (1g/mol); 'i_{ss}' representa el flujo de corriente de permeación que se alcanza en régimen estacionario; 'ρ_{Fe}' es la densidad del acero y 'F' es la constante de Faraday.

$$D_{app} = \frac{e^2}{6 \cdot t_{lag}} \quad (1)$$

$$C_{app} = \frac{M_H}{\rho_{Fe}} \frac{i_{ss}\, e}{F\, D_{app}} \quad (2)$$

3.2. Análisis de desorción térmica (TDA)

Para determinar la energía de activación (E_a) de las trampas de hidrógeno se utilizaron probetas de 15 mm de lado y 1 mm de espesor. Las probetas se precargaron bajo una presión de 195 bar, una temperatura de 300ºC y durante un tiempo de 24h, para alcanzar condiciones de saturación de hidrógeno en el espesor de las muestras. Las energías de activación se calcularon conforme a la metodología propuesta por Kissinger [11]. Para ello, se emplearon tres rampas de calentamiento (Φ_i): 40, 35 y 30ºC/min.

3.3. Ensayos de tracción a baja velocidad de deformación (SSRT)

Para la estudiar la influencia de hidrógeno en las propiedades mecánicas se realizaron ensayos de tracción a baja velocidad de deformación sobre probetas cilíndricas con entalla (K_t = 4.6), mecanizadas en la dirección longitudinal de la cabeza del carril. Se llevaron a cabo ensayos tanto al aire como en presencia de hidrógeno y se realizaron a una velocidad de 0.01 mm/min ($6 \cdot 10^{-6}$ s^{-1}). En los ensayos en ambiente se empleó una celda como la que se observa en la Figura 3, donde se utilizó un electrolito salino 3.5% NaCl y se generó hidrógeno catódicamente de manera simultánea a la aplicación de la carga mecánica. Los ensayos se realizaron bajo tres densidades de corriente: -0.1, -0.5 y -1 mA/cm².

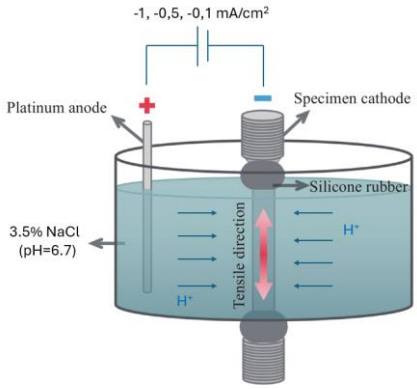


Figura 3. Dispositivo experimental empleado en los ensayos SSRT en ambiente electroquímico.

4. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

4.1. Permeación electroquímica de hidrógeno

En la Figura 4 se presentan los transitorios de permeación de hidrógeno para el acero objeto de estudio.

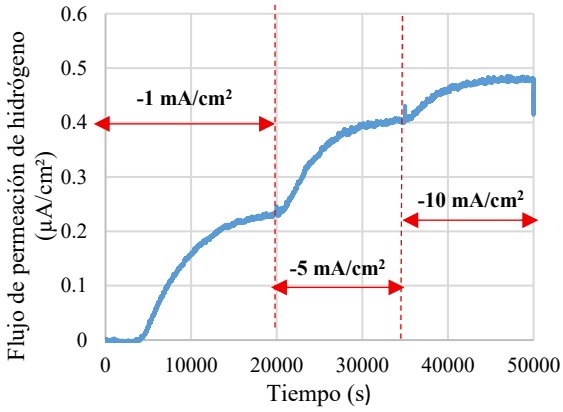


Figura 4. Transitorios de permeación para los diferentes niveles de generación de hidrógeno

En la Tabla 3, se muestran la concentración aparente de hidrógeno (C_{app}) y el coeficiente de difusión aparente (D_{app}), para cada uno de los transitorios obtenidos.

Tabla 3. D_{app} y C_{app} en función de la densidad de corriente aplicada (i_H)

i_H (mA/cm^2)	D_{app} (m^2/s)	C_{app} (ppm)
-1	$1.82 \cdot 10^{-11}$	0.166
-5	$3.31 \cdot 10^{-11}$	0.238
-10	$4.54 \cdot 10^{-11}$	0.258

4.2. Análisis de desorción térmica (TDA)

En la Figura 5, se muestran los perfiles de desorción de hidrógeno (~2.5 wppm) obtenidos para las tres rampas de calentamiento mencionadas. Se pueden observar tres picos de desorción, que ocurren a diferentes temperaturas y que se relacionan con la desorción de hidrógeno desde tres singularidades microestructurales diferentes. En la Figura 6, se presenta el ajuste de datos obtenidos siguiendo la metodología de Kissinger, para obtener la energía de activación de cada una de esas singularidades. Finalmente, en la Tabla 4 se muestra la posición de los picos de desorción (Tp_i) para cada una de las rampas de calentamiento (Φ_i), que se han utilizado para determinar la energía de activación (E_a) de las trampas, a partir de la pendiente obtenida, al representar la variación de ($\ln(\Phi_i/Tp_i^2)$) en función de ($1/Tp_i$).

El primer pico, con una energía de activación de 29.1 kJ/mol, se asocia con el hidrógeno atrapado en entre las intercaras de ferrita y cementita [12], con un carácter de atrapamiento marcadamente reversible [13]. El segundo pico se asocia, principalmente, con el hidrógeno atrapado en las dislocaciones de la ferrita [9]. Sin embargo, cabe mencionar que varios autores han reportado que la desorción de hidrógeno desde las juntas de grano de bajo ángulo -low angle grain boundaries, LAGB- se produce con una energía de activación en torno a 30 kJ/mol [14], lo que explicaría que en la primera y segunda desorción pueda existir también una contribución de las LAGBs en la desorción de hidrógeno, dado que los LAGBs están formadas por un reordenamiento de dislocaciones, proporcionando sitios de atrapamiento de naturaleza comparable. Finalmente, el tercer pico, con una energía de activación más fuerte, de 47.8 kJ/mol, es asociado con el hidrógeno atrapado en las dislocaciones y vacantes de la cementita [9]. En un estudio previo, Cairney et al. revelaron que la cementita contiene una cantidad considerable de vacantes de carbono, las cuales actúan como fuertes trampas de hidrógeno. Los resultados de TDS están alineados con los resultados reportados en la literatura, que también han utilizado esta técnica para estudiar el atrapamiento de hidrógeno en aceros perlíticos [15].

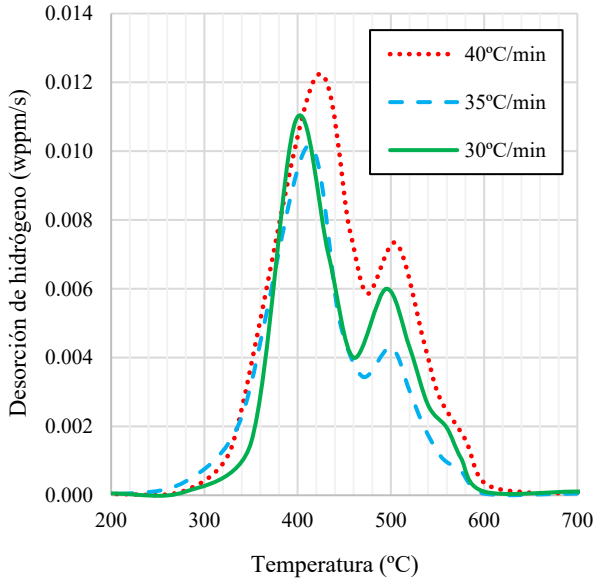


Figura 5. Curvas de desorción de hidrógeno en función de la temperatura.

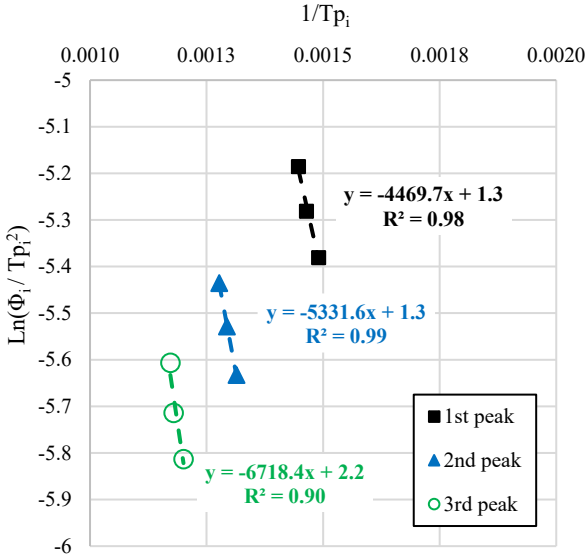


Figura 6 Ajuste de Kissinger obtenido a partir de las curvas (wppm/s vs. temperatura).

Tabla 4. Energías de activación (E_a): *Φ_1 = 40ºC/ min, Φ_2 = 35ºC/min y Φ_3 = 30ºC/min*

	Φ_1	Φ_2	Φ_3	$-E_a/R$	E_a
Tp_1 (ºC)	418	410	398	4469.7	29.1
Tp_2 (ºC)	510	500	488	5331.6	36.3
Tp_3 (ºC)	580	575	560	6718.4	47.8

4.3. Ensayos de tracción a baja velocidad de deformación (SSRT)

A la vista de los resultados mostrados en la Figura 7 se puede apreciar que la tensión de rotura en la zona de la entalla disminuye considerablemente en presencia de hidrógeno. Este hecho se justifica en virtud de los micromecanismos de fractura operativos. En la Tabla 5, se muestra la tensión de rotura (NTS) y la duración del ensayo en horas en las probetas entalladas para cada una de las condiciones empleadas en los ensayos.

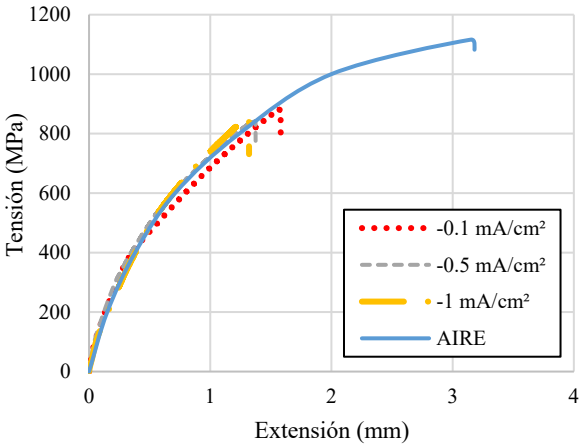


Figura 7.Curva tensión vs. extensión del puente de la máquina obtenida sobre las probetas entalladas

Tabla 5. Propiedades mecánicas (0.01 mm/min). Acero perlítico C-Mn

	NTS (MPa)	Tiempo (h)
aire	1118	5.3
-0.1 mA/cm²	882	2.6
-0.5 mA/cm²	840	2.3
-1 mA/cm²	852	2.2

En la Figura 8, se puede apreciar que, en los ensayos realizados al aire, el micromecanismo de fractura fue mixto, caracterizado por la presencia de clivajes y microhuecos. Sin embargo, en presencia de hidrógeno, el micromecanismo operativo de fractura fue 100% frágil. En este caso, se observó, principalmente, fractura por clivaje, con independencia de la densidad de corriente aplicada. A nivel más local, también se apreció la presencia de fisuración secundaria, fractura intergranular y descohesiones a lo largo de las intercaras entre la ferrita y la cementita, que actúan como trampas reversibles de hidrógeno (E_a< 60 kJ/mol).

El coeficiente de difusión efectivo, en el orden de 10^{-11} m²/s, junto con la contribución de trampas reversibles, gobierna el transporte y la acumulación de hidrógeno en el frente de la entalla bajo elevados gradientes tensionales (K_t=4.6) y bajas velocidades de deformación. En estas condiciones, la difusión del hidrógeno hacia zonas de máxima triaxialidad tensional, promueve la activación de mecanismos de descohesión, lo que explica la susceptibilidad a la fragilización observada en aceros perlíticos de alta resistencia, incluso bajo la menor densidad de corriente aplicada.

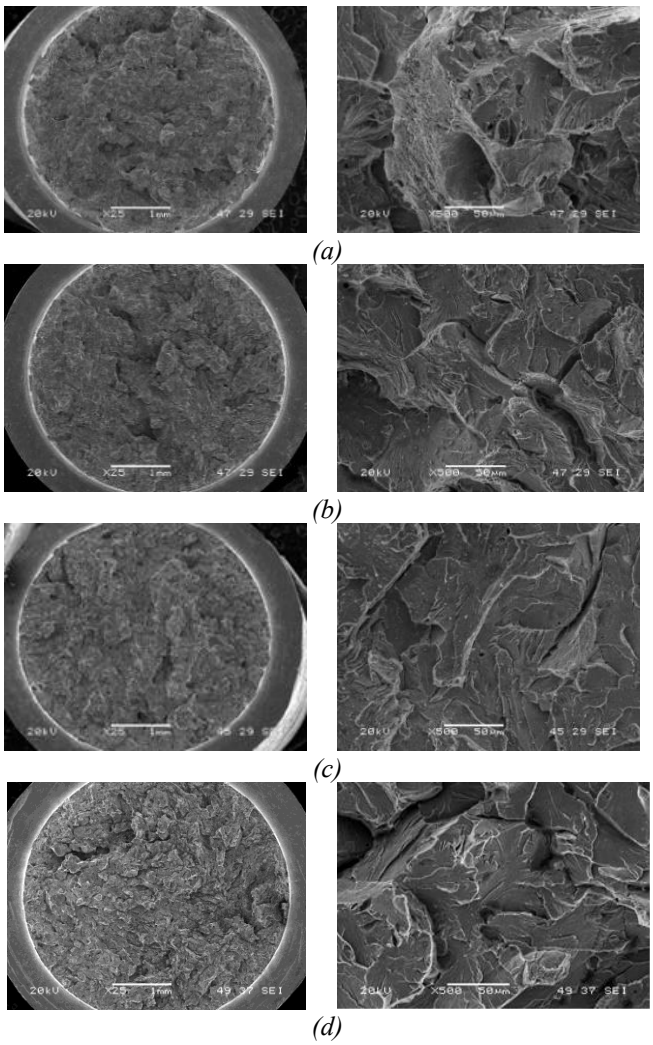


Figura 8. Superficies de fractura de las probetas entalladas. (a) Ensayos al aire. (b) -0.1 mA/cm². (c) -0.5 mA/cm² y d) -1 mA/cm²

5. CONCLUSIONES

A partir de los resultados obtenidos se puede concluir que:

El acero C-Mn perlítico (σ_{ys} = 455 MPa) presenta un coeficiente de difusión aparente de ~ $2 \cdot 10^{-11}$ m²/s. Se han encontrado tres singularidades de atrapamiento preferenciales, con carácter reversible y energías de activación de 29.1, 36.3 y 47.8 kJ/mol.

En cuanto a los ensayos de tracción en ambiente sobre probetas entalladas, se han observado mecanismos de fractura frágil caracterizados por la presencia de clivajes, fractura intergranular (a nivel muy local) y descohesiones a lo largo de las intercaras entre la ferrita y la cementita, lo que justifica la disminución (~25%) observada en la resistencia mecánica.

Una densidad de corriente de generación de hidrógeno de -0.1 mA/cm² es una condición suficientemente agresiva para desencadenar la FPH en acero de carril sobre probetas entalladas con un $K_t = 4.6$. La tensión de rotura (NTS) y la ductilidad no se vieron afectadas, en mayor medida, cuando se emplearon densidades de corriente superiores.

AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen la financiación recibida en el marco del proyecto PERTE de Descarbonización Industrial DL1-010000-2024-54, financiado por la Unión Europea y el Ministerio de Industria y Turismo, dentro del Plan de Recuperación, Transformación y Resiliencia. Asimismo, Marcos Bueno Rodríguez agradece la financiación recibida a través del proyecto (Q3340001A) de la Agencia de Ciencia, Competitividad Empresarial e Innovación Asturiana (SEKUENS), para el desarrollo de proyectos vinculados a la línea de investigación «Comportamiento microestructural y mecánico de aleaciones metálicas destinadas al almacenamiento de hidrógeno a alta presión», en el marco de la realización de su tesis doctoral.

REFERENCIAS

[1] M. DE Transportes and M. Y. Agenda Urbana, "Disposición 6948 del BOE núm. 102 de 2022," 2022.

[2] C. Económico and S. Europeo, "Conference on Energy poverty at the crossroads of the European Pillar of Social Rights and the European Green Deal," 2021.

[3] "Emisiones de aviones y barcos: datos y cifras (infografía) | Temas | Parlamento Europeo." Accessed: May 19, 2025. Available: https://www.europarl.europa.eu/topics/es/article/20191129STO67756/emisiones-de-aviones-y-barcos-datos-y-cifras-infografia

[4] W. Solano-Alvarez and H. K. D. H. Bhadeshia, "Steels for rails," *Prog. Mater. Sci.*, vol. 146, p. 101313, Dec. 2024,

[5] H. Yu *et al.*, "Hydrogen Embrittlement as a Conspicuous Material Challenge─Comprehensive Review and Future Directions," *Chem. Rev.*, vol. 124, no. 10, pp. 6271–6392, May 2024

[6] X. Li, J. Zhang, Y. Cui, M. B. Djukic, H. Feng, and Y. Wang, "Review of the hydrogen embrittlement and interactions between hydrogen and microstructural interfaces in metallic alloys: Grain boundary, twin boundary, and nano-precipitate," *Int. J. Hydrogen Energy*, vol. 72, pp. 74–109, Jun. 2024,.

[7] A. P. Moon, R. Balasubramaniam, and B. Panda, "Hydrogen embrittlement of microalloyed rail steels," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 527, no. 13–14, pp. 3259–3263, May 2010

[8] R. de C. P. Loureiro *et al.*, "Investigation of hydrogen-induced embrittlement in pearlitic steels for the use in tensile armor of risers," *Eng. Fail. Anal.*, vol. 165, p. 108740, Nov. 2024

[9] M. Truschner *et al.*, "Hydrogen resistance and trapping behaviour of a cold-drawn ferritic–pearlitic steel wire," *International Journal of Materials Research*, vol. 114, no. 6, pp. 439–452, Jun. 2023

[10] M. Eichinger, B. Loder, M. Tkadletz, H. Schnideritsch, G. Klösch, and G. Mori, "On the Change in Hydrogen Diffusion and Trapping Behaviour of Pearlitic Rail Steel at Different Stages of Production," *Materials*, vol. 16, no. 17, p. 5780, Aug. 2023

[11] H. E. Kissinger, "Reaction Kinetics in Differential Thermal Analysis," *Anal. Chem.*, vol. 29, no. 11, pp. 1702–1706, Nov. 1957

[12] Z. H. Li *et al.*, "Role of deformation on the hydrogen trapping in the pearlitic steel," *Scr. Mater.*, vol. 241, p. 115859, Mar. 2024

[13] L. B. Peral, Z. Amghouz, C. Colombo, and I. Fernández-Pariente, "Evaluation of hydrogen trapping and diffusion in two cold worked CrMo(V) steel grades by means of the electrochemical hydrogen permeation technique," *Theoretical and Applied Fracture Mechanics*, vol. 110, p. 102771, Dec. 2020

[14] Z. Tong, H. Wang, W. Zheng, and H. Zhou, "Change in Hydrogen Trapping Characteristics and Influence on Hydrogen Embrittlement Sensitivity in a Medium-Carbon, High-Strength Steel: The Effects of Heat Treatments," *Materials*, vol. 17, no. 8, p. 1854, Apr. 2024

[15] C. Huang *et al.*, "Strong hydrogen trapping by tangled dislocations in cold-drawn pearlitic steels," *Acta Mater.*, vol. 296, p. 121231, Sep. 2025

INFLUENCIA DE LOS DEFECTOS EN EL COMPORTAMIENTO MECANICO DE VAINAS DE COMBUSTIBLE NUCLEAR AVANZADO SOMETIDAS AL ENSAYO DE COMPRESION DIAMETRAL

M. Cristóbal Beneyto[1*], J. Ruiz Hervías[1]

[1] Research Centre for Structural Materials (CIME); Escuela Técnica Superior de Ingenieros de Caminos, Canales y Puertos; Universidad Politécnica de Madrid. Profesor Aranguren 3, 28040, Madrid.
[*] Persona de contacto: miguel.cristobal@upm.es

RESUMEN

Los combustibles de tecnología avanzada (ATF) se han desarrollado con el objetivo de mejorar la respuesta del combustible nuclear frente a escenarios de accidente severo, en particular mediante el uso de vainas de circonio recubiertas con cromo para incrementar su resistencia a la corrosión a alta temperatura. Aunque numerosos estudios han evaluado su comportamiento frente a la oxidación, el efecto de posibles defectos en el recubrimiento sobre sus propiedades mecánicas no ha sido apenas estudiado. En este trabajo se analiza la influencia de defectos controlados en el recubrimiento de cromo en vainas de aleación de circonio tipo PWR C y Zr1Nb. Las muestras, con y sin recubrimiento y con y sin defecto, fueron sometidas a corrosión en autoclave durante 210 días en condiciones representativas del circuito primario de un reactor nuclear de agua a presión (PWR). Posteriormente, se realizaron ensayos de compresión diametral a 20 °C y 300 °C. Los resultados muestran que la oxidación de las muestras con defecto es comparable a la de las muestras sin defecto. A 20 °C, los defectos inducen caídas de carga, aunque su efecto es menos acusado en las muestras recubiertas. A 300 °C, todas las muestras presentan un comportamiento similar, independientemente del recubrimiento o los defectos. Se concluye que la presencia de defectos en el recubrimiento de vainas ATF cromadas sometidas a corrosión en autoclave no produce un deterioro del comportamiento mecánico superior al debido al mismo tipo de defecto en muestras sin recubrimiento.

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

ABSTRACT

Accident Tolerant Fuels (ATF) are being developed to enhance fuel performance under severe accident conditions, particularly through chromium-coated zirconium claddings that exhibit improved high-temperature corrosion resistance. While extensive research has assessed their oxidation behaviour, the mechanical impact of potential coating defects introduced during fabrication remains unclear. This study evaluates the influence of controlled coating defects on chromium-coated Zirconium Cladding Type PWR C and Zr1Nb claddings. Samples with and without coating and with and without defects were exposed to autoclave corrosion for 210 days under conditions representative of the primary circuit of a pressurized-light-water nuclear power plant (PWR). Diametral compression tests were subsequently performed at 20 °C and 300 °C. Results indicate that oxidation in samples with defects is comparable to that of defect-free ones. At 20 °C, defects lead to load drops during testing, although this effect is less pronounced in coated samples than in uncoated ones. At 300 °C, all samples exhibit similar mechanical responses regardless of the presence of coating or defects. The study demonstrates that coating defects do not significantly degrade the mechanical behaviour of chromium-coated ATF cladding after long-term corrosion exposure.

KEYWORDS: ATF, Chromium, RCT, Cladding, Zirconium

1. INTRODUCCIÓN

Los reactores nucleares de fisión de agua ligera (LWR, por sus siglas en inglés) constituyen actualmente la tecnología más extendida para la generación eléctrica. Este tipo de reactor emplea como combustible pastillas de UO_2 alojadas en tubos de circonio, denominados vainas. La combinación de ambos materiales ha demostrado durante décadas un comportamiento adecuado en condiciones normales de operación y de accidentes base de diseño.

En 2011, el accidente en la central nuclear de Fukushima Daiichi (Japón), originado por el tsunami asociado al terremoto que afectó a la planta, impulsó el desarrollo de alternativas al combustible convencional que proporcionasen un mayor margen de seguridad frente a accidentes severos. Desde entonces, se han puesto en marcha numerosos programas orientados al desarrollo de los denominados *Accident Tolerant fuels,* ahora denominados *Advance Technology Fuels* (ATF) [1]. Este nuevo tipo de combustible pretende mejorar tanto las propiedades de las pastillas como las de las vainas. Entre las propuestas de mejora más prometedoras se encuentran los recubrimientos aplicados sobre las vainas para incrementar su resistencia a la corrosión en vapor de agua a alta temperatura. Una ventaja importante de esta estrategia es que implica modificaciones relativamente pequeñas sobre la tecnología actual, lo que facilita su desarrollo y posterior licenciamiento frente a otras alternativas disruptivas.

La mayoría de los trabajos realizados hasta la fecha se han centrado en evaluar la resistencia a la corrosión de vainas recubiertas, tanto en autoclave bajo condiciones que simulan la operación normal [2-4], como en vapor de agua a alta temperatura [3, 4, 5]. Sin embargo, resulta necesario analizar el efecto del recubrimiento sobre el comportamiento mecánico de las vainas, especialmente una vez que el combustible ha sido extraído del reactor. Durante el manejo del combustible gastado, una eventual caída de elemento combustible puede someter a las vainas a cargas de compresión debido al contacto con las rejillas que las alojan [6]. Esta condición de carga puede reproducirse en laboratorio mediante ensayos de compresión diametral. Aunque existen ya algunos estudios previos [7, 8], es necesario ampliar la investigación a un mayor número de condiciones experimentales. Además, dichos estudios suelen considerar intacto el recubrimiento, sin considerar posibles defectos que generados durante la fabricación del combustible.

El objetivo de este trabajo es evaluar la influencia de defectos en el recubrimiento sobre el comportamiento mecánico de diferentes tipos de vainas de circonio recubiertas con cromo, utilizando ensayos de compresión diametral para la caracterización mecánica. Para ello, se mecanizaron defectos controlados en el recubrimiento de vainas ATF, que fueron sometidas a corrosión en autoclave durante 210 días, junto con vainas de referencia sin recubrimiento. A continuación, se realizaron ensayos de compresión diametral a 20 y 300 °C. Los resultados indican que los defectos en el recubrimiento tienen una leve influencia en el comportamiento mecánico a 20 ºC, pero a 300 ºC prácticamente no influyen.

2. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

2.1. Material

Los materiales empleados en este trabajo fueron suministrados en el marco del proyecto *"Testing and Simulation for Advanced Technology and Accident Tolerant Fuels (ATF-TS)"* de la Agencia Internacional de la Energía Atómica (IAEA).

Se han estudiado diversas vainas ATF de circonio recubiertas exteriormente con cromo, junto con vainas sin recubrimiento que actúan como material de referencia. Estos materiales fueron proporcionados por distintos participantes del proyecto ATF-TS: la Czech Technical University (CTU) de Praga y la Atomic Energy Organization of Iran (AEOI).

CTU suministró vainas de aleación de circonio tipo PWR C recubiertas Cr mediante *Unbalanced Magnetron Sputtering Physical Vapour Deposition* (PVD-UMS). Por su parte, AEOI proporcionó vainas de aleación Zr1Nb recristalizada recubiertas de Cr mediante *Physical Vapour Deposition* (PVD). Ambos centros facilitaron 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 vainas de aleación de circonio tipo PWR C, el espesor de pared es de 0,57 mm, mientras que el recubrimiento de Cr tiene un espesor de 20 µm. En el caso de las vainas de Zr1Nb, el espesor de pared es 0,66 mm y el del recubrimiento 6 µm.

2.2. Generación de defectos

Para simular posibles defectos en el recubrimiento producidos durante la fabricación o manipulación del combustible, se han mecanizado pequeñas ranuras en las vainas (no pasantes) mediante un disco de corte. El objetivo es eliminar el recubrimiento de manera controlada afectando al sustrato lo mínimo posible.

Los defectos se han mecanizado en muestras de ambos materiales, con y sin recubrimiento, en el centro de la muestra en dirección axial. Tienen una anchura de 0,4 mm, ocupan la longitud de la muestra (10 mm) y tienen una profundidad de unas 40 µm, que se ha medido usando un perfilómetro con una resolución de 1 µm.

2.3. Corrosión en autoclave

Las muestras fueron sometidas a corrosión en autoclave durante 210 días. El ensayo se llevó a cabo en un autoclave de 4 litros de capacidad en agua líquida a 360 °C y 18,6 MPa. Para reproducir la composición química del agua del circuito primario de un reactor de PWR, se añadieron 2,2 ppm de litio y 1000 ppm de boro. Tanto la superficie exterior como la interior de las muestras permanecieron expuestas al medio durante el ensayo.

Al terminar el ensayo se determinó la ganancia de peso por unidad de área siguiendo los criterios establecidos en la norma ASTM-G2M. Adicionalmente, algunas muestras fueron preparadas mediante técnicas metalográficas y examinadas mediante microscopía electrónica de barrido (SEM).

2.4. Compresión diametral

Para estos ensayos se emplearon muestras de vaina de 10 mm de longitud. Los ensayos se realizaron en una máquina universal SUZPECAR equipada con una célula de carga de 5 kN. En este procedimiento, dos placas cilíndricas paralelas aplican una carga diametral sobre la muestra. El ensayo consiste en desplazar verticalmente una de las placas en control de desplazamiento —a una velocidad de 0,5 mm/min— mientras se registran simultáneamente la carga aplicada y el desplazamiento del punto de aplicación de la carga.

Se llevaron a cabo ensayos a 20 y 300 °C, utilizando muestras de ambos materiales tras 210 días de corrosión en autoclave Se ensayaron muestras con y sin recubrimiento, y con y sin defecto.

En el caso de las muestras con defecto, se colocaron de manera que el defecto quedase en una generatriz situada a 90 grados de la vertical. Asimilando la muestra a un

reloj, el defecto estaba en la posición de las 3 o 9 en punto durante el ensayo. Esto se ha hecho porque las mayores tensiones de tracción en la superficie exterior de la muestra durante el ensayo se dan en esta zona y, por tanto, esta es la condición más perjudicial.

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

3.1. Generación de defectos

En la Figura 1 se muestra una imagen de una muestra con recubrimiento y defecto, donde se indican además las dimensiones del defecto.

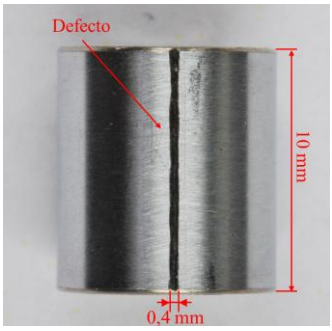


Figura 1. Ejemplo de muestra recubierta con defecto

La profundidad de los defectos mecanizados se muestra en la Tabla 1.

Tabla 1. Profundidad de los defectos mecanizados, expresada en micrómetros.

Material	Recubrimiento	Profundidad (µm)
Circonio tipo PWR C	Cr	41 ± 9
	s/recubrimiento	30 ± 10
Zr1Nb	Cr	53 ± 13
	s/recubrimiento	40 ± 11

La profundidad media de los defectos en el caso de las muestras vaina de aleación de circonio tipo PWR C se encuentra entre 30 y 40 micrómetros, mientras que en el caso de las muestras de Zr1Nb está entre 40 y 50 micrómetros. En ambos casos la profundidad es mayor que el espesor del recubrimiento (20 y 6 micrómetros respectivamente).

3.2. Corrosión en autoclave

Se determinó la ganancia de peso por unidad de área de las muestras tras 210 días de corrosión en autoclave. Los resultados obtenidos, expresados en mg/dm², se presentan en la Tabla 2. Como se puede ver en esta tabla, en el caso de las muestras con recubrimiento, la ganancia en peso de las muestras con y sin defecto es prácticamente idéntica. En el caso de las muestras sin recubrimiento, las muestras con defecto presentan valores ligeramente mayores que las muestras sin defecto.

Tabla 2. Ganancia en peso por unidad de área (en mg/dm2) de las muestras de vaina cromadas y sin recubrimiento, con defectos y sin defectos, tras 210 días de corrosión en autoclave.

Material	Recubrimiento	Ganancia en peso (mg/dm²)	
		Sin defecto	Con defecto
Circonio tipo PWR C	Cr	29,5 ± 1,2	30,1 ± 0,8
	s/recubrimiento	64,7 ± 0,8	67,3 ± 0,3
Zr1Nb	Cr	38 ± 2	37,9 ± 0,7
	s/recubrimiento	84 ± 2	92,7 ± 0,5

La Figura 2 y la Figura 3 muestran cada una dos imágenes de SEM correspondientes a la sección transversal de la zona del defecto de muestras sometidas a 210 días de corrosión en autoclave. Amabas figuras corresponden a muestras vaina de aleación de circonio tipo PWR C (Figura 2) y Zr1Nb (Figura 3) y corresponden a muestras sin recubrimiento (arriba) y con recubrimiento (abajo).

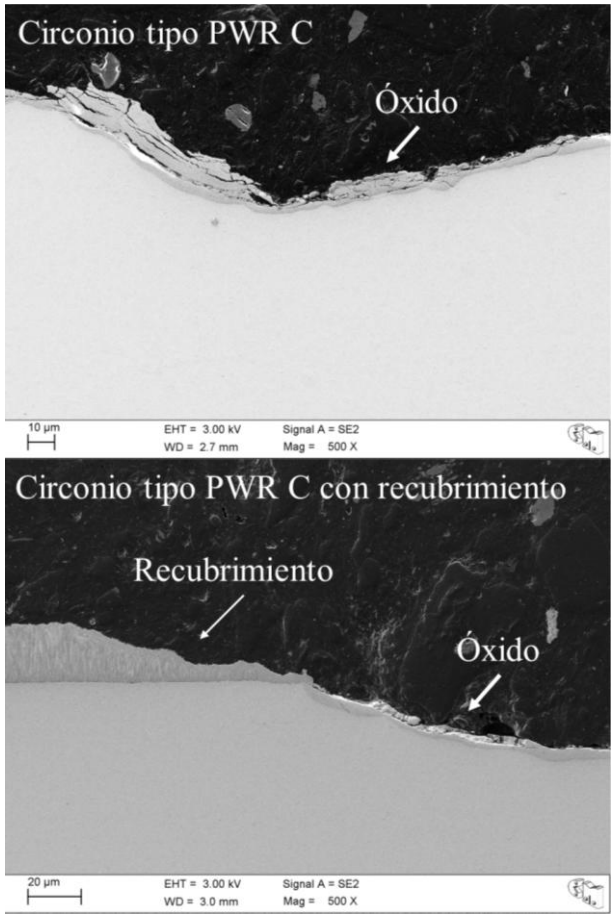


Figura 2. Imágenes de SEM correspondientes a la sección transversal de muestras vaina de aleación de circonio tipo PWR C con defecto, con y sin recubrimiento, tras 210 de corrosión en autoclave. Zona del defecto.

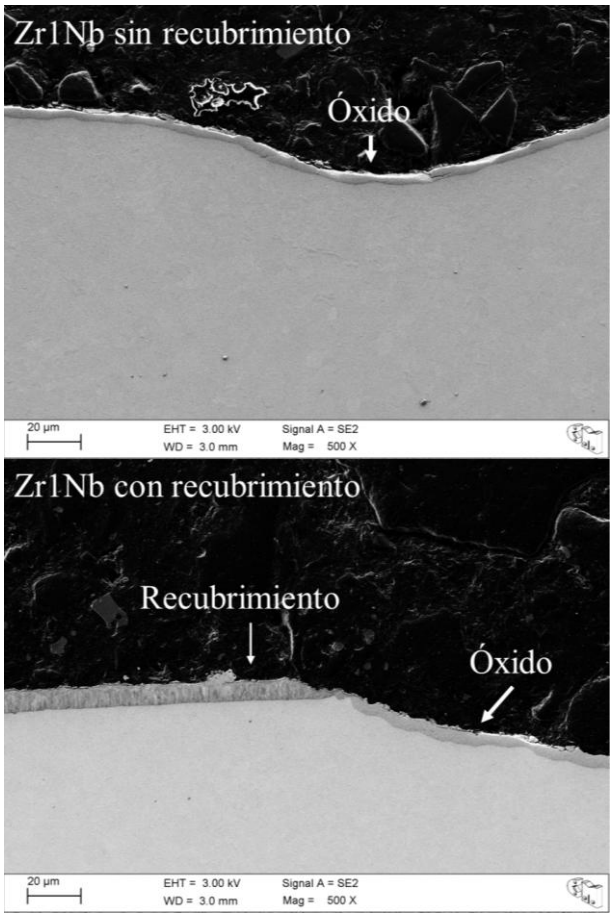


Figura 3. Imágenes de SEM correspondientes a la sección transversal de muestras de Zr1Nb con defecto, con y sin recubrimiento, tras 210 de corrosión en autoclave. Zona del defecto.

En la parte inferior de cada imagen se distingue la vaina de circonio, de tonalidad gris. En la parte superior se observa la resina empleada para la preparación metalográfica. Entre ambas aparece, según el caso, el recubrimiento de cromo —de color gris más claro— o la capa de óxido de circonio, apreciable por su tono gris más oscuro, tal como se indica en las figuras.

De acuerdo con estas micrografías, las muestras sin recubrimiento presentan una capa de óxido de circonio continua en toda la superficie exterior, incluido el área correspondiente al defecto. En las muestras de aleación Zr1Nb el espesor del óxido es uniforme en toda la superficie, mientras que en las muestras vaina de aleación de circonio tipo PWR C sin recubrimiento se aprecia una acumulación local de óxido que, no obstante, se considera un artefacto asociado al proceso de pulido.

En las muestras con recubrimiento, este permanece inalterado tras el ensayo de corrosión en autoclave, y la capa de óxido formada en la zona del defecto presenta características similares a la observada en las muestras sin recubrimiento. Este comportamiento, junto con los valores de ganancia de peso obtenidos, indica que la presencia de defectos en el recubrimiento no afecta de manera significativa al comportamiento de las vainas recubiertas durante el ensayo de corrosión.

3.3. Compresión diametral

Las curvas fuerza-desplazamiento de los ensayos RCT correspondientes a las muestras de circonio tipo PWR C se representan en la Figura 4, para 20 °C y 300 °C. Se muestran curvas representativas de muestras sometidas a corrosión en autoclave, con y sin recubrimiento y con y sin defecto.

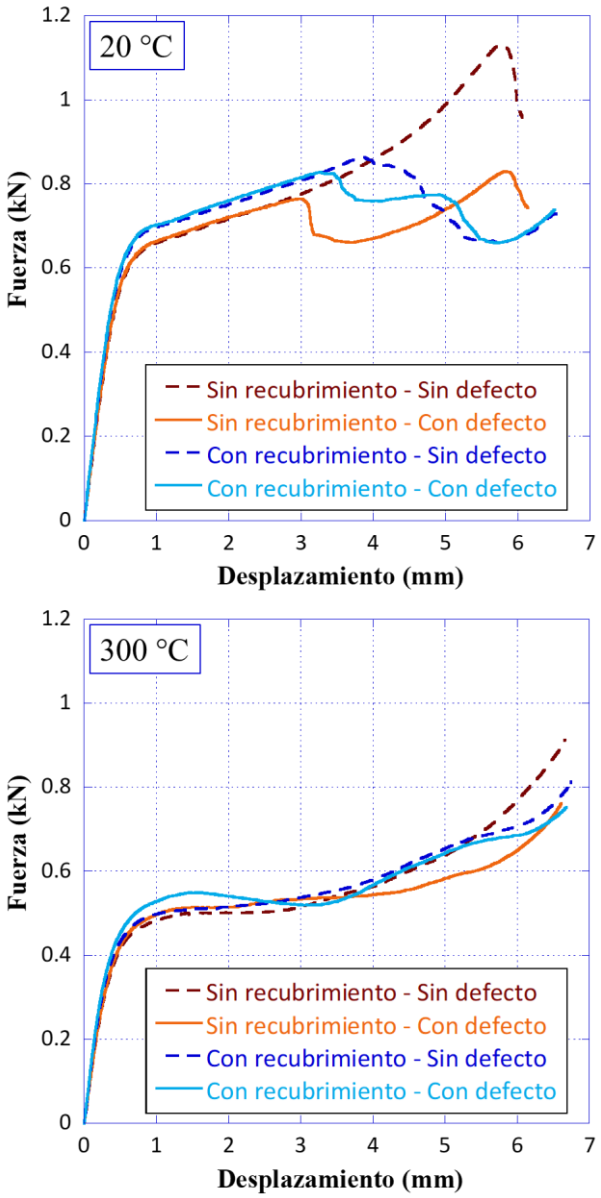


Figura 4. Curvas fuerza-desplazamiento de los ensayos RCT de muestras vaina de aleación de circonio tipo PWR C ensayadas a 20 y 300 °C

En la muestra sin recubrimiento y sin defecto ensayada a 20 °C, la carga aumenta de manera monótona con el desplazamiento, mostrando una región aproximadamente lineal hasta los 0,5 kN. La carga máxima alcanza ligeramente más de 1,1 kN para un desplazamiento cercano a 6 mm, tras lo cual la carga comienza a

disminuir. Se observa un comportamiento similar en el resto de las muestras, aunque con valores distintos de carga máxima y desplazamiento. La muestra sin recubrimiento y con defecto es la que presenta el valor más bajo de carga máxima: inferior a 0,8 kN para un desplazamiento de 3 mm. En la muestra con recubrimiento y sin defecto, la caída de carga se produce a aproximadamente 4 mm y 0,9 kN. Al introducir un defecto, la caída de carga también aparece antes (en torno a 3,5 mm y 0,85 kN), como ocurre en las muestras sin defecto, si bien la reducción en la carga máxima es menos acusada que en la muestra sin recubrimiento.

Las muestras ensayadas a 300 °C muestran un comportamiento distinto. En este caso, la carga aumenta monótonamente con el desplazamiento, pero la región lineal es más reducida (hasta aproximadamente 0,3 kN). No se observa una carga máxima definida ni caídas bruscas de carga. A esta temperatura, las diferencias entre muestras recubiertas y sin recubrimiento son mucho menos marcadas, y todas presentan un comportamiento muy similar. Únicamente la muestra con recubrimiento y defecto muestra una ligera disminución de carga, que posteriormente vuelve a aumentar.

Estos resultados indican que los defectos tienen un efecto similar en las muestras con y sin recubrimiento. El comportamiento de las muestras con recubrimiento y defecto es superior al de las muestras sin recubrimiento y con defecto.

Las curvas carga-desplazamiento de los ensayos RCT correspondientes a las muestras de Zr1Nb se representan en la Figura 5, para 20 °C y 300 °C. Se muestran curvas representativas de muestras con y sin recubrimiento y con y sin defecto, todas ellas tras ser sometidas a corrosión en autoclave.

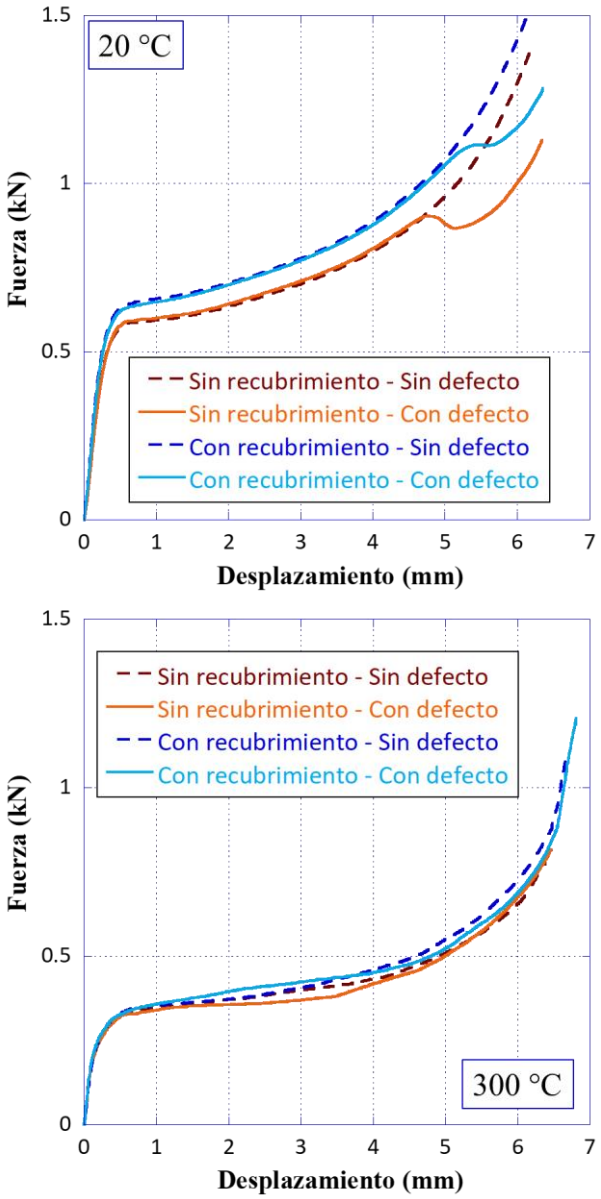


Figura 5. Curvas fuerza-desplazamiento de los ensayos RCT de muestras de Zr1Nb ensayadas a 20 y 300 °C

En las muestras sin defecto la carga aumenta de manera monótona con el desplazamiento, con una región lineal que muestra una pendiente similar en todos los casos. Para este material, a diferencia de las muestras vaina de aleación de circonio tipo PWR C , no se observan caídas de carga. Esto se debe a la diferente microestructura de ambas aleaciones de circonio. Comparando la muestra sin recubrimiento con la muestra recubierta, la carga es mayor en la segunda, para un mismo desplazamiento. La presencia del defecto hace que durante el ensayo se produzca una pequeña caída de carga. Al igual que pasaba con las muestras anteriores, esta caída de carga se da para cargas y desplazamientos menores en la muestra sin recubrimiento.

A 300 °C todas las muestras presentan un comportamiento similar, y no se aprecia un efecto significativo de los defectos.

4. CONCLUSIONES

En este trabajo se han llevado a cabo ensayos de corrosión en autoclave durante 210 días en una disolución representativa del circuito primario de refrigeración de un reactor PWR. Se utilizaron muestras de dos tipos de combustible ATF (vainas de circonio recubiertas exteriormente con Cr) en las que se mecanizaron previamente defectos con objeto de simular daños hipotéticos durante la fabricación. Los resultados muestran que el grado de oxidación en las muestras con defecto es comparable al observado en las muestras sin defecto.

Las muestras sometidas a corrosión en autoclave fueron posteriormente ensayadas a compresión diametral a 20 °C y 300 °C. En las muestras vaina de aleación de circonio tipo PWR C ensayadas a 20 °C sin recubrimiento, la presencia de defectos provoca una reducción de los valores de carga y desplazamiento a los que se registran caídas de carga, con respecto a las muestras sin defecto. No obstante, en las muestras recubiertas y con defecto el comportamiento es el contrario. En todos los casos, los valores del desplazamiento a los que se producen las caídas de carga son muy elevados (mayores de 3 mm), y no serían posibles en una vaina cargada con una pastilla de combustible.

En el caso de las muestras de Zr1Nb ensayadas a 20 °C, la presencia de defectos origina pequeñas caídas de carga que no se observan en las muestras sin defectos, para valores del desplazamiento del orden de 5 mm. Tal como sucedía anteriormente, se trata de valores muy elevados, que nunca se pueden dar en el combustible nuclear (vainas más pastilla).

A 300 °C todas las muestras (de ambos materiales), independientemente de la presencia o ausencia de recubrimiento y de defectos, muestran un comportamiento mecánico muy similar.

La principal conclusión es que la presencia de defectos en el recubrimiento de vainas ATF cromadas sometidas a corrosión en autoclave no produce un deterioro del comportamiento mecánico superior al debido al mismo tipo de defecto en muestras sin recubrimiento.

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.

COMPORTAMIENTO MECÁNICO Y FALLO DE SOLDADURAS LÁSER AUTÓGENAS A TOPE Y EN ESQUINA PARA UNIONES EN PROLONGACIÓN DE LÁMINAS DE ACERO SOLAPADAS

M. Iordachescu[1*], A. Valiente[1*], M. de Abreu[1], P. Santos[2]

[1]Departamento de Ciencia de Materiales
Escuela Técnica Superior de Ingenieros de Caminos, Canales y Puertos. Universidad Politécnica de Madrid
C/ Profesor Aranguren 6, 28040 Madrid-España

[2]Departamento de Física Aplicada e Ingeniería de Materiales
Escuela Técnica Superior de Ingenieros Industriales. Universidad Politécnica de Madrid
C/ José Gutiérrez Abascal 2, 28006 Madrid-España

[*] Persona de contacto: andres.valiente@upm.es

RESUMEN

La investigación presentada en este trabajo evalúa y compara la deformabilidad y la resistencia a tracción de uniones solapadas de láminas o chapas delgadas de aceros diferentes mediante soldadura láser autógena disímil, integradas con función estructural en la fabricación industrial en cadena. Las dos variantes de unión en cuanto a configuración (a tope y en esquina) han sido sometidas a ensayo de tracción hasta rotura con medida de elongación en las diferentes zonas de interés (metales base, zonas térmicamente afectadas y soldaduras) mediante video-extensometría digital computerizada. Los ensayos demuestran que los dos tipos de unión se comportan como rótulas con resistencia interna de capacidad portante similar y diferencias significativas de ductilidad, y los posteriores análisis fractográficos revelan dónde radican las debilidades respectivas y explican su origen en relación con la microestructura.

PALABRAS CLAVE: Soldadura láser, Fractura, Mecanismos de fallo

ABSTRACT

This paper addresses the assessment and comparison concerning the deformation and tensile strength of overlap welded joints made with a structural capacity by autogenous laser welding between thin steel sheets made from different steels. The two possible joining options in terms of configuration (butt and corner) were subjected to tensile testing to failure, with elongation measured in different areas of interest (base metals, heat-affected zones, and welds) using computerized digital video-extensometry. The tests demonstrate that the two joint types behave as hinges with similar internal strength and load-bearing capacity, but significant differences in ductility. Subsequent fractographic analyses reveal the respective weaknesses and explain their origin in relation to the microstructure.

KEYWORDS: Laser welding, Fracture, Failure mechanisms

1. INTRODUCCIÓN

La soldadura autógena láser forma parte del grupo de procesos de soldeo que se limita a fundir los metales a unir, sin requerir material añadido. Además, la aportación de calor involucrada en el proceso es muy baja comparada con la de otros procedimientos, lo que propicia la formación de zonas térmicamente afectadas (HAZ) muy estrechas y minimiza los cambios microestructurales y la distorsión del metal contiguo [1-3]. La rapidez con que tiene lugar el enfriamiento da lugar a microestructuras de grano fino que mejoran la resistencia mecánica de la unión soldada, si bien pueden perjudicar la ductilidad [4-6]. Estas características proporcionan a la soldadura autógena láser ventajas considerables para ser empleada como medio de unión de chapas delgadas dotado de capacidad resistente. Si a ello se une la estética de su acabado y su facilidad para ser integrada en procesos de fabricación en cadena, se explica que haya adquirido un gran valor para industrias como la automoción, la aeronáutica o la microelectrónica [7].

La soldadura autógena láser permite unir láminas muy delgadas, con espesores de sólo tres décimas de milímetro, y puede utilizarse con una gama de materiales metálicos que incluye aceros al carbono, aceros inoxidables y aleaciones de magnesio. También puede aplicarse para realizar soldaduras disímiles, es decir, para unir chapas de distintos materiales. A pesar de los avances experimentados por la tecnología de la soldadura, la diferencia de composición química y de

comportamiento térmico de los metales base no ha permitido hallar una solución plenamente satisfactoria para las uniones disímiles, ya que sus respectivas respuestas mecánica y metalúrgica al proceso de fusión originado por el soldeo son muy distintas.

Las láminas a unir por soldadura láser se superponen solapando los extremos cuya continuidad se pretende, y la soldadura se genera bien entre las caras en contacto de las láminas (unión a tope) o bien ente la cara de una de ellas y el borde final de la otra (unión en esquina). Ambos tipos de unión son objeto de este trabajo.

La investigación aquí descrita tiene como objetivo determinar experimentalmente y comparar el comportamiento mecánico hasta rotura de los dos tipos de unión láser de láminas delgadas indicadas en uniones disímiles de aceros comerciales. Para ello se han llevado a cabo ensayos de tracción de dichas uniones instrumentados con el sistema de video-extensometría digital computerizada VIC-2D [8], que proporciona los valores en superficie de los campos de desplazamientos y deformaciones de las probetas a lo largo del ensayo. Los ensayos se han complementado con el análisis metalúrgico y fractográfico de las probetas mediante microscopía SEM.

2. MATERIALES

Las láminas empleadas para la experimentación eran de 0,5 mm de espesor y fueron suministradas como chapas rectangulares planas de 150 × 300 mm². Los aceros respectivamente empleados para fabricarlas, EN 1.0330 y EN 1.4307, esto es, acero al carbono y acero inoxidable austenítico tienen límites elásticos similares. Las tablas 1 y 2 indican la composición química y las propiedades mecánicas de cada uno.

Tabla 1. Composición química de los aceros empleados en la experimentación.

Acero	C	Mn	Si	Cr	Cu	Ni
EN 1.0330	0,12	0,55	0,03	-	0,02	-
EN 1.4307	0,03	1,98	1,00	19,45	-	10,48
Acero	**S**	**P**	**N**	**Al**	**Fe**	
EN 1.0330	0,045	0,03	0,008	0.02	bal.	
EN 1.4307	0,015	0,045	0,10	-	bal.	

Tabla 2. Propiedades mecánicas de los aceros empleados en la experimentación.

Acero	Módulo de elasticidad (GPa)	Límite elástico (MPa)	Resistencia a tracción (MPa)	Máxima elongación uniforme
EN 1.0330 (CS)	197	302	419	20 %
EN 1.4307 (SS)	202	330	684	66 %

Las soldaduras han sido realizadas en el Centro Láser de la Universidad Politécnica de Madrid con el equipo de que éste dispone YAG láser modelo DY 033, fabricado por la empresa Rofin Sinair en Hamburgo (Alemania). Las variables de soldeo fueron optimizadas efectuando pruebas de ajuste dirigidas a asegurar la penetración total y la ausencia de defectos con una solo pasada del haz láser. Para crear la atmósfera de protección se empleó gas argón. Los valores finalmente adoptados pueden verse en la tabla 3. La figura 1 muestra sendos esquemas de las dos configuraciones de soldadura y de los procesos de soldeo.

Tabla 3. Variable de soldeo láser adoptadas para la fabricación de probetas.

Unión	Diámetro del haz (mm)	Potencia (W)	Velocidad de soldeo (mm/s)	Caudal de argón (litros/minuto)	Angulo de incidencia del haz (°)
A tope	0,50	900	20	15	5
En esquina	0,55	1000	25	15	5

En ambos casos la lámina de mayor conductividad térmica (la de acero al carbono) ocupó la posición de incidencia del haz láser. Las longitudes de los extremos libres de las láminas (las dos de la unión a tope y la de acero inoxidable de la unión en esquina) garantizaban que sus respectivos movimientos de sólido rígido pudieran ser observados y cuantificados a la largo del ensayo.

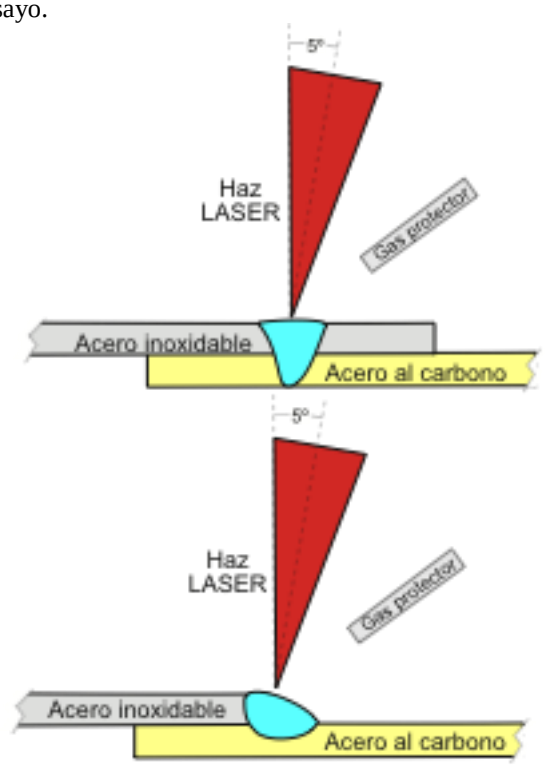


Figura 1. Configuraciones de soldadura láser: a tope (arriba) y en esquina (abajo).

En la figura 2 puede verse la sección transversal de ambas uniones soldadas.

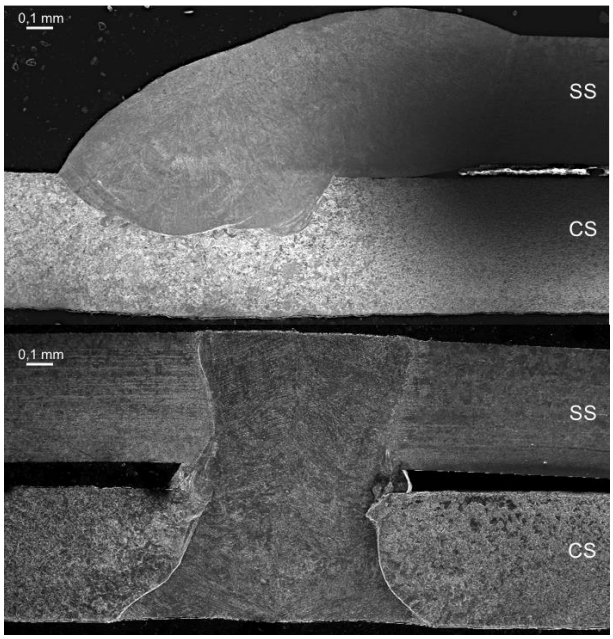


Figura 2. Secciones transversales de las uniones disímiles (CS: acero al carbono; SS: acero inoxidable) soldadas con láser en esquina (arriba) y a tope (abajo).

Las microestructuras existentes de izquierda a derecha en la unión a tope, a la altura de la lámina CS, empiezan por la del acero en estado de recepción, de grano ferrítico-perlítico fino levemente deformado en la dirección de laminación, siguen con la de transición a la zona térmicamente afectada del lado CS (ZAT-CS), consistente en estructuras de Widmanstätten de grano grueso que se originan en la transformación parcial de la austenita en ferrita, y finalmente dan paso a la zona de fusión, compuesta por plaquetas de martensita en la matriz austenítica donde se han desarrollado desde la línea de fusión por enfriamiento rápido. La estrecha franja que delimita dicha zona es el frente de solidificación del baño líquido creado por el haz láser.

También en la unión a tope, a la altura de la lámina SS, de derecha a izquierda, la microestructura empieza por la del acero en estado de recepción, con granos sin dirección preferente de crecimiento y maclas de austenita recocida, siguen con la de transición a la zona térmicamente afectada correspondiente (ZAT-SS), consistente en granos alargados de ferrita primaria repartidos en una matriz de austenita interdentrítica, y concluyen con la de la zona de fusión anteriormente descrita.

En la unión en esquina, recorrida a la altura de la lámina CS de izquierda a derecha, la microestructura del acero en estado de recepción también da paso a una de Widmanstätten de grano grueso dentro de la zona térmicamente afectada ZAT –CS, hasta terminar en la zona de fusión. A la altura de la lámina SS, en sentido de derecha a izquierda, a la microestructura del acero SS en estado de recepción le sucede otra dendrítica columnar de ferrita y austenita, hasta la zona térmicamente afectada ZAT-SS, formada por una matriz austenítica con una fase dispersa de ferritas alargadas.

La figura 3 muestra los campos de microdureza Vickers 0.1 medidos por indentación en ambas uniones soldadas, a lo largo de una trayectoria que recorre los planos medios del lado de carga de las láminas y los enlaza a través de la soldadura que las une. El crecimiento que experimenta la dureza desde los metales base a la región de soldadura es notorio en ambas uniones, pero significativamente mayor en la unión a tope. Por el contrario, la anchura de dicha región es significativamente menor. Ambos efectos son consecuentes con la acción más concentrada del haz láser que la configuración geométrica propicia en la unión a tope.

3. ENSAYOS MECÁNICOS

Las chapas soldadas descritas fueron mecanizadas hasta transformarlas en probetas planas de tracción de 37 mm de fuste y 0,5 × 6 mm² de sección transversal, con la soldadura láser ocupando el centro de éste. Dos ensanchamientos de 9 mm con sus transiciones correspondientes prolongaban el fuste 19 mm más por cada extremo para hacer la función de cabezas de sujeción. Se construyeron y ensayaron tres probetas de cada tipo de soldadura.

Los esquemas mostrados en la figura 4 ilustran los dispositivos empleados para someter las probetas a carga creciente de tracción F hasta rotura. Como puede verse, el contacto entre una de las caras de la probeta y las correspondientes de las mordazas de sujeción de la máquina de ensayos no es directo por haberse introducido entre ambas superficies sendos espaciadores del mismo espesor que las láminas. La finalidad de esta medida era asegurar que la línea de acción de las dos fuerzas iguales y opuestas ejercidas por la máquina sobre los extremos de la probeta estuviese contenida en la otra cara de ésta durante todo el ensayo.

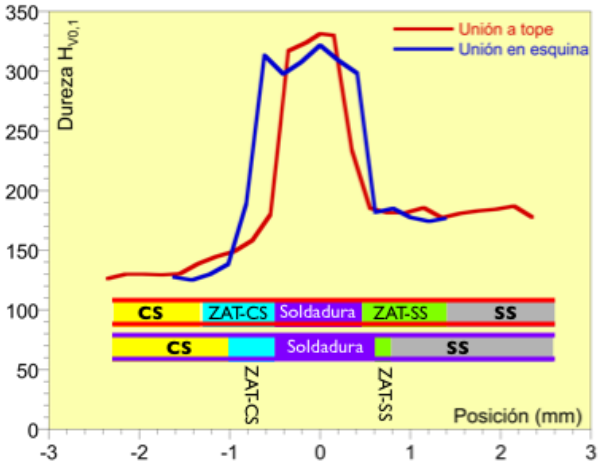


Figura 3.Campos de microdureza Vickers en las uniones disímiles de acero al carbono y acero inoxidable soldadas con láser a tope y en esquina.

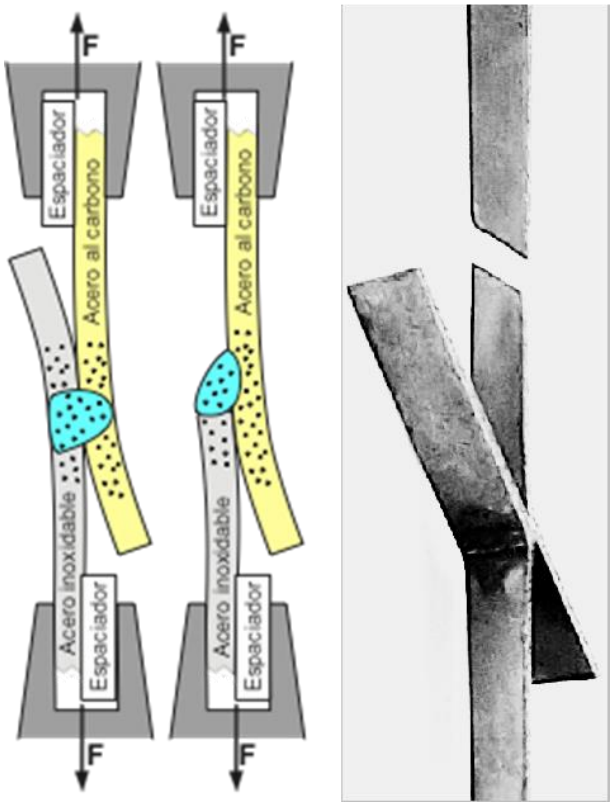


Figura 4. Dispositivo del ensayo de tracción de probetas con uniones soldadas láser a tope y en esquina, e imagen final de una de ellas.

El recubrimiento de pintura moteada depositado sobre uno de los cantos de la probeta para aplicar el sistema de medidas extensométricas VIC-2D también aparece esquematizado en la figura 4. El software del sistema procesa la sucesión de imágenes digitales de dichos cantos tomadas a lo largo del ensayo, identificando las motas como puntos materiales por su composición de grises y ubicando sus posiciones relativas a través de las que ocupan los píxeles activados por cada una. Los campos de desplazamientos quedan registrados digitalmente para obtener elongaciones y deformaciones en la superficie de la probeta.

Los esquemas de la figura 4 ilustran el proceso de deformación que experimentan las dos uniones soldadas a medida que aumenta la carga aplicada. Las caras de las láminas en contacto con los espaciadores permanecen sobre la línea de carga al alejarse de la soldadura, mientras los extremos libres giran sin deformarse. Se han realizado tres ensayos de cada unión soldada, comprobándose que ambas uniones se comportan como rótulas con resistencia interna, cuyo giro determinan los extremos libres haciendo las veces de brazos de un goniómetro. Este tipo de comportamiento ha sido tenido en cuenta para justificar la existencia de momentos flectores generados por la carga de tracción actuando sobre las zonas térmicamente afectadas [8].

La figura 5 muestra las imágenes de una unión de cada tipo a diferentes niveles de carga, el último de los cuales es la carga máxima alcanzada en el ensayo y causante del fallo de la unión. En todos los casos éste ha tenido lugar por agotamiento plástico y estricción de la lámina de acero al carbono, conforme a la condición canónica de no ser la soldadura más débil que los componentes unidos.

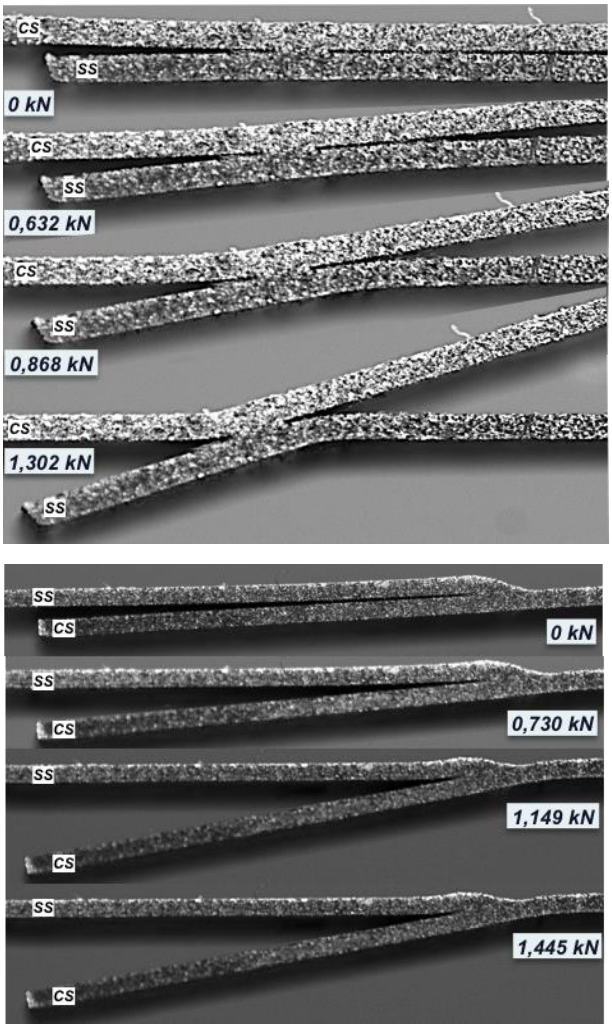


Figura 5. Imágenes de las uniones soldadas disímiles a tope (arriba) y en esquina (abajo) bajo distintos niveles de carga en el ensayo de tracción.

En la figura 6 se ha representado la carga aplicada-en el ensayo de una unión a tope frente a las elongaciones medidas con el sistema VIC sobre cuatro extensómetros virtuales de 1 mm de base de medida ubicados paralelamente a la línea de carga en las posiciones también indicadas en la figura, es decir, sobre los dos metales base, el ligamento de unión de las láminas y la zona térmicamente afectada del acero al carbono. Junto a estas cuatro curvas se han representado las curvas análogas de las dos láminas sometidas a tracción simple, deducidas de su sección transversal y de las curvas tensión-deformación de los dos aceros. Como era de esperar la coincidencia de estas últimas con las respectivas de los extensómetros E3 y E4 es plena, destacando además la diferencia de endurecimiento que presenta la soldadura frente a los metales base, muy superior a la de la zona afectada térmicamente de la lámina de acero al carbono.

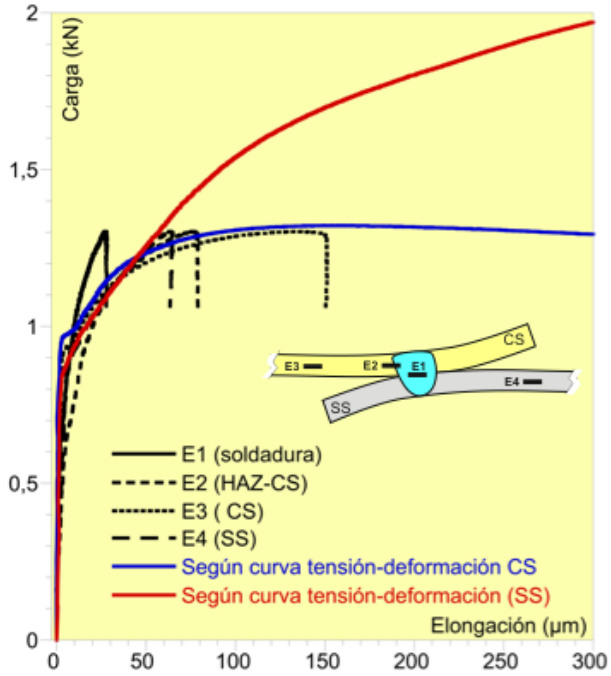


Figura 6. Curvas carga-elongación registradas con los extensómetros virtuales E1 a E4 en el ensayo de una unión soldada a tope

La carga de tracción F aplicada se ha representado en la figura 7 frente al ángulo Θ formado por el extremo libre de la probeta con la línea de carga para uno de los ensayos de cada unión. Los valores del ángulo Θ fueron medidos con ayuda del sistema VIC 2D, a partir de los desplazamientos relativos a la posición inicial experimentados por los extremos de un segmento material de 1 mm de longitud situado sobre el plano medio del lado de lámina libre de carga.

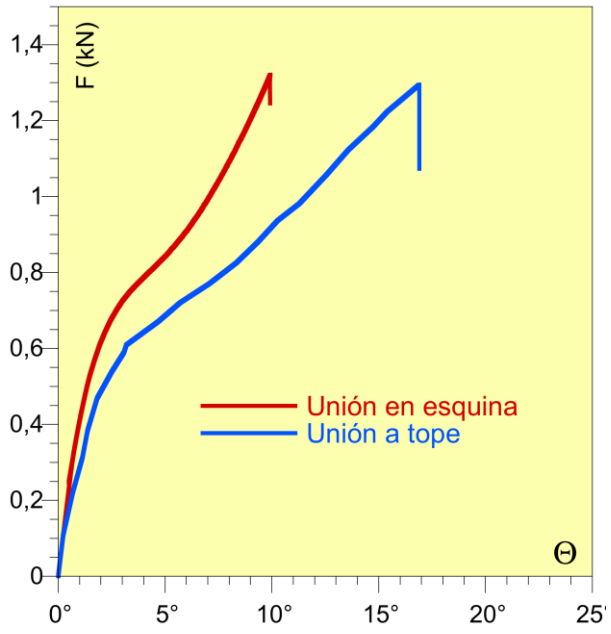


Figura 7. Ensayos de tracción de las uniones soldadas disímiles a tope y en esquina: carga aplicada frente a rotación experimentadA

Como puede verse, el comportamiento tipo rótula tiene las mismas características cualitativas en los dos tipos de unión soldada, y sólo presenta diferencias cuantitativas entre ambos. El tramo inicial de las curvas F–Θ es lineal y da paso, con un codo suave de transición, a un segundo tramo también lineal de menor pendiente. Las dos soldaduras pierden rigidez al alcanzar un nivel de deformación muy similar (en torno a 3° de giro), si bien la unión en esquina es la más rígida en ambos tramos.

Tanto la resistencia de la unión a tope (1,30 kN) como la de la unión en esquina (1,32 kN) concuerdan perfectamente con el hecho de que la unión falle por agotamiento plástico y estricción de la lámina de acero al carbono, cuya capacidad portante, de acuerdo con sus dimensiones transversales nominales de 0,5×6 mm^2 y la resistencia a tracción de la tabla 2, es de 1,26 kN.

Las curvas de la figura 7 permiten comparar el comportamiento mecánico previo a la rotura de las dos clases de unión disímil con soldadura láser estudiados, pero no ofrecen la descripción más apropiada del comportamiento tipo rótula que ambas exhiben, y que consistiría en una relación giro-momento, en lugar de giro-fuerza. Sin embargo, dado que la acción ejercida sobre las uniones para caracterizar su comportamiento son dos fuerzas iguales, opuestas y colineales, dicha relación sólo puede ser establecida a partir de la obtenida experimentalmente conociendo el centro de giro de la rótula equivalente a la unión soldada, pero el criterio a aplicar para ello no es único.

4. CONCLUSIONES

La finalidad de la investigación presentada era analizar y comparar en cuanto al comportamiento mecánico resultante dos modos de unir (a tope y en esquina) en prolongación con soldadura láser láminas solapadas de pequeño espesor y aceros diferentes, específicamente acero al carbono y acero inoxidable.

La primera analogía entre los dos tipos de unión se manifiesta en la microestructura. En la unión a tope, la soldadura es una mezcla de austenita y martensita propia de un acero inoxidable, con una morfología compleja consecuencia de la heterogeneidad de propiedades físicas, particularmente las térmicas, de los metales base. En la unión en esquina, el acero de cuya solidificación resulta la soldadura es acero inoxidable en un 80 %.

Las medidas del campo de durezas efectuadas en ambas uniones también muestran la misma analogía entre los dos tipos de unión, y en particular en las regiones de soldadura confirman mayor presencia del acero inoxidable. Asimismo, en las dos uniones la máxima dureza se registra en las zonas de fusión. La diferencia ya mencionada de propiedades físicas entre los dos aceros desempeña un papel determinante en el procese de solidificación de dichas zonas de fusión.

El comportamiento mecánico global de las dos uniones al ser solicitadas a tracción también presenta una fuerte analogía, pudiendo describirse como el de una rótula con dos escalones de resistencia interna lineal. El giro que separa ambos escalones es de 5º en ambas uniones y la flexibilidad de la rótula disminuye del primero al segundo.

AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen la ayuda recibida a través del proyecto RTI-2018-097221-B-I00 financiado por MCIN/A EI/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 y "FSE Invierte en tu futuro" de la "Unión Europea NextGenerationEU/ PRTR".

REFERENCIAS

[1] Iordachescu, D.; Blasco, M.; Lopez, R.; Cuesta, A.; Iordachescu, M.; Ocaña, J.L. Recent achievements and trends in laser welding of thin plates. *J. Optoelectron. Adv. Mater.* **2011**, *13*, 981–985.

[2] Giudice, F.; Missori, S.; Scolaro, C.; Sili, A. A review on fusion welding of dissimilar ferritic/austenitic steels: Processing and weld zone metallurgy. *J. Manuf. Mater. Process.* **2024**, *8*, 96.

[3] Giudice, F.; Missori, S.; Sili, A. Dissimilar welding of thick ferritic/austenitic steels plates using two simultaneous laser beams in a single pass. *J. Manuf. Mater. Process.* **2024**, *8*, 134.

[4] Kumari, A.; Pandey, C. Autogenous laser-welded dissimilar joint of ferritic/martensitic P92 steel and Inconel 617 alloy: Mechanism, Microstructure, and Mechanical Properties. *Archives of Civil and Mechanical Engineering* **2022**, *22(1),* 39.

[5] Iordachescu, D., Scutelnicu, E., Iordachescu, M., Valiente, A., Ruiz-Hervias, J., Ocaña, J.L. Specific properties of ferritic/austenitic dissimilar metals welded joints. *Weld. World* **2011**, 55(3-4), 2-11.

[6] Kang, M., Jeon, I-H., Han, H.N., Kim, C. Tensile-shear Fracture Behavior Prediction of High-Strength Steel Laser Overlap Welds, *Metals* **2018,** 8, 365.

[7] Moskvitin, G.V.; Polyakov, A.N.; Birger, E.M. Application of laser welding methods in industrial production, *Weld. Int.* **2013**, 27, 572-580.

[8] Benasciutti, D. Lanzutti, A., Rupil, G., Fraenkel Haeberle, E., Microstructural and mechanical characterization of laser-welded lap joints with linear and circular beads in thin low carbon steel sheets, *Materials and Design*, **2014**, 62, 205 -216

GEOMETRÍA DE PROBETA Y EXPRESIONES PARA LA ESTIMACIÓN DE PARÁMETROS EN FRACTURA MEDIANTE ENSAYOS SMALL PUNCH SEGÚN NORMA EN-10371.

A. Fernández[1], B. Arroyo[2*], J.A. Álvarez[1], F. Gutiérrez-Solana[1], S. Pérez[1]

[1] LADICIM, Departamento de Ciencia e Ing. del Terreno y de los Materiales
E.T.S. de Ing. de Caminos, Canales y Puertos. Universidad de Cantabria.
Av./Los Castros 44, 39005 Santander-España

[2] EgiCAD, Departamento de Ing. Geográfica y Técnicas de Expresión Gráfica
E.T.S. de Ing. de Caminos, Canales y Puertos. Universidad de Cantabria.
Av./Los Castros 44, 39005 Santander-España
[*] Persona de contacto: arroyob@unican.es

RESUMEN

En la actualidad coexisten varias metodologías para la estimación de la tenacidad a fractura mediante ensayos Small Punch (SPT); sin embargo, se carece de consenso sobre la más idónea. Este trabajo las revisa, para centrarse en dos de ellas. La primera está basada en la deformación equivalente de fractura obtenida en el ensayo de probetas SPT, y la segunda está basada en el CTOD crítico obtenido en el ensayo de probetas SPT dotadas de entalla lateral pasante. El trabajo se lleva a cabo sobre 5 aceros con distintas propiedades en tracción y tenacidades a fractura y un aluminio aeroespacial.

En la metodología con probetas convencionales se consideran las correlaciones del Anexo F de EN-10371, evaluando los parámetros de ajuste k y J_0 de la correlación empírica propuesta para determinar J_{Ic} a partir de ε_f. En la que emplea probetas con entalla lateral pasante, en primer lugar, se realiza un análisis sobre la geometría de entalla necesaria para cada material, y posteriormente se valida la correlación empírica propuesta en EN-10371 para estimar J_{Ic} a partir de δ_{Ic}. Para finalizar se realiza una comparación entre ambos métodos.

PALABRAS CLAVE: Small Punch, Fractura, Entalla

ABSTRACT

Currently, several methodologies coexist for estimating fracture toughness using Small Punch Tests (SPT); however, there is no consensus on the most suitable one. This work reviews them, focusing on two. The first one is based on the equivalent fracture strain obtained from SPT specimens, and the second one is based on the critical CTOD obtained from SPT specimens including a through-thickness lateral notch. The work is carried out on 5 steels with different tensile properties and fracture toughnesses, and an aerospace alluminum.

Respecting the methodology using conventional specimens, the correlations from Annex F of EN-10371 are considered, assessing the adjustment parameters k and J_0 of the proposed empirical correlation to determine J_{Ic} from ε_f. Respecting the method that uses specimens including a through-thickness lateral notch, an analysis of the notch geometry required for each material is firstly performed, and then, the empirical correlation proposed in EN-10371 to estimate J_{Ic} from δ_{Ic} is validated. Finally, a comparison between both methods is made.

KEYWORDS: Small Punch, Fracture, Notch

1. INTRODUCCIÓN

El ensayo Small Punch (SPT) se ha convertido, desde hace casi dos décadas, en una alternativa contrastada y fiable a los ensayos convencionales en aquellas condiciones de escasez de material [1]. El mismo ha sido empleado con éxito para la estimación de propiedades en tracción [2], fractura [3], fluencia [4], y más recientemente ambiente agresivo [5] y fatiga [6]. Desde 2021 estas metodologías se encuentran respaldadas por la norma europea EN-10371 [7], lo que ha incrementado su utilización. Por ello, en el congreso internacional SSTT2023, celebrado en Santander, se convino la continua validación y extensión de estas metodologías.

2. ESTIMACIONES SPT EN FRACTURA

La citada EN-10371 [7] presenta tres metodologías en su Anexo F, y la bibliografía presenta una cuarta alternativa:

- Correlaciones en dos pasos para la determinación de K_{Ic} basadas en la TTDF determinadas a partir de ensayos Charpy. Se ha demostrado su funcionamiento en algunos casos, pero una doble correlación implica con un parámetro con la dispersión de $T_{0\text{-}SP}$ basada en ensayos Charpy implica una doble incertidumbre. Además, no presenta un significado físico directo.

- Correlación empírica entre J_{Ic} y la deformación equivalente de fractura, ε_f, de una probeta SPT tras su rotura en el ensayo. Esta metodología es sencilla, ya que ε_f puede estimarse tras el ensayo midiendo el espesor final de la probeta en la zona agrietada, h_f, según el Anexo H de EN-10371 [7]. Además, este parámetro posee un significado físico, ya que ε_f puede considerarse una medida cualitativa de la tenacidad a la fractura, especialmente útil al comparar materiales similares.

  A partir de ello, como recoge EN-10371 [7], J_{Ic} puede relacionarse con ε_f mediante (1) para escenarios de fractura dúctil:donde k y J_0 son coeficientes empíricos que dependen del material, y ε_f se calcula mediante (2), donde h_0 y h_f son los espesores inicial y final de probeta respectivamente.

$$J_{Ic} = k \cdot \varepsilon_f - J_0 \qquad (1)$$

$$\varepsilon_f = ln\, {h_0}/{h_f} \qquad (2)$$

- Determinación de δ_{Ic} y correlación con J_{Ic}, empleando probetas dotadas de una entalla lateral pasante, con la que se consigue reproducir, en la medida de lo posible, la situación de los ensayos de fractura convencionales y dotar de orientación a la caracterización; se opta por una entalla de 0,15mm de radio, como muestra la Figura 1, dada la dificultad para generar fisuras o entallas muy afiladas en las probetas.

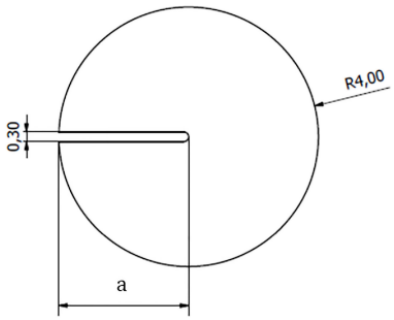


Figura 1. Probeta entallada según EN-10371 [7].

  En estas condiciones, y principalmente para materiales que desarrollan su fractura en condiciones dúctiles, es posible correlacionar conservadoramente J_{Ic} con el CTOD en el momento de la iniciación de grieta a partir de la entalla, δ_{Ic}, a partir de la expresión (3):

$$J_{Ic} = R_{p0,2} \cdot \delta_{Ic} \qquad (3)$$

  Donde $R_{p0,2}$ es el límite elástico del material, que puede ser determinado mediante técnicas SPT. Y δ_{Ic} es el CTOD crítico de iniciación de grieta en el ensayo sobre probeta SPT entallada, que se refleja en el valor de deflexión de la cara inferior de la probeta, u, donde la carga sufre un brusco descenso, o conservadoramente en el desplazamiento correspondiente con la carga máxima, u_m, si este no se aprecia. Para una sencilla determinación, EN-10371 [7] presenta el ábaco de la Figura 2 que relaciona los valores de deflexión, u, con el CTOD, δ, durante un ensayo SPT.

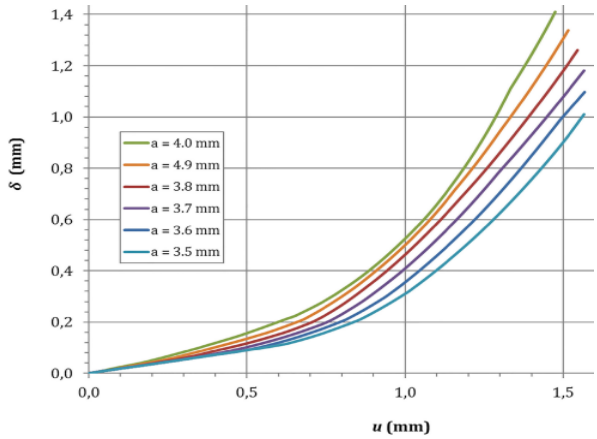


Figura 2. Correlación δ_{Ic} - u según EN-10371 [7]

  Aunque no está recogido en la normativa europea EN-10371 [7], algunos autores han presentado geometrías de probeta que incluyen un defecto alternativo. La más extendida es aquella de 10mm x 10mm de sección (alternativa aceptada por EN-10371 [7] a ϕ8mm) y 0,5mm de espesor, que incluye una entalla no pasante en el espesor con un cierto radio en el fondo [8], como muestra la Figura 3. En estos casos, pueden derivarse expresiones del tipo de (3) que relacionan *JIc* con el CTOD de iniciación definido en el punto de máximo desplazamiento de la curva SPT.

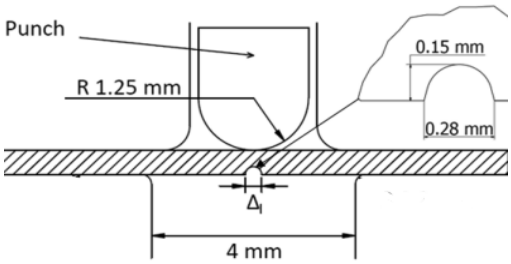


Figura 3. Geometría de probeta entallada en [10].

- Finalmente, aunque no lo recoge EN-10371 [7], la bibliografía [9] emplea otras metodologías basadas en la simulación por elementos finitos para determinar el instante en el que se alcanzan los valores críticos de los parámetros del modelo local de fractura, y con ellos la carga crítica SPT para determinar el valor de tenacidad a fractura.

3. COMPARACIÓN DE METODOLOGÍAS

3.1. Metodologías menos convenientes

La primera y la última de las metodologías presentadas resultan poco operativas para mantener los preceptos operativos propios del SPT: simplicidad, practicidad y precisión.

Las correlaciones en dos pasos basadas en la TTDF resultan tediosas, poco precisas y sin significado físico claro. Las simulaciones no pueden ser empleadas por si solas, requiriendo de varios pasos, y en muchas ocasiones de ensayos normalizados para calibración, lo que incide en su precisión; sin embargo, pueden ser un complemento a otras técnicas.

Respecto al uso de la entalla no pasante en el espesor que propuesta como alternativa [8], se estima que no aporta ventajas claras a la entalla lateral pasante, por el momento la única recogida en EN-10371 [7]. Requiere también de un mecanizado extra en las probetas para generar un defecto iniciador, pero éste no conserva una orientación consecuente con el de los ensayos de fractura convencionales, a no ser que la orientación de la probeta SPT sea modificada a tales efectos. Es decir, no tiene un significado tan claro como la entalla lateral pesante, pero requiere esfuerzos semejantes con menos posibilidades.

3.2. Correlación empírica con ε_f probetas no entalladas

Las correlaciones empíricas basadas en la deformación equivalente, ε_f, son, tal vez, el método más sencillo, directo y con menor uso de material. Con un único ensayo sobre probeta lisa, que en realidad son dos probetas porque EN-10371 [7] indica el test dos probetas para un resultado, pueden obtenerse tanto las propiedades en tracción como en fractura.

Además, se apoyan en significado físico, ya que los valores de fractura se obtienen a partir de la deformación de la zona más adelgazada de la probeta, que es donde los micromecanismos de fallo han comenzado el agrietamiento en primera instancia dentro de las posibilidades de simetría circular de la probeta; ello puede permitir, si la probeta tiene la trazabilidad suficiente, conocer la orientación más débil.

Sin embargo, las correlaciones empíricas basadas en la deformación equivalente, ε_f, no están exentas de incertidumbres: por un lado, la correcta medida del espesor final tiene sus particularidades, y por otro, requiere del uso de coeficientes de ajuste que dependen del material, no siempre conocidos. Además, por su propia definición, al no tener un defecto orientador como tienen todos los ensayos de fractura, no es posible orientar la caracterización.

3.3. Determinación de δ_{Ic} con probetas entalladas

Por su parte, la determinación de δ_{Ic} empleando probetas dotadas de una entalla lateral pasante, resuelve la limitación anteriormente descrita, ya que permite orientar la caracterización como en un ensayo de fractura convencional; sin embargo, debe recordarse que el defecto es una entalla de radio finito, no una grieta. Además, destaca por su simplicidad operativa, ya que todos los resultados necesarios se obtienen directamente del valor de deflexión, *u*, de la curva *F-u* donde la fuerza tiene una caída abrupta por la iniciación de la grieta, o en su defecto, y conservadoramente, el correspondiente a la carga máxima donde esta caída no se aprecia.

Sin embargo, no está exento de otras comprobaciones que ratifican su validez micromecánica. Requiere examinar las probetas una vez ensayadas para comprobar que la grieta se ha iniciado del fondo de grieta al alcanzarse el CTOD crítico, y no de la zona de probeta no afectada por la grieta, lo que implicaría que la misma no tendría efecto, o al menos no el deseado. De este modo, como indica la Figura 1, debe utilizarse una longitud de grieta, *a*, cercana a la mitad de su diámetro, pero ligeramente inferior, cifrada entre 3,5 mm y 4,0 mm según los ábacos presentados en EN-10371 [7] (Figura 2), que den una situación como la que recoge la Figura 4.

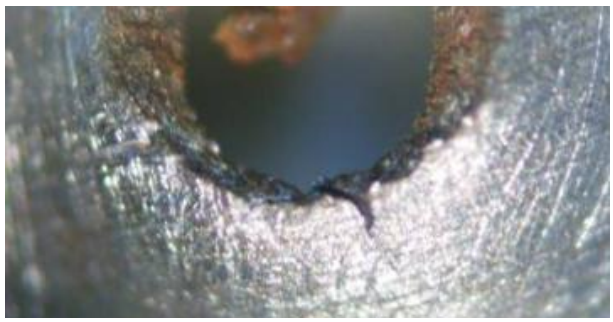


Figura 4. Grieta iniciada al alcanzar el CTOD crítico.

4. MATERIALES Y METODOLOGÍA

4.1. Materiales

Para este trabajo se han empleado 5 aceros con distintas propiedades en tracción y tenacidades a fractura y un aluminio aeroespacial, la cuales se recogen en la Tabla 1. En el caso de la caracterización en fractura, cada material ha exhibido un comportamiento propio, determinándose valores de K_{Ic}, K_{Jc} ó $J_{0,2}$ según el caso, los cuales por simplicidad operativa han sido transformados en valores de tenacidad a fractura en términos de K, referidos como K_{mat} en todos los casos, y calculados mediante (4) [10]:

$$K_{mat} = \sqrt{J_{mat} \cdot \frac{E}{1-\nu^2}} \qquad (4)$$

Tabla 1. Propiedades de los materiales empleados

Material	$R_{p0,2}$ (MPa)	E (GPa)	ν	K_{mat} (MPa.$\sqrt{m}$) *(Desde K_{Jc}, K_{Jc}, $J_{0,2bl}$)*
Al7075	553	71,5	0,33	27 (origen K_{Ic})
E500	535	210	0,30	334 (origen $J_{0,2bl}$)
P91	633	210	0,30	318 (origen $J_{0,2bl}$)
S690Q	775	210	0,30	343 (origen $J_{0,2bl}$)
SE500	606	210	0,30	352 (origen K_{JC})
Tirante	820	210	0,30	45 (origen K_{Ic})

4.2. Metodología experimental general

Por lo expuesto en el epígrafe anterior, el desarrollo de este trabajo en lo sucesivo se centra en las metodologías consideradas más idóneas por los autores, que son:

- Correlación empírica entre J_{Ic} y la deformación equivalente de fractura, ε_f, con probetas sin entallar.
- Determinación de δ_{Ic} empleando probetas dotadas de una entalla lateral pasante y correlación con $J_{Ic.}$

A partir de ambas se obtiene J_{Ic} determinado mediante ensayos SPT, según las ecuaciones (1) o (3) para probetas convencionales o entalladas respectivamente.

Dado que el objetivo del trabajo es la validación de las expresiones experimentales para la estimación de propiedades en fractura de un modo sencillo, en todos los casos estos valores han sido transformados a términos de K mediante (4), obteniendo los valores K_{matSPT}, los cuales serán comparados con sus homólogos K_{mat}.

Las probetas usadas en este trabajo tuvieron un espesor nominal de 0,5±0,05mm, según recomienda EN-10371 [7]. La sección en todos los casos fue cuadrada de 10mmx10mm, que está permitida por EN-10371 [7] como alternativa a la circular de ϕ8mm.

4.3. Consideraciones para ε_f con probetas no entalladas

En el caso de las probetas SPT sin entallar, la medición del espesor final, h_f, se llevó a cabo, según las recomendaciones del Anexo H de EN-10371 [7]; con él se calculó posteriormente ε_f según la expresión (2). Para ello se seccionaron las probetas por el diámetro donde presentaron el menor adelgazamiento, se introdujeron en cápsulas de baquelita, y se procedió a medir su espesor final mediante métodos de microscopía óptica, tal como muestra la Figura 5.

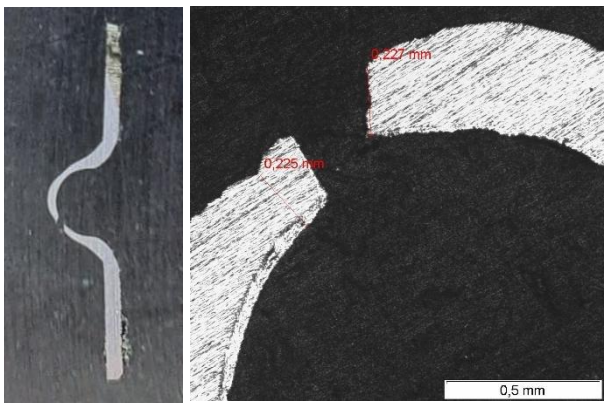


Figura 5. Probeta seccionada para medición de h_f.

Para el cálculo de J_{Ic} se empleó en cada caso el valor de h_0 real medido en cada probeta al usar (2), y en (1) se emplearon los coeficientes k y J_0 que recoge la Tabla 2 siguiente, según el material considerado [11-13]. En todos los materiales se probaron las tres propuestas para determinar la más adecuada comparando tras transformar los valores a K_{matSPT} mediante (4).

Tabla 2. Valores coeficientes k, J_0 para expresión (1).

Tipo material	k (KJ/m^2)	J_0 (KJ/m^2)	Ref.
Mat. diversos	345	113	[11]
Aceros vasija	370	40	[12]
Al6061	82	23	[13]

4.4. Consideraciones para δ_{Ic} con probetas entalladas

En el caso de las probetas dotadas de entalla lateral pasante, la forma cuadrada permitió orientarlas en la misma dirección que los ensayos de fractura convencionales, que en todos los casos tuvieron orientación LT. En estas probetas, el hecho de tener 10mm de lado en lugar de un diámetro de ϕ8mm hace, como no puede ser de otra forma por una cuestión geométrica evidente, que las longitudes de entalla recogidas en el ábaco de la Figura 2 (procedente de EN-10371 [7]), a, deban ser incrementadas en 1mm, denominándose a_{10}: es decir, la entalla a de 3,5mm en probeta ϕ8mm se corresponde con una entalla a_{10} de 4,5mm de longitud en una probeta de 10mmx10xmm, y así sucesivamente hasta que a=4,0mm sea a_{10}=5,0mm.

En cada uno de los materiales se emplearon tres longitudes de entalla: a_{10}=4,6mm, a_{10}=4,8mm y a_{10}=5,0mm, con el objetivo de determinar la geometría óptima de la misma en cada caso, la posible dependencia de la longitud con el material, o ya bien en rango de validez de la misma.

Para el cálculo de J_{Ic} según la expresión (3), se emplearon los valores de límite elástico, $R_{P0,2}$, de cada uno de los materiales obtenidos mediante ensayos convencionales, tal como se recoge en la Tabla 1; su transformación en K_{matSPT} mediante la expresión (4) también utilizó valores de E y v procedentes de dicha Tabla 1.

5. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

5.1. Correlación empírica con ε_f probetas no entalladas

La Tabla 4 muestra los resultados de los ensayos sobre probetas sin entallar. En el caso de los materiales más frágiles, Al7075 y acero de Tirante de alta resistencia, tuvo lugar una rotura en estrella típicamente frágil, hecho por el que la metodología, ideada para materiales que exhiben un comportamiento con cierta ductilidad, ofrece resultados desviados. Para Al7075 los coeficientes propuestos para aluminio en [13] son los que mejor parecen ajustar, como cabía prever, y para el acero de Tirante lo son los coeficientes para acero de vasija propuestos en [12], ya que el resto impiden el cálculo debido a la propia matemática del modelo.

En el caso del acero SE500 ninguno de los coeficientes de ajuste parece ofrecer tampoco resultados satisfactorios, siendo los propuestos en [12] para aceros de vasija los más cercanos, pero aún con errores del 30%. El resto de los aceros parecen ajustar razonablemente bien empleando los coeficientes para acero de vasija propuestos en [12], ofreciendo en todos los casos estimaciones conservadoras respecto al valor obtenido en los ensayos de fractura en el intervalo del -10%.

Así, en la Figura 6 se presenta la comparación de los resultados de K_{matSPT}, con sus homólogos K_{mat} obtenidos mediante ensayos convencionales. En todos los casos se ha utilizado el valor correspondiente a la media de dos

probetas, representándose el valor obtenido con aquellos coeficientes que arrojaron el más cercano al valor real (marcado con asterisco en la Tabla 4); en el caso de Al7075 y Tirante, a simple modo de representación, se han representado los valores más bajos.

Tabla 4. Resultados de K_{matSPT} con probetas sin entalla; valores con asterisco son los incluidos en la Figura 6.

Material	$h_{f\text{-}med}$ (mm)	$\varepsilon_{f\ med}$	Ref. k-J_0	J_{Ic} (KN/m)	K_{matSPT} (MPa.$\sqrt{m}$)
Al7075	0,233	0,764	[11]	150	109
			[12]	242	139
			[13]	39	56*
E500	0,131	1,349	[11]	352	285
			[12]	459	325*
			[13]	87	142
P91	0,169	1,095	[11]	264	247
			[12]	365	290*
			[13]	67	124
S690Q	0,146	1,231	[11]	311	268
			[12]	415	309*
			[13]	78	134
SE500	0,233	0,817	[11]	169	197
			[12]	262	246*
			[13]	44	101
Tirante	0,431	0,149	[11]	-	-
			[12]	15	59*
			[13]	-	-

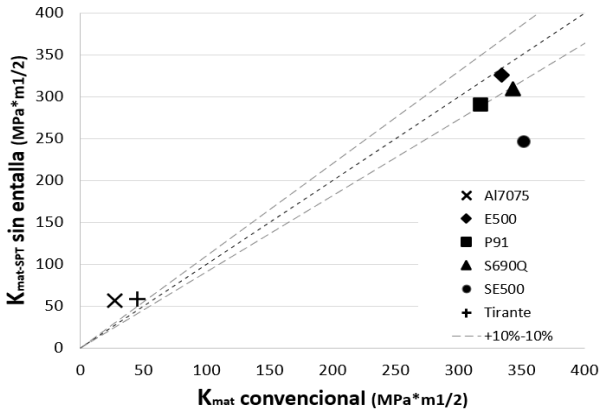


Figura 6. Resultados sobre probetas sin entallar.

5.2. Determinación de δ_{Ic} con probetas entalladas

La Tabla 5 muestra los resultados de los ensayos sobre probetas entalladas. En ella puede apreciarse como en muchos de los casos las entallas de a_{10}=5,0mm resultaron ser demasiado largas, pasando el punzón a través de las mismas sin producirse el inicio de grieta; estos ensayos se descartaron del cálculo. En otros casos, como el acero P91, se produjo la iniciación de dos grietas simultáneamente, lo que provoca un descenso de la tenacidad, por lo que tampoco es conveniente considerar estos resultados.

En el caso de los materiales más frágiles, Al7075 y acero de Tirante de alta resistencia, el comportamiento tuvo una rotura en estrella típicamente frágil, no observándose iniciación de grieta desde el fondo de la entalla para ninguna longitud, es decir, que la misma no tuvo el efecto para el que está concebida, por lo que los resultados obtenidos tampoco se deberían considerar, ya que la técnica no tendría validez para ellos.

En el caso del resto de aceros, en todos los casos se produjo propagación desde el fondo de la entalla en un cierto momento para aquellas de a_{10}=4,6mm y a_{10}=4,8mm. Considerando los resultados, en todos los casos la entalla a_{10}=4,8mm pareció ser la que arroja resultados más cercanos a los de los ensayos convencionales (Tabla 1). Así, en la Figura 7 se presenta la comparación de los resultados de K_{matSPT}, con sus homólogos K_{mat} obtenidos mediante ensayos convencionales; en todos los casos se ha utilizado el valor correspondiente a la media de dos probetas a_{10}=4,8mm (marcado con asterisco en la Tabla 5). En el caso de los materiales frágiles, Al7075 y Tirante, y a simple modo de representación para reflejar la no validez de la técnica, se han representado los valores más bajos obtenidos.

Tabla 5. Resultados de K_{matSPT} con probetas entalladas; valores con asterisco son los incluidos en la Figura 7.

Material	a_{10}	Rotura	$\delta_{Ic\text{-}med}$ (mm)	J_{Ic} (KN/m)	K_{matSPT} (MPa.$\sqrt{m}$)
Al7075	4,6	Estrella	0,21	116	96*
	4,8	Estrella	0,24	132	103
	5,0	Se pasa	-	-	-
E500	4,6	Grieta	0,70	374	294
	4,8	Grieta	0,81	430	315*
	5,0	Se pasa	-	-	-
P91	4,6	Grieta	0,50	313	269
	4,8	Grieta	0,73	458	326*
	5,0	2grietas	0,67	420	311
S690Q	4,6	Grieta	0,59	453	323
	4,8	Grieta	0,70	542	353*
	5,0	Se pasa	-	-	-
SE500	4,6	Grieta	0,68	412	308
	4,8	Grieta	0,83	503	341*
	5,0	Se pasa	-	-	-
Tirante	4,6	Estrella	0,14	74	131*
	4,8	Estrella	0,34	188	208
	5,0	Estrella	0,54	442	319

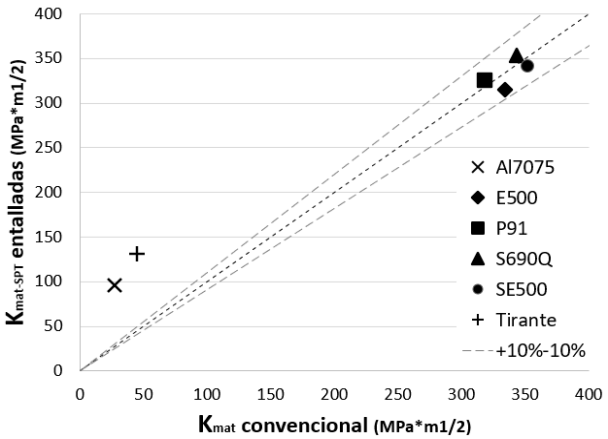


Figura 7. Resultados sobre probetas entalladas.

5.3. Discusión

La metodología basada en correlaciones empíricas de J_{IC} con ε_f sobre probetas sin entalla ha presentado resultados aceptables para escenarios con cierta ductilidad, con rotura en forma de sonrisa, sin embargo, ha demostrado una fuerte dependencia del material. El desconocimiento de los coeficientes k y J_0 a emplear en cada caso le resta universalidad, ofreciendo grandes variaciones en el resultado; no obstante, eligiendo coeficientes convenientes de bibliografía se han conseguido resultados subestimados en el rango del 5-10% para tres de los materiales dúctiles, y de un 30% para el cuarto. En escenarios frágiles, donde las probetas rompieron de forma estrellada, los resultados obtenidos no deben darse por válidos. En este tipo de roturas la deformación no se localiza en una única zona, así la medición de la zona más delgada no reproduce el mecanismo actuante, y por tanto la metodología carece de validez y no debe ser aplicada.

La metodología basada en la obtención de δ_{Ic} a partir de probetas entalladas ha presentado siempre resultados comprendidos en un rango de aproximación de ±6% para aquellas situaciones donde ha habido propagación de grieta a partir del fondo de la entalla de radio 0,15mm; según EN-10371 [7] y [14] es esperable que una entalla de pequeño radio se comporte de forma cercana a una grieta en escenarios con cierta ductilidad. Sin embargo, en escenarios frágiles, donde no hubo propagación de grieta en el fondo de la entalla, y las probetas rompieron de forma estrellada, esta metodología carece de validez por sus propios fundamentos, no debiendo ser aplicada.

A la vista de que las dos metodologías principales no funcionan en escenarios frágiles, y derivado de las acciones de seguimiento del grupo de trabajo de EN-10371 [7], en [15] se afirma que en EN-10371 [7] no se recogió una expresión más indicada para escenarios frágiles, y que deberá hacerse en su próxima revisión. La misma, procedente de [16], relaciona K_{IC} con la deformación de fractura σ_f, y se presenta en (5), donde C es un coeficiente experimental que depende del material:

$$K_{Ic} = C \cdot {\sigma_f}^{2/3} \qquad (5)$$

6. CONCLUSIONES Y TRABAJO FUTURO

6.1. Conclusiones

La metodología basada en correlaciones empíricas de J_{IC} con ε_f sobre probetas sin entalla presenta resultados aceptables para materiales con cierta tenacidad, no obstante, carece de universalidad. Debe mejorarse la calibración de los coeficientes de correlación.

La metodología basada en la obtención de δ_{Ic} a partir de probetas entalladas presenta resultados con buena aproximación y universalidad para materiales con cierta tenacidad donde haya propagación de grieta a partir del fondo de la entalla. Se considera una técnica robusta, sin embargo, deben aportarse criterios para la elección de la longitud de entalla adecuada.

Ninguna de las metodologías anteriores es válida para estimar la tenacidad en escenarios frágiles. Para ello se aconseja el uso de probetas sin entallar, explorando correlaciones de K_{IC} con la deformación de fractura σ_f del tipo de (5). Debe trabajarse en la calibración de coeficiente experimental, C, dependiente del material.

6.2. Trabajo futuro

- Optimizar los coeficientes experimentales k y J_0 para correlación empírica de J_{IC} con ε_f sobre probetas sin entalla para escenarios dúctiles; comparación posterior de ambas técnicas en términos de J.
- Calibrar geométricamente la longitud de entalla para escenarios dúctiles, evaluando su dependencia del material, así como la determinación de la deflexión, u, correspondiente con la propagación de grieta; evaluación del error cometido al tomar u_{max}.
- Aplicar expresión experimental para escenarios frágiles que relacione K_{IC} con la deformación de fractura σ_f; calibración de coeficiente de correlación.

AGRADECIMIENTOS

Financiación a la AEI, a al proyecto PID2023-152089NB-I00.

REFERENCIAS

[1] R. Lacalle, J.A. Álvarez, S. Cicero, F. Gutiérrez-Solana, From Archaeology to Precious Metals: Four Applications of Small Punch Test. *1st International Conference SSTT*. Confer. proceedings (2010).
[2] R. Lacalle, J.A. Álvarez, F. Gutiérrez-Solana, Obtención mediante el ensayo Small Punch de las propiedades de tracción de materiales metálicos. *Anales de Mecánica de la Fractura* 26 (2009): pp. 501-506
[3] R. Lacalle J.A. Álvarez B. Arroyo F. Gutiérrez-Solana, Methodology for fracture toughness estimation based on the use of Small Punch notched specimens and the CTOD concept. *2nd International Conference SSTT*. Conf. Proc. (2012).
[4] D. Andrés, R. Lacalle, J.A. Álvarez, Creep property evaluation of light alloys by means of the Small Punch test: Creep master curves. Mater. Desig. 96 (2016): pp.122-130.
[5] B. Arroyo, L. Andrea, F. Gutiérrez-Solana, J.A. Álvarez, P. González, Threshold stress estimation in hydrogen induced cracking by Small Punch tests based on the application of the incremental step loading technique. Theor. Appl. Frac. Mech. 110 (2020): 102839.
[6] S. Otero, G. Alvarez, M.M. Llera, C. Rodríguez, Fatigue characterisation of structural steel by means of the small punch test: Development of a methodology. *Theor. Appl. Frac. Mech.* 135 (2025): 104772.
[7] CEN, Metallic materials - Small Punch test method. EN 10371:2021
[8] G. Álvarez, C. Rodríguez, F.J. Belzunce, T.E. García, Use of notched small punch test specimens for the determination of fracture properties in structural steels. *Theor. Appl. Frac. Mech.* 135 (2020): 102442.
[9] M. Abendroth, M. Kuna, Identification of Ductile Damage and Fracture Parameters from the Small Punch Test using Neural Networks. *Eng. Frac. Mech.*73 (2006): pp.710-725.
[10] T.L. Anderson, Fracture Mechanics. Fundamentals & Applications. (1991).
[11] X. Mao, H. Takahashi, Development of a Further-Miniaturized Specimen of 3 mm Diameter for TEM Disk (3 mm) Small Punch Tests. *J. Nucl. Mater.* 150 (1987): pp.42-52
[12] Z-X.Wang, H-J. Shi, L. Jian, P. Shi, X-F. Ma, Small Punch Testing for Assessing the Fracture Properties of the Reactor Vessel Steel with Different Thicknesses. *Nucl. Eng. Des.* (2008).
[13] E. Budzakoska, D.G. Carr, P.A. Stathers, H. Li, R.P. Harrison, A.K. Hellier, W.Y. Yeung, Predicting the J Integral Fracture Toughness of Al 6061 using the Small Punch Test. *Fat. Frac. Eng. Mater. Struc.* 30 (2007): pp.796-807.
[14] O. Akourri, M. Louah, A. Kifani, G. Gilgert, G. Pluvinage, The Effect of Notch Radius on Fracture Toughness JIc. *Eng. Frac. Mech.* 65 (2000): pp.491-505.
[15] Y. Li, P. Dymácek, K. Guan, M. Sun, F. Yu, F. Zhang, Comments on Standardn EN-10371 and Proposals for Standard Follow up. *Theor. Appl. Frac. Mech.* 133 (2024): 104617.
[16] X. Mao, H. Takahashi, Development of a Further Miniaturized Specimen of 3mm Diameter for TEM Disk Small Punch Tests. *J. Nucl. Mater.* 150 (1987): pp.42-52.

INFLUENCIA DE LA ORIENTACIÓN DE FABRICACIÓN EN LA POROSIDAD Y SU IMPACTO DIRECTO EN LA VELOCIDAD DE CRECIMIENTO DE GRIETA EN ACERO 18NI300 LPBF

P. M. Cerezo[1*], J. A. Aguilera[1], A. S. Cruces[1], B. Moreno[1], P. Lopez-Crespo[1]

[1] Área de Ciencia de Materiales e Ingeniería Metalúrgica. Universidad de Málaga Escuela de Ingenierías Industriales Campus de Teatinos, Málaga. España.

[*] Persona de contacto: pm@uma.es

RESUMEN

En la fabricación aditiva mediante fusión láser por lecho de polvo (LPBF), la estrategia de deposición y la orientación de fabricación definen la anisotropía microestructural y el rendimiento mecánico del componente final. Esta investigación analiza cómo la dirección de fabricación (0° y 45°) del acero maraging 18Ni300 impacta la formación de porosidad y, consecuentemente, su resistencia a la propagación de grietas por fatiga. Se observó que la estrategia de 45° genera una mayor cantidad de límites de baño fundido, resultando en un porcentaje de área porosa total significativamente mayor. Los ensayos de fatiga demostraron que esta orientación de 45° posee la velocidad de crecimiento de grieta (da/dN) más elevada. El análisis morfológico 2D vinculó este fallo acelerado a poros con un mayor ratio de aspecto. Para identificar la naturaleza de estos defectos, una caracterización 3D mediante tomografía computarizada de rayos X (XCT) reveló que los poros más perjudiciales, tipo "keyhole" (caracterizados por su baja esfericidad 3D), se localizan predominantemente cerca de la superficie. Se concluye que la estrategia de fabricación de 45° induce una población de defectos más numerosa y de una morfología 3D más peligrosa, lo que impacta directamente en la reducción de la resistencia a la fatiga.

PALABRAS CLAVE: Fabricación aditiva, fatiga, porosidad.

ABSTRACT

In laser powder bed fusion (LPBF) additive manufacturing, the deposition strategy and manufacturing orientation define the microstructural anisotropy and mechanical performance of the final component. This research analyses how the building direction (0° and 45°) of 18Ni300 maraging steel impacts porosity formation and, consequently, its resistance to fatigue crack propagation. It was observed that the 45° direction generates a greater number of melt pool boundaries, resulting in a significantly higher total porous area percentage. Fatigue tests demonstrated that this 45° orientation has the highest crack growth rate (da/dN). The 2D morphological analysis linked this accelerated failure to pores with a higher aspect ratio. To identify the nature of these defects, a 3D characterisation using XCT tomography revealed that the most damaging pores, of the ‘keyhole’ type (characterised by their low 3D sphericity), are predominantly located near the surface. It is concluded that the 45° manufacturing strategy induces a larger population of defects with a more dangerous 3D morphology, which directly impacts the reduction in fatigue resistance.

KEYWORDS: Additive manufacturing, fatigue, porosity.

1. INTRODUCCIÓN

La Fabricación Aditiva (AM), y específicamente el proceso de Fusión Láser en Lecho de Polvo (LPBF), es una metodología de fabricación con grandes ventajas debido a permite la creación de estructuras tridimensionales complejas mediante la construcción progresiva de capas bidimensionales. Este enfoque innovador ofrece beneficios significativos sobre las técnicas convencionales, como la sustracción de material, permitiendo una mayor libertad de diseño y una eficiencia superior en el uso de recursos [1]. La capacidad de producir piezas con geometrías intrincadas de manera rápida y eficiente hace que la tecnología LPBF sea ideal para el prototipado rápido y la fabricación industrial avanzada [2]. Además, este proceso destaca por su repetibilidad y la alta calidad superficial de los componentes terminados, factores que han impulsado su adopción en una amplia gama de aplicaciones de alto valor [3].

Sin embargo, esta técnica de fabricación da como resultado un material inherentemente anisotrópico, caracterizado por estructuras de grano direccionales y tensiones residuales que influyen de manera crítica en el comportamiento de crecimiento de grietas. Dado que cada capa se produce con un intervalo de tiempo específico, la estructura del grano puede presentar una falta de adhesión entre capas, lo que debilita la integridad global del material [4]. En este contexto, obtener un conocimiento profundo de la mecánica de fractura asociada es primordial para maximizar la longevidad de las piezas fabricadas, evaluando con precisión cómo se

manifiestan las grietas y hasta qué punto el material puede soportar daños antes de alcanzar un fallo crítico [5].

El acero maraging 18Ni300 es un material de altas prestaciones con un potencial prometedor para diversas aplicaciones industriales debido a su excelente resistencia y tenacidad. No obstante, su vida a fatiga está fuertemente influenciada tanto por la porosidad interna y superficial como por los defectos generados por los patrones de escaneo empleados durante la fabricación. Aunque el comportamiento a fatiga de este acero ha sido objeto de estudios previos [6], es de gran importancia desarrollar el conocimiento sobre cómo las estrategias de deposición afectan específicamente a su microestructura y resistencia mecánica. La fatiga depende de, entre otros parámetros, una combinación de propiedades del material y factores ambientales, como el acabado superficial, la temperatura o las condiciones de carga [7]. Investigaciones previas a esta han explorado el comportamiento a fatiga en materiales metálicos dúctiles producidos por AM, con un énfasis particular en aleaciones de titanio y aluminio [8]. En el caso de muestras fabricadas por LPBF, se ha observado que el crecimiento de grietas por fatiga depende de la dirección del crecimiento del grano, la cual suele coincidir con la trayectoria de impresión [9]. Además, en materiales como el AlSi10Mg, se ha determinado que el tamaño del defecto es el parámetro de primer orden que controla el límite de fatiga, independientemente de la dirección de construcción [10]. La gran cantidad de factores influyentes estudiados en la literatura evidencian la complejidad del fenómeno y la importancia de realizar estudios específicos para cada material y configuración de impresión.

Un desafío recurrente en la investigación actual es la falta de estudios integrales que vinculen la morfología de los defectos internos con el comportamiento dinámico de la fractura. La porosidad en especímenes fabricados por AM ha sido investigada previamente [11], pero sin establecer una conexión directa entre microestructura con el comportamiento a fatiga y estrategias de impresión [12].

El presente trabajo busca superar estas limitaciones mediante un estudio exhaustivo en dos direcciones de fabricación (0° y 45°) respecto al plano de propagación de la grieta. El objetivo principal es caracterizar los poros y esclarecer su relación con las propiedades de fatiga del acero 18Ni300. A través de un análisis microestructural detallado, se investiga el impacto de la porosidad, categorizada mediante descriptores de forma como la relación de circularidad y la relación de aspecto, sobre las tasas de crecimiento de grieta (curvas da/dN). Al correlacionar los patrones de fabricación con la aparición de límites de baño fundido (MPB) y la geometría de los defectos, esta investigación proporciona información crucial para optimizar la integridad estructural de componentes críticos de acero martensítico fabricados mediante LPBF.

2. MATERIALES Y MÉTODOS

2.1. Material y espécimen

En este estudio se emplea como material base polvo de acero maraging 18Ni300. Las muestras se fabricaron mediante la técnica de Fusión Láser en Lecho de Polvo (LPBF) utilizando un equipo Renishaw AM 400. El proceso se llevó a cabo con una potencia de láser de 400 W, una velocidad de escaneo de 0.85 m/s y un diámetro de haz de 0.04 mm. El espesor de capa depositada fue de 30 µm, con una distancia entre cordones de soldadura (hatch spacing) de 100 µm y un solapamiento del 25%. No se aplicó ningún tratamiento térmico tras la fabricación.

Se fabricaron probetas de Tensión Compacta (CT) con un espesor de 12 mm siguiendo dos direcciones de fabricación distintas: 0º y 45º, respecto a la dirección de crecimiento de grieta, Figura 1. La composición química y las propiedades mecánicas del material resultante se detallan en las Tablas 1 y 2, destacando un módulo elástico de 168 GPa y un límite elástico de 910 MPa

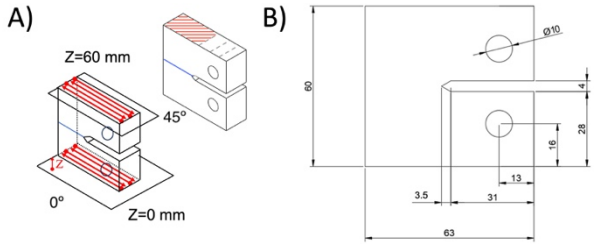


Figura 1. a) Dirección de fabricación y orientación de capas. (b) geometría de las probetas CT ensayadas.

Tabla 1. Composición química en peso % del acero 18Ni300. El elemento de balance es el Fe [13].

Ni	Co	Mo	Ti	Al	Cr	Cu	C
18	9	4.85	0.7	0.1	<0.5	<0.5	<0.3
± 0.5	± 0.5	± 0.35	± 0.1	± 0.05			

Tabla 2. Propiedades mecánicas del 18Ni300 [14].

Módulo de Young	Límite elástico	Límite de rotura	Densidad (kg/m^3)	Dureza Vickers
168 GPa	910 MPa	1147 MPa	7420	353

2.2. Ensayo

Antes de los ensayos, las superficies de las probetas se pulieron para alcanzar una rugosidad media (R_a) de entre 1.05 y 1.72 µm, facilitando la monitorización óptica del frente de grieta. Todas las muestras fueron preagrietadas para asegurar un frente de grieta natural antes de la recolección de datos.

Los ensayos de propagación de grieta se realizaron en una máquina Shimadzu AGS-X de 50 kN bajo condiciones de deformación plástica cíclica en el régimen de la ley de Paris. Se aplicó una carga cíclica comprendida entre 7 kN y 0.7 kN, manteniendo una relación de carga constante de R=0.1. La longitud de la

grieta se midió digitalmente mediante una cámara y el software MATLAB Image Viewer, procesando la distancia entre la punta de la grieta y el borde posterior de la probeta.

2.3. Caracterización de la porosidad y microestructura

Para el análisis microestructural, las secciones transversales de las muestras se prepararon siguiendo la norma ASTM E407-99, empleando un ataque químico con Nital (solución de ácido nítrico al 4% en alcohol etílico). La inspección se realizó mediante un microscopio óptico Leica DM6 M.
La cuantificación y caracterización de la porosidad se llevó a cabo mediante el software ImageJ, utilizando un método de conteo de píxeles sobre micrografías 2D. Cada poro detectado se evaluó individualmente mediante dos descriptores de forma.

- Relación de circularidad (f_{circ}). definida como $\boldsymbol{f_{circ.}} = \frac{\boldsymbol{4\pi A}}{\boldsymbol{p^2}}$ (donde A es el área y P el perímetro), tomando valores de 1 para secciones perfectamente circulares.
- Relación de aspecto (f_{aspect}): calculada como el cociente entre las diagonales ortogonales mínima y máxima del poro, $\boldsymbol{f_{aspect}} = \frac{\boldsymbol{d_{min}}}{\boldsymbol{d_{max}}}$.

Este análisis permitió correlacionar la geometría y distribución de los defectos internos con la velocidad de crecimiento de grieta observada en las diferentes orientaciones de impresión.

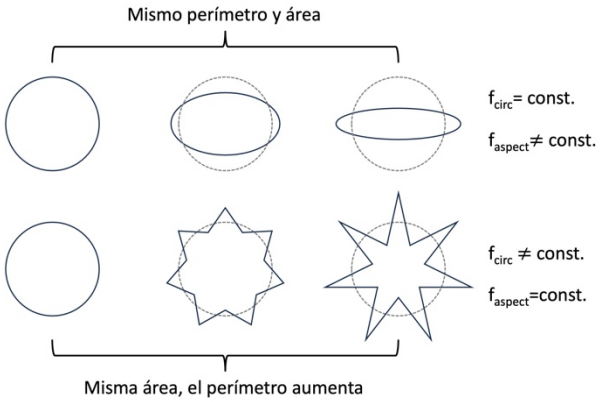


Figura 2. Ejemplo de circularidad y relación de aspecto afectados por diferentes geometrías e irregularidades.

3. ANÁLISIS EXPERIMENTAL Y COMPORTAMIENTO MECÁNICO

3.1. Caracterización metalográfica y microestructural de la aleación

El análisis mediante microscopía óptica de las probetas de acero 18Ni300 tras el ataque químico con Nital reveló una estructura compleja definida por los ciclos térmicos del proceso LPBF, Figura 3. Se observó que el ancho de los cordones de soldadura es de aproximadamente 179 µm, una dimensión que supera el 125% del espaciado de escaneo empleado, lo que indica un solapamiento efectivo entre pistas. La disposición de estos cordones varía significativamente con la estrategia de fabricación: las muestras a 0º presentan una deposición lineal y continua, mientras que la configuración a 45º resulta de una combinación de trayectorias cruzadas que incrementa la densidad de los MPB.

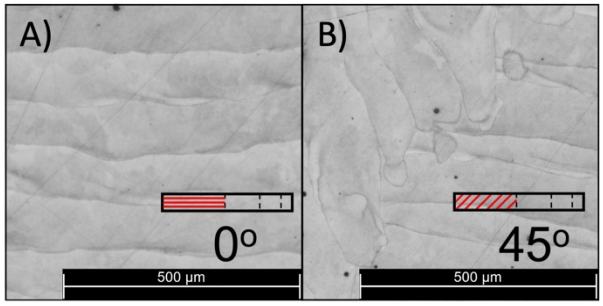


Figura 3. Micrografía óptica de acero martensítico atacado con Nital, a) 0º y b) 45º.

La inspección detallada de estos MPB reveló inconsistencias morfológicas derivadas de la naturaleza discontinua del proceso de fusión, provocada por el pulso del haz láser. Las trazas de escaneo exhiben una geometría semi-elíptica en el eje paralelo a la dirección de impresión, fenómeno atribuido al gradiente térmico máximo en el borde frontal del láser que acelera el enfriamiento en dicha zona. Dentro de los granos resultantes, se identificó una estructura celular, Figura 4a, que presenta un tamaño submicrométrico con un espaciado intercelular de 1-1.5 µm, factor determinante en la elevada dureza, 352.7 Vickers, y una resistencia a la tracción de 1147 MPa. Así como una estructura columnar/dendrítica, Figura 4b.

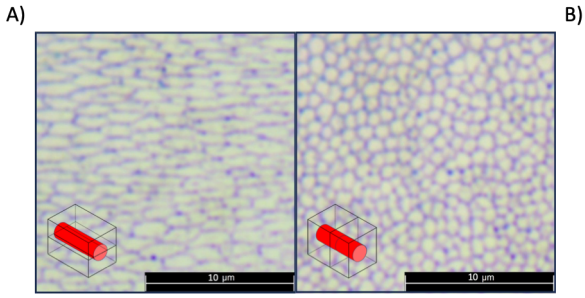


Figura 4. Estructuras a) columnares y b) dendríticas dentro de los granos de acero martensítico observadas con un microscopio óptico.

Esta solidificación acelerada impide la precipitación de compuestos intermetálicos, manteniendo elementos como el Ni, Co y Mo en una solución sólida supersaturada, lo que define las propiedades mecánicas únicas del estado "as-built".

3.2. Análisis estadístico y morfométrico de la porosidad

El análisis cuantitativo reveló porcentajes de porosidad superficial de 0.159% y 0.193% para las muestras a 0º y 45º, respectivamente. Las orientaciones ortogonales

presentan niveles similares debido a estrategias de impresión análogas, Figuras 5a y 5c. Por el contrario, la muestra a 45º exhibe un incremento de defectos originado por la mayor densidad de MPB, que actúan como sitios preferenciales para la nucleación de poros.

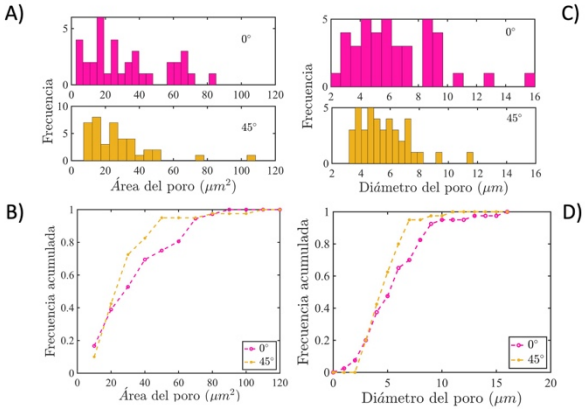


Figura 5. Histogramas de a) áreas de poros y de c) diámetros de muestras a 0º y 45º en su estado original. Y frecuencia acumulativa, normalizada a la unidad, del b) área de poros y d) diámetros en muestras.

Los histogramas de las Figuras 5a y 5b detallan que la muestra a 0º concentra poros de mayor área. La orientación a 45º destaca por una mayor heterogeneidad en los diámetros, lo que sugiere una redistribución de tensiones más compleja, Figura 5c. En cuanto a la morfología, la muestra a 0º presenta una circularidad más dispersa e irregular, Figura 6b. Sin embargo, es en la muestra a 45º donde la relación de aspecto se aproxima más a la unidad, correlacionando con las mayores tasas de crecimiento de grieta detectadas, Figura 6a.

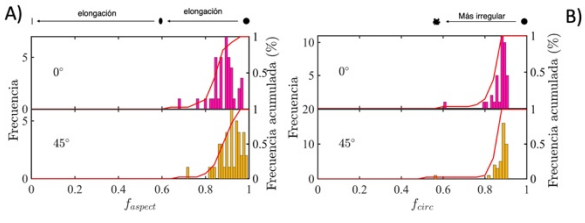


Figura 6. Histogramas y frecuencias acumulativas a) de relación de aspecto de los poros y b) de circularidad en las muestras de 0º y 45º.

La relación entre forma y tamaño, Figura 7, permite distinguir comportamientos críticos: mientras que en la muestra a 0º el área de los poros es errática, entre 2 y 85 µm^2, en la de 45º el 90% de los poros superan un valor de 0.85 en la relación de aspecto y se concentran en áreas reducidas inferiores a 50 µm^2. Esta combinación de mayor porosidad total y una morfología de aspecto más regular en la orientación a 45º explica físicamente la aceleración en el avance de la grieta bajo condiciones de fatiga en esta configuración de LPBF.

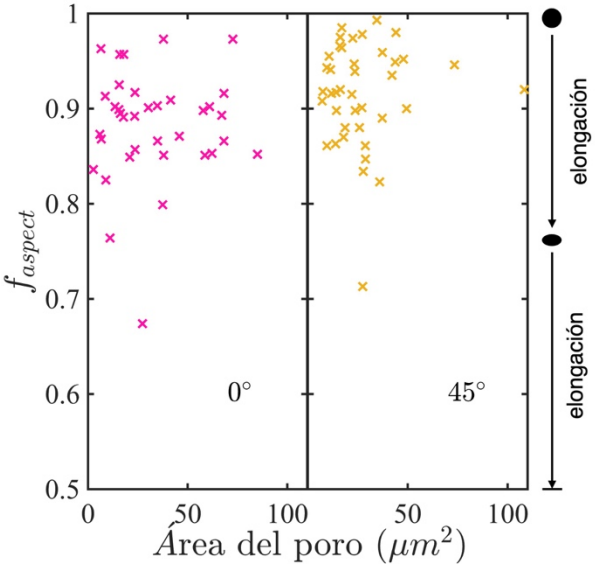


Figura 7. Relación de aspecto de los poros en función del área de los poros en las orientaciones de 0º y 45º.

3.3. Comportamiento frente a la fatiga y cinética de crecimiento de grieta

En la región de la ley de Paris, el fenómeno de crecimiento de grietas por fatiga (FCG) se explica fundamentalmente a través de la deformación plástica cíclica. Según el modelo propuesto por Laird [15], esta deformación se concentra intensamente en la punta de la grieta siguiendo una dirección de 45º, lo que provoca un embotamiento del frente y la generación de nuevas superficies de fractura. Los resultados obtenidos para el acero 18Ni300 procesado por LPBF muestran la linealidad y pendiente típicas de este régimen, lo que confirma que el proceso está gobernado por dicha plasticidad cíclica, [16]. El análisis mediante microscopía electrónica reveló que la propagación ocurre de manera predominante en las interfaces entre las capas depositadas. Aunque en zonas de alta adhesión el fallo puede ser transgranular, es común que la fractura siga los límites de capa, generando "escalones" microscópicos proporcionales al espesor del grano, [17].

La orientación de las capas respecto a la dirección de carga ejerce una influencia determinante. Se anticipaba que una disposición normal de las capas respecto a la carga tendría un efecto perjudicial, incrementando la rugosidad superficial y generando trayectorias de grieta más tortuosas debido a la debilidad de las interfaces. Los datos experimentales confirman que la velocidad de crecimiento de grieta es significativamente mayor en la orientación a 45º que en las de 0º, Figura 8. Esta disparidad se debe a que la microestructura a 45º combina granos orientados de tal forma que se expande el área de los MPB, ofreciendo un camino de menor resistencia para que la grieta se propague.

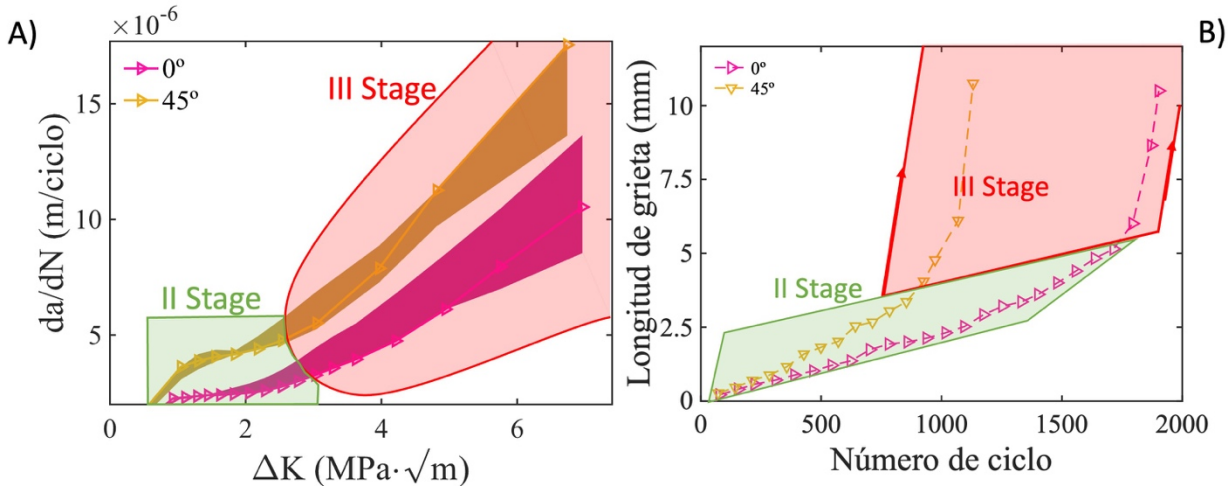


Figura 8. a) Curvas da/dN-ΔK y b) Longitud de la grieta frente al número de ciclos de muestras de 0º y 45º 18Ni300.

Existe una correlación directa y proporcional entre el área superficial ocupada por poros y la velocidad de propagación observada. En la orientación a 45º, el porcentaje medido de porosidad, 0.193%, es superior al de la muestra a 0º, 0.159%, lo que explica la mayor celeridad del daño en el primer caso, Figura 8. Además del área, la morfología de los defectos juega un papel crucial; en este estudio se determinó que la relación de aspecto es el descriptor que mejor se vincula con el crecimiento de grieta. En la muestra a 45º, este parámetro se encuentra más cercano a la unidad, lo que potencia la concentración de tensiones y acelera el avance del frente. Es relevante señalar que el módulo elástico del material impreso (168 GPa) es inferior al del material forjado convencional (210 GPa), lo que influye directamente en el comportamiento elástico y en la respuesta a la fatiga del componente.

3.4. Análisis de la superficie de fractura y morfología del fallo

El inicio de la tercera etapa de fatiga se caracteriza por la transición hacia un régimen de fractura inminente, donde la aparición de rugosidad superficial es un indicador clave. En las etapas iniciales de la propagación, Modo I, el crecimiento sigue una trayectoria lineal ascendente. Sin embargo, al entrar en la etapa III, la grieta comienza a describir trayectorias curvas, como se observa en las orientaciones de 0º y 45º, Figura 9. Esta transición se asocia con un aumento en la rugosidad alrededor de la grieta, fenómeno que ocurre de forma prematura por delante de la punta de la grieta principal, Figura 10.

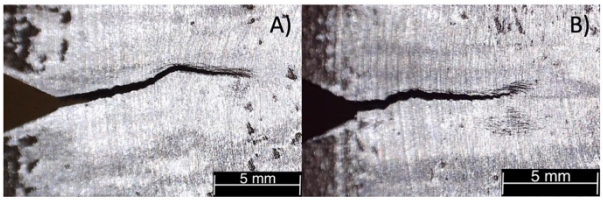


Figura 9. Perfil de grietas por fatiga de las muestras a) 0º y b) 45º.

La presencia de esta rugosidad acelera la tasa de crecimiento y es especialmente notable en las muestras a 0º y 45º debido a que el proceso de fabricación genera áreas de mayor porosidad interna que redistribuyen las tensiones. En la muestra a 45º, se detectó la aparición de una fractura secundaria adyacente a la principal; al continuar el ensayo, ambas grietas se fusionan, provocando un incremento súbito en la velocidad de propagación, Figura 10.

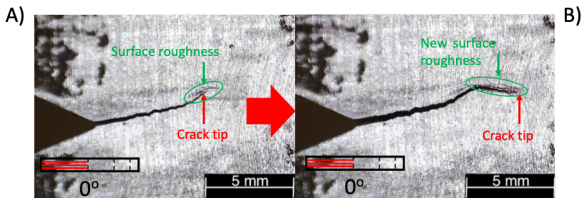


Figura 10. Crecimiento de la grieta en la tercera etapa: a) Inicio con rugosidad superficial que surge delante de la punta de la grieta, y b) Crecimiento con aumento del espesor de la rugosidad superficial a medida que avanza la punta de la grieta.

5. CONCLUSIONES

Tras evaluar el rendimiento a fatiga y el comportamiento de propagación de grietas del acero maraging 18Ni300 fabricado mediante LPBF en orientaciones de 0º y 45º, se han extraído las siguientes conclusiones fundamentales.

- Influencia de la anisotropía de fabricación. La estrategia de impresión mediante LPBF determina la cinética de propagación, siendo los MPB y la porosidad interna las regiones críticas de mayor susceptibilidad al avance de grietas.
- Impacto de los defectos. El crecimiento de grieta se acelera proporcionalmente al incremento del área de los poros y a relaciones de aspecto elevadas, actuando estos parámetros como catalizadores del daño estructural.
- Efecto de la circularidad en la tensión. La morfología de los poros condiciona la severidad de los concentradores de esfuerzos, registrándose niveles superiores en las

orientaciones de 0º y 45º asociados a geometrías más esféricas.

- Respuesta crítica de la orientación a 45º. Esta configuración manifiesta la máxima velocidad de propagación debido a la conjunción de una mayor superficie porosa y una alta densidad de MPB, que operan como trayectorias de mínima resistencia.
- Mecanismo de transición al fallo. La entrada en la etapa III de fatiga se desencadena por la coalescencia de grietas secundarias, originadas por rugosidad superficial, con el frente de grieta principal, precipitando el fallo catastrófico del material.

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] N. Sanaei, A. Fatemi, Defects in additive manufactured metals and their effect on fatigue performance: A state-of-the-art review, Progress in Materials Science. 117 (2021) 100724.

[2] T. Wohlers, T. Gornet, N. Mostow, I. Campbell, O. Diegel, J. Kowen, R. Huff, B. Stucker, I. Fidan, A. Doukas, B. Drab, I. Drstvenšek, N. Eitsert, D. Espalin, T. Feldhausen, K. Ghany, M. Gillett-Crooks, D. Guo, A. Held, S. Hargovan, L. Holmegaard, J.-Y. Jeng, K. Jurrens, B. Keating, A. Ksy, R. Kircher, D. de Beer, M. Brandt, J. Vasco, M. Khorasani, C. Overy, K. Park, S. Chen, N. Pearce, J. Peels, History of Additive Manufacturing, SSRN Electronic Journal. (2023).

[3] S. Liu, Y.C. Shin, Additive manufacturing of Ti6Al4V alloy: A review, Materials & Design. 164 (2019) 107552.

[4] A.F. Chadwick, P.W. Voorhees, The development of grain structure during additive manufacturing, Acta Materialia. 211 (2021) 116862.

[5] J. Fikes, Rapid Analysis & Manufacturing Propulsion Technology, (2019).

[6] R. Branco, J.D.M. Costa, F. Berto, S. Mohammad, J. Razavi, J.A.M. Ferreira, C. Capela, L. Santos, F. Antunes, Low-Cycle Fatigue Behaviour of AISI 18Ni300 Maraging Steel Produced by Selective Laser Melting, Metals. 8 (2018) 32.

[7] A.S. Cruces, A. Exposito, R. Branco, L.P. Borrego, F.V. Antunes, P. Lopez-Crespo, Study of the notch fatigue behaviour under biaxial conditions of maraging steel produced by selective laser melting, Theor Appl Fract Mec. 121 (2022) 103469.

[8] A.S. Cruces, R. Branco, L.P. Borrego, P. Lopez-Crespo, Energy-based critical plane fatigue methods applied to additively manufactured 18Ni300 steel, International Journal of Fatigue. 170 (2023) 107548.

[9] L. Wu, Z. Jiao, H. Yu, Study on fatigue crack growth behavior of selective laser-melted Ti6Al4V under different build directions, stress ratios, and temperatures, Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures. 45 (2022) 1421–1434.

[10] J.N. Domfang Ngnekou, Y. Nadot, G. Henaff, J. Nicolai, W.H. Kan, J.M. Cairney, L. Ridosz, Fatigue properties of AlSi10Mg produced by Additive Layer Manufacturing, International Journal of Fatigue. 119 (2019) 160–172.

[11] F. Léonard, S. Tammas-Williams, I. Todd, CT for Additive Manufacturing Process Characterisation: Assessment of melt strategies on defect population, in: In 6th Conference on Industrial Computed Tomography, 2016: pp. 9–12.

[12] Z. Zhao, C. Dong, D. Kong, L. Wang, X. Ni, L. Zhang, W. Wu, L. Zhu, X. Li, Influence of pore defects on the mechanical property and corrosion behavior of SLM 18Ni300 maraging steel, Materials Characterization. 182 (2021) 111514.

[13] P.M. Cerezo, A.S. Cruces, S. Moore, G. Wheatley, P. Lopez-Crespo, Characterisation of 18Ni 300 steel CT specimens in a fatigue test manufactured by selective laser melting at 0°, 45° and 90°, Theor Appl Fract Mec. 134 (2024) 104730.

[14] M.A.S. Cruces, P.L. Crespo, R. Branco, M.B.M. Morales, L.P. Borrego, Propagación de grietas de fatiga desde concentrador en acero maraging bajo cargas de tipo biaxial, Revista Española de Mecánica de La Fractura. 3 (2022) 205–209.

[15] C. Laird, G.C. Smith, Initial stages of damage in high stress fatigue in some pure metals, Philosophical Magazine. 8 (1963) 1945–1963.

[16] J. Suryawanshi, K.G. Prashanth, U. Ramamurty, Tensile, fracture, and fatigue crack growth properties of a 3D printed maraging steel through selective laser melting, Journal of Alloys and Compounds. 725 (2017) 355–364.

[17] F. Antunes, L. Santos, C. Capela, J. Ferreira, J. Costa, J. Jesus, P. Prates, Fatigue Crack Growth in Maraging Steel Obtained by Selective Laser Melting, Applied Sciences. 9 (2019) 4412.

Fragilización por hidrógeno del acero inoxidable dúplex 2205: influencia de la microestructura en el proceso de daño

L.B. Peral[1*], A. Díaz[2], R. Rodríguez-Aparicio[2], V. Arniella[2], M. Bueno[1], J.M. Alegre[2], I.I. Cuesta[2]

[1]Departamento de Ciencia de los Materiales e Ingeniería Metalúrgica. Escuela Politécnica de Ingeniería de Gijón. C/Wifredo Ricart s/n. Edifico de Energía. Campus de Gijón, 33203, Gijón

[2]Departamento de Ingeniería Civil. Escuela Politécnica Superior. Avda. de Cantabria s/n. Campus Vena, 09006, Burgos

[*] Persona de contacto: luisborja@uniovi.es (L.B. Peral)

RESUMEN

El acero inoxidable dúplex 2205 se utiliza ampliamente en la industria petroquímica debido a su elevada resistencia mecánica, buena soldabilidad y excelente resistencia a la corrosión. Sin embargo, este material es sensible a la fragilización por hidrógeno, lo que ha limitado su uso en aplicaciones de almacenamiento de hidrógeno gaseoso. Por ello, es necesario comprender con mayor profundidad la interacción que tiene lugar entre el hidrógeno y la microestructura del acero. En este estudio, se ha evaluado la susceptibilidad a la fragilización por hidrógeno del acero dúplex 2205 mediante ensayos mecánicos realizados en un reactor de hidrógeno a alta presión. El análisis se ha llevado a cabo mediante ensayos de tracción in-situ a baja velocidad de deformación (ASTM G142). Se han empleado probetas lisas y entalladas, que se han ensayado bajo presiones de 70 y 140 bar. El daño inducido por el hidrógeno a nivel mecánico se ha correlacionado con la cinética de difusión y atrapamiento de hidrógeno, estudiada mediante ensayos de desorción térmica y permeación electroquímica. Los resultados muestran un fuerte grado de fragilización, especialmente, bajo una presión de 140 bar, donde se han apreciado fuertes descohesiones entre las intercaras austeno/ferríticas, como consecuencia del efecto del hidrógeno.

PALABRAS CLAVE: dúplex 2205, fragilización por hidrógeno, SSRT, trampas de hidrógeno, intercara γ/α

ABSTRACT

Duplex stainless steel 2205 is widely used in the petrochemical industry due to its high mechanical strength, good weldability, and excellent corrosion resistance. However, this material is susceptible to hydrogen embrittlement, which has limited its use in hydrogen gas storage applications. Therefore, a deeper understanding of the interaction between hydrogen and the steel microstructure is required. In this study, the susceptibility of duplex 2205 steel to hydrogen embrittlement was evaluated through mechanical testing carried out in a high-pressure hydrogen reactor. The analysis was performed using in-situ slow strain rate tensile tests (ASTM G142). Both smooth and notched specimens were tested under pressures of 70 and 140 bar. The hydrogen-induced mechanical damage was correlated with hydrogen diffusion and trapping kinetics, studied by means of thermal desorption analysis (TDA) and electrochemical permeation tests. The results show a high degree of embrittlement, particularly at a pressure of 140 bar, where significant decohesion at the austenite/ferrite interfaces was observed as a consequence of hydrogen effects.

KEYWORDS: DSS2205, hydrogen embrittlement, SSRT, hydrogen trapping sites, γ/α interfaces

1. INTRODUCCIÓN

Se espera que la transición energética en la Unión Europea requiera que el hidrógeno represente el 24% de la demanda energética total en 2050. Uno de los principales desafíos en la optimización del transporte y almacenamiento de hidrógeno radica en la selección de materiales que puedan operar con hidrógeno a alta presión en condiciones seguras, manteniendo al mismo tiempo un coste razonable por kilogramo de hidrógeno almacenado. En este contexto, el uso de aceros inoxidables dúplex (DSS) representa una alternativa viable para controlar la susceptibilidad al hidrógeno. En comparación con los aceros ferríticos de baja aleación, los DSS ofrecen un rendimiento optimizado tanto en términos de resistencia mecánica (debido a la fase

ferrítica) como de resistencia a la corrosión (gracias a la fase austenítica). El equilibrio entre resistencia y susceptibilidad a la fragilización por hidrógeno puede optimizarse mediante el control del contenido de austenita/ferrita y de sus características microestructurales, como el tamaño de grano o el espaciamiento entre bandas [1]. La degradación inducida por hidrógeno en los DSS ha atraído la atención de numerosos investigadores. V. Arniella et al. [2] estudiaron el efecto del hidrógeno en el acero inoxidable dúplex 2205 mediante ensayos de tracción con carga electroquímica de hidrógeno in situ. La susceptibilidad a la fragilización aumentó al incrementarse la densidad de corriente, debido a la mayor actividad de hidrógeno proporcionada por el medio electrolítico acuoso. Además, el daño por hidrógeno también aumentó al disminuir la velocidad de desplazamiento en los ensayos mecánicos. Por su parte, L. Claeys et al. [3] también evaluaron el agrietamiento asistido por hidrógeno en un acero dúplex 2205 mediante ensayos de tracción con carga electroquímica in situ. La sensibilidad a la fragilización aumentó con el tiempo de carga electroquímica, observándose propagación de grietas a través de la austenita, la ferrita y su interfase. Por otro lado, una complicación adicional en el estudio del agrietamiento asistido por hidrógeno en los DSS es la formación de martensita como consecuencia de la deformación plástica. A este respecto, todavía se requieren más estudios para comprender el papel de la formación de martensita inducida por deformación en el daño por hidrógeno [3]. Adicionalmente, resulta necesario estudiar el comportamiento de este acero bajo atmósferas gaseosas mediante ensayos específicos, ya que la mayoría de los antecedentes experimentales se han limitado a condiciones electroquímicas, lo que restringe la extrapolación de los resultados a entornos gaseosos.

En el presente trabajo, la fragilización por hidrógeno de un acero dúplex 2205 se evaluó mediante ensayos de tracción in situ a 70 y 140 bar de presión de hidrógeno. Las propiedades mecánicas se estudiaron en probetas lisas y entalladas (K_t = 5.6), siguiendo la norma ASTM G142-98 (2022). El efecto del hidrógeno a las diferentes presiones de trabajo se analiza en términos de los micromecanismos de fragilización por hidrógeno operativos. El trabajo se completa con el análisis de la interacción que tiene lugar entre el hidrógeno y la microestructura del acero dúplex.

2. MATERIAL Y PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

En el presente trabajo se ha utilizado un acero dúplex 2205 laminado en caliente, posteriormente, recocido a 1050ºC (1h) y finalmente templado en agua. La composición química se muestra en la Tabla 1.

Tabla 1. Composición química (wt. %)

C	Cr	Ni	Mo	Mn	Si
0.02	17	10	2	2	0.25

2.1. Energías de activación y curva de desorción de hidrógeno

Para estudiar la interacción que tiene lugar entre el hidrógeno y la microestructura del acero dúplex se ha determinado la energía de activación (E_a) de las trampas de hidrógeno y el coeficiente de difusividad aparente (D_{app}). Para ello, se emplearon probetas de 10 mm de lado y 1 mm de espesor, que fueron precargadas en un reactor de hidrógeno a 195 bar, 300ºC durante 24 horas, hasta alcanzar la saturación de hidrógeno.

Las energías de activación se determinaron siguiendo la metodología propuesta por Kissinger [4] con ayuda de un analizador de hidrógeno LECO DH 603. Para ello, se emplearon tres rampas de calentamiento (Φ): 20, 30 y 40ºC/min. Por otro lado, para determinar el coeficiente de difusión del hidrógeno en la microestructura del acero, las muestras previamente cargadas con hidrógeno a alta presión se mantuvieron a temperatura ambiente durante distintos intervalos de tiempo. Posteriormente, se midió de manera progresiva el contenido de hidrógeno remanente en cada muestra mediante la técnica de extracción en caliente a 1100ºC.

2.2. Permeación electroquímica de hidrógeno

Los ensayos de permeación electroquímica de hidrógeno se llevaron a cabo siguiendo la norma ASTM G148-97 (2018). Se emplearon probetas con un espesor de 73 µm y un área expuesta entre ambas celdas de 0.78 cm^2. En la celda de detección de hidrógeno se utilizó un electrolito compuesto por una disolución 0.1 M de NaOH (pH = 12). Con la ayuda de un potenciostato Gamry 1010E, la muestra se polarizó a un potencial constante de +0.34V vs. Ag/AgCl (electrodo de referencia) hasta que la corriente anódica de fondo disminuyó por debajo de 0.1 µA/cm². Alcanzada esta condición, se procedió a rellenar la celda de generación de hidrógeno con la misma disolución. Debido al bajo coeficiente de difusión característico de los aceros dúplex, la disolución de la celda de carga se calentó hasta 85°C. Una vez alcanzada esta temperatura, se inició la generación de hidrógeno aplicando una densidad de corriente de -1 mA/cm², empleando para ello, un segundo potenciostato Gamry Interface 1010E.

2.3. Ensayos de tracción a baja velocidad de deformación (SSRT)

Los ensayos de tracción se han realizado al aire (en ausencia de hidrógeno) y en atmósfera de hidrógeno gaseoso, in-situ, bajo presiones de 70 y 140 bares. Los ensayos se realizaron conforme a la norma ASTM G142. Se utilizó una velocidad de desplazamiento de 0.002 mm/s. En la Figura 1, se muestra la geometría de las probetas empleadas en los ensayos. La susceptibilidad al daño por hidrógeno se evaluó mediante el índice de fragilización, que compara la propiedad mecánica en aire con la obtenida en atmósfera de hidrógeno.

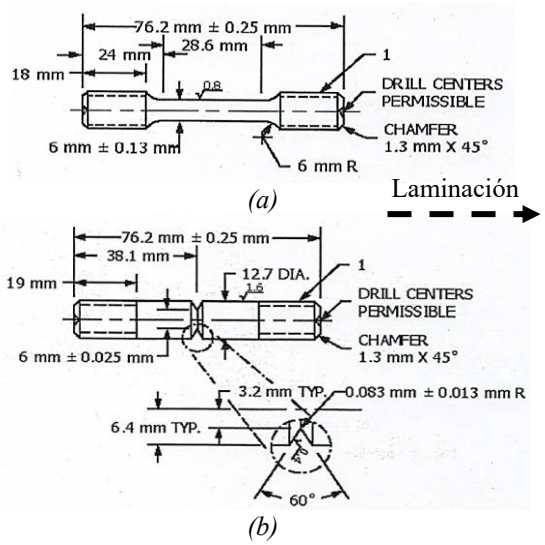


Figura 1. (a) Probeta lisa. (b) Probeta entallada

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

3.1. Microestructura

En la Figura 2 se muestra la microestructura del acero dúplex 2205, que está compuesta por ferrita (52%) y austenita (48%).

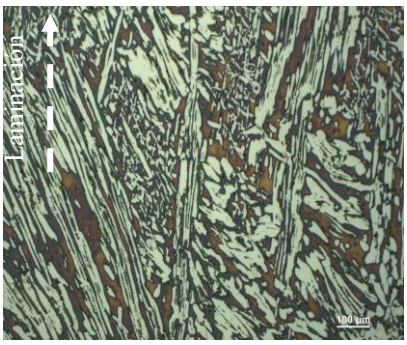


Figura 2. Microestructura del acero dúplex 2205. Reactivo: 20g de NaOH en 100 ml H_2O aplicando 10V durante 30s

3.2. Energías de activación y desorción de hidrógeno

En la Figura 3 se muestra, como ejemplo, el perfil de desorción de hidrógeno obtenido tras calentar la muestra precargada (195 bar – 300ºC – 24) a una velocidad de 30ºC/min. Se identifican dos picos de desorción, que se relacionan con el atrapamiento de hidrógeno en dos singularidades microestructurales diferentes. El ajuste de datos (Figura 4) encontrado haciendo uso de la metodología propuesta por Kissinger, permite calcular las energías de activación de las trampas de hidrógeno. El primer pico con una energía de activación de 25 kJ/mol se relaciona con la desorción de hidrógeno desde las dislocaciones y las fronteras de grano del acero [5]. El segundo pico, con una energía mayor, de 46 kJ/mol, se atribuye a la desorción de hidrógeno desde las intercaras austeno/ferríticas [5,6]. Estas singularidades microestructurales denotan un carácter de atrapamiento principalmente reversible [7].

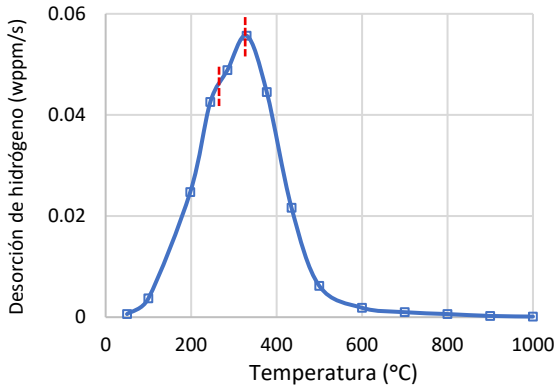


Figura 3. Perfil de desorción de hidrógeno a 30ºC/min

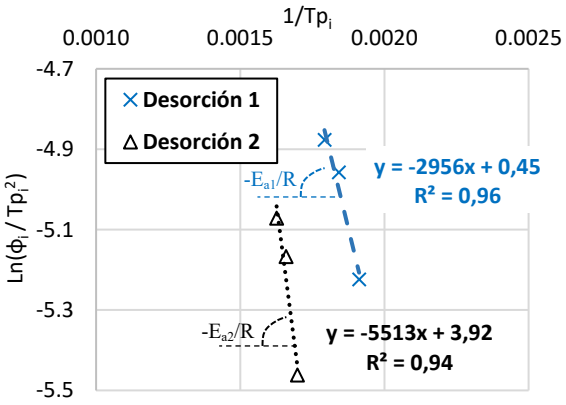


Figura 4. Determinación de las energías de activación siguiendo la metodología de Kissinger. Dúplex 2205

Las muestras previamente precargadas con hidrógeno a alta presión y temperatura (195 bar – 300ºC – 24h) fueron utilizadas para estimar el coeficiente de difusión aparente de hidrógeno (D_{app}). El coeficiente de difusión se determinó mediante el ajuste numérico de la curva de desorción (Figura 5), empleando la relación $J = -D_{app} \nabla C_L$, donde J es el flujo de hidrógeno, D_{app} es el coeficiente de difusión aparente y C_L representa la concentración de hidrógeno en la red cristalina.

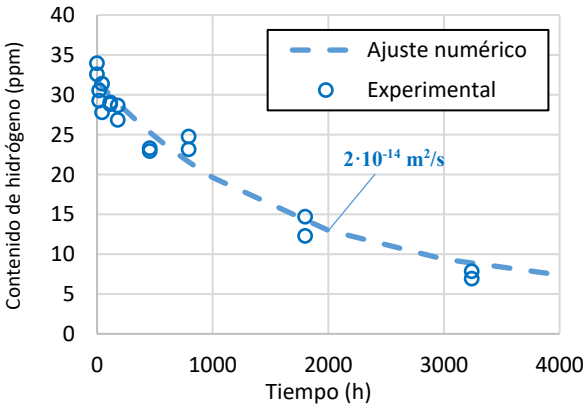


Figura 5. Desorción de hidrógeno a TA. Dúplex 2205

A la vista de los resultados, se ha determinado un contenido inicial de hidrógeno de 34 wppm que disminuye progresivamente conforme se exponen las muestras a temperatura ambiente (TA). El coeficiente de difusión aparente de hidrógeno determinado a partir del ajuste numérico (Figura 5) de los datos experimentales es de $2 \cdot 10^{-14}$ m^2/s, muy similar al reportado en [8].

3.3. Permeación electroquímica de hidrógeno

Con el objetivo de validar el coeficiente de difusión de hidrógeno previamente determinado, se realizaron ensayos de permeación electroquímica de hidrógeno. En la Figura 6, se muestra el transitorio de permeación obtenido sobre una muestra de 73 µm de espesor y un área expuesta de 0.78 cm^2.

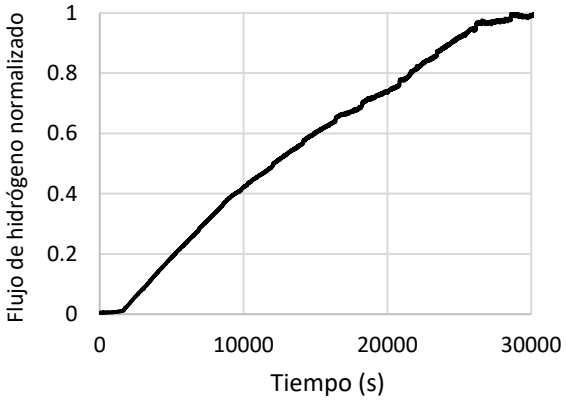


Figura 6. Transitorio de permeación de hidrógeno a 85ºC y -1 mA/cm² en 0.1M NaOH (pH=12)

El coeficiente de difusión aparente y la concentración aparente de hidrógeno se han calculado conforme a la norma ASTM G148-97 (2018). Se ha determinado un coeficiente de $5 \cdot 10^{-14}$ m^2/s (a 85ºC), ligeramente superior al calculado previamente mediante el ajuste numérico de la curva de desorción de hidrógeno a TA. La concentración subsuperficial de hidrógeno aparente (C_{app}) determinada en el lado de generación de hidrógeno ha sido de 240 wppm.

3.4. Ensayos de tracción a baja velocidad de deformación (SSRT)

Los ensayos de tracción sobre probeta lisa (Figura 7) y entallada (Figura 9) se han realizado al aire y bajo dos condiciones de carga in-situ de hidrógeno: 70 y 140 bar. Los ensayos se han realizado bajo una velocidad de desplazamiento de 0.002 mm/s (0.12 mm/min). En los ensayos realizados sobre probetas lisas se ha constatado una disminución del límite elástico (σ_{ys}) del material en presencia de hidrógeno, lo que se relaciona directamente con el mecanismo HELP (Hydrogen Enhanced Localized Plasticity). Este hecho se justifica en virtud de que en presencia de hidrógeno, las dislocaciones se pueden mover bajo esfuerzos menores [2]. Además, el hidrógeno ha inducido una ligera disminución en la carga de rotura del material (σ_{uts}). Finalmente, cabe destacar que se ha apreciado una disminución considerable de la ductilidad, especialmente, en cuanto a la reducción de área (RA) experimentada por las probetas (Tabla 2).

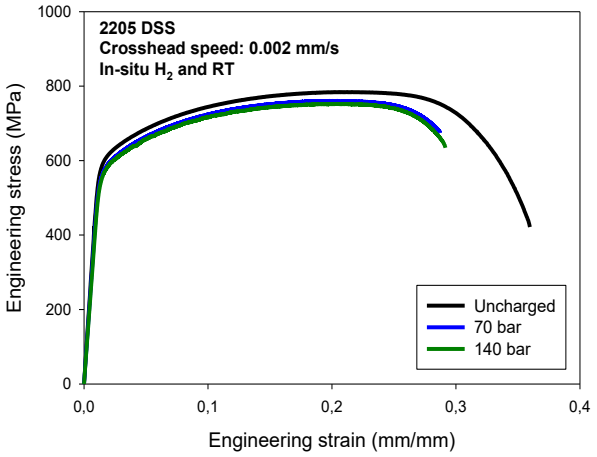


Figura 7. Probetas lisas. Curvas de tracción al aire y en atmósfera de hidrógeno gaseoso

En la Figura 8 se muestra la superficie general de fractura de las probetas lisas, ensayadas al aire, a 70 bar y finalmente, a 140 bares de presión de hidrógeno. La morfología observada en la superficie general de fractura resulta consistente con el deterioro mecánico previamente comentado.

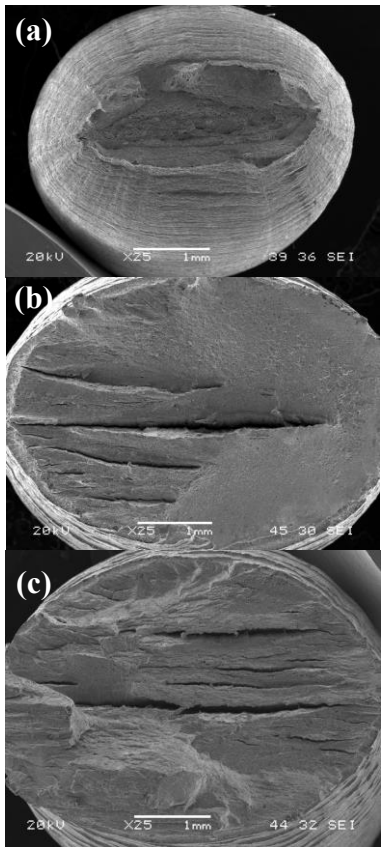


Figura 8. Superficies de fractura de las probetas lisas. (a) Aire. (b) 70 bar y (c) 140 bar

Tabla 2. Propiedades mecánicas sobre probeta lisa

	σ_{ys} (MPa)	σ_{uts} (MPa)	A (%)	RA (%)
Aire	574	784	36	89
70 bar	565	760	29	49
140 bar	560	752	29	48

En cuanto a los ensayos realizados sobre las probetas entalladas, se ha apreciado un efecto muy notable de la presión de hidrógeno en las propiedades mecánicas, especialmente, en los ensayos realizados a 140 bares (Figura 9). En la Tabla 3, se recogen las propiedades mecánicas obtenidas de los ensayos de tracción realizados sobre las muestras entalladas. En la propia tabla, se muestra además, el tiempo de ensayo hasta rotura. Se muestran también las propiedades mecánicas en una probeta ensayada a 70 bar, que fue previamente precarga a la misma presión durante un tiempo de 2 horas.

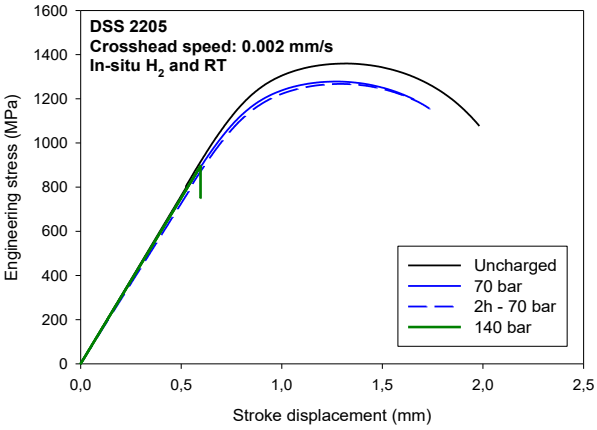


Figura 9. Probetas entalladas. Curvas de tracción al aire y en atmósfera de hidrógeno gaseoso

Tabla 3. Propiedades mecánicas sobre probeta entallada. NTS: notch tensile strength y RA: reducción de área

	NTS (MPa)	RA (%)	tiempo (min)
Aire	1360	34	20
70 bar	1278	15	10
2h + 70 bar	1267	15	10
140 bar	896	3	8

En cuanto a los micromecanismos de fractura operativos, el comportamiento en la muestra ensayada al aire fue completamente dúctil, caracterizado por la nucleación, coalescencia y crecimiento de microhuecos (Figura 10a). Sin embargo, en los ensayos realizados a 70 bar se observa una fuerte fisuración secundaria, que ocurre principalmente a lo largo de las intercaras entre la austenita y la ferrita como consecuencia del efecto del fragilizador que induce el hidrógeno.

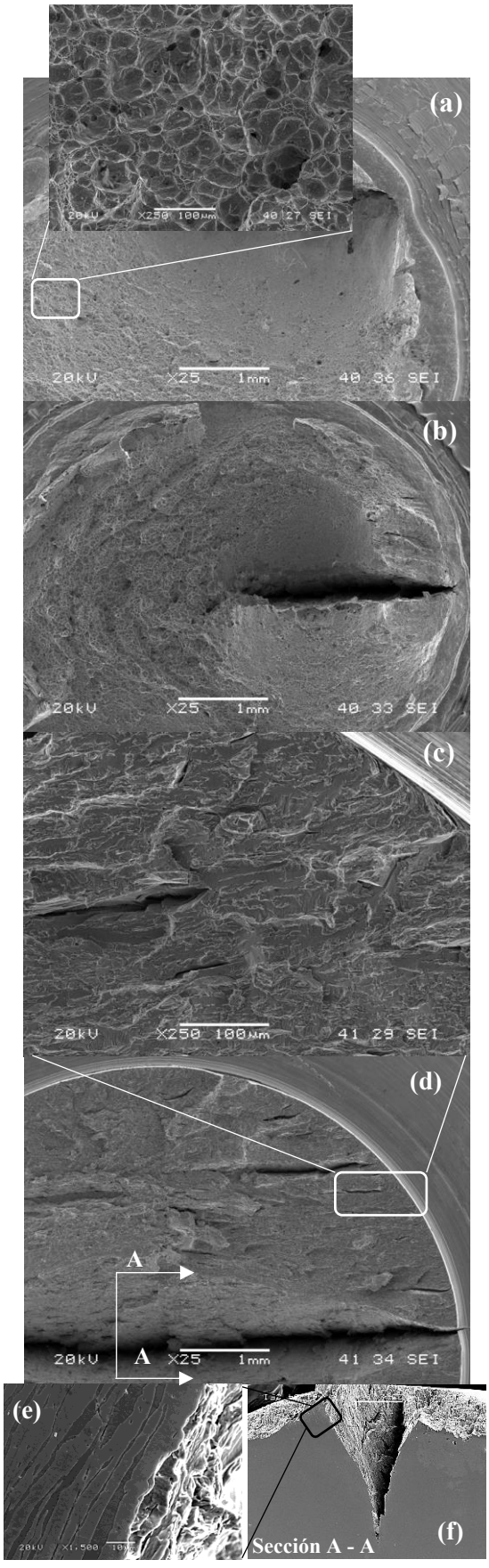


Figura 10. Superficies de fractura de las probetas entalladas. (a) Aire. (b) 70 bar y (c,d,e,f) 140 bar.

Este efecto fragilizador se aprecia con mayor claridad a la presión de 140 bar, donde la carga de rotura y la reducción de área disminuyeron un 34% y un 91%, respectivamente. Cerca de la zona entallada (Figura 10c), se aprecian fuertes descohesiones de las intercaras entre la ferrita y la austenita, y también se aprecia, a nivel muy local, la presencia de fractura intergranular. La preparación metalográfica de la sección transversal de la probeta (Figura 10d y Figura 10f) reveló la existencia de las ya mencionadas descohesiones a lo largo de las intercaras (Figura 10e).

Debido a la naturaleza reversible de los sitios de atrapamiento en la microestructura del material, el hidrógeno puede redistribuirse con mayor facilidad hacia el frente de grieta, proceso que se ve impulsado por la elevada tensión hidrostática desarrollada localmente en las muestras con entalla. El hidrógeno difunde preferentemente a través de la ferrita y se acumula en la intercara con la austenita, caracterizada por tener mayor solubilidad y menor difusividad. En este contexto, el control del tamaño de las bandas de austenita y ferrita, así como de la tortuosidad microestructural, resulta crítico para minimizar la acumulación de hidrógeno en regiones sometidas a altos estados tensionales, donde puede alcanzarse una concentración crítica de hidrógeno capaz de activar los mecanismos de fragilización (HELP/HEDE).

4. CONCLUSIONES

A la vista de los resultados obtenidos, se puede concluir que:

El acero dúplex 2205 presenta una solubilidad aparente de 34 wppm (tras la carga gaseosa) y un coeficiente de difusión aparente de hidrógeno de $5 \cdot 10^{-14}$ m^2/s (permeación electroquímica). Se han encontrado dos sitios de atrapamiento preferenciales, con carácter reversible: el primero con una energía de 25 kJ/mol y el segundo con una energía de 46 kJ/mol.

En cuanto a las probetas lisas se han observado tanto mecanismos de tipo HELP como HEDE. Este hecho justifica la pérdida de propiedades mecánicas, especialmente, en términos de ductilidad. Sin embargo, el incremento de la presión de 70 a 140 bar no ha incrementado la susceptibilidad a la fragilización.

En presencia de hidrógeno, la existencia de un concentrador de tensiones (K_t=5.6) posibilita que el hidrógeno se acumule en el frente de la entalla, donde existen fuertes gradientes tensionales. Este hecho desencadena la rotura a lo largo de las intercaras austeno-ferríticas (trampas reversibles), especialmente, a 140 bares de presión.

AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen a la Agencia Estatal de Investigación (AEI) del Ministerio de Ciencia, Innovación y Universidades por la financiación recibida a través del proyecto PID2024-159217OB-C21, en el marco del Plan Estatal de Investigación Científica, Técnica y de Innovación 2024-2027.

REFERENCIAS

[1] Wu W, Liu S, Li W, Li J. Identification of microstructure factors affecting hydrogen embrittlement of a 2205 duplex stainless steel. Corros Sci 2022;208:110643.

[2] Arniella V, Álvarez G, Belzunce J, Rodríguez C. Hydrogen embrittlement of 2205 duplex stainless steel in in-situ tensile tests. Theoretical and Applied Fracture Mechanics 2023;124:103794.

[3] Claeys L, De Graeve I, Depover T, Verbeken K. Hydrogen-assisted cracking in 2205 duplex stainless steel: Initiation, propagation and interaction with deformation-induced martensite. Materials Science and Engineering: A 2020;797:140079.

[4] Kissinger HE. Reaction Kinetics in Differential Thermal Analysis. Anal Chem 1957;29:1702–6.

[5] Silverstein R, Sobol O, Boellinghaus Th, Unger W, Eliezer D. Hydrogen behavior in SAF 2205 duplex stainless steel. J Alloys Compd 2017;695:2689–95.

[6] Claeys L, Cnockaert V, Depover T, De Graeve I, Verbeken K. Critical assessment of the evaluation of thermal desorption spectroscopy data for duplex stainless steels: A combined experimental and numerical approach. Acta Mater 2020;186:190–8.

[7] Peral LB, Amghouz Z, Colombo C, Fernández-Pariente I. Evaluation of hydrogen trapping and diffusion in two cold worked CrMo(V) steel grades by means of the electrochemical hydrogen permeation technique. Theoretical and Applied Fracture Mechanics 2020;110:102771.

[8] Iacoviello F, Galland J, Habashi M. A thermal outgassing method (t.o.m.) To measure the hydrogen diffusion coefficients in austenitic, austeno-ferritic and ferritic–perlitic steels. Corros Sci 1998;40:1281–93.

METODOLOGÍA COSME PARA LA EVALUACIÓN DE INTEGRIDAD ESTRUCTURAL DE CONTENEDORES DE TRANSPORTE DE COMBUSTIBLE GASTADO

Sergio Cicero[1*], Sergio Arrieta[1], Alejandro Palacio[2], Virginia Madrazo[2], Enrique Gómez-Poncela[2]

[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, Cantabria, España

[2] ENSA (Equipos Nucleares, S.A., S.M.E), Av. Juan Carlos I, 8, 39600 Maliaño, Cantabria, España
[*] Persona de contacto: ciceros@unican.es

RESUMEN

Las regulaciones para los contenedores ENUN de transporte de combustible gastado (Tipo B(U), IAEA SSR-6) exigen garantizar su integridad estructural a una temperatura mínima de servicio de -40 °C. Esto requiere evaluar el fallo por fractura no-dúctil, lo que puede realizarse según la ASME Sección III, División 3, Subapartado WB, utilizando el criterio de la temperatura de referencia de transición dúctil-frágil (RT_{NDT}). Como alternativa, buscando la aprobación del CSN según la norma IAEA SSR-6, se propuso evaluar la integridad estructural mediante el enfoque FAD de la BS7910 y estimando la tenacidad a la fractura a partir de la RT_{NDT}. Dicho trabajo es el antecedente del proyecto COSME, cuyo objetivo principal es evaluar y descartar el fallo por fractura no-dúctil en la barrera de contención de los contenedores ENUN, utilizando los criterios de mecánica de la fractura de las Secciones III y XI del Código ASME, pero aplicando las propiedades mecánicas reales (experimentales) de los materiales (forjas y soldaduras). Este artículo describe el reto tecnológico, los resultados de la evaluación alternativa original (BS7910 y estimaciones de tenacidad), y define el procedimiento COSME, que permitirá realizar el análisis dentro de un marco metodológico basado íntegramente en el Código ASME y propiedades reales.

PALABRAS CLAVE: Combustible Nuclear Gastado, Contenedor, Fractura no-dútcil, Integridad Estructural, Código ASME, Temperatura de Referencia

ABSTRACT

Regulations for ENUN spent fuel transport casks (Type B(U), IAEA SSR-6) require ensuring their structural integrity at a minimum service temperature of −40 °C. This entails assessing the risk of non-ductile fracture, which can be performed in accordance with ASME Section III, Division 3, Subsection WB, using the reference ductile-to-brittle transition temperature (RTNDT) criterion. As an alternative, seeking approval from the CSN under IAEA SSG-26, it was proposed to assess structural integrity using the FAD approach of BS 7910, estimating fracture toughness from the RTNDT. This work constitutes the antecedent of the COSME project, whose main objective is to evaluate and rule out non-ductile fracture failure in the containment barrier of ENUN casks, using fracture mechanics criteria from ASME Code Sections III and XI, while applying the actual (experimental) mechanical properties of the materials (forgings and welds). This article describes the technological challenge, the results of the original alternative assessment (BS 7910 and toughness estimates), and defines the COSME procedure, which will enable the analysis to be carried out within a methodological framework fully based on the ASME Code and real material properties.

KEYWORDS: Spent Nuclear Fuel, Cask, Non-ductile Fracture, Structural integrity, ASME Code, Reference Temperature

1. INTRODUCCIÓN

ENSA ha desarrollado una serie de diseños propios de contenedores de doble propósito para el almacenamiento en seco y el transporte de combustible nuclear gastado (CNG) y otros residuos radiactivos de alta actividad (figura 1). La serie ENUN incluye varios tipos de contenedores, como el ENUN 32P, el ENUN 52B y el ENUN 24P, que actualmente se utilizan en varias instalaciones de almacenamiento en seco temporal en España, y para el transporte de CNG en China. La barrera de contención de los contenedores ENUN está diseñada conforme a la ASME Sección III, División 3, Subapartado WB [1], que en el párrafo WB-3211(d) establece que "*se deberá proporcionar protección frente a la fractura no-dúctil. Un procedimiento aceptable para la prevención del fallo no dúctil se proporciona en WB-2300*". El párrafo WB-2300 exige la realización de ensayos de impacto -*Drop Weight* en combinación con ensayos *Charpy V-Notch*- para determinar la Temperatura de Referencia RT_{NDT} del material, que representa la temperatura máxima a la que se produce fractura frágil del material (i.e., temperatura por debajo de la cual el fallo es frágil), y que debe compararse con un criterio de aceptación que depende de la Temperatura Mínima de Servicio (LST, *Lowest Service Temperature*) del material, según lo establecido por la normativa.

Figura 1. Esquema de contenedor ENUN (https://www.ensa.es/contenedores/)

De acuerdo con la IAEA SSR-6 [2], la LST para bultos Tipo B es −40 °C. El criterio de aceptación establecido en el párrafo WB-2331 [1] es el siguiente:

$$RT_{NDT} \leq LST - A \quad (1)$$

A depende del espesor del material de la barrera de contención del contenedor, según Tabla WB-2331.2-1 [1]. A mayor espesor de la barrera de contención, menor valor requerido de RT_{NDT}. La ecuación (1) pone de manifiesto que el criterio de aceptación no depende ni del estado tensional ni de los defectos intrínsecos del material. En consecuencia, no permite analizar/limitar las tensiones en el material ni tener en cuenta el uso de técnicas avanzadas de ensayos no destructivos capaces de detectar defectos no aceptables en los materiales.

Adicionalmente, en el caso de los bultos de transporte como los contenedores ENUN, el espesor de las barreras de contención viene determinado no solo por los requisitos de resistencia estructural, sino también por la necesidad de cumplir los criterios de dosis establecidos en la IAEA SSR-6 [2]. Para los contenedores ENUN, el mayor espesor requerido para cumplir los requisitos de blindaje, hace que todas las tensiones se mantengan muy por debajo de los límites estructurales establecidos por la Sección III, División 3 del Código ASME [1].

La barrera de contención de los contenedores ENUN está constituida por un cuerpo monolítico fabricado en acero al carbono. Dos o tres forjas se sueldan mediante penetración completa para crear el cuerpo del contenedor. La aplicación del criterio de la ecuación (1) exige un valor de RT_{NDT} muy bajo, en algunos casos inferior a −100 °C, lo que resulta muy exigente para la mayoría de los suministradores de forja. Esto ha llevado a ENSA, durante sus procesos iniciales de licenciamiento, a fijar el parámetro LST por encima del requisito de −40 °C establecido por la normativa IAEA SSR-6 [2] para los bultos de Tipo B(U), adoptando un valor de LST más elevado, lo cual limita la certificación de los bultos al Tipo B(M) y requiere que esta restricción operativa se indique en el Certificado de Conformidad. Un bulto de Tipo B(U) dispone de aprobación unilateral, que únicamente requiere la aprobación por parte de la autoridad competente del país de origen, pudiéndose convalidar sin restricciones adicionales por las autoridades competentes de otros países a través de los cuales se requiera hacer un transporte internacional; un bulto de Tipo B(M) requiere aprobación multilateral por parte de todas las autoridades competentes de los países por los que se transporte el bulto, lo que conlleva condicionantes y limitaciones adicionales para los envíos internacionales.

Por tanto, la obtención de la aprobación como bulto de Tipo B(U) de los contenedores ENUN, en lugar de Tipo B(M), ha sido un objetivo que ENSA ha perseguido en los últimos años, y se ha alcanzado mediante la aplicación de diversas metodologías de análisis acordes con el estado del arte, orientadas a cumplir el requisito de protección frente a la fractura no-dúctil especificado en el párrafo WB-3211(d) [1]. La Sección 2 de este documento resume el enfoque seguido por ENSA que condujo, en 2025, a la aprobación del contenedor ENUN 52B como bulto de Tipo B(U). La Sección 3 presenta un proyecto de investigación en curso (el proyecto COSME), cuyo objetivo es definir un enfoque alternativo. Por último, la Sección 4 presenta las principales conclusiones.

2. METODOLOGÍA DE PARTIDA

Entre 2018 y 2021, ENSA desarrolló una metodología de análisis para evaluar la integridad estructural de la barrera de contención de los contenedores ENUN y demostrar la protección frente a la fractura no-dúctil, como alternativa al procedimiento basado en ensayos de impacto indicado en el Código ASME [1]. La metodología se basa en principios de mecánica de la fractura y sigue la norma de integridad estructural BS 7910 [3]. El análisis se realiza mediante Diagramas de Fallo (*Failure Assessment Diagrams*, FAD [3–5]), los cuales evalúan simultáneamente diversos mecanismos de fallo, desde la fractura frágil hasta el colapso plástico, e incluyendo condiciones de fractura elasto-plástica. Información adicional sobre su aplicación a un contenedor ENUN específico puede encontrarse en [6].

El objetivo último de la metodología ENSA fue demostrar la protección frente a la fractura no-dúctil de las forjas que constituyen la barrera de contención de los contenedores ENUN. Para ello, se establece un valor de diseño de RT_{NDT} de −85 °C, que puede ser certificado por los suministradores de forja más cualificados. Para espesores comprendidos entre 200 mm y 300 mm, como es el caso de la barrera de contención de los contenedores ENUN, el parámetro A en la ecuación (1) varía entre 64 y 67 °C (Tabla WB-2331.2-1 [1]). Dado que LST es −40 °C, el valor de diseño de RT_{NDT} se sitúa unos 20 °C por encima del valor requerido en [1]. No obstante, dado que el enfoque ENSA tiene en cuenta las condiciones reales de tensión y la presencia de defectos, esta metodología basada en BS 7910 puede aplicarse para evaluar la fractura no-dúctil. Para su desarrollo también se tuvieron en cuenta diversas recomendaciones de la

IAEA SSG-26, *Advisory Material for the IAEA Regulations for the Safe Transport of Radioactive Material* [7].

La metodología ENSA comprende los siguientes pasos:

a) Definición de los casos de carga (IAEA SSR-6 [2]).
b) Obtención de los campos de tensiones.
c) Linealización de tensiones conforme a BS 7910.
d) Definición de las propiedades del material. Utiliza las propiedades del material incluidas en la especificación del material (no implica caracterización experimental).
e) Establecimiento de un defecto de diseño en la sección más crítica de la barrera de contención y en la orientación más desfavorable.
f) Cálculo del factor de intensidad de tensiones (K_I).
g) Cálculo de la coordenada K_r en el FAD (K_I/K_{mat}).
h) Cálculo de la tensión de referencia (σ_{ref}) [3].
i) Cálculo de la coordenada L_r en el FAD (σ_{ref}/σ_{ys}).
j) Representación del punto de coordenadas (K_r, L_r) en el FAD. La condición límite viene definida por la Línea de Fallo (*Failure Assessment Line*, FAL).
k) Verificación de que se satisfacen los márgenes de seguridad requeridos. El enfoque ENSA, basado en la propuesta de Dillstroem et al. [8] (que cumple los requisitos del Código ASME), considera factores de seguridad de $\sqrt{10}$ y $\sqrt{2}$ en K_r para Condiciones Normales de Operación (NOC) y Condiciones de Accidente (AC), respectivamente, y de 2,4 (NOC) y 1,2 (AC) en L_r.

La figura 2 muestra un ejemplo de evaluaciones realizadas en el contenedor ENUN 52B, en las que se satisfacen todos los márgenes de seguridad (detalles en [6]). El enfoque ENSA fue apreciado favorablemente por el Consejo de Seguridad Nuclear (CSN) en 2021, y aplicado durante el licenciamiento del contenedor ENUN 52B, el cual fue aprobado como bulto Tipo B(U) en 2025.

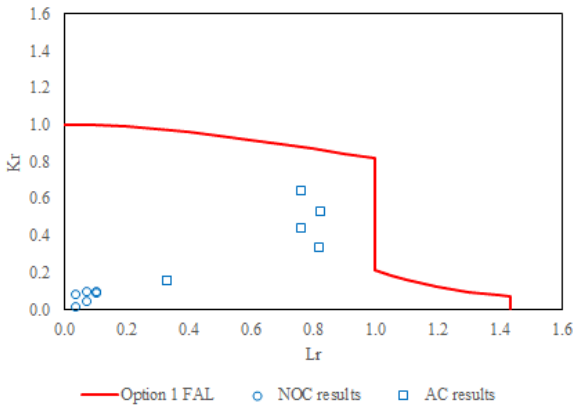


Figura 2. Análisis FAD de contenedor ENUN para diversos casos de carga.

3. PROYECTO Y METODOLOGÍA COSME

3.1. Proyecto COSME

COSME – Evaluación de integridad estructural de COntenedores basada en código aSME – es un proyecto de I+D+i financiado por el CSN. Su objetivo principal es desarrollar una metodología para la evaluación de la integridad estructural de contenedores de combustible nuclear gastado, basada íntegramente en criterios del Código ASME [1] y en un conocimiento preciso de las propiedades mecánicas reales de los materiales. El proyecto cuenta además con financiación adicional a través del programa de Doctorado Industrial de la Universidad de Cantabria. Comenzó en diciembre de 2024 y tiene una duración prevista de tres años. Los objetivos del proyecto son los siguientes:

• Objetivo 1: Desarrollo de una metodología de análisis de integridad estructural basada en el Código ASME y en propiedades mecánicas reales.
• Objetivo 2: Validación de la metodología propuesta frente a procedimientos existentes mediante el caso real del contenedor ENUN 52B.
• Objetivo 3: Aplicación de la metodología propuesta al caso real del contenedor ENUN 32P.
• Objetivo 4: Difusión nacional e internacional de los resultados y finalización de un doctorado industrial.

Para alcanzarlos, se han definido tareas y subtareas:

• Tarea 1: Definición de la metodología COSME para el análisis de la integridad estructural de contenedores de almacenamiento y transporte de combustible nuclear gastado.
– Subtarea 1.1: Definición de la formulación ASME XI para el análisis de la integridad estructural.
– Subtarea 1.2: Definición del proceso de caracterización mecánica de los materiales de interés e incorporación de los resultados al análisis de integridad estructural basado en ASME XI.
– Subtarea 1.3: Análisis de la relación entre las evaluaciones según ASME XI y las evaluaciones mediante FAD.
– Subtarea 1.4: Metodología COSME.
• Tarea 2: Aplicación de la metodología COSME al contenedor ENUN 52B.
– Subtarea 2.1: Recopilación de datos iniciales y recogida de materiales de interés.
– Subtarea 2.2: Mecanizado de probetas de ensayo.
– Subtarea 2.3: Caracterización mecánica.
– Subtarea 2.4: Análisis del contenedor ENUN 52B conforme a la metodología COSME.
• Tarea 3: Aplicación de la metodología COSME al contenedor ENUN 32P.
– Subtarea 3.1: Recopilación de datos iniciales y recogida de materiales de interés.
– Subtarea 3.2: Mecanizado de probetas de ensayo.
– Subtarea 3.3: Caracterización mecánica.
– Subtarea 3.4: Análisis del contenedor ENUN 32P conforme a la metodología COSME.
• Tarea 4: Difusión de resultados y doctorado industrial.
– Subtarea 4.1: Difusión de resultados en eventos nacionales e internacionales.
– Subtarea 4.2: Publicación de artículos científicos.
– Subtarea 4.3: Comunicación general.
– Subtarea 4.4: Desarrollo de Tesis Doctoral.

La Tarea 1 se completó en diciembre de 2025, junto con las Subtareas 2.1 y 2.2 (figura 3). Las subtareas 2.3 y 2.4 serán el principal foco de trabajo a lo largo de 2026. Hasta la fecha, el principal resultado alcanzado del proyecto es la definición de la metodología COSME.

3.2. Metodología COSME

La metodología COSME es de aplicación cuando el material del contenedor analizado no cumple el criterio establecido en la Sección III, División 3, Subapartado WB, párrafo WB-2300 del Código ASME [1]. Conceptualmente, el enfoque se enmarca dentro de la Sección XI del Código ASME [9] y permite el uso de propiedades mecánicas obtenidas a partir de ensayos mecánicos de los materiales de interés. Se asume que las condiciones de operación o accidentales pueden dar lugar a un proceso de fractura no-dúctil, dado que no se cumple el criterio de la Tabla WB-2331.2-1 [1]).

Los pasos del enfoque son los siguientes:

a) Definición de las hipótesis de carga

Los casos de carga, que incluyen las condiciones NOC y AC, se definen por las normas aplicables a cada diseño específico de contenedor y deben ser aprobados por la autoridad reguladora nuclear.

b) Determinación de los campos de tensiones e identificación de los puntos críticos

Las tensiones se calculan considerando las situaciones estáticas o dinámicas a las que está sometido el contenedor bajo cada condición de carga. El análisis debe identificar las tensiones de tracción máximas generadas para cada condición de carga, localizando así los perfiles tensionales críticos.

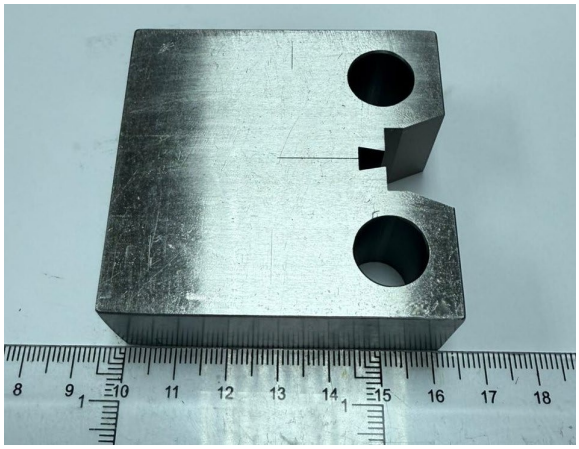


Figura 3. Probeta CT convencional (B = 25 mm) mecanizada del material de forja.

c) Definición de la grieta

La Sección XI del Código ASME [9] determina el procedimiento a seguir. El Artículo A-1000 del Apéndice A (no obligatorio) define el alcance del análisis, estableciendo que puede utilizarse para determinar la aceptabilidad de defectos detectados durante las inspecciones, incluidas las inspecciones previas al servicio. Este último caso es el contemplado por la metodología COSME, ya que considera defectos de referencia iguales o mayores que los criterios de rechazo ASME. En otras palabras, suponiendo que el contenedor analizado ha superado la inspección ASME (es decir, que no se detectan defectos mayores que los límites de rechazo), el tamaño del defecto considerado en el análisis de integridad estructural se toma igual o superior a dichos límites de rechazo ASME.

El Artículo A-2000 especifica los criterios para establecer el modelo de defecto a analizar. En este contexto, las grietas consideradas en la metodología COSME deben cumplir las disposiciones de A-2200 (forma del defecto), A-2400 (orientación del defecto) y A-2500 (localización del defecto). En general, los defectos (discontinuidades) serán elípticos (embebidos) o semi-elípticos (superficiales), orientados en la dirección más crítica (perpendicular a la tracción máxima) y localizados en la posición más desfavorable (aquella sometida a la máxima tensión de tracción).

Como ejemplo, en el caso del contenedor ENUN 52B, se adoptaron hipótesis conservadoras considerando defectos de la misma profundidad que los límites de rechazo, pero con mayores longitudes superficiales (relación de aspecto de 6:1). Así, para este contenedor se definieron los siguientes defectos de referencia:

- Defectos superficiales en forjas: semi-elipse, 6 mm de profundidad y 36 mm de longitud.
- Defectos internos en forjas: elipse, 6 mm de profundidad y 36 mm de longitud.
- Defectos superficiales en soldaduras: semi-elipse, 1,6 mm de profundidad y 9,6 mm de longitud.
- Defectos internos en soldaduras: elipse, 1,6 mm de profundidad y 9,6 mm de longitud.

d) Determinación del factor de intensidad de tensiones

El Artículo A-3000 del Apéndice A define la metodología para el cálculo del factor de intensidad de tensiones, K_I. Su ámbito de aplicación, establecido en A-3100, cubre el caso de contenedores de almacenamiento y transporte de combustible nuclear gastado.

La Sección A-3200 especifica las tensiones que deben considerarse y proporciona dos alternativas para definirlas en la ubicación de interés: una representación polinómica de las tensiones (A-3210) o una representación mediante intervalos discretos (A-3220).

Las tensiones actuantes se derivan, como se ha discutido en los pasos (a) y (b), de los casos de carga definidos en las normas de diseño aplicables a cada contenedor. En todos los casos analizados bajo la metodología COSME, la distribución de tensiones se ajustará mediante una ecuación polinómica a lo largo de todo el espesor de la pared, t, tal y como se define en A-3212:

$$\sigma = B_0 + B_1\left(\frac{x}{t}\right) + B_2\left(\frac{x}{t}\right)^2 + B_3\left(\frac{x}{t}\right)^3 + B_4\left(\frac{x}{t}\right)^4 \qquad (2)$$

x es la distancia a través del espesor de la pared (t), medida desde la superficie más cercana al defecto (véase la Figura A-3210-2 en [9]). B_0, B_1, B_2, B_3 y B_4 son constantes obtenidas a partir del ajuste polinómico de la distribución real de tensiones, realizado de acuerdo con A-3212. La Sección A-3300 proporciona la formulación de K_I para grietas embebidas, mientras que la Sección A-3400 la proporciona para grietas superficiales. Como ejemplo, en el segundo caso la expresión general es:

$$K_I = \left((B_0 + B_p) G_0 + B_1 \left(\frac{a}{t}\right) G_1 + B_2 \left(\frac{a}{t}\right)^2 G_2 + B_3 \left(\frac{a}{t}\right)^3 G_3 + B_4 \left(\frac{a}{t}\right)^4 G_4 \right) \sqrt{\frac{\pi a}{Q}} \quad (3)$$

$$Q = \emptyset - q_y \quad (4)$$

$$\emptyset = 1 + 4.593 \left(\frac{a}{l}\right)^{1.65} \quad (5)$$

$$q_y = \left(\left((B_0 + B_p) G_0 + B_1 \left(\frac{a}{t}\right) G_1 + B_2 \left(\frac{a}{t}\right)^2 G_2 + B_3 \left(\frac{a}{t}\right)^3 G_3 + B_4 \left(\frac{a}{t}\right)^4 G_4 \right) / \sigma_{ys} \right)^2 / 6 \quad (6)$$

a es la profundidad de la grieta, t el espesor de la pared y B_p la presión para defectos superficiales expuestos a carga de presión (si los hubiera). Los valores B_i son los que definen el campo de tensiones, mientras que los coeficientes G_i se proporcionan en tablas (A-3412; Tablas A-3620-1 a A-3660-8) o como expresiones analíticas (A-3413). a/l es la relación de aspecto del defecto. El parámetro q_y es una corrección plástica que permite extender el análisis elástico lineal (es decir, la comparación directa entre K_I y la tenacidad a la fractura, K_{Ic} o K_{Ia}) a situaciones con plasticidad limitada en el fondo de la grieta, como las que ocurren en contenedores que operan dentro de la Zona de Transición Dúctil-Frágil (ZTDF) del material.

e) Definición de propiedades del material

La metodología COSME permite el uso de propiedades mecánicas obtenidas de ensayos de laboratorio realizados en probetas de material extraídas de las forjas y soldaduras utilizadas para la fabricación de los contenedores, de acuerdo con las normas de ensayo aplicables. Según la Sección XI del ASME, solo se requieren el límite elástico (para la corrección plástica utilizada en el paso d)) y la tenacidad a la fractura.

En cuanto al límite elástico, se puede usar el valor certificado por el proveedor del material (típicamente conservador) o el valor medido en laboratorio.

Respecto a la tenacidad a la fractura, el Artículo A-4000 del Apéndice A define el procedimiento para la determinación de propiedades mecánicas, y en particular, de la tenacidad a la fractura. Se distingue entre condiciones de iniciación estática, donde la propiedad es (K_{Ic}), y condiciones de parada de fisura (K_{Ia}). Ambas se determinan mediante curvas de ajuste conservadoras que dependen de la temperatura de servicio, T, y de la RT_{NDT}.

Para condiciones de iniciación estática:

$$K_{Ic} = 36.5 + 22.783 e^{0.036(T - RT_{NDT})} \quad (7)$$

Para evaluaciones de parada de fisura:

$$K_{Ia} = 29.4 + 13.675 e^{0.0261(T - RT_{NDT})} \quad (8)$$

T y RT_{NDT} en °C, K_{Ic} y K_{Ia} en MPa√m.

El Artículo A-4200 también permite el uso de datos específicos de tenacidad a la fractura del material analizado. Dado que RT_{NDT} se deriva de ensayos de impacto y no es una medida directa de tenacidad, A-4200 permite el uso de una temperatura de referencia T_0, obtenida según ASTM E1921 [10]. Cuando T_0 está disponible, A-4200 propone usar RT_{T0} en lugar de RT_{NDT} para condiciones de iniciación (estática):

$$RT_{T0} = T_0 + 19.4 \ (°C) \quad (9)$$

Para condiciones de parada de fisura, se propone el uso de RT_{KIa} (sustituyendo RT_{NDT} en la ecuación (8)):

$$RT_{KIa} = T_0 + 44.97 e^{-0.00613 \cdot T_0} \ (°C) \quad (10)$$

En consecuencia, la metodología COSME requiere la determinación de T_0 siguiendo ASTM E1921 para los materiales de la forja y la soldadura. Las probetas de tenacidad a la fractura se extraen a mitad de espesor (t/2), cumpliendo con el requisito mínimo establecido en [11] (t/4), asegurando un valor mínimo de tenacidad considerado uniforme a lo largo del espesor. Una vez obtenido T_0, se aplican las ecuaciones (9) y (10) para derivar RT_{T0} y RT_{KIa}, respectivamente, definiéndose K_{Ic} y K_{Ia} mediante las ecuaciones (11) y (12):

$$K_{Ic} = 36.5 + 22.783 e^{0.036(T - RT_{T0})} \ (\text{MPam}^{1/2}) \quad (11)$$

$$K_{Ia} = 29.4 + 13.675 e^{0.0261(T - RT_{KIa})} \ (\text{MPam}^{1/2}) \quad (12)$$

Es importante señalar que, aunque T_0 se deriva experimentalmente de datos de tenacidad a la fractura (a diferencia de RT_{NDT}), el carácter conservador de las ecuaciones (9) y (10) puede producir valores de K_{Ic} y K_{Ia} a partir de las ecuaciones (11) y (12) que sean incluso más conservadores que los obtenidos con las ecuaciones (7) y (8). Por ello, la metodología COSME recomienda las siguientes expresiones finales:

$$K_{Ic} = \text{Max}\{equation\ (7), equation\ (11)\} \quad (13)$$

$$K_{Ia} = \text{Max}\{equation\ (8), equation\ (12)\} \quad (14)$$

f) Evaluación a fractura

El Artículo A-5100 del Apéndice A establece que la metodología de análisis de fractura se aplica tanto a Condiciones NOC como a Condiciones AC. Dentro del marco COSME, los análisis de fractura se realizan para ambas condiciones, considerando únicamente la iniciación de la grieta (estática).

Finalmente, las secciones A-5300 y A-5400 definen cómo completar los análisis de iniciación de fractura bajo NOC y AC, respectivamente. Para NOC, el

procedimiento consiste en comparar la evolución de K_I, a medida que aumenta el tamaño de la grieta, con K_{Ic}. El tamaño crítico de grieta, a_c, es la profundidad de grieta más pequeña en la que $K_I = K_{Ic}$, una vez evaluadas todas las NOC; para AC, el análisis es similar.

El criterio de iniciación establecido en A-5400 identifica la profundidad crítica de grieta de iniciación, a_i, como el tamaño de grieta en el que $K_I = K_{Ic}$. Alternativamente, si se está evaluando un tamaño de grieta específico (a), como en los análisis COSME, la evaluación consiste simplemente en comparar el K_I aplicado con el K_{Ic} correspondiente. La iniciación de fractura se evita si:

$$K_I < K_{Ic} \tag{15}$$

De acuerdo con el Artículo A-1100, la aceptabilidad del componente agrietado se determinará aplicando los criterios del Artículo IWB-3600 de [1], usando los factores de seguridad (SF) especificados allí:

$$K_I < \frac{K_{Ic}}{\sqrt{10}} \quad \text{(NOC)} \tag{16}$$

$$K_I < \frac{K_{Ic}}{\sqrt{2}} \quad \text{(AC)} \tag{17}$$

Finalmente, la evaluación de fractura se complementa con una verificación de colapso plástico. Dado que la Sección XI del ASME [9] no analiza este fenómeno, dicha verificación se realizará según ASME FFS-1 [11], aplicando los factores de seguridad definidos en [8].

4. CONCLUSIONES

Para solicitar un Certificado de Conformidad de contenedores como bulto de transporte Tipo B(U), es necesario demostrar la integridad estructural del bulto bajo condiciones de frío extremo, lo que conlleva evaluar la susceptibilidad de los materiales del bulto a la fractura frágil. ENSA ha desarrollado previamente una metodología propia de análisis basada en la aplicación de la norma BS 7910 y en las propiedades de los materiales incluidas en las especificaciones correspondientes. Dicha metodología fue evaluada técnicamente y apreciada favorablemente por el CSN en 2021.

En este contexto, el proyecto COSME se puso en marcha a finales de 2024. Su objetivo es desarrollar una metodología para evaluar las condiciones de fractura no-dúctil en contenedores de almacenamiento y transporte de combustible gastado, basada en el Código ASME y en un conocimiento preciso de las propiedades mecánicas reales de los materiales, en particular de su tenacidad a la fractura (T_0). El proyecto se encuentra actualmente en ejecución y cuenta con financiación del CSN.

AGRADECIMIENTOS

Esta publicación forma parte del proyecto «COSME – Evaluación de integridad estructural de contenedores basada en el Código ASME y en propiedades mecánicas reales», financiado por el Consejo de Seguridad Nuclear (CSN), Ref. SUBV-12-2024. Asimismo, ha recibido financiación del Programa de Doctorado Industrial de la Universidad de Cantabria, Proyecto DI41. El proyecto cuenta además con el apoyo de ENSA, mediante el suministro de material para ensayos y la aportación de conocimiento y experiencia en el sector.

REFERENCIAS

[1] ASME, *ASME Boiler and Pressure Vessel Code, Section III, Division 3: Containments for Transportation and Storage of Spent Nuclear Fuel and High-Level Radioactive Material and Waste*, 2023. The American Society of Mechanical Engineers, New York, NY.

[2] IAEA, *IAEA Safety Standards, Specific Safety Requirements No. SSR-6 (Rev. 1): Regulations for the Safe Transport of Radioactive Material*, 2018. International Atomic Energy Agency, Vienna, Austria.

[3] British Standards Institution, *BS 7910:2013 + A1:2015 – Guide to Methods for Assessing the Acceptability of Flaws in Metallic Structures*, 2015. BSI Standards, London, UK.

[4] T. L. Anderson, *Fracture Mechanics: Fundamentals and Applications*, 4th ed., 2005. CRC Press, FL.

[5] M. Kocak, S. Webster, J. J. Janosch, R. A. Ainsworth, and R. Koers, *FITNET Fitness-For-Service (FFS) Procedure, Vol. 1*, 2008. GKSS Research Centre, Hamburg, Germany.

[6] E. Gómez-Poncela, A. Palacio, V. Madrazo, and S. Cicero, "Structural Integrity Assessment of a Spent Fuel Cask by Using BS 7910," *Procedia Structural Integrity*, In Press, 2026.

[7] IAEA, *IAEA Safety Standards, Specific Safety Guide No. SSG-26 (Rev. 1): Advisory Material for the IAEA Regulations for the Safe Transport of Radioactive Material*, 2018. International Atomic Energy Agency, Vienna, Austria.

[8] P. Dillström, M. Bergman, et al., "A Combined Deterministic and Probabilistic Procedure for Safety Assessment of Components with Cracks – Handbook," 2008. Swedish Radiation Safety Authority, Stockholm, Sweden.

[9] ASME, *ASME Boiler and Pressure Vessel Code, Section XI: Rules for Inservice Inspection of Nuclear Power Plant Components*, 2023. The American Society of Mechanical Engineers, New York, NY.

[10] ASTM International, *ASTM E1921-23: Test Method for Determination of Reference Temperature, T_0, for Ferritic Steels in the Transition Range*, 2023. ASTM International, West Conshohocken, PA.

[11] ASTM International, *ASTM A350/A350M-18: Standard Specification for Carbon and Low-Alloy Steel Forgings, Requiring Notch Toughness Testing for Piping Components*, 2018. ASTM International, West Conshohocken, PA.

[12] API / ASME, *API RP 579-1 / ASME FFS-1: Fitness-For-Service*, 3rd ed., 2016. The American Society of Mechanical Engineers, New York, NY.

CARACTERIZACIÓN MECÁNICA Y MICROESTRUCTURAL DEL ACERO INOXIDABLE 316L FABRICADO MEDIANTE DEPOSICIÓN DE ENERGÍA DIRIGIDA POR LÁSER

P. Santos[1*], A. Camacho[2], M. A. Montealegre[3], P. Álvarez[3]

[1]Departamento de Física Aplicada e Ingeniería de Materiales
Escuela Técnica Superior de Ingenieros Industriales. Universidad Politécnica de Madrid
C/ José Gutiérrez Abascal 2, 28006 Madrid-España

[2]Departamento de Ingeniería Civil, de Materiales y Fabricación
Escuela de Ingenieros Industriales, Universidad de Málaga
C/ Doctor Ortiz Ramos s/n, 29071 Málaga-España

[3]Ikergune A. I. E., INZU group
C/ San Antolín 3, 20870 Elgoibar-Guipúzcoa-España

[*] Persona de contacto: patricia.santos@upm.es

RESUMEN

En los últimos años, la fabricación aditiva se ha consolidado como una alternativa viable para la producción de componentes metálicos, ofreciendo ventajas como la reducción de desperdicio de material, el control de la microestructura y la posibilidad de obtener geometrías complejas que, con los procesos convencionales de conformado y mecanizado, no serían posibles de fabricar sin recurrir a ensamblajes. En este trabajo se estudia el acero inoxidable austenítico AISI 316L fabricado mediante Deposición de Energía Dirigida (DED), analizando su microestructura y determinando sus propiedades mecánicas. Los resultados se comparan con los obtenidos para el mismo acero fabricado mediante métodos tradicionales, con el fin de identificar las diferencias entre las dos metodologías y establecer criterios para la optimización del proceso aditivo. Este análisis permite comprender mejor el comportamiento del material fabricado mediante DED y sirve de punto de partida para ajustar los parámetros de fabricación que garanticen la obtención de piezas con una resistencia y durabilidad comparables a las obtenidas por las técnicas de conformado convencionales.

PALABRAS CLAVE: 316L, fabricación aditiva, deposición de energía dirigida, láser, correlación digital de imágenes

ABSTRACT

In recent years, additive manufacturing has become a viable alternative for producing metallic components, offering benefits such as reduced material waste, microstructural control, and the ability to create complex geometries that traditional forming and machining methods cannot produce as single-piece components. This work investigates AISI 316L austenitic stainless steel manufactured by Direct Energy Deposition (DED), focusing on the analysis of its microstructure and the determination of its mechanical properties. The results are compared with those from the same steel produced through conventional manufacturing processes to identify differences between the two methods and to establish criteria for optimizing the additive manufacturing process. This analysis enhances understanding of DED-fabricated material behavior and provides a basis for adjusting manufacturing parameters to ensure components with strength and durability comparable to those made by traditional forming techniques.

KEYWORDS: 316L, additive manufacturing, direct energy deposition, laser, digital image correlation

1. INTRODUCCIÓN

La Fabricación Aditiva (FA) de materiales metálicos se ha consolidado en los últimos años como una técnica clave en sectores industriales, tales como el aeroespacial, automovilístico, biomédico y energético, gracias a que permite la producción de geometrías complejas y diseños personalizados [1], optimizar la cantidad de material y reducir los tiempos de fabricación. De las distintas metodologías de FA de componentes metálicos, la Deposición de Energía Dirigida (*Direct Energy Deposition*, DED) es uno de los métodos más probados y viables [2]. Este procedimiento emplea una fuente de energía térmica (en el caso que nos ocupa, un haz láser), que garantiza la unión metalúrgica entre las capas. La DED se caracteriza porque permite usarse en la

reparación de componentes y, además, permite obtener piezas de gran tamaño. Durante este proceso de fabricación, la distribución de calor entre el material de aporte y el sustrato es un factor condicionante para la correcta adherencia del material depositado [3]. Así, en los productos finales pueden encontrarse limitaciones, tales como uniones débiles entre capas, elevada rugosidad superficial, etc. [4], lo que hace fundamental caracterizar los materiales fabricados mediante DED para lograr optimizar el proceso e implementar esta técnica de forma efectiva a partir de los resultados obtenidos.

Uno de los materiales metálicos empleados en la DED es el acero inoxidable austenítico 316L, ya que posee unas buenas características microestructurales y unas buenas propiedades mecánicas, tales como su resistencia y ductilidad, así como una buena soldabilidad y gran resistencia a la corrosión [5]. El uso de estas técnicas de fabricación puede dar lugar a la aparición de discontinuidades, porosidad, tensiones residuales y heterogeneidades microestructurales que repercuten de manera directa en el comportamiento mecánico del material, por lo que es fundamental evaluar su viabilidad mecánica en aplicaciones estructurales, mediante la caracterización mecánica y el análisis microestructural. En este contexto, existen diversos estudios que determinan que las condiciones térmicas durante la deposición (gradiente térmico y velocidad de enfriamiento), juegan un papel fundamental en la microestructura y el comportamiento mecánico de este material [6], siendo necesario realizar estudios detallados que relacionen las condiciones del proceso de fabricación con estos dos parámetros. Así, el objetivo de este trabajo es caracterizar mecánica y microestructuralmente el acero inoxidable 316L obtenido mediante DED, para contribuir a una mejor comprensión del comportamiento de este material y aportar información relevante para la optimización del proceso y el diseño de componentes estructurales fabricados mediante tecnologías de FA.

2. MATERIAL Y EXPERIMENTACIÓN

2.1. Material

El material empleado en la investigación fue un acero inoxidable austenítico AISI 316L fabricado mediante un proceso de fabricación aditiva por deposición de energía dirigida. Mediante este mecanismo, el material metálico se aporta en forma de polvo a través de una boquilla y es fundido capa a capa mediante la irradiación de un láser de alta densidad de energía, obteniéndose como resultado un material con una microestructura y un comportamiento mecánico condicionados por los parámetros de fabricación. El acero fue suministrado por el fabricante, Ikergune A. I. E., en forma de placas cuadradas, con unas dimensiones de 12,5×12,5 mm y un espesor de 5 mm (figura 1). A partir de las placas, buscando desperdiciar la menor cantidad posible de material, se mecanizaron probetas planas de tracción, orientadas en la dirección perpendicular a la deposición del material.

Figura 1. Placa de acero 316L obtenido mediante DED

La composición química del polvo de acero atomizado por gas que se emplea para la fabricación de las placas de acero es la que se muestra en la tabla 1.

Tabla 1. Composición química del acero estudiado

Cr	Ni	Mo	Mn	Si	C	Fe
17	12	2,5	<1	<1	<0.03	Bal.

Las propiedades mecánicas que definen el comportamiento del acero se determinaron mediante tres ensayos de tracción sobre probetas planas, mecanizadas siguiendo la dirección perpendicular al plano de la placa. Durante los ensayos se adquirieron imágenes de las probetas, previamente recubiertas con un patrón moteado aleatorio de alto contraste, necesario para el posterior tratamiento mediante la Correlación Digital de Imágenes (*Digital Image Correlation*, DIC). Los datos obtenidos mediante DIC fueron procesados posteriormente con MATLAB, lo que permitió colocar extensómetros virtuales en los laterales de cada probeta y medir así las deformaciones durante los ensayos. En la figura 2 se muestran las curvas tensión-deformación obtenidas para cada ensayo realizado y en la tabla 2 se recogen las propiedades mecánicas obtenidas a partir de los ensayos.

Tabla 2. Propiedades mecánicas del acero estudiado

Probeta	E [GPa]	$\sigma_{máx}$ [MPa]	$\sigma_{0,2}$ [MPa]
P1	108	477	252
P2	117	471	234
P3	111	487	235
	112	**479**	**240**

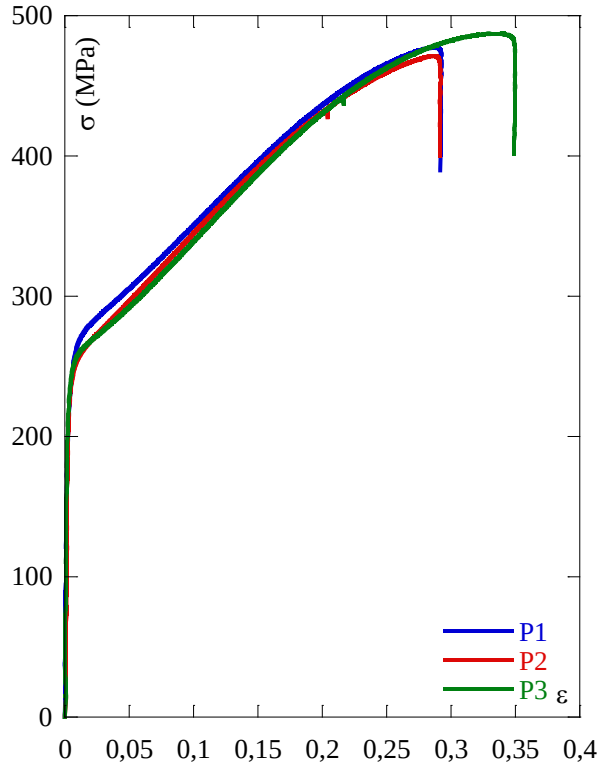


Figura 2. Curvas tensión-deformación del acero estudiado

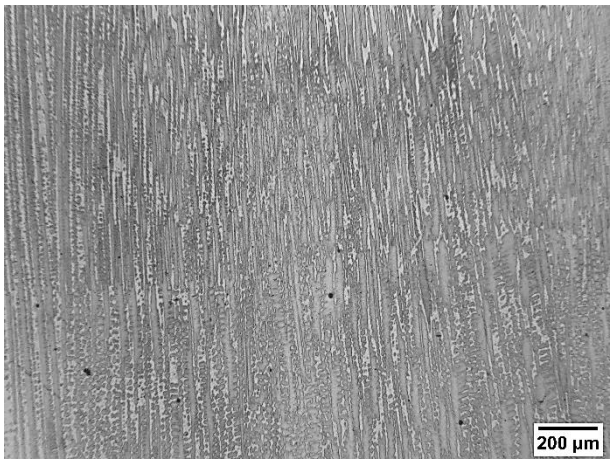


Figura 3. Microestructura del acero estudiado

Para el estudio microestructural del acero, se realizó un análisis metalográfico y microscópico con el microscopio óptico de muestras embutidas y atacadas de las probetas ensayadas (figura 3). Para revelar la microestructura del acero se empleó el reactivo de Marble, que es una mezcla de cloruro férrico y ácido clorhídrico, empleada comúnmente en aceros inoxidables para este fin. Se observa una estructura columnar predominantemente austenítica, cuya orientación está condicionada por la dirección de deposición del material, en la que se distinguen dendritas dentro de los granos a lo largo de su longitud. Se han encontrado en la microestructura pequeños poros e inclusiones, que son típicas del proceso de fabricación; pero, en general, puede establecerse que la homogeneidad en la placa fabricada es buena. No obstante, la orientación preferente observada puede dar lugar a una anisotropía microestructural, que va asociada de forma general a la presencia de tensiones residuales orientadas con la dirección de deposición del acero, así como al crecimiento epitaxial de los granos durante el proceso de solidificación en condiciones alejadas del equilibrio.

2.2. Ensayos de tracción

Se realizaron ensayos de tracción que, además de para la caracterización mecánica del material, sirvieron para analizar la influencia del proceso de fabricación sobre el comportamiento mecánico del acero. Se realizaron un total de tres ensayos de tracción en probetas de 3,2 mm de espesor, mecanizadas siguiendo la dirección transversal de las placas obtenidas por FA y cuyas dimensiones, en milímetros, se muestran en la figura 4.

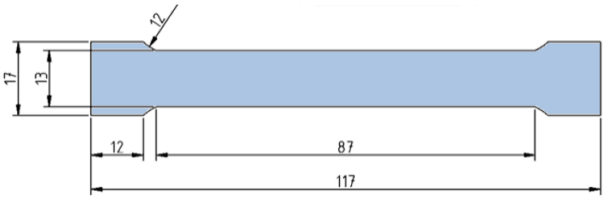


Figura 4. Geometría de las probetas ensayadas a tracción para el estudio de la influencia del proceso de fabricación

Mediante el uso del sistema de correlación digital de imágenes y el postprocesado de los datos con el programa de cálculo numérico MATLAB, se colocaron un total de 56 extensómetros virtuales con una base de medida de 1 mm a lo largo del eje de una de las caras de la probeta, que permitieron obtener la deformación sufrida por cada uno de los cordones de deposición de la placa durante la duración del ensayo y poder evaluar así la influencia que tienen los parámetros de fabricación sobre el comportamiento mecánico del acero estudiado.

3. RESULTADOS EXPERIMENTALES

3.1. Resultados de los ensayos

Una vez realizados los ensayos de tracción en las tres probetas estudiadas, se obtuvieron los valores de deformación de los extensómetros colocados a lo largo del eje de una de las caras de cada una de ellas. En la figura 5 se recogen las curvas tensión-deformación de 6 extensómetros colocados en la zona más próxima al comienzo del radio de acuerdo que une el cuerpo de la probeta con la cabeza de amarre de la misma, alejados de la zona de la rotura. Se observa que todas las curvas tienen una pendiente inicial idéntica, lo que es indicativo de un valor para el módulo de elasticidad comparable entre los distintos cordones de fabricación y de una ausencia de anisotropía elástica. Además, no se aprecian discontinuidades ni cambios de pendiente, lo que sugiere un buen acoplamiento entre los cordones. Aun así, se advierten diferencias sustanciales una vez superada la zona elástica en cuanto a los valores de deformación, que pueden ser debidas al historial térmico

local del proceso de fabricación y a un valor de densidad de dislocaciones diferente entre cada cordón. De esta forma, se pone de manifiesto que el comportamiento mecánico local depende del cordón en el que nos encontremos.

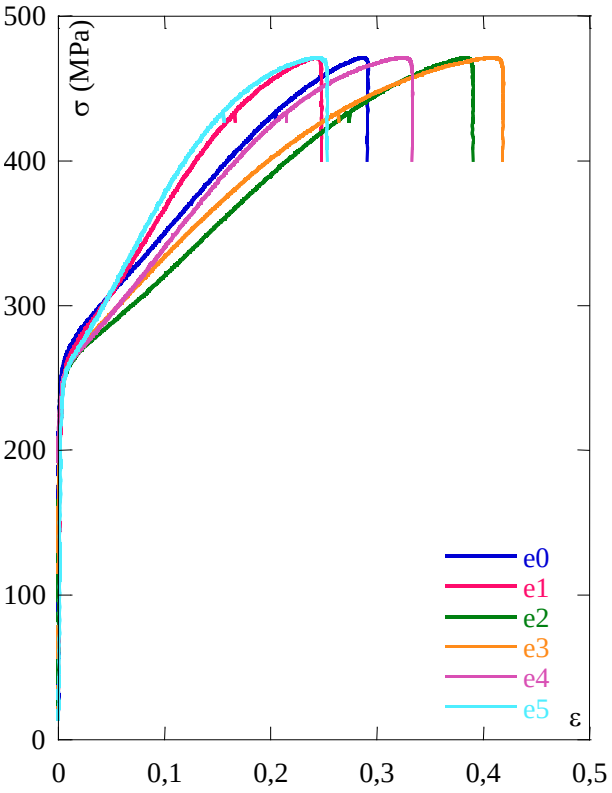


Figura 5. Curvas tensión-deformación a lo largo del eje de una de las caras de la probeta

3.2. Análisis fractográfico

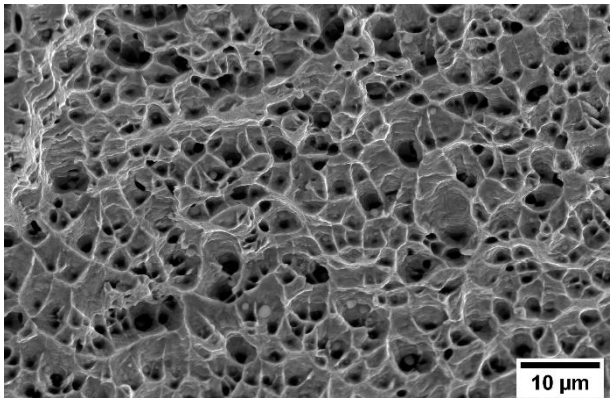


Figura 6. Superficie de rotura, en la que se observa el mecanismo dominante de daño: coalescencia de microhuecos

La figura 6 se corresponde con una imagen de la superficie de fractura de una de las probetas ensayadas, tomada con el microscopio electrónico de barrido. Se observa que el mecanismo de rotura es claramente dúctil, originado por la nucleación, el crecimiento y la coalescencia de microhuecos, sin que haya presencia de mecanismos frágiles asociados a la FA, lo que es coherente con la ductilidad típica de este acero.

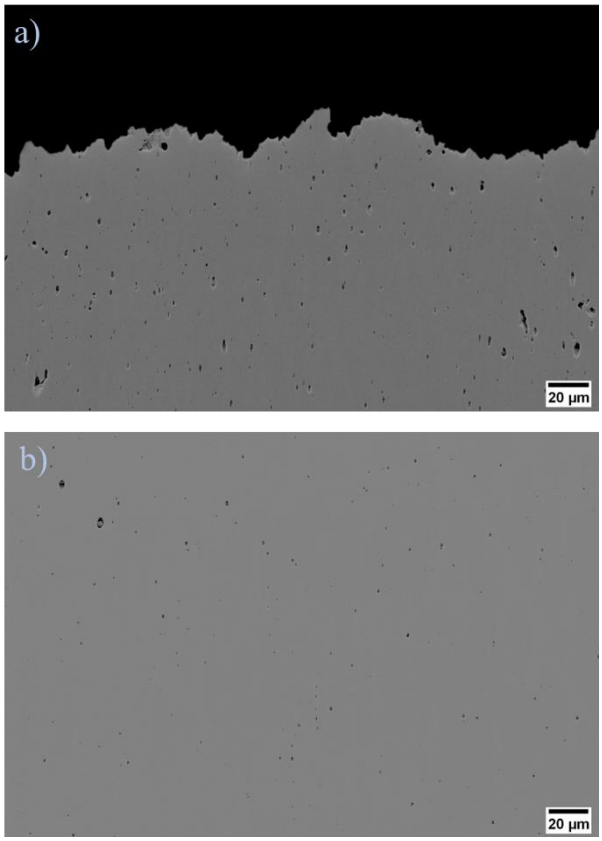


Figura 7. Corte longitudinal de la rotura: a) Zona de la rotura y b) Interior de la probeta

Se analizaron los cortes longitudinales de las zonas de rotura de las probetas ensayadas. En la figura 7 se puede ver uno de esos cortes, estudiado con el microscopio electrónico de barrido. En la imagen 7-a, que muestra la zona próxima a la rotura, se observa la presencia de porosidad con una morfología heterogénea y una distribución irregular. En esta región, la elevada triaxialidad tensional favorece el crecimiento y la coalescencia de huecos, aumentando así la porosidad y presentando una densidad de poros elevada en comparación con el interior de la probeta (figura 7-b), donde se evidencia una reducción significativa de la misma, con poros de menor tamaño.

4. CONCLUSIONES

Se colocaron extensómetros virtuales a lo largo del eje de una de las caras de las probetas con una base de medida reducida (1 mm) para así poder estudiar las posibles micro-heterogeneidades reales en el material. Se ha observado que no existe un patrón periódico en la distribución de la deformación, evidenciándose así la heterogeneidad microestructural típica de materiales metálicos obtenidos mediante FA, que es debida a la compleja historia térmica que va asociada a este proceso.

Aunque el comportamiento elástico del acero es muy uniforme entre los distintos cordones, se observó que la respuesta mecánica del material es sensible a las

variaciones microestructurales originadas durante el proceso de fabricación debidas, principalmente, a los cambios de temperatura que tienen lugar durante el mismo. Esta heterogeneidad va asociada a los procesos de fabricación aditiva metálica y se ve reflejada en los resultados gracias a la gran precisión de la herramienta empleada (DIC + MATLAB). La porosidad observada, que va asociada a variaciones locales de aporte energético y de enfriamiento, está dentro del rango habitual para estos materiales.

El análisis de las superficies de rotura de las probetas ensayadas indicó que el mecanismo de daño dominante es el crecimiento y la coalescencia de microhuecos. Este mecanismo dúctil de rotura es característico del material y se observaron, además, poros e inclusiones con tamaños que llegaban hasta las 15 µm, que actúan como puntos de iniciación del daño. La rotura se localizó en una región que presentaba una mayor densidad de poros, lo que sugiere que las heterogeneidades microestructurales influyen de forma significativa en la distribución local de la deformación y en el inicio del daño. Este resultado refuerza la capacidad de los programas de correlación digital de imágenes para poder identificar regiones potencialmente críticas desde el punto de vista mecánico antes del fallo del material.

A la vista de los resultados obtenidos, se determinó que la placa fabricada tenía una buena calidad metalúrgica, con una correcta fusión entre los diferentes cordones y se pone de manifiesto la importancia que tiene el realizar un adecuado control térmico y de la estabilidad del aporte energético, para así reducir las heterogeneidades locales y poder mejorar la respuesta mecánica del material. Por lo tanto, los resultados obtenidos sirven como punto de partida a la hora de optimizar los parámetros del proceso y establecer, de cara a futuras investigaciones, criterios de calidad más refinados.

AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen la ayuda recibida a través del programa de ayudas a Primeros Proyectos (ETSII-UPM25-PU01), financiado por la Escuela Técnica Superior de Ingenieros Industriales de la Universidad Politécnica de Madrid.

REFERENCIAS

[1] S. Cooke, K. Ahmadi, K. Willerth, R. Herring, *Metal additive manufacturing: Technology, metallurgy and modelling*, Journal of Manufacturing Processes, 57, 978-1003, 2020.

[2] S. M. Thompson, L. Bian, N. Shamsaie, A. Yadollahi, *An overview of Direct Laser Deposition for additive manufacturing: Part I: Transport phenomena, modeling and diagnostics*, Additive Manufacturing, 8, 36-62, 2015.

[3] F. Cordovilla Baró, Á. García Beltrán, M. Á. Montealegre, J. L. Ocaña Moreno, *Non-linear termal modelo f the Direct Laser Melting Process considering the adhesión of the consolidated material to the substrate using a domain with discontinuous material properties*, Lasers in Manufacturin, 2019.

[4] M. L. Dezaki, A. Serjouei, A: Zolfagharian, M. Fotouhi, M. Moradi, M. H. A. Ariffin, M. Bodaghi, *A review on additive/subtractive hybrid manufacturing of directed energy deposition (DED) process*, Advanced poder materials, 1 No. 4, 100054, 2022.

[5] Z. Liu, J. Wang, W. Sun, X. Liu, Z. Gao, J. Li, *Unveiling the dependence of mechanical properties and corrosion resistance on microstructural heterogeneity in additively manufactured 316L stainless steel*, Journal of Materials Research and Technology, 37, 4688-4707, 2025.

[6] T. Das, M. Mukherjee, D. Chatterjee, S. K. Samanta, A. K. Lohar, *A comparative evaluation of the microstructural characteristics of L-DED and W-DED processed 316L stainless steel*, CIRP Journal of Manufacturing Science and Technology, 40, 114-128, 2023.

FRACTURA DE MATERIALES POLIMÉRICOS Y COMPOSITES

FABRICACIÓN Y COMPORTAMIENTO A FRACTURA DE PROPULSANTES SÓLIDOS HTPB/ALUMINIO/PERCLORATO AMÓNICO

D. Chimeno[1, 2*], M. Martínez[2], A. Salazar[2, 3], R. López[1], J. Rodríguez[2,3]

[1]Instituto Nacional de Técnica Aeroespacial. La Marañosa. Ctra M301, km10.5.
28330. San Martín de la Vega, Madrid - España

[2]Grupo de Durabilidad e Integridad Mecánica de Materiales Estructurales
Escuela Superior de Ciencias Experimentales y Tecnología. Universidad Rey Juan Carlos
C/ Tulipán s/n, 28933 Móstoles-España

[3]Instituto de Investigación de Tecnologías para la Sostenibilidad
Universidad Rey Juan Carlos. C/ Tulipán s/n, 28933 Móstoles-España

[*] Persona de contacto: dchisaa@inta.es

RESUMEN

La fabricación de propulsantes sólidos compuestos es una capacidad estratégica a nivel nacional. Este trabajo presenta los resultados de una colaboración entre el INTA y la URJC dirigida a desarrollar y validar esta tecnología nacional, basada en una matriz de polibutadieno hidroxiterminal (HTPB), aluminio como combustible y perclorato amónico como oxidante. El estudio se centra en la caracterización mecánica del material, estableciendo la tenacidad a fractura como una propiedad crítica para evaluar su rendimiento y homologarlo con estándares comerciales. Mediante técnicas reológicas y de análisis dinámomecánico, se ha investigado el efecto de diferentes modificadores de formulación en la microestructura y las propiedades viscoelásticas del propulsante. Los resultados muestran cómo ciertos aditivos optimizan la intercara entre las cargas sólidas y la matriz aglomerante, mejorando significativamente la capacidad del material para disipar energía. El objetivo último es analizar el comportamiento a fractura de la formulación optimizada frente a una referencia comercial, para así sentar una base científica sólida que permita la producción nacional de estos materiales estratégicos con la integridad estructural requerida.

PALABRAS CLAVE: propulsante sólido de material compuesto, HTPB, perclorato amónico, fractura.

ABSTRACT

The manufacture of composite solid propellants is a strategic capability at the national level. This work presents the results of a collaboration between INTA and URJC for the development and validation of this national technology, based on a hydroxylated polybutadiene (HTPB) matrix, aluminum as fuel, and ammonium perchlorate as an oxidant. The study focuses on the mechanical characterization of the material, establishing fracture toughness as a critical property for evaluating its performance and aligning it with commercial standards. Using rheological and dynamic-mechanical analysis techniques, the effect of different formulation modifiers on the microstructure and viscoelastic properties of the propellant has been investigated. The results show how certain additives optimize the interface between the solid fillers and the binder matrix, significantly improving the material's energy dissipation capacity. The ultimate goal is to analyze the fracture behavior of the optimized formulation against a commercial reference, thus establishing a solid scientific foundation that will enable the national production of these strategic materials with the required structural integrity.

KEYWORDS: solid propellant of composite material, HTPB, ammonium perchlorate, fracture.

1. INTRODUCCIÓN

Los propulsantes sólidos de tipo *composite* constituyen un pilar fundamental en los sectores aeroespacial y de defensa, donde se emplean como materiales altamente cargados capaces de proporcionar empuje en cohetes y lanzadores. Estos propulsantes se caracterizan por estar formados por una matriz polimérica —habitualmente basada en polibutadieno hidroxiterminal (HTPB)— en la que se dispersa una elevada proporción de partículas sólidas [1, 2]. La matriz se solidifica mediante agentes de curado como isocianatos-funcionalizados, mientras que la adición de plastificantes, como el dioctil adipato (DOA), mejora la procesabilidad del sistema a costa, en ocasiones, de disminuir el rendimiento energético y ciertas propiedades mecánicas. Para contrarrestar estos

efectos, se emplean agentes de ligado basados en aziridinas, entre los cuales destaca el óxido de tris-1-(2-metilaziridinil) fosfina (MAPO), que refuerza la adhesión entre las partículas oxidantes y el aglutinante. Dentro de la amplia gama de cargas y aditivos energéticos posibles, la combinación de polvo de aluminio como combustible metálico y perclorato amónico (PA) como oxidante sigue siendo la más empleada, complementada con catalizadores organometálicos —como el trifenil bismuto (TPB)— que permiten controlar y acortar los tiempos de curado.

La complejidad de estos materiales deriva no solo de su formulación, sino también de su comportamiento mecánico. Dado que las partículas sólidas pueden representar hasta el 85% en peso del propulsante, su respuesta es marcadamente viscoelástica y depende de la temperatura y de la velocidad de deformación. La heterogeneidad inherente a esta elevada carga sólida dificulta la evaluación de sus propiedades mecánicas, ya que la matriz actúa como un material viscoelástico, el aluminio presenta comportamiento elastoplástico y el perclorato amónico se comporta mayoritariamente como un sólido elástico [3]. Comprender la interacción entre la matriz y las partículas es esencial, pues la integridad estructural del grano depende en gran medida de la calidad de dicha intercara.

Más allá de su importancia técnica, la capacidad nacional para fabricar propulsantes sólidos de tipo *composite* tiene un fuerte componente estratégico, tanto para aplicaciones civiles —como lanzadores espaciales o vehículos experimentales— como, especialmente, para el ámbito militar. El rendimiento y la seguridad de los sistemas que emplean estos materiales dependen de manera crítica de la integridad mecánica del propulsante. La aparición de grietas, vacíos u otros defectos estructurales puede alterar de forma significativa el patrón de combustión, generando áreas de quemado no controladas que provoquen variaciones inesperadas en el empuje. Estas desviaciones pueden comprometer la misión e incluso desencadenar fallos catastróficos con consecuencias potencialmente graves [4].

En este contexto, el presente trabajo aborda la fabricación de un propulsante sólido de tipo *composite* con estructura HTPB/PA/Al y formulación propia, así como el estudio detallado de sus propiedades mecánicas y de fractura. Los resultados obtenidos se comparan con los de un propulsante comercial de origen extranjero, con el fin de evaluar su desempeño relativo y aportar información útil para el desarrollo nacional de este tipo de materiales.

2. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

2.1. Materiales

Se empleó HTPB como prepolímero, con una baja concentración de grupos hidroxilo de 0,74 meq/g, una funcionalidad de 2,1 y una viscosidad de 4,5 Pa·s a 30 °C. Como agente de curado se utilizó diisocianato de isoforona (IPDI), con una concentración de grupos NCO del 36,57 %. El PA se empleó como oxidante en tres distribuciones granulométricas. Se añadió DOA como plastificante, Al como combustible metálico de combustión rápida y óxido de tris-1-(2-metilaziridinil) fosfina (MAPO) como agente de enlazado.

La Tabla 1 resume el porcentaje en peso y las especificaciones de los reactivos utilizados en las formulaciones de los propulsantes fabricados. Los datos han sido proporcionados por los fabricantes de los diversos reactivos.

Tabla 1: Porcentajes y principales características de los reactivos utilizados en la formulación de los propulsantes.

Reactivos (% en peso)	**Densidad (g/cm3)**	**Peso molecular (g/mol)**
HTPB (12 %)	0,90	2835
DOA (3 %)	0,93	371
Al (6 %) 10 µm	2,70	27
PA (77,2%) Coarse 300 µ Fine 110 µm Ultrafine 20 µm	1,95	117
MAPO (0,3%)	1,07	215
IPDI (1,5%)	1,05	222

2.2. Caracterización mecánica

Los materiales fueron estudiados inicialmente mediante reología y ensayos dinamomecánicos (DMTA) que proporcionaron valores de viscosidad en el rango de 10-25 Pa·s, mientras que la temperatura de transición vítrea, T_g, del propulsante se situó en aproximadamente -70ºC.

La caracterización mecánica consistió en la realización de ensayos de tracción de probetas tipo I, según la norma ISO 37:2017, utilizando una máquina de ensayos electromecánica INSTRON 5967 equipada con una célula de carga de 500 N y un videoextensómetro para el seguimiento de la deformación. Los ensayos de tracción se realizaron a una velocidad de desplazamiento del carro de la máquina de 50 mm/min.

Para la caracterización en fractura se utilizaron probetas normalizadas de tipo CT (*Compact Tension*), con dimensiones de 25x25x5 mm^3, con 20 mm de distancia desde la línea de carga al borde de la probeta. En todas las probetas se mecanizó una entalla en forma de V con un radio en el fondo de la misma de 0,2 mm y se generó una grieta afilada de 10 mm de longitud nominal.

En estos materiales los registros experimentales fuerza-desplazamiento son bastante lineales hasta carga máxima, aunque presentan una rotura estable. En consecuencia, se decidió realizar un doble análisis de los resultados de los ensayos de fractura: en primer lugar, se aplicó la metodología de la mecánica de la fractura elástico lineal (MFEL) y se determinaron los valores de la tenacidad de fractura, K_{IC}, y la energía específica de fractura, G_{IC}, siguiendo las directrices de la norma ISO 13586; en segundo lugar, los mismos resultados experimentales fueron utilizados para determinar una curva de resistencia J-R, en la que los valores de la integral J se representan frente a la extensión de grieta, Δa, utilizando el método de normalización descrito en la norma ASTM 1820.

El método de normalización hace uso del principio de separación de carga para determinar la longitud de grieta instantánea, usando una curva de calibración obtenida a partir de los propios datos de fuerza-desplazamiento del propio ensayo.

Se parte de una medida óptica de las longitudes de grieta inicial, a_0, y final, a_f, sobre la superficie de rotura. Posteriormente, se normalizan los valores experimentales de la carga, P_i, según la expresión:

$$P_{Ni} = \frac{P_i}{WB\left[\frac{W - a_{bi}}{W}\right]^{\eta_{pl}}} \qquad (1)$$

donde W es la anchura de la probeta, B su espesor, η_{pl} es un factor dependiente de la geometría y a_{bi} la longitud de grieta, corregida teniendo en cuenta el enromamiento, según la siguiente expresión:

$$a_{bi} = a_0 + \frac{J_i}{2m\sigma_{YS}} \qquad (2)$$

donde m es un factor de constricción plástica en la punta de grieta y σ_{YS} la tensión de cedencia. J_i se calcula de acuerdo con:

$$J_i = \frac{K_i^2\left(1-\upsilon^2\right)}{E} + J_{pli} \qquad (3)$$

siendo K_i el factor de intensidad de tensiones, E el módulo de Young, ν el coeficiente de Poisson y J_{pli} la parte plástica de la integral J. Por otra parte, cada valor experimental del desplazamiento, δ_i, se normaliza también, de acuerdo con la siguiente expresión:

$$\bar{\delta}_{pli} = \frac{\delta_{pli}}{W} = \frac{\delta_i - P_i C_i}{W} \qquad (4)$$

donde C_i es la flexibilidad de la probeta en la línea de carga, asociada a una longitud de grieta a_{bi}. La última pareja de datos fuerza-desplazamiento se normaliza de un modo similar, introduciendo el valor a_f, sin la corrección por enromamiento. Los valores normalizados (P_{Ni} - $\bar{\delta}_{pli}$) se utilizan para ajustar una función de cuatro parámetros, que va a servir para asociar a cada pareja inicial de datos (P_i – δ_i) una longitud de grieta, a_i.

$$P_N = \frac{a + b\bar{\delta}_{pli} + c\bar{\delta}_{pli}^{\,2}}{d + \bar{\delta}_{pli}} \qquad (5)$$

donde a, b, c y d son coeficientes de ajuste. Una vez obtenida la función de normalización anterior, puede deducirse la longitud de grieta asociada a cada punto del registro fuerza-desplazamiento experimental y, a partir de ella, calcular el valor de la integral J correspondiente. El método descrito está recogido en detalle en la norma ASTM 1820 y ha sido aplicado con anterioridad a materiales poliméricos [5].

3. RESULTADOS YDISCUSIÓN

3.1. Resistencia a tracción

La Figura 1 muestra las curvas tensión deformación obtenidas tras los ensayos realizados en los propulsantes sólidos HTPB/PA/Al con todos los componentes, incluido el agente ligante MAPO. Adicionalmente, se muestran las curvas tensión-deformación correspondientes al propulsante sin MAPO con dos distribuciones de partículas diferentes (d1 bimodal y d2 trimodal).

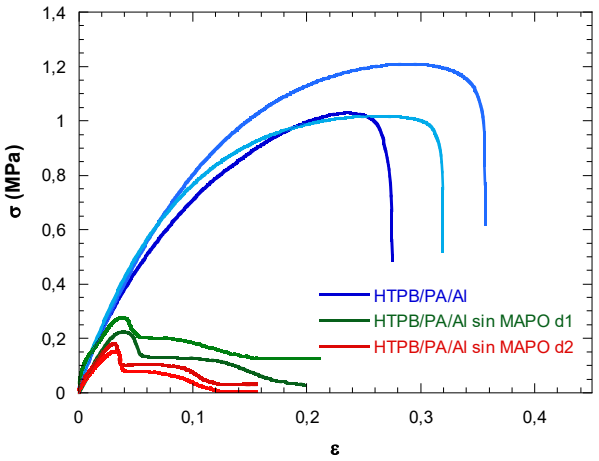


Figura 1. Curvas tensión (σ) vs deformación (ε) del propulsante HTPB/PA/Al completo (color azul) y curvas del propulsante sin MAPO (color verde para distribución d1 y color rojo para distribución d2).

Los resultados principales se resumen en la tabla 2. Como se observa en la Figura 1 y en los datos recogidos en la Tabla 2, la presencia del agente ligante MAPO tiene una enorme influencia en las propiedades mecánicas del propulsante, ya que facilita la transmisión de carga entre la matriz polimérica y las partículas de perclorato amónico.

Tabla 2: Propiedades de tracción de los propulsantes.

Material	E (MPa)	σ_{max} (MPa)	ε_{max}
HTPB/PA/Al	8,2±0,6	1,1±0,1	26±3
Propulsante sin MAPO, d1	6,9±0,7	0,25±0,4	3,9±0,1
Propulsante sin MAPO, d2	5,4±0,5	0,15±0,4	2,6±0,7

3.2. Resistencia a la fractura

La Figura 2 muestra los registros experimentales de fuerza-desplazamiento obtenidos durante los ensayos de fractura. Se puede apreciar que las curvas correspondientes al propulsante completo tienen un comportamiento bastante lineal que permite utilizar la metodología de la Mecánica de la Fractura Elástico Lineal (MFEL) para determinar la tenacidad de fractura del material. Los resultados de tenacidad se recogen en la Tabla 3, donde se han determinado también los valores correspondientes al material sin MAPO, aun siendo conscientes de que, en este caso, la no linealidad es manifiesta y las condiciones de la MFEL no se verifican.

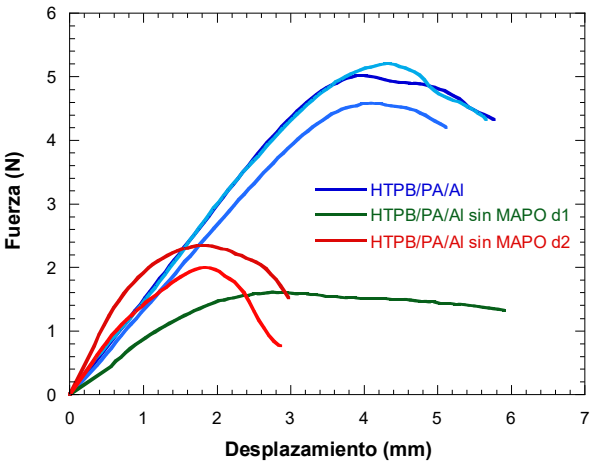


Figura 2. Curvas fuerza vs desplazamiento del propulsante HTPB/PA/Al completo (color azul) y curvas del propulsante sin MAPO (color verde para distribución d1 y color rojo para distribución d2).

El efecto del agente ligante es muy marcado en las propiedades de fractura como sucedía en los resultados de tracción, jugando un papel significativo en la resistencia a la fractura.

En la figura 3 se recogen las curvas de resistencia al avance de grieta J-R obtenidas tras la aplicación del método de normalización. Los resultados se han ajustado a una expresión de tipo potencial:

$$J = C\Delta a^n \qquad (6)$$

El factor C se sitúa en el intervalo (0,50-0,61) para el HTPB/PA/Al completo, 0,11 para el material sin MAPO con distribución d1 y (0,06-0,07) para el material sin MAPO con distribución d2. En cuanto el exponente n los valores son (0,21-0,39), 0,51 y (0,36-0,4), respectivamente.

Tabla 3: Propiedades de fractura de los propulsantes.

Material	K_C (kPam$^{1/2}$)	G (J/m^2)	$J_{0,2}$ (J/m^2)
HTPB/PA/Al	61±3	400±30	350±80
Propulsante sin MAPO, d1	18±4	70±40	50
Propulsante sin MAPO, d2	20±2	50±20	35±2

Los resultados de los ensayos de tracción y de fractura son una medida de la capacidad resistente del material y ponen de manifiesto que el MAPO es un componente crucial para asegurar la integridad mecánica del propulsante.

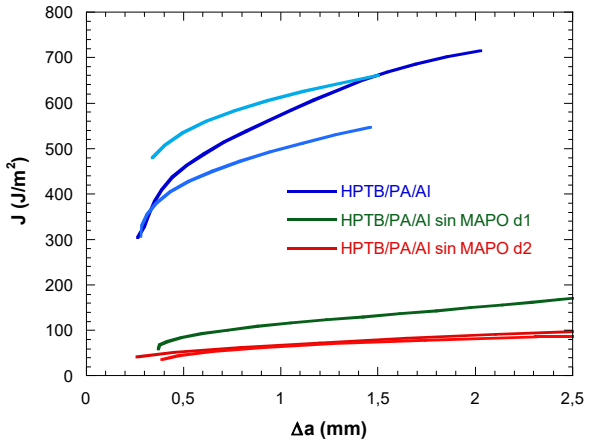


Figura 3. Curvas de resistencia al avance de grieta J-R: HTPB/PA/Al completo (color azul) y curvas del propulsante sin MAPO (color verde para distribución d1 y color rojo para distribución d2).

La capacidad de fabricación de propulsantes es estratégica para el sector aeronáutico y de defensa. En este trabajo se han estudiado propulsantes de HTPB/PA/Al de fabricación y formulación propia que han sido producidos en los laboratorios de INTA. Los resultados obtenidos son totalmente comparables con las propiedades de propulsantes comerciales de la misma familia HTPB/PA/Al, como los que previamente han sido caracterizados por los autores [6]. Se obtuvieron entonces valores de módulo elástico de 10,5 MPa, resistencia a tracción de 0,97 MPa, deformaciones máximas del 28% y valores de la energía específica de fractura ($J_{0,2}$) de 340 J/m^2. En la figura 4, se incluye, además, la comparación de las curvas de resistencia al avance de grieta (curvas J-R) correspondientes al propulsante fabricado en este trabajo con las obtenidas en

el propulsante comercial (el nombre no se incluye por razones de confidencialidad).

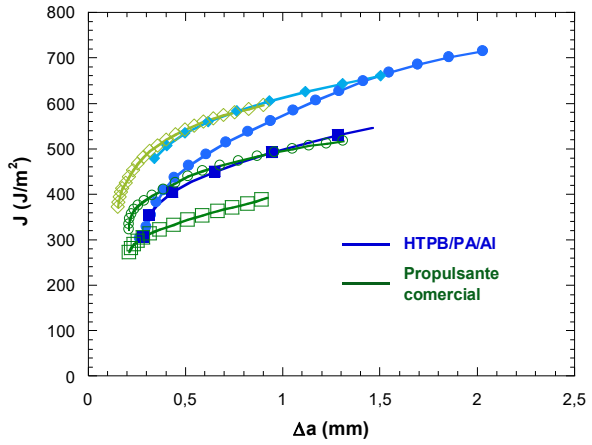


Figura 4. Comparación de las curvas de resistencia al avance de grieta J-R entre el material de fabricación propia y uno comercial.

Por último, hay que hacer notar que la capacidad de propulsión se estima mediante el impulso específico teórico (el que correspondería a un motor cohete con una tobera perfecta) que depende de la formulación química del propulsante, siendo por tanto un parámetro que permite comparar propulsantes diferentes. El impulso específico del propulsante HTPB/PA/Al fabricado en INTA en este trabajo tiene un valor de unos 250 s, magnitud comparable a la de los propulsantes comerciales utilizados en motores cohete de uso militar. En cuanto a la velocidad de combustión, el valor medido en el propulsante fabricado a una presión de 90 bares es de 7,85 mm/s, estando los valores de los propulsantes comerciales en el entorno de los 8,5 mm/s. Como puede apreciarse, tanto en propiedades de propulsión como en propiedades mecánicas y de fractura el material energético fabricado está en el orden de magnitud de los propulsantes comerciales se aplicación militar.

4. CONCLUSIONES

Los resultados obtenidos en este trabajo permiten formular las siguientes conclusiones:

- Se ha fabricado un propulsante con una formulación propia de tipo HTPB/PA/Al que tiene unas prestaciones de propulsión similares a la de los materiales comerciales utilizados en motores cohete de aplicación militar, con impulsos específicos del orden de 250 s y velocidades de combustión cercanas a los 8 mm/s a 90 bares de presión.
- Los propulsantes fabricados se han caracterizado mecánicamente, obteniendo propiedades de rigidez, resistencia y ductilidad del orden de los 8 MPa, 1 MPa y 25%, respectivamente. Estas propiedades son similares a las de los propulsantes comerciales.
- La integridad estructural se ha caracterizado mediante ensayos de fractura, obteniéndose valores de la energía específica de fractura de 350 J/m^2. Adicionalmente, se ha demostrado el papel principal que en la integridad mecánica juega el agente de enlazado para que se desarrolle una adecuada transmisión de carga entre la matriz polimérica y las partículas de PA.

En definitiva, el trabajo ha puesto de manifiesto la capacidad de fabricación de propulsantes sólidos de tipo composite con propiedades mecánicas, resistencia a la fractura y prestaciones en el campo de la propulsión similares a las de los propulsantes comerciales de aplicación militar.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecer al Ministerio de Defensa y al Instituto Nacional de Técnica Aeroespacial el apoyo a la investigación realizada y la financiación a través del proyecto CRONOS.

REFERENCIAS

[1] L. T. DeLuca, T. Shimada, V. T. Sinditskii, M. Calabro, P.A. Manzara. *An Introduction to Energetic Materials for Propulsion. In Chemical Rocket Propulsion: A Comprehensive Survey of Energetic Materials.* (pp. 3-59) Springer International Publishing. doi: 10.1007/978-3-319-27748-6_1.

[2] V. Sekkar, T.S.K. Raunija, *Hydroxyl-terminated polybutadiene-based polyurethane networks as solid propellant binder-state of the art*. Journal of Propulsion and Power 31 (2015) 16–35. doi: 10.2514/1.B35384.

[3] B. Tunç and Ş. Özüpek, *Constitutive Modeling of Solid Propellants for Three Dimensional Nonlinear Finite Element Analysis*. Aerospace Science and Technology 69 (2017): 290–297, doi:10.1016/J.AST.2017.06.025.

[4] M Martínez, R López, J Rodríguez, A Salazar. *Evaluation of the structural integrity of solid rocket propellant by means of the viscoelastic fracture mechanics approach at low and medium strain rates.* Theoretical and applied fracture mechanics 118, (2022), 103237. doi:10.1016/j.tafmec.2021.103237.

[5] A. Salazar, T. Martín, J. M. Navarro, J. Rodríguez. *Fracture behaviour of controlled-rheology ethylene-propylene block copolymers*. Polymer International Vol. 60, pp. 765-711, 2011. doi:10.1002/pi.3012.

[6] R López, A Ortega De La Rosa, A Salazar, J Rodríguez. *Structural integrity of aged hydroxyl-terminated polybutadiene solid rocket propellant*. Journal of Propulsion and Power 34 (1), 75-84, 2018. doi: 10.2514/1.B36496.

ESTUDIO DE LA PROPAGACIÓN DE GRIETAS POR FATIGA EN HIDROGELES DE DOBLE RED POLIACRILAMIDA-ALGINATO

M. Martínez[1*], A.J. Cano[1], A. Salazar[1,2], J. Rodríguez[1,2]

[1]Grupo de Durabilidad e Integridad Mecánica de Materiales Estructurales
[2]Instituto de Investigación de Tecnologías para la Sostenibilidad
Escuela Superior de Ciencias Experimentales y Tecnología. Universidad Rey Juan Carlos
C/ Tulipán s/n, 28933 Móstoles-España
[*] Persona de contacto: mario.martinez@urjc.es

RESUMEN

Este trabajo analiza la propagación de grietas por fatiga en hidrogeles de doble red formados por poliacrilamida y alginato, materiales ampliamente reconocidos por su combinación de propiedades y potencial aplicación en biomedicina e ingeniería de tejidos. A diferencia de la mayoría de los estudios previos, que se han centrado en condiciones secas o parcialmente hidratadas, la presente investigación aborda de manera específica el comportamiento en condiciones de inmersión total, un escenario representativo de su uso real y que hasta ahora no había sido explorado de forma sistemática en la literatura científica. Además, se han implementado ensayos de fatiga bajo control de fuerza, lo cual introduce una evolución distintiva en la amplitud y dinámica del parámetro de control en comparación con los ensayos tradicionales en control de desplazamiento. El efecto de la relación de carga R se estudió mediante ensayos realizados a valores de 0.1, 0.3 y 0.5, lo que permitió identificar diferencias significativas en la velocidad de avance de grieta. Los resultados obtenidos contribuyen a una comprensión más profunda del comportamiento en fatiga de los hidrogeles de doble red en entornos plenamente hidratados, aportando información relevante para el diseño y optimización de sistemas basados en estos materiales.

PALABRAS CLAVE: Propagación de grietas por fatiga, control por carga, efecto de la relación de cargas R, higdrogeles de poliacrilamida -alginato.

ABSTRACT

This work analyzes fatigue crack propagation in double-network hydrogels composed of polyacrylamide and alginate, materials widely recognized for their combination of properties and potential application in biomedicine and tissue engineering. Unlike most previous studies, which have focused on dry or partially hydrated conditions, the present investigation specifically addresses the behavior under full-immersion conditions, a scenario representative of their real use and one that has not yet been systematically explored in the scientific literature. In addition, fatigue tests under force control have been implemented, which introduce a distinctive evolution in the amplitude and dynamics of the control parameter compared to traditional displacement-controlled tests. The effect of the load ratio R was studied through tests conducted at values of 0.1, 0.3, and 0.5, which made it possible to identify significant differences in the crack growth rate. The results obtained contribute to a deeper understanding of the fatigue behavior of double-network hydrogels in fully hydrated environments, providing relevant information for the design and optimization of systems based on these materials.

KEYWORDS: Fatigue crack propagation, load control, load ratio, R, acrylamide-alginate hydrogel.

1. INTRODUCCIÓN

Los hidrogeles de doble red (DN), en particular los basados en poliacrilamida (PAAm) y alginato, conjugan alta tenacidad y resistencia al daño cíclico, posicionándose como candidatos en biomedicina e ingeniería de tejidos. La propagación de grietas por fatiga en estos materiales se ha estudiado de forma casi universal en control de desplazamiento y con geometrías que facilitan el cálculo de la tasa de liberación de energía, G. La metodología desarrollada para elastómeros ha sido trasladada al estudio de los hidrogeles. Los resultados de fatiga han establecido umbrales de crecimiento muy inferiores a la fractura monotónica e identificando dinámicas características (p. ej., *stick–slip* en DN bajo geometrías de tipo *pure shear*) [1–4].

Pese a estos avances, el estudio de la resistencia a fatiga de hidrogeles necesita abordar algunos aspectos críticos. En primer lugar, no existen campañas experimentales de propagación de grietas por fatiga en hidrogeles DN bajo control de fuerza publicadas hasta la fecha. Sin embargo, el modo de control condiciona la evolución de la oscilación del factor de intensidad de tensiones, ΔK, de la tasa de liberación de energía, ΔG, o de cualquiera que sea el parámetro de control durante el ensayo. En los hidrogeles el carácter no lineal es relevante y, en consecuencia, será tenido en cuenta utilizando ΔJ como

el parámetro de control. En otros materiales (p. ej., adhesivos), la aplicación de solicitaciones cíclicas en control por carga conduce a respuestas diferentes respecto al control de desplazamiento [1-3, 5-6].

En segundo lugar, aunque hay estudios sobre el efecto de la hidratación y la difusión de agua y de la viscoelasticidad en la fatiga de hidrogeles, la propagación de grietas por fatiga en condiciones de inmersión total durante ensayos cíclicos sigue estando poco explorada, específicamente en DN PAAm–alginato [2, 7-8].

En la aplicación de la Mecánica de la Fractura a la fatiga, la relación de tensiones, R, definido como la relación entre la tensión mínima, σ_{min}, y la máxima, σ_{max}, $R = \frac{\sigma_{min}}{\sigma_{max}}$, es un parámetro que modula la velocidad de propagación de la grieta, $\frac{da}{dN}$, a igualdad de oscilación del parámetro de control. Este efecto se incorpora de forma explícita en formulaciones clásicas: la ecuación de Walker (extensión de Paris) introduce R para describir el desplazamiento de la curva $\frac{da}{dN}$ vs ΔK o ΔG con el nivel de carga media, mientras que la ecuación NASGRO integra, además, cierre de grieta e interacción de cargas, capturando la sensibilidad a R en regiones próximas al umbral y en aceleración hacia la tenacidad crítica [9-10]. La base física de esta dependencia se suele asociar al cierre de grieta, ya descrito por Elber (1970), que reduce la fracción efectiva del ciclo que contribuye al avance de grieta; al elevar R (y, por tanto, K_{min} o G_{min}), el cierre de grieta disminuye y $\frac{da}{dN}$ tiende a aumentar para una misma ΔK o ΔG [11]. Estudios clásicos sobre el régimen *umbral* corroboran que las variaciones de R modifican el umbral efectivo de crecimiento precisamente a través de mecanismos de cierre (plástico, por óxidos y por rugosidad), reforzando la necesidad de parametrizar R en cualquier campaña de propagación de grietas por fatiga [9-10, 12]. La naturaleza de los hidrogeles es muy distinta de la de otras familias de materiales y la influencia de la relación R tendrá, sin duda, otro tipo de mecanismos asociados.

Este trabajo aborda estos tres aspectos de forma conjunta. Por tanto, se llevará a cabo una campaña experimental de propagación de grietas por fatiga en hidrogeles DN PAAm–alginato que combina: (i) control de fuerza, (ii) condiciones de inmersión total, y (iii) variaciones de la relación de tensiones R. Con ello se pretende estudiar cómo el modo de control y R reconfiguran la cinética de daño bajo inmersión, aportando relaciones $\frac{da}{dN}$ vs ΔJ sensibles a R y ofreciendo criterios experimentales para el dimensionado y la validación de hidrogeles DN en entornos fisiológicos.

2. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

2.1. Materiales

Los hidrogeles de poliacrilamida-alginato fueron sintetizados siguiendo el método de dos pasos descrito en [13]. 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. La longitud de grieta inicial se introdujo deslizando una cuchilla afilada, siendo la longitud de grieta inicial, a_0, de 25 mm.

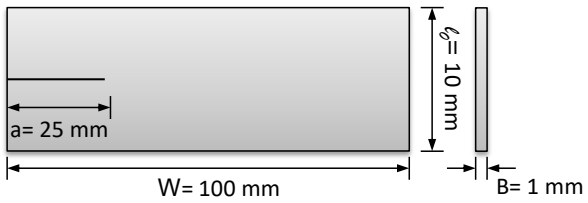


Figura 1. Configuración pure shear con dimensiones de las probetas de fractura.

Los ensayos se realizaron en una máquina electrodinámica MTS Acumen con una célula de carga de ± 50 N y en inmersión total en agua, 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, $\Delta a = a - a_0$, con a la longitud de grieta.

2.2. Caracterización a fractura

Los ensayos de fractura se llevaron a cabo en control de desplazamiento y a una velocidad de 10 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 en trabajos anteriores 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 [14].

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 (δ) en el instante del inicio de la propagación de la grieta, B el espesor, W el ancho, y η un factor geométrico adimensional que toma valores de 1 para la configuración de *pure shear*.

2.3. Crecimiento de grietas por fatiga

Los ensayos de propagación de grietas por fatiga se realizaron en control de fuerza, a una frecuencia de 0.25

Hz e imponiendo una onda de carga sinuosidal. Las relaciones de cargas, R, estudiadas fueron de 0.1, 0.3 y 0.5. En todo momento se monitorizó el avance de grieta en función del número de ciclos. Se realizaron 3 ensayos por condición.

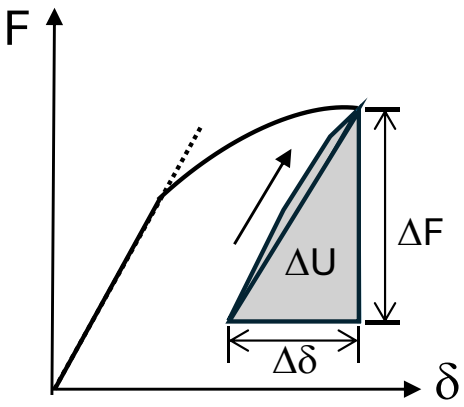


Figura 2. Determinación de la integral J cíclica, ΔJ.

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* cíclica experimental, *ΔJ,* propuesto por Dowling y Begley [15], cuyo valor se determinó utilizando la ecuación (2) siendo *a* la longitud de grieta instantánea y *ΔU* el área bajo la curva fuerza (F) – desplazamiento (δ)vdel ciclo asociado (Figura 2):

$$\Delta J = \frac{\eta \Delta U}{B(W-a)} \qquad (2)$$

En primera aproximación, la curva $\frac{da}{dN}$ vs ΔJ se ajustó a una ley de crecimiento de tipo potencial utilizando como parámetro de control ΔJ como indica la ecuación (3):

$$\frac{da}{dN} = C(\Delta J)^n \qquad (3)$$

siendo C y n constantes del material. La correlación entre $\frac{da}{dN}$ y ΔJ se ha utilizado en otras familias de materiales, principalmente metales, pero en realidad su aplicación a problemas de fatiga no tiene un soporte teórico al estar basada en la teoría de deformaciones totales [16]. La utilización de la integral J en materiales no lineales como los hidrogeles es el único camino disponible.

3. RESULTADOS

3.1. Propiedades a fractura

La curva de resistencia J-R se construyó representando el valor de la integral *J* frente el crecimiento estable de grieta, *Δa*. La curva J-R se ajustó a una ley potencial del tipo:

$$J = C_1 \Delta a^{C_2} \qquad (4)$$

siendo C_1 y C_2 constantes del material y con $C_2 \leq 1$.

Los resultados de fractura de los hidrogeles obtenidos en condiciones de inmersión se resumen en la Tabla 1.

Tabla 1. Parámetros de las curvas J-R en inmersión.

V(mm/min)	C_1	C_2	J_{IC} (J/m^2)
10	500 ± 100	0,63 ±0,08	720 ± 20

3.2. Propagación de grietas a fatiga

Las Figuras 3, 4 y 5 muestran un ejemplo de las curvas cíclicas fuerza-desplazamiento asociadas a los ensayos realizados para relaciones de carga, R, de 0,1, 0,3 y 0,5, respectivamente. Puede observarse claramente un comportamiento no lineal, más acusado cuanto menor es la relación de cargas, R. Además, es evidente que no existe prácticamente histéresis en los ciclos de carga.

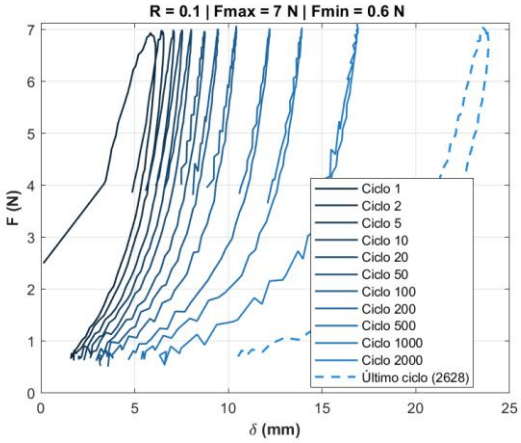


Figura 3. Ejemplo de curvas cíclicas fuerza (F) - desplazamiento (δ) para un caso de R=0,1.

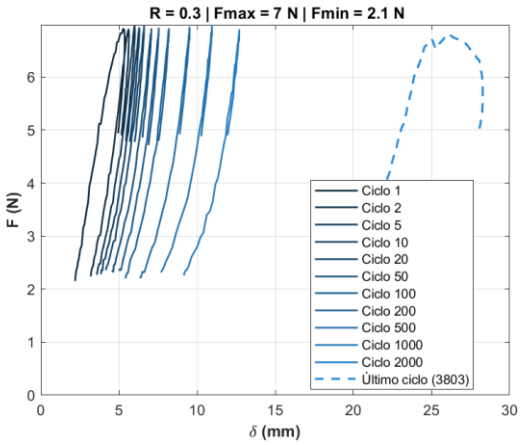


Figura 4. Ejemplo de curvas cíclicas fuerza (F)- desplazamiento para un caso de R=0,3.

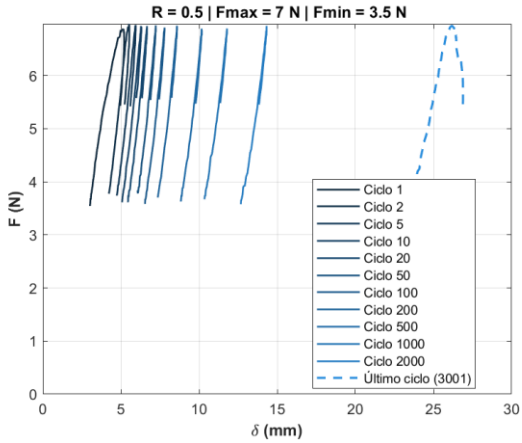


Figura 5. Ejemplo de curvas cíclicas fuerza-desplazamiento para un caso de R=0,5.

En ensayos de fatiga bajo control de carga, el material se encuentra más exigido a medida que se propaga la grieta, lo que se traduce en una mayor velocidad de propagación como se observa en las curvas de tamaño de grieta frente al número de ciclos (Figura 6). El control de carga en otros materiales acaba incrementando la velocidad de propagación de la grieta hasta valores muy rápidos que convierten al ensayo en incontrolable desde el punto de vista práctico. Sin embargo, esta situación no sucede en los hidrogeles estudiados, donde las máximas velocidades de propagación no superan los 0.2 mm/ciclo, que teniendo en cuenta la frecuencia de 0.25 Hz de los ensayos equivalen a velocidades de grieta de 0,05 mm/s o 3 mm/min, dentro de la capacidad de medida experimental.

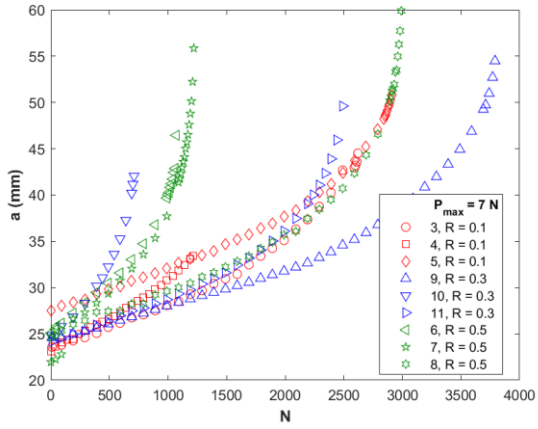


Figura 6. Curvas tamaño de grieta frente al número de ciclos.

El resultado principal del ensayo son las curvas de propagación de grietas por fatiga que se muestran en la figura 7 para los tres valores de la relación de carga analizados, 0,1, 0,3 y 0,5. Como puede observarse, las curvas de propagación muestran una tendencia esperable, desplazándose hacia valores menores de ΔJ a medida que aumenta el valor de la relación de carga R.

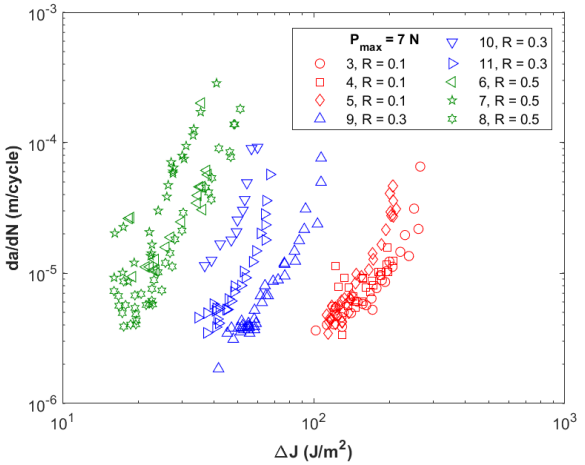


Figura 5. Curvas de velocidad de propagación de grietas frente a ΔJ a diferentes relaciones de carga.

Esta tendencia permitiría ajustar los resultados a expresiones empíricas con factores correctores dependientes de R de manera potencial:

$$\frac{da}{dN} = C(\Delta J)^n (1-R)^p \qquad (5)$$

El ajuste de una ecuación de tres parámetros requeriría un mayor número de ensayos para proporcionar resultados representativos. Queda como trabajo futuro y los resultados experimentales de las curvas incluidas en la figura 7 se han ajustado a la ecuación (3), obteniéndose los parámetros incluidos en la Tabla 2.

Tabla 2. Parámetros de ajuste a la ecuación (3) de los datos de las curvas $\frac{da}{dN}$ *frente a* ΔJ.

Relación de carga, R	C (S.I.)	n
0.1	10^{-10}	2.2
0.1	10^{-8}	1.3
0.1	10^{-13}	3.5
0.3	10^{-11}	3.2
0.3	10^{-12}	4.3
0.3	10^{-11}	3.5
0.5	10^{-8}	2.3
0.5	10^{-10}	3.6
0.5	10^{-10}	3.3

4. CONCLUSIONES

En este trabajo se ha llevado a cabo una campaña experimental pionera de propagación de grietas por fatiga en hidrogeles de doble red poliacrilamida–alginato bajo condiciones de inmersión total y ensayados en control de fuerza, un enfoque prácticamente inexplorado hasta la fecha. Los resultados permiten extraer las siguientes conclusiones principales:

- Los hidrogeles DN muestran una cierta estabilidad mecánica bajo carga cíclica incluso en control de fuerza, evitando los fenómenos de

inestabilidad que se observan habitualmente en otros materiales sometidos a este modo de control. Las velocidades máximas de propagación permanecen dentro de rangos fácilmente medibles, sin derivar en un crecimiento descontrolado de grieta.

- La resistencia a fractura obtenida en inmersión presenta valores de la integral J comparables a los reportados previamente en condiciones similares, confirmando que los hidrogeles PAAm–alginato mantienen su capacidad de disipación de energía en entornos plenamente hidratados.

- Las curvas de propagación a fatiga muestran una dependencia clara con la relación de carga R. Al aumentar R, las curvas da/dN–ΔJ se desplazan hacia valores menores de ΔJ, indicando una mayor susceptibilidad al avance de grieta para un mismo nivel de oscilación del parámetro de control, en concordancia con los mecanismos clásicos asociados al nivel de carga media.

- Los resultados experimentales pueden ajustarse razonablemente mediante una ley potencial basada en la integral J cíclica, aunque la inclusión de un término corrector explícitamente dependiente de R (como el propuesto en la ecuación (5)) requerirá un conjunto de ensayos más amplio.

En conjunto, los ensayos demuestran que la combinación de control de carga, inmersión total y variaciones en la relación R ofrece una visión más completa de la cinética de daño en hidrogeles DN, aportando criterios experimentales relevantes para su diseño y validación en aplicaciones biomédicas donde el entorno hidratado y las cargas variables son inherentes.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecer al Ministerio de Ciencia e Innovación y Universidades la financiación recibida a través de los proyectos PID2022-140868OB-I00 y PID2024-158838OB-I00.

REFERENCIAS

[1] 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. DOI: 10.1016/j.engfracmech.2017.10.018

[2] R. Bai, J. Yang, Z. Suo, Fatigue of hydrogels, *European Journal of Mechanics A/Solids* 74 (2019): 337-370. DOI: 10.1016/j.euromechsol.2018.12.001

[3] R. Bai, Q. Yang, J. Tang, X.P. Morelle, J. Vlassak, Z. Suo. Fatigue fracture of tough hydrogels, *Extreme Mechanics Letters* 15 (2017): 91-96. DOI: 10.1016/j.eml.2017.07.002.

[4] Y. Zheng, Y. Wang, F. Tian, T. Nakajima, C.Y. Hui, J.P. Gong, Unique stick–slip crack dynamics of double-network hydrogels under pure-shear loading. *PNAS* 121 [30] (2024): e2322437121. DOI: 10.1073/pnas.2322437121

[5] Mario Bittencourt, A. Akhavan-Safar, D. Santos, S. Wenig, L.F.M. da Silva, Fatigue Threshold Analysis of Adhesives: Displacement Control vs. Load Control Strategy. Journal on Mechanics of Solids 1 (2022) 9-14. DOI: 10.24840/2975-8262_001-001_001843.

[6] D. Santos, A. Akhavan-Safar, R.J.C. Carbas, E.A.S. Marques, S. Wenig, L.F.M. da Silva, Load-control vs. displacement-control strategy in fatigue threshold analysis of adhesives: Effects of temperature. *Engineering Fracture Mechanics* 284 (2023): 109255. DOI: 10.1016/j.engfracmech.2023.109255.

[7] D. Liu, S. Ma, B. Market. Modelling of time-dependent fatigue crack growth of hydrogels. *Proceedings in Applied Mathematics & Mechanics* 22 (2023) e202200209. DOI: 10.1002/pamm.202200209

[8] S. Gao, L. Jiang, Analysis of Fatigue Crack Nucleation in Double-Network Hydrogels. *Polymers* 16 (2024): 1700. DOI: 10.3390/polym16121700

[8] AFGROW, DTD Handbook: Section 5.1.2, Fatigue Crack-Growth Rate (FCGR) Descriptions. Dayton, OH: AFGROW, n.d.

[9] Southwest Research Institute (SwRI). NASGRO Manual: Fatigue Crack Growth Analysis (NASFLA). San Antonio (TX): SwRI; Aug 2022.

[11] W. Elber, Fatigue crack closure under cyclic tension. *Engineering Fracture Mechanics* 2 (1970): 37–45. DOI:10.1016/0013-7944(70)90028-7.

[12] P.K. Liaw, J.K. Donald, T.R Leax, V.P. Swaminathan, Influence of load ratio on near-threshold fatigue crack propagation behavior. *Scripta Metallurgica* 16 [7] (1982): 871-876. DOI: 10.1016/0036-9748(82)90247-2

[13] J.Y. Sun, X. Zhao, W.R. Illeperuma, O. Chaudhuri, K.H. Oh, D.J. Mooney, J.J. Vlassak, Z. Suo, Highly stretchable and tough hydrogels. *Nature* 489 (2012): 133-6. DOI: 10.1038/nature11409.

[14] C. Reinhards-Hervás, A.J. Cano, A. Rico, A. Salazar, J. Rodríguez, Fracture resistance of polyacrylamide-alginate hydrogels, *Engineering Fracture Mechanics* 295 (2024): 109812. DOI: 10.1016/j.engfracmech.2023.109812

[15] N. E. Dowling, J.A. Begley. Fatigue crack growth during gross plasticity and the *J* -integral. In Mechanics of crack Growth, *ASTM STP* 590 (1976): 82–103.

[16] W. Ochensberger, O. Kolednik. Physically appropriate characterization of fatigue crack propagation rate in elastic–plastic materials using the J -integral concept. *International Journal of Fracture* (2015) 192:25–45. DOI: 10.1007/s10704-014-9983-z.

REPRESENTATIVIDAD DE LOS ANÁLISIS PLANOS EN LA INICIACIÓN DEL FALLO EN LA INTERFAZ FIBRA-MATRIZ EN MATERIALES COMPUESTOS

I.G. García*[a], A. Quintanas-Corominas[b]

[a]Departamento de Mecánica de Medios Continuos y Teoría de Estructuras, E.T.S. de Ingeniería, Escuela Politécnica Superior. Universidad de Sevilla

Camino de los Descubrimientos s/n, 41092 Sevilla, España

[b]Computer Applications in Science & Engineering Department, Barcelona Supercomputing Center - Centro Nacional de Supercomputación (BSC-CNS), Plaça Eusebi Güell 1–3, Barcelona, 08034, España

*Persona de contacto: israelgarcia@us.es

RESUMEN

La complejidad de los mecanismos de fallo en materiales compuestos ha dificultado la definición de criterios de fallo bien fundamentados a nivel micro y mesoscópico. Una de la razones de esta complejidad es como afecta el alto nivel de heterogeneidad de estos materiales a diferentes escalas a la iniciación y propagación de los mecanismos de fallo. Por ello, se han presentado en la literatura multitud de trabajos intentando modelizar estos mecanismos en las diferentes escalas usando herramientas de la mecánica de la fractura. Cabe destacar el fallo transversal, también denominado fallo de la matriz o fallo entre fibras, que típicamente ocurre cuando el fallo se inicia por cargas perpendiculares a la fibra. En este caso, es muy común el estudio a escala micromecánica de modelos planos, usando como plano de estudio el perpendicular a las fibras. En este trabajo se discute mediante simulaciones tridimensionales y análisis detallados la representatividad de estos modelos planos.

PALABRAS CLAVE: Materiales compuestos, Phase Field, Modelos cohesivos, Micromecánica, Interfaz fibra-matriz

ABSTRACT

The complexity of failure mechanisms in composite materials has hindered the formulation of well-founded failure criteria at the micro- and mesoscopic levels. One of the main reasons for this complexity is the influence of the high degree of heterogeneity of these materials, across different length scales, on the initiation and propagation of failure mechanisms. Consequently, numerous studies have been reported in the literature attempting to model these mechanisms at various scales using fracture mechanics approaches. Particular attention has been paid to transverse failure, also referred to as matrix failure or inter-fiber failure, which typically occurs when damage is initiated by loads applied perpendicular to the fiber direction. In this context, micromechanical analyses based on two-dimensional models are very common, considering as the plane of study the one perpendicular to the fibers. In this work, the representativeness of such planar models is discussed through three-dimensional simulations and detailed analyses.

KEYWORDS: Composite materials, Phase field, Cohesive zone models, Micromechanics, Fiber-matrix interface,

1. INTRODUCCIÓN

Los materiales compuestos reforzados con fibra continua forman parte ya de estructuras primarias en sectores críticos como el aeronáutico, el espacial o la automoción. Estos materiales presentan una serie de ventajas claras por su mejor relación rigidez-densidad y resistencia-densidad con respecto a los materiales tradicionalmente utilizados en estas industrias, como el aluminio o el acero.

Se puede señalar como fuente de alguna de sus ventajas la alta complejidad en su estructura interna a diferentes escalas, con una alta jerarquización, anisotropía y contraste entre escalas. Esta caractersítica permite por ejemplo una gran resistencia a cargas cícilicas y una gran tolerancia al daño. Sin embargo, esto tiene como consecuencia una alta complejidad en la iniciación del daño y la fractura en estos materiales, haciendo muy compleja la generación de criterios de fallo bien fundamentados.

La aplicación de estos materiales a estructuras con cada vez mayor responsabilidad y en sectores que tienen una presión constante por aminorar el peso ha motivado el desarrollo de multitud de modelos para predecir la iniciación del fallo en estos materiales. Por su complejidad, caben destacar aquellos modelos que estudian el

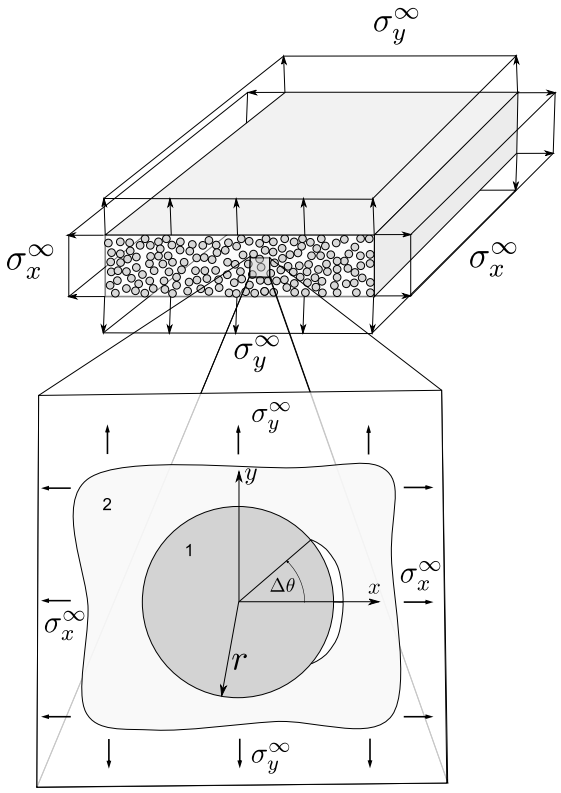


Figura 1: Esquema del problema micromecánico habitualmente utilizado en el estudio del fallo trasnversal en materiales compuestos reforzados con fibras continuas.

fallo transversal, también denominado fallo de matriz o entre fibras. Muchos de estos modelos se basan en asumir, en base a la observación experimental, que este fallo se inicia en la interfaz fibra-matriz, tras lo cual migra hacia la matriz, conectando así diferentes fibras y llevando el daño a la siguiente escala, que sería la de la lámina.

Utilizando esta hipótesis de partida, se pueden encontrar en la literatura modelos similares al que se ilustra en la figura 1. En estos modelos se toma un corte transversal a las fibras y se estudia normalmente un problema plano como el que se puede observar en la parte inferior de la misma figura [1]. Algunos modelos estudian en detalle el despegue y otros estudian tanto el despegue como la migración hacia la matriz y la coalescencia con otras grietas. Así mismo, se pueden encontrar modelos con una sola fibra y modelos con pares de fibras, para estudiar la interacción, y finalmene modelos con multitud de fibras. Por la amplitud de la literatura al respecto y la extensión limitada de este artículo, se evita ser exhaustivo en las citas, pudiendo encontrarse en cualquiera de los artículos citados una buena revisión al respecto.

Estos modelos micromecánicos en su mayoría son planos y tienen que basarse en alguna hipótesis de comportamiento plano. Por orden de frecuencia en la literatura, las hipóteis utilizadas son: deformación plana [2–4], tensión plana [5, 6] y deformación plana generalizada. Sin embargo, no hay en la literatura una discusión rigurosa sobre la idoneidad y precisión de estas hipótesis para este problema. En vista de esto, el trabajo que se presenta aquí tiene como objetivo la modelización tridimensional de la iniciación del daño en el sistema fibra-matriz cuando está sometido a cargas transversales.

Con ese objetivo, este artículo se organiza de la siguiente manera: En la sección 2 se presenta el modelo utilizado, ilustrándose los principales resultados en la sección 3. Finalmente, la representatividad de los modelos planos se discute en la sección 4.

2. MODELO COMPUTACIONAL

Se ha desarrollado un modelo no lineal de elementos finitos en Simulia Abaqus. La geometría del modelo se puede observar en la figura 2. La geometría intenta mimetizar las condiciones de los experimentos sobre una fibra aislada de Martyniuk y colaboradores [7]. La geometría está compuesta básicamente por un cilindro que corresponde a la fibra emebebida en un prisma de base cuadrada que corresponde a la matriz.

Las condiciones de contorno son la aplicación de un desplazamiento transveresal a la fibra que se incrementa y corresponde a la variable de control de carga. En uno de los extremos en el espesor se ha impuesto la condición de libre de tensiones para introducir el efecto del borde libre, mientras que en el otro extremo se ha impuesto una condición de simetría, para así permitir que la longitud efectiva en la dirección del espesor fuera del doble que la del modelo. En las otras caras de la matriz se ha impuesto libre de tensiones para evitar que una condición de simetría en esas caras pudiera introducir la interacción de fibras cercanas, siendo así el modelo más fidedigno con los experimentos de Martyniuk.

En la interfaz fibra-matriz se prescribe una ley cohesiva bilineal con los parámetros que se muestran en la figura 3. Esta ley cohesiva se aplica en la forma de un elemento cohesivo con un espesor muy pequeño comparado con el radio de la fibra, permitiendo modelizar la decohesión entre fibra y matriz.

En la matriz se prescribe un modelo phase-field de fractura AT-2 con las caractersítias que se pueden observar en la figura 3. Este modelo se implementa a través de una subrutina UEL propia desarrollada en [4]. Este modelo permite simular la propagación de la grieta sin tener que prescribir a priori su camino.

En cuanto a la fibra, puesto que no se espera que haya fallo ni daño por sus características de resistencia y tenacidad, se modeliza como un material elástico lineal con las propiedades reflejadas en la figura 3.

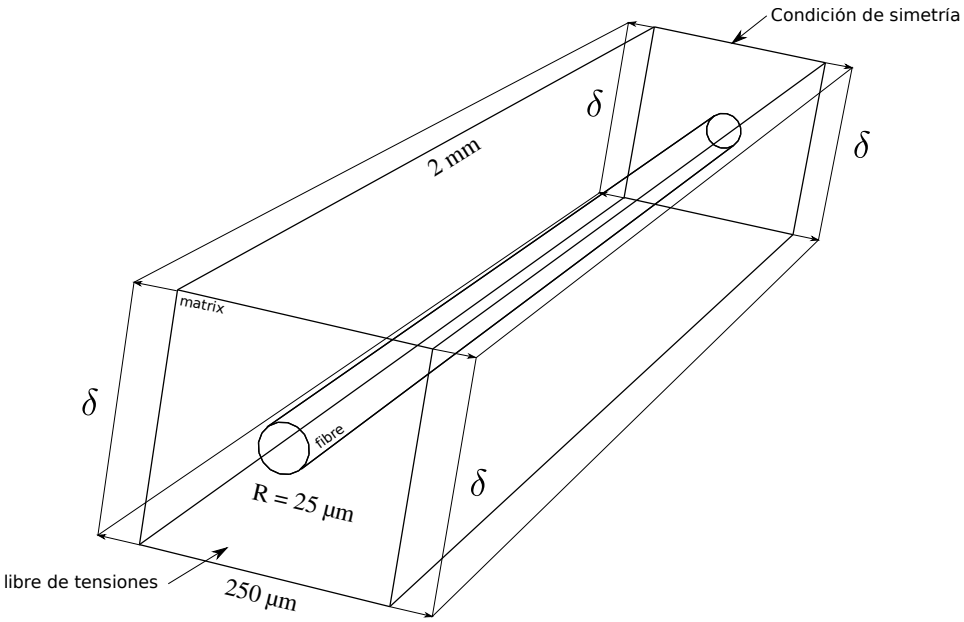


Figura 2: Esquema del modelo computacional tridimensional utilizado para la simulación de la inicación de una grieta en la interfaz fibra-matriz y su posterior migración hacia la matriz. Las dimenisones fueron tomadas de los experimentos de Martyniuk y colaboradores [7]

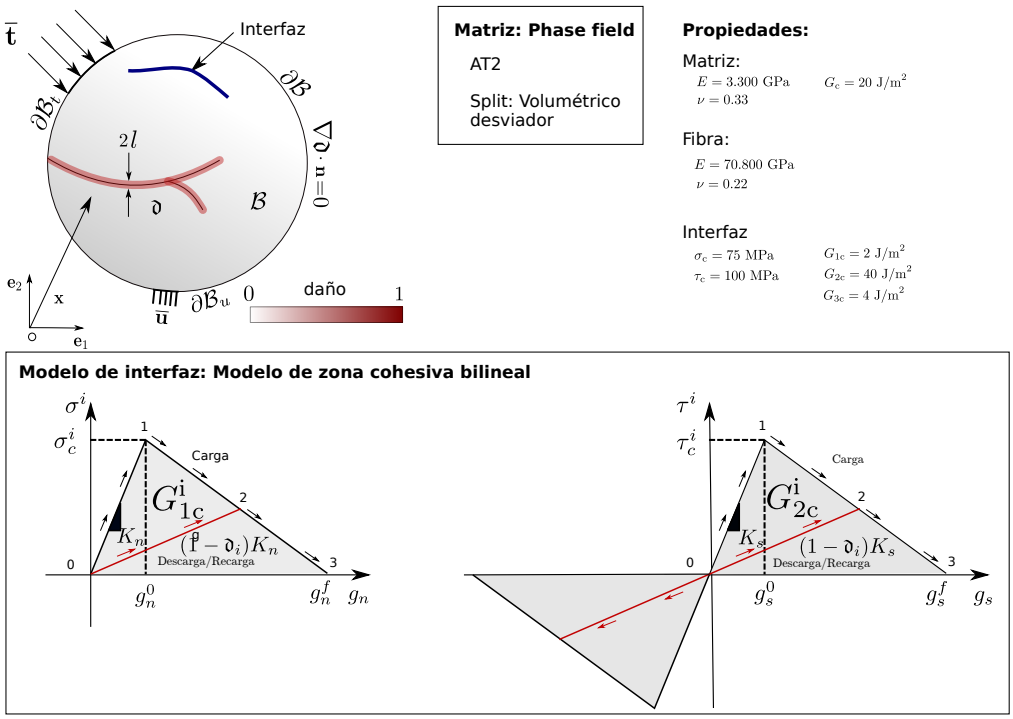
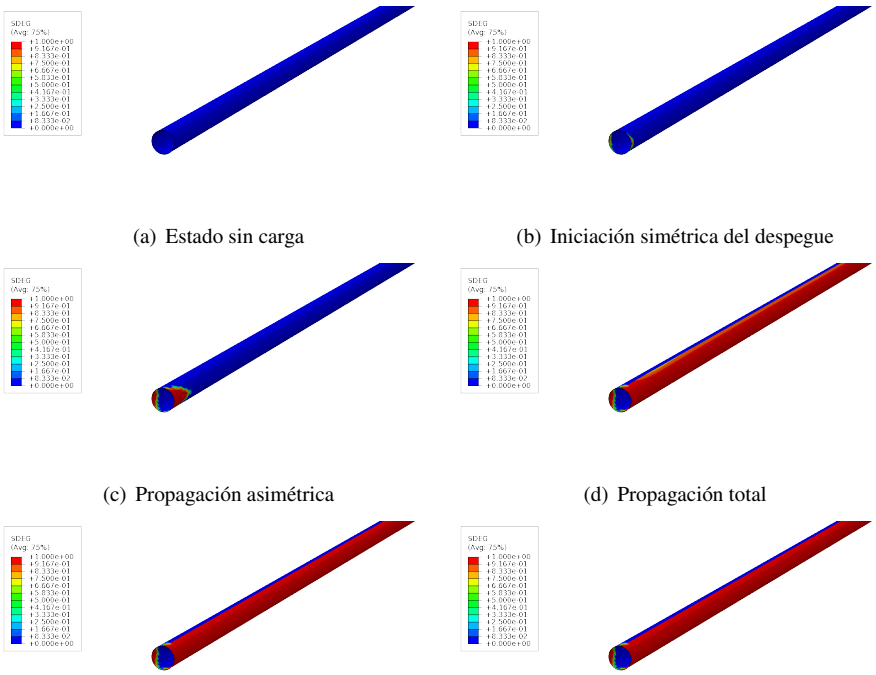


Figura 3: Modelo de daño implementado para el sistema fibra-matriz, incluyendo un modelo AT2 de phase-field para la fractura de la matriz y un modelo cohesivo bilineal para la interfaz fibra-matriz

El modelo se resuelve utilizando un esquema de resolución Quasi-Newton utilzando una minimización alterna de los dos funcionales a resolver: uno primero que corresponde al problema de los desplazamientos (que incluye el modelo cohesivo) y un segundo que corresponde al problema del daño de Phase Field.

3. RESULTADOS

Los resultados se muestran en las figuras 4 y 5. En estas figuras se puede observar perfectamente la secuencia de iniciación del fallo desde una situación intacta hasta una grieta abarcando el modelo de extremo a extremo.

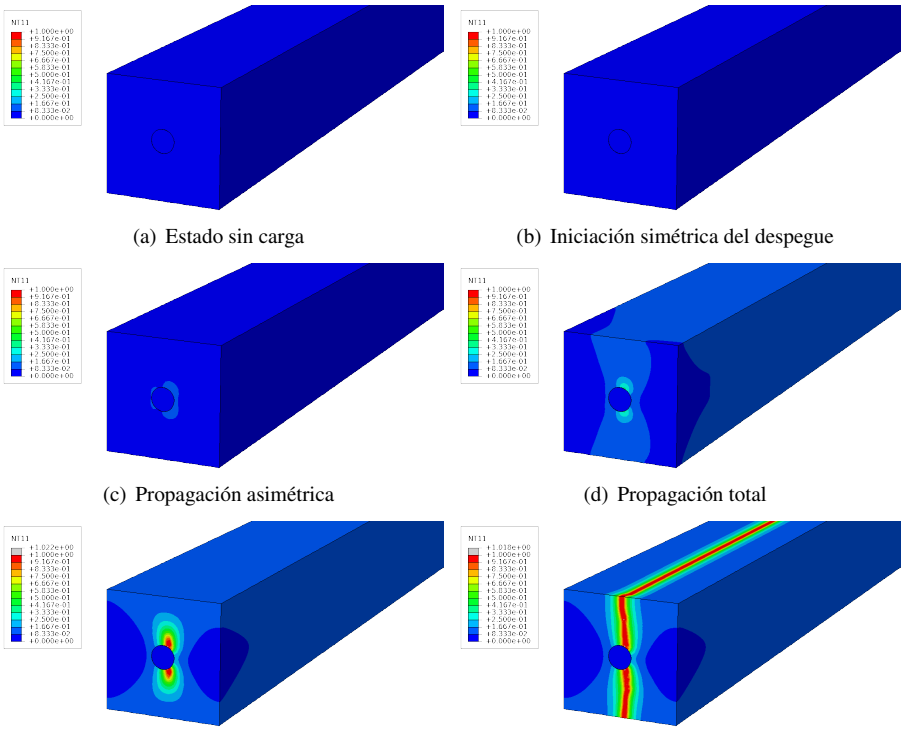


(a) Estado sin carga (b) Iniciación simétrica del despegue

(c) Propagación asimétrica (d) Propagación total

(e) Iicio del daño en la matriz (f) Migración a la matriz

Figura 4: Resultados para la evolución del daño previsto en la interfaz fibra-matriz. El daño se mide en términos de la degradación de la rigidez en el cohesivo, que corresponde a la variable SDEG en Aabqus, correspondiente 0 a interfz intacta en términos de rigidez y 1 a pérdida total de la rigidez.

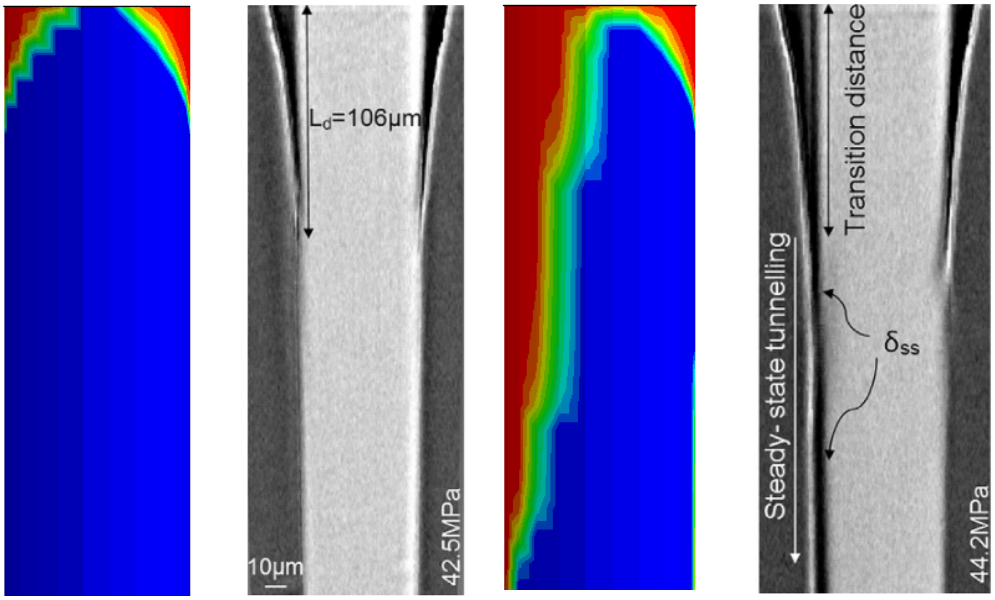


(a) Estado sin carga (b) Iniciación simétrica del despegue

(c) Propagación asimétrica (d) Propagación total

(e) Iicio del daño en la matriz (f) Migración a la matriz

Figura 5: Resultados para la evolución del daño en la matriz. El daño se mide en términos de la variable de daño de phase field, correspondiendo 0 a intacto y 1 a totalmente dañado.



(a) Evaluación 5 (b) Evaluación 8

Figura 6: Resultados obtenidos para el ejemplo de aplicación.

A continuación, se enumeran esos pasos, esbozando una explicación mecánica de cada uno de ellos:

1. Se parte de un estado intacto en el que ni la matriz ni la interfaz fibra-matriz presentan ningún tipo de daño.
2. Para un cierto nivel de carga, se comienza a observar un despegue simétrico en la intersección entre la interfaz fibra-matriz y el borde libre. La causa es la combinación de dos fenómenos: i) las tensiones normales a la interfaz como consecuencia del desplazamiento impuesto en los borden de la matriz; y ii) el efecto del borde libre, que hace que la diferente contracción por el efecto Poisson de fibra y matriz en la dirección de la fibra genere unas tensiones tangenciales.
3. Según aumenta la carga, el desepgue progresa hacia el interior en el espesor. Esta progresión se produce de forma no simétrica porque en el interior decaen las tensiones tangenciales que hacían la solución simétrica la preferente desde el punto de vista energético, tenidendo a una solución no simerica como previsto en [8] para deformación plana. Durante todos estos pasos, como se puede observar en la figura 5 la matriz no se ve afectada de forma significativa en cuanto a daño.
4. Para un cierto nivel de carga, la progresión del despegue en la interfaz fibra-matriz alcanza todo el espesor de forma abrupta. Esta progresión abrupta deja energía disponible para aumentar el daño en la matriz, donde se pueden observar ya nucleos de daño coincidiendo con los puntos finales de los despegues.
5. Para los siguientes niveles de carga, el despegue ya no progresa sinnificativamente porqiue se encuentra con zonas donde bajan las tensiones normales en la interfaz, tendiendo incliuso a la compresión para altos ángulos de depsegue. Esto provoca que un aumento de carga conlleve un incremento del daño en la matriz a partir de los vertices de los despegues.
6. Finalmente, el incipiente daño en la matriz nuclea en una clara grieta transversal que abarca el conjunto del modelo de forma abrupta.

Estsa secuencia corresponde también a lo observado en los experimentos [7]. En particular, es interesante observar la comparación a efectos de la geometría del daño y grieta en la iniciación. A ese efecto, en la figura 6 se presenta esa comparación. Se puede observar, como esa dualidad de iniciación simétrica del despegue y posterior progresión asimétrica se ve reflejada también en los experimentos. Las razones de este resultado serán estudiados desde el punto de vista mecánico en un artículo futuro más extenso.

4. DISCUSIÓN

En vista de los resultados cabe discutir de forma preliminar la idoneidad de cada una de las hipótesis planas utilizadas en la literatura para la modelización de este problema:

- Deformación plana: Esta hipótesis es la más habitual por la alta relación entre espesor y diámetro de la fibra. Sin embargo, esta hipótesis recibe como crítica no recoger el estado tensional en la zona

donde precisamente se observa en muchas ocaciones el inicio del daño: el borde libre. En virtud de los resultados presentados aquí, si bien no refleja el inicio del daño, a partir de que el despegue empieza a abarcar una parte importante del espesor, la evolución parece ser invariante con respecto a cualquier plano en el interior del espesor.

- Tensión plana: Esta hipóteis se sustenta para este problema en asumir que la iniciación se produce en el borde libre y ahí el estado es más parecido a uno de tensión plana. Sin embargo, el estado en el borde libre dista mucho de estar gobernado por las tensiones en el plano. La razón es la condición de bimaterial (con un fuerte contraste) del borde libre. Esto genera una serie de tensiones tangenciales fuera del plano que no son compatibles con la tensión plana. Además, estas tensiones tangenciales, que serían nulas en los modelos de tensión plana, parecen estar en la raíz de una cambio cualitativo de la gometría de la iniciación del daño, por lo que el estado de tensión plana no sería válido ni para análisis cuantitativos ni cualitativos.
- Deformación plana generalizada: Con respecto a la deformación plana generalizada, los comentarios son parecidos a los mencionados para deformación plana, con la diferencia de que es posible que capte con más precisión, en términos cuantitativos, todos los pasos una vez que la progresión afecta de forma semejante a todo el espesor.

5. CONCLUSIONES

En vista los resultados y de la comparación con los experimentos, se puede concluir de forma preliminar que ninguno de los modelos planos es captar de forma fidedigna cada uno de los pasos que se pueden observar, principalmente porque el inicio se produce en el borde libre donde ninguna de las hipótesis es capaz de captar ni de forma cualitativa ni cuantitativa el proceso.

Sin perjuciio de lo anterior, las hipótesis de deformación plana y deformación plana generalizada sí que son capaces de captar en cierta manera las subsiguientes etapas del daño una vez que el daño ya ha progresado en el espesor. En contaste, la hipótesis de tensión plana no se estima válida para ninguna de las etapas.

AGRADECIMIENTOS

Se agradece la financiación de la Agencia Estatal de Investigación (Proyecto PID2020-117001GB-I00 AEI 10.13039 501100011033) y la Comisiñon Europea (Proyecto DIAGONAL con referencia: GA-01086342))

REFERENCIAS

[1] J. N. Goodier. Concentration of stress around spherical and cylindrical inclusions and flaws. *Journal of Applied Mechanics*, 55:39–44, 1933.

[2] H. Girard, A. Doitrand, B. Koohbor, R. G. Rinaldi, N. Godin, D. Long, and J. Bikard. Influence of nearby fiber on fiber–matrix debonding: Coupled criterion prediction and debonding shape determination. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 183, 2024.

[3] I. G. García, M. Paggi, and V. Mantič. Fiber-size effects on the onset of fiber-matrix debonding under transverse tension: A comparison between cohesive zone and finite fracture mechanics models. *Engineering Fracture Mechanics*, 115:96–110, 2014.

[4] T. Guillén-Hernández, I. G. García, J. Reinoso, and M. Paggi. A micromechanical analysis of inter-fiber failure in long reinforced composites based on the phase field approach of fracture combined with the cohesive zone model. *International Journal of Fracture*, 220:181–203, 2019.

[5] M. L. Velasco, E. Correa, and F. París. Interaction between fibres in the transverse damage in composites. *Engineering Fracture Mechanics*, 239, 2020.

[6] Lu Che, Shuo Liu, Binbin Zhang, Guodong Fang, and Jun Liang. Micromechanical modeling for fiber-reinforced composites based on element-based peridynamics. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 194, 2025.

[7] K. Martyniuk, B. F. Sørensen, P. Modregger, and E. M. Lauridsen. 3D in situ observations of glass fibre/matrix interfacial debonding. *Composites: Part A*, 55(2):63–73, 2013.

[8] I. G. García, V. Mantič, and E. Graciani. Debonding at the fibre-matrix interface under remote transverse tension. One debond or two symmetric debonds? *European Journal of Mechanics, A/Solids*, 53:75–88, 2015.

INFLUENCIA DEL REFUERZO DE FIBRA EN EL COMPORTAMIENTO A TRACCIÓN Y LA TENACIDAD A LA FRACTURA DEL PEEK FABRICADO POR IMPRESIÓN 3D

Sergio Arrieta[1*], Sergio Cicero[1]

[1] LADICIM (Laboratorio de la División de Ciencia e Ingeniería de los Materiales), Universidad de Cantabria, E.T.S. de Ingenieros de Caminos, Canales y Puertos, Av. Los Castros 44, 39005 Santander, España.
[*] Persona de contacto: sergio.arrieta@unican.es

RESUMEN

La fabricación por filamento fundido destaca por su uso en la producción de prototipos con termoplásticos. No obstante, estos componentes tienen un rendimiento mecánico limitado debido a la débil unión entre capas y a las propiedades del propio filamento, restringiendo su uso estructural. Para satisfacer las exigencias de alto rendimiento mecánico es crucial optimizar tanto el material como el proceso de impresión. Por ello, la polieteretercetona (PEEK), un polímero semicristalino termoresistente de alto rendimiento, es un destacado candidato.

Este estudio investiga la influencia de los refuerzos de fibra en las propiedades mecánicas de composites con matriz PEEK. Se analizaron tanto PEEK puro como PEEK reforzado con fibra de carbono (10% y 20% en peso) y con fibra de vidrio (20% en peso). Se evaluaron las principales propiedades mecánicas: módulo elástico, límite elástico, resistencia a tracción y tenacidad a la fractura en probetas con una dirección de impresión 0/90.

Los resultados indican que estos refuerzos no siempre mejoran las propiedades mecánicas del PEEK puro. El refuerzo de fibra de carbono (20% en peso) produjo la mejora más significativa. Estos resultados son relevantes para optimizar la selección de polímeros de matriz PEEK usados en la impresión de componentes estructurales.

PALABRAS CLAVE: Mecánica de la Fractura, FFF, PEEK, PEEK reforzado con fibra

ABSTRACT

Fused Filament Fabrication (FFF) is a widely recognized technique for thermoplastics prototyping. However, the mechanical performance of these components is often limited by poor interlayer bonding and the inherent filament properties, which restricts their application in structural components. To address these limitations, optimizing both the material and the printing process is crucial. Consequently, polyetheretherketone (PEEK), a high-performance semi-crystalline thermoresistant polymer, has emerged as a prominent candidate.

This study investigates the influence of fiber reinforcement on the mechanical properties of PEEK composites. Pristine PEEK was analyzed alongside PEEK reinforced with carbon-fiber (10 wt.% and 20 wt.%) and glass-fiber (20 wt.%). Key mechanical properties (including elastic modulus, yield strength, tensile strength, and fracture toughness) were evaluated using specimens printed with a 0/90 raster orientation.

The results indicate that these reinforcements do not consistently improve the mechanical properties of pristine PEEK. The 20 wt.% carbon-fiber reinforced PEEK achieves the most significant enhancement. These findings are highly relevant for optimizing the selection of PEEK compounds used in the additive manufacturing of structural components.

KEYWORDS: Fracture Mechanics, FFF, PEEK, fiber reinforced PEEK

1. INTRODUCCIÓN

La fabricación por filamento fundido (FFF) es una de las técnicas de fabricación aditiva más relevantes. El proceso consiste en extruir un filamento termoplástico a través de una boquilla controlada por ordenador, depositándolo capa a capa y uniendo mediante fusión térmica los filamentos adyacentes y de la capa precedente [1].

La fabricación 3D contemporánea se ha expandido para incorporar una amplia variedad de materiales, incluyendo polímeros, metales y cerámicas [2], permitiendo aplicaciones que van desde la fabricación rápida de prototipos hasta la de componentes con exigencias de alto rendimiento. Un reto que limita la implantación industrial de los polímeros por fabricación aditiva es la reducida disposición de materiales con altas prestaciones. Para ampliar el uso de la FFF en ingeniería estructural existe la necesidad de desarrollar y evaluar materiales capaces de cumplir con rigurosos criterios de resistencia. Entre los polímeros de alto rendimiento, el PEEK (polieteretercetona) destaca por su excepcional estabilidad térmica, resistencia química y propiedades mecánicas. Es un termoplástico aromático lineal semicristalino, cada vez más empleado en FFF. Este polímero, exhibe propiedades mecánicas superiores, incluyendo gran resistencia a la fatiga, al desgaste y a la fluencia. Con una baja densidad relativa (1.3 g/cm^3), los compuestos basados en PEEK ofrecen una resistencia y un módulo elástico comparables a los del aluminio o el acero, pero facilitando una reducción de peso [3].

Por tanto, el PEEK por impresión 3D ha sido adoptado extensamente en diversos sectores, incluyendo la industria aeroespacial, automotriz, energética e ingeniería biomédica [4]. Cabe destacar su aplicación en medicina, ya sea en estado puro o con aditivos que mejoran su biocompatibilidad o su comportamiento mecánico [5]. Su uso en estos ámbitos está impulsado por la demanda de materiales con gran durabilidad y versatilidad en entornos exigentes.

A pesar de sus ventajas, la integridad de los componentes fabricados con PEEK impreso por FFF se ve frecuentemente comprometida por las limitaciones inherentes al proceso de impresión capa por capa. La anisotropía intrínseca a las direcciones de impresión, la formación de defectos y la débil adhesión interlaminar a menudo resultan en propiedades mecánicas inferiores a las del PEEK moldeado por inyección [6].

Para mejorar el rendimiento de las piezas impresas por FFF, las investigaciones se han centrado en estudiar las condiciones de impresión [7] y en el desarrollo de compuestos de PEEK reforzados con fibras. La incorporación de fibra de carbono [8] y fibra de vidrio [9] en la matriz de PEEK puede aumentar significativamente la resistencia a la tracción y el módulo de Young.

Aunque la literatura existente recoge las propiedades de tracción del PEEK reforzado [8,10], existe un déficit de datos sobre la tenacidad a fractura [11] de estos materiales cuando presentan defectos tipo grieta [12]. Comprender la resistencia a la fractura de los compuestos impresos en 3D es esencial para garantizar la seguridad de los componentes estructurales. La caracterización de las propiedades de tracción y de fractura se ha llevado a cabo previamente en diferentes polímeros generados por FFF (ABS, PLA y ASA) con y sin refuerzos [13,14].

El objetivo de este trabajo es investigar la influencia del tipo de refuerzo de fibra en el rendimiento mecánico del PEEK: refuerzo de fibra de carbono al 10% en peso, refuerzo de fibra de carbono al 20% en peso y refuerzo de fibra de vidrio al 20% en peso. La caracterización mecánica incluye la determinación del módulo elástico y la resistencia a la tracción, así como la evaluación de la tenacidad a la fractura utilizando probetas de flexión en tres puntos (*Single-Edge Notched Bend*, SENB). Esta investigación proporciona datos relevantes para optimizar el diseño y la fabricación de componentes de alto rendimiento con compuestos de PEEK para aplicaciones de ingeniería avanzada.

2. MATERIALES Y MÉTODOS

Los polímeros de alto rendimiento analizados incluyen PEEK sin refuerzo, así como PEEK reforzado con fibras. Específicamente, se evaluaron tres filamentos reforzados disponibles comercialmente: PEEK reforzado con un contenido de fibra de carbono del 10% en peso (PEEK-CF10), reforzado con fibra de carbono al 20% en peso (PEEK-CF20) y reforzado con fibra de vidrio al 20% en peso (PEEK-GF20).

Las probetas de ensayo se fabricaron utilizando una impresora FFF de alta temperatura, equipada con base y cámara de impresión calefactadas (a 120 °C y 90 °C, respectivamente) para controlar la cinética de cristalización de la matriz de PEEK. El ángulo de impresión seleccionado es 0/90 y un grado de relleno del 100%. Rresultados previos indican que, por lo general, la orientación 0/90 optimiza las propiedades mecánicas [7]. Los parámetros de impresión se enumeran en la Tabla 1:

Tabla 1. Condiciones de impresión del PEEK puro y del PEEK reforzado con fibras.

	PEEK	**PEEK CF10**	**PEEK CF20**	**PEEK GF20**
Diam. extrusor (mm)	0.60	0.60	0.80	0.60
Espesor de capa (mm)	0.30	0.30	0.34	0.30
Ancho de línea (mm)	0.60	0.60	0.80	0.60
Temp. impresión (°C)	430	440	440	440
Veloc. impresión (mm)	45	45	40	40

El programa experimental comprendió 3 ensayos de tracción y 4 ensayos de fractura por material (12 y 16 ensayos, respectivamente). Para evaluar la tenacidad a la fractura, se prepararon probetas de flexión SENB con un defecto previo tipo grieta de 5 mm de longitud. Esta muesca se realizó mediante corte con una afilada cuchilla para lograr un radio en el frente de entalla próximo a 0.0 mm, asegurando así una evaluación conservadora del inicio de la fisura. La Figura 1 ilustra las dimensiones de las probetas de tracción y fractura, todas ellas impresas en posición horizontal (*flat*).

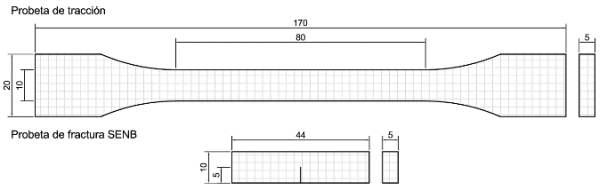


Figura 1. Dimensiones (mm) de la probeta de tracción (arriba) y de la probeta de fractura SENB (abajo).

Las propiedades de tracción del PEEK impreso por FFF y sus composites se determinaron según la norma ASTM D638 [15]. Los ensayos de tracción se realizaron en una máquina de ensayo universal servohidráulica equipada con una célula de carga de 100 kN, a temperatura ambiente y con una velocidad de desplazamiento del cabezal de 1 mm/min. La tenacidad a la fractura de estos materiales se evaluó siguiendo la norma ASTM D5045 [16], mediante ensayos de flexión en tres puntos. Estos ensayos se realizaron en una máquina de ensayo universal electromecánica con una capacidad de 2.5 kN, a temperatura ambiente y con una velocidad de desplazamiento de 1 mm/min.

Siguiendo el procedimiento descrito en la ASTM D5045, varios ensayos obtuvieron una relación $P_{max}/P_Q > 1.1$, lo que indica que las condiciones experimentales no cumplieron con los requisitos estrictos de la Mecánica de la Fractura Elástica Lineal. En consecuencia, los valores de tenacidad a la fractura calculados (K_{mat}) no pueden clasificarse formalmente como tenacidad a la fractura en deformación plana (K_{IC}). En estos casos, los datos registrados pueden representar una estimación conservadora de la tenacidad a la fractura real del material. Teniendo esto en cuenta, K_{mat} se obtiene utilizando el factor de intensidad de tensiones cualificado (K_Q). Para las probetas SENB, este se determina mediante la expresión definida en la ecuación (1), cuyo factor geométrico, f(x), se calcula según la expresión (2):

$$K_Q = \left(\frac{P_Q}{BW^{1/2}}\right) f(x) \quad (1)$$

$$f(x) = 6\left(\frac{a}{W}\right)^{\frac{1}{2}} \frac{\left[1.99 - x\left(1-\left(\frac{a}{W}\right)\right)\left(2.15 - 3.93\left(\frac{a}{W}\right) + 2.7\left(\frac{a}{W}\right)^2\right)\right]}{\left(1+2\frac{a}{W}\right)\left(1-\frac{a}{W}\right)^{3/2}} \quad (2)$$

donde P_Q es la carga cualificada, B es el espesor, W es el ancho de la probeta y a es la longitud inicial de grieta.

3. RESULTADOS Y ANÁLISIS

3.1. Ensayos de tracción

Se realizaron ensayos uniaxiales de tracción en tres probetas de PEEK puro y tres probetas por cada uno de los refuerzos. Los datos experimentales se encuentran en [17–19]. Como ilustra la Figura 2, alcanzado el límite elástico, mostraron una desviación notable del comportamiento elástico lineal, con distintos grados de deformación plástica. La adición de refuerzos alteró significativamente la ductilidad de los compuestos en comparación con el PEEK puro, siendo el PEEK-CF20 el que exhibió una mayor rigidez. Por el contrario, las configuraciones PEEK-CF10 y PEEK-GF20 no proporcionaron un incremento comparable al del PEEK-CF20 en el módulo elástico.

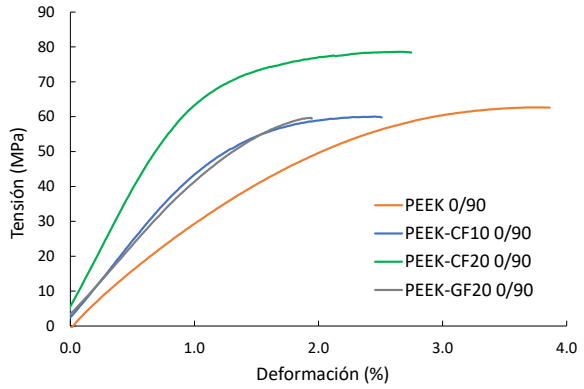


Figura 2. Ejemplos de ensayos de tracción del PEEK y sus compuestos reforzados con fibras.

Además, estos refuerzos resultaron en una reducción o limitada mejora de la resistencia a la tracción en comparación con el PEEK. La Tabla 2 contiene las propiedades de tracción promedio derivadas de los datos experimentales, proporcionando una comparativa entre el PEEK sin refuerzo y el PEEK con los distintos refuerzos.

Tabla 2. Propiedades de tracción: E, módulo de elasticidad; σ_y, límite elástico; σ_u, resistencia a la tracción; ε_{max}, deformación a carga máxima.

	E (GPa)	σy (MPa)	σu (MPa)	εmax (%)
PEEK	2.97	43.98	63.16	3.82
PEEK-CF10	4.85	51.29	59.38	2.30
PEEK-CF20	7.51	65.94	77.71	2.47
PEEK-GF20	4.79	55.44	63.77	1.97

El PEEK-CF20 alcanzó consistentemente la mayor resistencia a la tracción, resultado de la capacidad de carga efectiva proporcionada por los filamentos alineadas paralelamente al eje de carga. La comparativa entre límite elástico y resistencia a la tracción de las distintas configuraciones se presenta en la Figura 3.

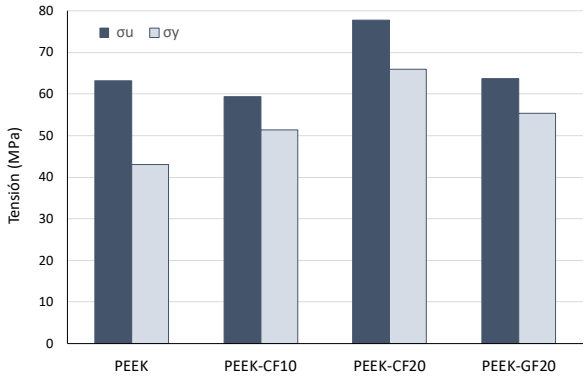


Figura 3. Resistencia a la tracción (σ_u) y límite elástico (σ_y) del PEEK y sus compuestos reforzados con fibras.

Los datos indican que solo el PEEK-CF20 produjo una mejora significativa de las propiedades de tracción. Por el contrario, los compuestos PEEK-CF10 y PEEK-GF20 resultaron en ganancias más limitadas del límite elástico, o incluso en un efecto perjudicial en el caso de la resistencia a la tracción.

3.2. Ensayos de fractura

Se realizaron ensayos de flexión en tres puntos en cuatro probetas SENB por cada uno de los refuerzos, así como en el PEEK puro, con el fin de cuantificar la tenacidad a la fractura. Los resultados experimentales, recogidos en [17–19], demuestran que los refuerzos tienen un gran impacto en el comportamiento a la fractura.

Curvas de carga-desplazamiento representativas de los ensayos de fractura se ilustran en la Figura 4. El área bajo la curva carga-desplazamiento hasta la carga máxima (energía absorbida) es menor en los compuestos reforzados que en PEEK puro. Esta mayor capacidad de

disipación de energía del PEEK puede correlacionarse con valores superiores de tenacidad a la fractura.

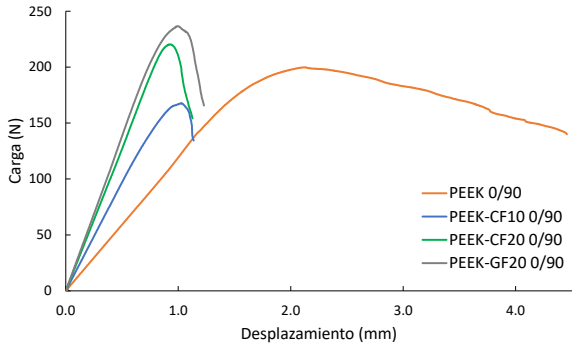


Figura 4. Ejemplos de ensayos de fractura del PEEK y sus compuestos reforzados con fibras.

Los resultados promedio de la tenacidad a la fractura del PEEK y sus compuestos se recogen en la Tabla 3:

Tabla 3. Tenacidad a la fractura, K_{mat}.

	Kmat (MPa·m$^{1/2}$)
PEEK	4.54
PEEK-CF10	3.07
PEEK-CF20	4.99
PEEK-GF20	3.90

La influencia de los refuerzos de fibras en el comportamiento a fractura de las probetas SENB se muestra en la Figura 5. Los rendimientos más altos se observaron en el PEEK y en el PEEK-CF20. Por el contrario, el PEEK-CF10 y el PEEK-GF20 exhibieron una reducción tanto en la capacidad de carga máxima como en la tenacidad a la fractura, siendo notable para el PEEK-CF10. El PEEK-CF20 fue el único refuerzo que mejoró ligeramente la tenacidad a la fractura del PEEK puro.

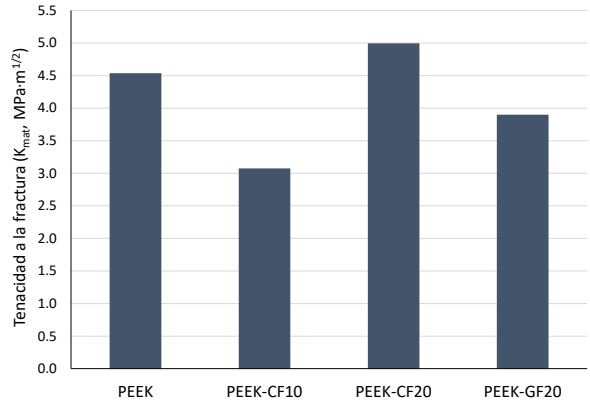


Figura 5. Tenacidad a la fracture (K_{mat}) del PEEK y sus compuestos.

Con el objetivo de explicar los resultados obtenidos en los ensayos de fractura, se realizó un análisis microestructural de las superficies de fractura mediante un microscopio SEM (*Scanning Electron Microscope*). El examen fractográfico de una probeta de tracción fabricada en PEEK sin reforzar, con dirección de impresión 0/90, se muestra en la Figura 6. Esta revela los distintos modos de fallo: los filamentos orientados perpendicularmente al eje de carga (90°) fallaron por una deficiente adhesión interlaminar, causando delaminación; por el contrario, los filamentos alineados con la carga (0°) sufrieron una fractura transversal tras experimentar una deformación plástica sustancial. Este comportamiento se repite en el resto de probetas de tracción con los distintos refuerzos de fibras.

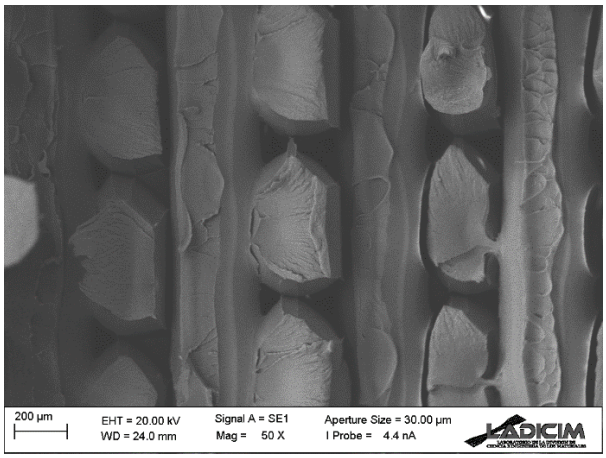


Figura 6. Fractografía de probeta de tracción de PEEK (dirección de impresión 0/90).

A nivel macroscópico, en los ensayos de fractura tanto de las probetas SENB de PEEK como en las de PEEK reforzado con fibras, los planos de fractura se desarrollaron de manera perpendicular al eje longitudinal de las probetas. Esta orientación se alinea con la dirección de las tensiones principales de flexión, lo que indica un modo de fallo dominado por las tensiones máximas de tracción generadas durante los ensayos de flexión. Los mecanismos observados son la descohesión entre capas y la rotura de los filamentos en la dirección de la carga, como muestra la Figura 7.

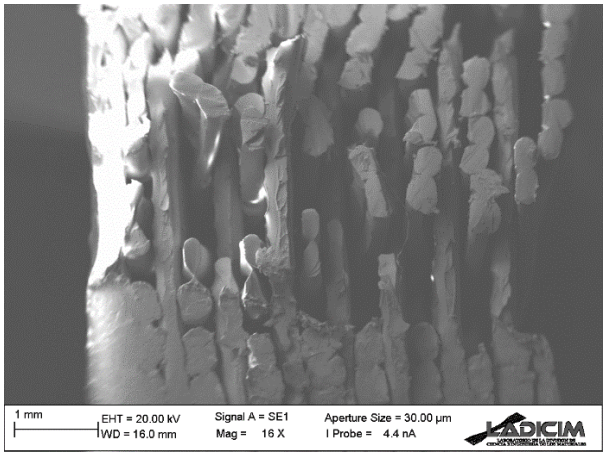


Figura 7. Fractografía de probeta de fractura SENB de PEEK (dirección de impresión 0/90).

Se observan unos mecanismos similares a los descritos para el PEEK puro en las probetas SENB fabricadas con PEEK reforzado con fibra, tal como ilustran las Figuras 8-10. La morfología del fallo confirma que la presencia de fibras de carbono o de vidrio no altera fundamentalmente el comportamiento de separación interlaminar, el cual es el modo de fallo primario en estos compuestos.

La Figura 8 presenta imágenes de SEM de las superficies de fractura del PEEK-CF10, mientras que la Figura 9 muestra la morfología de fractura correspondiente para el PEEK-CF20. Más allá de la variación en el contenido de fibra, se muestra una mejor unión superficial entre filamentos adyacentes en las probetas de PEEK-CF20 en comparación con los de PEEK-CF10. Esta mayor coalescencia entre filamentos extruidos probablemente facilita una transferencia de cargas más efectiva entre las capas. En consecuencia, esta mejor unión entre filamentos y capas contiguos explica la mayor resistencia a la fractura observada en el PEEK-CF20 en relación con las probetas de PEEK y PEEK-CF10.

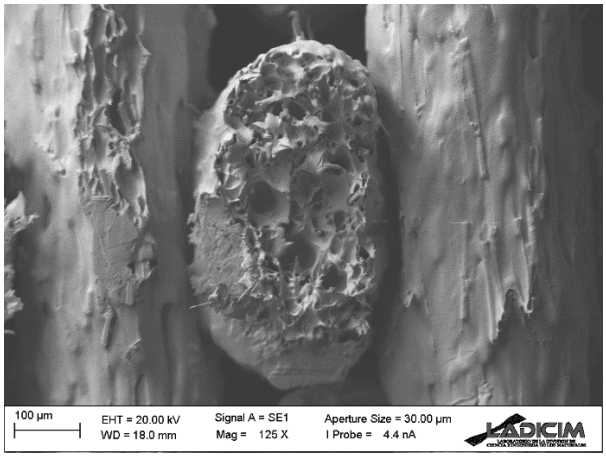


Figura 8. Fractografía de probeta SENB de PEEK-CF10.

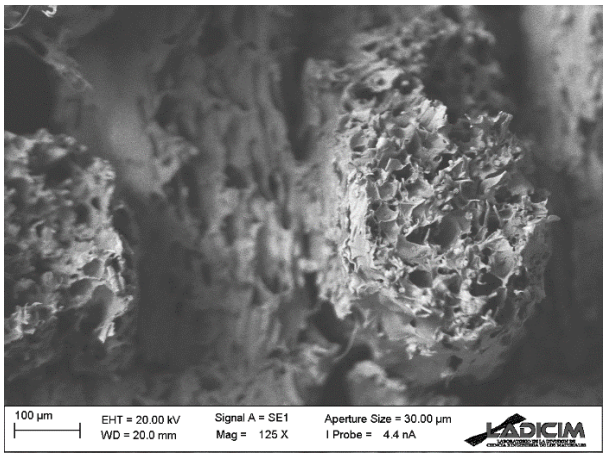


Figura 9. Fractografía de probeta SENB de PEEK-CF20.

La disminución de las propiedades observada en el PEEK-GF20 podría atribuirse principalmente a una adhesión interfacial deficiente entre la matriz polimérica y las fibras de vidrio. Además, la Figura 10 ilustra la falta de una unión efectiva entre los filamentos adyacentes, dificultando la distribución de tensiones. Esta discontinuidad facilita la propagación de las gritas a lo largo de la dirección de impresión, conduciendo al fallo prematuro.

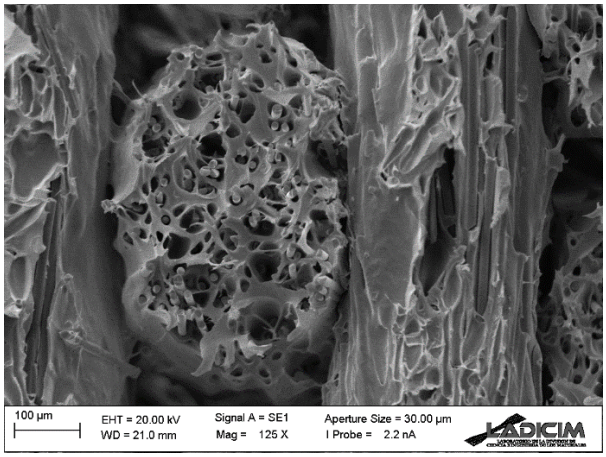


Figura 10. Fractografía de probeta SENB de PEEK-GF20.

4. CONCLUSIONES

Este trabajo caracterizó el comportamiento a tracción y fractura de un polímero de alto rendimiento impreso mediante FFF: PEEK puro y PEEK con diversos refuerzos de fibra (reforzado con un 10% y 20% en peso de fibra de carbono, y un 20% en peso de fibra de vidrio).

En cuanto al tipo de refuerzo, solo el PEEK-CF20 proporcionó una mejora en las propiedades a tracción y en la resistencia a la fractura, probablemente debido a una unión entre filamentos superior. Por el contrario, tanto el PEEK-CF10 y el PEEK-GF20 exhibieron limitadas mejoras, mostrando incluso efectos negativos.

El análisis fractográfico confirmó que, si bien la orientación de trama 0/90 favorece la deformación plástica en los filamentos axiales, que aportan la mayor resistencia, la delaminación persiste como un factor crítico en todos los casos.

En conclusión, la obtención de compuestos de alto rendimiento requiere tanto de dosificaciones de refuerzos óptimas como de un control preciso de los parámetros de impresión para garantizar la mejor unión interlaminar.

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] S. Wickramasinghe, T. Do, P. Tran, FDM-Based 3D Printing of Polymer and Associated Composite: A Review on Mechanical Properties, Defects and Treatments, *Polymers* (Basel). 12 (2020) 1529. https://doi.org/10.3390/polym12071529.

[2] S.F. Iftekar, A. Aabid, A. Amir, M. Baig, Advancements and Limitations in 3D Printing Materials and Technologies: A Critical Review, *Polymers* (Basel). 15 (2023) 2519. https://doi.org/10.3390/polym15112519.

[3] A.R. Zanjanijam, I. Major, J.G. Lyons, U. Lafont, D.M. Devine, Fused Filament Fabrication of PEEK: A Review of Process-Structure-Property Relationships, Polymers (Basel). 12 (2020) 1665. https://doi.org/10.3390/polym12081665.

[4] V. Gupta, D.M. Kulkarni, I. Thiruselvam, V. V. Chaudhari, R. Pawar, S. Suraj, Applications of 3D-printed polyether ether ketone and its composites, in: PEEK Blends *Compos.*, Elsevier, 2026: pp. 397–418. https://doi.org/10.1016/B978-0-443-24061-4.00012-6.

[5] S. Dallal, B. Eslami, S. Tiari, Recent Advances in PEEK for Biomedical Applications: A Comprehensive Review of Material Properties, Processing, and Additive Manufacturing, *Polymers* (Basel). 17 (2025) 1968. https://doi.org/10.3390/polym17141968.

[6] P. Wang, B. Zou, H. Xiao, S. Ding, C. Huang, Effects of printing parameters of fused deposition modeling on mechanical properties, surface quality, and microstructure of PEEK, *J. Mater. Process. Technol.* 271 (2019) 62–74. https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2019.03.016.

[7] W. Wu, P. Geng, G. Li, D. Zhao, H. Zhang, J. Zhao, Influence of Layer Thickness and Raster Angle on the Mechanical Properties of 3D-Printed PEEK and a Comparative Mechanical Study between PEEK and ABS, *Materials* (Basel). 8 (2015) 5834–5846. https://doi.org/10.3390/ma8095271.

[8] T. Yap, N. Heathman, T. Phillips, J. Beaman, M. Tehrani, Additive Manufacturing of Polyaryletherketone (PAEK) polymers and their composites, *Compos. Part B Eng.* 266 (2023) 111019. https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2023.111019.

[9] D.Y. Stepanov, Y. V. Dontsov, S. V. Panin, D.G. Buslovich, V.O. Alexenko, S.A. Bochkareva, A. V. Batranin, P. V. Kosmachev, Optimization of 3D Printing Parameters of High Viscosity PEEK/30GF Composites, *Polymers* (Basel). 16 (2024) 2601. https://doi.org/10.3390/polym16182601.

[10] S.H. Adarsh, M. Nagamadhu, Effect of Printing Parameters on Mechanical Properties and Warpage of 3D-Printed PEEK/CF-PEEK Composites Using Multi-Objective Optimization Technique, *J. Compos. Sci.* 9 (2025) 208. https://doi.org/10.3390/jcs9050208.

[11] M.F. Arif, S. Kumar, K.M. Varadarajan, W.J. Cantwell, Performance of biocompatible PEEK processed by fused deposition additive manufacturing, *Mater. Des.* 146 (2018) 249–259. https://doi.org/10.1016/j.matdes.2018.03.015.

[12] G. Sharma, A. Vuppuluri, A. Udupa, K. Suresh, Mixed-mode I/II fracture investigation of 3D printed poly ether ether ketone (PEEK), *Theor. Appl. Fract. Mech.* 136 (2025) 104854. https://doi.org/10.1016/j.tafmec.2025.104854.

[13] S. Cicero, M. Sánchez, V. Martínez-Mata, S. Arrieta, B. Arroyo, Structural integrity assessment of additively manufactured ABS, PLA and graphene reinforced PLA notched specimens combining Failure Assessment Diagrams and the Theory of Critical Distances, *Theor. Appl. Fract. Mech.* 121 (2022) 103535. https://doi.org/10.1016/j.tafmec.2022.103535.

[14] S. Cicero, S. Arrieta, F. Devito, B. Arroyo, F. Lavecchia, Fracture Behavior of Additively Manufactured Carbon Fiber Reinforced Acrylonitrile-Styrene-Acrylate Containing Cracks and Notches, *J. Compos. Sci.* 9 (2025) 185. https://doi.org/10.3390/jcs9040185.

[15] ASTM, Test Method for Tensile Properties of Plastics, (2014). https://doi.org/10.1520/D0638-14.

[16] ASTM, Test Methods for Plane-Strain Fracture Toughness and Strain Energy Release Rate of Plastic Materials, (2022). https://doi.org/10.1520/D5045-14R22.

[17] S. Arrieta, S. Cicero, D. Muñoz-Tymofyeyeva, Notch Effect in Polyetheretherketone (PEEK): Tensile and Fracture Tests - FRADDCO project, (2026). https://doi.org/10.5281/zenodo.18496443.

[18] S. Arrieta, S. Cicero, D. Muñoz-Tymofyeyeva, Notch Effect in Carbon Fiber Reinforced Polyetheretherketone (PEEK-CF): Tensile and Fracture Tests - FRADDCO project, (2026). https://doi.org/10.5281/zenodo.18496445.

[19] S. Arrieta, S. Cicero, D. Muñoz-Tymofyeyeva, Notch Effect in Glass Fiber Reinforced Polyetheretherketone (PEEK-GF): Tensile and Fracture Tests - FRADDCO project, (2026). https://doi.org/10.5281/zenodo.18496449.

INTEGRIDAD ESTRUCTURAL DE MATERIALES COMPUESTOS TERMOPLÁSTICOS RECICLADOS PARA APLICACIONES DE SEGURIDAD EN EL TRANSPORTE

J.A. Artero-Guerrero[1*], J. Pernas-Sánchez[1]; J. C. Nieto Fuentes[2], O. Castillo Campo[3]
[1]Universidad Carlos III de Madrid, ROR: https://ror.org/03ths8210
Departamento de Mecánica de Medios Continuos y Teoría de Estructuras
Grupo de Dinámica de Estructuras Ligeras
Av. Universidad 30, 28911 Leganés-España

[2]Grupo de Durabilidad e Integridad Mecánica de Materiales Estructurales
Escuela Superior de Ciencias Experimentales y Tecnología. Universidad Rey Juan Carlos
C/ Tulipán s/n, 28933 Móstoles-España

[3]Departamento de Ingeniería Industrial
Escuela Politécnica Superior
Universidad Antonio de Nebrija
C. de Sta. Cruz de Marcenado, 27, Centro, 28015 Madrid

[*] Persona de contacto: jartero@ing.uc3m.es

RESUMEN

La necesidad de estructuras ligeras en los sectores de automoción y aeronáutica plantea el reto de integrar materiales sostenibles sin comprometer la seguridad en servicio. Este trabajo evalúa la viabilidad de compuestos termoplásticos reforzados con fibra de carbono reciclada como solución estructural fiable y alineada con la economía circular. El estudio valida la capacidad estructural mediante ensayos de colisión en estructuras representativos, ensayos típico para evaluar la seguridad pasiva (crashworthiness). Además se ha llevado a cabo una caracterización experimental exhaustiva abarcando desde condiciones cuasi-estáticas hasta altos regímenes de velocidad de deformación mediante Barra Hopkinson. Los resultados permiten correlacionar la respuesta mecánica y los mecanismos de fallo con la capacidad de absorción de energía, demostrando que estos materiales reciclados pueden cumplir con los estrictos requisitos de durabilidad e integridad estructural demandados en el sector del transporte moderno.

PALABRAS CLAVE: Materiales compuestos, Termoplásticos, Caracterización dinámica, Seguridad pasiva, Circularidad.

ABSTRACT

The need for lightweight structures in the automotive and aerospace sectors poses the challenge of integrating sustainable materials without compromising in-service safety. This work evaluates the feasibility of thermoplastic composites reinforced with recycled carbon fiber as a reliable structural solution aligned with the circular economy. The study validates the structural capacity through collision tests on representative structures, typical tests for evaluating passive safety (crashworthiness). Additionally, an exhaustive experimental characterization has been carried out, covering from quasi-static conditions to high strain rate regimes using a Hopkinson Bar. The results allow for the correlation of the mechanical response and failure mechanisms with the energy absorption capacity, demonstrating that these recycled materials can meet the strict durability and structural integrity requirements demanded in the modern transport sector.

KEYWORDS: Composite material; Thermoplastic, Dynamic characterization, Crashworthiness, Circularity

1. INTRODUCCIÓN

En la actualidad, la industria del transporte —que abarca los sectores aeronáutico, automotriz y ferroviario de alta velocidad— demanda el desarrollo de estructuras ligeras y fiables para mejorar la eficiencia del combustible y reducir el impacto ambiental. Este sector es responsable de más del 25% de las emisiones globales de CO2 derivadas de la actividad humana, lo que convierte la búsqueda de materiales sostenibles en una prioridad constante. Las regulaciones europeas refuerzan esta necesidad; por ejemplo, la directiva actual para la industria del automóvil exige que más del 85% del peso de un vehículo sea reciclable, mientras que empresas líderes como Airbus ya han establecido planes para desviar el 95% de sus residuos de CFRP (plástico reforzado con fibra de carbono) hacia la industria del reciclaje.

Aunque las fibras de carbono vírgenes poseen propiedades mecánicas inigualables, su producción es costosa y requiere un uso intensivo de energía. El uso de fibra de carbono reciclada (rCF) no solo reduce los costes en aproximadamente un 40%, sino que, según los análisis

de ciclo de vida (LCA), es la única vía para que la demanda de energía relativa en el transporte sea neutra o incluso negativa [1]. Al combinar estas fibras con matrices termoplásticas de alto rendimiento como el PEEK, se obtiene el material rCCT (*Recycled Composite Chopped Thermoplastic*). Este material se fabrica a partir de retales y desechos triturados en trozos de pocos centímetros, aprovechando la naturaleza termoplástica del PEEK para permitir el remoldeo y la reprocesabilidad de los componentes.

A pesar de sus ventajas en sostenibilidad y su excelente capacidad de conformado para geometrías complejas, la implementación del rCCT en aplicaciones estructurales se ve limitada por la escasez de información científica. Específicamente, existe un vacío de conocimiento sobre su comportamiento a altas velocidades de deformación y su capacidad de absorción de energía en eventos de impacto (*crashworthiness*), como aterrizajes bruscos (*hard landing*) o colisiones de vehículos. La validación de la integridad estructural bajo estas cargas dinámicas es fundamental para garantizar la seguridad de los ocupantes y cumplir con los requisitos de certificación industrial.

Este trabajo, desarrollado en el marco del proyecto RECYPEEK, evalúa la viabilidad del rCCT como solución estructural mediante una caracterización experimental completa. La metodología abarca desde ensayos cuasi-estáticos hasta regímenes de alta velocidad mediante Barra Hopkinson (SHPB), complementada con el análisis de absorbedores de energía representativos (vigas tipo omega) fabricados por FIDAMC mediante procesos de *stamp forming*. A través del análisis de estructuras representativas (vigas tipo omega), se busca correlacionar los mecanismos de fallo con la capacidad de absorción de energía específica (SEA), demostrando que estos materiales sostenibles pueden alcanzar rendimientos comparables a soluciones industriales actuales.

2. FABRICACIÓN DEL MATERIAL RECICLADO

El material base utilizado es preimpregnado de fibra de carbono con matriz termoplástica PEEK (CF/PEEK), recuperado de piezas previamente fabricadas y posteriormente triturado. Estos fragmentos reciclados presentan dimensiones variables de unos pocos centímetros. Se ha fabricado tanto paneles plano para la caracterización mecánica como paneles tipo omega para los ensayos estructurales.

La fabricación de los laminados planos se lleva a cabo en una prensa utilizando un utillaje compuesto por un bastidor dividido en dos partes (para facilitar el desmoldeo) y una placa superior que presiona y confina el material. Para obtener las geometrías tipo omega, se utilizan paneles previamente consolidados que son sometidos a un proceso de reconformado en una celda de estampado.

El proceso ha demostrado que la naturaleza termoplástica del material permite su reprocesabilidad, extendiendo su ciclo de vida y validando el uso de materiales reciclados para componentes estructurales

3. METODOLOGÍA EXPERIMENTAL

La metodología experimental de este trabajo se basa en un enfoque multinivel (*building block approach*), que abarca desde la caracterización de los constituyentes básicos hasta la validación de componentes estructurales complejos. La campaña de ensayos se ha diseñado para alimentar posibles modelos numéricos predictivos, considerando tanto regímenes cuasi-estáticos como de alta velocidad de deformación.

3.1. Caracterización de la resina (PEEK pura)

Dado que la sensibilidad a la velocidad de deformación de un material compuesto está fuertemente ligada al comportamiento de su matriz, se realizaron ensayos sobre la resina termoplástica PEEK pura. En particular se han realizado ensayos de compresión en régimen cuasiestática y en la Barra Hopkinson (SHPB). En el primer caso se ha utilizado una máquina universal Instron con célula de carga de 100 kN, mientras que para el segundo una SHPB de 22 mm de diámetro compuesta por un proyectil de 0.5m, una barra incidente de 2.6m y una transmitida de 1.4m. Para ambos casos, se utilizó la técnica de Correlación Digital de Imágenes (DIC) mediante cámaras de video, convencionales o de alta velocidad (Phantom TMX 6410), para obtener datos el campo de deformación durante los ensayos. La probeta usada es cilíndrica con radio y espesor de 6mm.

3.2. Caracterización del material reciclado (rCCT)

Se llevó a cabo una caracterización mecánica de las probetas de material compuesto triturado (rCCT) para obtener la influencia de la velocidad de deformación bajo cargas de compresión. Para ello se ha empleado los mismos dispositivos que en el caso anterior. En este caso la probeta, basada en el trabajo de Koerber et al. [2], es rectangular de 20*10 mm^2, con un espesor de 4mm.

3.3. Ensayos de elementos estructurales

Para evaluar la viabilidad industrial del material, se fabricaron vigas tipo omega en configuración simple y doble (sección cerrada), representativas de rigidizadores aeroespaciales o pilares de automoción.

Los ensayos de flexión evalúan la integridad frente a cargas laterales, simulando eventos como el impacto de equipaje en mamparos de aviones o impactos entre vehículos. Se utilizó una máquina servo-hidráulica de alta velocidad (Instron VHS) equipada con un dispositivo *slack rod* para garantizar una velocidad constante desde el inicio del impacto. La fuerza se midió con una célula de carga piezorresistiva y el ensayo se grabó a alta velocidad (62 kfps).

Los ensayos de aplastamiento (*crashworthiness*) sirven para determinar la capacidad de absorción de energía de la estructura en caso de colisión o aterrizaje brusco. Los ensayos se han hecho a una velocidad de 6 m/s en un torre de caída de peso, alcanzando energías de hasta 750 J. Se diseñó un utillaje específico donde la pieza se adhiere mediante resina a un molde impreso en 3D, el cual encaja en una base de acero para simular una condición de empotramiento perfecto. La fragmentación del material se monitorizó mediante cámaras de alta velocidad a 20 kfps.

4. RESULTADOS

4.1. Caracterización de la resina (PEEK pura)

Los ensayos realizados sobre la resina termoplástica PEEK revelaron una fuerte sensibilidad a la velocidad de deformación. En la figura 1 a) se puede observar una imagen de la disposición experimental en el ensayo en la SHPB. Se observó que la resistencia a compresión se incrementa hasta el 50% cuando se somete a tasas de deformación de aproximadamente 1000 s^{-1}, figura 1 b).

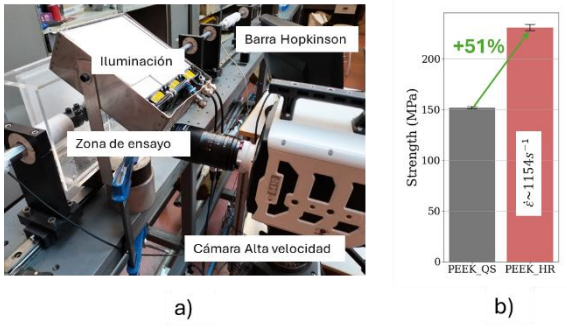


Figura 1. a) Configuración del ensayos en SHPB b) Resistencia a compresión del material PEEK.

4.2. Caracterización del material reciclado (rCCT)

La caracterización del rCCT mostró resultados consistentes, con una desviación estándar inferior al 5% tanto en regímenes cuasi-estáticos como dinámicos. A diferencia de la resina pura, el rCCT mostró una sensibilidad menor, con un incremento de propiedades de aproximadamente el 15%, en este caso para una velocidad de deformación de 140 s^{-1}, figura 2 a). Además, se determinó que la resistencia a compresión del rCCT es un 37% menor en comparación con el material virgen (CF/PEEK) de laminado multidireccional [3]. Los ensayos grabados a alta velocidad (hasta 390.000 fps) demostraron que la propagación de grietas está supeditada a los límites de los fragmentos (conglomerado) que forman la base del material triturado, figura 2 b).

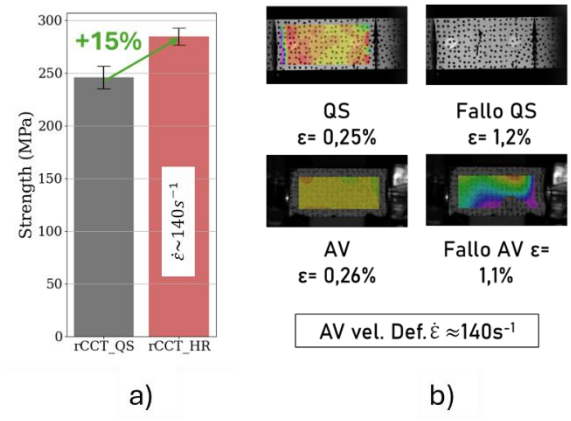


Figura 2. a) Resistencia a compresión del material rCCT b) Campo de deformación en ensayos cuasiestáticos y dinámicos.

4.3. Ensayos de elementos estructurales

Los ensayos estructurales están destinados a observar el comportamiento del material ante una aplicación industrial. En primer lugar, el ensayos de flexión permite comparar la configuración simple y doble, observándose que la configuración de sección doble (cerrada) es drásticamente más eficiente, soportando una carga de fallo más de tres veces superior a la de la configuración simple (sección abierta), figura 3.

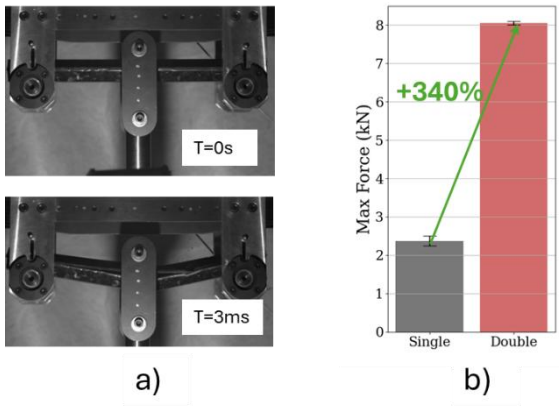


Figura 3. a) Diferentes fotogramas en el ensayo a flexión dinámico b) Resistencia a flexión.

El análisis de la capacidad de absorción de energía en eventos de impacto se realizó mediante una torre de caída de peso, figura 4 a). El material rCCT alcanzó un valor de 55,9 kJ/kg en cuanto a energía específica absorbida (SEA). Este rendimiento es comparable, e incluso superior, a muchas de las soluciones comerciales de absorción de energía actuales. La configuración doble mostró un colapso estable y una fragmentación controlada, ideal para aplicaciones de seguridad pasiva, figura 4 b).

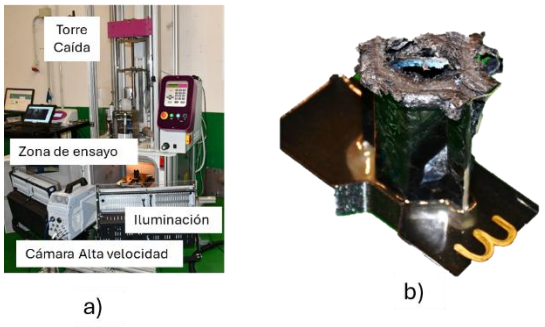


Figura 4. a) Torre de caída usada b) Resistencia a flexión.

5. CONCLUSIONES

Los resultados obtenidos en este trabajo permiten extraer las siguientes conclusiones principales sobre el uso de materiales compuestos termoplásticos reciclados (rCCT) en la industria del transporte:

- **Viabilidad estructural y sostenibilidad:** se ha demostrado que el material rCCT es una solución plenamente viable para la fabricación de componentes estructurales. Su naturaleza termoplástica no solo facilita la reprocesabilidad y el remoldeo de piezas, extendiendo el ciclo de vida del material, sino que permite alcanzar los objetivos de economía circular y las exigentes normativas europeas de reciclabilidad.
- **Comportamiento dinámico:** la caracterización experimental confirmó la sensibilidad a la velocidad de deformación del material. Se concluye que la sensibilidad del material compuesto está gobernada principalmente por el comportamiento de la matriz.
- **Rendimiento en *crashworthiness*:** uno de los logros más destacados es la obtención de un valor de SEA de 55,9 kJ/kg. Este valor posiciona al rCCT como un material de alto rendimiento para la seguridad pasiva, figura 5, superando a muchas de las soluciones industriales y comerciales actuales.

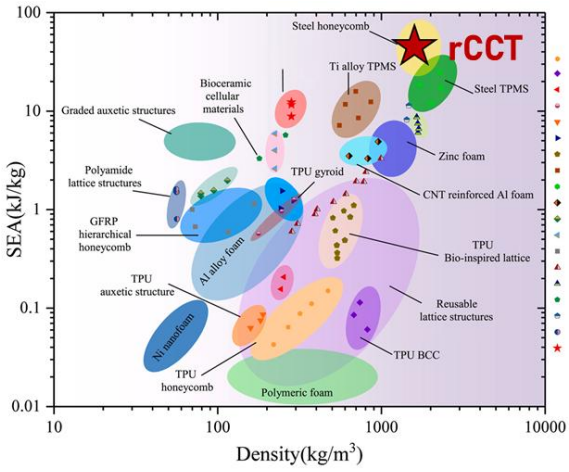


Figura 5. Comparativa SEA – densidad de diversos materiales. Adaptada de J. Chen et al. [4].

En resumen, este estudio establece una base experimental que sirve para la implementación del rCCT en sectores críticos, demostrando que es posible reducir la huella de carbono y el consumo energético sin comprometer la integridad estructural ni la seguridad de los usuarios

AGRADECIMIENTOS

Esta publicación es parte del proyecto de I+D+i TED2021-131154B-I00 financiado por MICIU/AEI/10.13039/501100011033 y por la Unión Europea NextGenerationEU/ PRTR .

REFERENCIAS

[1] Rhys J. Tapper, Marco L. Longana, Andrew Norton, Kevin D. Potter, Ian Hamerton, An evaluation of life cycle assessment and its application to the closed-loop recycling of carbon fibre reinforced polymers. *Composites Part B: Engineering* 184 (2020): 107665.

[2] H. Koerber, J. Xavier, P.P. Camanho, High strain rate characterisation of unidirectional carbon–epoxy IM7-8552 in transverse compression and in-plane shear using digital image correlation. Mechanics of Materials 42 (2010): pp. 1004-1009.

[3] Karthik Ramaswamy, Vedant Modi, Pavan S. Rao, Pedro P. Martin, Conor T. McCarthy, Ronan M. O'Higgins. An investigation of the influence of matrix properties and fibre–matrix interface behaviour on the mechanical performance of carbon fibre-reinforced PEKK and PEEK composites. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* 165 (2023):107359.

[4] Jianbo Chen, Eric Li, Wenyang Liu, Yiqi Mao, Shujuan Hou. Sustainable composites with ultrahigh energy absorption from beverage cans and polyurethane foam. *Composites Science and Technology* 239 (2023): 110047.

ANÁLISIS COMPARATIVO DEL COMPORTAMIENTO MECÁNICO DEL PLA EN FILAMENTO Y PIEZAS IMPRESAS EN 3D

P.N.B. Reis [1*], L. Távara [2,3], M. Muñoz-Reja [3,4], M.T. Aranda [3,4], L.M. Ferreira [2,3]

[1] Depart. Ingeniería Mecánica, Universidad de Coimbra, CEMMPRE, ARISE, 3030-788 Coimbra, Portugal.
[2] Grupo de Elasticidad y Resistencia de Materiales, Escuela Técnica Superior de Ingeniería, Universidad de Sevilla, Camino de los Descubrimientos s/n, Sevilla, 41092, Spain.
[3] Escuela Politécnica Superior, Universidad de Sevilla, C/ Virgen de África 7, Sevilla, 41011, Spain.
[4] Ingeniería de Estructuras y Materiales, Escuela Politécnica Superior, Universidad de Sevilla, C/ Virgen de África 7, Sevilla, 41011, Spain.
[*] Persona de contacto: paulo.reis@dem.uc.pt

RESUMEN

La Fabricación por Filamento Fundido (FFF) se ha consolidado como una de las tecnologías más utilizadas en la producción de piezas poliméricas, destacándose el ácido poliláctico (PLA) por su biodegradabilidad y su facilidad de procesamiento. En este contexto, el presente estudio realiza un análisis comparativo del comportamiento mecánico del PLA en forma de filamento y en piezas fabricadas mediante FFF, con el objetivo de evaluar la influencia del proceso de impresión en sus propiedades estructurales. Los resultados evidencian una reducción del 10,8% en la resistencia a la tracción y del 31,6% en el módulo de elasticidad en las piezas impresas en comparación con el filamento. Estas disminuciones se atribuyen principalmente a la formación de vacíos interlaminares, a la adhesión imperfecta entre capas y a la degradación térmica inducida por los ciclos térmicos propios del proceso de impresión. En conjunto, estos factores comprometen la continuidad de la matriz polimérica, reducen la eficiencia en la transferencia de carga y acentúan la anisotropía del material, afectando de manera significativa su desempeño mecánico global.

PALABRAS CLAVE: Fabricación por Filamento Fundido (FFF), Ácido poliláctico (PLA), Comportamiento mecánico.

ABSTRACT

Fused Filament Fabrication (FFF) has become one of the most widely used technologies to produce polymeric components, with polylactic acid (PLA) standing out due to its biodegradability and ease of processing. In this context, the present study performs a comparative analysis of the mechanical behaviour of PLA in filament form and in parts manufactured by FFF, aiming to evaluate the influence of the printing process on its structural properties. The results reveal a reduction of 10.8% in tensile strength and 31.6% in elastic modulus in the printed parts compared to the filament form. These decreases are mainly attributed to the formation of interlayer voids, imperfect interlayer adhesion, and thermal degradation induced by the thermal cycles inherent to the printing process. Collectively, these factors compromise the continuity of the polymer matrix, reduce load transfer efficiency, and increase material anisotropy, significantly affecting the overall mechanical performance.

KEYWORDS: Fused Filament Fabrication (FFF), Polylactic acid (PLA), Mechanical behaviour.

1. INTRODUCCIÓN

La impresión 3D, en particular la Fabricación por Filamento Fundido (FFF), permite la producción de componentes complejos y personalizados, al mismo tiempo que minimiza el desperdicio de material. Entre los diversos termoplásticos utilizados en FFF, el ácido poliláctico (PLA) ha recibido una atención creciente debido a su biodegradabilidad, facilidad de procesamiento y propiedades mecánicas adecuadas [1, 2]. El PLA es un polímero de origen biológico, derivado de recursos renovables como almidón de maíz o caña de azúcar, constituyendo una alternativa más sostenible frente a los plásticos derivados del petróleo [3].

A pesar de estas ventajas, la estabilidad térmica relativamente baja y las propiedades mecánicas moderadas del PLA todavía limitan sus aplicaciones en ingeniería, especialmente en componentes que requieren alta resistencia o desempeño bajo condiciones extremas [4]. Además, estudios han demostrado que las piezas fabricadas mediante FFF presentan propiedades mecánicas inferiores en comparación con el filamento original. Esta disminución se atribuye frecuentemente a factores intrínsecos del proceso de impresión, como la formación de vacíos interlaminares, la adhesión imperfecta entre capas y la anisotropía inducida por los ciclos térmicos del filamento durante la deposición [5,6].

Comprender estas limitaciones es esencial para optimizar el desempeño mecánico de las piezas impresas, permitiendo ajustes en los parámetros de procesamiento, en el diseño de los componentes y en la selección de materiales. Investigaciones recientes han buscado cuantificar la diferencia entre las propiedades del filamento y las de las piezas finales, con el objetivo de

identificar estrategias que minimicen la pérdida de resistencia y rigidez durante la impresión 3D. En este contexto, el presente trabajo se centra en el análisis comparativo de las propiedades mecánicas del PLA en filamento y en piezas impresas, ofreciendo información clave para aplicaciones de ingeniería que exigen una mayor fiabilidad estructural.

2. MATERIALES Y MÉTODOS

El material utilizado en este estudio fue el PLA Ingeo Biopolymer 3D850 suministrado por NatureWorks® [7]. Las propiedades físicas y mecánicas más relevantes del filamento se presentan en la Tabla 1. El PLA se suministró en forma de bobina, con filamentos de 2,85 mm de diámetro, y posteriormente se procesó mediante FFF para la elaboración de probetas estandarizadas para la caracterización mecánica.

Tabla 1: Propiedades físicas y mecánicas del PLA Ingeo Biopolymer 3D850 [7].

Propiedad	Valor
Densidad	1.24 g/cm^3
Resistencia a la tracción	50 MPa
Módulo de Young	2315 MPa
Alargamiento en la rotura	3.31%

La geometría y las dimensiones de estas probetas se detallan en la Figura 1. Los parámetros de impresión empleados se configuraron en el software de laminado Ultimaker Cura®, según se indica en la Tabla 2. La fabricación de las probetas se realizó en una impresora Ultimaker 2®, garantizando la consistencia del proceso y la reproducibilidad de los resultados experimentales.

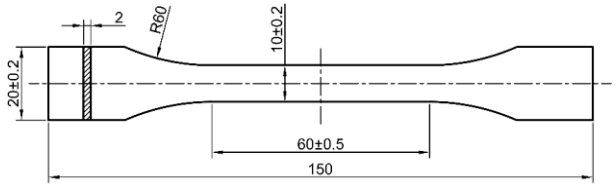


Figura 1. Geometría y dimensiones de las muestras según la norma ISO 527-4.

Tabla 2: Parámetros de impresión.

Parámetro	Valor
Densidad de relleno	100%
Patrón de relleno	Concéntrico
Temperatura de impresión	210 ºC
Temperatura de cama	30 ºC
Velocidad de impresión	70 mm/s

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

La Figura 2 presenta las curvas tensión–deformaciones representativas de ensayos de tracción realizados en el filamento de PLA y en piezas impresas con el mismo material. En el caso del filamento de PLA, la curva se inicia con un comportamiento aproximadamente lineal, característico del régimen elástico, en el que la tensión aumenta proporcionalmente a la deformación. A medida que avanza el ensayo, se observa una transición hacia un régimen dúctil, en el que el material continúa deformándose hasta alcanzar la resistencia máxima antes de la rotura. En cuanto a las piezas impresas, la curva también muestra un régimen elástico inicial similar. No obstante, su pendiente y su extensión son menores que las del filamento. Además, la tensión máxima alcanzada es inferior y la rotura se produce a niveles de deformación más reducidos, lo que refleja un comportamiento globalmente más frágil en comparación con el filamento.

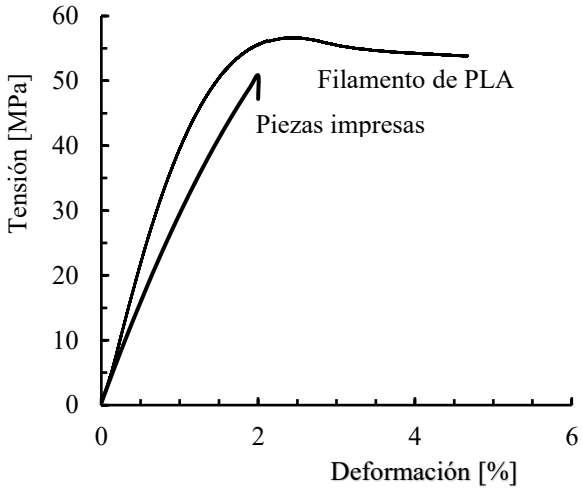


Figura 2. Curvas representativas de tracción del filamento de PLA y del PLA impreso en 3D.

La fractura frágil antes reportada se ve igualmente corroborada por el análisis de la superficie de fractura del PLA mostrada en la Figura 3. Su aspecto típicamente liso y plano pone de manifiesto la presencia de una deformación plástica despreciable antes de la falla, característica de un comportamiento de fractura frágil [8, 9]. Adicionalmente, la comparación entre los vacíos columnares formados durante el proceso de impresión y los ilustrados en la Figura 4 permite observar que estos sufrieron una distorsión geométrica bajo la acción de la carga de tracción. Esta modificación de la forma genera variaciones en las concentraciones locales de tensión, favoreciendo la iniciación y propagación de mecanismos de falla tanto interlaminar como intralaminar [10, 11].

Con base en las curvas tensión–deformaciones presentadas anteriormente, se observa que la resistencia a la tracción del filamento de PLA en su forma bruta es del orden de 56,6 MPa, mientras que las piezas producidas mediante impresión 3D presentan un valor aproximado de 50,5 MPa, lo que corresponde a una reducción de alrededor del 10,8%. De este modo, se verifica una retención de aproximadamente el 90% de la resistencia mecánica original del filamento, siendo esta pérdida atribuida, principalmente, a las características intrínsecas del proceso de fabricación. Tal como se

evidencia en las Figuras 3 y 4, el método de deposición capa por capa favorece la formación de imperfecciones microestructurales, tales como vacíos interlaminares, porosidad residual y fusión incompleta entre filamentos adyacentes. Estas discontinuidades comprometen la integridad de la matriz polimérica, interrumpen la continuidad estructural y reducen la eficiencia de la transferencia de carga a lo largo del material, afectando el desempeño mecánico global de las piezas impresas.

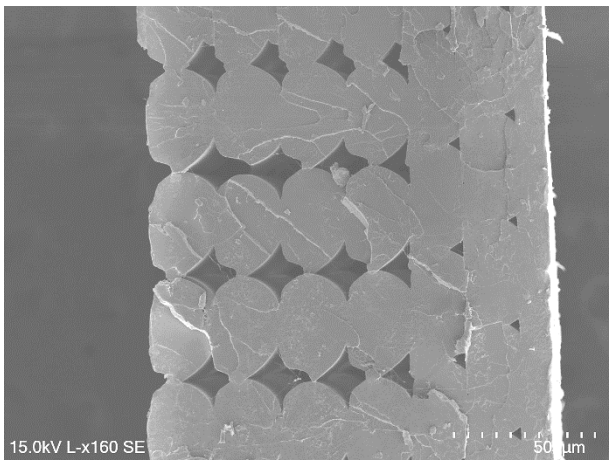


Figura 3. Mecanismos de daño obtenidos para PLA impreso en 3D.

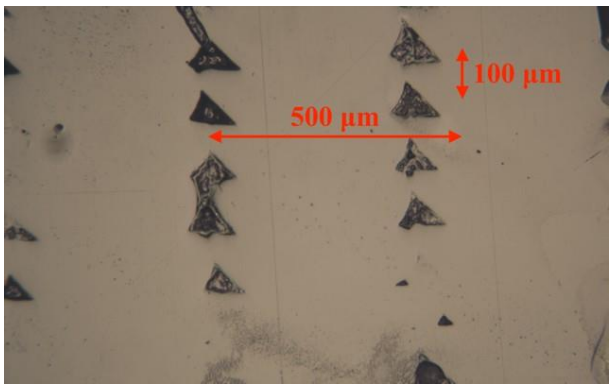


Figura 4. Micrografías de PLA impreso en 3D (aumento de 10x).

Adicionalmente, el ciclo térmico característico del proceso FFF implica sucesivos calentamientos y enfriamientos rápidos del filamento extruido durante la deposición, favoreciendo la anisotropía en las propiedades mecánicas. La reducción de la temperatura de transición vítrea (T_g), ilustrada en la Figura 5, corrobora la ocurrencia de degradación térmica previamente reportada. En estas condiciones, pueden producirse escisiones de las cadenas poliméricas, con las consiguientes alteraciones en el grado de cristalinidad, lo que conduce a una disminución de la T_g. Este fenómeno contribuye a la obtención de un material con comportamiento más dúctil, menos rígido y con menor estabilidad térmica, tal como se evidencia en la Figura 6.

En lo que respecta al módulo de elasticidad, se observa una disminución significativa de aproximadamente el 31,6% (de 4,53 GPa a 3,1 GPa). Esta reducción está directamente asociada a la presencia de microvacíos y a la adhesión interlaminar débil o imperfecta, que actúan como concentradores de tensión y zonas preferenciales para la iniciación de microfisuras, comprometiendo de manera más pronunciada la rigidez del material. En contraste, la resistencia a la tracción depende principalmente de la capacidad del material para soportar la carga máxima antes de la fractura y tiende a ser menos sensible a la presencia de pequeños defectos dispersos, salvo cuando estos presentan dimensiones críticas o una localización estratégica que favorezca su propagación inestable.

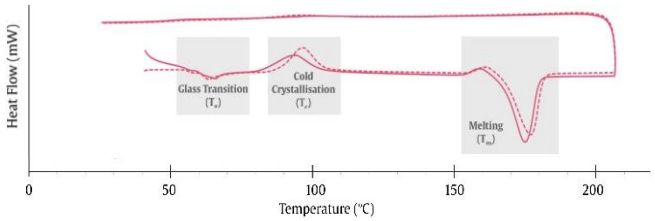


Figura 5. Calorimetría diferencial de barrido de las muestras de PLA en bobina y de las muestras impresas.

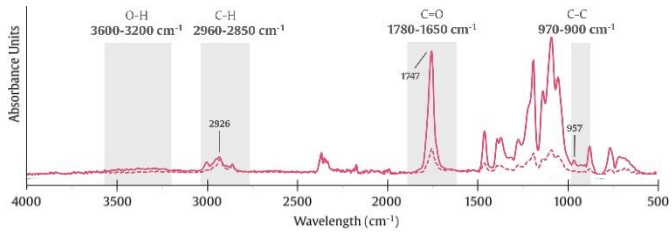


Figura 6. Espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier de las muestras de PLA en bobina y de las muestras impresas.

4. CONCLUSIONES

Los resultados mostraron que la transición de filamentos a piezas impresas en 3D provocó una reducción de aproximadamente el 10,8% en la resistencia a la tracción y del 31,6% en el módulo de elasticidad. Estas disminuciones se atribuyen principalmente a la formación de vacíos, a la adhesión interlaminar imperfecta y a la degradación del polímero inducida por los ciclos térmicos propios del proceso de impresión. En conjunto, estos factores interrumpen la continuidad de la matriz polimérica, comprometen la eficiencia en la transferencia de carga y acentúan la anisotropía del material, afectando de manera significativa su desempeño mecánico global.

AGRADECIMIENTOS

El autor, Paulo N.B. Reis, desea expresar su agradecimiento por el apoyo financiero concedido mediante fondos nacionales a través de la FCT –

Fundação para a Ciência e a Tecnologia, en el marco de los proyectos UID/00285/2025 – Centre for Mechanical Engineering, Materials and Processes (CEMMPRE) y LA/P/0112/2020.

Asimismo, Paulo N.B. Reis manifiesta su sincero reconocimiento por la beca otorgada en el ámbito del Programa Fundación Carolina–Grupo Tordesillas, cuyo apoyo ha sido fundamental para el desarrollo y la consolidación del presente trabajo.

REFERENCIAS

[1] J.M. Reverte, M. Caminero, J.M. Chacón, E. García-Plaza, P.J. Nunez, J.P. Becar, Mechanical and geometric performance of PLA-based polymer composites processed by the fused filament fabrication additive manufacturing technique. *Materials* 13 (2020): 1924.

[2] A.J. Arockiam, K. Subramanian, R.G. Padmanabhan, R. Selvaraj, D.K. Bagal, S. Rajesh, A review on PLA with different fillers used as a filament in 3D printing. *Materials Today: Proceedings* 50 (2022): 2057–2064.

[3] M.S. Singhvi, S.S. Zinjarde, D.V. Gokhale, Polylactic acid: synthesis and biomedical applications. *Journal of Applied Microbiology* 127 (2019): 1612–1626.

[4] Z. Refaa, F. Rousset, S. Xin, Crystallization kinetics of poly-(lactic acid) with and without talc: Optical microscopy and calorimetric analysis. In: *AIP Conference Proceedings*, 1593 (2014): 342–346.

[5] L. Ferreira, J.L. Sanchez, M. Muñoz-Reja, L. Távara, Modelling the Anisotropic Elasto-Plastic Response of 3D-Printed Polymer Parts, *Journal of Applied and Computational Mechanics* (2026):1–10.

[6] P.N.B. Reis, L. Távara, M. Muñoz-Reja, M. T. Aranda, F. Nur Ainin, M.D. Azaman, L.M. Ferreira, Multi-scale characterisation of PLA composites with natural-based reinforcements: from filament to 3D-printed parts, artículo en revision para la revista *Polymer Composites* (2026).

[7] Ingeo Biopolymer 3D850 Technical Data Sheet.

[8] M.D. Hayes, D.B. Edwards, A.R. Shah, Fractography basics. In: M.D. Hayes, D.B. Edwards, A.R. Shah (eds.) Fractography in Failure Analysis of Polymers. Plastics Design Library, William Andrew Publishing, Oxford (2015): 48–92.

[9] O. Lampron, A. Lingua, D. Therriault, M. Lévesque, Characterization of the non-isotropic tensile and fracture behavior of unidirectional polylactic acid parts manufactured by material extrusion. *Additive Manufacturing* 61 (2023): 103369.

[10] T. Yao, J. Ye, Z. Deng, K. Zhang, Y. Ma, H. Ouyang, Tensile failure strength and separation angle of FDM 3D printing PLA material: Experimental and theoretical analyses. *Composites Part B: Engineering* 188 (2020): 107894.

[11] M.-H. Hsueh, C.-J. Lai, S.-H. Wang, Y.-S. Zeng, C.-H. Hsieh, C.-Y. Pan, W.-C. Huang, Effect of printing parameters on the thermal and mechanical properties of 3D-printed PLA and PETG, using fused deposition modeling. *Polymers* 13 (2021): 2387.

Caracterización de la Fractura en probetas de PLA impresas en 3D utilizando modelado por deposición fundida (FDM)

Teresa Etxebarria Mardones[1], Laura Moreno-Corrales[2*], Luis Saucedo-Mora[1]

[1]E.T.S. de Ingeniería Aeronáutica y del Espacio, Universidad Politécnica de Madrid, Pza. Cardenal Cisneros, 3, 28040, Madrid, Spain.

[2] Teoría de la Señal y Comunicaciones y Sistemas Telemáticos y Computación, Área de Ingeniería Aeroespacial, Universidad Rey Juan Carlos, Camino del Molino, 5, 28942, Fuenlabrada, Madrid, España.
[*] Persona de contacto: laura.morenoco@urjc.es

RESUMEN

El auge de la fabricación aditiva y de la impresión 3D, asociado al avance continuo de las nuevas tecnologías, ha contribuido a la aparición y al desarrollo de nuevos materiales, así como, a inéditas geometrías que ayudan al progreso en ámbitos tan diversos, como la industria o la medicina, entre otros.

Sin embargo, estudios recientes muestran que los modelos impresos muestran una diferencia significativa en sus propiedades mecánicas al ser comparados con las simulaciones de dichos modelos utilizando el método de elementos finitos (FEM). Esto es debido a que, aunque los procesos de impresión cada día son mejores, hay factores como, por ejemplo, los defectos asociados al proceso de impresión, la orientación utilizada al imprimir o la cantidad de relleno utilizada en la construcción, entre otros, que han de ser tenidos en cuenta para comprender el comportamiento y las propiedades mecánicas de los modelos impresos.

En este trabajo, se ha buscado analizar la importancia en la fractura de una probeta de factores como la orientación de impresión y la cantidad de relleno utilizada para la construcción de la misma. Para ello, se han construido un conjunto de probetas fabricadas en PLA con una infinitésima grieta inicial, buscando no inducir el camino de grieta en la probeta, las cuales han sido sometidas a ensayos de tracción. Dichas probetas han sido impresas con diferentes orientaciones (0º, 30º, 45º, 60º y 90º), además, de utilizarse diferentes cantidades de relleno (50%, 60%, 70%, 80% y 90%), con el objetivo de comprender la importancia de ambos factores en la fractura de los materiales impresos. Las propiedades mecánicas (Módulo de Young, Coeficiente de Poisson y la Resistencia a la Fractura) de cada una de las probetas modeladas han sido determinadas a partir de los ensayos universales de tracción utilizando para ello la correlación digital de imágenes (DIC).

PALABRAS CLAVE: Fabricación Aditiva, Probeta de PLA, Propiedades Mecánicas, Correlación Digital de Imágenes (DIC), Fractura.

ABSTRACT

The rise of additive manufacturing and 3D printing, coupled the continuous advancement of new technologies, had contributed to the emergence and development of new materials, as well as unprecedented geometries that aid progress in fields as diverse as industry and medicine, among others.

However, recent studies show that when printed models exhibit a significant difference in their mechanical properties when compared to simulations of these models using finite element method (FEM). This is because, although printing processes are improving every day, there are factors, such as, the associated defects with the printing process, the orientation used when printing and the amount of infill used in construction, among others, that must be taken into account in order to understand the behaviour and mechanical properties of printed models.

This study aims to analyse the influence of fracture such as printing orientation and the amount of filler used in the construction of a test sample on the fracture of said sample. To this end, a set of test samples made of PLA with an infinitesimal initial crack were constructed, seeking not to induce crack propagation in the sample, and these were the tested for tensile test. These samples were printed with different orientations (0º, 30º, 45º, 60º y 90º), and using a range of fill amounts (50%, 60%, 70%, 80% y 90%), in order to understand the importance of both factors in the fracture of printed materials. The mechanical properties (Young`s modulus, Poisson´s ratio and Fracture resistance) of each modelled samples were determined from universal tensile test using Digital Image Correlation (DIC)

KEYWORDS: Additive manufacturing, PLA samples, Mechanical properties, Digital Image Correlation (DIC), Fracture.

1. INTRODUCCIÓN

Hoy en día, el auge que está experimentando tanto la investigación en nuevos materiales como la aplicación de incipientes tecnologías están cambiando y modificando la manera de entender el mundo actual [1]. Dentro de la amplia gama de estos nuevos materiales, el trabajo que ha sido desarrollado está basado en caracterizar el comportamiento mecánico de los metamateriales [2]. Los metamateriales, también conocidos comúnmente como, "*materiales artificiales",* son materiales que se construyen a partir de la repetición de una celda unidad, denominada patrón, permitiendo obtener mejores propiedades mecánicas, térmicas o acústicas, entre otras, que los materiales naturales [3]. La singularidad de los metamateriales no reside en la composición química de los mismos sino en su configuración geométrica permitiendo diseñar y construir de manera deliberada inéditas estructuras [4,5]. La capacidad para intentar moldear la respuesta de estos materiales (distribución de tensiones, patrones de deformación y disipación de energía) ha contribuido a impulsar avances en la optimización estructural, en la tolerancia al daño y en la absorción de energía, siendo algunos de los mismos [6,7]. La fabricación aditiva juega un papel fundamental en la fabricación de metamateriales [8]. De todas las técnicas existentes de fabricación aditiva en este trabajo se ha seleccionado el modelado por deposición fundida (FDM) la cual permite producir geometrías complejas con mínimo desperdicio de material y control preciso en las propiedades estructurales. Sin embargo, los metamateriales impresos son sensibles a defectología en el proceso de fabricación, como, por ejemplo, porosidad que puede aparecer en el material, mala adhesión interlaminar entre capas, rugosidad superficial, etc., la cual modifica la respuesta real del metamaterial frente a la respuesta ideal o simulada obtenida en programas de métodos de elementos finitos (MEF) [9], además de presentar diferencias mecánicas (anisotropía) en función de la orientación de impresión que debe ser tenida en cuenta para una caracterización correcta del metamaterial [10].

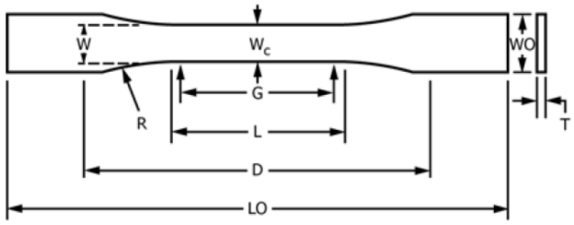
El documento ha sido estructurado en una sección 2, en la cual se expone la metodología experimental, en una sección 3, dónde se muestran los resultados obtenidos en las probetas de PLA ensayadas, y finalmente, en la sección 4, en la cual, se presentan las conclusiones.

2. METODOLOGÍA EXPERIMENTAL

Este proyecto ha sido planificado para llevarlo a cabo en cuatro fases detalladas y explicadas a continuación.

Primera etapa: Diseño de las probetas.

Con el objetivo de garantizar la fiabilidad, así como, la coherencia de los resultados obtenidos en los ensayos mecánicos, todas las muestras de probetas sometidas a ensayos de tracción han sido diseñadas utilizando la norma ASTM D638-14 [11]. En dicha norma, se especifica la geometría y la dimensión de los materiales plásticos sometidos a un ensayo uniaxial, en este caso, de tracción. De los cinco tipos de muestras que se describen en la norma, para este trabajo se han seleccionado las probetas de tipo I, como se muestra en la figura 1, siendo las utilizadas para plásticos rígidos o semirrígidos con un espesor de hasta 7 mm [11]. De las dimensiones de la probeta tipo I, recogidas en la figura 1, se tuvo que modificar el parámetro definido como WO siendo el valor de este, 25mm*. La justificación de modificar dicho parámetro estuvo basada en evitar fallos, que pudieran comprometer los resultados experimentales, en los agarres al someter a las probetas a ensayos de tracción. Dichos fallos habían sido observados en pruebas preliminares. A cada probeta, además, se le indujo una grieta inicial en la zona central de la misma. Esta grieta se caracterizó teniendo en cuenta, por un lado, las limitaciones de fabricación (diámetro de la boquilla y eliminación fiable del elemento soporte), y, por otro lado, las limitaciones mecánicas, buscando no inducir a la probeta la ubicación del fallo, sino permitiendo al material la respuesta natural en relación con la trayectoria de propagación de la grieta. La longitud final de la grieta se estableció en 2 mm mientras que el espesor de esta se fijó en 0,4 mm (superior al diámetro de la boquilla), véase la figura 3. Todas las probetas testadas han sido diseñadas en CATIA [12].



TYPES I, II, III & V

Dimensions	Type I
W—Width of narrow section	13
L—Length of narrow section	57
WO—Width overall, min[1]	19
LO—Length overall, min	165
G—Gage length	50
D—Distance between grips	115
R—Radius of fillet	76
RO—Outer radius (Type IV)	...

[1] Overall widths greater than the minimum indicated are used for some materials in order to avoid breaking in the grips.

Figura 1. Fotografía de las dimensiones de la probeta de norma ASTM D638-14[11].

Segunda etapa: Fabricación de las probetas.

El material utilizado en la fabricación de las probetas ha sido PLA (Ácido Poliláctico). El PLA es un polímero termoplástico derivado de recursos renovables como el almidón de maíz o la caña de azúcar, entre otros. Este polímero es ampliamente utilizado en la impresión 3D debido a su buena estabilidad dimensional, su relativa alta rigidez y su facilidad de procesamiento a bajas temperaturas comprendidas entre 190º y 220º [13], características a ser tenidas en cuenta cuando se busca garantizar la repetibilidad y el acabado superficial con un

mínimo de deformación o contracción. En relación con las propiedades mecánicas del PLA, dicho polímero presenta un módulo de elasticidad de 3,5 GPa, un módulo de cizalladura aproximado de 1,4 GPa y un coeficiente de Poisson en torno al 0,36 [13], indicando que este polímero es un material relativamente rígido y frágil en comparación con otros polímeros comunes, como, el ABS o el PTEG. Para la impresión de las muestras se utilizó una impresora 3D Bambu Lab X1 cuyo principio de funcionamiento se basa en la fabricación por deposición fundida utilizando para ello filamentos de materiales. Además, dicha impresora tiene implementado un sistema cinemático CoreXY, el cual permite un movimiento de alta velocidad con una inercia mecánica reducida contribuyendo a una precisión dimensional constante en las probetas impresas [14]. En relación con los parámetros de impresión utilizados, por una parte, se definieron unos parámetros fijos, estudiados en pruebas de impresión preliminares [15], los cuales se mantuvieron constantes durante todo el proceso de impresión [16], y, por otra parte, se definieron unos parámetros variables. Dichos parámetros variables han permitido evaluar como la modificación de los mismos ha influido en el comportamiento mecánico de las probetas de PLA impresas. Los parámetros bajo estudio en este trabajo han sido: la orientación de impresión de la probeta y la cantidad de relleno de esta. En relación con la orientación de impresión, se refiere al ángulo entre la trayectoria de deposición del filamento y el eje de tracción, es decir, la dirección de aplicación de la carga en el ensayo de tracción. En este trabajo se han seleccionado 5 orientaciones de impresión (0º, 30º, 45º, 60º y 90º), mostradas en la figura 2. Con respecto al segundo parámetro bajo estudio, el porcentaje de relleno de la probeta, parámetro que afecta directamente a la densidad interna y a la rigidez, se realizaron probetas con un porcentaje de relleno (50%, 70%, 80%, 90% y 100%). Siguiendo las directrices de la norma ASTM D638-14, se fabricaron y se testaron un total de cinco muestras por configuración con el objetivo de garantizar la significancia estadística. El número total de probetas testadas fue de 125 (5 orientaciones distintas para 5 tipos de porcentaje de relleno)

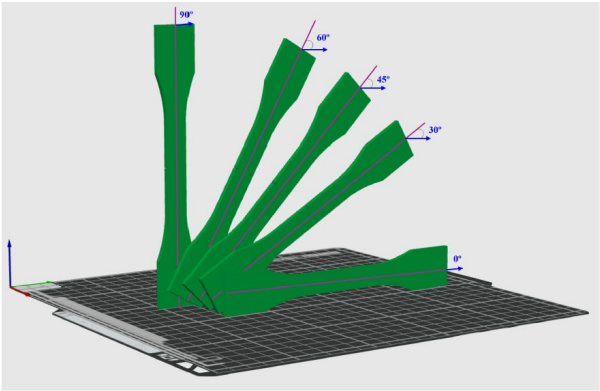


Figura 2. Probeta con diferentes orientaciones [16].

Tercera etapa: Ensayos uniaxiales en las probetas

Una vez finalizado el proceso de fabricación, todas las probetas se sometieron a un proceso de preparación buscando, por una parte, garantizar una sujeción adecuada durante los ensayos de tracción, y, por otra parte, conseguir un seguimiento preciso de la deformación. Para ello, antes de cada ensayo, la superficie de la probeta en contacto con las mordazas (zona de sujeción) se limpió cuidadosamente, y posteriormente, se le aplicó un adhesivo fuerte compatible con los plásticos que permitiera la correcta adhesión entre la probeta y un papel de lija, aumentándose la fricción en la zona de sujeción, y, consiguiéndose así un agarre adecuado durante el ensayo uniaxial de tracción sin comprometer la validez de los resultados obtenidos, véase la figura 3.

Figura 3. Probeta preparada para el ensayo [16].

Para que la correcta adquisición de datos pudiera ser utilizada con posterioridad con técnicas de Correlación Digital de Imágenes, DIC [18, 19], con el objetivo de poder determinar el coeficiente de Poisson, cada pieza fue delimitada en una región de interés consiguiendo que dicha región permaneciera dentro del campo de visión de la cámara durante todo el ensayo de tracción. Posteriormente, se añadieron dos puntos de referencia central ubicados en el punto medio de la longitud de calibración para utilizarlos cómo puntos estables para la alineación durante el análisis. Finalmente, para facilitar el cálculo del coeficiente de Poisson se dibujaron dos líneas horizontales simétricas con respecto a la marca central (separación entre ambas líneas 13 mm) sirviendo como marcadores de referencia para convertir los desplazamientos basados en pixeles en valores milimétricos tras el análisis DIC. El último paso de este proceso fue cubrir toda la zona bajo estudio por un patrón aleatorio de puntos de tinta (rotuladores permanentes) proporcionando la textura necesaria para que el software tuviera la capacidad de rastrear con precisión las deformaciones superficiales de cada probeta. La figura 4 muestra una representación final de la probeta antes del someterla al ensayo. Todos los ensayos se realizaron en una máquina de ensayos universal Microtest SCM3000 95 [17] siguiendo el procedimiento establecido en la norma ASTM D638-14 para la caracterización mecánica de plásticos. En este ensayo, se ha empleado una configuración de control por desplazamiento con una

velocidad constante del cabezal en la dirección uniaxial (ensayo de tracción) de 5 mm/min, siendo dicha velocidad adecuada para muestras rígidas y semirrígidas tipo I, cumpliendo, con los criterios de sincronización especificados en la norma ASTM D638-14.

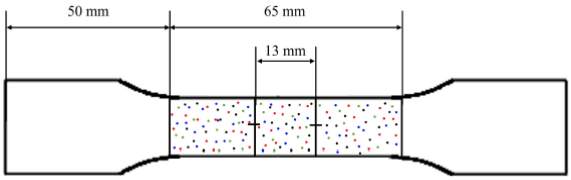


Figura 4. Probeta preparada para DIC [16].

Cuarta etapa: Postproceso de los datos obtenidos (DIC).

Para el posprocesamiento de los resultados, se utilizaron dos fuentes de datos complementarias: los valores obtenidos de fuerza y desplazamiento de la máquina universal de ensayos y los vídeos de alta velocidad grabados durante las pruebas. Los primeros datos permitieron obtener información global de la curva carga-desplazamiento permitiendo determinar el módulo de elasticidad para cada probeta testada, mientras que el segundo conjunto de datos se utilizó para la extracción de datos del campo de desplazamientos completos mediante la aplicación de técnicas de Correlación Digital de Imágenes (DIC) [18,19] permitiendo determinar el coeficiente de Poisson, entre otros parámetros. En [16] se muestra de manera detallada la aplicación de las técnicas de DIC utilizadas en este trabajo.

3. RESULTADOS

En esta sección, se presentan los resultados obtenidos en los ensayos realizados. Dichos resultados muestran que tanto la orientación de la impresión como la densidad del relleno utilizado son factores que afectan a las propiedades mecánicas de los materiales impresos. La comparación de los resultados obtenidos para las diferentes configuraciones ha permitido extraer conclusiones acerca de la fiabilidad estructural de los materiales construidos en PLA e impresos en 3D. Los resultados mostrados en la figura 5, 6, 7, 8 y 9 son los resultados de las probetas construidas con un porcentaje de relleno del 80% (Indicado en las gráficas por 80p) y con diferente orientación (0g, 30g, 45g, 60g, 90g). Cada color de la gráfica indica el comportamiento de cada una de las 5 probetas con el mismo porcentaje de relleno y la misma orientación (80p_0g_1, 80p_0g_2, 80p_0g_3, 80p_0g_4, 80p_0g_5). El resto de las curvas de tensión-deformación manteniendo la orientación de impresión y modificando el porcentaje de relleno se muestran en [16]. A tenor de los resultados obtenidos en la figura 5 se puede observar que las probetas impresas con ángulo 0º presentan una mayor rigidez y resistencia. Sus curvas de tensión-deformación muestran una región elástica relativamente larga, seguida de una reducción gradual de la tensión, indicando un comportamiento dúctil con daño progresivo. Además, muestran un pico suave y una lenta disminución de la tensión, sin caídas abruptas, indicando una importante absorción de energía antes del fallo. Si se analizan las curvas obtenidas con una orientación de impresión de 30º, véase la figura 6, las curvas comienzan a mostrar una modesta reducción de la rigidez y la tensión máxima en comparación con la orientación de impresión 0º. La pendiente posterior al pico es ligeramente más pronunciada, pero el fallo aún ocurre de forma relativamente progresiva, con una notable etapa de deformación previa a la fractura. Sin embargo, las probetas con una orientación de 45º, se muestra en la figura 7, presentan una caída más abrupta después de alcanzar la tensión máxima, indicando un fallo predominantemente frágil. Aunque la región elástica permanece bien definida, la pérdida repentina de capacidad de carga sugiere un proceso de fractura más inestable, con una contribución limitada de la deformación plástica. Esto marca un punto de transición significativo en el comportamiento general, ya que la respuesta mecánica cambia de dúctil a frágil. El cambio más drástico se observa con una orientación de la probeta de 60º y 90º (Véase figuras 8 y 9) donde las curvas muestran un perfil frágil pronunciado, al producirse el fallo poco después de alcanzar la tensión máxima. Esto es debido a que la carga ya no se transmite eficazmente a lo largo del material debido a una mala alineación entre el eje de aplicación de la carga y las trayectorias de los filamentos impresos. La fractura se produce principalmente en las regiones interfaciales, donde la adhesión entre las capas impresas es más débil. Este comportamiento es consistente con un mecanismo de fallo dominado por la separación entre capas, con una contribución limitada de la deformación plástica, o la fluencia microestructural.

En todas las probetas testadas, se ha observado que la influencia de la orientación de la impresión es más significativa que la densidad de relleno de la misma. Aunque los datos experimentales muestran que las densidades de relleno más elevadas llevan asociados una mayor rigidez y tensión máxima, se ha podido observar que la forma cualitativa de la curva está determinada principalmente por la orientación. Analizando la energía absorbida hasta el fallo, determinada a partir del área bajo la curva, muestran que las muestras impresas a 0º y 30º presentan una mayor absorción de energía debido a la deformación progresiva, mientras que las impresas a 60º y 90º disipan significativamente menos energía antes de fallar catastróficamente.

Los resultados obtenidos en este trabajo también permitieron determinar el módulo de elasticidad y el coeficiente de Poisson. Con relación al módulo de elasticidad, se pudo observar que la orientación de la impresión tiene una fuerte influencia en el módulo elástico, especialmente con niveles de rellenos más altos. Con respecto al coeficiente de Poisson, el cual se obtuvo utilizando DIC, los resultados mostraron una variabilidad notable en función de la orientación de impresión y del porcentaje de relleno. Sólo para los casos de densidad de

relleno del 80% y del 90% los valores se mantuvieron dentro de un rango realista para PLA, reduciendo la variabilidad entre muestras. Todos los resultados obtenidos están recogidos en [16].

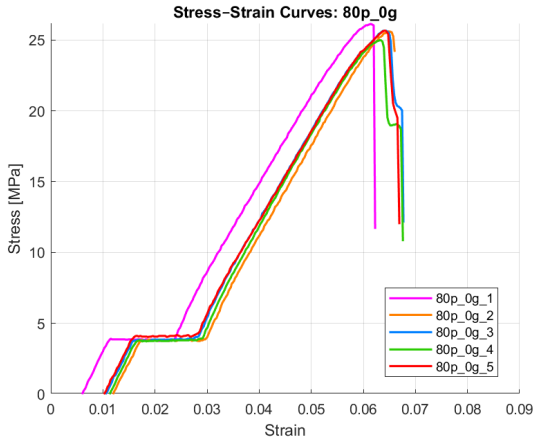


Figura 5. Curva tensión-deformación para una probeta con orientación 0º y un porcentaje de relleno del 80%.

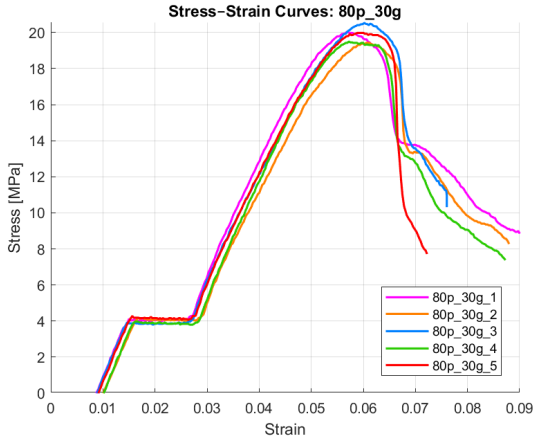


Figura 6. Curva tensión-deformación para una probeta con orientación 30º y un porcentaje de relleno del 80%.

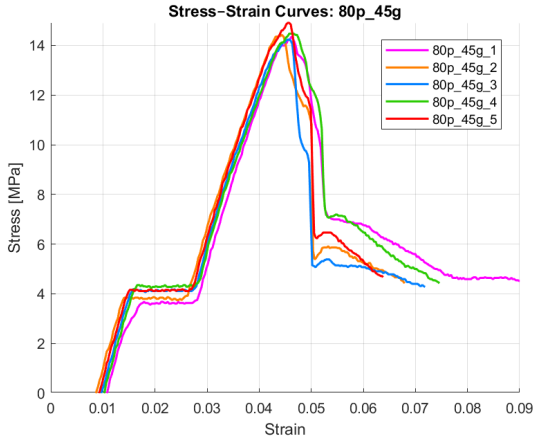


Figura 7. Curva tensión-deformación para una probeta con orientación 45º y un porcentaje de relleno del 80%.

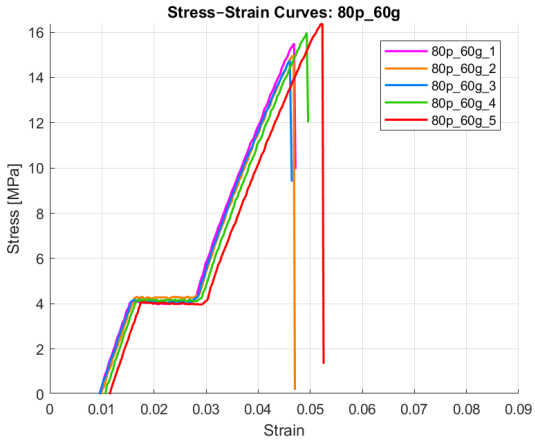


Figura 8. Curva tensión-deformación para una probeta con orientación 60º y un porcentaje de relleno del 80%.

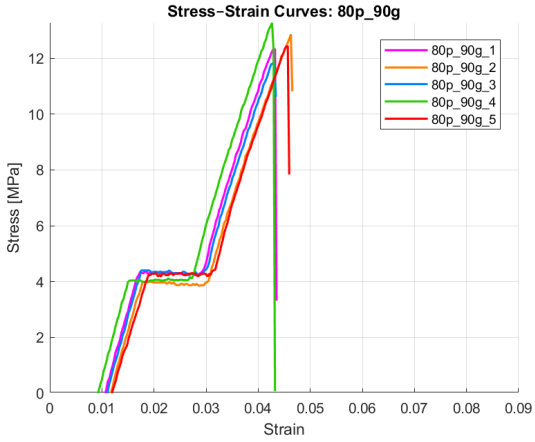


Figura 9. Curva tensión-deformación para una probeta con orientación 90º y un porcentaje de relleno del 80%.

4. CONCLUSIONES

En este trabajo, se ha buscado analizar y comprender como factores, como la orientación seleccionada durante el proceso de impresión, así como el relleno utilizado para construir una probeta, son factores determinantes para una correcta caracterización mecánica del material impreso. Para llevar a cabo este trabajo, se diseñaron y se fabricaron mediante modelado por deposición fundida (FDM) un conjunto de probetas estandarizadas con una grieta infinitesimal inducida inicialmente. La utilización tanto de la correlación digital de imágenes como de los scripts personalizados en MATLAB han permitido un posprocesamiento exhaustivo de los datos obtenidos en los ensayos uniaxial de tracción permitiendo una comparación entre 25 configuraciones de probetas impresas diferentes (orientación y porcentaje de relleno).

Con relación a la importancia de la orientación utilizada en la impresión, se puede concluir a tenor de los resultados obtenidos que seleccionar una correcta

orientación es un factor muy importante a tener en cuenta para imprimir el material. Los resultados obtenidos muestran que las probetas impresas con ángulo 0º muestran un comportamiento dúctil mientras que aquellas impresas con ángulo 90º muestran por el contrario un comportamiento frágil debido a una mala adhesión entre las capas impresas de la probeta. Las probetas fabricadas con orientaciones intermedias, como, por ejemplo 45º, han mostrado un comportamiento mixto frente a la fractura del material.

Con respecto a la importancia de la densidad de relleno de una probeta, los resultados muestran que aumentar la densidad de relleno provoca, en general, una mejora tanto de la rigidez como de la resistencia a la fractura. Sin embargo, los resultados obtenidos también indican que aquellas probetas diseñadas con un relleno del 90%, o mayor, no siempre han mejorado el rendimiento mecánico de la misma, en contraposición, del aumento considerable del tiempo de impresión. Esto puede ser debido a la aparición durante el proceso de impresión tanto de defectos como de tensiones internas. Los resultados muestran que fabricar una probeta con una densidad de relleno del 80% optimizan tanto la rigidez como la tenacidad a la fractura de la misma [16].

REFERENCIAS

[1] T. J. Horn, & O. L. Harrysson. Overview of current additive manufacturing technologies and selected applications. *Science progress*, *95*(3), 255-282 (2012).

[2] Y. Liu, & X. Zhang. Metamaterials: a new frontier of science and technology. *Chemical Society Reviews*, *40*(5), 2494-2507 (2011).

[3] A. Ali, A. Mitra, & B. Aïssa. Metamaterials and metasurfaces: A review from the perspectives of materials, mechanisms and advanced metadevices. *Nanomaterials*, *12*(6), 1027 (2022).

[4] X. Yu, J. Zhou, H. Liang, Z. Jiang, & L. Wu. Mechanical metamaterials associated with stiffness, rigidity and compressibility: A brief review. *Progress in Materials Science*, *94*, 114-173 (2018).

[5] R. Craster, S. Guenneau, M. Kadic & M. Wegener. Mechanical metamaterials. *Reports on Progress in Physics*, *86*(9), 094501 (2023).

[6] P. Jiao, J. Mueller, J. R. Raney, X. Zheng & A. H. Alavi. Mechanical metamaterials and beyond. *Nature communications*, *14*(1), 6004 (2023).

[7] S. Yuan, C. K. Chua & K. Zhou. 3D-printed mechanical metamaterials with high energy absorption. *Advanced Materials Technologies*, *4*(3), 1800419 (2019).

[8] M. Askari, D. A. Hutchins, P. J. Thomas, L. Astolfi, R. L. Watson, M. Abdi, & A. T. Clare. Additive manufacturing of metamaterials: A review. *Additive Manufacturing*, *36*, 101562 (2020).

[9] G. Vera-Rodríguez, L. Moreno-Corrales, I. Marín-González, D. Barba, F. J. Montáns & M. A. Sanz-Gómez (2024). Incorporation of defects in finite elements to model effective mechanical properties of metamaterial cells printed by selective Laser melting. *Sustainability*, *16*(3), 1167 (2024).

[10] C. R., García, J. Correa, D. Espalin, J. H. Barton, R. C. Rumpf, R. Wicker & V. González. 3D printing of anisotropic metamaterials. *Progress in Electromagnetics Research Letters*, *34*, 75-82 (2012).

[11] A. International, *Standard test method for tensile properties of plastics*.

[12] Dassault Systèmes. (2025). *CATIA*. [Software de computadora]. www.3ds.com

[13] N. Layeb, N. Barhoumi, I. Oldal, & I. Keppler, I. Improving the strength properties of PLA acetabular liners by optimizing FDM 3D printing: Taguchi approach and finite element analysis validation. *The International Journal of Advanced ManufacturingTechnology*, *137*(5), 2649-2664 (2025)

[14] Bambu Lab, X1 carbon - technical specifications, 2024. [Online]. https://www.bambulab.com/en/x1.

[15] M. S. Villanueva, Optimización de metamateriales con simulación mef para geometrías celulares en diseños de impresión 3d, Trabajo Fin de Grado, 2024, Universidad Politécnica de Madrid, Escuela Técnica Superior de Ingeniería Aeronáutica y del Espacio.

[16] T. Etxebarria, Fracture Characterization of 3D-Printed PLA Metamaterials, Trabajo Fin de Grado, 2025, Universidad Politécnica de Madrid, Escuela Técnica Superior de Ingeniería Aeronáutica y del Espacio.

[17] Microtest, Microtest scm3000 95 user manual, 2015. [Online]. https://www.microtest.com/manuals/scm3000.

[18] L. Saucedo-Mora, Correction of the Spurious Strains and Displacements Caused by Out of Plane Movements in Digital Image Correlation (DIC) with a Single Camera. *Journal of Nondestructive Evaluation*, *36*(3), 50 (2017).

[19] S. Guessasma, H. Nouri, & S. Belhabib, (2022). Digital image correlation and finite element computation to reveal mechanical anisotropy in 3D printing of polymers. *Materials*, *15*(23), 8382 (2022).

EFECTO DEL ENVEJECIMIENTO EN LA RESPUESTA A IMPACTO DE BAJA VELOCIDAD DE COMPOSITES DE FIBRA CONTÍNUA IMPRESOS EN 3D

L.M. Ferreira[1*], M.T. Aranda[1], M.M. Muñoz-Reja[1], L. Távara[1]

[1] Escuela Politécnica Superior, Universidad de Sevilla, C/ Virgen de África 7, 41011 Sevilla-España
[*] Persona de contacto: lmarques@us.es

RESUMEN

El objetivo de este estudio es analizar el comportamiento frente a impacto a baja velocidad de materiales compuestos reforzados con fibra continua de carbono fabricados mediante impresión 3D, así como evaluar la influencia del envejecimiento en sus propiedades de impacto y en el daño visible asociado. Este análisis resulta relevante para comprender el comportamiento a largo plazo y la durabilidad de estos materiales en aplicaciones donde la resistencia al impacto es un factor crítico. Se realizaron ensayos de impacto a baja velocidad sobre probetas envejecidas durante 1, 7, 15 y 30 días. Las dimensiones y la secuencia apilado se definieron de acuerdo con las recomendaciones de la norma ASTM D7136/D7136M. Los resultados muestran una ligera reducción de la respuesta elástica inicial a medida que avanza el envejecimiento. Además, la severidad del daño visible presenta variaciones significativas con el tiempo de envejecimiento. De forma destacable, las probetas con mayor envejecimiento muestran menor daño visible, pero también una menor capacidad de absorción de energía durante el impacto.

PALABRAS CLAVE: Impresión 3D, Composites, Envejecimiento, Impacto de baja velocidad

ABSTRACT

This research aims to analyse the low-velocity impact performance of 3D printed continuous carbon fibre-reinforced composites manufactured by means of fused deposition modelling. Additionally, the study investigates the effect of ageing on the impact performance of the printed material. This assessment holds significant importance for understanding the long-term behaviour and durability of these materials, facilitating informed design and engineering decisions in applications where impact resistance is crucial. The low-velocity impact tests are carried out on specimens aged for 1, 7, 15, and 30 days, using an instrumented drop-weight testing machine. The dimensions and layup sequence of the composite specimens were meticulously designed in accordance with the recommendations outlined in the ASTM D7136/D7136M standard for unidirectional composite tapes. Results reveal a slightly reduction in the initial elastic part with age.

KEYWORDS: 3D printing, composites, ageing, low-velocity impact

1. INTRODUCCIÓN

Las tecnologías de fabricación aditiva (FA) han experimentado un crecimiento notable tanto en el ámbito científico como industrial debido a su capacidad para producir geometrías complejas a costes relativamente bajos. Entre sus principales ventajas se encuentra la posibilidad de integrar rigidizadores, rebajes o regiones con curvatura variable [1]. Dentro de estas tecnologías, la fabricación capa a capa se ha consolidado como uno de los métodos más utilizados, tanto en prototipado como en la producción de componentes estructurales.

El desarrollo reciente de los materiales compuestos ha ampliado su aplicación en estructuras ligeras con requisitos exigentes de seguridad y fiabilidad. No obstante, aún persisten aspectos que requieren investigación adicional, especialmente en relación con la sostenibilidad y reciclabilidad de los materiales empleados. En este contexto, los filamentos termoplásticos utilizados en FA están adquiriendo relevancia en estrategias de reciclaje. Tian et al. [2] propusieron una técnica de modelado por deposición fundida (FDM) basada en el reciclaje de PLA reforzado con fibra continua de carbono, observando mejoras en la resistencia a tracción y flexión. Asimismo, existe un interés creciente por refuerzos de origen natural. Ahmad et al. [3] analizaron filamentos de ABS reforzados con fibra de palma aceitera fabricados mediante FDM, reportando incrementos de rigidez y resistencia con el aumento de la fracción en peso de refuerzo.

Las propiedades mecánicas de los polímeros procesados por FA pueden mejorarse mediante refuerzos particulados [4], fibras cortas [5] o fibras continuas [6]. Entre ellos, las fibras continuas se consideran la solución más eficaz para maximizar las prestaciones de la matriz termoplástica, como se evidencia en [7,8]. Tian et al. [9] estudiaron la influencia de la temperatura y la presión en la adhesión entre capas, mientras que el empleo de filamentos con fibra continua permite adaptar la orientación del refuerzo a requisitos de diseño específicos [10]. Iragi et al. [11] investigaron las propiedades de fractura interlaminar e intralaminar de poliamidas reforzadas con fibra continua de carbono. Sin embargo, la complejidad geométrica de las piezas impresas, especialmente en zonas con concentraciones de tensión, puede limitar su aplicación [12]. En estos casos, los polímeros reforzados con fibras cortas constituyen una alternativa intermedia con prestaciones superiores a

las matrices sin refuerzo [13]. Diversos estudios han evaluado su comportamiento a tracción, flexión e impacto [14,15], así como la influencia de parámetros de proceso como la posición de la cama o el porcentaje de relleno [16]. Más recientemente, se ha confirmado el carácter anisótropo de compuestos de poliamida reforzada con fibras cortas de carbono fabricados por FA [17].

Un factor relevante en FA es el envejecimiento asociado al comportamiento higrotérmico de los polímeros. La influencia de la humedad sobre el impacto de compuestos reforzados con fibras naturales se analizó en [18]. Chabaud et al. [19] evaluaron distintos niveles de humedad relativa (9–98%) en compuestos impresos reforzados con fibras continuas de carbono y vidrio, evidenciando efectos significativos. Resultados similares se reportaron en [20–22]. El envejecimiento térmico también ha sido objeto de estudio en estructuras sándwich impresas en 3D [23], así como los mecanismos higrotérmicos asociados a nanofibras de carbono en laminados epoxi reforzados con lino [24].

El daño por impacto en materiales compuestos ha sido ampliamente investigado en sistemas tradicionales y continúa representando un reto relevante [25,26]. Durante su vida en servicio, muchas estructuras compuestas están expuestas a impactos de baja o alta velocidad, como ocurre en aplicaciones aeronáuticas o en palas de aerogeneradores [27,28]. En impactos de baja velocidad, la capacidad de absorción de energía depende de mecanismos internos como la fisuración de la matriz, la delaminación y la rotura de fibras [29,30]. Sin embargo, los estudios centrados específicamente en compuestos impresos en 3D siguen siendo limitados. Papa et al. [31] analizaron el impacto a baja velocidad en probetas que combinaban nylon, Onyx® y refuerzo de fibra de vidrio, aplicando además técnicas de evaluación no destructiva. Por su parte, Caminero et al. [32] evaluaron la resistencia al impacto mediante ensayos Charpy en compuestos termoplásticos reforzados con fibra continua, observando mejor comportamiento para la fibra de vidrio y una respuesta más frágil en el caso de la fibra de carbono.

En este contexto, el presente trabajo evalúa la influencia del envejecimiento en la respuesta a impacto de baja velocidad de compuestos impresos en 3D reforzados con fibra continua de carbono mediante FDM. El estudio se centra en analizar la evolución de las propiedades frente a impacto de las probetas sometidas a distintos tiempos de envejecimiento en condiciones ambientales estándar.

2. DISEÑO Y IMPRESIÓN DE PROBETAS

La figura 1 muestra el esquema de las probetas utilizadas en este estudio. Las probetas se fabricaron mediante FDM conforme a la norma ASTM D7136/D7136M [33], manteniendo las dimensiones globales: longitud (l) = 150 mm, anchura (a) = 100 mm y espesor (e) = 2.11 ± 0.03 mm.

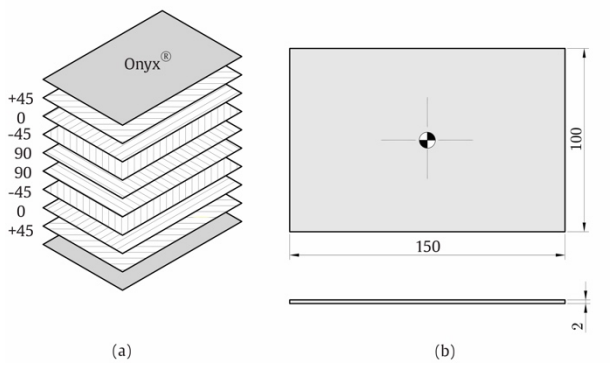


Figura 1. Probetas ensayadas: (a) secuencia de apilamiento; (b) dimensiones.

Se emplearon dos tipos de filamento: nylon reforzado con fibras cortas de carbono (Onyx®) y polímero reforzado con fibra de carbono continua (CFRP), ambos con diámetro de 1.75 mm. La secuencia de apilamiento de las capas reforzadas fue [45/0/−45/90]s. Las capas superior e inferior se imprimieron en Onyx® con una secuencia 45/−45/45/−45. Las propiedades mecánicas proporcionadas por Markforged® y [34] para el Onyx® son: módulo elástico E=2.4 GPa y coeficiente de Poisson ν = 0.34. Para el material reforzado con fibra de carbono continua se consideraron: E = 60 GPa y ν = 0.46.

Los parámetros de impresión se configuraron mediante el software de laminado Eiger®. Cada probeta consta de 8 capas con un espesor de capa de 0.125 mm y patrón de relleno sólido. Se emplearon al menos 4 capas de Onyx® en las superficies superior e inferior para asegurar la calidad superficial. Las temperaturas de boquilla se fijaron en 265 °C para Onyx® y 255 °C para la fibra de carbono. El tiempo de fabricación por probeta fue aproximadamente 5 h.

Se ensayaron 20 probetas, distribuidas en grupos de cinco por condición. Los periodos de envejecimiento considerados fueron 1, 7, 15 y 30 días ± 1 día. Las muestras se envejecieron en condiciones ambientales naturales (aire atmosférico y temperatura ambiente).

3. ENSAYO DE IMPACTO

Los ensayos de impacto a baja velocidad se realizaron con la máquina IMATEK-IM10. La energía de impacto se controló mediante la altura de caída y la masa del impactor hemisférico (diámetro = 10 mm; masa = 2820 g). La fuerza de impacto se registró mediante una célula de carga piezoeléctrica situada detrás del impactor, mientras que la velocidad se determinó con un detector láser/fotodiodo. A partir de estos datos, el software calculó el desplazamiento de la placa mediante la integración de la velocidad v(t). La energía de impacto se obtuvo de la energía cinética del impactor. La configuración empleada proporcionó una energía de 5.2 ± 0.1 J y una velocidad de impacto de 1.92 m/s.

La curva fuerza-tiempo mostrada en la figura 2 representa la respuesta típica a impacto a baja velocidad, donde se observan oscilaciones asociadas a las

vibraciones del sistema. La fuerza aumenta hasta alcanzar el valor máximo F_{max} y posteriormente decrece. El tiempo de contacto (t_c) se definió como el intervalo entre el instante inicial de contacto impactor-probeta (t_i) y el instante final (t_f), obtenido a partir de la curva fuerza-tiempo.

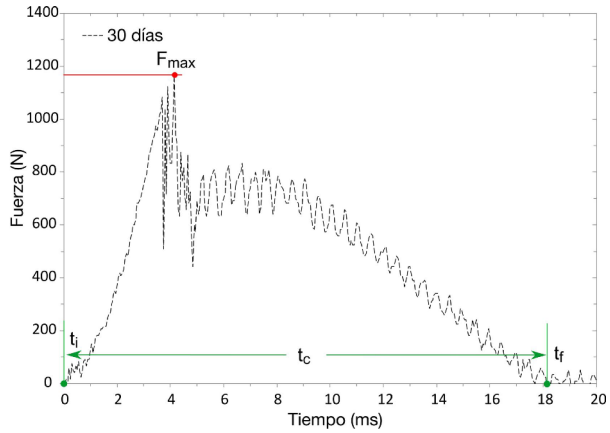


Figura 2. Respuesta fuerza-tiempo representativa para probetas impactadas con un periodo de envejecimiento de 30 días.

La curva fuerza-desplazamiento permite determinar la rigidez a flexión por impacto (IBS) de las probetas. La IBS se calculó como la pendiente de la rama ascendente de la curva (figura 3) y se empleó como indicador de la resistencia al daño por impacto a baja velocidad [26,35,36]. En dicha figura se aprecia una caída brusca de la fuerza cerca de F_{max}, indicativa de daño significativo.

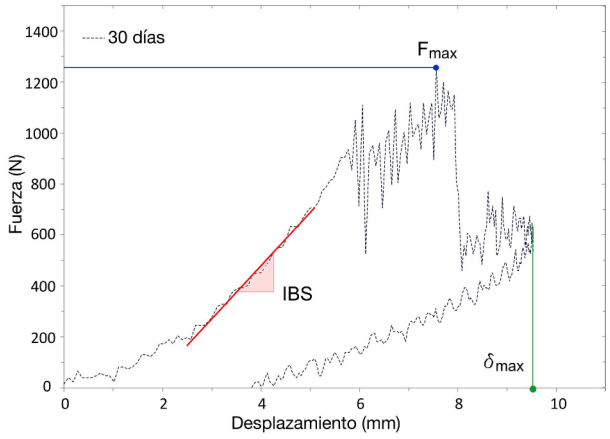


Figura 3. Respuesta fuerza-desplazamiento representativa para probetas impactadas con un periodo de envejecimiento de 30 días.

La figura 4 muestra la respuesta energía-tiempo para una probeta ensayada a 5.2 J tras 30 días de envejecimiento. La energía máxima E_{max} coincide con el instante de fuerza máxima. Posteriormente, la energía disminuye debido a la pérdida de contacto entre impactor y probeta. La energía post-pico Eabs representa la energía absorbida por la probeta mediante mecanismos de daño. La diferencia entre E_{max} y E_{abs} corresponde a la energía elástica E_e asociada al rebote del impactor, cumpliéndose que $E_{max} = E_{abs} + E_e$.

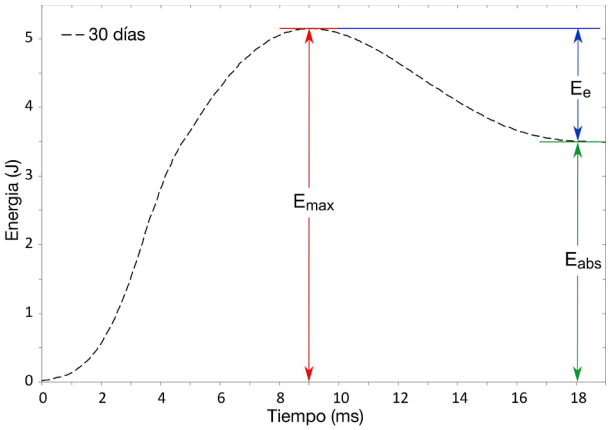


Figura 4. Respuesta energía-tiempo representativas para probetas impactadas con un periodo de envejecimiento de 30 días.

4. RESULTADOS

Las tablas 1 y 2 resumen los valores máximos de fuerza, desplazamiento, tiempo de contacto, energía absorbida e IBS, complementando las representaciones gráficas y facilitando la comparación entre periodos de envejecimiento.

Tabla 1. Valores medios ± desviación estándar para 1 y 7 días de envejecimiento.

Propiedad	1 día	7 días
F_{max} [N]	1246±123	1319±215
δ_{max} [mm]	10.43±1.22	9.65±0.33
t_c [ms]	16.80±0.79	17.79±1.33
E_{abs} [J]	4.82±0.27	4.70±0.12
IBS [N/mm]	161.9±1.4	160.2±5.8

Tabla 2. Valores medios ± desviación estándar para 15 y 30 días de envejecimiento.

Propiedad	15 días	30 días
F_{max} [N]	1300±117	1249±67
δ_{max} [mm]	9.09±0.47	9.72±0.37
t_c [ms]	16.46±2.02	18.11±0.45
E_{abs} [J]	3.85±0.13	3.58±0.22
IBS [N/mm]	152.9±4.7	146.1±0.7

Los valores de desplazamiento máximo y fuerza máxima (figuras 5 y 6) presentan ligeras fluctuaciones sin mostrar tendencias claras asociadas al envejecimiento. La dispersión observada se mantiene dentro del rango experimental habitual para este tipo de ensayos. Las unidades de F_{max} fueron corregidas conforme a [37].

Los valores medios de IBS para 1 y 7 días son comparables. Sin embargo, se observa una disminución

progresiva para 15 y 30 días, con reducciones aproximadas del 5.9% y 9.7%, respectivamente, respecto al estado de 1 día. Aunque la rigidez del laminado está dominada por las fibras de refuerzo, el envejecimiento afecta a la IBS global, especialmente para tiempos superiores a 7 días.

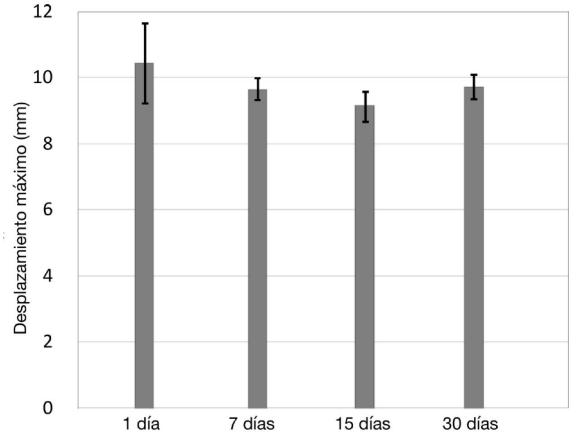


Figura 5. Comparación del efecto del envejecimiento en los historiales de desplazamiento máximo.

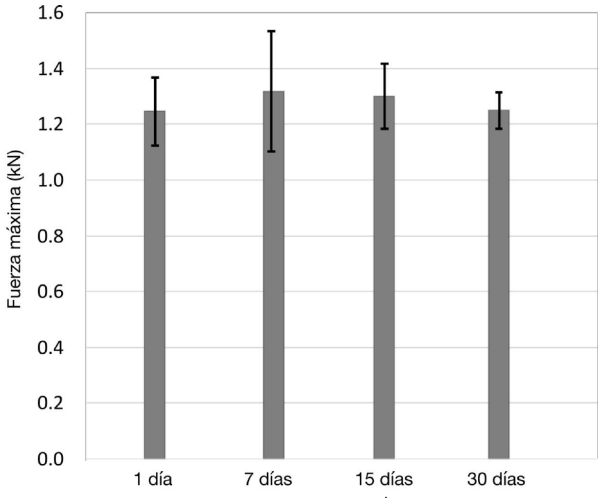


Figura 6. Comparación del efecto del envejecimiento en los historiales de fuerza máxima.

Los historiales de energía máxima (figura 7) y los datos de las Tablas 1 y 2 respaldan esta tendencia. Dado que la severidad del daño aumenta con la energía absorbida [26], el análisis energético indica que las probetas envejecidas 1 y 7 días absorbieron aproximadamente el 93% y 91% de la energía de impacto, respectivamente, mientras que las envejecidas 15 y 30 días absorbieron alrededor del 75% y 69%.

Estos resultados son coherentes con la inspección visual, que muestra una reducción de la severidad del daño al aumentar el tiempo de envejecimiento.

En materiales compuestos, el daño corresponde a procesos irreversibles de disipación de energía asociados a su naturaleza heterogénea y a la presencia de interfaces. Entre los mecanismos típicos se incluyen despegue fibra-matriz, delaminación, fibre bridging y fisuración de la matriz. La disminución de la energía absorbida con el envejecimiento indica que una menor fracción de la energía de impacto se disipa mediante estos mecanismos.

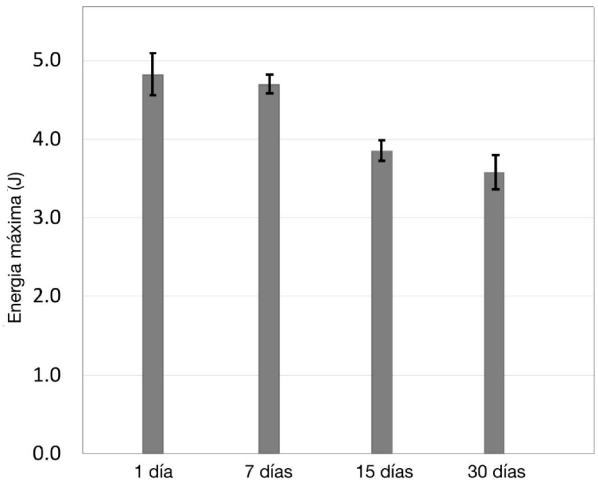


Figura 7. Comparación del efecto del envejecimiento en los historiales de energía máxima.

En consecuencia, las probetas más envejecidas muestran menor deformación inducida por impacto y menor severidad de daño. No obstante, la fuerza máxima, el desplazamiento máximo y el tiempo de contacto permanecen prácticamente invariables, lo que indica que el envejecimiento afecta principalmente a la capacidad de absorción de energía sin modificar de forma significativa la respuesta elástica global.

5. CONCLUSIONES

Se evaluó la influencia del envejecimiento a temperatura ambiente (1, 7, 15 y 30 días) en la respuesta a impacto a baja velocidad de compuestos impresos en 3D reforzados con fibra de carbono continua mediante modelado por deposición fundida, utilizando probetas conforme a ASTM D7136/D7136M.

Los resultados muestran que la respuesta global hasta la fuerza máxima es similar para todos los periodos de envejecimiento. No obstante, se observa una reducción de la rigidez a flexión por impacto (IBS) con el tiempo, más acusada en las probetas envejecidas 15 y 30 días. Asimismo, la energía absorbida disminuye con el envejecimiento, lo que indica una menor disipación de energía asociada a mecanismos de daño durante el impacto.

En conjunto, el envejecimiento influye principalmente en la capacidad de absorción de energía y en la IBS, mientras que la fuerza máxima, el desplazamiento máximo y el tiempo de contacto apenas se ven afectados. Estos resultados son relevantes para la evaluación del comportamiento a impacto y la durabilidad de compuestos impresos en 3D reforzados con fibra de carbono continua.

AGRADECIMIENTOS

Este estudio fue parcialmente financiado por la Junta de Andalucía y el Fondo Social Europeo (P20-00595), y por el Ministerio de Ciencia e Innovación y el Fondo Europeo de Desarrollo Regional (PID2020-117001GB-I00, TED2021-131649B-I00, PID2021-123325OB-I00, PID2024-1574710B-I00).

REFERENCIAS

[1] A. Nazir, O. Gokcekaya, K.Md.M. Billah, O. Ertugru, J. Jiang, J. Sun, S. Hussain, Multimaterial additive manufacturing: a systematic review of design, properties, applications, challenges, and 3D printing of materials and cellular metamaterials, *Materials & Design* 226 (2023): 111661.

[2] X. Tian, T. Liu, Q. Wang, A. Dilmurat, L. Dichen, G. Ziegmann, Recycling and remanufacturing of 3D printed continuous carbon fiber reinforced PLA composites, *Journal of Cleaner Production* 142 (2017): 1609-1618.

[3] M.N. Ahmad, M.R. Ishak, M.M. Taha, F. Mustapha, Z. Leman, Investigation of ABS–oil palm fiber (Elaeis guineensis) composites filament as feedstock for fused deposition modeling, *Rapid Prototyping Journal* 29(5) (2023): 897-909.

[4] G. Griffini, M. Invernizzi, M. Levi, G. Natale, G. Postiglione, S. Turri, 3D-printable CFR polymer composites with dual-cure sequential IPNs, *Polymer* 91 (2016): 174-179.

[5] J. Reverte, M. Caminero, J. Chacon, E. García-Plaza, P. Lopez, J.-P. Bécar, Mechanical and geometric performance of PLA-based polymer composites processed by the fused filament fabrication additive manufacturing technique, *Materials* 13(8) (2020): 1924.

[6] P. Zhuo, S. Li, I.A. Ashcroft, I.A. Jones, Continuous fibre composite 3D printing with pultruded carbon/PA6 commingled fibres: processing and mechanical properties, *Composites Science and Technology* 221 (2022): 109341.

[7] G.W. Melenka, B.K.O. Cheung, J.S. Schofield, M.R. Dawson, J.P. Carey, Evaluation and prediction of the tensile properties of continuous fibre-reinforced composites, *Composite Structures* 153 (2016): 866-875.

[8] F. Ning, W. Cong, Y. Hu, H. Wang, Additive manufacturing of carbon fiber-reinforced plastic composites using fused deposition modeling: effects of process parameters on tensile properties, *Journal of Composite Materials* 51(4) (2017): 451-462.

[9] X. Tian, T. Liu, C. Yang, Q. Wang, D. Li, Interface and performance of 3D printed continuous carbon fiber reinforced PLA composites, *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* 88 (2016): 198-205.

[10] M.T. Aranda, J. Reinoso, I.G. García, On different 3D printing methods and fracture performance in DCB composite specimens including structured interfaces, *Theoretical and Applied Fracture Mechanics* 122 (2022): 103552.

[11] M. Iragi, C. Pascual-Gonzalez, A. Esnaola, C.S. Lopes, L. Aretxabaleta, Ply and interlaminar behaviours of 3D printed continuous carbon fibre-reinforced thermoplastic laminates: effects of processing conditions and microstructure, *Additive Manufacturing* 30 (2019): 100884.

[12] J. Plocher, J. Wioland, A.S. Panesar, Additive manufacturing with fibre reinforcement: design guidelines and investigation into the influence of infill patterns, *Rapid Prototyping Journal* 28(7) (2022): 1241-1259.

[13] R.T.L. Ferreira, I.C. Amatte, T.A. Dutra, D. Burger, Experimental characterization and micrography of 3D printed PLA and PLA reinforced with short carbon fibers, *Composites Part B: Engineering* 124 (2017): 88-100.

[14] H. Junaedi, M. Baig, A. Dawood, E. Albahkali, A. Almajid, Mechanical and physical properties of short carbon fiber and nanofiller-reinforced polypropylene hybrid nanocomposites, *Polymers* 12 (2020): 2851.

[15] T. Isobe, T. Tanaka, T. Nomura, R. Yuasa, Comparison of strength of 3D printing objects using short fiber and continuous long fiber, *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering* 406 (2018): 012042.

[16] E. Yasa, K. Ersoy, Dimensional accuracy and mechanical properties of chopped carbon reinforced polymers produced by material extrusion additive manufacturing, *Materials (Basel)* 12(23) (2019): 3885.

[17] L. Tavara, C. Madrigal, M.T. Aranda, J. Justo, Anisotropy and ageing effect on the mechanical behaviour of 3D-printed short carbon-fibre composite parts, *Composite Structures* 321 (2023): 117196.

[18] I. Zivkovic, C. Fragassa, A. Pavlovic, T. Brugo, Influence of moisture absorption on the impact properties of flax, basalt and hybrid flax/basalt fiber reinforced green composites, *Composites Part B: Engineering* 111 (2017): 148-164.

[19] G. Chabaud, M. Castro, C. Denoual, A. Le Duigou, Hygromechanical properties of 3D printed continuous carbon and glass fibre reinforced polyamide composite for outdoor structural applications, *Additive Manufacturing* 26 (2019): 94-105.

[20] B.C. Kikuchi, F.L.S. Bussamra, M.V. Donadon, R.T.L. Ferreira, R.C.M. Sales, Moisture effect on the mechanical properties of additively manufactured continuous carbon fiber reinforced nylon-based thermoplastic, *Polymer Composites* 41 (2020): 5227-5245.

[21] M. Pizzorni, M. Prato, Effects of hygrothermal aging on the tensile and bonding performance of consolidated 3D printed polyamide-6 composites reinforced with short and multidirectional continuous carbon fibers, *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* 165 (2022): 107334.

[22] K. Wang, Y. Chen, H. Long, M. Baghani, Y. Rao, Y. Peng, Hygrothermal aging effects on the mechanical properties of 3D printed composites with different stacking sequence of continuous glass fiber layers, *Polymer Testing* 100 (2021): 107242.

[23] M.R. Khosravani, A. Zolfagharian, M. Jennings, T. Reinicke, Structural performance of 3D printed composites under various loads and environmental conditions, *Polymer Testing* 91 (2020): 106770.

[24] Y. Wang, W. Zhu, B. Wan, Z. Meng, B. Han, Hygrothermal ageing behavior and mechanism of carbon nanofibers modified flax fiber-reinforced epoxy laminates, *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* 140 (2021): 106142.

[25] L.M. Ferreira, C. Coelho, P.N.B. Reis, Numerical simulations of the low-velocity impact response of semicylindrical woven composite shells, *Materials* 16 (2023): 3442.

[26] P.N.B. Reis, P. Sousa, L.M. Ferreira, C.A.C.P. Coelho, Multi-impact response of semicylindrical composite laminated shells with different thicknesses, *Composite Structures* 310 (2023): 116771.

[27] Y.-T. Kao, A.R. Amin, N. Payne, J. Wang, B.L. Tai, Low-velocity impact response of 3D printed lattice structure with foam reinforcement, *Composite Structures* 192 (2018): 93-100.

[28] F.A. Santos, H. Rebelo, M. Coutinho, L.S. Sutherland, C. Cismasiu, I. Farina, F. Fraternali, Low velocity impact response of 3D printed structures formed by cellular metamaterials and stiffening plates: PLA vs. PETG, *Composite Structures* 256 (2021): 113128.

[29] M.O.W. Richardson, M.J. Wisheart, Review of low-velocity impact properties of composite materials, *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* 27(12) (1996): 1123-1131.

[30] R. Olsson, Analytical prediction of damage due to large mass impact on thin ply composites, *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* 72 (2015): 184-191.

[31] I. Papa, E. Manco, G. Epasto, V. Lopresto, A. Squillace, Impact behaviour and nondestructive evaluation of 3D printed reinforced composites, *Composite Structures* 281 (2022): 115112.

[32] M.A. Caminero, J.M. Chacon, I. García-Moreno, G.P. Rodríguez, Impact damage resistance of 3D printed continuous fibre reinforced thermoplastic composites using fused deposition modelling, *Composites Part B: Engineering* 148 (2018): 93-103.

[33] American Society for Testing and Materials, Standard test method for measuring the damage resistance of a fiber reinforced polymer matrix composite to a drop weight impact event, ASTM D7136/D7136M-05 (2005).

[34] M. Mudarra, Puesta a punto y caracterización de probetas de material compuesto fabricadas con un sistema de impresión 3D, Trabajo Fin de Grado, Universidad de Sevilla (2021).

[35] L.M. Ferreira, C.A. Coelho, P.N.B. Reis, Effect of thickness-to-radius ratio on the impact response of fabric-reinforced composite shells, *Thin-Walled Structures* 213 (2025): 113279.

[36] L.M. Ferreira, C.A. Coelho, P.N.B. Reis, Characterization of low-velocity impact damage in asymmetric composite shells, *Journal of Applied and Computational Mechanics* 11(1) (2025): 98-109.

[37] L.M. Ferreira, M.T. Aranda, M. Munoz-Reja, C.A.C.P. Coelho, L. Távara, Ageing effect on the low-velocity impact response of 3D printed continuous fibre reinforced composites, *Composites Part B: Engineering* 267 (2023): 111031.

EXPLOTANDO EL EFECTO ELASTOCALÓRICO PARA LA CARACTERIZACIÓN DEL PROCESO DE FRACTURA DE COMPUESTOS BASE NR MEDIANTE TERMOGRAFÍA IR

A. Dimitrova, J. Becerra Prieto, B. N. Candau, O. Santana Pérez*

eb-POLICOM-e-PLASCOM, Dep. de Ciència i Enginyeria de Materials, Escola d'Enginyeria de Barcelona Est (EEBE), Universitat Politècnica de Catalunya, BarcelonaTech, Av. Eduard Maristany 16, 08019 Barcelona, Spain

Centre Català del Plàstic (CCP-UPC), C/Colom 114, Terrassa, 08022, Spain

Barcelona Research Center in Multiscale Science and Engineering (CCEM), Universitat Politècnica de Catalunya, Av. Eduard Maristany 10-14, 08019 Barcelona, Spain*
Persona de contacto: Orlando.santana@upc.edu

RESUMEN

La caracterización de la fractura en elastómeros hiperelásticos mediante el método del Trabajo Esencial de Fractura (EWF) presenta desafíos debido a la propagación caótica y la ausencia de una zona plástica permanente. Este trabajo propone un enfoque novedoso basado en una doble partición (temporal y espacial) para aislar el trabajo esencial de iniciación en caucho natural (NR) vulcanizado con peróxido. Mediante termografía infrarroja (IRT) de alta velocidad (30 Hz), se identificaron picos térmicos precisos sincronizados con los eventos de propagación de la grieta. El perfil térmico reveló un ciclo de stick-slip gobernado por la cristalización inducida por deformación (SIC) y el efecto Gough-Joule (termoelasticidad del caucho). La IRT permitió detener la integración energética en el instante exacto de la iniciación, eliminando la influencia de la disipación viscoelástica posterior. Los resultados muestran un trabajo esencial de iniciación intrínseco de 3,4 kJ/m2, validado por una pendiente de disipación casi nula y observaciones de microscopía electrónica (SEM) que confirman la naturaleza discontinua del fallo.

PALABRAS CLAVE: Caucho natural (NR), , Trabajo Esencial de Fractura de iniciación, Termografía infrarroja (IRT).

ABSTRACT

The fracture characterization of hyperelastic elastomers using the Essential Work of Fracture (EWF) method presents significant challenges due to chaotic propagation and the absence of a permanent plastic zone. This work proposes a novel approach based on a dual partition (temporal and spatial) to isolate the specific essential work of initiation (we,i) in peroxide-vulcanized natural rubber (NR). By means of high-speed infrared thermography (IRT) at 30 Hz, precise thermal peaks synchronized with crack propagation events were identified. The thermal profile revealed a stick-slip cycle governed by strain-induced crystallization (SIC) and the Gough-Joule endotermic effect. IRT allowed for the energy integration to be halted at the exact moment of initiation, effectively eliminating the influence of subsequent viscoelastic dissipation. The results demonstrate an intrinsic essential work of initiation of 3.4 kJ/m², validated by a nearly zero dissipation slope and scanning electron microscopy (SEM) observations confirming the discontinuous nature of the failure.

KEYWORDS: Natural Rubber (NR), , Essential Work of Fracture of initiation (EWF), Infrared Thermography (IRT),

1. INTRODUCCIÓN

Históricamente, la resistencia a la fractura de los elastómeros se ha evaluado mediante la energía de desgarro (T_C), fundamentada en la aproximación de Rivlin y Thomas [1]. Sin embargo, este enfoque asume un comportamiento reversible y agrupa las pérdidas volumétricas —como la histéresis y la cristalización inducida por deformación (SIC)— junto con la energía real de fractura, sobreestimando la tenacidad [2, 3]. Para aislar la resistencia intrínseca, la mecánica de la fractura recurrió a la *integral-J* como alternativa rigurosa. Tradicionalmente, la evaluación de este parámetro en cauchos requería geometrías de cizalladura pura (pure shear, PS), las cuales presentan la gran desventaja de consumir una cantidad excesiva de material de ensayo. Por ello, los esfuerzos recientes de estandarización, impulsados por el ESIS TC4, se han orientado hacia el uso de probetas de tracción con entalla lateral (SENT), optimizando el uso de material [4]

No obstante, la caracterización de caucho natural mediante probetas SENT presenta importantes desafíos fenomenológicos. Por un lado, el severo enromamiento (*blunting*) de la grieta enmascara el daño inicial, haciendo que las técnicas ópticas arrojen lecturas de iniciación engañosas. Recientemente, investigadores impulsados desde el TC 4 de la ESIS, como Agnelli et al. [4], han evidenciado la profunda limitación de las técnicas ópticas convencionales en probetas SENT.

Por otro lado la SIC en la punta de la grieta actúa como un refuerzo local que fuerza al desgarro a desviarse de su plano principal. Esto induce una propagación inestable caracterizada por fenómenos de *stick-slip* y desgarro nudoso (*knotty tearing*) [5]

Ante este escenario, la construcción de curvas de resistencia J-R o la aplicación de métodos de separación de cargas resultan analíticamente complejas y con cierta incertidumbre. Una posible alternativa puede ser el método de la partición Trabajo Esencial de Fractura (EWF) —específicamente limitando el análisis a su componente de iniciación—, ya que permite aislar la energía requerida para nuclear la grieta sin tener que considerar la fase de propagación inestable.

Para resolver la ambigüedad de la inspección visual en la determinación de esta iniciación, la termografía infrarroja (IRT) se presenta como una herramienta robusta. Investigaciones previas [6] ya validaron el acoplamiento de la IRT con el método EWF en polímeros para rastrear el frente de grieta. Específicamente en elastómeros, Le Cam et al. [7, 8] demostraron mediante la correlación de imágenes (DIC) e IRT que la señal térmica permite discriminar la disipación intrínseca del daño frente a los acoplamientos termoelásticos y la cristalización. Basándose en estos precedentes, el presente estudio propone aplicar el método EWF de iniciación, asistido por IRT, sobre probetas SENT. El objetivo es utilizar la alta resolución espaciotemporal de la cámara térmica para identificar el pico de temperatura asociado a la ruptura de los enlaces carbono-carbono, definiendo así el instante físico exacto de la iniciación. Para aislar este fenómeno y minimizar variables microestructurales, se ha evaluado un caucho natural vulcanizado con peróxido (NR-DCP).

2. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

2.1 Materiales y obtención de probetas.

Se empleó un caucho natural (NR) Standard Malaysian Rubber (SMR) CV60, Viscosidad Mooney ML 1+4, 100 (50ºC). El material de partida se sometió a un proceso de masticación dentro de un mezclador interno Brabender Plasticorder W50EHT (Brabender GmbH & Co., Germany) con dos rotores contrarrotantes con paletas tipo “W”. Se escogió una temperatura de 80ºC y una velocidad de rotación de 40 rpm, con una duración total de 10 min. El agente de vulcanización dicumil peróxido (DCP, Thermo Scientific Chemicals, Waltham, MA, USA) se añadió transcurridos los primeros 10 min en una proporción de 1,5 phr y se mezcló durante 5 minutos, para garantizar una dispersión homogénea.

Posteriormente se obtuvieron láminas cuadradas de 100 x 100 x 1 mediante vulcanización estáticamente por prensado en caliente en una prensa IQAP LAP PL-15 a 170ºC, bajo una presión de 100 bar y un tiempo de 7 min.

A partir de estas láminas se prepararon probetas con geometría de entalla simple lateral (SENT) de 80 mm de longitud total (L), 30 mm de ancho (W) y se fijó una distancia entre mordazas de 60 mm (L_0). Las entallas fueron realizadas mediante indentación y deslizamiento de una cuchilla industrial afilada (Stanley 1992) sin extracción de material y posteriormente se agudizaron mediante ligera indentación de una cuchilla de afeitar con radio de filo nominal de 0,5 µm. Se obtuvieron ligamentos nomilaes (l) de 5, 8, 10, 12 y 15 mm (a/W: 0,83, 0,73, 0,67, 0,6 y 0,5, respectivamente). Por cada l se realizaron 5 réplicas.

2.2 Comportamiento a fractura y termografía infrarroja.

Los ensayos se llevaron a cabo en condiciones cuasiestáticas de desgarro utilizando una máquina de ensayos universal Z100 Retroline (ZwickRoell) provista de una célula de carga de 500 N y de mordazas neumáticas. Se aplicó una velocidad de desplazamiento constante de 300 $mm.min^{-1}$, a una temperatura de 22 °C ± 1 °C. La adquisición de los datos mecánicos se registró a una frecuencia de 30 Hz.

Simultáneamente, se monitorizó el perfil térmico en la punta de la entalla mediante una cámara termográfica VarioCAM® HDx (InfraTec GmbH) con un detector microbolómetro de óxido de vanadio (VOx) y una frecuencia de adquisición de 30 Hz. Tal y como se muestra en la Figura 1, la cámara se posicionó de manera frontal a una distancia de 15 cm respecto a la probeta SENT, abarcando un área de observación de 160 × 120 mm (640 × 480 píxeles) y proporcionando una resolución espacial de 250 µm/píxel. La extracción y el posterior análisis de los perfiles térmicos se llevaron a cabo empleando el software IRBIS® 3.1 pro (InfraTec GmbH).

Para garantizar la precisión de las lecturas termográficas y minimizar el ruido térmico del entorno, se dispuso una pantalla de cartulina negra mate en la parte posterior del montaje de ensayo. Este elemento proporcionó un fondo térmico homogéneo de alta emisividad y baja reflectividad, lo que permitió eliminar las reflexiones parásitas de la radiación infrarroja ambiental.

Las superficies de fractura se observaron por microscopía electrónica de barrido (MEB) utilizando un detector de

Figura 1: Montaje experimental de la monitorización infraroja durante la tracción.

electrones secundarios en un microscopio TESCAN AMBER. Para su observación, las superficies se recubrieron con una capa de carbono de 10 nm de espesor mediante evaporación por arco de grafito. Las micrografías se obtuvieron empleando un voltaje de aceleración de 2kV y una distancia de trabajo de 8 mm.

3. RESULTADOS Y DISCUSIONES

3.1 Caracterización termomecánica de la iniciación de la fractura.

La monitorización infrarroja simultánea a los ensayos mecánicos ha permitido registrar de forma precisa los picos térmicos generados durante la propagación de la grieta (Figura 2). Dado el carácter cíclico del desgarro inestable o *"stick-slip"* típico en el desgarro del NR , es fundamental destacar que cada uno de estos picos térmicos se corresponde con un evento individual de avance rápido de la grieta.

En una primera fase la probeta experimenta un estiramiento global que induce una fuerte concentración de tensiones en la punta de la entalla. Para disipar esta tensión, el material sufre una severa deformación local elástica que abre y redondea (enroma) el vértice de la grieta, fenómeno conocido como enromamiento (*blunting*). Este estiramiento extremo obliga a las cadenas poliméricas locales a alinearse, reduciendo su entropía y liberando calor debido al efecto Gough-Joule (comportamiento termoelástico) típico en elastómeros (fase que antecede al primer avance de grieta, Figura 2).

A medida que el enromamiento avanza y la deformación local supera un umbral crítico, se genera la cristalización inducida por la deformación (SIC), responsable del fenómeno "*stick-slip*". La formación de esta nueva fase cristalina justo frente al vértice enromado libera calor latente adicional generando un calentamiento abrupto de la zona (región roja en la Figura 2b). Este incremento término culmina al momento de presentarse el desgarro brusco (ruptura estructural de la red cristalina). Inmediatamente después del avance de la grieta presenta una caída térmica abrupta ($-\Delta T_{abrupta}$, región azul de la Figura 2b) originada por la combinación del efecto Gough-Joule inverso y la fusión de los cristales residuales. Por un lado, al liberarse la tensión bruscamente, las cadenas poliméricas recuperan su estado desordenado (aumento de entropía), absorbiendo calor del entorno mediante un proceso endotérmico inmediato. Simultáneamente, este enfriamiento se ve reforzado por la fusión de los cristales formados previamente por SIC que, tras la relajación local, revierten a su estado amorfo [7,8].

Seguidamente, el frente de la grieta se detiene, marcando el inicio de una fase 'Stick' (región verde de la Figura 2b). En esta etapa, el ciclo se reinicia con los sucesivos fenómenos de enromamiento, reorientación molecular y SIC. Dado que estos procesos aportan de forma inminente sus propias contribuciones exotérmicas, el registro de temperatura local no retorna a su nivel basal originario, evidenciando una acumulación térmica residual que establece un nuevo estado inicial para el siguiente evento de desgarro.

Por otro lado, la monitorización infrarroja evidenció una clara relación entre la longitud del ligamento restante y el comportamiento del avance de la grieta. En el primer avance el perfil térmico está muy localizado con incrementos inferiores a 2 ºC. Sin embargo, a medida que el ligamento disminuye, cada salto genera un incremento térmico superior al inicial. Esta amplificación se puede atribuir a un cambio significativo en el campo de tensiones frente a la grieta. Al reducirse drásticamente la longitud del ligamento, la zona de proceso comienza a interactuar con el borde libre de la muestra, alterando las condiciones de contorno.

Esta transición geométrica se podría atribuir a un cambio significativo en el campo de tensiones frente a la grieta. Al reducirse drásticamente la longitud del ligamento, la zona de proceso comienza a interactuar con el borde libre de la muestra, alterando las condiciones de contorno. Esta transición geométrica, sumada a la influencia del momento flector inherente a la configuración asimétrica SENT, modifica la distribución global de la deformación,

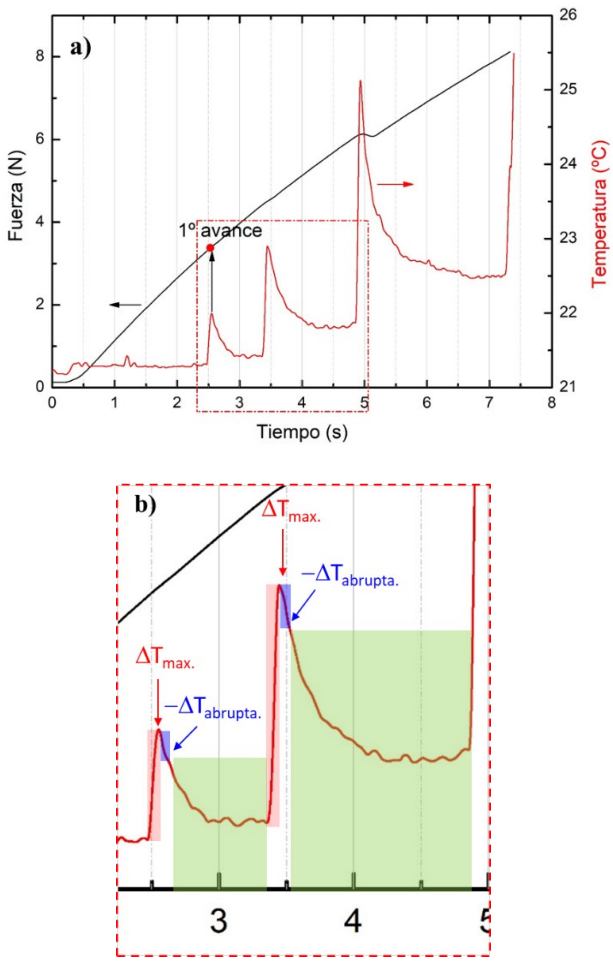


Figura 2: a) Ejemplo de curva fuerza - tiempo y temperatura - tiempo, durante la monitorización IR. b) Detalle amplificado de la región de 1º y 2º avance.

provocando que un mayor volumen de material se vea involucrado en la disipación de energía durante los últimos eventos de desgarro.

El análisis fractográfico (Figura 3) corrobora a nivel microestructural la fenomenología del desgarro inestable. La superficie de fractura exhibe una textura compleja, dominada por un patrón de estriación severo y continuos desvíos en el plano de propagación, características del desgarro nudoso (*knotty tear*) [9]. Esta tortuosidad (*tear rotation*) surge porque la grieta, al ser incapaz de atravesar directamente la rígida barrera frontal generada por la cristalización inducida por deformación (SIC), se ve forzada a desviarse lateralmente de su trayectoria principal, incrementando drácticamente el área superficial y disipando una mayor cantidad de energía [10].

La alta densidad de microdesgarros y estrías secundarias observadas (Figura 3b) es significativamente superior a la cantidad de saltos térmicos observados. Lo anterior estaría indicando que, durante la fase de acumulación de energía y aparente detención macroscópica (fase *stick*), el material experimenta un daño progresivo a microescala en las inmediaciones de la zona cristalizada. Estos microeventos generan disipaciones energéticas de bajo volumen que se traducen térmicamente en el ligero aumento de temperatura basal previo al salto principal, tal y como se apreció en las capturas ITR (Figura 2a). Finalmente, cuando la acumulación de daño local hace insostenible la integridad del frente, se produce el colapso y avance repentino de la grieta (fase *slip*), generando las estrías principales y desencadenando el calentamiento abrupto registrado por la cámara térmica

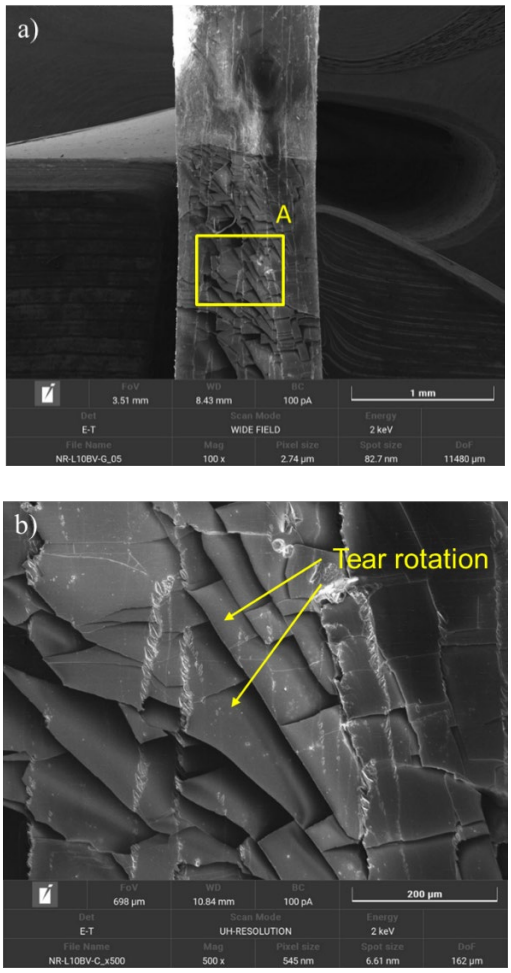


Figura 3: Micrografías de la superficie de fractura tras el desgarro: a) Visión global(100X; b)Detalle A (500X).

3.2 Cuantificación del parámetro de fractura.

Para la determinación del trabajo específico de iniciación ($w_{e,i}$), este trabajo toma como base la evolución de las metodologías de partición de energía dentro del método EWF. Karger-Kocsis et al. [11] fueron pioneros en proponer una partición adicional del EWF en su componente hasta la cedencia (colpaso plástico) y desgarro (propagación) proponiendo integrar el área total hasta el punto de carga máxima (considerado como el límite de la fase de fluencia o cedencia). Posteriormente, nuestro grupo de investigación (Ferrer-Balas et al. [12]) propuso un criterio de partición que buscaba aislar la iniciación descontando la energía elástica teóricamente recuperable, un enfoque altamente efectivo en metales y plásticos dúctiles.

Sin embargo, dada la fuerte hiperelasticidad y acusada histéresis del caucho natural (NR), separar analíticamente la componente elástica de la disipada resulta complejo y propenso a errores. Por ello, en el presente estudio se ha adoptado una adaptación del criterio integrador original de Karger-Kocsis, calculando el área total bajo la curva sin descontar la energía elástica. La validez de esta simplificación radica en que el propio proceso de extrapolación a ligamento nulo ($l \rightarrow 0$) se elimina intrínsecamente las contribuciones energéticas volumétricas macroscópicas. El avance fundamental de nuestra propuesta es la incorporación de la termografía infrarroja (ITR): en lugar de establecer el límite de integración en la carga máxima (inicio de cedencia) como proponía Karger-Kocsis, la ITR permite delimitar la integración exactamente en el instante físico real del primer avance de la grieta.

Para garantizar la correcta aplicabilidad del concepto del Trabajo Esencial de Fractura (EWF) y evaluar el trabajo esencial de iniciación ($w_{e,i}$) es un prerrequisito fundamental asegurar que el estado de tensiones en el frente de avance de grieta sea uniforme e independiente de la longitud de ligamento (l). Esto requiere que la tensión nominal (σ_N) de iniciación se mantenga independiente de la longitud inicial del ligamento. Tal y como se observa en la Figura 4, esta situación se presenta para l superiores a 6 mm (círculos negros).

Para l inferiores a 6 mm (círculos rojos) se registra una clara desviación, que encuentra su correlación física en la forma de los campos térmicos registrados. Al comparar las capturas ITR en el instante del primer avance de grieta (Figura 5), se evidencia un cambio drástico en el volumen de disipación de energía. Mientras que para $l > 6$ mm (ej. 12 mm, Figura 5b) la respuesta térmica se limita a una

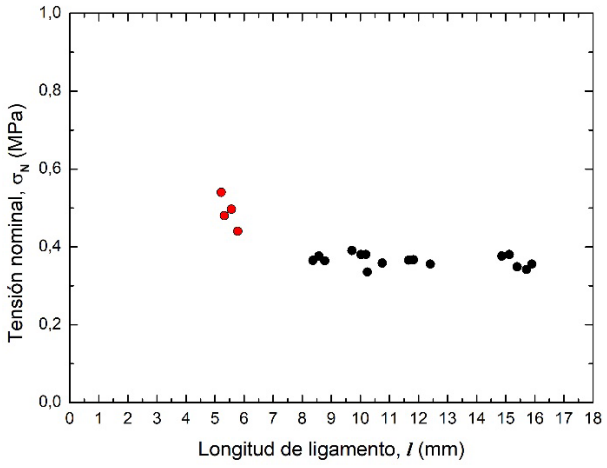


Figura 4: Tensión nominal (σ_N) al momento del primer avance de la grieta para las distintas longitudes de ligamento.

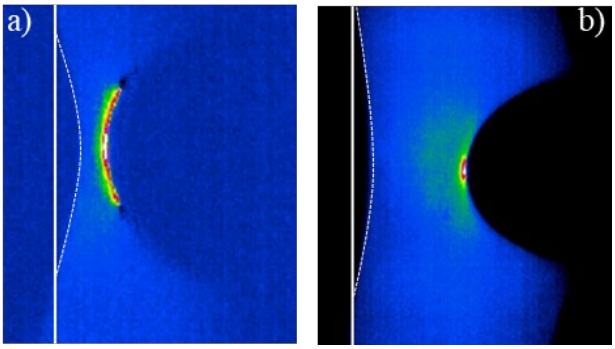


Figura 5: Imágenes de termografía infrarroja justo antes del primer avance de grieta para longitudes de ligamento (l): a) 5mm; b) 12 mm

banda estrecha y estable en el vértice de la entalla, en los l < 6 mm (ej. 5 mm, Figura 5a) se produce una severa pérdida de las condiciones de contorno ideales. Además, la proximidad del borde libre potencia el momento flector inherente a la configuración SENT en elastómeros, provocando un notable ensanchamiento y arqueamiento del frente térmico por necking longitudinal, introduciendo una distorsión adicional en los resultados obtenidos.

Tras la validación del estado de tensiones, se procedió a representar el trabajo específico de fractura de iniciación ($w_{f,i}$) frente a la longitud de ligamento (l) (Figura 6). El ajuste lineal de los datos correspondientes a la región válida arroja una ordenada en el origen de 3,4 kJ.m^{-2}, valor que define el trabajo esencial de iniciación ($w_{e,i}$). Resulta destacable el valor sumamente reducido de la pendiente de regresión ($\beta w_{d,i}$).

Esta cuasi-independencia de la energía respecto a l se ve reflejada en un coeficiente de determinación bajo (R^2 = 0,118), característico de una distribución de datos esencialmente horizontal con dispersión intrínseca del material. Desde una perspectiva física, la reducida magnitud del $\beta w_{d,i}$ estaría indicando que el trabajo

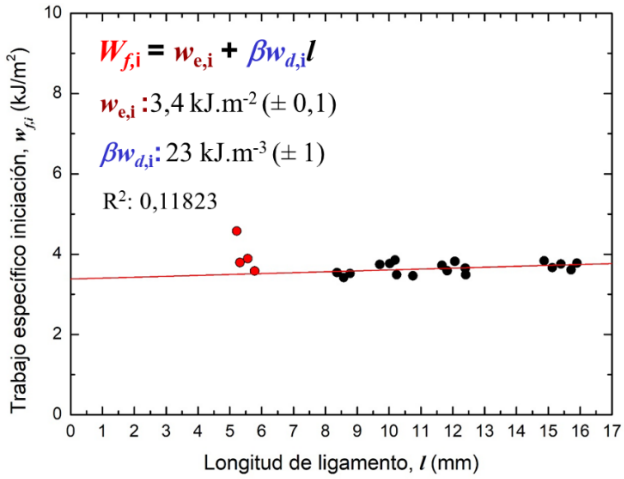


Figura 6. Análisis de trabajo esencial de fractura para el caucho natural.

volumétrico disipado (por viscoelasticidad o daño) previo al primer evento de desgarro es mínimo. Esto corrobora la validez del acoplamiento metodológico con la termografía infrarroja (ITR): al identificar con precisión térmica el instante exacto del inicio del desgarro, se ha logrado aislar la energía intrínseca de propagación inicial, excluyendo de forma efectiva la masiva disipación energética asociada al posterior crecimiento inestable (*stick-slip*).

El valor de $w_{e,i}$ obtenido resulta altamente coherente con los valores de Jc reportados en la literatura y se sitúan en un rango acotado de 1 a 5 kJ/m² [4, 13]

4. CONCLUSIONES

La termografía infrarroja (IRT) de alta velocidad ha demostrado ser una herramienta robusta para identificar el instante físico exacto del primer avance de la grieta, actuando como un indicador cronológico preciso. Este método supera las limitaciones de las técnicas convencionales al permitir detener la integración energética en el momento de la iniciación, eliminando así la influencia de la disipación viscoelástica masiva que ocurre durante la propagación caótica.

El perfil térmico obtenido permite discriminar los eventos cíclicos de desgarro inestable típicos del caucho natural. Los resultados vinculan directamente los picos de temperatura con la cristalización inducida por deformación (SIC) y el efecto Gough-Joule, donde cada avance brusco de la grieta es precedido por un calentamiento exotérmico y seguido de un enfriamiento abrupto por la fusión de cristales y relajación de cadenas.

Se determinó un valor de $w_{e,i}$ de 3,4 kJ/m² para el caucho natural vulcanizado con peróxido. La validez de esta metodología se sustenta en la obtención de una pendiente de disipación $\beta w_{d,}$ cercana a cero, lo que confirma que el trabajo volumétrico disipado previo al primer desgarro es despreciable y que el parámetro obtenido es

independiente de la geometría del ligamento (para a/w > 0.5).

AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen al Ministerio de Ciencia, Innovación y Universidades (MICIU), a través de la Agencia Estatal de Investigación (AEI) por la financiación recibida para la ejecución del proyecto: EcoPolyRub con Referencia, PID2023-151338NB-I00/AEI/10.13039/501100011033, al Programa de Unidades de Excelencia María de Maetzu (CEX2023-001300-M), MICIU/AEI/10.13039/501100011033. Este trabajo ha sido respaldado por la Generalitat de Catalunya / AGAUR (Ayuda: 2021SGR01042).

REFERENCIAS

[1] R. S. Rivlin and A. G. Thomas, "Rupture of rubber. I. Characteristic energy for tearing," *J. Pol. Sci.*, 10(3), 291–318 (1953). DOI: 10.1002/pol.1953.120100303.

[2] S. Toki, T. Fujimaki, M. Okuyama, "Strain-induced crystallization of natural rubber as detected real-time by wide-angle X-ray diffraction technique. *Polymer*, 41(14), 5423-5429 (2000). DOI: 10.1016/S0032-3861(99)00724-7

[3] Huneau, B. Strain-induced crystallization of natural rubber: a review of X-ray diffraction investigations. *Rub. Chem. Techn*, 84(3), 425-452 (2011). DOI: 10.5254/1.3601131.

[4] S. Agnelli, W. Balasooriya, F. Bignotti, B. Schrittesser, "On the experimental measurement of fracture toughness in SENT rubber specimens," Pol. Test., 87, 106508 (2020) DOI: 10.1016/j.polymertesting.2020.106508.

[5] M. Alimardani, M. Razzaghi-Kashani, "The correlation of tear deviation and resistance with the bound rubber content in rubber-silica composites," *Pol. Test.*, 90, 106762 (2020), doi: 10.1016/j.polymertesting.2020.106762.

[6] G. Romhány, C. M. Wu, W. Y. Lai, J. Karger-Kocsis, "Fracture behavior and damage development in self-reinforced PET composites assessed by located acoustic emission and thermography: Effects of flame retardant and recycled PET," *Comp. Sci., Tech.*, 132, 76–83 (2016). DOI: 10.1016/j.compscitech.2016.06.014.

[7] J.-B. Le Cam, B. Huneau, E. Verron, L. Gornet, "Mechanism of Fatigue Crack Growth in Carbon Black Filled Natural Rubber," *Macromolecules*, 37(13), 5011–5017 (2004). DOI: 10.1021/ma0495386.

[8] J. R. Samaca Martinez, X. Balandraud, E. Toussaint, J.-B. Le Cam, D. Berghezan, "Thermomechanical analysis of the crack tip zone in stretched crystallizable natural rubber by using infrared thermography and digital image correlation," *Polymer*, 55(24) 6345–6353 (2014). DOI: 10.1016/j.polymer.2014.10.010.

[9] A. N. Gent, Tear strength of carbon-black-filled compounds. *Rub. Chem. Tech.*, 69(5), 834-844 (1996). DOI: 10.5254/1.3538406

[10] B. Gabrielle, L. Guy, P. A. Albouy, L. Vanel, D. R. Long, P. Sotta, Effect of tear rotation on ultimate strength in reinforced natural rubber. *Macromolecules*, 44(17), 7013-7020 (2011). DOI: 10.1021/ma2010926

[11] J. Karger-Kocsis, T. Czigány, E. J. Moskala, Thickness dependence of work of fracture parameters of an amorphous copolyester. Polymer, 38(18), 4587-4593 (1997). DOI: 10.1016/S0032-3861(96)01058-2.

[12] D. Ferrer-Balas, M. Ll. Maspoch, A. B. Martínez, O. O. Santana, On the essential work of fracture method: energy partitioning of the fracture process in iPP films. Polymer Bulletin, 42(1), 101-108 (1999).DOI:10.1007/s002890050441.

[13] G. J. Lake, C. C. Lawrence, A. G. Thomas, High-speed fracture of elastomers: Part I. *Rub. Chem. Tech.*, 73(5), 806-822. (2000). DOI: 10.5254/1.3547620

DETERMINING TENSILE STRENGTH OF ME-AM PLA SPECIMENS USING MEASURED GEOMETRIC CROSS-SECTIONS

M. Lorenzo-Bañuelos[1*], W.M.H. Verbeeten1, K.L. Spela[2]

[1] Grupo de Integridad Estructural.
Escuela Politécnica Superior. Universidad de Burgos.
Avda. Cantabria s/n, 09006 Burgos-España
[2] Department of Mechanical Engineering,
Eindhoven University of Technology.
[*]Persona de contacto: mlbanuelos@ubu.es

RESUMEN

Conocer como influyen en las propiedades mecánicas proceso y material, en fabricación aditiva por extrusión de material fundido (ME-AM), es fundamental para poder diseñar componentes. Debido al procesado ME-AM, los componentes presentan huecos en su interior afectando a su durabilidad. El objetivo de esta investigación es analizar propiedades mecánicas de probetas normalizadas de tracción fabricadas mediante ME-AM de ácido poliláctico (PLA) cuantificando el efecto de huecos en función de parámetros de procesado. Se han ensayado a diferentes velocidades de deformación, probetas ME-AM con orientaciones de procesado 0º y 90º y con dimensiones de filamento depositado extruido (200x400 micras y 200x600micras). La tensión de fluencia se ha obtenido determinado considerando la probeta maciza y mediante sección real, empleando análisis de imagen con microscopía óptica midiendo alto (H) y ancho (W) de cada filamento para una sección dada. Los resultados muestran que la tensión de fluencia es similar en 0º para W=400 y 600 micras. Comparando 0º y 90º para W=400 micras con sección real, la tensión de fluencia se acerca, siendo menor a 90º. Se concluye que no se puede descartar que exista unión incompleta entre filamentos a 90º siendo necesario analizar más resultados a 90º.

PALABRAS CLAVE: Fabricación aditiva (ME-AM), propiedades mecánicas, PLA, sección geométrica, huecos.

ABSTRACT

Knowing how process and material influence the mechanical properties of material extrusion additive manufacturing (ME-AM) is essential for component design. Due to the ME-AM process, components often contain voids that affect their durability. The objective of this research is to analyse the mechanical properties of standardized tensile test specimens manufactured using ME-AM from polylactic acid (PLA), quantifying the effect of these voids as a function of processing parameters. ME-AM specimens with processing orientations of 0° and 90° and with extruded filament dimensions of 200x400 microns and 200x600 microns were tested at different strain rates. The yield strength was determined, considering the specimen as solid, and, on the other hand, with the actual cross-sectional area, employing optical microscopy image analysis to measure the height (H) and width (W) of each filament for a given cross-section. The results show that the yield strength measured is similar at 0° for W=400 and 600 microns. Comparing 0° and 90° for W=400 microns with the actual cross-section, the yield strengths are similar, being slightly lower at 90°. It is concluded that incomplete bonding between filaments at 90° cannot be ruled out, and further analysis of results at 90° is necessary.

KEYWORDS: Additive Manufacturing (ME-AM), mechanical properties, geometric cross-sections, voids.

1. INTRODUCCIÓN

La Fabricación Aditiva por Extrusión de Materiales (ME-AM) es una de las técnicas de fabricación avanzadas más conocida. Sin embargo, pocas veces se utiliza para componentes estructurales debido a la calidad, fiabilidad y anisotropía intrínseca de los componentes obtenidos por ME-AM [1–5].

En cuanto a las propiedades mecánicas, contrariamente a la creencia de que esto se debe a una unión insuficiente entre los filamentos extruidos, hallazgos recientes en múltiples materiales, como el policarbonato (PC), el poliestireno de alto impacto (HIPS) y el ácido poliláctico (PLA) [6, 7], muestran que el enfoque debe desplazarse de la resistencia de las intercaras hacia los huecos y la reducción de sección efectiva por su presencia. Conocer esta sección efectiva podría ser clave para eliminar algunos de los obstáculos que impiden que ME-AM se convierta en una técnica de fabricación aditiva significativa, al menos en términos de resistencia. La predicción de las propiedades mecánicas de componentes ME-AM, en probetas obtenidas con diferentes capas y orientaciones, mediante un enfoque basado en las relaciones geométricas, aún no se ha estudiado en profundidad. Los estudios han demostrado que los parámetros de procesado que se asumen constantes y controlados durante el proceso ME-AM, en realidad varían [3].

Los modelos predictivos en presión [6] y sinterizado [8-10] han demostrado que las geometrías resultantes en fabricación aditiva son sensibles a las fluctuaciones de temperatura y precisión del motor. Si bien es evidente que la monitorización continua y precisa de estas variables mejoraría la confiabilidad de ME-AM, también aumenta la complejidad y el precio del procesado. Por lo tanto, vale la pena investigar la efectividad de las relaciones geométricas en la predicción de las secciones efectivas resultantes para la resistencia a la tracción.

Hasta ahora, las investigaciones se han centrado principalmente en extrusiones de una sola capa con un ancho de enlace entre filamentos (W_{bond}). Si bien esto ha contribuido a comprender los fundamentos del desarrollo de las propiedades mecánicas de las piezas de ME-AM, existe una falta de conexión entre estos hallazgos en ME-AM que, además de (W_{bond}), también introducen una altura de enlace (H_{bond}). Por su parte, la dependencia de la velocidad de deformación de las probetas ME-AM ha recibido poca atención en la literatura, a pesar de que existen informes que indican que el comportamiento viscoelástico de las muestras de ME-AM difiere del de las fabricadas con otras técnicas [11].

Por lo tanto, el objetivo de esta investigación es determinar hasta qué punto se pueden emplear las relaciones geométricas para predecir la resistencia a la tracción en probetas de PLA obtenidas mediante ME-AM. Para ello, se pretende desarrollar un modelo predictivo mediante geometría que permita predecir la sección efectiva para el cálculo de la resistencia a la tracción. Se evaluará la resistencia de las probetas ME-AM a diferentes velocidades de deformación. Los valores predichos se compararán con geometrías extruidas reales con múltiples relaciones de ancho (W) - alto (H) y orientaciones de filamento. El material elegido es PLA debido a su popularidad en ME-AM y su facilidad de procesado. Además, se ha observado que presenta una unión completa y, por lo tanto, buena resistencia de las intercaras [6, 7].

2. MATERIAL Y GEOMETRÍA

El material empleado ha sido ácido poliláctico PLA color natural (Smart Materials 3D, Alcalá la Real, España) procesado mediante ME-AM, según Tabla 1. El filamento de PLA antes de extruir presentaba un diámetro nominal de 2,85 mm y una densidad ρ_{ref} = 1,24 g/cm³.

Tabla 1. Parámetros ME-AM PLA

Parámetros ME-AM PLA	**Valor**
Diámetro extrusor [mm]	2x0.4
Altura de capa (H_L) [mm]	0.2
Ancho de extrusión (W_{TH}) [mm]	0.4-0.6
Temperatura de extrusión PLA [ºC]	210
Temperatura de la cama [ºC]	55
Velocidad del extrusor (F) [mm/s]	35
Ángulo de relleno [º]	0 y 90

2.1. Mecanismos influyentes en propiedades mecánicas de componentes ME-AM.

Se han identificado tres mecanismos principales que reducen las propiedades mecánicas en los polímeros impresos con ME-AM (Figura 1). En primer lugar, las capas extruidas, al no tocarse completamente en su superficie, introducen una sección transversal reducida con un ancho (W_{bond}) y una altura (H_{bond}) de unión diferentes a los del filamento extruido. En segundo lugar, los huecos generados por el proceso de extrusión crean geometrías susceptibles a concentraciones de tensión que pueden disminuir la resistencia de la pieza. Finalmente, si hay una difusión incompleta de las cadenas de polímero a través de las intercaras de los filamentos vecinos, estas interfaces son más débiles que el resto del material impreso [12].

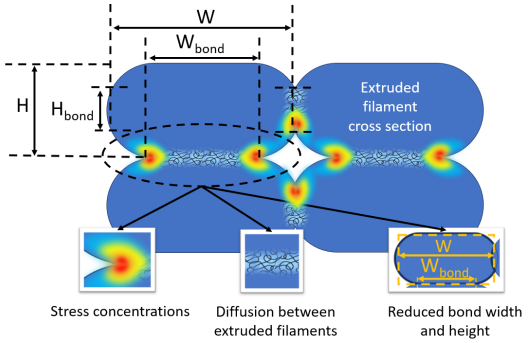


Figura 1. Esquema de los mecanismos que afectan a las propiedades mecánicas en componentes ME-AM. Inspirada en [12]

Debido a la presencia de huecos en la probeta ME-AM, la sección efectiva se reduce según el caso de carga (Figura 2). Si la carga se aplica paralelamente a los filamentos extruidos unidireccionales, toda el área del filamento extruido está activa; sin embargo, al aplicar la carga en orientación perpendicular, la sección efectiva se reduce y depende del ancho o la altura de la unión, y del ancho o el grosor de la probeta.

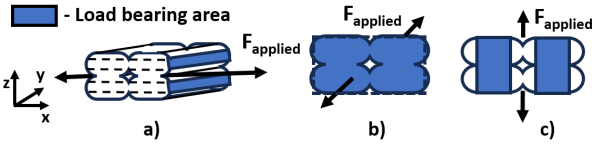


Figura 2. Esquema de sección efectiva en función de la dirección de la carga aplicada: a) en X, b) en Y c) en Z.

2.2. Geometría del filamento extruido.

Aunque la geometría del filamento extruido no es rectangular (Figura 3), generalmente, una sección transversal extruida se caracteriza por un ancho deseado, W, y una altura de capa, H. Esto se traduce en un área de sección transversal, generalmente W x H. Dependiendo del firmware del equipo ME-AM, el parámetro de código G-code E puede ser el volumen de material a depositar en la cama o la longitud del filamento a extruir. El equipo empleado en este estudio funciona con el primer caso. E

se calcula como E = W x H x L [mm³], donde L es la longitud del segmento extruido depositado.

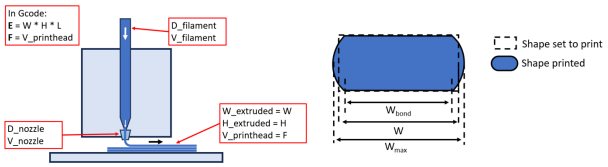


Figura 3. Esquema de los parámetros que intervienen en el proceso de extrusión, así como la geometría extruida supuesta y la geometría extruida real.

Suponiendo que se conserva la masa y volumen se obtiene la ecuación (1), dónde $\dot{Q}$ es el caudal del material procesado, $D_{filamento}$ es el diámetro del filamento que entra en el mecanismo del rodillo de presión del extrusor, $V_{filamento}$ es la velocidad a la que se mueve este filamento, $D_{boquilla}$ es el diámetro de la boquilla y $V_{boquilla}$ es la velocidad a la que el filamento extruido se mueve a través de la boquilla. F es la velocidad a la que se mueve el cabezal de impresión con respecto a la cama del equipo y también es igual al valor F en el G-code (Figura 3).

$$\dot{Q} = \pi \cdot \frac{D_{filamento}^2}{4} \cdot V_{filamento} = \pi \cdot \frac{D_{boquilla}^2}{4} \cdot V_{boquilla} = \mathrm{W \cdot H \cdot F} \quad (1)$$

En investigaciones sobre modelado de procesos ME-AM, se suelen encontrar tres geometrías (Figura 4 a, b, c):

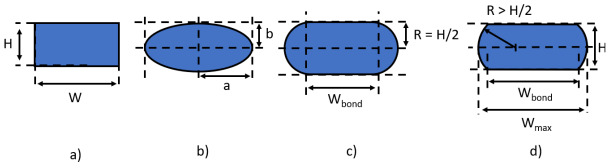


Figura 4. Formas comunes de la sección transversal del filamento extruido: a) rectángulo, b) forma ovalada, c) forma oblonga o de estadio, d) forma de estadio con arcos extendidos.

En un estudio sobre cuál de estas 4 formas presentaba la extrusión similar al valor E establecido en el G-code resultó ser la forma de estadio c) [13].

3. METODOLOGÍA

La metodología empleada en la investigación ha sido la realización de ensayos de tracción uniaxial de probetas ME-AM tipo 1B-A, a temperatura ambiente en máquina universal de ensayos MTS Criterion C43.104 de 10 kN.

Se han empleado 5 velocidades de deformación $\dot{\varepsilon}$ entre 10^{-5} y 10^{-1} (1/s). Cada tipo de ensayo cuenta con 3 o 4 réplicas. Todas las probetas se han obtenido en un equipo ME-AM BCN3D Sigmax R19.

En la Tabla 2 se muestran la combinación de probetas ME-AM ensayadas.

Tabla 2. Combinación de probetas ME-AM ensayadas.

Probeta	Ancho de extrusión [mm]	Alto de extrusión [mm]	Carga F aplicada Figura 2	Probetas ensayadas	Probetas microscopía
0deg400	0.4	0.2	b) dirección Y	15	3
0deg600	0.6	0.2	b) dirección Y	15	3
90deg400	0.4	0.2	a) dirección X	15	15
90deg600	0.6	0.2	A) dirección X	15	15

Para el cálculo de las propiedades mecánicas se han empleado diferentes formas para obtener la sección efectiva. Una empleando uno de los modelos predictivos para medir el ancho de enlace de filamento extruido más simples [14] el cual asume la forma c) en la Figura 4, con un ancho máximo igual al ancho teórico W y una altura igual a la altura de la capa H (Figuras 4 a), c). El ancho del enlace se calcula restando la parte redondeada del ancho total, suponiendo que el área es igual al W·H teórico, según la ecuación (2):

$$W_{bond} = W - \frac{\pi}{4} \cdot H \quad (2)$$

Otra, midiendo mediante microscopía en la sección transversal de la probeta, las dimensiones de los altos y ancho de filamento reales. Las mediciones perpendiculares a los filamentos extruidos se han realizado con un microscopio invertido Leica DMi8 en modo de campo claro para registrar las geometrías individuales de los filamentos, y con un estereoscopio Leica S9i para registrar la sección transversal total de la muestra. Las imágenes se analizaron con el software Leica Application Suite (LAS). Los parámetros registrados para cada filamento extruido han sido: altura de capa, área, altura de enlace, forma del hueco y ancho de enlace. Los filamentos seleccionados se han tomado de manera que el ancho de enlace superior de un elemento fuera el ancho de enlace inferior de otro. Cabe destacar que, dado que los filamentos extruidos se fusionan, no se pueden determinar las áreas exactas de la sección transversal individual. Las áreas que se muestran en rojo (Figura 5) son formas aproximadas, considerando la dirección de extrusión y utilizando los huecos como guía.

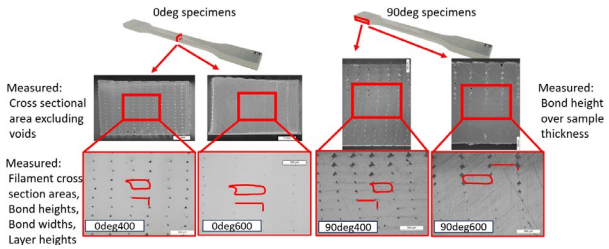


Figura 5. Representación de las mediciones realizadas.

Para las probetas de 0°400 y 0°600, se han tomado mediciones microscópicas desde el centro de la muestra. Para el estudio de la tensión de fluencia con la velocidad de deformación se ha empleado el modelo de Ree-Eyring como en [11].

4. ANÁLISIS Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS

4.1. Resultados del modelado

Para investigar la precisión del modelo predictivo se han empleado varios escenarios. En primer lugar, se ha visualizado el rango de anchos de enlace reales medidos a partir de imágenes microscópicas junto con la longitud promedio del ancho de enlace y la predicción geométrica simple de la ecuación 2. Estos se han convertido en las entradas para el modelo predicho. Los resultados de las mediciones reales varían considerablemente, casi hasta 200 µm. Claramente, una predicción geométrica solo podría predecir un ancho de enlace constante, ya que todos los parámetros ME-AM se han establecido de la misma manera. Por lo tanto, el objetivo de un futuro modelo de predicción del ancho de enlace sería acercarse lo más posible a la altura promedio del enlace a partir de las mediciones. Se puede observar en la Figura 6 que el ancho de enlace geométrico predicho calcula un valor subestimado.

En la Figura 7 se muestran las alturas de enlace medidas reales junto con varias predicciones. La "Predicción 2" ha utilizado la sección real, H real y el enlace W medido como entrada. Otra predicción ha utilizado el enlace W promedio medido de todas las mediciones y los valores teóricos A y H como entrada. Finalmente, se presenta el modelo geométrico simple para el enlace W.

Se ha utilizado junto con A y H. Estos casos también se han probado con dos valores δ que arrojan un vacío en forma de diamante o triángulo (o completo).

También en la Figura 7 se comparan las diferentes predicciones con las mediciones reales. Se puede observar que las predicciones que utilizan los anchos de enlace promedio o el ancho de enlace predicho con la ecuación 2 arrojan resultados más cercanos a los anchos de enlace promedio reales medidos.

En muestras de 0°400, δ = 1 resultó en predicciones de vacío triangular, mientras que δ = 45 resultó en diamante. En muestras de 0°400, los vacíos triangulares sesgados fueron más presentes, lo que resultó en anchos de enlace intermedios entre los formados por vacíos triangulares y en forma de diamante. Esto significa que un valor δ = 1 arrojó una estimación superior, mientras que un valor δ = 45 arrojó una estimación inferior de la altura de enlace. En las muestras de 90 grados y 400 grados, se encontraron huecos triangulares y de diamante, y δ = 45 proporcionó el mejor promedio para predecir huecos de diamante en este caso.

Realizados los ensayos de tracción a cinco velocidades de deformación, como se describe en la Metodología, las muestras de 90 grados y 600 no han alcanzado el límite elástico durante los ensayos. Esto probablemente se deba a inconsistencias en el proceso ME-AM, como la subextrusión debido a pasos omitidos por los motores de extrusión, por lo que se han excluido del análisis.

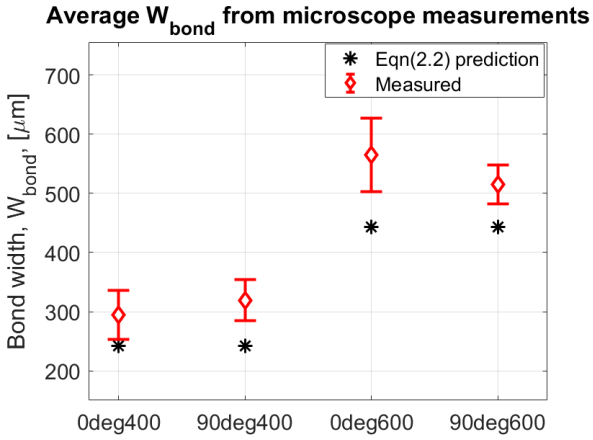


Figura 6. Anchos de enlace promedio para cada conjunto de probetas con desviación estándar y los pronosticados utilizando el modelo de la ecuación 2.

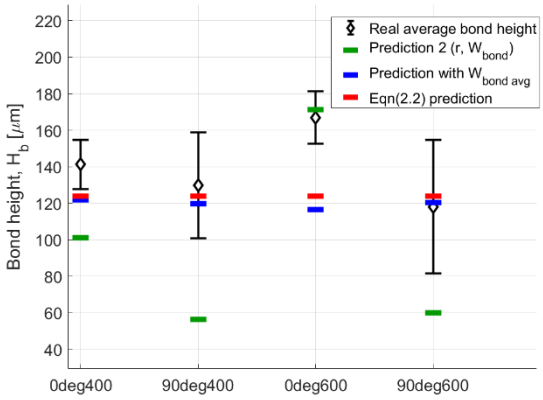


Figura 7. Alturas de enlace reales y previstas de probetas de 0°400 (δ = 1), probetas de 90°400 (δ = 45), probetas de 0°600 (δ = 1), probetas de 90°600 (δ = 45).

4.2. Dependencia con la velocidad de deformación

Los datos experimentales de tensión del ensayo de tracción se han obtenido dividiendo la fuerza de tracción aplicada entre las dimensiones externas medias de la probeta, medidas con un micrómetro. Debido a la presencia de huecos en las probetas ME-AM, la sección efectiva de cada probeta depende de la dirección de la carga aplicada, como se indica en la Figura 2. Dado que los datos experimentales asumen que la sección transversal de la probeta medida está, en primer lugar, completamente llena de PLA (sin huecos) y, en segundo lugar, completamente resistente a la carga, se ha realizado una corrección de tensión para comparar los límites elásticos entre diferentes conjuntos de probetas Se han aplicado tres métodos para realizar la corrección:

• Corrección de la sección de carga, como se muestra en la Figura 2. Para las probetas de 0 grados, se ha empleado toda el área de la sección transversal, medida con el microscopio. Para las probetas de 90 grados, se han corregido con las secciones de carga previstas mediante

la ecuación 2. Se ha asumido que este método es el más preciso.

• Corrección de la densidad aparente, como ya hicieron Verbeeten y Lorenzo-Bañuelos [11]. La densidad del material a granel se ha comparado con la densidad aparente obtenida por peso y dimensiones exteriores de las probetas.

• Corrección de la sección extruida teórica (An · Al) con los parámetros ME-AM definidos en el G-Code.

El ancho extruido, An, se ha multiplicado por la altura de la capa, Al, y la cantidad de filas y capas extruidas.

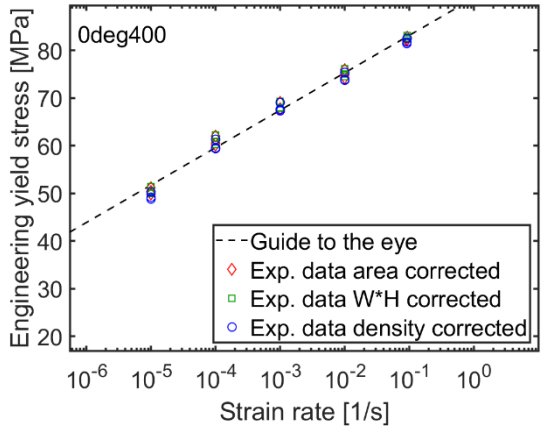


Figura 8. Curvas tensión de fluencia dependientes de velocidad de deformación para muestras de 0°400, comparando tres métodos de corrección de datos de tensión.

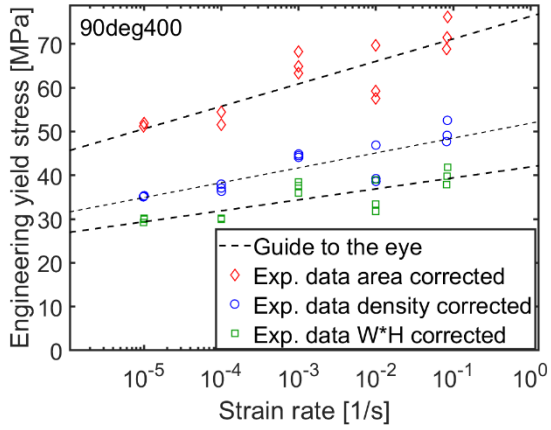


Figura 9. Curvas de tensión de fluencia dependientes de la velocidad de deformación para muestras de 90°400, comparando tres métodos de corrección de datos de tensión.

La comparación se puede ver en la Figura 8. Se ha observado que, para probetas de 0°400, las tres correcciones arrojaron resultados similares. Asimismo, las correcciones de probetas de 0°600 han sido similares para las correcciones de carga y densidad; sin embargo, la corrección W·H han sobreestimado los resultados de resistencia.

Se ha observado sobreextrusión en las probetas de 0°600 al medir las áreas de la sección transversal. Esto significa que la corrección teórica ha asumido un área menor que la real, lo que ha elevado los datos de tensión. Para las probetas de 90°400, solo la corrección del área ha sido un enfoque adecuado, ya que los otros dos métodos han asumido toda la sección del filamento ME-AM para transferir la carga, lo que arroja estimaciones de resistencia mucho menores. Para el resto de los resultados, se utilizó la corrección del área.

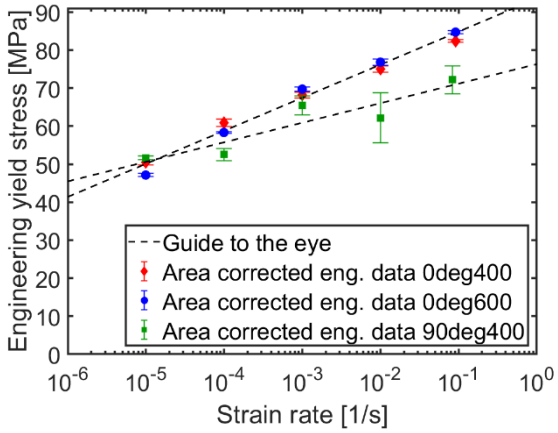


Figura 10. Curvas Tensión de fluencia corregido por la sección de carga en función de la velocidad de deformación para tres conjuntos de probetas comparadas.

El comportamiento de la tensión-deformación corregida por la sección para todos los conjuntos se puede observar en la Figura10. Las probetas de 0 grados muestran un comportamiento similar y pueden considerarse como comportamiento del propio material.

En la Figura 10 se añaden los datos de la probeta de 90 grados para su comparación. A dos velocidades de deformación, 10^{-5} y 10^{-3} s^{-1}, las probetas de 90 grados muestran la misma tendencia. Sin embargo, para las otras tres velocidades de deformación, la tendencia se desvía. La mayoría de las probetas de 90 grados 400 parecen haber alcanzado el límite elástico, pero se rompieron cerca de él, mostrando un comportamiento frágil. A las dos velocidades de deformación más altas, podrían haberse roto antes, lo que puede explicar el mal ajuste con el modelo de Ree-Eyring y una mayor dispersión de datos en comparación con las muestras de 0 grados. Una de las posibles razones para el comportamiento diferente podría ser una predicción incorrecta d la sección efectiva de carga, en caso de una distribución desigual de huecos en toda la probeta. Otras razones podrían ser una unión incompleta del polímero entre las filas y capas depositadas, huecos que tienen un efecto en el aumento de las concentraciones de tensión o una combinación de los efectos mencionados.

5. CONCLUSIONES

Con base en los ensayos experimentales y el modelo desarrollado para determinar hasta qué punto las relaciones geométricas pueden utilizarse para predecir la resistencia a la tracción del PLA ME-AM, se concluye que:

• El modelo geométrico puede predecir las alturas de unión de las probetas ME-AM unidireccionales en el rango de las alturas de unión reales medidas, utilizando una predicción geométrica simple del ancho de unión. Sin embargo, este modelo requiere un valor δ para distinguir las formas de los huecos, lo que actualmente requiere la evaluación de la muestra mediante un microscopio.

• Esta predicción puede estimar la sección efectiva de carga para probetas unidireccionales cargadas en la dirección x (Figura 2a), según el sistema de coordenadas del equipo ME-AM, comparable a las secciones efectivas de carga mínima y promedio medidas. Esto la convierte en una herramienta adecuada para corregir la sección en los cálculos de tensión.

• El enfoque basado en la densidad aparente es el método preferido para las correcciones de tensión en probetas cargadas paralelamente a la dirección de extrusión debido a su precisión y facilidad de medición. Las muestras de 0°400 y 0°600, así como las de 90°400 a dos velocidades de deformación (10^{-5}, 10^{-3} s^{-1}), muestran un comportamiento similar en función de la velocidad de deformación. Sin embargo, a las otras tres velocidades de deformación, las probetas de 90°400 presentan una desviación. Esto podría deberse a una predicción incorrecta de la sección efectiva de carga. Otras razones podrían ser la difusión incompleta entre los filamentos extruidos, los efectos de vacío que inician concentraciones de tensión o una combinación ambos.

Las fluctuaciones en las variables del equipo ME-AM afectan la repetibilidad y la fiabilidad de procesado, lo que afecta a la predicción de la sección efectiva de carga.

REFERENCIAS

[1] M. Baechle-Clayton, E. Loos, M. Taheri, and H. Taheri, "Failures and Flaws in Fused Deposition Modeling (FDM) Additively Manufactured Polymers and Composites," Journal of Composites Science, vol. 6, no. 7, 2022.

[2] A. Cano-Vicent, M. M. Tambuwala, S. S. Hassan, D. Barh, A. A. Aljabali, M. Birkett, A. Arjunan, and ´A. Serrano-Aroca, "Fused deposition modelling: Current status, methodology, applications and future prospects," Additive Manufacturing, vol. 47, no. Sept. 2021.

[3] T. J. Coogan and D. O. Kazmer, "In-line rheological monitoring of fused deposition modeling," Journal of Rheology, vol. 63, no. 1, pp. 141–155, 2019.

[4] D. Aksoy, E. C. Balta, D. M. Tilbury, and K. Barton, "A Control-Oriented Model for Bead Cross-Sectional Geometry in Fused Deposition Modeling," Proceedings of the American Control Conference, vol. 2020-July, pp. 474–480, 2020.

[5] M. Golab, S. Massey, and J. Moultrie, "How generalisable are material extrusion additive manufacturing parameter optimisation studies? A systematic review," Heliyon, vol. 8, no. 11, p. e11592, 2022.

[6] T. J. Coogan and D. O. Kazmer, "Prediction of interlayer strength in material extrusion additive manufacturing," Additive Manufacturing, vol. 35, no. November 2019, p. 101368, 2020.

[7] J. Allum, A. Moetazedian, A. Gleadall, and V. V. Silberschmidt, "Interlayer bonding has bulkmaterial strength in extrusion additive manufacturing: New understanding of anisotropy," Additive Manufacturing, vol. 34, no. April, p. 101297, 2020.

[8] C. Bellehumeur, L. Li, Q. Sun, and P. Gu, "Modeling of bond formation between polymer filaments in the fused deposition modeling process," Journal of Manufacturing Processes, vol. 6, no. 2, pp. 170–178, 2004.

[9] S. Jiang, C. Yun, H. Ying, J. Chen, C. Zhao, and H. Yao, "Investigation on the forming process of polylactic acid in material extrusion additive manufacturing technique," International Journal of Material Forming, vol. 17, no. 3, 2024.

[10] F. Mwania, M. Maringa, J. Nsengimana, and J. G. van der Walt, "Investigating surfaces, geometry and degree of fusion of tracks printed using fused deposition modelling to optimise process parameters for polymeric materials at meso-scale," Rapid Prototyping Journal, vol. 30, no. 11, pp. 159–172, 2024.

[11] W.M.H. Verbeeten and M. Lorenzo-Bañuelos, "Material Extrusion Additive Manufacturing of Poly (Lactic Acid): Influence of infill orientation angle," Additive Manufacturing, vol. 59, PA, p. 103079, 2022.

[12] S. A. Tronvoll, T. Welo, and C. W. Elverum, "The effects of voids on structural properties of fused deposition modelled parts: a probabilistic approach," International Journal of Advanced Manufacturing Technology, vol. 97, no. 9-12, pp. 3607–3618, 2018.

[13] N. Haghbin, D. Bone, and K. Young, "Controlled extrusion-based 3D printing of micro-channels with the geometric modelling of deposited roads," Journal of Manufacturing Processes, vol. 67, no. May, pp. 406‑417, 2021.

[14] T. J. Coogan and D. O. Kazmer, "Modeling of interlayer contact and contact pressure duringfused filament fabrication," Journal of Rheology, vol. 63, no. 4, pp. 655‑672, 2019.

DETERMINACIÓN DE LA TENACIDAD A FRACTURA EN PBT-GF30: SUPERANDO LAS LIMITACIONES DEL MOLDEO POR INYECCIÓN MEDIANTE PROCESAMIENTO UNIDIRECCIONAL

N. León-Albiter [*], T. Abt, L. Martinez, M. Estrada, O. Santana, M.Ll. Maspoch

eb-POLICOM - e-PLASCOM, Departamento de Ciencia e Ingeniería de Materiales, Escola d'Enginyeria Barcelona Est (EEBE), Universitat Politècnica de Catalunya - BarcelonaTech (UPC), Av. Eduard Maristany 16, 08019 Barcelona, España.

Centro de Investigación en Ciencia e Ingeniería Multiescala de Barcelona, Universitat Politècnica de Catalunya, Campus Diagonal-Besòs, Av. Eduard Maristany 10-14, 08019 Barcelona, España.

Centre Català del Plàstic. C/Colom 114. Terrassa 08222, España.

[*] Persona de contacto: noel.leon@upc.edu

RESUMEN

Este estudio presenta una metodología novedosa para superar una limitación crítica para caracterizar la tenacidad a la fractura en termoplásticos reforzados con fibra corta: la microestructura anisotrópica (piel-núcleo) inducida durante el moldeo por inyección convencional. Produciendo cintas de Poli(Butilen Tereftalato) con 30% de fibra de vidrio (PBT-GF30) vía extrusión y posterior prensado en caliente, se obtuvieron placas con fibras alineadas unidireccionalmente en todo el espesor, eliminando de esta forma la estructura piel-núcleo. Esta arquitectura controlada permite hacer una investigación precisa de los efectos de la orientación de fibra, técnica de agudización de la entalla (tapping vs femtolaser) y velocidad de ensayo (cuasiestática a 1 mm/min vs alta velocidad a 1 m/s) sobre la tenacidad a la fractura (K_{IC}) según ISO 13586. Los resultados demostraron una fuerte y predecible respuesta anisotrópica de fractura. La orientación a 90° (grieta perpendicular a las fibras) proporcionó los valores más bajos de K_{IC}. Mientras que la orientación a 45° mostró valores intermedios. Se confirmó una sensibilidad significativa a la velocidad de ensayo, con altas velocidades proporcionando de forma general valores más bajos de K_{IC} que los ensayos cuasiestáticos. La técnica de agudización femtolaser proporcionó una consistencia superior comparada con la de tapping.

PALABRAS CLAVE: Tenacidad a la fractura, Poli(Butilen Tereftalato), Laminados unidireccionales, Femtolaser

ABSTRACT

This study presents a novel methodology to overcome a critical limitation in characterizing the fracture toughness of short-fiber-reinforced thermoplastics: the anisotropic (skin-core) microstructure induced during conventional injection molding. By producing tapes of Glass-Fiber-Reinforced Polybutylene Terephthalate (PBT-GF30) via extrusion and subsequent hot pressing, plates with unidirectionally aligned fibers throughout the thickness were obtained, thereby eliminating the skin-core structure. This controlled architecture enables a precise investigation of the effects of fiber orientation, notch-sharpening technique (tapping vs. femtolaser), and test speed (quasi-static at 1 mm/min vs. high speed at 1 m/s) on fracture toughness (K_{IC}) according to ISO 13586. The results demonstrated a strong and predictable anisotropic fracture response. The 90° orientation (crack perpendicular to the fibers) yielded the lowest K_{IC} values, while the 45° orientation showed intermediate values. A significant sensitivity to test speed was confirmed, with high speeds generally providing lower K_{IC} values than quasi-static tests. The femtolaser notch-sharpening technique provided superior consistency compared to tapping.

KEYWORDS: Fracture toughness, Polybutylene Terephthalate, Unidirectional laminates, Femtolaser

1. INTRODUCCIÓN

Los termoplásticos reforzados con fibra corta (SFRTPs) son materiales que han experimentado un crecimiento muy elevado en los últimos años, especialmente en aplicaciones donde se requiera una alternativa económica al metal con una excelente combinación de rigidez/peso, resistencia estructural y durabilidad [1,2]. Entre la familia de los SFRTPs, el Poli(Butilen Tereftalato) reforzado con fibra de vidrio (PBT-GF) es conocido por su uso en sectores industriales como la automoción, electrónica e industria eléctrica donde una excelente resistencia química y estabilidad dimensional a altas temperaturas son propiedades requeridas.

El moldeo por inyección es la ruta de fabricación dominante para producir SFRTPs. Las características inherentes de este proceso inducen una morfología específica en la sección transversal de la pieza moldeada que se conoce como piel-núcleo [3,4]. En la piel se produce una fuerte alineación de las fibras en la dirección del flujo del polímero fundido. Mientras que, en la región central, las fibras tienden a adoptar una distribución más aleatoria o incluso perpendicular a la dirección del flujo. Esta heterogeneidad microestructural tiene un impacto negativo en las propiedades mecánicas medidas ya que sus valores terminan siendo un promedio ponderado no intrínseco de las propiedades de la piel (fibras alineadas) y núcleo (fibras desalineadas o transversales).

Por otra parte, mientras que propiedades fundamentales de los materiales como el modulo elástico y la resistencia tracción definen el límite de servicio bajo deformaciones controladas, la tenacidad a fractura en modo I (K_{IC}) es una propiedad mecánica intensiva que cuantifica la resistencia intrínseca a la propagación de un defecto (grieta) preexistente en el material. En SFRTPs como el PBT-GF, la determinación y aplicación de K_{IC} se vuelve notablemente compleja ya que su valor es altamente sensible a la microestructura (orientación de la fibra) [5], las condiciones de carga (velocidad de ensayo) [6] y método de agudización de la entalla (calidad de la entalla) [7].

La microestructura piel-nucleo generada durante el moldeo por inyección hace que la determinación de un parámetro intrínseco como es K_{IC} sea un resultado dependiente de las variables de proceso (temperaturas, presiones y estado del molde) que alteran de manera un tanto impredecible la proporción volumétrica relativa obtenida de las capas de piel y núcleo. Esto imposibilita el análisis de una sola variable de forma independiente como puede ser el efecto de la orientación de la fibra (0°, 45° y 90°) en la determinación de K_{IC}. Este trabajo de investigación propone eliminar la estructura piel-núcleo combinando un proceso de extrusión de cintas que alinearán las fibras en la dirección de avance de la cinta y un posterior apilamiento y prensado en caliente que resultará en placas donde la orientación de las fibras será unidireccional y uniforme a través de todo el espesor. Esta arquitectura unidireccional permitirá estudiar de forma independiente y bien definida la variable "orientación de fibra".

Basándose en el marco contextual identificado, el presente trabajo de investigación se propone: (1) Evaluar y cuantificar el efecto de la orientación de fibra sobre la tenacidad a la fractura K_{IC} en una arquitectura unidireccional (UD) controlada, (2) Cuantificar la sensibilidad a la velocidad de ensayo (1 mm/min vs. 1 m/s) y (3) Comparar la efectividad y reproducibilidad de 2 técnicas de agudización de la entalla (tapping vs. femtolaser).

2. MATERIALES Y MÉTODOS

2.1. Material

El material utilizado fue un compuesto de Poli(butilen Tereftalato) con 30% en peso de fibra de vidrio corta (PBT-GF30) correspondiente al grado comercial Ultradur® B 4300 G6 suministrado por Ultrapolymers (Cervelló, Barcelona, España).

2.2. Fabricación de laminados unidireccionales

Las cintas unidireccionales se fabricaron utilizando una extrusora monohusillo IQAP-LAP E30/25, IQAP Masterbach Group S.L., Masies de Roda, España) con un diámtero de husillo de 30 mm y una relación longitud/diámetro (L/D) de 25. Previo al procesado, los gránulos de PBT-GF30 se secaron en un deshumidificador de tolva (DSN506HE, Piovan S.p.A., Italia) durante 4 horas a 120°C para eliminar humedad absorbida y prevenir degradación por hidrólisis. El perfil de temperaturas usado para calentamiento del barril desde la zona de tolva hasta la boquilla fue: 240-250-255-255°C. El material fundido se forzó a través de una boquilla plana para producir una cinta continua con una sección transversal constante. Las cintas extruidas resultantes presentaron unas dimensiones nominales de 1,0 ± 0,1 mm de espesor y 10,0 ± 0,5 mm de ancho. Esta geometría fue seleccionada para facilitar el posterior apilamiento y consolidación durante el prensado en caliente.

Utilizando un molde de aluminio con dimensiones de 100 x 100 mm y espesor nominal de 6 mm, las cintas extruidas previamente secadas (120 °C, 4 h) se cortaron a la longitud del molde y se superpusieron manualmente en una única dirección, manteniendo la alineación de las fibras en todos los estratos, hasta alcanzar una masa total de entre 325 y 330 g. Esta masa fue calculada para llenar completamente la cavidad del molde. El proceso de consolidación se realizó en una prensa hidráulica de platina caliente (QAP LAP PL-15, Masterbach Group DS.L., Les Masies de Roda, España). El ciclo de prensado consistió en una primera etapa de consolidación en caliente una temperatura de 250 °C bajo una presión moderada de 12 bares durante 8 minutos. Esto permitió la fusión completa de la matriz polimérica y, por lo tanto, la coalescencia de las cintas. Inmediatamente después, se inició una etapa de enfriamiento utilizando temperatura ambiente con una presión de 30 bares y 8 minutos adicionales. El ciclo controlado de presión y temperatura proporciono la consolidación completa del laminado, minimizando porosidad y asegurando la alineación unidireccional de las fibras en toda la placa resultante.

2.3. Preparación de probetas

A partir de las placas unidireccionales, se mecanizaron probetas para llevar a cabo ensayos de fractura en configuración de flexión por tres puntos (SENB, Single Edge Notch Notch Bending) según norma ISO 13586. Las dimensiones nominales de las probetas fueron 52 mm de longitud (L), 12 mm de ancho (W) y 6 mm de

espesor (B). El mecanizado se realizó utilizando una fresadora de control numérico por ordenador (CNC). Con la finalidad de evaluar el efecto de la anisotropía microestructural sobre la tenacidad a fractura, se extrajeron probetas en 3 orientaciones angulares diferentes con respecto a la dirección principal de alineación de las fibras: 0° (grieta propagándose paralelamente a las fibras), 45° (orientación intermedia) y 90° (grieta propagándose perpendicularmente a las fibras.

Una vez extraídas, las probetas fueron sometidas a un proceso de mecanizado de pre-entalla utilizando una entalladora motorizada CEAST modelo 6828 (Pianezza, Torino, Italia). La longitud de pre-entalla (a_o) con respecto al ancho (W) se situó en el rango de 0.45 a 0.55 siguiendo los lineamientos establecidos por la norma ISO 13586 para la determinación de K_{IC}.

2.4. Técnicas de entallado

La calidad y agudeza de la base de la entalla es un factor determinante en la fiabilidad y reproducibilidad de los valores de K_{IC}. Para evaluar su influencia, se utilizaron dos técnicas de agudización: Tapping y ablación con láser de femtosegundo (femtolaser).

El tapping consistió en colocar una cuchilla de afeitar industrial nueva de acero al carbono con un espesor aproximado de 0.1 mm en la base de la pre-entalla y mediante un martillo se aplicó un golpe seco y preciso suficiente para iniciar una grieta aguda de entre 0.2 y 0.4 mm de profundidad.

En el femtolaser, un haz láser de femtosegundo se focalizó sobre la base de la pre-entalla mecanizada y se desplazó sobre la muestra a una velocidad de escaneo de 130 µm/s, realizando 8 pasadas consecutivas con una energía de pulso de 0.07 mJ. Los parámetros de proceso fueron optimizados para minimizar el daño térmico. La ausencia de contacto mecánico elimino el riesgo de deformación plástica o daño inducido en la zona de la punta de la grieta.

2.5. Ensayos de fractura

La determinación de K_{IC} se realizó siguiendo los lineamientos de la norma ISO 13586 [8], utilizando las probetas SENB mecanizadas y entalladas. Todos los ensayos se llevaron a cabo a temperatura ambiente (23 ± 2°C). Para evaluar la influencia de la velocidad, se emplearon 2 regímenes de ensayo. Los ensayos cuasiestáticos se realizaron a una velocidad de desplazamiento de mordaza de 1 mm/min en una máquina universal de ensayos SUN2500 (Cesare Galdabini S.p.A., Cardano al Campo, Milán, Italia), equipada con una célula de carga de 1 kN. De estos ensayos se registraron simultáneamente la fuerza de reacción y el desplazamiento. Para los ensayos a alta velocidad se empleó una velocidad de 1 m/s utilizando un péndulo instrumentado Resil Impactor Junior (CEAST S.p.A., Pianezza, Torino, Italia), configurado para registrar la fuerza en función del tiempo durante el impacto. Para la combinación de las 3 orientaciones de fibra, las 2 técnicas de agudización y los 2 regímenes de velocidad, se ensayaron al menos 10 probetas, descartando aquellas con defectos de mecanizado o una propagación de grieta no conforme a la norma. Los valores de K_{IC} se calcularon a partir de la carga máxima (P_{max}) registrada durante el ensayo, utilizando la siguiente expresión:

$$K_{IC} = \frac{P_{max}}{B.W^{1/2}} . f\left(\frac{a}{W}\right) \quad (1)$$

donde B es el espesor de la probeta en milímetros (mm), W es el ancho de la probeta en milímetros (mm), a es la longitud de la grieta inicial (pre-entalla + agudización) y f (a/W) es un factor geométrico adimensional.

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

3.1. Efecto de la orientación de fibra sobre K_{IC}

La Figura 1 presenta los valores de K_{IC} obtenidos para las orientaciones de fibra a 0°, 45° y 90°, comparando las dos técnicas de agudización (femtolaser y tapping) y las dos velocidades de ensayo (1 mm/min y 1 m/s). En esta subsección el análisis se centrará en los ensayos a baja velocidad con femtolaser, que representan las condiciones más controladas.

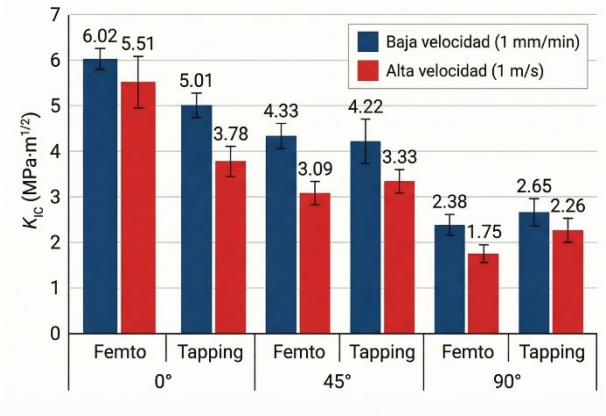


Figura 1. *Valores de la tenacidad de fractura (K_{IC}) en función de la orientación de fibra, técnica de entallado y velocidad de ensayo*

Los resultados revelan una marcada anisotropía, dependiendo de la dirección de fibra analizada, en el comportamiento de fractura del PBT-GF30.

La orientación 0° donde la grieta se propaga paralelamente a las fibras presenta el valor más elevado de K_{IC}. Este valor se explica por la elevada rigidez y capacidad de carga existente en esta dirección. Cuando la grieta se propaga en esta dirección, el material soporta tensiones muy elevadas, lo que se traduce en un K_{IC} alto,

esto a pesar de que la grieta avanza con baja absorción de energía por unidad de área lo que está asociado al mecanismo de debonding interfacial entre las fibras y la matriz polimérica.

La orientación 90° que es donde la grieta se propaga perpendicularmente con respecto a las fibras, muestra el valor más bajo de K_{IC}. En este caso, la grieta durante su avance debe extraer o atravesar fibras, esto activa mecanismos de pull-out que tienen la posibilidad de consumir un alto nivel de energía localmente. Sin embargo, la baja rigidez en esta configuración disminuye la carga de rotura, lo que proporciona un K_{IC} bajo.

La orientación 45° presenta un valor intermedio entre 0° y 90°, lo que puede atribuir a la presencia de mecanismos mixtos entre pull-out y debonding, con una contribución más o menos equilibrada entre la matriz y la interfaz.

3.2. Influencia de la velocidad de ensayo

La Tabla 1 recoge la reducción porcentual de K_{IC} asociada al cambio de baja a alta velocidad para todas las orientaciones y técnicas de agudización de la entalla.

Tabla 1. *Valores de reducción porcentual de K_{IC} asociados al cambio de baja a alta velocidad*

Orientación	Técnica	Reducción porcentual
0°	Femtolaser	8.5
0°	Tapping	24.6
45°	Femtolaser	28.6
45°	Tapping	21.1
90°	Femtolaser	26.5
90°	Tapping	14.7

El aumento de la velocidad de ensayo genera una reducción sistemática en K_{IC}, con una magnitud que varía entre el 8.5% y el 28.6% dependiendo de la orientación de fibra y técnica de agudización estudiada. Si nos concentramos en el femtolaser, la orientación a 45° presenta la mayor reducción (28.6%), le sigue la orientación a 90° (26.5%) y finalmente la orientación a 0° muestra la menor sensibilidad (8.5%).

La sensibilidad al cambio de velocidad se puede explicar por los mecanismos de fractura implicados para cada orientación. En 0°, predomina la separación fibra-matriz (debonding interfacial), un mecanismo que depende más de la calidad de la adhesión interfacial que de la ductilidad de la matriz. Es por eso que, en este caso, la fragilización que ocurre en la matriz a alta velocidad afecta en menor medida a esta orientación. Mientras tanto, en 45° y 90° existe una mayor contribución de la matriz durante el proceso de fractura. En 90° predomina la extracción de fibras (pull-out) que es un proceso que para que la fibra sea extraída por fricción se requiere que haya deformación plástica de la matriz. En 45°, los mecanismos de fractura que predominan son mixtos (pull-out parcial + debonding). Por lo tanto, los mecanismos de fractura que dependen de la ductilidad de la matriz se ven más afectados por la pérdida de capacidad de deformación plástica que ocurre en la matriz a alta velocidad (transición dúctil-frágil), lo que explica las mayores reducciones en K_{IC} para 45° y 90°.

En cuanto a la técnica de agudización, se observa que la reducción porcentual dentro de la misma orientación de fibra es generalmente mayor en el femtolaser (8.5-28.6%) que para el tapping (14.7-24.6%).

La Figura 2 presenta curvas representativas de fuerza-desplazamiento (baja velocidad) y fuerza-tiempo (alta velocidad) para la orientación 45°, seleccionada por presentar la mayor sensibilidad a la velocidad de ensayo (reducción en K_{IC} del 28.6%).

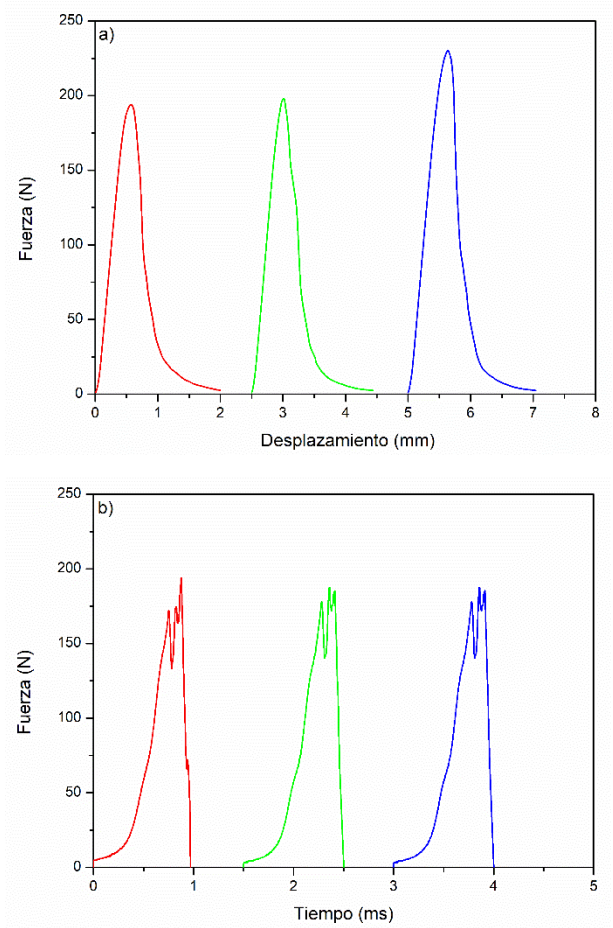


Figura 2. *Curvas representativas de los ensayos de fracura para orientación a 45° con agudización femtolaser: a) baja velocidad, b) alta velocidad*

En la Figura 2, se puede observar de forma cualitativa la transición dúctil-frágil de la matriz polimérica al aumentar la velocidad de deformación. A baja velocidad, la caída gradual de la fuerza después de alcanzar la carga máxima, indica una propagación estable de la grieta asociada a que la matriz tiene el tiempo suficiente para deformar plásticamente y permitir la activación del mecanismo pull-out (extracción de fibras). A alta velocidad, en cambio, la caída post-pico es súbita, sin

indicios de propagación estable, lo que indica una respuesta elástica (sin deformación plástica) hasta el fallo total.

3.3. Comparación de técnicas de agudización: femtolaser vs tapping

En la Figura 1, se puede observar que el femtolaser proporciona valores de K_{IC} con desviaciones estándar más bajas (menor dispersión) que el tapping para todas las orientaciones a baja y alta velocidad. La Figura 3 muestra micrografías obtenidas mediante microscopía electrónica de barrido (SEM) que explican la mayor consistencia del femtolaser frente al tapping.

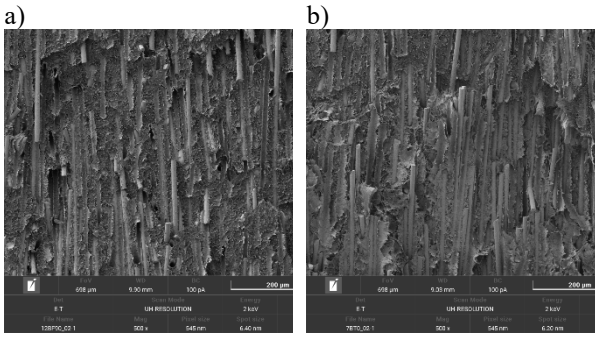


Figura 3. *Micrografías SEM (500x) de la zona de inicio de propagación de grieta a baja velocidad: a) Femtolaser, b) Tapping*

En la Figura 3a, se puede observar como el femtolaser genera una entalla que propicia una transición suave hacia la propagación estable y sin evidencia de daño mecánico. En contraste, el tapping (Figura 3b) presenta en la zona de iniciación irregularidades, debris (fragmentos sueltos de matriz y fibra) y posibles microgrietas todo como consecuencia del impacto mecánico de la cuchilla. Estos defectos locales no controlados, aumentan la variabilidad probeta a probeta y justifican la mayor dispersión observada en los valores de K_{IC}.

3.4. Análisis fractográfico: Correlación microestructura-propiedades

El análisis SEM de las superficies de fractura permite correlacionar los valores de K_{IC} con los mecanismos de fallo observados. En esta subsección, por simplificación, el análisis se centrará principalmente en la técnica de femtolaser y las micrografías presentadas corresponden en todos los casos a la parte central de la superficie de propagación de grieta.

En la Figura 4a, se puede apreciar una superficie de fractura con una topografía notablemente plana donde el debonding interfacial predomina como mecanismo de fractura. En este caso, la grieta se propaga a lo largo de la interfaz matriz-fibra lo que provoca un consumo de energía bajo localmente. Sin embargo, el K_{IC} es elevado (6.02 $MPa.m^{1/2}$) debido a la alta rigidez proporcionada por la orientación que tienen las fibras en esta dirección, lo que permite soportar mayores cargas antes del fallo total. La velocidad en este caso afecta menos debido al dominio de mecanismos interfaciales sobre la deformación de la matriz, lo que proporciona superficies con aspecto más o menos similar tanto a baja como a alta velocidad.

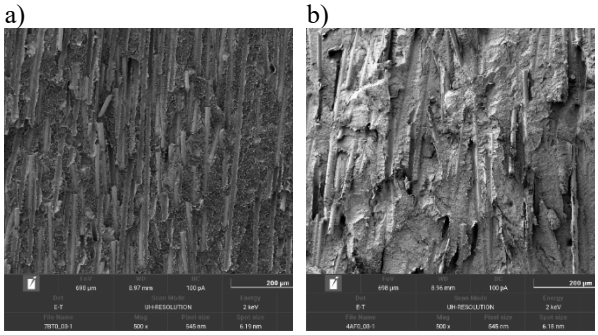


Figura 4. *Micrografías SEM 500x-Orientación 0°. Influencia de la orientación de fibra y de la velocidad de ensayo sobre los mecanismos de fractura: a) baja velocidad, b) alta velocidad*

En la Figura 5a, la superficie de fractura presenta una topografía muy irregular con abundante extracción de fibras (pull-out) y rugosidad intensa lo que indica una elevada deformación plástica de la matriz. Todo esto genera una fractura energéticamente rica a pesar del moderado valor de K_{IC} (2.38 $MPa.m^{1/2}$) y que es debido a la baja rigidez impuesta por las fibras en esta dirección. A alta velocidad (Figura 5b), el pull-out sigue presente pero la matriz presenta un aspecto más liso con menor evidencia de deformación plástica.

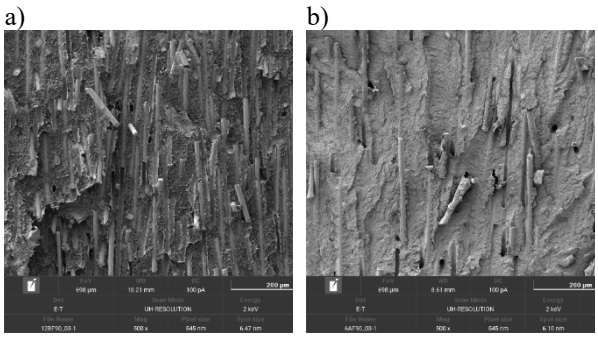


Figura 5. *Micrografías SEM 500x-Orientación 90°. Influencia de la orientación de fibra y de la velocidad de ensayo sobre los mecanismos de fractura: a) baja velocidad, b) alta velocidad*

La Figura 6 (orientación 45°) presenta una morfología intermedia y que es consecuencia de mecanismos mixtos (pull-out parcial + debonding). Esta es la orientación más

sensible al aumento de velocidad (reducción del 28.6% en K_{IC}) ya que la fragilización de la matriz afecta simultáneamente a los dos mecanismos de fractura.

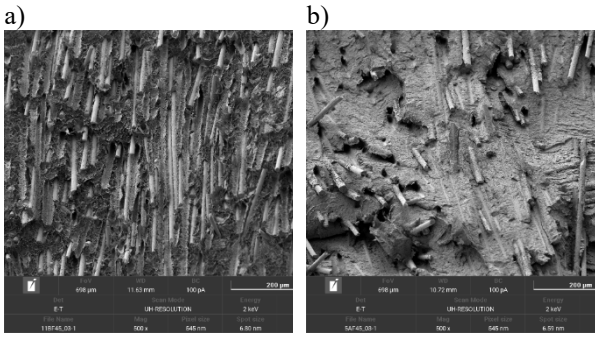


Figura 6. *Micrografías SEM 500x-Orientación 45°. Influencia de la orientación de fibra y de la velocidad de ensayo sobre los mecanismos de fractura: a) baja velocidad, b) alta velocidad*

4. CONCLUSIONES

En el presente trabajo se ha desarrollado una metodología para fabricar laminados unidireccionales (UD) mediante extrusión y prensado en caliente de un compuesto de plástico reforzado con fibra de vidrio corta como el PBT-GF30, que eliminan la estructura piel-núcleo generada mediante moldeo por inyección. La arquitectura generada en los laminados UD permite llevar a cabo un estudio controlado de K_{IC}.

Se ha confirmado que K_{IC} presenta una fuerte anisotropía dependiente de la rigidez direccional y los mecanismos de fractura involucrados. En la orientación 0°, con los valores más altos, domina el debonding interfacial (baja energía local pero alta rigidez). En la orientación 90°, con los valores más bajos, domina el pull-out (alta energía local pero baja rigidez). En la orientación 45°, con valores intermedios, dominan mecanismos mixtos entre pull-out y debonding interfacial.

K_{IC} presenta una reducción sistemática de entre el 8.5% y el 28.6% con el aumento de la velocidad de ensayo de 1 mm/min a 1 m/s. Esta reducción es atribuible a la transición dúctil-frágil de la matriz polimérica y a la inhibición de los mecanismos de deformación plástica a altas velocidades de deformación.

El análisis fractográfico mediante SEM ha permitido correlacionar los valores de K_{IC} con los mecanismos de fractura observados, demostrando que la arquitectura UD propuesta en este trabajo es una herramienta eficaz para desacoplar los efectos de la orientación, la velocidad de ensayo y técnica de agudización en la caracterización de la tenacidad a fractura de compuestos de fibra corta.

AGRADECIMIENTOS

Este trabajo ha sido financiado por la Generalitat de Catalunya a través de la acreditación y financiación del grupo de investigación eb-POLICOM: Polímers i Composits Ecològics i Biodegradables (Ayuda 2021 SGR 01042), por el proyecto EcoPolyRub PID2023-151338NB-I00 financiado por el Ministerio de Ciencia, Innovación y Universidades (MICIU), la Agencia Estatal de Investigación (AEI) y fondos FEDER.

Los autores agradecen al Programa de Unidades de Excelencia María de Maeztu (CEX2023-001300-M) financiado por MICIU/AEI/10.13039/501100011033. Asimismo, agradecemos la acreditación TECNIO como agente de transferencia tecnológica por parte de ACCIÓ, otorgada al Centre Català del Plàstic (CCP).

REFERENCIAS

[1] A. Bernasconi, P. Davoli, A. Basile, A. Filippi, Effect of fibre orientation on the fatigue behaviour of a short glass fibre reinforced polyamide-6. *International Journal of Fatigue* 29 (2007): 199-208.

[2] S. Mortazavian, A. Fatemi, Effects of fiber orientation and anisotropy on tensile strength and elastic modulus of short fiber reinforced polymer composites. *Composites Part B: Engineering* 72 (2015): 116-129.

[3] M. Ricotta, M. Sorgato, M. Zappalorto, Notch effect in the tensile quasi-static behaviour of 40% short glass fibre-reinforced composites. Procedia Structural Integrity 33 (2021): 695-703.

[4] J. Karger-Kocsis, K. Friedrich, Microstructure and fracture toughness of short fibre reinforced injection-moulded PBT composites. *Plastics and Rubber Processing and Applications* 12 (1989): 223-230.

[5] S.Y. Fu, B. Lauke, Effects of fiber length and fiber orientation distributions on the tensile strength of short-fiber-reinforced polymers. *Composites Science and Technology* 56 (1996): 1179-1190.

[6] G.C. Jacob, J.M. Starbuck, J.F. Fellers, S. Simunovic, The effect rate on the fracture toughness of fiber reinforced polymer composites. *Journal of Applied Polymer Science* 96 (2005): 899-904.

[7] N. León, A. Martínez, P. Castejón, D. Arencón, P. Martínez, The fracture testing of ductile polymer films: Effect of specimen notching. *Polymer Testing* 63 (2017): 180-193.

[8] ISO 13586:2018. Plastics — Determination of fracture toughness (GIC and KIC) — Linear elastic fracture mechanics (LEFM) approach.

FRACTURA DE MATERIALES BIOLÓGICOS Y BIOMATERIALES

ESTUDIO DE LA MICROFRACTURA EN HUESO TRABECULAR CONSIDERANDO PROPIEDADES HETEROGÉNEAS Y ORTÓTROPAS A NIVEL DE TEJIDO

A. Fresquet-Monter*, R. Belda, A. Vercher-Martínez, R. Megías, E. 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

RESUMEN

El hueso trabecular está formado por unidades estructurales del tipo placas y puntales orientados según el eje principal de carga del hueso, mostrando propiedades ortótropas en la microescala. Esto sucede por la organización jerárquica a escalas inferiores, donde el tejido lamelar, constituyente de estas unidades, muestra una clara direccionalidad en determinadas regiones y presenta una variación del nivel de mineralización en función de la actividad de remodelación ósea. Sin embargo, condicionados por la resolución de imagen y la capacidad computacional, esta complejidad asociada a la heterogeneidad y ortotropía propia del tejido lamelar no suele tenerse en cuenta en las simulaciones numéricas, que usualmente consideran propiedades homogéneas e isótropas. Este trabajo aborda el efecto de considerar la orientación del tejido lamelar, la mineralización heterogénea y la porosidad tisular debida a las lagunas osteocitarias en la microfractura de hueso trabecular. El procedimiento consiste en el submodelado de una zona de interés de ~3 x 3 x 3 mm de una muestra de hueso trabecular, aplicando en su contorno los desplazamientos resultantes del análisis numérico de la muestra total sometida a compresión. Los resultados muestran la gran influencia que tienen las propiedades ortótropas del tejido en la acumulación de daño microestructural y en el comportamiento dúctil del hueso trabecular.

PALABRAS CLAVE: Hueso trabecular; tejido lamelar; elementos finitos; ortotropía; heterogeneidad; microfractura.

ABSTRACT

Trabecular bone is composed of structural units such as plates and struts oriented along the bone's main load axis, exhibiting orthotropic properties at the microscale. This results from the hierarchical structure of bone, where lamellar tissue, that makes up these units, also shows a clear directionality and exhibits variations in its mineralisation levels depending on bone remodelling activity. However, due to image resolution and computational capacity limitations, this complexity associated with the heterogeneity and orthotropy of lamellar tissue is not usually considered in numerical simulations, which commonly take into account homogeneous and isotropic properties. This work addresses the effect of considering the orientation of lamellar tissue and heterogeneous mineralisation in the microfracture of trabecular bone. The procedure consists of submodelling an area of interest of ~3 x 3 x 3 mm of a trabecular bone sample, applying the displacements resulting from the numerical analysis of the total sample to its boundaries. The results show the great influence of the tissue orthotropic properties on the accumulation of microstructural failure and the ductile mechanical behaviour of trabecular bone.

KEYWORDS: Trabecular bone; lamellar tissue; finite element; orthotropy; heterogeneity; microfracture.

1. INTRODUCCIÓN

El tejido trabecular tiene una microestructura 3D altamente compleja y jerárquica formada por estructuras verticales y horizontales denominadas trabéculas (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 submicroestructura 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]. En los paquetes lamelares se pueden encontrar unas cavidades elipsoidales, denominadas lagunas, donde residen los osteocitos, encargados de la remodelación ósea [3]. Estas lagunas junto con el sistema canalicular contribuyen a la microporosidad tisular, que está en torno a un 1 % -5 % [3, 4].

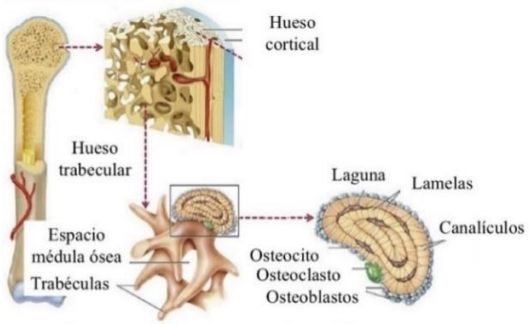


Figura 1. Estructura jerárquica del hueso trabecular. Adaptado de [5].

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 [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 menos direccionales [2, 6]. La variación de mineralizaciones dentro de los puntales produce que el tejido trabecular sea heterogéneo [2].

A pesar de que el tejido trabecular es ortótropo y heterogéneo, los modelos de elementos finitos (EF) de hueso esponjoso normalmente asumen propiedades isótropas y homogéneas [2]. Debido a la alta complejidad del hueso, son pocos los estudios que consideran propiedades no isótropas del tejido. De hecho, el gran número de trabéculas que se pueden encontrar en la muestra hace que la asignación de orientaciones sea costosa computacionalmente y, manualmente, prohibitiva [2]. Sin embargo, tener en cuenta las propiedades mecánicas a nivel de tejido puede permitir evaluar la calidad ósea y la predisposición a fracturas óseas, ayudando a predecir su riesgo y su posible prevención [7].

Este trabajo evalúa, mediante modelos numéricos, la influencia de considerar ortotropía y heterogeneidad a nivel de tejido óseo en el fallo microestructural de una zona de interés de 3 x 3 x 3 mm de hueso trabecular humano sano. Además, se ha implementado un modelo microescala para aplicar las propiedades resistentes ortótropas del tejido lamelar en función de la densidad mineral ósea (DMO) y la microporosidad tisular.

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 de una muestra de 3 mm de hueso trabecular sano. Para ello, se han generado dos modelos de EF contemplando en uno propiedades homogéneas e isótropas (Hm-I) y en el otro propiedades heterogéneas y ortótropas (Ht-O).

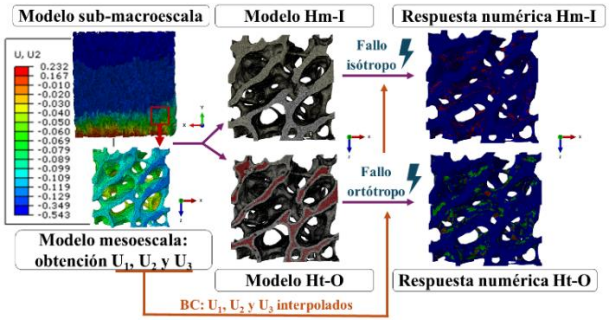


Figura 2. Metodología de trabajo.

2.1. Cuantificación de la microporosidad tisular

Dos muestras de tejido trabecular sano procedentes de la cabeza femoral de un hombre de 56 años y de una mujer de 43 años, fueron escaneadas por microCT a una resolución isótropa de 1.17 µm. De cada una de las muestras se escanearon dos zonas de interés diferentes y separadas. Estas imágenes microCT fueron segmentadas mediante el software ScanIP por medio de un método manual de filtrado de imagen y de umbralización. De este modo, fue posible reconstruir y cuantificar la microporosidad tisular (p) debido a la presencia de lagunas osteocitarias (ver Figura 3). Los resultados muestran una microporosidad de tejido de un 0.6953 ± 0.1418 %. Por ello, en este estudio se utiliza un valor de porosidad p = 0.7 %.

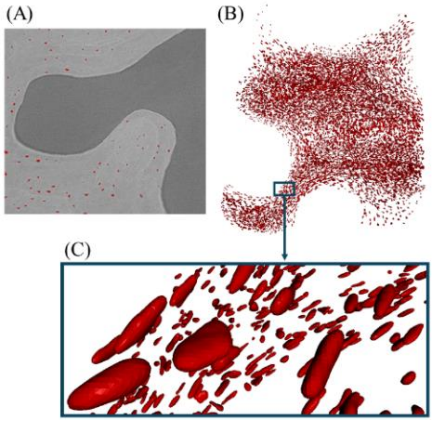


Figura 3. Microporosidad tisular sana. (A) Corte 2D de tejido trabecular sano. En rojo se muestra la microporosidad tisular. (B) Reconstrucción 3D de la microporosidad tisular. (C) Zoom de (B) donde se observa la forma elipsoidal de las lagunas osteocitarias y su orientación en la dirección del tejido.

2.2. Cubo mesoescala de tejido trabecular

En este trabajo se ha optado por utilizar el modelo numérico de una muestra de hueso trabecular, cuyas propiedades mecánicas fueron calibradas en trabajos anteriores [8]. La muestra era procedente de una cabeza femoral de un hombre de 47 años y fue escaneada por microCT a una resolución isótropa de 13.797 µm. Estas imágenes fueron segmentadas mediante un proceso manual de umbralización y un análisis de conectividad para generar el modelo 3D de hueso trabecular. De este

modelo sub-macro, se aisló una región de interés de tejido trabecular de aproximadamente 3 x 3 x 3 mm, que en este trabajo va a ser referido posteriormente como cubo mesoescala.

2.3. Modelos mesoescala con propiedades elásticas de tejido óseo trabecular

2.3.1. Modelo homogéneo e isótropo (Hm-I)

Este modelo considera un único material en todo el modelo mesoescala de tejido trabecular, estimado a partir de la microporosidad tisular y la densidad mineral ósea (DMO), la cual está positivamente correlacionada con las propiedades micromecánicas del tejido óseo. Para calcularla, se ha realizado un análisis de las imágenes microCT. Sin embargo, cuando esta adquisición se realiza con resoluciones más bastas, surgen errores producidos por el artefacto de imagen llamado endurecimiento del haz (*beam hardening* en inglés) o por el volumen parcial, ambos teniendo lugar en la superficie trabecular. Estos artefactos pueden afectar en gran medida a los resultados y conclusiones obtenidas.

De esta manera, se ha procedido a estimar el porcentaje de variación del nivel de gris (GS) en áreas localizadas del interior, caracterizado por presentar unos niveles de gris más blanquecinos por el aumento de mineralización, y del exterior de las muestras de tejido trabecular sano escaneadas a 1.17 µm (ver Figura 4). La estimación se realiza en localizaciones concretas de las regiones interior y exterior, con el objetivo de evitar el efecto de los artefactos anteriormente mencionados. Se ha estimado un porcentaje de variación del nivel de gris de un 3.41 ± 1.47 %.

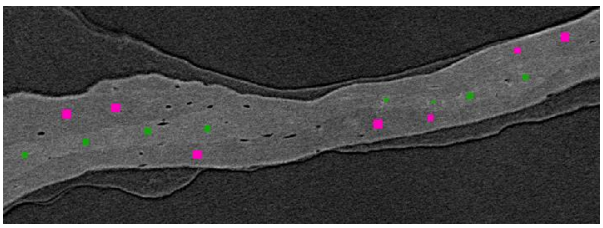


Figura 4. Estimación de la variación porcentual del nivel de gris en tejido trabecular. En rosa se visualizan las máscaras en la región externa del tejido trabecular, mientras que en verde se muestran las de la región interna.

A continuación, se ha procedido a medir el GS de la muestra mesoescala de tejido trabecular en la zona interior y de ahí estimar un nivel de gris externo mediante la variación porcentual anteriormente mencionada. De aquí, mediante la recta de calibración de trabajos anteriores [8], se ha estimado la DMO_{Hm} como la media entre la DMO_{int} y la DMO_{ext} en función del GS en gHA[1]/cm^3 (Ecs. 1-3).

$$DMO_{int} = 1.1575\ GS_{int} + 781.87 \quad (1)$$

$$DMO_{ext} = 1.1575\ (GS_{int} - 0.0341\ GS_{int}) + 781.87 \quad (2)$$

$$DMO_{Hm} = \frac{DMO_{int} + DMO_{ext}}{2} \quad (3)$$

Para estimar el módulo de elasticidad (E_{Istp}), se han utilizado las ecuaciones ortótropas de tejido lamelar en función de la DMO_{Hm} y microporosidad tisular obtenidas por Megías *et al.* (2022) [9]. De aquí, a partir de la matriz de rigidez, se ha calculado la matriz de flexibilidad y se ha estimado E_{Istp} como el módulo de Young longitudinal.

2.3.2. Modelo heterogéneo y ortótropo (Ht-O)

Este modelo considera dos regiones en el cubo mesoescala de tejido trabecular: un centro no orientado (isótropo) y un exterior orientado (ortótropo), simulando la direccionalidad del tejido lamelar (ver Figura 5 (A)). Para ello, generamos dos máscaras en ScanIP, correspondientes a la región interna más mineralizada y al exterior alineado. Para definir la densidad de cada región, se obtuvo el nivel gris medio de la zona interna del tejido trabecular y, posteriormente, siguiendo las Ecs. 1 y 2 se estimaron la DMO_{int} y la DMO_{ext} del volumen mesoescala trabecular.

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 en 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 (B)).

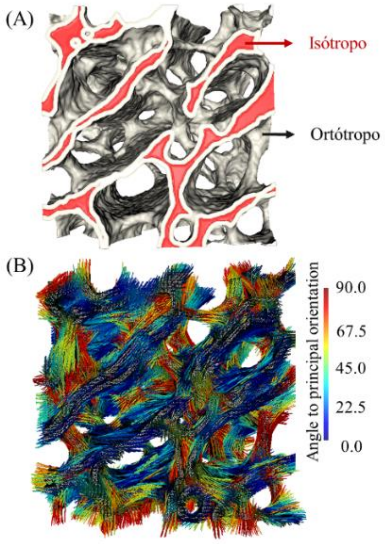


Figura 5. Modelo mesoescala Ht-O. (A) Distinción de dos regiones: una interior (en rojo) y otra exterior (blanca). (B) Orientación de los elementos externos de malla.

[1] HA es la abreviatura de Hidroxiapatita

Por último, para aplicar las propiedades elásticas a la región externa del tejido óseo, se utilizaron nuevamente las propiedades ortótropas obtenidas por Megías *et al.* (2022) para tejido lamelar en función de la DMO y *p*. Para la zona interna más mineralizada y, por tanto, más rígida e isótropa, se estimó el módulo elástico de la misma manera que en el modelo Hm-I.

2.4. Condiciones de contorno

En este trabajo se pretende aplicar como condiciones de contorno a los modelos de EF Hm-I y Ht-O los desplazamientos que experimenta el volumen mesoescala trabecular embebido en la muestra global de tejido esponjoso (ver Figura 6). Así, se aplican unos desplazamientos realistas, simulando la existencia y contribución de tejido trabecular circundante al volumen mesoescala. Con este objetivo, a partir de la reconstrucción 3D de la muestra sub-macro de hueso trabecular, se ha generado su modelo de EF con elementos tetraedros cuadráticos (C3D10 en Abaqus) de un tamaño característico de 0.146 mm. La muestra sub-macro de hueso trabecular se ha modelado como un material elástico lineal, isótropo y homogéneo, utilizando las propiedades elásticas a nivel de tejido calibradas de trabajos anteriores [8]. Por último, se ha aplicado un desplazamiento del 3 % en la dirección OY en los nodos de una de sus caras y se ha restringido los desplazamientos en los nodos de la cara contraria. A partir de la solución obtenida, se han extraído los desplazamientos resultantes de las 6 caras del volumen mesoescala trabecular.

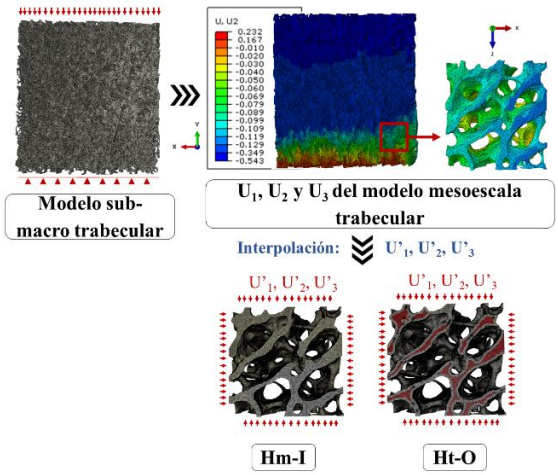


Figura 6. Metodología de aplicación de las condiciones de contorno en los modelos mesoescala Hm-I y Ht-O.

Debido a la diferencia de tamaño de elemento de malla entre el volumen mesoescala embebido en el tejido y los modelos Hm-I y Ht-O, se procedió a interpolar los desplazamientos resultantes mediante un código de usuario de Matlab. Obtenidos los desplazamientos interpolados en las direcciones X, Y, Z de cada una de las caras de los cubos mesoescala Hm-I y Ht-O, éstos se aplicaron a nivel de nodo como condiciones de contorno mediante una subrutina de usuario de Abaqus.

2.5. Modelo de fallo isótropo con propiedades resistentes de tejido lamelar

Para modelar el fallo en la región interna isótropa, se han utilizado las ecuaciones de los límites resistentes máximos del tejido lamelar a tracción y compresión de Vercher *et al.* (2024) [4], los cuales se calculan en función de la DMO y la microporosidad tisular. Dentro de las Ecs. 4-6, los límites resistentes de tejido lamelar se denotan como S^c (DMO, p), S^t (DMO, p) y $S^c{}_S$ (DMO, p), siendo los límites a compresión, tracción y a cortante, respectivamente. En dicho modelo, se incluye la densidad de la HA (ρ_{HA} = 3.16 g/cm^3) y sus límites resistentes a tracción ($S^t{}_{HA}$ = 190 MPa) y a compresión ($S^c{}_{HA}$ = 917 MPa) [4].

$$S^t\,(DMO,p) = S^t_{HA}\,(\frac{DMO}{\rho_{HA}})^{0.11024}\,[1-(\frac{p}{100})^{0.29755}] \quad (4)$$

$$S^c\,(DMO,p) = S^c_{HA}\,(\frac{DMO}{\rho_{HA}})^{0.90634}\,[1-(\frac{p}{100})^{0.33564}] \quad (5)$$

$$S^c_S(DMO,p) = \frac{1}{2}S^c_{max}(DMO,p) \quad (6)$$

El modelado del fallo *post-yield* a compresión del volumen mesoescala se realizó siguiendo el enfoque de la mecánica de daño continuo. En consecuencia, la evolución del fallo se modeló como la degradación de las propiedades mecánicas elásticas en función de la superación de los límites resistentes. La expresión isótropa del comportamiento elástico en el marco de la mecánica de daño continuo viene dada por la Ec. 7, 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 siguiendo la Ec. 8 (todas las tensiones se expresan en valor absoluto), produciéndose una degradación del 95 % de las propiedades mecánicas elásticas al superar las componentes de tensión del vector **σ** los límites resistentes máximos de tejido lamelar. Para simular el fallo microestructural del cubo mesoescala trabecular mediante un criterio de degradación isótropo, se implementó una subrutina de usuario en Abaqus.

$$\boldsymbol{\sigma} = (1 - D)\,\mathbf{C}\,\boldsymbol{\varepsilon} \quad (7)$$

$$D = \begin{cases} 0 & \begin{array}{l} \sigma^c_{11} < S^c\,(DMO,p) \\ \sigma^t_{11} < S^t\,(DMO,p) \\ \sigma^c_{22} < S^c\,(DMO,p) \\ \sigma^t_{22} < S^t\,(DMO,p) \\ \sigma^c_{33} < S^c\,(DMO,p) \\ \sigma^t_{33} < S^t\,(DMO,p) \\ \tau^c_{ij} < S^c_S(DMO,p) \\ i,j = 1,2,3 \end{array} \\ 0.95 & \begin{array}{l} \sigma^c_{11} \geq S^c\,(DMO,p) \\ \sigma^t_{11} \geq S^t\,(DMO,p) \\ \sigma^c_{22} \geq S^c\,(DMO,p) \\ \sigma^t_{22} \geq S^t\,(DMO,p) \\ \sigma^c_{33} \geq S^c\,(DMO,p) \\ \sigma^t_{33} \geq S^t\,(DMO,p) \\ \tau^c_{ij} \geq S^c_S(DMO,p) \\ i,j = 1,2,3 \end{array} \end{cases} \quad (8)$$

2.6. Modelo de fallo ortótropo con propiedades resistentes de tejido lamelar

Para simular el fallo de la región externa y orientada del volumen mesoescala trabecular, se ha utilizado el modelo micromecánico ortótropo sugerido por Vercher *et al.* (2024) [4], 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. Dentro de las Ecs. 9-13, los límites resistentes de tejido lamelar se denotan como S^c_{Long} (DMO, p), S^t_{Long} (DMO, p), S^c_{Transv} (DMO, p), S^t_{Transv} (DMO, p) y S^c_S (DMO, p) para el eje longitudinal, transversal y la dirección cortante, respectivamente [4].

$$S^t_{Long}(DMO,p) = S^t_{HA}\left(\frac{DMO}{\rho_{HA}}\right)^{0.11024}\left[1-\left(\frac{p}{100}\right)^{0.29755}\right] \quad (9)$$

$$S^c_{Long}(DMO,p) = S^c_{HA}\left(\frac{DMO}{\rho_{HA}}\right)^{0.90634}\left[1-\left(\frac{p}{100}\right)^{0.33564}\right] \quad (10)$$

$$S^t_{Transv}(DMO,p) = S^t_{HA}\left(\frac{DMO}{\rho_{HA}}\right)^{0.0.5025}\left[1-\left(\frac{p}{100}\right)^{0.11559}\right] \quad (11)$$

$$S^c_{Transv}(DMO,p) = S^c_{HA}\left(\frac{DMO}{\rho_{HA}}\right)^{0.10076}\left[1-\left(\frac{p}{100}\right)^{0.16183}\right] \quad (12)$$

$$S^c_S(DMO,p) = \frac{1}{2}\left[S^c_{Long}(DMO,p) + S^c_{Transv}(DMO,p)\right] \quad (13)$$

De esta manera, la degradación ortótropa de las propiedades elásticas también se ha implementado dentro del enfoque de la mecánica de daño continuo siguiendo la Ec. 7. El daño se ha supuesto que evoluciona de acuerdo con las Ecs. 14 y 15, 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, σ_{11}, σ_{22} y σ_{33} hacen referencia a las tensiones orientadas al eje longitudinal (1) y transversal (2 y 3), mientras que τ representa la tensión cortante en la dirección 1-3.

$$D_1 = \begin{cases} 0 & \sigma^c_{11} < S^c_{Long}(DMO,p) \\ & \sigma^t_{11} < S^t_{Long}(DMO,p) \\ 0.9 & \sigma^c_{11} \geq S^c_{Long}(DMO,p) \\ & \sigma^t_{11} \geq S^t_{Long}(DMO,p) \end{cases} \quad (14)$$

$$D_2 = \begin{cases} 0 & \sigma^c_{22} < S^c_{Transv}(DMO,p) \\ & \sigma^t_{22} < S^t_{Transv}(DMO,p) \\ & \sigma^c_{33} < S^c_{Transv}(DMO,p) \\ & \sigma^t_{33} < S^t_{Transv}(DMO,p) \\ & \tau^c_{13} < S^c_S(DMO,p) \\ 0.5 & \sigma^c_{22} \geq S^c_{Transv}(DMO,p) \\ & \sigma^t_{22} \geq S^t_{Transv}(DMO,p) \\ & \sigma^c_{33} \geq S^c_{Transv}(DMO,p) \\ & \sigma^t_{33} \geq S^t_{Transv}(DMO,p) \\ & \tau^c_{13} \geq S^c_S(DMO,p) \end{cases} \quad (15)$$

Las componentes de tensión se han expresado en valor absoluto.

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

En primer lugar, la fractura en el modelo Hm-I se origina en la superficie trabecular, propagándose hacia el interior del tejido. En el caso ortótropo, hay un crecimiento de la fractura siguiendo la superficie del tejido al tiempo que va avanzando hacia el interior (ver Figura 7). Hammond *et al.* (2019) [10] estudiaron la contribución de asumir propiedades homogéneas/heterogéneas e isótropas/anisótropas en un modelo de una región de interés de tejido trabecular de 3 mm. Con sus resultados concluyeron que en modelos homogéneo y heterogéneo-isótropos la microfractura también se propaga hacia el interior del tejido [10]. Por otro lado, para los modelos anisótropos con propiedades homogéneas las microfracturas comienzan en el interior, mientras que aplicando propiedades heterogéneas el fallo se localiza cerca y siguiendo la superficie trabecular [10]. En el caso del presente estudio, el modelo Ht-O posee una baja heterogeneidad debido a la pequeña variación de GS medida en las imágenes µCT (DMO_{int} = 1.067 gHA/cm^3 y DMO_{ext} = 1.058 gHA/cm^3) en comparación con [10], donde esta diferencia de DMO es mucho más alta (DMO_{min} = 0.777 gHA/cm^3 y DMO_{max} = 1.576 gHA/cm^3). Nuestra pequeña variación del módulo de Young en Ht-O podría explicar la combinación de efectos de los dos modelos desarrollados por [10], obteniendo una fractura superficial al mismo tiempo que una propagación del fallo a su interior.

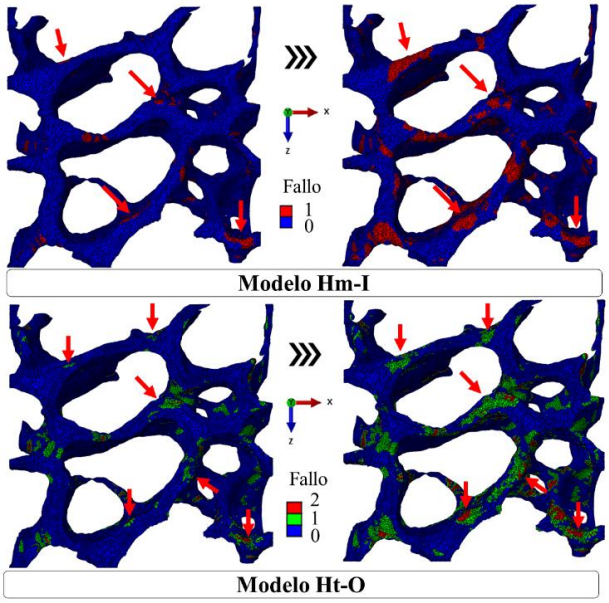


Figura 7. Patrón del fallo en Hm-I y Ht-O.

En segundo lugar, otra diferencia significativa entre los dos modelos es el aumento de la zona de fallo cuando se tienen en cuenta propiedades ortótropas en el modelo. Esto se puede observar en la Figura 8, donde se muestra el daño más generalizado en el modelo ortótropo en comparación con el isótropo. Hammond *et al.* (2019) [10] también observaron un aumento del número de microfracturas en hueso trabecular al considerar propiedades anisótropas.

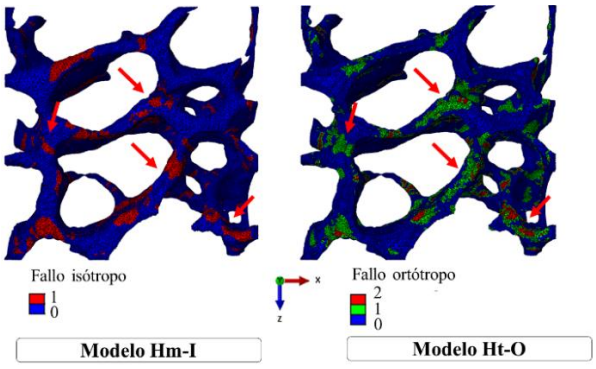


Figura 8. Fallo del cubo trabecular Hm-I y Ht-O. Con flechas rojas se muestran las zonas con mayor daño en el caso ortótropo.

Por último, se han obtenido las curvas tensión-deformación de ambos modelos en la dirección de compresión del modelo sub-macro (Y). Se ha observado que ambos modelos alcanzan una tensión máxima muy similar. No obstante, el modelo isótropo presenta una mayor rigidez, lo que a su vez produce que tenga una fractura más repentina, mientras que el modelo ortótropo tiene un comportamiento más progresivo.

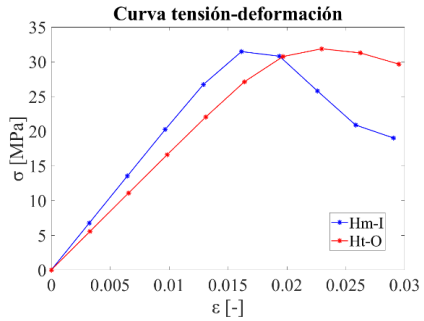


Figura 9. Curva tensión deformación de los modelos numéricos Hm-I y Ht-O.

4. CONCLUSIONES

En este trabajo se ha conseguido modelar una muestra mesoescala de tejido trabecular teniendo en cuenta la direccionalidad del tejido lamelar junto con las propiedades elásticas en función de la DMO y la microporosidad tisular propia del hueso trabecular. Además, se ha modelado el fallo ortótropo a nivel de microestructural aplicando por un lado como condiciones de contorno los desplazamientos resultantes de la simulación sub-macro y, por otro lado, las propiedades resistentes del tejido lamelar en función de la DMO y la microporosidad tisular.

Los resultados muestran que la microfractura está relacionada con la ortotropía del tejido, produciendo un fallo más progresivo.

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 financiado por MCIN/AEI/10.13039/501100011033 y a la Generalitat Valenciana por CIACIF/2023/454.

REFERENCIAS

[1] Oftadeh R, Perez-Viloria M, *et al. Biomechanics and mechanobiology of trabecular bone: a review*. J. of Biomech. Eng., 2015; 1 37(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.* Biomech.and Mod. in Mechanobiology, 2018; 17; 605–614. DOI: 10.1007/s10237-017-0981-8.

[3] Collins CJ, Andriotis OG, *et al. Bone micro- and nanomechanics.* Encyclopedia of Biomedical Engineering, 2019; 2; 22-44. DOI: 10.1016/B978-0-12-801238-3.99937-9.

[4] 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.* Comp. Meth. and Prog. in Biomed., 2024; 248; 108120. DOI: 10.1016/j.cmpb.2024.108120.

[5] Wang X, Xu S, *et al. Topological design and additive manufacturing of porous metals for bone scaffolds and orthopaedic implants: A review*. Biomaterials 83; 127-141. DOI: 10.1016/j.biomaterials.2016.01.012.

[6] 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.

[7] O'Connor DT, Elkhodary KI, *et al. Modeling orthotropic elasticity, localized plasticity and fracture in trabecular bone*. Comp. Mech., 2016; 58; 423-439. DOI: 10.1007/s00466-016-1301-3.

[8] 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.

[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*. Comp. Meth. and Prog. in Biomed, 2022; 219; 106764. DOI: 10.1016/j.cmpb.2022.106764.

[10] Hammond MA, Wallace, JM, *et al. Mechanics of linear microcracking in trabecular bone*. J. of Biomech., 2019; 83; 34-42. DOI: 10.1016/j.jbiomech.2018.11.018.

THE INFLUENCE OF 3D-PRINTED VS. PELLETIZED MATRIX IN THE FRACTURE ENERGY ON PLA/NATURAL FIBER COMPOSITES

A. Moumeni*, K. Maou, C. Santiuste, J.A. Loya.

Departamento de Mecánica de Medios Continuos y Teoría de Estructuras, Universidad Carlos III de Madrid, Av. de la Universidad, 30, 28911 Leganés, Madrid

* Persona de contacto: amoumeni@ing.uc3m.es

RESUMEN

Este estudio examina la influencia en la energía de fractura del proceso de fabricación de biocomposites de ácido poliláctico (PLA) reforzados con fibras de lino e hibridados con fibras de basalto. Se utilizaron dos tipos de matriz de PLA, fabricadas a partir de pellets prensados y mediante impresión 3D. Además, se emplearon dos métodos de consolidación: mediante apilamiento tradicional one-shot y mediante prepreg. El comportamiento ante fractura interlaminar se analizó ensayando probetas en Modo I de deformación (DCB) combinados con correlación digital de imágenes (DIC). Los resultados indican que el método de fabricación tiene un efecto significativo en las propiedades de fractura. Específicamente, las probetas con matriz impresa en 3D alcanzaron valores, aproximadamente, cuatro veces superiores a los obtenidas en probetas fabricadas a partir de pellets de PLA prensado. Esta mejora se atribuye a la mejor interacción entre las fibras de refuerzo y las capas de PLA impresa en 3D. Además, los resultados muestran que la consolidación de prepregs es el factor dominante para maximizar la resistencia a la fractura en compuestos sostenibles.

ABSTRACT

This study examines the influence of the manufacturing process on the fracture energy of fully biodegradable Polylactic acid (PLA) composites reinforced with flax fibers and hybridized with basalt fibers. Two matrix forms were used: pressed PLA pellets and the 3D-printed PLA sheets. Furthermore, two consolidation methods were used: the traditional one-shot stacking and the prepreg method. Fracture behavior was investigated using Mode I Double Cantilever Beam (DCB) tests coupled with Digital Image Correlation (DIC) to analyze crack propagation. The results indicate that the manufacturing method has a significant effect on the resulting energy. Specifically, the 3D-printed matrix specimens prepared using the prepreg method exhibited the highest propagation fracture energy, approximately four times greater than that of the conventionally pressed PLA pellet specimens. This enhancement is attributed to the improved interfacial interaction between the reinforcing fibers and the 3D-printed PLA layer. Additionally, the results show that the prepreg stage is the dominant factor for maximizing fracture resistance in sustainable composites.

KEYWORDS: Natural Fibers, PLA, 3D Printing, Fracture Toughness, DCB, Composite Materials.

1. INTRODUCCIÓN

The aircraft manufacturing industry has rapidly adopted fiber-reinforced composite materials, driven by their superior stiffness-to-weight ratio compared to traditional synthetic materials [1]. Consequently, these advanced composites are now widely employed in the structural components of modern passenger aircraft. However, a major limitation of composite materials in aerospace applications is their susceptibility to impact damage from foreign objects, which can result in catastrophic failures. This concern underscores the necessity of thoroughly evaluating the mechanical behavior of composite materials [2]. Among the key properties governing failure mechanisms in laminated composites is the resistance to delamination propagation, commonly quantified as fracture energy. The latter is strongly dependent on manufacturing quality and the adhesion at the fiber matrix interface [3]. Although several studies have addressed the assessment of fracture energy, limited attention has been paid to the effect of manufacturing methods on the fracture resistance of biocomposite materials. In particular, the significant role that 3D-printed polymer sheets can play in enhancing the fracture energy of composite materials remains insufficiently explored. Bensadoun et al [4] investigated the effect of different fiber architectures on the interlaminar fracture energy of flax fiber/epoxy composites. Both Mode I (G_{Ic}) and Mode II (G_{IIc}) fracture energies were measured for various composite configurations, including unidirectional (UD) lay-ups. The results showed that the G_{Ic} for the UD flax fibers epoxy composite reached a significant value of 1597 J/m². El Hadi Saidane et al [5] examined the Mode-I interlaminar fracture energy of woven composites reinforced with flax, glass, and hybrid flax-glass fibers using the double cantilever beam (DCB) test. Their findings revealed that flax-fiber laminates exhibited the highest critical strain energy release rate for crack initiation at 1079 J/m², surpassing both the hybrid flax-glass 945 J/m² and glass fiber 923 J/m² counterparts. This superior energy is attributed to the distinctive morphology of flax fibers short, bundled filaments arranged in a twill weave which promotes extensive fiber

bridging during crack propagation, thereby dissipating greater fracture energy. Coupled with the inherently low density of flax fibers, this combination of high fracture resistance and reduced mass underscores the promise of natural fiber composites for lightweight structural applications requiring robust damage tolerance. Ravandi et al. [6] studied the effects of through-the-thickness stitching using natural fibers on the flax fiber/epoxy composites. Their results demonstrated that laminates stitched with flax yarns exhibited greater improvements in fracture energy compared to those stitched with cotton threads. In addition, the interlaminar fracture energy of woven flax composites was significantly higher than that of glass fiber composites, while unidirectional flax composites achieved value of approximately 2600 J/m².

This paper presents an experimental investigation of the Mode I interlaminar fracture of natural composites reinforced with unidirectional flax fibers. Two forms of PLA were considered: compressed pellet-based sheets and 3D-printed sheets. The laminates were manufactured using two different consolidation routes, namely one-shot and prepreg processing. The objective of this study is to fill the existing knowledge gap by systematically evaluate the influence of both the PLA form and the manufacturing procedure on the interlaminar fracture energy of the composite laminates. The obtained results are analyzed and comparatively discussed.

2. MATERIALS AND EXPERIMENTAL PROCEDURE

2.1 Materials and Manufacturing

Commercial polylactic acid (PLA) pellets (PLI 211, NaturePlast), with a density of 1.24 g/cm³, were supplied. In addition, PLA filaments purchased from Winkle (Salamanca, Spain) were used to fabricate PLA sheets via 3D printing. Commercial unidirectional flax fibers sourced from EcoTechnilin, Valliquerville, France (areal density of 180 g/m2; thickness of 0.36 mm) were used as natural reinforcement, The basalt fiber used in this study was a unidirectional basalt fabric (BWUD-380) supplied by Zhejiang GBF Basalt Fiber Co.,Ltd., a member of the Hengdian Group (P.R. of China). The fabric had an areal density of 380 g/m² and a nominal width of 30 cm.

The specimens were manufactured by two consolidation techniques:

- **One-Shot (Film Stacking):** Alternating layers of matrix and dry flax fiber were stacked and consolidated in a single hot-press cycle.
- **Prepreg:** Flax fiber was first impregnated with PLA to create prepregs, then they were subsequently stacked and consolidated using compression molding.

Considering these routes, the type of PLA sheet, and the presence of basalt, 8 distinct groups results (listed in **Table 1)**.

Table 1. Specimen group nomenclature

Code	Designation	Hybridisation
DSB	one-shot technique with PLA pellet sheets	with basalt
DPB	prepregs technique with PLA pellet sheets	
DSPB	one-shot technique with printed PLA sheets	
DPPB	prepregs technique with printed PLA sheets	
DSWB	one-shot technique with PLA pellet sheets	without basalt
DSPWB	one-shot technique with printed PLA sheets	
DPWB	prepregs technique with PLA pellet sheets	
DPPWB	prepregs technique with printed PLA sheets	

2.2 Mode I fracture energy

Mode I interlaminar fracture behaviour was characterized using the Double Cantilever Beam (DCB) test, following a standard based on ASTM D5528EI guidelines. A non-adhesive insert (Teflon) was placed at the mid-plane during manufacturing to act as a crack starter (a_0). Piano hinges were mechanically fastened to the specimen arms using lateral screws to apply the opening load.

Tests were conducted on a Zwick/Roell universal testing machine with a load cell of 10 kN, at a constant crosshead speed of 2 mm/min. To accurately monitor the crack length (a) and the displacement field, a Digital Image Correlation (DIC) system was employed. High-resolution images were captured every 1 second and post-processed to track the crack tip advancement. The Mode I fracture energy was calculated using the modified beam theory method, which corrects for the rotation of the beam at the crack tip. The energy release rate is given by Eq. (1):

$$G_{IC} = \frac{3P\delta}{2B(a+\Delta)} \tag{1}$$

Where P is the applied load, δ is the load-point displacement, B is the specimen width, a is the crack length, and Δ is the effective crack length correction factor determined experimentally from the compliance calibration.

3. RESULTS AND DISCUSSION

3.1 Load-Displacement Curves

The load-displacement curves obtained from the DCB tests for the different manufactured configurations are presented in **Figure 1.**

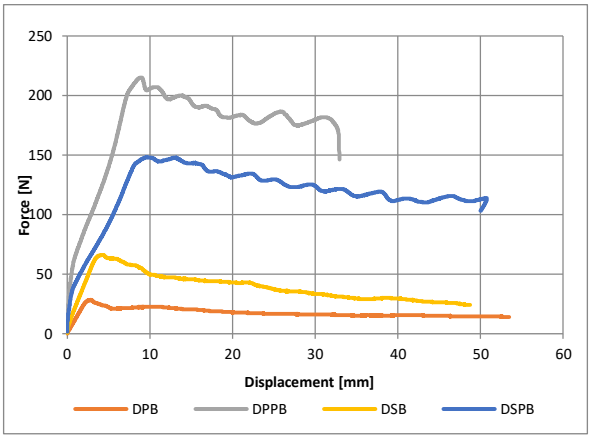


Figure 1. Experimental load-displacement response for the DPB, DPPB, DSB and DSPB.

The DPB and DSB curves show a brittle behavior, with low peak loads of 31 N and 65 N respectively, followed by sudden drops or small fluctuations after the peak. This indicates rapid matrix cracking or interfacial failure with limited resistance. However, the DSPB and DPPB groups exhibit a robust, tough behavior with higher peak loads. In particular, the DPPB group, which reaches approximately 212 N, representing the highest load-bearing capacity. Beyond the peak load, the curves exhibit a nonlinear region characterized by crack initiation and propagation as the material interacts with the toughened printed mesostructure. The sustained load-carrying capacity over an extended displacement range indicates enhanced energy absorption through mechanisms such as crack deflection and fiber bridging, thereby preventing the premature failure observed in the PLA pellet-based composite.

3.2 Resistance curve (R-curve)

Figure 2 presents the values of G_{Ic} as a function of crack propagation (a) of each composite.

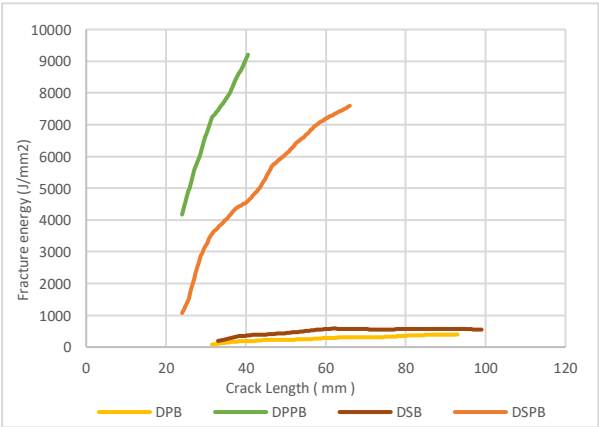


Figure 2: R-curve from the DCB test for the DPB, DPPB, DSB and DSPB.

The PLA pellet sheet groups (DPB and DSB) exhibited relatively flat R-curves due to the absence of fiber bridging, resulting in low fracture energy values characteristic of brittle interlaminar fracture. In these specimens, cracks propagated along the smooth interfaces between the consolidated layers with minimal resistance. In contrast, the 3D printed PLA-based specimens (DPPB and DSPB) displayed a pronounced rising R-curve behavior, where the fracture energy increased significantly with crack length. This increasing resistance is attributed to the complex internal meso-structure inherent to the printing process. Although the hot-press process smoothed the macroscopic surface, the anisotropic polymer alignment generated during the layer-by-layer deposition remains within the matrix. This internal architecture forces the crack tip to deviate from a strictly planar path, triggering a crack deflection mechanism. As the crack propagates, it interacts with these varying flow orientations, twisting and tilting to find the path of least resistance. This tortuous path increases the effective surface area of the fracture. Furthermore, this deflection acts in synergy with the intrinsic ductility of the high-viscosity PLA. The deviation of the crack tip promotes the development of a larger plastic process zone, allowing the matrix to undergo significant yielding and crazing. Consequently, the material dissipates vast amounts of energy through a combination of path tortuosity and matrix deformation, without relying on the long-range fiber pull-out observed in the pellet-based samples. The DPPB showed the highest resistance, reaching a G_{Ic} of 7850 J/m² with steep stick-slip behavior caused by the periodic arrest and re-initiation of the crack at the filament interfaces. This structural toughening mechanism resulted in fracture energy values nearly 22 times higher than the corresponding PLA pellet-based configuration.

3.3 Influence of consolidation route

The consolidation strategy proved to be a decisive factor in the interlaminar fracture resistance. The specimens manufactured using the Prepreg route consistently outperformed those fabricated via the One-Shot method. This performance gap was particularly pronounced within the 3D-printed matrix groups. The superiority of the Prepreg route is attributed to the step-by-step consolidation process, where individual PLA and flax layers are pre-consolidated before the final molding. This ensures better fiber impregnation and matrix distribution compared to the One-Shot approach, where the bulk stacking of all layers simultaneously limits the resin flow and wetting capability during the heating cycle.

As shown in **Figure 3**, for the 3D-printed matrix groups, the transition from the One-Shot to the Prepreg consolidation route resulted in a substantial enhancement in fracture resistance. The DPPB group achieved a mean propagation energy of 7854 ± 1528 J/m². In comparison, the equivalent One-Shot group DSPB reached, approximately 4500 J/m², representing a nearly 75%

increase in energy absorption capability due to the improved consolidation quality of the prepreg method.

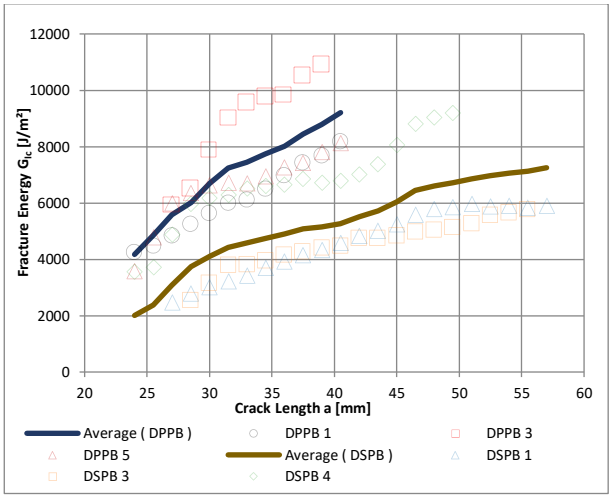


Figure 3: R-curve of the DPPB and DSPB.

However, in the case of the PLA pellet matrix, transitioning from the One-Shot to the Prepreg consolidation route (**Figure 4**) resulted in a decrease in fracture energy. The DSB group achieved a mean propagation energy of 505 ± 183 J/m², whereas the equivalent Prepreg group, DPB, reached only 283 ± 130 J/m². This reduction in energy for the prepreg group is attributed to the additional thermal history imposed by the two-step manufacturing process. Unlike the One-Shot method, which subjects the material to a single heating cycle, the Prepreg route involves reheating the PLA during both the pre-impregnation and final consolidation stages. Given the sensitivity of PLA to thermal degradation, this prolonged exposure may have induced potential molecular weight reduction or embrittlement, thereby lowering the resistance to delamination compared to the single-cycle One-Shot counterparts.

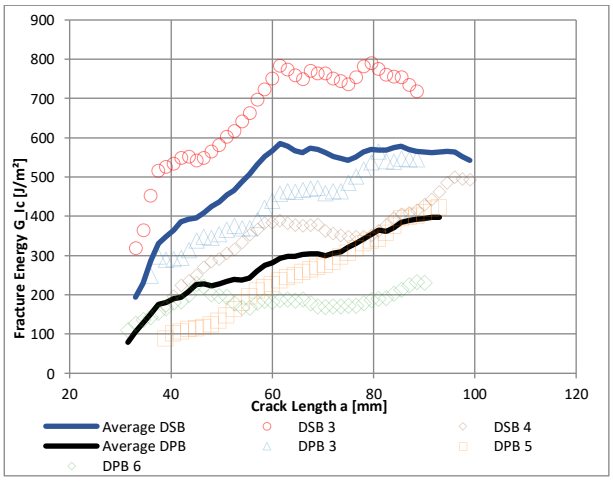


Figure 4: R-Curve of DSB and DPB

3.4 Influence of adding basalt fiber hybridization

The effect of incorporating basalt fabric layers into the PLA/flax composite was examined by introducing four layers of woven basalt fabric two on the top face and two on the bottom of the plate during the consolidation process. **Figures 5** and **6** present the R-curves for the 3D-printed PLA and PLA pellet-based specimens, respectively, illustrating the fracture behavior of the composites with and without the basalt layers.

For the 3D-printed PLA based specimens, the addition of basalt fabric face sheets resulted in a significant enhancement in the measured fracture energy. The fracture energy increased by approximately 46%, rising from a mean of 5242 ± 1156 J/m² DPPWB to 7630 ± 1764 J/m² DPPB. This improvement is primarily attributed to the increased flexural stiffness provided by the basalt backing layers. In the unreinforced specimens, the compliance of the printed PLA arms likely allowed for excessive bending and parasitic energy dissipation away from the crack tip. The addition of the rigid basalt skins minimized this bulk deformation and root rotation, ensuring that the applied strain energy was more efficiently channelled into the fracture process zone. Furthermore, the presence of the basalt layers during the consolidation phase may have acted as a rigid constraint, improving the compaction quality of the printed PLA layers into the flax reinforcement and thereby enhancing its intrinsic resistance to delamination.

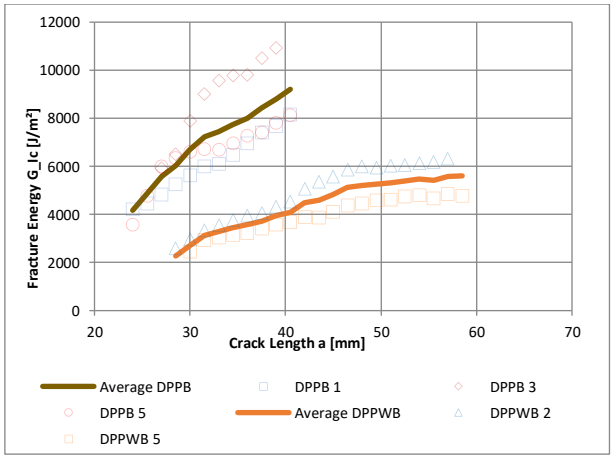


Figure 5: R-curve of the DPPB and DPPWB

In sharp contrast to the printed group, the addition of basalt sheets to the PLA pellet-based specimens resulted in a significant deterioration of both the peak load and the fracture energy. The mean propagation energy dropped by approximately 65%, falling from 1658 ± 371 J/m² DSWB to 588 ± 206 J/m² DSB.

This simultaneous decline in mechanical performance is primarily attributed to the thermal barrier effect introduced by the dry basalt fabric during the consolidation. In this configuration, the outer basalt layers acted as thermal insulators, retarding the heat transfer from the press plates to the central PLA/flax

stack. This likely induced a thermal lag within the inner laminate, preventing the inner PLA pellets from achieving the optimal viscosity required for full impregnation and consolidation compared to the unreinforced specimens.

Furthermore, the interfacial bonding between the matrix and the basalt layers played a contributing role. Unlike the textured 3D-printed based specimens, the smooth surface of the compression-molded PLA sheets offered minimal topography for mechanical interlocking. Consequently, the combination of a poorly consolidated specimen (due to thermal lag) and a weak laminate interface led to premature failure at loads significantly lower than those observed in the monolithic PLA counterparts.

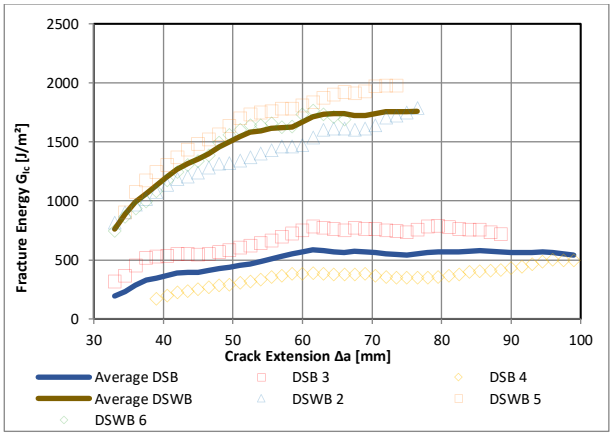


Figure 6: R-curve of the DSB and DSWB

3.5. Global comparison and summary

Figure 7 and **Table 2** present the consolidated fracture energy results for all eight experimental groups. A global overview reveals a definitive hierarchy where the manufacturing strategy dictates performance: the 3D-printed PLA based specimens occupy the top four positions (all $G_{Ic,prop} > 5000$ J/m²), while the PLA pellet-based specimens cluster in the lower tier (all $G_{Ic,prop} < 1800$ J/m²).

To place these results within the broader field of natural fiber composites, it is instructive to compare these values with established benchmarks from recent literature. For instance, Saadati et al. [7], reported a steady-state propagation energy G_{Ic} of approximately 1,250 J/m² for unidirectional flax/epoxy laminates. Similarly, Moslemi-Abyaneh and Ghasemi [8], observed fracture energy values for glass fiber-reinforced epoxy composites subject to thermal cycling, where the critical strain energy release rate typically fell within the range of 400 to 1000 J/m² depending on the cycle count. Even for high-performance continuous carbon fiber-reinforced 3D printed composites, Santos et al [9], reported initiation and propagation values of 712 J/m² and 1,119 J/m², respectively. In this light, the performance of the current Printed Prepreg group DPPB is particularly remarkable. With a propagation energy of 7855 J/m², it exceeds the values reported for standard flax/epoxy laminates by a factor of six and outperforms 3D-printed carbon fiber counterparts by nearly an order of magnitude.

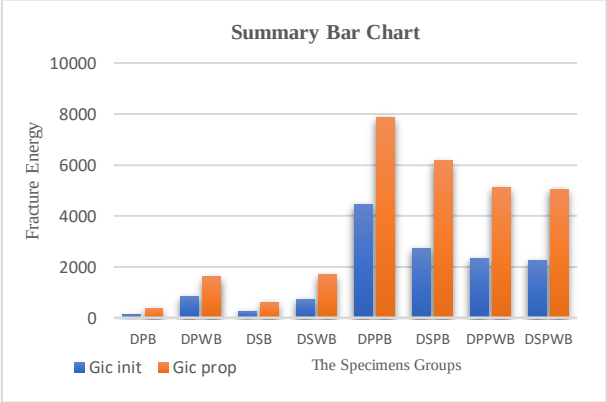


Figure 7: Global ranking of fracture toughness for 3D printed vs. PLA pellet-based composites.

Table 2: Crack initiation ($G_{Ic,init}$) and crack propagation ($G_{Ic,prop}$) energies across the eight manufacturing groups

	G_Init (J/m2)		G_Prop (J/m2)		Max_Load (N)	
Group	**mean**	**std**	**mean**	**std**	**mean**	**std**
DPB	121.96	67.78	357.35	160.72	31.52	4.25
DPWB	841.00	119.05	1603.78	267.79	79.25	10.40
DSB	239.68	103.86	591.84	234.87	56.24	13.60
DSWB	722.53	43.79	1711.70	123.38	76.9	0.97
DPPB	4455.74	1179.42	7855.20	1379.04	221.27	14.99
DSPB	2721.74	723.21	6154.80	1556.22	171.93	38.16
DPPWB	2329.99	271.76	5121.89	962.28	171.06	2.33
DSPWB	2245.36	306.15	5053.24	604.76	167.69	6.97

3.5.1 Resistance to crack initiation ($G_{Ic,Init}$)

A striking finding is that the crack initiation energy of the 3D printed PLA based specimens is significantly higher than the propagation energy of the PLA pellet-based specimens. For example, the Printed Prepreg group (DPPB) requires ~4456 J/m² just to initiate a crack. This value alone is 2.6 times higher than the maximum resistance the best PLA pellet-based specimen group (DSWB) could offer during propagation ~1712 J/m². This indicates that the 3D-printed architecture, characterized by fused beads and layer interfaces, acts as a formidable barrier to crack nucleation. The crack tip must overcome significant structural constraints to even begin moving, whereas in the homogeneous or weakly

bonded PLA pellet laminates, cracks initiate with minimal energy expenditure (as low as ~122 J/m² for DPB).

3.5.2 R-curve growth and damage tolerance

Both manufacturing routes exhibit a rising R-curve behavior (where $G_{Ic,prop} > G_{Ic,init}$), indicating that resistance increases as the crack grows. However, the magnitude of this toughening capacity differs largely.

- **Printed PLA Groups:** The energy gain during propagation is massive. The printed PLA based specimens typically gain between 2800 and 3400 J/m² as the crack advances. This implies that the extrinsic toughening mechanisms active in the printed meso-structure (such as crack deflection, bifurcation, and macro-bridging) are highly potent, continuously absorbing vast amounts of energy.
- **PLA pellet Groups:** In contrast, the energy gain in the PLA pellet-based specimens is limited to ~200–900 J/m². This suggests that once a crack initiates in the pressed sheet, the material has limited reserve capacity to arrest or slow down the fracture.

4. CONCLUSIONS

This study evaluated the fracture behavior of PLA/Flax composites analyzing the influence of PLA matrix (pellets-based vs 3D-printed sheets) and the manufacturing method (one-shot vs prepreg processing). The key findings are:

Superior performance of Additive Manufactured matrix: The 3D-printing process intrinsically outperforms conventional PLA pellet-based composite. The printed meso-structure provides a baseline fracture resistance superior to the brittle fracture observed in sheets, establishing it as the preferred route for these biodegradable composites.

Optimal Strategy (Printed Prepreg): The Printed Prepreg (DPPB) configuration proved to be the optimal strategy, achieving a peak fracture energy of ~7855 J/m². This represents a 4.6-fold improvement over the best-performing PLA pellet-based specimen, validating the synergy between fiber pre-impregnation and the printing consolidation process.

Process-Dependent Reinforcement: The incorporation of basalt fibers influenced the material behavior differently depending on the processing method. In 3D-printed parts, the fibers improved fracture energy by approximately 53% through effective crack bridging. Conversely, in PLA pellet-based laminates, the fibers acted as stress concentrators, decreasing fracture energy by around 65% due to weak interfacial bonding and early delamination.

ACKNOWLEGMENTS

The authors would like to acknowledge the Spanish State Research Agency (Project PID2023-151660OB-I00) for the support received in the development of this work.

REFERENCES

1. Ragupathi, B., Strahringer, S., Rienks, M., Jakkula, P., Hohe, J., & Balle, F. (2025). Fracture toughness characterization of carbon fiber-reinforced thermoplastic composites under ultrasonic frequency. *Polymer Composites*, *46*(S1).
2. Isakov, M., May, M., Hahn, P., Paul, H., & Nishi, M. (2019). Fracture toughness measurement without force application to high-rate DCB on CFRP. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing, 119*, 176–187.
3. A. Salazar, M. Martínez, C. Reinhards, A. Rico, J. Rodríguez, Assessment of the viscoelasticity effects on the fracture resistance of polyacrylamide-alginate hydrogels. *Engineering Fracture Mechanics* 320 (2025): 111105.
4. Bensadoun, F., Verpoest, I., & Van Vuure, A. (2016). Interlaminar fracture toughness of flax-epoxy composites. *Journal of Reinforced Plastics and Composites*, *36*(2), 121–136.
5. Saidane, E. H., Scida, D., Pac, M. J., & Ayad, R. (2019). Mode-I interlaminar fracture toughness of flax, glass and hybrid flax-glass fibre woven composites: Failure mechanism evaluation using acoustic emission analysis. *Polymer Testing*, *75*, 246–253.
6. Ravandi, M., Teo, W. S., Tran, L. Q. N., Yong, M. S., & Tay, T. E. (2016). The effects of through-the-thickness stitching on the Mode I interlaminar fracture toughness of flax/epoxy composite laminates. *Materials & Design, 109*, 659–669.
7. Saadati, Y.; Chatelain, J.-F.; Lebrun, G.; Beauchamp, Y.; Bocher, P.; Vanderesse, N. A Study of the Interlaminar Fracture Toughness of Unidirectional Flax/Epoxy Composites. *J. Compos. Sci.* 2020, *4*, 66.
8. Moslemi-Abyaneh, B.; Ghasemi, A.R. Thermal cycling effects on the mode-I delamination of multilayer laminated composites: An experimental-numerical approach. *Journal of Composite Materials* 2023, *57*(24), 3841–3852.
9. Santos, J.D.; Fernández, A.; Ripoll, L.; Blanco, N. Experimental Characterization and Analysis of the In-Plane Elastic Properties and Interlaminar Fracture Toughness of a 3D-Printed Continuous Carbon Fiber-Reinforced Composite. *Polymers* 2022, *14*, 506.

EVALUACIÓN DE LA RESISTENCIA A LA FRACTURA EN HIDROGELES DE DOBLE RED POLIACRILAMIDA-ALGINATO: EFECTO DE LA VELOCIDAD DE DEFORMACIÓN Y LAS CONDICIONES DE INMERSIÓN

M. Martínez[1*], A.J. Cano[1], A. Salazar[1,2], J. Rodríguez[1,2]

[1]Grupo de Durabilidad e Integridad Mecánica de Materiales Estructurales
[2]Instituto de Investigación de Tecnologías para la Sostenibilidad
Escuela Superior de Ciencias Experimentales y Tecnología. Universidad Rey Juan Carlos
C/ Tulipán s/n, 28933 Móstoles-España
[*] Persona de contacto: mario.martinez@urjc.es

RESUMEN

Los hidrogeles de doble red basados en poliacrilamida–alginato (PAAm–Alg) se han consolidado como materiales altamente deformables y tenaces gracias a la combinación de una red covalente y otra iónica, cuya interacción determina su capacidad de disipación de energía. En este trabajo se estudia de manera sistemática la resistencia a la fractura de estos hidrogeles mediante ensayos *pure shear* realizados en aire e inmersión total en agua, y sometidos a tres velocidades de deformación que abarcan tres órdenes de magnitud (10, 100 y 1000 mm/min). A partir de las curvas fuerza–desplazamiento y de la evaluación de la integral J se construyen las curvas J–R y se determinan los valores críticos J_{IC}. Los resultados muestran una marcada dependencia con la velocidad de deformación: la resistencia al desgarro aumenta de forma notable al incrementar la velocidad de carga, mientras que las curvas J–R mantienen una forma similar. Por el contrario, el entorno de ensayo apenas afecta al comportamiento a fractura, salvo ligeras diferencias a velocidades intermedias. Este comportamiento indica que la disipación está controlada principalmente por mecanismos viscoelásticos e iónicos intrínsecos a la doble red, mientras que los efectos poroelásticos asociados al transporte de agua resultan secundarios en el rango temporal evaluado. El estudio refuerza el papel crítico de la velocidad en la caracterización y diseño de hidrogeles doble red.

PALABRAS CLAVE: hidrogeles de doble red poliacrilamida alginato, curvas J-R, velocidad de ensayo, condiciones de ensayo (aire e inmersión)

ABSTRACT

Double-network hydrogels composed of polyacrylamide and alginate (PAAm–Alg) are known for their high toughness and deformability, arising from the synergistic interaction between a covalently cross-linked network and an ionically cross-linked sacrificial network. This study systematically examines their fracture behaviour through *pure shear* tests performed in air and full water immersion, using three deformation rates spanning three orders of magnitude (10, 100, and 1000 mm/min). Force–displacement curves and J-integral evaluations were used to construct J–R curves and determine critical values J_{IC}. The results reveal a strong rate dependence: fracture resistance increases significantly with higher loading speeds, while the overall shape of the J–R curves remains essentially invariant. In contrast, the testing environment has minimal influence on fracture behaviour, with only slight deviations observed at intermediate strain rates. These trends indicate that energy dissipation is governed primarily by viscoelastic contributions of the polyacrylamide network and by the rate-dependent breaking and reforming of ionic bonds within the alginate network. Poroelastic effects associated with water transport play a secondary role under the timescales explored. The findings highlight the dominant role of strain-rate-controlled mechanisms in tough double-network hydrogels and underline the need to consider loading rate as a key design parameter for applications operating in wet or physiological environments.

KEYWORDS: Polyacrylamide-alginate double network hydrogels, J-R curves, testing rate, testing conditions (air and immersion)

1. INTRODUCCIÓN

Los hidrogeles de doble red (DN) basados en poliacrilamida–alginato (PAAm–Alg) se han consolidado como materiales de interés biomédico por su elevada capacidad de deformación, biocompatibilidad y notable tenacidad en comparación con redes simples, atributos que derivan de la sinergia entre una red covalente (PAAm) y otra iónica (Alg) [1–5]. La red iónica suele actuar como red sacrificable, con degradación y recombinación de enlaces que aportan disipación adicional frente a redes simples. Estos materiales presentan, además, un comportamiento visco-poroelástico dependiente del tiempo y del entorno, incluyendo la presencia de agua y su transporte, que condiciona su respuesta a fractura bajo cargas monotónicas y cíclicas [3, 6]. En consecuencia, el estudio de su integridad estructural exige metodologías específicas que contemplen efectos de velocidad de

deformación y condiciones ambientales (aire vs. inmersión), variables que inciden en la energía de fractura y en la dinámica de la zona de proceso en la vecindad de la grieta [3, 6-7].

En la literatura, los ensayos en configuración *pure shear* son el estándar para caracterizar la fractura y la fatiga en hidrogeles, pues permiten estimar con robustez la tasa de liberación de energía en materiales con reología compleja [3]. Aplicados a DN, estos ensayos han revelado umbrales de fatiga muy por debajo de la tenacidad en carga monotónica (p. ej., PAAm–Alg con umbrales del orden de decenas de $J \cdot m^{-2}$ frente a energías de rotura $\sim 10\ kJ \cdot m^{-2}$) y fenomenologías dinámicas de la grieta (p. ej., stick–slip) sensibles a tasa de carga y nivel de daño de la red sacrificable [1-3, 5, 8]. No obstante, buena parte de estos trabajos se han realizado en aire y con ventanas de velocidad limitadas, dejando relativamente abierta la cuantificación sistemática del acoplamiento entre velocidad de deformación e inmersión en DN PAAm–Alg bajo pure shear. [1–5, 8].

Desde el punto de vista mecánico, existen razones sólidas para esperar que la velocidad de deformación y la inmersión modulen de forma acoplada la fractura en PAAm–Alg. En primer lugar, la difusión de agua en torno a la punta de grieta da lugar a zonas de hinchamiento cuyo tamaño y cinética dependen de la escala temporal del ensayo; al variar la tasa, el material puede transitar entre *small-scale swelling* y *large-scale swelling*, con consecuencias directas sobre los invariantes de deformación en la punta y el criterio de fractura [7]. En segundo lugar, la viscoelasticidad y la ruptura/reformación de enlaces iónicos en la red de alginato introducen disipación dependiente de la velocidad de deformación, con posibles cambios en el tamaño de la zona de daño y en la energía efectiva que gobierna la fractura [4, 6]. Finalmente, la inmersión total modifica las condiciones hidrostáticas y de transporte, alterando la presión de poro y la humectación en la interfase de grieta, lo que podría afectar tanto al inicio como a la propagación estable en comparación con aire [4, 6-7].

En este contexto, el presente estudio persigue una contribución original en dos frentes: (i) cuantificar sistemáticamente el efecto de la velocidad de deformación (analizando lo que sucede variando la velocidad en tres órdenes de magnitud: 10, 100 y $1000\ mm \cdot min^{-1}$) en PAAm–Alg bajo *pure shear* y (ii) diferenciar el papel del entorno comparando aire e inmersión total en agua. Hasta donde alcanza el estado del arte, los trabajos existentes en DN PAAm–Alg han explorado principalmente fatiga y fractura en condiciones secas o ambientales, con análisis detallados de umbrales, daño cíclico y dinámicas de *stick–slip*, pero sin un barrido controlado y amplio de velocidad combinado con inmersión en propagación monotónica [1–5, 8]. A su vez, la modelización poro-visco-hiperelástica reciente corrobora que viscoelasticidad, cinética de enlaces y transporte de agua no pueden ignorarse al predecir el crecimiento de grieta en hidrogeles, lo que refuerza la pertinencia del diseño experimental adoptado en este trabajo [6].

2. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

2.1. Materiales

Los hidrogeles de poliacrilamida-alginato fueron sintetizados siguiendo el método de dos pasos descrito en [9]. 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. La longitud de grieta inicial se introdujo deslizando una cuchilla afilada, siendo la longitud de grieta inicial, a_0, de 25 mm.

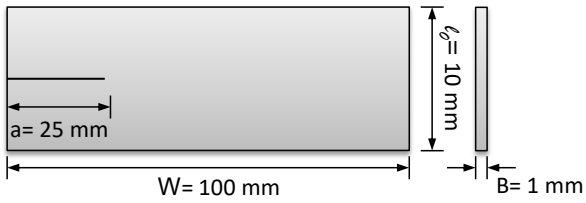


Figura 1. Configuración pure shear con dimensiones de las probetas de fractura.

2.2. Caracterización a fractura

Los ensayos se realizaron en una máquina electrodinámica MTS Acumen con una célula de carga de ± 50 N en seco y en inmersión en agua. Para los ensayos en inmersión se utilizó una cámara realizada ad-hoc (Figura 2). Además, antes de los ensayos, las probetas fueron preparadas superficialmente generando un patrón de puntos aleatorio con 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, $\Delta a = a - a_0$, con a la longitud de grieta.

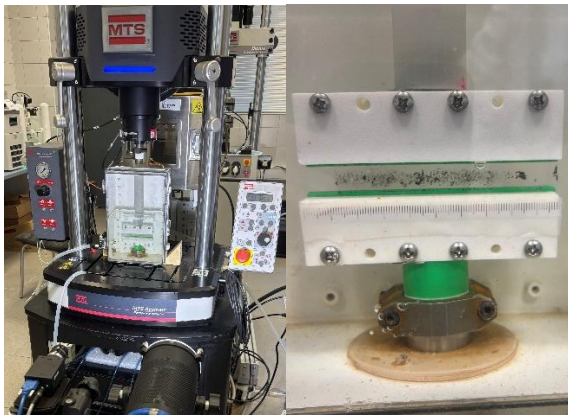


Figura 2. Configuración experimental con cámara para ensayos en inmersión.

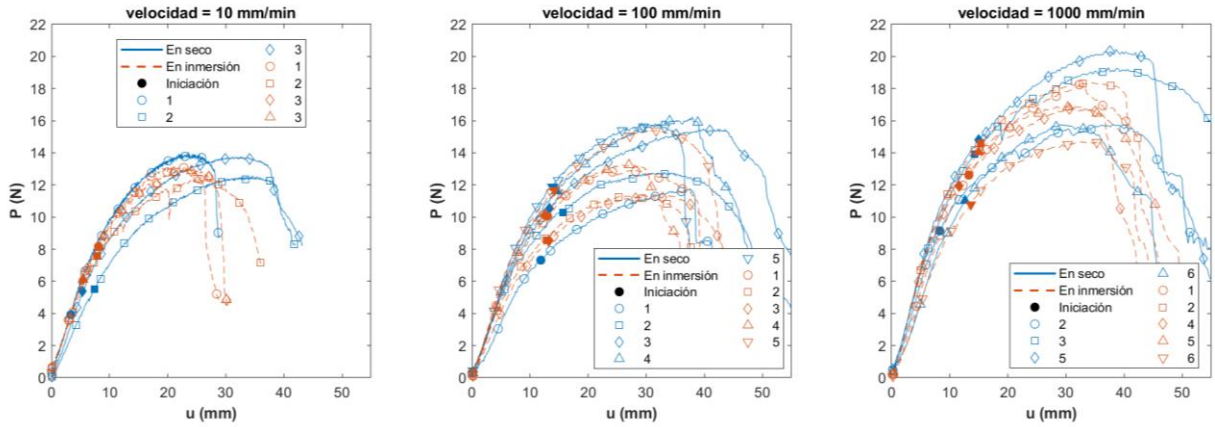


Figura 3. Curvas fuerza (P) – desplazamiento (u) de los ensayos realizados a 10 mm/min, 100 mm/min y 1000 mm/min en ambiente seco (azul) y en inmersión (naranja).

Los ensayos de fractura se llevaron a cabo en control de desplazamiento a tres velocidades, a 10 mm/min, 100 mm/min y 1000 mm/min. Se realizaron 5 ensayos por condición.

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 calculando el valor crítico de la integral J [10].

La curva de resistencia J-R se construyó representando el valor de la integral J frente el crecimiento estable de grieta, Δa. La integral J se calculó utilizando la siguiente expresión:

$$J = \frac{\eta U}{B(W-a)} \qquad (1)$$

donde U es la energía bajo la curva fuerza (F) – desplazamiento (u) en cada instante, B el espesor, W el ancho, y η un factor geométrico adimensional que toma valores de 1 para la configuración de *pure shear*. El valor crítico de la integral J, J_C, se obtuvo utilizando la ecuación (1) para el instante en el que se produce el inicio de propagación de la grieta. Y la curva J-R se ajustó a una ley potencial del tipo:

$$J = C_1 \Delta a^{C_2} \qquad (2)$$

Siendo C_1 y C_2 constantes del material y con $C_2 \leq 1$.

3. RESULTADOS

La Figura 3 muestra las curvas fuerza (P) – desplazamiento (u) de PAAm-Alg ensayadas a 10 mm/min, 100 mm/min y 1000 mm/min en ambiente seco (azul) y en inmersión total en agua (naranja). El punto sólido en la curva F-u indica el inicio de la propagación de la fisura. Independientemente de la velocidad del ensayo, dicho inicio siempre ocurre antes del máximo de la curva F-u, produciéndose en los puntos de la curva correspondientes al comienzo de la no linealidad en los ensayos realizados a menor velocidad. Respecto al efecto del ambiente, no se observaron diferencias sistemáticas aire vs inmersión en las curvas P-u.

Las curvas J-R de los ensayos realizados en seco y en inmersión para las velocidades de 10 mm/min, 100 mm/min y 1000 mm/min se recogen en la Figura 4. Como puede observarse, el ambiente parece no afectar a las curvas de resistencia. La única desviación de esta tendencia ocurre para los ensayos realizados a 100

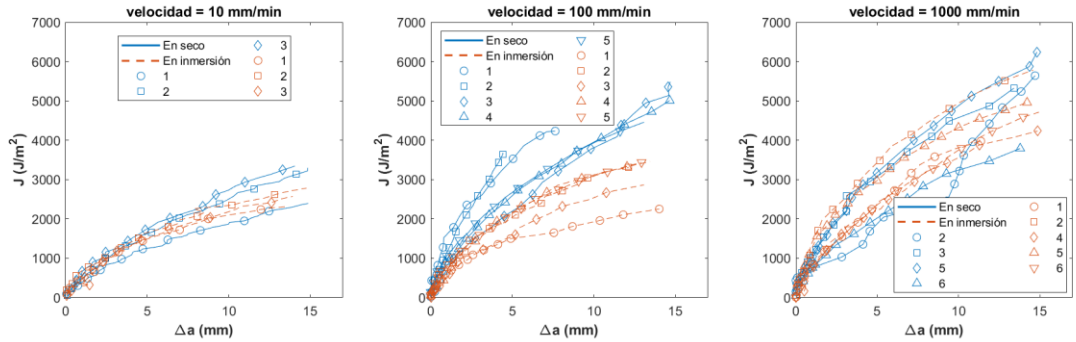


Figura 4. Curvas J-R de los ensayos realizados a 10 mm/min, 100 mm/min y 1000 mm/min en ambiente seco (azul) y en inmersión (naranja).

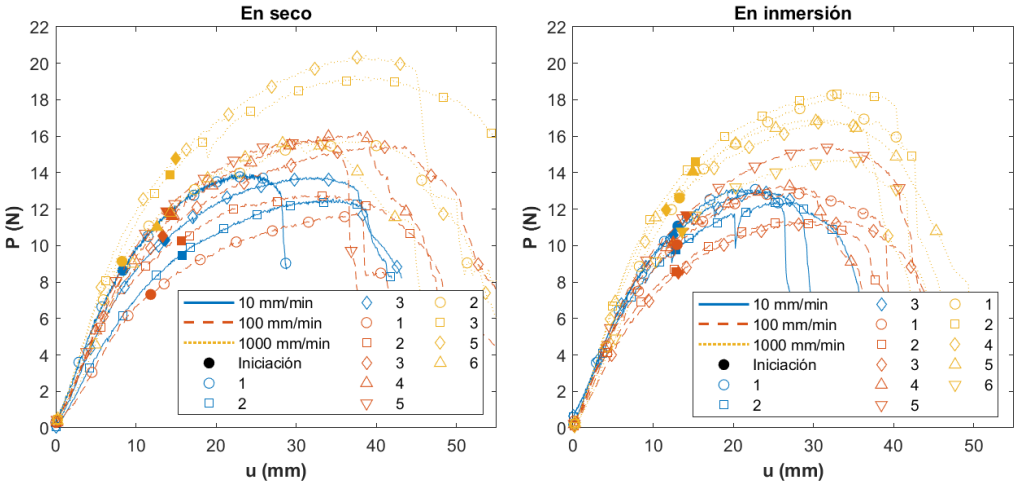


Figura 5. Curvas P-u de los ensayos realizados a 10 mm/min (azul), 100 mm/min (rojo) y 1000 mm/min (amarillo) en ambiente seco y en inmersión en agua.

mm/min donde las curvas de resistencia correspondientes a los ensayos realizados en inmersión están por debajo de las realizadas en seco. Esto también se traduce en los valores de los parámetros que caracterizan la curva J-R (ecuación 2 y Tabla 1), donde el exponente, C_2, de la función exponencial es el mismo independientemente del ambiente, lo que reafirma que el desgarro que ocurre durante la propagación no se ve afectado por el entorno independientemente de la velocidad del ensayo.

Con el fin de evaluar la influencia de la velocidad de deformación, las Figuras 5 muestran las curvas P-u de los ensayos realizados a distintas velocidades en un entorno seco (azul) y en inmersión total en agua (naranja), respectivamente. El punto sólido indica el inicio de propagación de la fisura. Independientemente del entorno, hay un efecto claro de la velocidad de deformación, siendo mayor la capacidad resistente cuanto mayor es la velocidad de deformación. Esto claramente se corrobora, en las curvas de resistencia a la fractura (Figuras 6), aunque con ciertos matices. En inmersión total en agua, las diferencias son más claras, estando las curvas J-R obtenidas a 1000 mm/min por encima de las de 100 mm/min y éstas a su vez por encima de las de 10 mm/min (Figura 6b). Esto se corrobora con los ajustes C_1 de la curva J-R (ecuación 2), ya que más velocidad implica valores más altos de esta constante (Tabla 1). No obstante, esta diferencia no es evidente en entorno seco a las velocidades más elevadas, puesto que las curvas obtenidas a partir de los ensayos de 100 mm/min y 1000 mm/min comparten la misma banda de dispersión, estando claramente por encima de las de 10 mm/min (Figura 6a). Esto se traduce en valores análogos de la constante C_1 para 100 mm/min y 1000 mm/min, y muy superiores a los de 10 mm/min (Tabla 1).

El efecto del ambiente y de la velocidad también se traslada a los valores de la integral J asociada al inicio de la propagación de la fisura, J_{IC}, tal y como se recoge en la Figura 7. En primer lugar, es importante destacar que los valores críticos de la integral J son análogos a los obtenidos en [4, 10-11]. En segundo lugar, se observa un

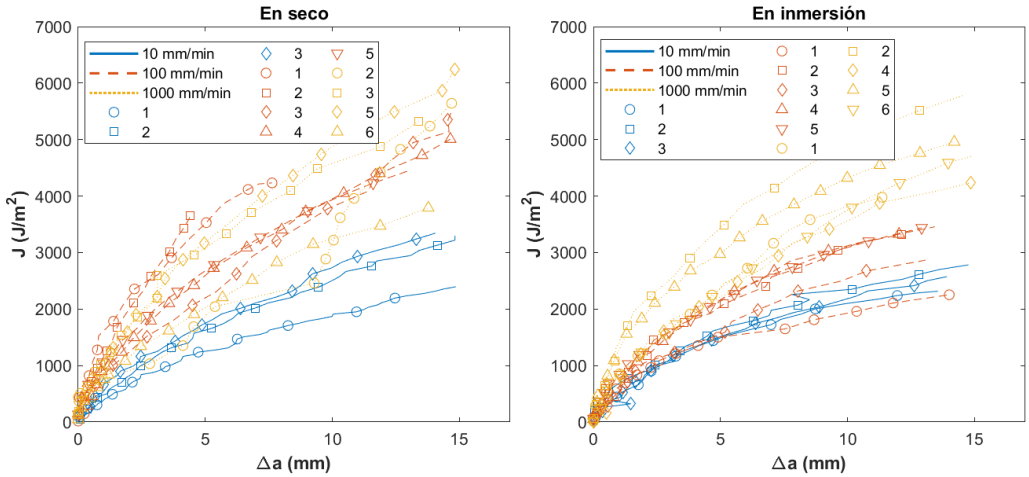


Figura 6. Curvas J-R de los ensayos realizados a 10 mm/min (azul), 100 mm/min (rojo) y 1000 mm/min (amarillo) en ambiente seco y en inmersión total en agua.

Tabla 1. Parámetros de las curvas J-R

Velocidad de ensayo (mm/min)	Seco			En inmersión		
	C_1	C_2	J_{IC} (J/m^2)	C_1	C_2	J_{IC} (J/m^2)
10	500 ± 100	0,71 ±0,08	600 ± 200	500 ± 100	0,63 ±0,08	720 ± 20
100	1100 ± 200	0,65 ±0,06	800 ± 200	630 ± 90	0,67 ±0,05	700 ± 100
1000	1000 ± 200	0,62 ±0,02	1000 ± 100	900 ± 200	0,7 ±0,1	900 ± 200

claro efecto de la velocidad de deformación, pero apenas hay efecto del ambiente. Aunque si bien es cierto, que apenas se observaron diferencias entre los valores críticos de la integral J entre los ensayos realizados a 10 y 100 mm/min en inmersión total.

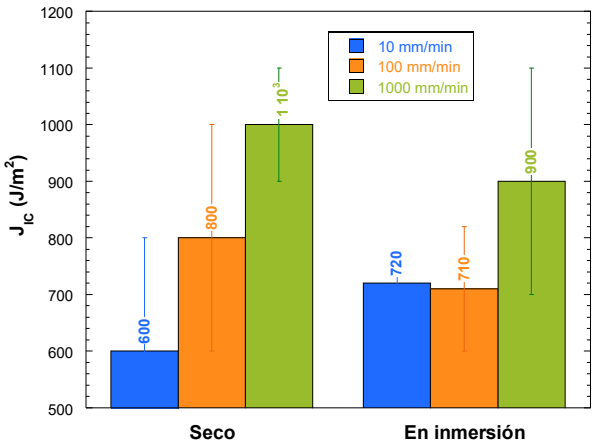


Figura 7. Valores de J_{IC} en función de la velocidad de deformación y del ambiente.

4. DISCUSIÓN

El análisis del comportamiento a fractura del hidrogel PAAm–Alg revela que las diferencias entre los ensayos realizados en aire y en inmersión son, en general, poco significativas, lo que indica que la presencia de agua en el entorno externo no altera de manera sustancial la mecánica de propagación de grieta dentro del rango de velocidades evaluado. Esta limitada influencia del ambiente sugiere que los mecanismos asociados al transporte de fluido —como el hinchamiento local de la punta de grieta o la generación de presiones de poro— no alcanzan una escala relevante en comparación con los procesos intrínsecos de disipación del material. La similitud entre curvas J–R obtenidas en ambos medios refuerza esta interpretación y apunta a un régimen de *small-scale swelling* [7, 11-12], en el que el transporte de agua es demasiado lento para modificar de forma apreciable la zona de proceso durante los tiempos característicos del ensayo.

En contraste, la velocidad de deformación emerge como el factor determinante del comportamiento a fractura. El aumento progresivo de la resistencia al desgarro con la velocidad, tanto en P–u como en las curvas J–R, demuestra que el hidrogel exhibe una respuesta marcadamente dependiente de la velocidad de carga. Esta tendencia es coherente con la estructura de doble red del material, donde la red iónica de alginato actúa como componente sacrificable: sus enlaces se rompen y reforman a velocidades que dependen del ritmo de aplicación de la carga. Cuando la velocidad es elevada, la red no dispone del tiempo suficiente para relajar o reorganizar estos enlaces de forma efectiva, lo que incrementa la energía necesaria para hacer avanzar la grieta. Del mismo modo, la viscoelasticidad asociada a la red covalente de PAAm contribuye a este incremento de la resistencia, ya que los mecanismos de relajación polimérica se ven progresivamente limitados cuando el tiempo disponible durante la propagación es menor.

El conjunto de resultados sugiere, por tanto, que la disipación de energía está gobernada esencialmente por mecanismos visco (red PAAm) – iónicos (red Alg) internos al material y no por procesos poroelásticos ligados al flujo de agua. Esto explica que la respuesta en aire y en inmersión sea prácticamente equivalente en la mayor parte de los casos, con excepción de la ligera disminución observada a 100 mm/min en inmersión, que podría estar asociada a efectos secundarios de humectación o a variaciones puntuales en el proceso de desgarro. Asimismo, la consistencia entre los valores experimentales de J_{IC}y los encontrados en la literatura para hidrogeles de doble red confirma la validez del protocolo experimental utilizado, así como la pertinencia de la configuración *pure shear* para caracterizar de manera fiable la fractura en este tipo de materiales.

En conjunto, estos resultados refuerzan la idea de que, para aplicaciones donde el hidrogel opere en ambientes húmedos o fisiológicos, la variable crítica a controlar no es el medio externo, sino la velocidad de carga asociada al uso real del componente. El dominio visco-iónico del comportamiento abre la puerta a estrategias de diseño basadas en la modificación del tiempo característico de relajación de la red, ya sea mediante cambios en la densidad de reticulación covalente, en la concentración de alginato o en la afinidad iónica. A su vez, el presente estudio establece un punto de partida sólido para futuros trabajos orientados a separar experimentalmente las contribuciones viscoelásticas e iónicas mediante protocolos transitorios, así como a explorar regímenes donde el transporte de agua pueda volverse dominante, especialmente en rangos de tiempo más largos o en hidrogeles con mayor permeabilidad.

5. CONCLUSIONES

El estudio realizado demuestra que la resistencia a la fractura de los hidrogeles de doble red PAAm–Alg está controlada fundamentalmente por la velocidad de

deformación, mientras que la influencia del entorno (aire o inmersión total en agua) resulta secundaria dentro del rango de condiciones ensayado. Las curvas fuerza–desplazamiento y J–R muestran incrementos sistemáticos de la tenacidad efectiva al aumentar la velocidad, lo que confirma que los mecanismos de disipación dominantes están asociados a la viscoelasticidad de la red covalente de poliacrilamida y a la cinética de ruptura y recombinación de los enlaces iónicos del alginato. Estos procesos, característicos de las doble redes, se activan de manera más intensa a mayores velocidades de carga, limitando la relajación estructural del material y elevando la energía requerida para que la grieta avance.

Por el contrario, las diferencias observadas entre los ensayos en aire y en inmersión son mínimas y no alteran sustancialmente ni la forma de las curvas ni los valores críticos de la integral J. Esto sugiere que, en los tiempos característicos de las velocidades evaluadas, los efectos poroelásticos derivados del transporte de agua, como el hinchamiento localizado en la punta de grieta o el desarrollo de presiones de poro, no alcanzan la magnitud suficiente para modificar el proceso de fractura. El material se comporta, por tanto, en un régimen donde la contribución del fluido interno es limitada y el desgarro está dominado por los mecanismos intrínsecos de la red polimérica.

La coherencia entre los valores de J_{IC}obtenidos y los encontrados en la literatura para hidrogeles de doble red confirma la robustez del procedimiento experimental empleado y valida la configuración *pure shear* como metodología adecuada para la caracterización de fractura en sistemas altamente deformables. Los resultados permiten concluir que, para aplicaciones en las que estos hidrogeles operen en medios húmedos o fisiológicos, la variable crítica a controlar no es el entorno externo, sino la velocidad o tasa de carga asociada al funcionamiento real del material.

En conjunto, el trabajo proporciona una visión clara del papel relativo que desempeñan la viscoelasticidad, la cinética iónica y el transporte de fluido en la fractura de hidrogeles PAAm–Alg, y establece un marco experimental que podrá ampliarse en futuros estudios orientados a identificar transiciones entre regímenes viscoelásticos y poroelásticos, así como a optimizar formulaciones mediante el ajuste de las densidades de reticulación covalente e iónica.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecer al Ministerio de Ciencia e Innovación y Universidades la financiación recibida a través de los proyectos PID2022-140868OB-I00 y PID2024-158838OB-I00.

REFERENCIAS

[1] J.P. Gong, Y. Katsuyama, T. Kurokawa, Y. Osada, Double-Network Hydrogels with Extremely High Mechanical Strength. *Advanced Materials* 15 (2003): 1155–1158. DOI: 10.1002/adma.200304907

[2] J. Wang, J. Wei, S. Su, J. Qiu, S. Wang, Ion-linked double-network hydrogel with high toughness and stiffness. *Journal of Materials Science* 50 (2015): 5458–5465. DOI: 10.1007/s10853-015-9091-0

[3] R. Bai, J. Yang, Z. Suo, Fatigue of hydrogels, *European Journal of Mechanics A/Solids* 74 (2019): 337-370. DOI: 10.1016/j.euromechsol.2018.12.001

[4] R. Bai, Q. Yang, J. Tang, X.P. Morelle, J. Vlassak, Z. Suo**.** Fatigue fracture of tough hydrogels, *Extreme Mechanics Letters* 15 (2017): 91-96. DOI: 10.1016/j.eml.2017.07.002.

[5] 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. DOI: 10.1016/j.engfracmech.2017.10.018

[6] Y. Zheng, Y. Wang, F. Tian, T. Nakajima, C.Y. Hui, J.P. Gong, Unique stick–slip crack dynamics of double-network hydrogels under pure-shear loading. *PNAS* 121 [30] (2024): e2322437121. DOI: 10.1073/pnas.2322437121

[7] Y. Yang, T. Lu, T. Wang, Rate-dependent fracture of hydrogels: from small to large-scale swelling. *Acta Mech Sinica*. 41 (2025): 425166. DOI: 10.1007/s10409-025-25166-x.

[8] D. Liu, S. Ma, B. Market. Modelling of time-dependent fatigue crack growth of hydrogels. *Proceedings in Applied Mathematics & Mechanics* 22 (2023) e202200209. DOI: 10.1002/pamm.202200209

[9] J.Y. Sun, X. Zhao, W.R. Illeperuma, O. Chaudhuri, K.H. Oh, D.J. Mooney, J.J. Vlassak, Z. Suo, Highly stretchable and tough hydrogels. *Nature* 489 (2012): 133-6. https://doi.org/10.1038/nature11409.

[10] C. Reinhards-Hervás, A.J. Cano, A. Rico, A. Salazar, J. Rodríguez, Fracture resistance of polyacrylamide-alginate hydrogels, *Engineering Fracture Mechanics* 295 (2024): 109812. DOI: 10.1016/j.engfracmech.2023.109812

[11] R. Long, C.Y. Hui, Fracture toughness of hydrogels: measurement and interpretation, *Soft Matter,* 12 (2016): 8069. DOI: 10.1039/c6sm01694d

[12] Q. Zhang, J. Liu, G. Zhang, Y. Li, N. Hu, J. Yang, Y. Yang, S. Qu, Q. Kan, G. Kang, Poroelastic fracture of polyacrylamide hydrogels: Enhanced crack tip swelling driven by chain scission. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids* 194 (2025): 105954.

A THREE NETWORK MODEL TO DESCRIBE MECHANICAL BEHAVIOUR OF NEW GLASSY GELS TOUGHENED BY SOLVENT

A. Rico[1*], C. Reinhards – Hervás[1], J. Rodriguez[1,2], Baihang Chen[3], M. D. Dickey[3]

[1]Grupo de Durabilidad e Integridad Mecánica de Materiales Estructurales
Escuela Superior de Ciencias Experimentales y Tecnología. Universidad Rey Juan Carlos
C/ Tulipán s/n, 28933 Móstoles-España

[2]Instituto de Tecnologías para la Sostenibilidad
Universidad Rey Juan Carlos

[3]Department of Chemical and Biomolecular Engineering
North Carolina State University, Raleigh, NC, USA.

[*] Persona de contacto: alvaro.rico@urjc.es

RESUMEN

Los *glassy gels* (GG) son materiales híbridos que incorporan una gran cantidad de líquidos iónicos (IL) dentro de una matriz polimérica polar, combinando la rigidez propia de los polímeros vítreos con la extensibilidad característica de los hidrogeles. En este trabajo se investiga la influencia del contenido de IL, la densidad de reticulación y la velocidad de deformación sobre el comportamiento en tracción y la respuesta dependiente del tiempo de los GG. Las muestras se sintetizaron empleando ácido acrílico como monómero, un líquido iónico basado en PP, el reticulante MBAA y un fotoiniciador. Se realizaron ensayos uniaxiales de tracción para distintas relaciones IL/polímero (5–6 M), concentraciones de reticulante y velocidades de deformación (0,44–44 s^{-1}), complementados con experimentos de relajación para evaluar la respuesta visco–dependiente. Los resultados muestran que un mayor contenido de IL incrementa la capacidad de elongación manteniendo niveles elevados de tensión, y que todas las formulaciones presentan una relajación rápida de tensiones (más del 95% en pocos segundos). La densidad de reticulación influye fuertemente en la rigidez y la extensibilidad, mientras que la velocidad de deformación modifica el comportamiento de cedencia. Además, un tratamiento térmico a 35 °C durante 30 min permite la recuperación completa de la forma tras grandes deformaciones, aunque con una reducción de la resistencia mecánica.

PALABRAS CLAVE: Geles vítreos, comportamiento mecánico.l

ABSTRACT

Glassy gels (GG) are hybrid materials, including a large amount of ionic liquids (IL) inside of a polar polymer, combining the stiffness of glassy polymers with the extensibility of hydrogels. This work investigates the influence of IL content, crosslinker density, and strain rate on the tensile and time-dependent behavior of GG. Samples were synthesized using acrylic acid monomer, PP-based ionic liquid, MBAA crosslinker, and a photoinitiator. Uniaxial tensile tests were performed under varying IL/polymer ratios (5–6 M), crosslinker concentrations, and strain rates (0.44–44 s^{-1}), complemented by relaxation experiments to assess the time dependent response. Results show that increasing IL content enhances elongation capacity while preserving high stress levels, and all formulations exhibit rapid stress relaxation (>95% within seconds). Crosslinker density strongly affects stiffness and stretchability, whereas strain rate modifies yielding behavior. Additionally, thermal treatment at 35 °C for 30 min enables full shape recovery after large deformations, albeit with reduced strength. A constitutive model based on the Three Network Model (TNM)—combining hyperelastic, viscoelastic, and viscoplastic contributions—was calibrated through simultaneous fitting of tensile and relaxation data using global optimization techniques. The model accurately captures experimental trends ($R^2 > 0.99$), highlighting the predominance of viscoelasticity in GG mechanics.

KEYWORDS: Glassy gels, mechanical behaviour.

1. INTRODUCCIÓN

Los geles son redes poliméricas tridimensionales en las que se incluye un disolvente, cuya integridad estructural surge de la combinación de enlaces covalentes permanentes y un amplio espectro de interacciones no covalentes reversibles, como puentes de hidrógeno, asociaciones iónicas o coordinaciones metal–ligando. Dentro de esta familia, los ionogeles —geles en los que el disolvente es un líquido iónico (IL)— ocupan una posición destacada debido a las propiedades singulares que aporta la fase líquida: conductividad iónica, presión de vapor prácticamente nula, no inflamabilidad, estabilidad electroquímica y gran versatilidad en el

diseño molecular tanto del componente líquido como del sólido. Estas características han impulsado su uso como conductores blandos y materiales de interfaz en dispositivos flexibles.

De forma más reciente, ha surgido una nueva clase denominada glassy gels (GGs), que desafía la relación tradicional según la cual un mayor contenido de disolvente reduce la rigidez y resistencia de los geles. En los GGs con elevados contenidos de líquido iónico, propiedades mecánicas típicas de polímeros vítreos secos coexisten con la extensibilidad y funcionalidad propias de los geles. Sistemas basados en redes polares hinchadas con ILs tipo imidazolio (~50% en peso) han mostrado módulos de Young cercanos a 1 GPa, resistencias a fractura superiores a 40 MPa, trabajos volumétricos de rotura por encima de 100 $MJ \cdot m^{-3}$ y deformaciones a rotura de hasta el 670 %, además de recuperación térmica rápida. Otros ionogeles vítreos construidos a partir de matrices semicristalinas y líquidos iónicos de disociación lenta presentan comportamientos de impact-hardening, tolerando tensiones de compresión de hasta 2,3 GPa a deformaciones del 98 %, con tenacidades próximas a 1200 $MJ \cdot m^{-3}$ y permitiendo recubrimientos protectores muy delgados en sustratos frágiles. Asimismo, los denominados glassy eutectogels, basados en disolventes eutécticos profundos, alcanzan módulos sub-gigapascales, resistencias del orden de decenas de MPa y tenacidades elevadas incluso con contenidos líquidos superiores al 60 %, manteniendo al mismo tiempo una alta conductividad iónica. En conjunto, estos resultados muestran que es posible obtener geles rígidos y extensibles con funcionalidad electroquímica de manera reproducible mediante arquitecturas moleculares adecuadas.

El origen de estas propiedades excepcionales se ha empezado a clarificar. A diferencia de los hidrogeles basados en agua —donde el solvente actúa como diluyente, aumenta el volumen libre y debilita las interacciones entre cadenas—, los GGs ricos en IL aprovechan la participación activa del líquido iónico: los iones interactúan intensamente con los segmentos polares del polímero, funcionando como un reticulante mediado por solvente. Esta doble función —incrementar el volumen libre permitiendo grandes deformaciones reversibles y reforzar cohesiones intercadena a través de uniones supramoleculares— proporciona simultáneamente rigidez y extensibilidad. Si existen fases semicristalinas, pueden activarse mecanismos adicionales como cristalización inducida bajo carga o alineamiento transitorio, responsables del endurecimiento por impacto y de una mayor capacidad de disipación de energía. La no volatilidad y la estabilidad térmica de los ILs otorgan también robustez a largo plazo evitando la pérdida de solvente, típica en hidrogeles convencionales.

A pesar de estos avances, predecir la respuesta de los GGs bajo condiciones reales de servicio sigue siendo un desafío. Su complejo comportamiento mecánico incluye múltiples mecanismos de deformación y disipación que interactúan entre sí. La respuesta instantánea está dominada por la elasticidad de gran deformación, mientras que su evolución temporal depende de procesos viscoelásticos, viscoplásticos y poro-viscoelásticos. Por ello, el estudio de su comportamiento dependiente del tiempo es fundamental. Los ensayos de relajación en tracción —que consisten en aplicar una deformación constante y medir la caída de tensión— permiten caracterizar los espectros de relajación y los mecanismos de deformación. En este trabajo se emplean ensayos de relajación a diferentes niveles de estiramiento para estudiar cómo el contenido relativo de líquido iónico y el grado de reticulación afectan la respuesta mecánica dependiente del tiempo en diversas formulaciones de glassy gels..

2. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

Los *glassy gels* fueron producidos mediante un proceso de fotopolimerización en un solo paso, partiendo de una disolución compuesta por el monómero ácido acrílico (AA), el agente reticulante N,N′–metilenbis(acrilamida) (MBAA), el fotoiniciador Irgacure 2959 (I2959) y el líquido iónico tributyl(methyl)phosphonium dimethyl phosphate (PP). Este proceso siguió el método de síntesis desarrollado por M. Wang et al. [9]. Para comparar las propiedades mecánicas dependientes del tiempo de los distintos materiales, se prepararon varias formulaciones. En primer lugar, para evaluar el efecto de la relación monómero–líquido iónico, la concentración molar del monómero respecto al líquido iónico (C_m) se ajustó a 6 M, 5,5 M y 5 M, manteniendo constantes las proporciones molares de reticulante (0,1 %) y fotoiniciador (0,05 %).

En segundo lugar, para investigar cómo la cantidad de reticulante influye en el comportamiento del material, su proporción molar se incrementó por factores ×2, ×3, ×5 y ×10 en la formulación de referencia.

El curado bajo luz UV se llevó a cabo en moldes de teflón–vidrio con geometría de probeta *dog – bone* con dimensiones controladas para todas las formulaciones

Se realizaron ensayos de estabilidad mecánica a diferentes tiempos de almacenamiento al vacío para las muestras GG PP6, GG PP5,5 y GG PP5. Cada muestra se suspendió de una plataforma de policarbonato mediante pequeñas pinzas, aplicando una masa de 50 g. Se colocó una regla en el fondo para cuantificar la elongación inducida por la carga aplicada. El almacenamiento al vacío se realizó en desecadores tras retirar la presión ambiental.

Una medición inicial se tomó durante los primeros cinco minutos tras la síntesis, sin carga aplicada. Posteriormente, se colocó la masa de 50 g para evaluar la elongación de las muestras no envejecidas. Finalmente, tras periodos de almacenamiento de 24 h, 48 h, 72 h y 168 h, se repitió la medición bajo carga para evaluar la

estabilidad mecánica como función del tiempo bajo vacío.

Se realizaron ensayos de tracción uniaxial y ensayos de relajación en una máquina universal Instron 5943 equipada con una célula de carga de 15 kN, bajo control de desplazamiento. Para evitar deslizamientos, se emplearon mordazas recubiertas con papel de lija. Antes del ensayo, la distancia entre mordazas (longitud de calibración) se midió para el cálculo de la deformación, y se registró la sección transversal para determinar las tensiones aplicadas. La velocidad de desplazamiento de referencia fue de 100 mm/min, aunque se realizaron ensayos adicionales a 10 mm/min y 1000 mm/min para evaluar la influencia de la velocidad de deformación en el comportamiento mecánico y en la rotura.

En los ensayos de relajación, las muestras se llevaron a valores de estiramiento λ = 1,05; 1,1; 1,2; 1,3; 1,5 y 2, calculados mediante la ecuación anterior. Una vez alcanzado el estiramiento objetivo, se mantuvo constante durante 100 s, tiempo suficiente para capturar prácticamente la totalidad del proceso de relajación.

Todos los ensayos se realizaron a temperatura ambiente y dentro de los primeros cinco minutos tras la síntesis.

Adicionalmente, se realizaron ensayos de carga–descarga uniaxial bajo control de desplazamiento sobre muestras GG PP6 hasta niveles de estiramiento λ = 1,05; 1,1; 1,3; 1,5 y 2, usando una velocidad de 100 mm/min. Después del ciclo de carga–descarga, las muestras se sometieron a un tratamiento térmico a 35 °C durante 30 minutos. Posteriormente, tras enfriar a temperatura ambiente, se ensayaron nuevamente en tracción hasta rotura, también a 100 mm/min.

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

La Figura 1 muestra las imágenes obtenidas para las muestras GG PP6, GG PP5.5 y GG PP5 con el fin de investigar su estabilidad mecánica en función del tiempo de almacenamiento al vacío. Las imágenes revelan diferencias claras en la flexibilidad de las distintas formulaciones al comparar su estado sin carga (Without) con su estado bajo una carga de 50 g. En concreto, el grado de elongación aumenta a medida que disminuye el contenido de polímero. Es decir, las formulaciones con un valor de C_m más alto contienen una mayor proporción de polímero respecto al líquido iónico, lo que se traduce en una mayor rigidez. Esta tendencia es consistente con lo observado en sistemas de hidrogel, donde la rigidez aumenta con el contenido polimérico [20].

Además, un mayor tiempo de almacenamiento conduce a una mayor elongación bajo la carga aplicada, hasta que las muestras alcanzan un estado estacionario. Este comportamiento sugiere que el material evoluciona con el tiempo, posiblemente debido a la liberación de tensiones residuales asociadas a procesos de reorganización microestructural. La condición de estado estable se alcanza aproximadamente tras 48 h de almacenamiento; sin embargo, aparecen diferencias según la formulación.

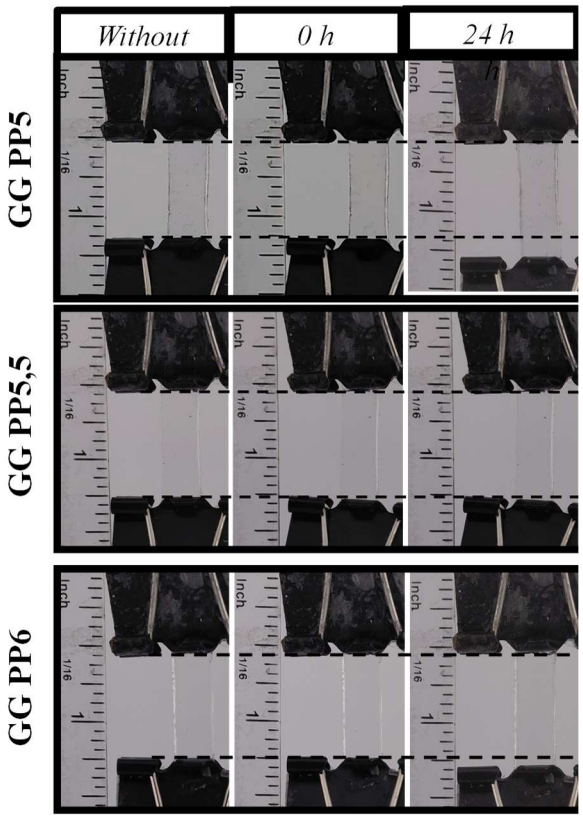


Figure 1: imágenes tomadas para diferentes formulaciones a 50 N de carga con diferentes tiempos de almacenamiento.

En particular, las formulaciones con mayor contenido de polímero (mayor C_m) parecen requerir más tiempo para alcanzar el equilibrio, lo que puede atribuirse a la presencia de una red polimérica más rígida y entrelazada.

En la Figura 2 se presentan las curvas de Tensión Verdadera–Estiramiento (izquierda) y Estiramiento Verdadero–Tiempo (derecha) correspondientes a los ensayos de tracción y relajación realizados a una velocidad de 100 mm/min para las distintas formulaciones: 5a) GG PP6, 5b) GG PP5.5, 5c) GG PP5 y 5d) PTFE comercial. Las tensiones registradas —del orden de decenas de MPa— son notables para un material tipo gel y comparables a las obtenidas en termoplásticos como el PTFE. Asimismo, los valores de estiramiento alcanzados antes de la rotura muestran que los geles vítreos pueden deformarse entre 4 y 7 veces su longitud inicial, según la formulación. Este nivel de extensibilidad es similar al de otros materiales tipo gel [21], [22], lo que demuestra que los GGs combinan resistencia a la deformación con elevada capacidad de elongación, comportándose como materiales tenaces [9].

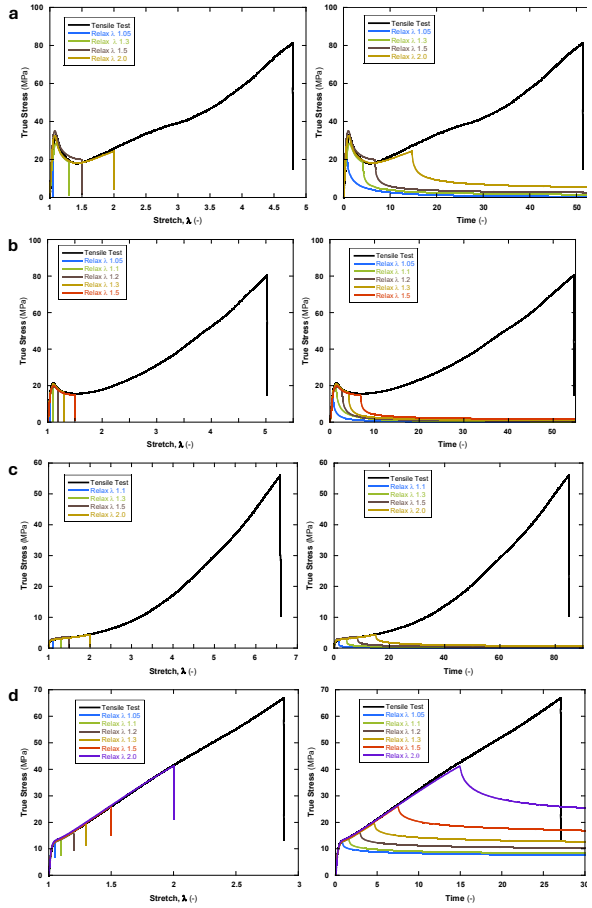


Figure 2. Tensión frente a elongación (izquierda) y tensión frente al tiempo (derecha) para los ensayos realizados a 100 mm/min a) GG PP6 b) GG PP5,5 c) GG PP5 and d) Commercial PTFE.

Las curvas de tracción presentan tres regiones bien definidas: Una rama inicial no lineal, desde tensión cero hasta el pico de tensión. Una fase de descenso progresivo de la tensión, tras alcanzar el pico, probablemente asociada a fenómenos de cedencia debidos a mecanismos elásticos o plásticos dependientes del tiempo. Una fase final de endurecimiento, donde la tensión vuelve a aumentar con la deformación, atribuible a mecanismos de strain hardening. Este tipo de respuesta de tres segmentos es semejante a la de muchos termoplásticos vítreos [23], [24], lo que sugiere que los GGs pueden presentar deformación permanente. Además, modelos mecánicos como el Three Network Model, empleados habitualmente para describir el comportamiento de los termoplásticos [25], [26], [27], podrían constituir herramientas adecuadas para capturar la compleja respuesta de los geles vítreos y profundizar en los mecanismos de deformación implicados.

La Figura 3a superpone las curvas de tracción de todas las formulaciones. De su análisis se desprenden varias observaciones. Todas las formulaciones de GGs muestran niveles de tensión comparables a los del PTFE comercial, lo que subraya su potencial como materiales de ingeniería. Un mayor contenido relativo de polímero (mayor C_m) conduce a curvas Tensión–Elongación con tensiones más elevadas, indicando mayor resistencia a la deformación, en concordancia con lo observado en otros sistemas poliméricos [20]. La región asociada al fenómeno de cedencia se vuelve más pronunciada conforme aumenta C_m. Un contenido polimérico más alto reduce la elongación a rotura, probablemente debido a una menor capacidad de estiramiento en redes más densas. La Figura 3b muestra los valores de densidad de energía estimados de las curvas experimentales. Los valores obtenidos para los GGs se encuentran dentro del rango típico de los aceros estructurales dúctiles [28] y de hidrogeles altamente resistentes como el PVA [29], lo que destaca el extraordinario potencial de estos materiales. Además, todas las formulaciones de GGs presentan una tenacidad específica superior a la del PTFE comercial, llegando en algunos casos a duplicarla. Dentro del intervalo estudiado, una mayor fracción de polímero se asocia a mayores densidades de energía absorbida antes de la fractura.

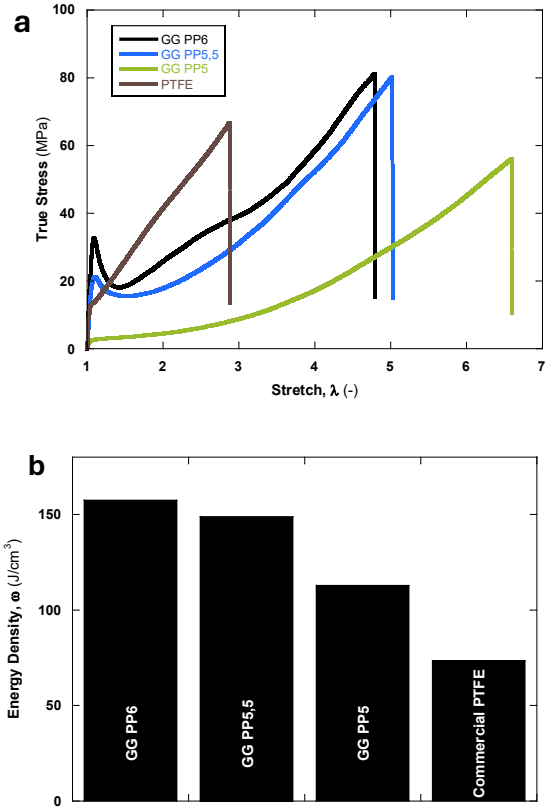


Figura 3: a) Tensión frente a elongación medias de los materiales ensayados b) Densidad de energía obtenida a partir del área bajo las curvas de tracción ensayadas.

Por último, los ensayos de relajación uniaxial confirman el comportamiento marcadamente dependiente del tiempo de los GGs. Tal como muestra la Figura 2, las muestras experimentan grandes deformaciones mantenidas y una relajación rápida, que se completa en pocos segundos. Aunque el PTFE presenta tiempos de relajación similares, su grado de relajación es sustancialmente menor. Esto indica que los GGs disipan energía de manera mucho más eficiente. Para un estiramiento mantenido de $\lambda_h = 1{,}3$, la Figura 4 representa

la energía suministrada, la energía disipada y la energía almacenada. Un sólido puramente elástico mostraría una curva de tensión constante en el tiempo; un fluido viscoso relajaría completamente la tensión a cero. En un material con comportamiento dependiente del tiempo, la tensión se relaja hasta un valor estable conocido como tensión de equilibrio. La relación de relajación suele situarse entre el 10 % y el 50 % en materiales viscoelásticos, viscoplásticos, poroelásticos y poro-viscoelásticos [30], [31], [32], [33]. En contraste, los GGs muestran fracciones de energía disipada extremadamente elevadas, confirmando su naturaleza híbrida sólido–líquido y su alta capacidad de disipación.

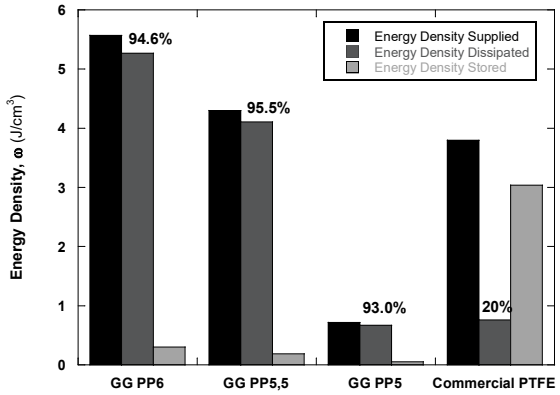


Figura 4- Densidad de energía suministrada, densidad de energía disipada y densidad de energía almacenada en los ensayos de relajación realizados con una elongación de 1.3.

4. CONCLUSIONES

El estudio realizado pone de manifiesto el extraordinario potencial de los *glassy gels* (GGs) como materiales híbridos capaces de combinar rigidez, extensibilidad y una elevada capacidad de disipación de energía. A partir de los resultados experimentales obtenidos mediante ensayos de tracción, relajación y recuperación termo–mecánica, pueden extraerse cuatro conclusiones principales.

- Influencia decisiva de la formulación en la respuesta mecánica. El contenido relativo de polímero y líquido iónico controla de manera determinante el equilibrio entre rigidez y extensibilidad. Formulaciones con mayor C_m (mayor fracción polimérica) presentan tensiones más elevadas y redes más rígidas, pero menor capacidad de elongación, mientras que formulaciones con mayor contenido de líquido iónico muestran comportamientos más flexibles y grandes niveles de estiramiento antes de la rotura. Estos resultados confirman la naturaleza dual de los GGs, capaces de exhibir propiedades típicas tanto de polímeros vítreos como de geles altamente deformables.

- Comportamiento mecánico fuertemente dependiente del tiempo. Los ensayos de relajación revelan que los GGs disipan más del 95 % de la tensión aplicada en pocos segundos, una característica extraordinaria incluso en comparación con materiales viscoelásticos convencionales. Esta elevada capacidad de relajación indica la coexistencia de mecanismos supramoleculares rápidos y movilidad líquida interna, lo que aporta a los GGs una respuesta híbrida sólido–líquido esencial para aplicaciones sometidas a cargas dinámicas o cíclicas.

- Alta tenacidad y energía absorbida antes de la fractura. Las densidades de energía medidas sitúan a los GGs en rangos comparables a los de aceros estructurales dúctiles y a hidrogeles altamente resistentes. Todas las formulaciones superan ampliamente la tenacidad específica del PTFE comercial, lo que demuestra su idoneidad para aplicaciones que requieren resistencia a impactos, deformaciones severas o dispersión efectiva de energía.

- Capacidad de recuperación termo–mecánica. Los resultados muestran que los GGs pueden recuperar completamente su forma tras deformaciones significativas mediante tratamientos térmicos suaves (35 °C, 30 min). Aunque se observa cierta pérdida de resistencia tras la recuperación, este comportamiento tipo "memoria de forma" refuerza su interés para aplicaciones en robótica blanda, electrónica flexible o sistemas reconfigurables.

En conjunto, estas conclusiones posicionan a los *glassy gels* como materiales emergentes de gran versatilidad, con un amplio margen de optimización mediante ajustes en su arquitectura molecular y sus parámetros de formulación.

Agradecimientos

Los autores agradecen a la Agencia Estatal de Investigación de España la financiación recibida a través del proyecto "SMARTH" de referencia PID2022-140868OB-I00.

REFERENCIAS

[1] Q. Chen, H. Chen, L. Zhu, and J. Zheng, "Fundamentals of double network hydrogels.," J. Mater. Chem. B, vol. 3 18, pp. 3654–3676, 2015, [Online]. Available: https://api.semanticscholar.org/CorpusID:138916107

[2] W. Laftah, S. Hashim, and N. Akos, "Polymer Hydrogels: A Review," Polym. Plast. Technol. Eng., vol. 50, pp. 1475–1486, Oct. 2011, doi: 10.1080/03602559.2011.593082.

[3] F. Ullah, M. Bisyrul, H. Othman, F. Javed, Z. Ahmad, and M. Akil, "Classification, processing and application of hydrogels: A review," 2015, doi: 10.1016/j.msec.2015.07.053.

[4] H. Yuk, B. Lu, and X. Zhao, "Hydrogel bioelectronics," Chem. Soc. Rev., vol. 48, no. 6, pp. 1642–1667, Mar. 2019, doi: 10.1039/C8CS00595H.

[5] M. Wang, J. Hu, and M. D. Dickey, "Tough Ionogels: Synthesis, Toughening Mechanisms, and Mechanical Properties─A Perspective," JACS Au, vol. 2, no. 12, pp. 2645–2657, Dec. 2022, doi: 10.1021/JACSAU.2C00489.

[6] M. Lu et al., “Interplay of chain dynamics and ion transport on mechanical behavior and conductivity in ionogels,” Soft Matter, vol. 21, no. 3, pp. 435–447, Jan. 2025, doi: 10.1039/D4SM01251H.

[7] M. Wang, J. Hu, and M. D. Dickey, “Emerging applications of tough ionogels,” NPG Asia Materials 2023 15:1, vol. 15, no. 1, pp. 66-, Dec. 2023, doi: 10.1038/s41427-023-00514-8.

[8] X. Li and J. P. Gong, “Design principles for strong and tough hydrogels,” Nat. Rev. Mater., vol. 9, no. 6, pp. 380–398, Jun. 2024, doi: 10.1038/S41578-024-00672-3.

[9] M. Wang et al., “Glassy gels toughened by solvent,” Nature 2024 631:8020, vol. 631, no. 8020, pp. 313–318, Jun. 2024, doi: 10.1038/s41586-024-07564-0.

[10] J. Wang et al., “Glassy ionogels with high compressibility and strength for impact protection,” Proc. Natl. Acad. Sci. U. S. A., vol. 122, no. 15, p. e2417978122, Apr. 2025, doi: 10.1073/PNAS.2417978122;WEBSITE:WEBSITE:PNAS-SITE;WGROUP:STRING:PUBLICATION.

[11] H. Shen, Y. Wang, B. Ma, S. Zhou, J. Wang, and Z. Yu, “An ultra-stiff and tough glassy eutectogel,” Chemical Communications, vol. 61, no. 60, pp. 11271–11274, Jul. 2025, doi: 10.1039/D5CC02310F.

[12] M. Wang and M. D. Dickey, “Five-for-five: Highlights from five recent noteworthy papers on ionogels,” Journal of Materials Research 2024 39:16, vol. 39, no. 16, pp. 2237–2244, Jul. 2024, doi: 10.1557/S43578-024-01397-3.

[13] T. L. Sun et al., “Physical hydrogels composed of polyampholytes demonstrate high toughness and viscoelasticity,” Nature Materials 2013 12:10, vol. 12, no. 10, pp. 932–937, Jul. 2013, doi: 10.1038/nmat3713.

[14] M. M. Fitzgerald, K. Bootsma, J. A. Berberich, and J. L. Sparks, “Tunable Stress Relaxation Behavior of an Alginate-Polyacrylamide Hydrogel: Comparison with Muscle Tissue,” 2015, doi: 10.1021/bm501845j.

[15] N. V. Orr and T. Sridhar, “Stress relaxation in uniaxial extension,” J. Nonnewton. Fluid Mech., vol. 67, no. 1–3, pp. 77–103, Nov. 1996, doi: 10.1016/S0377-0257(96)01487-5.

[16] A. Schiavi and A. Prato, “Evidences of non-linear short-term stress relaxation in polymers,” Polym. Test., vol. 59, pp. 220–229, May 2017, doi: 10.1016/J.POLYMERTESTING.2017.01.030.

[17] K. Cui et al., “Stress Relaxation and Underlying Structure Evolution in Tough and Self-Healing Hydrogels,” ACS Macro Lett., vol. 9, no. 11, pp. 1582–1589, Nov. 2020, doi: 10.1021/ACSMACROLETT.0C00600.

[18] M. A. Haque, T. Kurokawa, and J. P. Gong, “Super tough double network hydrogels and their application as biomaterials,” Polymer (Guildf)., vol. 53, no. 9, pp. 1805–1822, Apr. 2012, doi: 10.1016/J.POLYMER.2012.03.013.

[19] C. Reinhards – Hervás, J. Rodríguez, and A. Rico, “Poroviscoelastic characterization of polyacrylamide–alginate hydrogels across a broad range of length scales using torsional and depth sensing indentation tests,” Polym. Test., vol. 153, Dec. 2025, doi: 10.1016/j.polymertesting.2025.109015.

[20] A. K. Denisin and B. L. Pruitt, “Tuning the Range of Polyacrylamide Gel Stiffness for Mechanobiology Applications,” 2016, doi: 10.1021/acsami.5b09344.

[21] J.-Y. Sun et al., “Highly stretchable and tough hydrogels,” Nature, vol. 489, 2012, doi: 10.1038/nature11409.

[22] Z. Qiao, J. Parks, P. Choi, and H. F. Ji, “Applications of Highly Stretchable and Tough Hydrogels,” Polymers 2019, Vol. 11, Page 1773, vol. 11, no. 11, p. 1773, Oct. 2019, doi: 10.3390/polym11111773.

[23] G. M. Swallowe, “Yield and Plastic Deformation,” pp. 281–285, 1999, doi: 10.1007/978-94-015-9231-4_61.

[24] Y. Meng, Y. Xia, Q. Zhou, and S. Lin, “Identification of True Stress-Strain Curve of Thermoplastic Polymers under Biaxial Tension,” SAE International Journal of Materials and Manufacturing, vol. 9, no. 3, pp. 768–775, Apr. 2016, doi: 10.4271/2016-01-0514.

[25] J. Sweeney, “A comparison of three polymer network models in current use,” Computational and Theoretical Polymer Science, vol. 9, no. 1, pp. 27–33, Mar. 1999, doi: 10.1016/S1089-3156(98)00050-6.

[26] D. Jasoliya, A. Chaurasia, and A. Najafi, “Analysis of Temperature and Strain Rate-Dependent Mechanical Behavior of Thermoplastics: a Comparative Study of Multilinear Kinematic Hardening and the Three-Network Material Models,” Proceedings of ASME 2025 Aerospace Structures, Structural Dynamics, and Materials Conference, SSDM 2025, Jun. 2025, doi: 10.1115/SSDM2025-152455.

[27] O. Volgin and I. Shishkovsky, “Material modelling of FDM printed PLA part,” Engineering Solid Mechanics, vol. 9, no. 2, pp. 153–160, 2021, doi: 10.5267/J.ESM.2020.12.004.

[28] G. Oh, “A simplified toughness estimation method based on standard tensile data,” International Journal of Pressure Vessels and Piping, vol. 199, p. 104733, Oct. 2022, doi: 10.1016/j.ijpvp.2022.104733.

[29] S. Wu et al., “Poly(vinyl alcohol) Hydrogels with Broad-Range Tunable Mechanical Properties via the Hofmeister Effect,” Advanced Materials, vol. 33, no. 11, p. 2007829, Mar. 2021, doi: 10.1002/adma.202007829.

[30] O. O. Larin, R. Abdusalamov, M. Itskov, K. E. Potopalska, and N. O. Fomenko, “Thermoplastic Polyurethane Viscoelastic Properties and Usage in Quasi-Zero Stiffness Metastructures: Experimental and Numerical Investigation,” Strength of Materials 2026, vol. 57, no. 6, pp. 1–12, Feb. 2026, doi: 10.1007/s11223-026-00848-y.

[31] K. L. Segura-Méndez, J. G. Puente-Córdova, F. Y. Rentería-Baltiérrez, J. F. Luna-Martínez, and N. Mohamed-Noriega, “Modeling of Stress Relaxation Behavior in HDPE and PP Using Fractional Derivatives,” Polymers 2025, Vol. 17, Page 453, vol. 17, no. 4, p. 453, Feb. 2025, doi: 10.3390/polym17040453.

[32] M. R. Islam and M. L. Oyen, “Load-Relaxation Characteristics of Chemical and Physical Hydrogels as Soft Tissue Mimics,” Exp. Mech., vol. 61, no. 6, pp. 939–949, 2021, doi: 10.1007/s11340-021-00712-x.

[33] M. R. Islam and M. L. Oyen, “A poroelastic master curve for time-dependent and multiscale mechanics of hydrogels”, doi: 10.1557/s43578-020-00090-5.

[34] D. Jasoliya, A. Chaurasia, and A. Najafi, “Analysis of Temperature and Strain Rate-Dependent Mechanical Behavior of Thermoplastics: a Comparative Study of Multilinear Kinematic Hardening and the Three-Network Material Models,” Proceedings of ASME 2025 Aerospace Structures, Structural Dynamics, and Materials Conference, SSDM 2025, Jun. 2025, doi: 10.1115/SSDM2025-152455.

[35] K. Upadhyay, G. Subhash, and D. Spearot, “Visco-hyperelastic constitutive modeling of strain rate sensitive soft materials,” J. Mech. Phys. Solids, vol. 135, p. 103777, 2020, doi: https://doi.org/10.1016/j.jmps.2019.103777.

[36] C. R. -Hervás, A. Rico, and J. Rodríguez, “Crosslinker concentration effect on the poroviscoelastic relaxation of polyacrylamide hydrogels using depth-sensing indentation,” Polym. Test., vol. 100, p. 107265, 2021, doi: 10.1016/j.polymertesting.2021.107265.

[37] E. Chan, B. Deeyaa, P. Johnson, and C. Stafford, “Poroelastic relaxation of polymer-loaded hydrogels,” Soft Matter, vol. 8, pp. 8234–8240, Jul. 2012, doi: 10.1039/C2SM25363A.

FRACTURA DE MATERIALES CERÁMICOS Y PÉTREOS

ESTUDIO DE LA FRACTURA POR FLEXIÓN DE VIDRIO PROCESADO MEDIANTE LÁSER DE FEMTOSEGUNDO Y LÁSER CONTINUO

M. González-Quintas[1,2], E. Calvo-García[1,2*], M. González-Longueira[1,2], A. Riveiro[1,2], R. Comesaña[1,2], J. Pou[2,3]

[1]Dpto. Ingeniería de Materiales, Mecánica Aplicada y Construcción, EEI, Universidad de Vigo, 36310 Vigo, España

[2]CINTECX, Universidad de Vigo, LaserON, 36310 Vigo, España

[3]Departamento de Física Aplicada, EEI, Universidad de Vigo, 36310 Vigo, España

[*] Persona de contacto: erik.calvo@uvigo.gal

RESUMEN

Durante los últimos años se ha incrementado la utilización de vidrio en aplicaciones que requieren de un conocimiento preciso de su desempeño estructural, desde el uso en construcción hasta la producción de substratos microfluídicos de vidrio ablacionado, pasando por elementos de vidrio de elevada resistencia térmica. Los tratamientos de funcionalización con láser presentan un impacto significativo en la resistencia del vidrio, que debe ser cuantificado para el conocimiento de las distribuciones de probabilidad de fallo. Este estudio analiza del comportamiento a flexión de vidrio procesado con láser infrarrojo continuo y procesado mediante radiación láser pulsada en régimen de femtosegundos. En el trabajo se evalúa la resistencia a flexión de probetas planas de vidrio de borosilicato y vidrio sodocálcico procesado, así como la variación de la tenacidad a la fractura experimentada por las zonas afectadas térmicamente. Los resultados del ensayo con anillos concéntricos dobles muestran una dependencia de la tipología de radiación láser utilizada, con superficies de fractura de Clase II y Clase III de forma predominante para la radiación continua y pulsada, respectivamente. Asimismo, las distribuciones de probabilidad acumulada de fallo revelan un efecto diferenciado en la reducción de la resistencia característica y la reducción de la resistencia 5%.

PALABRAS CLAVE: Vidrio, Resistencia a flexión, Ensayo con anillos concéntricos, Tenacidad a la fractura, Radiación láser

ABSTRACT

In recent years, the use of functionalized glass has increased in applications requiring precise knowledge of its structural performance. These applications encompass a wide range of glass compositions and fields, from construction to the production of microfluidic substrates of ablated glass, as well as high-thermal-resistance glass elements. Functionalization treatments using laser radiation have a significant impact on glass strength, which must be quantified to understand failure probability distributions. This study analyses the flexural strength of glass processed with continuous infrared laser, subjected to higher thermal stresses and microcrack generation, and processed with pulsed femtosecond laser radiation, with limited damage generation. The work evaluates the bending strength of flat specimens of processed borosilicate glass and soda-lime glass, as well as the variation in fracture toughness experienced by the heat-affected zones. The results of the double concentric ring test show a dependence on the type of laser radiation used, with Class II and Class III fracture surfaces predominantly observed for continuous and pulsed radiation, respectively. Furthermore, the cumulative probability distributions of failure reveal a differentiated effect on the reduction of characteristic strength and the 5% failure strength.

KEYWORDS: Glass, Flexural strength, Double-ring bending test, Fracture toughness, Laser radiation

1. INTRODUCCIÓN

Históricamente valorado por su transparencia óptica y su inercia química, el vidrio ha experimentado una transformación radical en su rol dentro de la ingeniería moderna. Ha dejado de ser un mero elemento de cerramiento pasivo para convertirse en un componente activo y estructural en sectores de vanguardia. [1] Esta transición ha sido impulsada por la demanda de dispositivos microfluídicos para análisis biomédico (*Lab-on-a-chip*), sustratos para electrónica flexible, componentes ópticos de alta potencia y elementos arquitectónicos sometidos a cargas complejas.

En este nuevo paradigma, la capacidad de modificar la superficie del vidrio para dotarla de funcionalidades específicas —como canales hidrofóbicos, patrones de adhesión celular o guías de onda ópticas— es fundamental [1,3]. Sin embargo, el vidrio es un material intrínsecamente frágil, gobernado por la mecánica de la fractura lineal elástica. Su resistencia práctica no está determinada por la fuerza de sus enlaces atómicos (pues teóricamente permitiría resistencias de GPa), sino por la presencia de defectos superficiales microscópicos. Cualquier proceso de manufactura que altere la superficie tiene el potencial de introducir o modificar esta población de defectos, alterando drásticamente la fiabilidad del componente.

Por tanto, la implementación industrial de técnicas de funcionalización láser requiere no sólo la optimización de la calidad superficial, sino una comprensión profunda y determinista de cómo dichas técnicas afectan a la distribución estadística de la resistencia y a la tenacidad aparente del material.

Para abordar este estudio se han seleccionado dos familias de vidrios que dominan el mercado, cada una con características termomecánicas distintivas. El vidrio borosilicato (BS-G), que es el estándar en aplicaciones de laboratorio, farmacéuticas y de ingeniería química. Su estructura de red, rica en óxido de boro y sílice, le confiere un coeficiente de expansión térmica (CTE) extremadamente bajo ($3{,}3 \times 10^{-6}$ K^{-1}). Esta propiedad lo hace intrínsecamente resistente al choque térmico, permitiéndole soportar gradientes de temperatura que fracturarían otros vidrios. En el contexto del procesamiento láser, se espera que el BS-G tolere mejor las tensiones residuales inducidas por procesos térmicos, aunque no es inmune a la degradación. Y luego el vidrio sodocálcico (SLS-G), que es el más común, utilizado en ventanas, envases y sustratos de microscopía. Su composición, basada en sílice modificada con óxidos alcalinos y alcalinotérreos, resulta en un CTE significativamente mayor ($9{,}0 \times 10^{-6}$ K^{-1}). Esta alta expansión térmica lo hace vulnerable a la generación de tensiones de tracción durante el enfriamiento rápido, típico de los ciclos térmicos láser. Su inclusión en el estudio es crítica para evaluar el peor caso térmico y validar la eficacia de los láseres ultracortos en materiales sensibles.

La modificación de superficies mediante tratamiento láser (LSM) es clave para adaptar el vidrio a aplicaciones específicas. Sin embargo, estos procesos láser generan un impacto significativo en la integridad estructural del vidrio, afectando las distribuciones de probabilidad de fallo y la tenacidad de las zonas afectadas. Por tanto, introduce variaciones críticas en su resistencia [1,2]. En este trabajo se comparan dos regímenes de interacción láser-materia fundamentalmente opuestos, la modificacion fototérmica (láser de CO_2) y la ablación por ionización no lineal (láser de femtosegundo, fs). El primero emite en una longitud de onda que coincide con las bandas de absorción vibracional de la red de silicatos. La energía de los fotones se transfiere casi instantáneamente a la red atómica en forma de calor. Caracterizándose, por tanto, por la fusión, ebullición, y vaporización del material, dando lugar a una Zona Afectada Térmicamente (ZAT) macroscópica que genera gradientes térmicos severos. Por otra parte, el láser de femtosegundos opera en una escala temporal que es más rápida que el tiempo de acoplamiento electrón-fonón. Esto da lugar que las intensidades extremas generadas ($> 10^{13}$ W/cm^2) producen procesos de absorción no lineal. La repulsión electrostática entre los iones positivos resultantes expulsa el material antes de que la red pueda calentarse. Esto teóricamente elimina la ZAT, y evita la fusión. Sin embargo, es imperativo validar experimentalmente su superioridad estructural frente a tecnologías consolidadas y más económicas como el CO_2, especialmente en geometrías complejas y bajo estados de carga biaxiales realistas. La literatura existente a menudo se centra en la rugosidad superficial o la profundidad de grabado, descuidando el análisis estadístico del fallo catastrófico.

Este estudio tiene como objetivo investigar el comportamiento a flexión y fractura de vidrios SLS y BS procesados mediante láser continuo infrarrojo (IR) de pulsos largos (ms) y láser pulsado en régimen de femtosegundo (fs). El estudio evalúa, a través de ensayos de anillos concéntricos dobles (*Ring-on-Ring*, RoR), la resistencia característica, y la probabilidad acumulada de fallo, de análisis fractográfico la correlación entre la energía de fractura con el tipo de defecto inducido, y analizando la variación de la tenacidad a la fractura (K_{Ic}) en las zonas térmicamente afectadas (ZAT) para determinar cómo la tipología de radiación condiciona la calidad de la superficie y la resistencia estructural final.

2. MATERIALES Y MÉTODOS

2.1. Materiales

Se emplearon placas de vidrio comerciales de alta calidad óptica con dimensiones estandarizadas de 20 x 20 mm y un espesor nominal de 0,15 mm). Este espesor reducido presenta un desafío particular para el procesamiento térmico, ya que la capacidad de disipación de calor es mínima, lo que pudo exacerbar los efectos de las tensiones residuales. Se prepararon lotes estadísticamente significativos (12) para cada condición (referencia, tratado con CO_2, y tratado con fs) tanto para el vidrio BS-G como para el SLS-G.Además, todas las muestras fueron inspeccionadas mediante microscopía óptica para descartar defectos de fabricación previos al texturizado.

2.2. Configuración de los sistemas láser y estrategia de patrones

Para el procesamiento atermal, se utilizó una fuente Láser de estado sólido basado en **Iterbio (Yb)**. Aunque la emisión fundamental de este medio activo es el infrarrojo cercano (1.064 nm), el sistema se configuró con un módulo de duplicación de frecuencia para emitir a una longitud de onda de 532 nm. De esta forma se consigue un tamaño de *spot* más pequeño y una mejor eficiencia de la absorción multifotónica. Por otra parte, se trabajó con una duración de pulso en el rango de **femtosegundos** (fs, < 400 fs) y una frecuencia de repetición de 20 kHz. Finalmente, la potencia media fue ajustada para operar por encima del umbral de ablación del vidrio, variando tanto la potencia como la velocidad. Se empleó un a fuente láser Rofin de CO_2 (fuente Synrad), operando en la longitud de onda de 10.600 nm. La operación fue en modo continuo (CW) con pulsos largos (en contraste), generando una deposición de calor masiva que induce fusión y vaporización.

Con estas configuraciones se realizaron los patrones de ranuras / rejillas lineales. Estos son círculos concéntricos

situados en el centro geométrico de la probeta cuadrada. Esto se debe a que en el ensayo de flexión biaxial *Ring-on-Ring* la tensión máxima es uniforme y equibiaxial dentro del anillo de carga central. Al colocar el patrón texturizado precisamente en esta zona, se fuerza a que el fallo se inicie en los defectos inducidos por el láser y no en los defectos de corte de los bordes de la muestra. De esta forma garantizamos que los valores de resistencia medidos reflejen la integridad de la zona procesada y no la calidad del corte del vidrio.

2.3. Métodos

La evaluación de la rugosidad se realizó mediante un equipo de perfilometría interferométrica óptica (OIP), el Profilm3D, siguiendo la normativa UNE-EN ISO 25178-2:2023 (*Geometrical product specifications (GPS). Surface texture: Areal. Part 2: Terms, definitions and surface texture parameters*). Por otra parte, para la morfología se utilizaron un estereomicroscopio Nikon SMZ1000 y un microscopio óptico electrónico (SEM) JEOL JSM-6510.

En cuanto a la caracterización mecánica, la evaluación de la resistencia a flexión hasta fractura se realizó mediante el método de anillos concéntricos dobles (RoR), siguiendo rigurosamente la normativa ASTM C1499:2008 (*Standard Test Method for Monotonic Equibiaxial Flexural Strength of Advanced Ceramics*) y asegurando cumplir todo lo posible la ISO 1288-5:2016 (*Glass in building. Determination of the bending strength of glass. Part 5: Coaxial double ring test on flat specimens with small test surface areas*) [4,5,6]. Este método es superior a la flexión en 3 o 4 puntos para materiales frágiles planos, pues elimina el efecto de borde (suelen concentrarse los defectos de maquinado) y somete una superficie significativa del material a un estado de tensión máxima uniforme.

Se utilizó un anillo de carga (D_L) de 7 mm de diámetro y otro de soporte (D_S) de 17 mm. Además, sus radios de curvatura fueron optimizados para minimizar la fricción y el aplastamiento local (*fretting*).

El proceso fue controlado por la máquina servomecánica Electroforce 5500 mediante el *software* WinTest, y se implementaron las ecuaciones derivadas de la teoría de placas delgadas que se muestra en la ASTM C1499.

La resistencia a flexión equibiaxial (σ_f) se calcula a partir de la carga máxima de rotura (F) en el momento del fallo (1):

$$\sigma_f = \frac{3 \cdot F}{2 \cdot \pi \cdot h^2} \qquad (1)$$

Donde F es la carga de rotura (N), h es el espesor de la muestra, v es el coeficiente de Poisson (0,22 – 0,23), y D_{eff} es el diámetro efectivo de la probeta. Este último concepto se debe a que las muestras no son discos circulares sino placas cuadradas, por lo que la teoría de placas circulares debe corregirse por la aproximación para que se comporte equivalentemente a un disco (2).

$$D_{eff} = 0{,}54 \cdot (l_1 + l_2) \qquad (2)$$

Donde l_1 y l_2 son las longitudinales de los lados de la probeta. Esta corrección es crítica para no sobreestimar la resistencia del material.

Finalmente, para garantizar que sea cuasi-estático y evitar efectos inerciales o de crecimiento subcrítico de grietas dependientes del tiempo, la velocidad de desplazamiento del actuador ($\dot{\delta}$) se calcula para mantener una tasa de tensión ($\dot{\sigma}$) constante en el material (3).

$$\dot{\delta} = \frac{D_S^2}{6 \cdot E \cdot h} \cdot \dot{\sigma} \qquad (3)$$

Donde E es el módulo de elasticidad (Young). Para este estudio, se definió una tasa de tensión objetivo que resultó en una velocidad de carga experimental de 0,02752 mm/s^2.

Por otro lado, la tenacidad a la fractura local en la zona procesada (K_{Ic}) se evalúo mediante el método de identación Vickers (*Identation Fracture Mechanics*) [1,2,7]. Este método permite sondear la fragilidad del material a microescala, revelando como el procesamiento láser altera la resistencia a la propagación de grietas en la ZAT.

Se realizaron indentaciones con cargas controladas en las proximidades de los patrones láser. A partir de las longitudes de las grietas radiales generadas (c) y la diagonal de la huella (a), se calculó K_{Ic} utilizando el modelo de Anstis *et al.* (4), que es el estándar de facto para vidrios y cerámicas.

$$K_{Ic} = 0{,}016 \cdot \left(\frac{E}{H}\right)^{\frac{1}{2}} \cdot \frac{P}{c^{\frac{3}{2}}} \qquad (4)$$

Donde E es el módulo de Young, H es la dureza Vickers, P es la carga de indentación, y c es la longitud de la grieta radial medida desde el centro de la huella. Este enfoque permite una comparación cualitativa, pues grietas más largas para una misma carga indican una menor tenacidad aparente, a menudo asociada a tensiones residuales de tracción. Por último, el análisis de las fracturas mediante una micrografía permite comprender la energía liberada durante el fallo y el origen de este. Según las normas ASTM C1322 y C1499, las características de la superficie están directamente correlacionadas con la tensión de rotura.

3. RESULTADOS

La integración de los análisis fractográfico, mecánico, y morfológico revela un panorama complejo sobre cómo la elección del láser determina el comportamiento estructural del vidrio.

3.1. Referencia

El vidrio base establece el estándar de desempeño, con resistencias características (σ_0) elevadas, demostrando la calidad del material de partida.

3.2. LSM con CO_2

Las muestras procesadas con láser de CO_2 exhibieron consistentemente un patrón de fractura clasificada como Clase II (Figura 2). Estas se caracterizan por presentar un origen claramente identificable, pero desplazado del centro geométrico exacto. Desde este origen se propagan una o dos grietas primarias que atraviesan la muestra de lado a lado con una trayectoria relativamente recta y simple. La ramificación (*branching*) es escasa o nula en las etapas iniciales. Esta ausencia de ramificación masiva y la simplicidad del patrón de grietas son indicadores de que el material falló bajo una tensión nominal baja. La energía elástica almacenada en el momento de la rotura fue insuficiente para alimentar la creación de múltiples frentes de grieta. Esto implica la presencia de defectos superficiales críticos (microgrietas, refusión, surcos) inducidos por el choque térmico, que actúan como concentradores de tensión. Por tanto, el vidrio cedió ante la propagación inestable de un defecto térmico dominante. Esto se debe a la presencia de un daño térmico severo (Zona Afectada Térmicamente, ZAT, extensa) donde el material ha sido fundido y resolidificado (Figura 1 (c, d)). Durante el enfriamiento, el volumen fundido intenta contraerse, pero es restringido por el material circundante frío y rígido. Esto genera tensiones residuales de tracción de gran magnitud en la superficie. Desde el punto de vista de la mecánica de la fractura, estas tensiones residuales se suman vectorialmente a las tensiones de servicio. Por tanto, el defecto ve una tensión total mucho mayor que la aplicada, facilitando la apertura de la grieta. Además, mediciones de la tenacidad a la fractura (K_{Ic}) en esta zona sugieren una disminución de la resistencia intrínseca a la propagación de grietas, posiblemente debido a cambios en la densidad del vidrio o a la microfisuración subsuperficial inducida por el choque térmico. En conclusión, tanto la fractografía, como la morfología, y la tenacidad a fractura justifican los resultados obtenidos de una reducción drástica de la resistencia a flexión respecto al material base (más del 25%).

3.3. LSM con Yt fs

Los especímenes tratados con láser de fs transicionaron hacia fracturas de Clase III, que son indistinguibles de una forma morfológica de las del vidrio de referencia no tratado. En este caso el origen de la fractura se localiza en el centro del patrón circular, coincidiendo con la zona de máxima tensión teórica del ensayo RoR. Además, a partir de este origen irradian múltiples grietas primarias y secundarias en todas direcciones, bifurcándose como se alejan del centro. El vidrio, por tanto, acumuló una enorme cantidad de energía elástica potencial antes de fallar, como indica esta alta densidad de fragmentación y compleja ramificación. Para liberar esta energía el material tuvo que crear una gran cantidad de nueva superficie (grietas). Esto sólo es posible porque los defectos introducidos por el láser son extremadamente pequeños y poco severos, permitiendo que soporte tensiones muy cercanas a su límite intrínseco. Esto se justifica por la práctica inexistencia del ZAT y de un volumen significativo de material fundido que se contraiga, por lo que no se generan tensiones residuales de tracción como en el caso del CO_2. Las medidas de tenacidad (K_{Ic}) en las zonas adyacentes a la ablación no muestran degradación apreciable respecto al material base. El vidrio conserva su tenacidad nominal. Por tanto, la reducción de resistencia observada se atribuye puramente al efecto de entalla geométrica del patrón (concentración de tensiones por forma), no a un daño del material o a tensiones residuales. Esto explica por qué el fallo es estable hasta cargas altas y por qué la fractura libera tanta energía (Clase III).

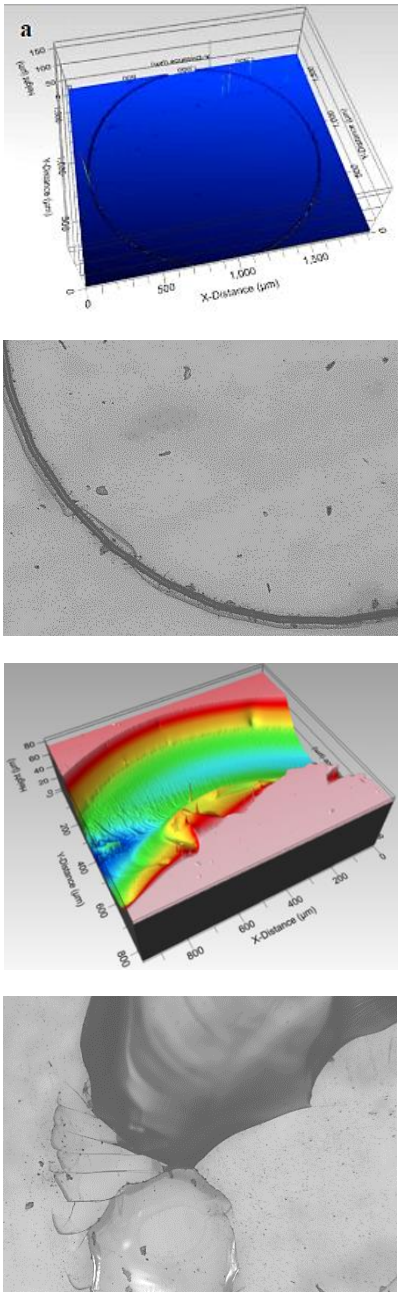


Figura 1. *Mapas 3D obtenidas con el Profilm3D de las probetas con patrón circular realizadas mediante: (a) Láser fs, y (c) Láser de CO_2. Y micrografías de estas (b, d).*

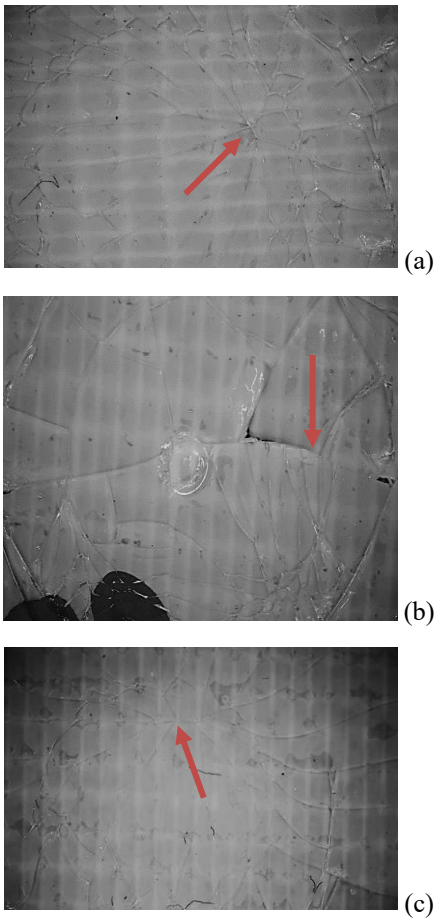


***Figura 2**. Fractografías tras ensayo RoR de las probetas de (a) Referencia – Clase III, (b) Procesada con CO_2 – Clase II, y (c) Procesada con fs – Clase III.*

3.4. Análisis de la distribución de probabilidad de fallo

Respecto al módulo de Weibull de la probabilidad de fallo de las muestras procesadas, se observa que la modificación superficial con CO_2 se reduce severamente la fiabilidad (m = 2,4 frente 6,4 del no tratado) y la resistencia al 5% de probabilidad de fallo, haciéndolo impredecible. En contraste, la modificación superficial con láser de fs se mantuvo una distribución más estrecha (m = 3,9) y valores de diseño más altos. Esto se debe a que la naturaleza determinista de la ablación ultracorta genera una población de defectos más homogénea y controlada. Mientras que la naturaleza estocástica del agrietamiento térmico debido al CO_2 genera una población muy heterogénea.

3.5. Diferencias de comportamiento entre los tipos de vidrio estudiados

Aunque la tendencia general favorece al láser fs en ambos materiales, el BS-G demostró una mayor tolerancia al efecto térmico del láser de CO_2 gracias a su bajo coeficiente de expansión. Las grietas térmicas fueron menos severas que en el SLS-G, que sufrió una degradación catastrófica bajo radiación IR. Sin embargo, incluso el borosilicato se beneficia enormemente del cambio a femtosegundo, recuperando niveles de fiabilidad que permiten su uso en aplicaciones estructurales de precisión donde el CO_2 sería arriesgado

4. CONCLUSIONES

El estudio comparativo del texturizado láser en vidrios estructurales permite extraer lo siguiente. Primero, que el láser fs se establece como la única opción viable para aplicaciones donde la integridad estructural es crítica. Su mecanismo de ablación atermal minimiza la ZAT y evita la generación de tensiones residuales de tracción, resultando en una degradación de resistencia controlada y predecible. La preservación de modos de fallo de alta energía (Clase III) y una distribución de Weibull fiable (m = 3,9) permiten el diseño de componentes seguros. Segundo, el procesamiento con láser continuo de CO_2 induce un daño severo en el vidrio, caracterizado por una ZAT con altas tensiones residuales y microgrietas profundas. Esto provoca una caída drástica de la resistencia (80% de pérdida) y una dispersión estadística elevada (m = 2,4).

Por otro lado, el vidrio SLS, por su alto coeficiente de expansión, es el más beneficiado por la transición a láser de fs, transformándose de un material extremadamente frágil tras el procesado térmico a uno relativamente competente tras el procesado ultracorto. El BS, aunque más tolerante, también maximiza su rendimiento mecánico con el láser fs. Este mejor comportamiento se debe a un menor coeficiente de expansión térmico. En conclusión, el láser fs no es sólo una herramienta de mayor precisión dimensional, sino un habilitador fundamental para la utilización de vidrios funcionales en entornos de carga mecánica, superando las limitaciones intrínsecas de fragilidad inducidas por los métodos térmicos convencionales.

AGRADECIMIENTOS

Este trabajo ha sido parcialmente financiado por el Gobierno de España (MCI/AEI/FEDER, UE PID2022-138763OA-100) y por la Xunta de Galicia (ED431C 2023/25). Se agradece el soporte técnico del CACTI, centro de soporte adscrito a la Universidade de Vigo (UVigo).

REFERENCIAS

[1] Comesaña, R.; *et al.* Laser surface modification of structural glass for anti-slip applications. *Ceram. Int.* 2019, 45, 24734–24741.

[2] Quinn, G. D.; *et al.* Fractography of Ceramics and Glasses, Third Edition. *NIST*. 2020, S.P. 960-16e3.

[3] Guin, J-P.; *et al.* Mechanical properties of glass. *Springer Handb. Glass*, 2019, 227–271.

[4] Fett, T.; *et al.* Ring-on-ring strength measurements on rectangular glass slides. *J. Mater. Sci.* 2007, 42, 393–395.

[5] Nie, X.; *et al.* Dynamic Ring-on-Ring Equibiaxial Flexural Strength of Borosilicate Glass. *Int. J. Appl. Ceram. Technol.* 2010, 7[5], 616–624.

[6] Wang, Z.; *et al.* Stress analysis and fracture simulation of aluminosilicate glass plates under Ring-On-Ring loading. *Forces Mech.* 2021, 5, 100047.

[7] Kruzic, J.J.; *et al.* Indentation techniques for evaluating the fracture toughness of biomaterials and hard tissues. *J. Mech. Behav. Biomed. Mater.* 2009, 2, 384–395

FRACTURA DE HORMIGÓN

INFLUENCIA DE LAS FIBRAS DE ACERO EN LA FRACTURA EN MODO MIXTO A BAJA VELOCIDAD DE SOLICITACIÓN EN HORMIGÓN AUTOCOMPACTANTE ARMADO

Ángel De La Rosa[1*], Gonzalo Ruiz[2], Rodrigo Moreno[3]

[1]DIMME, Grupo de Durabilidad e Integridad Mecánica de Materiales Estructurales, Universidad Rey Juan Carlos, C. Tulipán s/n, 28933 Móstoles, Madrid, España.

[2]ETSI Caminos, C. y P., Universidad de Castilla-La Mancha, Av. Camilo José Cela 2, 13071 Ciudad Real, España.

[3]Instituto de Cerámica y Vidrio (CSIC), C. Kelsen 5, Campus de Cantoblanco, E–28049 Madrid, España.

*Persona de contacto: angel.delarosa@urjc.es

RESUMEN

Este estudio analiza el comportamiento a fractura de vigas de hormigón autocompactante de baja resistencia con armadura longitudinal y fibras de acero, prestando especial atención a la influencia de la velocidad de carga. El programa experimental comprende ensayos de flexión en tres puntos, realizados en régimen cuasiestático y a baja tasa de deformación, sobre vigas con entalla asimétrica diseñadas para activar condiciones de fractura en modo mixto. Se investiga de forma sistemática el efecto del contenido de fibras en la iniciación, propagación y estabilidad de las fisuras. Los resultados muestran que la incorporación de fibras incrementa la capacidad de disipación de energía y la ductilidad post-fisuración bajo cargas dependientes de la velocidad, favoreciendo un comportamiento menos frágil. La contribución principal del trabajo reside en el estudio conjunto del papel de la resistencia del hormigón, la armadura longitudinal y el refuerzo fibroso bajo condiciones de velocidad de carga intermedia.

PALABRAS CLAVE: Fractura en modo mixto; hormigón autocompactante; fibras de acero; carga a baja tasa de deformación; armadura longitudinal.

ABSTRACT

This study investigates the fracture behavior of low-strength self-compacting concrete beams incorporating longitudinal reinforcement and steel fibers, with particular emphasis on the influence of loading rate. The experimental program includes three-point bending tests conducted under quasi-static and low strain-rate conditions on asymmetrically notched beams specifically designed to promote mixed-mode fracture. The effect of fiber content on crack initiation, propagation, and stability is systematically examined. The results show that the inclusion of steel fibers enhances energy dissipation capacity and post-cracking ductility under rate-dependent loading, leading to a less brittle structural response. The main contribution of this work lies in the combined assessment of concrete strength, longitudinal reinforcement, and fiber reinforcement under intermediate loading-rate conditions.

KEYWORDS: Mixed-mode fracture; self-compacting concrete; steel fibers; low strain-rate loading; longitudinal reinforcement.

1. INTRODUCCIÓN

La fractura del hormigón bajo solicitaciones mixtas está gobernada por la interacción acoplada entre la apertura a tracción (Modo I) y el deslizamiento por cortante (Modo II). Esta interacción condiciona de forma decisiva tanto el inicio como la evolución de la fisuración en elementos estructurales sometidos a flexión combinada con esfuerzo cortante. Diversos estudios experimentales y analíticos han demostrado que la trayectoria de fisura, la energía de fractura y los efectos de tamaño dependen significativamente del grado de interacción modal, así como de la geometría de la probeta y la configuración de la entalla [1, 2, 3]. Estos trabajos sentaron las bases para el desarrollo de modelos cohesivos y formulaciones energéticas capaces de reproducir la propagación de fisuras en condiciones de laboratorio controladas.

En el ámbito del hormigón armado, el comportamiento a fractura en modo mixto se ve adicionalmente influido por la interacción entre la fisura y las armaduras longitudinales. Investigaciones experimentales han puesto de manifiesto que la cuantía y disposición de las barras modifican la estabilidad de la fisura y los mecanismos de fallo bajo cargas combinadas [4]. Paralelamente, la incorporación

de fibras discretas ha demostrado mejorar la respuesta post-fisuración y la capacidad de disipación de energía, aunque la eficacia de los mecanismos de puenteo depende en gran medida de la orientación y dosificación de fibras [5, 6].
No obstante, la mayor parte de la evidencia experimental disponible se limita a condiciones cuasi-estáticas. Cuando la velocidad de carga aumenta, el hormigón presenta una marcada sensibilidad a la velocidad de deformación, alterándose tanto la resistencia aparente como los mecanismos de propagación de fisura [7]. Sin embargo, los estudios que abordan simultáneamente la fractura en modo mixto, la presencia de armadura longitudinal y fibras, y la influencia de bajas velocidades de deformación siguen siendo escasos. En este contexto, resulta necesario profundizar en la comprensión de cómo la velocidad de carga modifica el equilibrio entre mecanismos de apertura y deslizamiento, así como la contribución relativa del refuerzo convencional y del refuerzo fibroso en escenarios de fractura combinada.

2. MATERIALES Y MÉTODOS

2.1. Diseño del hormigón autocompactante

Las mezclas se diseñaron integrando criterios reológicos y mecánicos con el objetivo de garantizar comportamiento autocompactante y propiedades estructurales adecuadas para el estudio en fractura. Se mantuvo una relación agua/cemento (w/c) constante de 0.63, seleccionada para alcanzar resistencias medias del orden de 30 MPa a 28 días.
El diseño reológico se fundamentó en la determinación previa de la viscosidad plástica de la pasta de cemento mediante reómetro rotacional en control de velocidad de cizalla. Se aplicó un protocolo de rampa ascendente, meseta y rampa descendente, y las curvas descendentes se ajustaron al modelo de Bingham, lo que permitió determinar la viscosidad plástica efectiva de la pasta en el rango operativo de mezclado y vertido.
La incorporación de fibras de acero incrementa la viscosidad efectiva del hormigón fresco debido a efectos de interacción fibra–matriz y a la restricción cinemática inducida por su geometría. Por ello, la dosificación de superplastificante se ajustó ligeramente en las mezclas con mayor fracción volumétrica de fibras para mantener propiedades autocompactantes equivalentes.

Materiales

Se emplearon los siguientes materiales:

- Cemento Portland tipo CEM I 52.5 N-SR, c.
- Filler calizo de elevada pureza (contenido de $CaCO_3$ > 98%), LP.
- Árido fino feldespático rodado, FA.
- Árido grueso silíceo 4–8 mm, CA.
- Superplastificante basado en poli-aril-éter, SP.
- Fibras de acero rectas de 13 mm de longitud, 0.21 mm de diámetro y esbeltez 61.9, f.

Se analizaron tres fracciones volumétricas de fibras: 0%, 0.3% y 0.6%. Estas cuantías se seleccionaron para representar un rango bajo–medio de refuerzo distribuido, evitando fenómenos de aglomeración y garantizando una trabajabilidad adecuada. La Tabla 1 resume las dosificaciones empleadas.

Tabla 1: Materias primas empleadas en las mezclas de hormigón autocompactante reforzado con fibras de acero [kg/m^3].

	c	w	SP	LP	FA	CA	f
SCSFRC-30-00	293.3	184.8	2.9	191	849	786	0 (0%)
SCSFRC-30-03	283.7	178.7	2.8	194	937	720	23.6 (0.3%)
SCSFRC-30-06	298.7	188.2	3.0	235	875	701	47.1 (0.6%)

2.2. Proceso de fabricación y curado

Las mezclas se prepararon en amasadora planetaria de eje vertical. El procedimiento consistió en:

1. Mezclado en seco de cemento, filler y árido fino.
2. Adición progresiva del 85–90% del agua.
3. Incorporación del superplastificante disuelto en el agua restante.
4. Adición del árido grueso.
5. Introducción gradual de las fibras mediante tamizado manual para garantizar distribución homogénea.

Tras el vertido en moldes metálicos, las probetas se mantuvieron 24 h en condiciones ambientales controladas antes del desmoldeo. Posteriormente se almacenaron en cámara climática a 20 ± 0.5 ºC y 98% ± 0.5% de humedad relativa hasta la edad de ensayo (28 días).

2.3. Caracterización en estado fresco

Las propiedades en estado fresco de los hormigones se evaluaron mediante los ensayos de extensión de flujo y caja en L, según normativas UNE-EN12350-8:2020 y UNE-EN12350-10:2011, respectivamente. Todas las mezclas mostraron un comportamiento autocompactante adecuado, sin segregación ni exudación (Tabla 2). La incorporación de fibras de acero redujo ligeramente el diámetro de escurrimiento e incrementó los tiempos de flujo; sin embargo, incluso con 0.3% de fibras, la trabajabilidad y la capacidad de paso se mantuvieron dentro de rangos aceptables ($h_2/h_1 \geq 0.93$), confirmando la idoneidad reológica de las dosificaciones adoptadas.

2.4. Caracterización mecánica cuasi-estática

Se determinaron:

- Resistencia a compresión en probetas cilíndricas según UNE-EN 12390-3:2020.

Tabla 2: Propiedades en estado fresco del SCSFRC obtenidas mediante los ensayos de escurrimiento y caja en L, incluyendo el diámetro máximo de extensión (d_m), el tiempo para alcanzar una extensión de 500 mm (t_{500}), los tiempos de flujo hasta 200 y 400 mm en el ensayo de caja en L (t_{200} y t_{400}), así como las alturas del hormigón medidas antes (h_1) y después (h_2) de atravesar las barras de refuerzo.

	w/c	d_m [mm]	t_{500} [s]
SCSFRC-30-00	0.63	768	0.4
SCSFRC-30-03	0.63	620	0.6
SCSFRC-30-06	0.63	670	1.6

	t_{200} [s]	t_{400} [s]	h_2/h_1
SCSFRC-30-00	0.9	2.0	1.00
SCSFRC-30-03	0.8	1.1	0.93
SCSFRC-30-06	0.8	1.3	0.96

- Módulo de elasticidad según UNE-EN 12390-13:2022.
- Resistencia a flexión en probetas prismáticas entalladas según RILEM TC 162-TDF, UNE-EN 14651:2007+A1:2008.
- Energía específica de fractura en hormigón sin fibras, incorporando las mejoras metodológicas propuestas por Guinea et al [8, 9, 10].

La caracterización permitió verificar que las diferencias observadas en el comportamiento en modo mixto no se debían a variaciones significativas en resistencia base, sino principalmente a la presencia de fibras y a la interacción con la armadura longitudinal.

2.5. Probetas y configuración experimental de modo mixto

Se emplearon vigas prismáticas de $75 \times 50 \times 340$ mm^3, con una luz entre apoyos de 300 mm. Se dispuso una barra longitudinal corrugada, centrada en la sección, de diámetro nominal 2.5 mm (cuantía longitudinal del 0.13%). Se analizaron dos profundidades de entalla, $a = \frac{D}{3}$ y $a = \frac{D}{2}$. La Fig. 1 muestra el esquema dimensional de las probetas. La entalla se ejecutó cuidadosamente para evitar daños en la punta, verificándose mediante inspección microscópica la ausencia de microfisuras previas al ensayo.

2.6. Procedimiento de ensayo

Los ensayos de flexión en tres puntos se realizaron en máquina servo-hidráulica bajo control de desplazamiento con velocidad suficientemente baja para garantizar régimen cuasi-estático y evitar efectos inerciales. Se registraron:

- Carga aplicada mediante célula de carga calibrada.
- Desplazamiento vertical bajo el punto de aplicación.
- Observación visual del patrón de fisuración.

El control por desplazamiento permitió capturar adecuadamente la fase post-pico y evaluar la estabilidad de propagación de la fisura. La Tabla 3 presenta la clasificación del

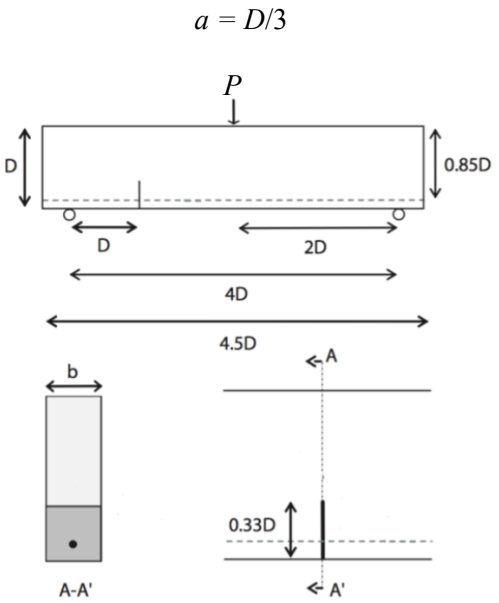


Figura 1: Geometría y dimensiones de las probetas y detalle de la entalla descentrada.

régimen de carga en función de la velocidad del actuador (v) y de la tasa de deformación ($\dot{\varepsilon}$).

Tabla 3: Clasificación del régimen de carga en función de la velocidad del actuador (v) y la velocidad de solicitación ($\dot{\varepsilon}$).

v [mm/s]	$\dot{\varepsilon}$ [s^{-1}]	Régimen de carga
1.7×10^{-2}	2.2×10^{-4}	Cuasi-estático
5.0×10^{-1}	6.7×10^{-3}	Transicional (baja tasa)
5.0	6.7×10^{-2}	Transicional (alta tasa / inicio dinámico)

2.7. Ensayo de adherencia acero–hormigón

Se realizaron ensayos de arrancamiento (pull-out) sobre probetas prismáticas con longitud de anclaje equivalente a 10 diámetros de barra. El objetivo fue verificar que la adherencia acero–hormigón no constituía el mecanismo de fallo dominante en los ensayos de modo mixto.
Los resultados mostraron comportamiento adecuado de la intercara y ausencia de deslizamiento prematuro, confirmando que la respuesta observada en flexión estaba gobernada por mecanismos de fractura del hormigón reforzado.

2.8. Evaluación energética

La energía absorbida se determinó integrando el área bajo la curva carga–desplazamiento:

$$W = \int_0^{\delta_{lim}} P(\delta)\, d\delta$$

donde δ_{lim} se seleccionó asociado a una carga residual representativa del comportamiento estructural post-fisuración. Este criterio permite comparar ductilidad estructural entre

Tabla 4: Propiedades mecánicas cuasiestáticas de los hormigones (valores medios con desviación estándar entre paréntesis): resistencia a compresión cilíndrica (f_c) y cúbica (f_{cu}), resistencia a tracción indirecta (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]
SCSFRC-30-00	31.0 (0.7)	35.6 (0.9)	3.1 (0.3)	22.5 (2.0)
SCSFRC-30-03	26.4 (0.8)	28.1 (1.4)	–	20.9 (2.3)
SCSFRC-30-06	33.7 (0.8)	36.0 (1.0)	–	22.9 (2.0)

	f_{flex} [MPa]	G_F [N/m]
SCSFRC-30-00	4.1 (0.1)	91.3 (4.3)
SCSFRC-30-03	4.4 (0.4)	–
SCSFRC-30-06	5.6 (0.3)	–

configuraciones independientemente del desplazamiento máximo alcanzado.

2.9. Control experimental y repetibilidad

Para cada configuración se ensayaron múltiples probetas con el fin de garantizar repetibilidad. Se controlaron cuidadosamente las condiciones de fabricación, curado e instrumentación para minimizar dispersión experimental. Las desviaciones estándar obtenidas en propiedades mecánicas se mantuvieron dentro de rangos habituales para hormigón estructural.

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

En la Tabla 4 se presentan los resultados correspondientes a la caracterización mecánica en régimen cuasiestático.

3.1. Influencia de la profundidad de entalla en el estado tensional

La profundidad de entalla resultó determinante para inducir condiciones efectivas de modo mixto. En la configuración $a = D/3$, el campo tensional en la punta de la entalla estuvo dominado por componente de apertura (modo I), observándose fisuración centrada en todas las configuraciones independientemente del contenido de fibras. En este caso, la componente tangencial fue insuficiente para generar deslizamiento significativo, por lo que el comportamiento global puede considerarse próximo a modo I dominante.

Por el contrario, al incrementar la profundidad hasta $a = D/2$, se modificó sustancialmente el campo tensional en la punta de la entalla, incrementándose la contribución relativa del modo II. Esta configuración permitió inducir propagación con componente combinada de apertura y deslizamiento, activando mecanismos adicionales de redistribución de tensiones y permitiendo analizar de forma más representativa el comportamiento estructural bajo solicitaciones combinadas.

3.2. Evolución de las curvas carga–desplazamiento

Las curvas carga–desplazamiento obtenidas evidencian tres fases claramente diferenciadas (Fig. 2):

1. Régimen elástico lineal inicial: dominado por el módulo de elasticidad del hormigón y la contribución de la armadura longitudinal. En esta fase, la influencia de las fibras es prácticamente despreciable.

2. Inicio y desarrollo de microfisuración: tras alcanzarse la resistencia a tracción del hormigón, se inicia la fisuración en la zona traccionada. En esta etapa se produce transferencia progresiva de tensiones hacia la armadura y las fibras.

3. Régimen post-pico: fase altamente dependiente del contenido de fibras.

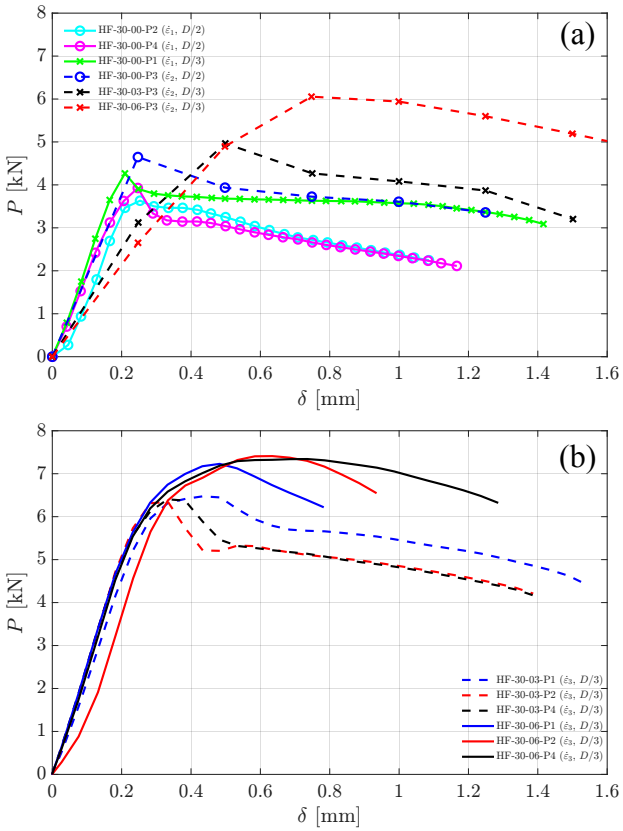


Figura 2: Curvas carga–desplazamiento (P–δ) obtenidas en los ensayos de flexión en tres puntos: (a) probetas con profundidades de entalla $a = D/3$ y $a = D/2$, ensayadas a velocidades de deformación $\dot{\varepsilon}_1 = 2.2 \times 10^{-4}$ s^{-1} y $\dot{\varepsilon}_2 = 6.7 \times 10^{-3}$ s^{-1}; (b) probetas con $a = D/3$ evaluadas a $\dot{\varepsilon}_3 = 6.7 \times 10^{-2}$ s^{-1}.

La Figura 2 muestra los resultados de flexión en tres puntos para probetas con $a = D/3$. En la Figura 2 (a), la carga máxima (P_m) aumenta con la tasa de deformación y, en general, con el contenido de fibras, siendo el efecto combinado más notable a la mayor velocidad ensayada.

La Figura 2 (b) recoge los valores de trabajo a $\dot{\varepsilon}_3 = 6.7 \times 10^{-2}$ s^{-1}. El trabajo hasta el pico (W_1) crece con la dosificación de fibras, indicando mayor energía absorbida en el régimen pre-pico, mientras que el trabajo total hasta 1 mm (W_2) refleja una contribución post-pico significativa

cuya magnitud depende del contenido de fibras. En conjunto, mayores tasas de deformación y contenidos de fibras incrementan la capacidad portante y la energía disipada.

3.3. Análisis energético y capacidad de disipación

La Tabla 5 presenta un resumen de los parámetros mecánicos obtenidos en los ensayos de flexión en tres puntos, incluyendo la carga máxima (P_m) y los valores de trabajo (W_1 y W_2), correspondientes a probetas de hormigón autocompactante con diferentes profundidades de entalla (a), contenidos de fibras de acero (ϕ_f) y niveles de tasa de deformación. El parámetro W_1 representa el trabajo desarrollado hasta el desplazamiento asociado a la carga máxima, mientras que W_2 corresponde al trabajo acumulado hasta un desplazamiento de 1 mm.

Tabla 5: Carga máxima (P_m), trabajos W_1, W_2 y trabajo incremental (ΔW) obtenidos en ensayos de flexión en tres puntos para distintas tasas de deformación y contenidos de fibra ($a = D/3$).

	$\dot{\varepsilon}$ [s^{-1}]	P_m [kN]	W_1 [N m]	W_2 [N m]	ΔW [N m]
SCSFRC-30-00-P1	2.2×10^{-4}	4.5	0.543	3.391	2.848
SCSFRC-30-03-P3	6.7×10^{-3}	5.0	1.403	3.605	2.202
SCSFRC-30-06-P3	6.7×10^{-3}	6.1	2.640	4.155	1.515
SCSFRC-30-03-P1	6.7×10^{-2}	6.7	1.839	5.132	3.293
SCSFRC-30-03-P2	6.7×10^{-2}	6.6	1.345	4.786	3.441
SCSFRC-30-03-P4	6.7×10^{-2}	6.8	1.290	4.848	3.558
SCSFRC-30-06-P1	6.7×10^{-2}	7.4	2.390	4.385*	1.995
SCSFRC-30-06-P2	6.7×10^{-2}	7.6	2.880	5.259**	2.379
SCSFRC-30-06-P4	6.7×10^{-2}	7.6	3.177	6.063	2.886

* Desplazamiento 0.8 mm; ** 0.9 mm.

El trabajo de fractura se evalua como el área bajo las curvas carga–desplazamiento (P–δ, Fig. 2) en probetas con entalla de profundidad $a = D/3$, ensayadas en flexión a tres puntos bajo régimen cuasiestático ($\dot{\varepsilon}_1$) y a baja tasa de deformación transicional ($\dot{\varepsilon}_2$). El parámetro W_1 representa la energía acumulada hasta la carga máxima, mientras que W_2 corresponde al trabajo total hasta un desplazamiento de 1 mm, para distintos contenidos de fibras de acero.

En ambos regímenes, W_1 aumenta con la dosificación de fibras y alcanza valores superiores bajo $\dot{\varepsilon}_2$, lo que confirma la influencia de la velocidad de deformación en la energía absorbida antes del pico. El parámetro W_2 presenta incrementos más acusados, evidenciando la contribución significativa del tramo post-pico a la disipación total de energía. En conjunto, el incremento de la tasa de deformación y del contenido de fibras potencia el trabajo mecánico desarrollado, con especial relevancia del régimen post-pico bajo carga a baja tasa transicional.

Desde el punto de vista de la mecánica de fractura, el aumento del área bajo la curva implica una mayor energía de fractura efectiva del sistema estructural, no sólo del material base. Es decir, la contribución combinada de armadura y fibras modifica la respuesta global del elemento, incrementando la tenacidad estructural bajo condiciones de modo mixto.

3.4. Transición del mecanismo de localización del fallo

En la Fig. 3 se muestran los modos de fractura observados para las distintas cuantías de fibra ensayadas bajo el régimen correspondiente al inicio de la carga dinámica.

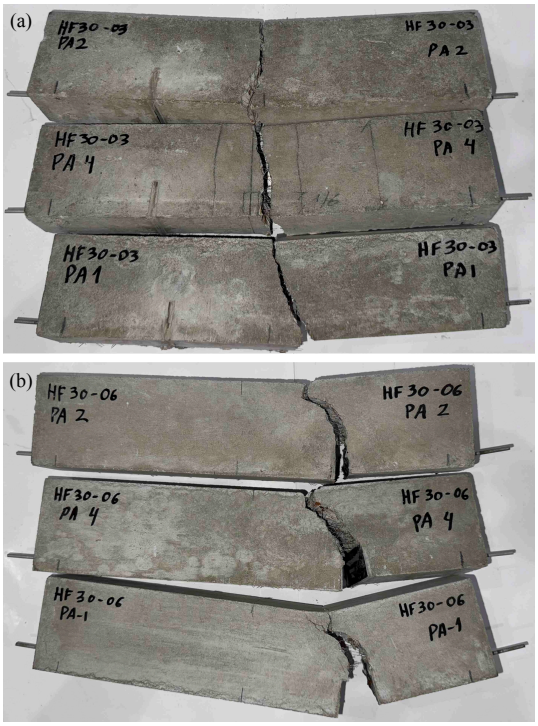


Figura 3: Modos de fractura observados para distintas cuantías de fibra correspondientes al inicio de la carga dinámica ($\dot{\varepsilon}_3 = 6.7 \times 10^{-2}$ s^{-1}), con entalla $D/3$: (a) $\phi_f = 0.3\%$; (b) $\phi_f = 0.6\%$. Se muestran imágenes de ambas caras de las probetas, lo que genera una aparente variación en la posición de la entalla.

Para un contenido de fibras del 0.3%, la fisuración se activa en la zona central de la probeta y evoluciona de forma inestable, lo que sugiere que el estado tensional global supera el efecto concentrador de la entalla. En estas condiciones, la capacidad de puenteo es insuficiente para modificar de manera significativa el equilibrio entre los componentes de Modo I y Modo II, predominando un mecanismo de fractura gobernado por la concentración de tensiones.

Con un 0.6% de fibras, la fisura principal se origina en la entalla, evidenciando que la redistribución de tensiones inducida por el refuerzo de fibra modifica el campo de esfuerzos y favorece la activación controlada del mecanismo en modo mixto. La mayor contribución del puenteo fibrilar incrementa la disipación de energía en la zona de proceso de fractura y reduce el grado de localización del daño.

En conjunto, los resultados indican que el aumento del contenido de fibras no elimina el carácter inestable del proceso, pero sí altera el equilibrio modal y la extensión de la zona de proceso, promoviendo una respuesta menos concentrada y más distribuida desde el punto de vista energético.

3.5. Interacción armadura longitudinal – fibras

La armadura longitudinal garantiza capacidad portante tras la fisuración inicial, permitiendo la transmisión de cargas una vez perdida la continuidad del hormigón. Las fibras, en cambio, actúan a escala local, limitando la apertura de fisura, favoreciendo la transferencia tangencial en la zona de proceso e incrementando la resistencia residual, lo que contribuye a estabilizar la propagación. La interacción entre ambos sistemas genera un efecto sinérgico: la armadura controla la capacidad global del elemento, mientras que las fibras regulan la estabilidad local de la fractura. Este comportamiento combinado explica la transición desde una respuesta frágil hacia un comportamiento cuasi-dúctil. Desde el punto de vista mecánico, las fibras pueden interpretarse como un refuerzo transversal distribuido que modifica el campo tensional en la punta de fisura y condiciona la trayectoria en modo mixto.

3.6. Implicaciones estructurales

Los resultados obtenidos presentan implicaciones directas para el diseño estructural bajo solicitaciones combinadas de flexión y cortante. En particular, el contenido de fibras influye de manera decisiva en la respuesta post-fisuración, modificando el equilibrio entre los mecanismos de apertura y deslizamiento propios del modo mixto. La ductilidad global del elemento no depende exclusivamente de la armadura longitudinal, sino también de la capacidad de puenteo y redistribución tensional proporcionada por el refuerzo fibroso.

4. CONCLUSIONES

La respuesta a fractura en modo mixto del hormigón autocompactante bajo bajas tasas dinámicas depende de la interacción entre geometría de la entalla, armadura longitudinal y contenido de fibras. La tasa de deformación incrementa la carga máxima en todas las mezclas, pero no activa por sí sola el modo mixto, que requiere una configuración geométrica adecuada (por ejemplo, $a = D/2$). El hormigón sin fibras presenta una respuesta post-pico más frágil bajo carga dependiente de la velocidad, mientras que las fibras estabilizan la propagación de fisuras y aumentan la disipación de energía mediante mecanismos de puenteo efectivos incluso a tasas del orden de $10^{-2}\,\mathrm{s}^{-1}$. Los parámetros energéticos (W_1 y W_2) confirman que tanto la tasa de deformación como la dosificación de fibras incrementan el trabajo desarrollado, con una contribución post-pico significativa. Desde el punto de vista estructural, las fibras actúan como un refuerzo distribuido eficaz bajo solicitaciones combinadas, mejorando la estabilidad de fractura. No obstante, la extrapolación de estos resultados requiere estudios adicionales que consideren efectos de escala y mayores velocidades de carga.

AGRADECIMIENTOS

Esta investigación fue financiada por el Ministerio de Ciencia, Innovación y Universidades (PID2023-147971OB-C31), la Junta de Comunidades de Castilla-La Mancha (SB-PLY/24/180225/000003), la Universidad de Castilla-La Mancha y el FEDER (2025-GRIN-38445), y la Agencia Ejecutiva Europea de Investigación (Proyecto 101129716, LiteFloatCon). Los autores agradecen a Cementos Portland Valderrivas, Master Builders Solutions, Omya Clariana, INCUSA–Saint Gobain y Bekaert por el suministro de materias primas.

REFERENCIAS

[1] Jenq, Y.S., and Shah, S.P. 1988. Mixed-mode fracture of concrete. *International Journal of Fracture* **38**:123–142.

[2] Bocca, P., Carpinteri, A., and Valente, S. 1991. Mixed mode fracture of concrete. *International Journal of Fracture* **48**:31–47.

[3] Gálvez, J.C., Elices, M., Guinea, G.V., and Planas, J. 1998. Mixed mode fracture of concrete under proportional and nonproportional loading. *International Journal of Fracture* **94**:267–284.

[4] Carmona, S., Ruiz, G., and Gálvez, J.C. 2005. Influence of longitudinal reinforcement on mixed-mode fracture of concrete beams. *Engineering Fracture Mechanics* **72**:2459–2474.

[5] Kazemi, M.T., Fazileh, F., and Ebrahiminezhad, A. 2011. Cohesive crack model analysis of fiber reinforced concrete under mixed-mode loading. *Engineering Fracture Mechanics* **78**:2620–2632.

[6] Alberti, M.G., Gálvez, J.C., Enfedaque, A., Picazo, A., and Ramírez, W.J. 2022. Mixed mode fracture of polyolefin fibre reinforced concrete. *Theoretical and Applied Fracture Mechanics* **122**:103560.

[7] Pan, Z., Wu, C., and Ma, G. 2021. Rate-dependent fracture behavior of concrete under dynamic loading: Experimental investigation and modelling. *Engineering Fracture Mechanics* **242**:107438.

[8] Guinea, G.V., Planas, J., Elices, M., 1992. Measurement of the fracture energy using three–point bend tests: Part 1 – Influence of experimental procedures. *Materials and Structures* **25**(148):212–218. https://doi.org/10.1007/BF02473065.

[9] Planas, J., Elices, M., Guinea, G.V., 1992. Measurement of the fracture energy using three–point bend tests: Part 2 – Influence of bulk energy dissipation. *Materials and Structures* **25**(149):305–312. https://doi.org/10.1007/BF02472671.

[10] Elices, M., Guinea, G.V., Planas, J., 1992. Measurement of the fracture energy using three–point bend tests: Part 3 – Influence of cutting the P–δ tail. *Materials and Structures* **25**(150):327–334. https://doi.org/10.1007/BF02472591.

ESTUDIO DEL COMPORTAMIENTO A FLEXOTRACCIÓN DE HORMIGONES DE MUY ALTA RESISTENCIA REFORZADOS CON FIBRAS DE ACERO Y BASALTO

J. D. Ruiz-Martínez[1], J. D. Ríos[2*], H. Cifuentes[2], C. Leiva[1]

[1]Departamento de Ingeniería Química y Ambiental, Escuela Técnica Superior de Ingeniería, Universidad de Sevilla, 41092 Sevilla, España

[2]Departamento de Mecánica de Medios Continuos y Teoría de Estructuras, Escuela Técnica Superior de Ingeniería, Universidad de Sevilla, 41092 Sevilla, España

[*] Persona de contacto: jdrios@us.es

RESUMEN

El objetivo de este estudio es mejorar el comportamiento a flexotracción de hormigones de muy alta resistencia mediante un refuerzo multiescala basado en la hibridización de fibras. Se estudió una mezcla base reforzada con 136 kg/m³ de fibras de acero y hormigones híbridos en los que se incorporaron fibras de basalto en proporciones de 1, 3, 5 y 10 kg/m³. La caracterización mecánica se llevó a cabo mediante ensayos de resistencia a compresión y flexión en tres puntos con entalla conforme a la norma EN 14651. Los resultados muestran que la incorporación de fibras de basalto no produce variaciones concluyentes en la resistencia a compresión, manteniéndose los valores dentro de la dispersión experimental. Sin embargo, se observa una mejora significativa en el comportamiento a flexotracción, especialmente en el límite de proporcionalidad y en las resistencias residuales. El límite de proporcionalidad alcanza incrementos de hasta el 78,7 %, mientras que las resistencias residuales f_{R1}, f_{R2} y f_{R3} aumentan hasta un 55,1 %, 72,7 % y 69,2 %, respectivamente, para contenidos intermedios de basalto. Los resultados evidencian la existencia de un contenido óptimo en torno a 5 kg/m³, que maximiza la eficiencia del refuerzo híbrido sin afectar negativamente a la resistencia a compresión.

PALABRAS CLAVE: hormigón de muy alta resistencia, hibridización, flexotracción, refuerzo multiescala, fractura

ABSTRACT

The objective of this study is to enhance the flexural tensile behaviour of ultra-high-strength concrete through a multiscale reinforcement strategy based on fibre hybridisation. A base mixture reinforced with 136 kg/m³ of steel fibres was investigated, together with hybrid concretes incorporating basalt fibres at contents of 1, 3, 5 and 10 kg/m³. Mechanical characterisation was carried out by means of compressive strength tests and three-point bending tests on notched specimens in accordance with EN 14651. The results show that the incorporation of basalt fibres does not produce conclusive variations in compressive strength, with the measured values remaining within the experimental dispersion. However, a significant improvement is observed in flexural tensile performance, particularly in the limit of proportionality and the residual strengths. The limit of proportionality increases by up to 78.7%, while the residual strengths fR1, fR2 and fR3 increase by up to 55.1%, 72.7% and 69.2%, respectively, for intermediate basalt fibre contents. The findings indicate the existence of an optimal content of approximately 5 kg/m³, which maximises the efficiency of the hybrid reinforcement without adversely affecting compressive strength.

KEYWORDS: ultra-high-strength concrete, hybridisation, flexural tensile behaviour, multiscale reinforcement, fracture.

1. INTRODUCCIÓN

El hormigón de muy alta resistencia (HMAR) se caracteriza por una matriz densificada, elevada resistencia a compresión y excelente durabilidad [1]. Sin embargo, su comportamiento en tracción y flexotracción continúa siendo intrínsecamente frágil debido a la rápida localización del daño y a la limitada capacidad de disipación de energía tras la fisuración inicial. Esta respuesta frágil constituye una restricción para aplicaciones estructurales sometidas a acciones dinámicas, cargas repetidas o estados límite de servicio exigentes.

La incorporación de fibras metálicas, especialmente fibras de acero, ha demostrado ser una estrategia eficaz para mejorar la capacidad post-fisuración mediante mecanismos de puenteo de fisuras y transferencia de tensiones a través del ligamento fisurado [2]. Numerosos estudios han confirmado incrementos significativos en las resistencias residuales y en la energía de fractura en hormigones reforzados exclusivamente con acero. No

obstante, la eficacia del refuerzo depende de factores como la orientación, la distribución espacial, la adherencia fibra-matriz y la interacción fibra-fibra. En matrices de alta compacidad como el HMAR, estos factores pueden limitar la eficiencia global del sistema, especialmente en el control de la microfisuración previa a la apertura macroscópica de la fisura.

En este contexto, la hibridación de fibras ha emergido como una estrategia orientada al refuerzo multiescala del material. La combinación de fibras con distinta longitud, módulo elástico y diámetro permite actuar en diferentes etapas del proceso de fractura: las fibras de menor dimensión pueden estabilizar la microfisuración y retrasar la localización del daño, mientras que las fibras de mayor rigidez y longitud controlan el comportamiento post-fisuración a mayores aperturas de fisura. Diversos autores han demostrado que los sistemas híbridos pueden generar respuestas sinérgicas superiores a las obtenidas mediante refuerzo monofibra [3]; sin embargo, la eficacia del sistema depende críticamente de la dosificación relativa y de la compatibilidad mecánica entre ambos tipos de fibras.

Las fibras de basalto presentan propiedades mecánicas atractivas, elevado módulo elástico, buena resistencia a tracción y estabilidad química, y una huella ambiental potencialmente inferior a la de las fibras metálicas [4]. Aunque se ha estudiado su efecto en hormigones convencionales y de alta resistencia, los resultados en HMAR híbridos acero–basalto siguen siendo limitados y, en muchos casos, centrados únicamente en propiedades mecánicas globales sin un análisis detallado de la evolución de las resistencias residuales según la norma EN 14651[5]. Asimismo, la identificación de un contenido óptimo de basalto en presencia de altos volúmenes de acero continúa siendo un aspecto poco sistematizado en la literatura.

En este contexto, el presente trabajo analiza de manera experimental la influencia de la hibridación acero–basalto sobre el comportamiento mecánico y de fractura de un HMAR con 136 kg/m³ de fibras de acero, incorporando fibras de basalto en contenidos de 1, 3, 5 y 10 kg/m³. El estudio evalúa tanto la resistencia a compresión como el comportamiento en flexión mediante el ensayo de tres puntos con entalla conforme a la norma EN 14651 [5], permitiendo caracterizar el límite de proporcionalidad y las resistencias residuales f_{R1}–f_{R4} [6]. El objetivo principal es determinar si la adición de basalto genera una mejora real y cuantificable en distintas etapas del proceso de fisuración y, en su caso, identificar el rango de dosificación que maximiza la eficiencia del refuerzo híbrido.

2. MATERIALES Y MÉTODOS

2.1. Materiales

En este estudio, se emplearon cemento Portland Tipo I, humo de sílice y escoria granulada de alto horno molida como aglutinantes. Se añadieron dos tipos de áridos con tamaños de partícula que varían entre 800 y 40 µm. Para mejorar la manejabilidad de las mezclas frescas, se utilizó un superplastificante de éter policarboxílico de alta eficiencia, Viscocrete 20HE de SIKA.

Tabla 1. Componentes de la matriz y proporciones de la mezcla

Componente	**HMAR (kg/m³)**
Cemento Tipo I 52.5 R/SR	540
Escoria granulada de alto horno molida	310
Humo de sílice	210
Arena de cuarzo gruesa (< 800 µm)	470
Arena de cuarzo fina (< 315 µm)	470
Superplastificante	42
Relación agua/cemento	0,38
Relación agua/aglutinante	0,19

En el presente estudio, todas las mezclas de HMAR se formularon a partir de una composición base común (Tabla 1), manteniendo constantes el sistema de aglutinantes, la relación agua/aglutinante, el esqueleto granular y el procedimiento de fabricación. Sobre esta matriz de referencia se incorporó un contenido fijo de 136 kg/m³ de fibras de acero, al que se añadieron fibras de basalto en cuatro niveles de dosificación: 1, 3, 5 y 10 kg/m³. La mezcla sin basalto (A136-B0) se empleó como referencia.

Es importante señalar que, si bien la composición base del HMAR se mantuvo invariable, la fracción volumétrica total de fibras aumentó ligeramente con la incorporación progresiva de basalto. No obstante, el contenido de acero se mantuvo constante en todas las mezclas, lo que permite evaluar específicamente el efecto incremental de la hibridación acero–basalto sobre el comportamiento mecánico y de fractura del sistema. Las mezclas se designan como A136-Bx, donde “A136” indica el contenido de fibras de acero (136 kg/m³) y “Bx” el contenido de fibras de basalto añadido.

Este enfoque experimental permite analizar de manera sistemática la influencia de la hibridación manteniendo constantes los parámetros fundamentales de la matriz cementicia y del refuerzo metálico principal, aislando así

la contribución del basalto en las distintas etapas del proceso de fisuración.

2.2. Programa experimental

Se fabricaron hormigones con 136 kg/m³ de fibras de acero (A136), combinados con fibras de basalto en contenidos de 1, 3, 5 y 10 kg/m³, designados como A136-B1, A136-B3, A136-B5 y A136-B10.

La resistencia a compresión se determinó sobre probetas cúbicas de 40×40×40 mm conforme a la norma EN 12390-3 [7], realizándose hasta cuatro repeticiones por dosificación.

El comportamiento a flexotracción se evaluó mediante ensayos de flexión en tres puntos sobre prismas entallados de 160 mm de longitud, sección cuadrada de 40×40 mm, con una luz entre apoyos de 100 mm y una entalla de profundidad h/6. El procedimiento experimental y el cálculo de las resistencias residuales se realizaron siguiendo los criterios establecidos en la norma EN 14651 [5], adaptando las dimensiones de las probetas manteniendo la proporcionalidad geométrica.

Se determinaron el límite de proporcionalidad (LOP) y las resistencias residuales f_{R1}, f_{R2}, f_{R3} y f_{R4} correspondientes a valores de CMOD de 0,5, 1,5, 2,5 y 3,5 mm, respectivamente.

3. RESULTADOS Y ANÁLISIS

3.1. Resistencia a compresión

La Figura 1 muestra que la incorporación de fibras de basalto en el rango de 1–10 kg/m³ no produce una variación concluyente de la resistencia a compresión del HMAR con 136 kg/m³ de fibras de acero. Los valores medios obtenidos son comparables entre mezclas y presentan solapamiento de la desviación estándar, lo que indica que las diferencias observadas se sitúan dentro de la variabilidad experimental del ensayo y no permiten afirmar una mejora sistemática de la resistencia a compresión.

Este comportamiento es coherente con el hecho de que, en HMAR, la resistencia a compresión está gobernada principalmente por la compacidad de la matriz y por la porosidad, mientras que la contribución de microfibras suele manifestarse con mayor claridad en propiedades asociadas a control de fisuración y comportamiento post-fisuración. Además, la acción del basalto en compresión puede verse limitada por el propio mecanismo de fallo, dominado por localización por cortante y microfisuración distribuida, y por efectos reológicos que tienden a reducir la trabajabilidad y, potencialmente, a introducir defectos que compensen cualquier beneficio de "cosido" a microescala.

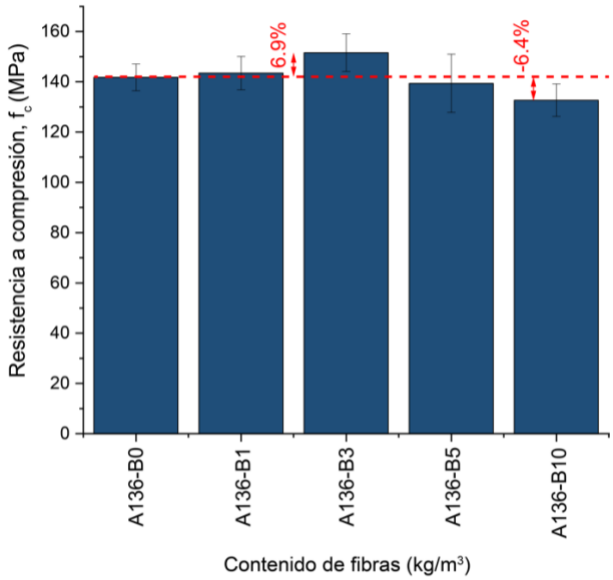


Figura 1. Resistencia a compresión del HMAR híbrido A136-Bx.

3.2. Límite de proporcionalidad

La Figura 2 muestra un incremento significativo del límite de proporcionalidad (LOP) con la incorporación de fibras de basalto. En comparación con la mezcla de referencia A136-B0, el LOP aumenta un 19,3 % para B1, alcanzando incrementos mucho más acusados para contenidos intermedios, con +72,7 % en B3 y un máximo de +78,7 % en B5. Para el contenido más elevado (B10), el incremento se reduce a +59,3 %, manteniéndose no obstante claramente por encima del valor de referencia.

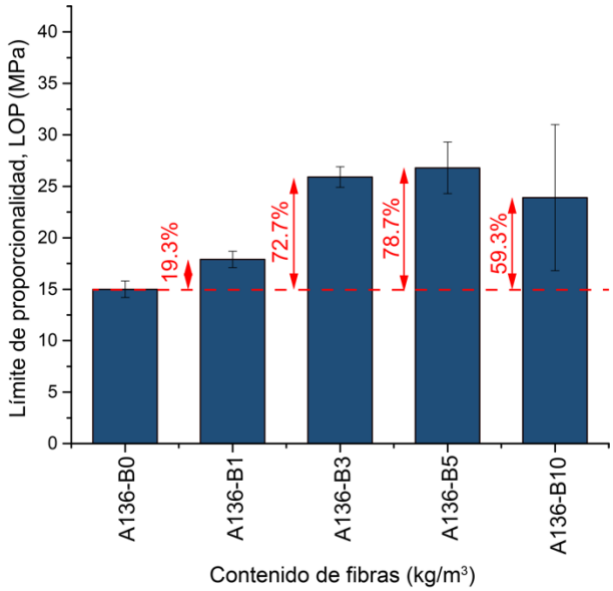


Figura 2. Límite de proporcionalidad del HMAR híbrido A136-Bx.

De acuerdo con la definición de EN 14651 [5], el LOP corresponde al máximo de carga en el rango inicial (CMOD ≤ 0,05 mm), por lo que está directamente relacionado con el umbral de primera fisuración y con el

comportamiento dominado por la matriz en régimen pre-fisuración. Los incrementos observados, especialmente los del orden del 70–80 % para B3 y B5, indican que las fibras de basalto actúan eficazmente como microrefuerzo en la zona de proceso de fractura, estabilizando la microfisuración incipiente y retrasando la localización del daño que conduce a la macrofisura.

El hecho de que el incremento máximo se produzca para contenidos intermedios (B3–B5) y que descienda en B10 sugiere la existencia de un contenido óptimo de basalto. A bajos y moderados contenidos, las fibras mejoran el control de microfisuras sin penalizar la homogeneidad del material; sin embargo, a contenidos más elevados pueden aparecer efectos reológicos adversos (reducción de trabajabilidad, mayor probabilidad de heterogeneidad o aglomeración), que limitan parcialmente el beneficio en el parámetro pre-fisuración.

3.3. Resistencias residuales

La Figura 3 muestra la evolución de la resistencia residual f_{R1} (CMOD = 0,5 mm). En comparación con la mezcla de referencia A136-B0, se observa una ligera disminución para B1, mientras que los contenidos intermedios producen incrementos muy significativos, alcanzando +51,3 % en B3 y un máximo de +55,1 % en B5. Para el contenido más elevado (B10), el incremento se reduce a +17,5 %.

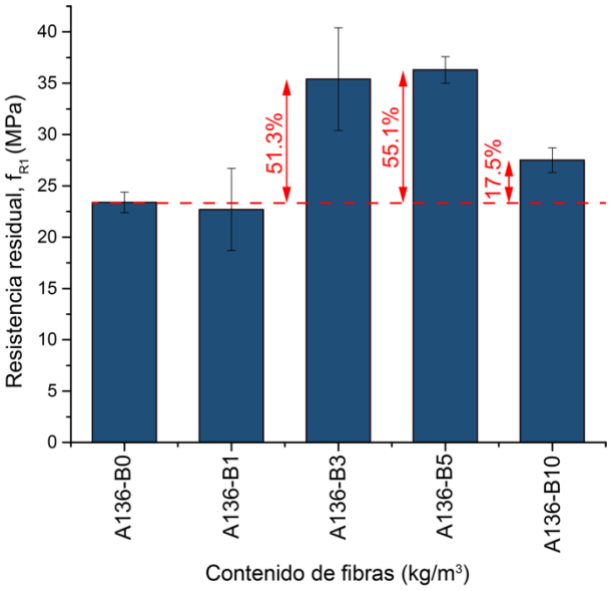


Figura 3. Resistencia residual f_{R1} del HMAR híbrido A136-Bx.

A diferencia del LOP, f_{R1} corresponde a un régimen claramente post-fisuración, donde la matriz ha perdido continuidad y la resistencia depende fundamentalmente del puenteo de fibras a través de la fisura. La mejora observada para B3 y B5 sugiere una sinergia efectiva entre las fibras de acero y las de basalto: mientras el acero asume el papel principal en el puenteo a escala macroscópica, el basalto contribuye a estabilizar la zona de proceso de fractura y a distribuir las tensiones, favoreciendo una activación más eficiente del conjunto fibroso.

La reducción del beneficio en B10 indica la existencia de un contenido óptimo de basalto. A concentraciones elevadas pueden aparecer efectos de interferencia fibra-fibra, orientación menos favorable o ligera penalización de la homogeneidad de la matriz, lo que limita la eficiencia del puenteo y reduce el incremento neto de f_{R1}.

La Figura 4 muestra la evolución de la resistencia residual f_{R2} (CMOD = 1,5 mm). En comparación con la mezcla A136-B0, se registran incrementos del 56,2 % en B3 y del 72,7 % en B5, alcanzándose en esta última el valor máximo. Para el contenido más elevado (B10), el incremento se reduce a 14,9 %, lo que confirma la existencia de un contenido óptimo de fibras de basalto.

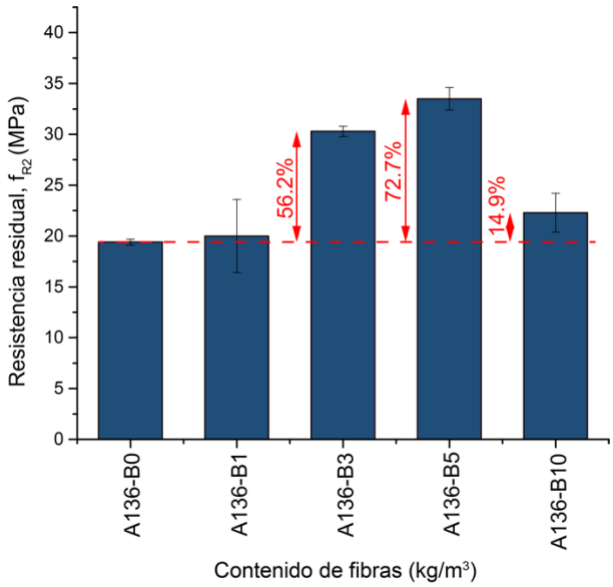


Figura 4. Resistencia residual f_{R2} del HMAR híbrido A136-Bx.

A diferencia del LOP, y en continuidad con lo observado para f_{R1}, el parámetro f_{R2} corresponde a un régimen claramente post-fisuración, donde la matriz ha perdido continuidad y la resistencia depende principalmente del mecanismo de pull-out de las fibras de acero. Los elevados incrementos en B3 y B5 sugieren que la hibridación no solo mejora el umbral de fisuración, sino que también estabiliza la zona de proceso de fractura, favoreciendo una activación más eficiente y sostenida del sistema fibras.

La reducción del beneficio en B10 indica que, a contenidos elevados, pueden aparecer efectos de interferencia fibra-fibra y ligera penalización de la homogeneidad del material, limitando la eficacia del puenteo a mayores aperturas de fisura.

La Figura 5 presenta la evolución de la resistencia residual f_{R3} (CMOD = 2,5 mm). En comparación con la mezcla de referencia A136-B0, se registran incrementos del 40,2 % en B3 y del 69,2 % en B5, alcanzándose en esta última el valor máximo. Para el contenido más

elevado (B10), el incremento se reduce a 13,0 %, mientras que B1 presenta valores similares al material base dentro de la dispersión experimental.

A este nivel de apertura de fisura, el comportamiento está dominado casi exclusivamente por el mecanismo de extracción progresiva (pull-out) de las fibras de acero, siendo marginal la contribución directa de la matriz. El elevado incremento observado en B5 indica que la hibridación en este rango optimiza la estabilidad de la zona de proceso de fractura y favorece una activación más eficiente del sistema de fibras a grandes deformaciones.

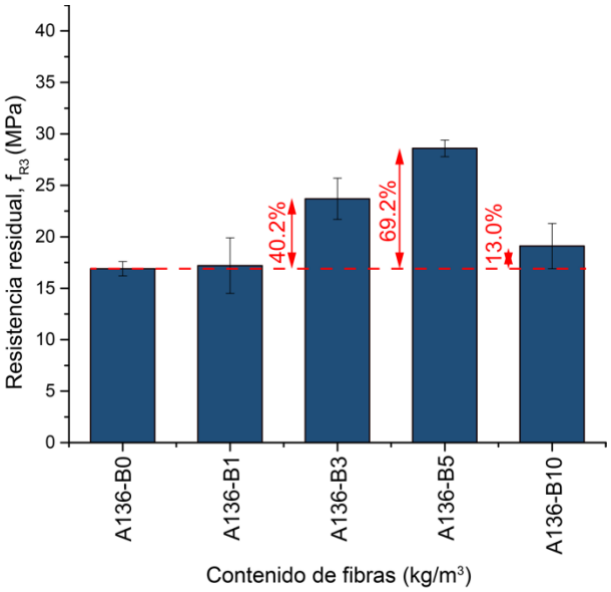


Figura 5. Resistencia residual f_{R3} del HMAR híbrido A136-Bx.

La reducción del incremento en B3 respecto a f_{R2} sugiere que, aunque este contenido es suficiente para mejorar las fases iniciales y medias de apertura, resulta menos eficaz en régimen avanzado. Asimismo, el descenso en B10 confirma la existencia de un contenido óptimo de fibras de basalto, más allá del cual pueden aparecer efectos de interferencia y ligera penalización de la homogeneidad del material, que limitan la eficiencia del mecanismo de puenteo a grandes aperturas de fisura.

La Figura 6 presenta la evolución de la resistencia residual f_{R4} (CMOD = 3,5 mm). En comparación con la mezcla de referencia A136-B0, se observa una ligera disminución en B1 (−6,1 %), mientras que B3 alcanza el incremento máximo (+31,0 %). Los contenidos B5 y B10 muestran incrementos moderados y similares (+13,4 % y +14,1 %, respectivamente).

A este nivel de apertura, el comportamiento está gobernado casi exclusivamente por el mecanismo avanzado de extracción de las fibras de acero, siendo marginal la contribución directa de la matriz. La pérdida de ventaja relativa de B5 respecto a f_{R3} sugiere que el efecto óptimo de la hibridación se manifiesta principalmente en aperturas intermedias de fisura, mientras que a grandes deformaciones el sistema tiende a comportarse de forma predominantemente acero-dominada.

El máximo observado en B3 indica que un contenido moderado de fibras de basalto puede favorecer una activación eficiente del acero sin introducir penalizaciones asociadas a la interferencia fibra-fibra o a la heterogeneidad local del material, que podrían hacerse más relevantes en aperturas elevadas.

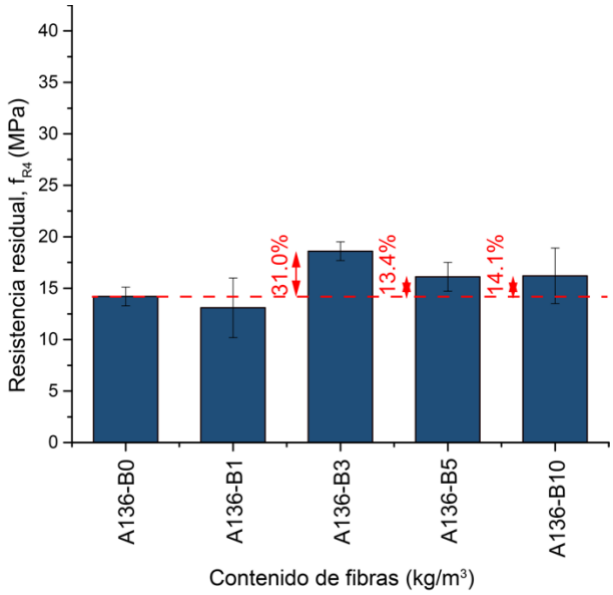


Figura 6. Resistencia residual f_{R4} del HMAR híbrido A136-Bx.

En conjunto, el análisis comparativo de los parámetros evaluados permite identificar un contenido óptimo de fibras de basalto en el entorno de 5 kg/m³ (A136-B5). Esta dosificación proporciona los mayores incrementos en el límite de proporcionalidad (+78,7 %) y en las resistencias residuales en régimen post-fisuración inicial e intermedio, alcanzando +55,1 % en f_{R1}, +72,7 % en fR2 y +69,2 % en f_{R3} respecto a la mezcla de referencia. Aunque en aperturas de fisura más avanzadas (f_{R4}) el máximo se desplaza ligeramente hacia B3, la respuesta global confirma que B5 ofrece el mejor equilibrio entre control microestructural de la fisuración, estabilidad de la zona de proceso y eficiencia del mecanismo de extracción de las fibras de acero.

4. CONCLUSIONES

A partir del análisis experimental realizado sobre el HMAR reforzado con 136 kg/m³ de fibras de acero e hibridado con fibras de basalto, se extraen las siguientes conclusiones principales:

- La adición de fibras de basalto no modifica de forma significativa la resistencia a compresión, manteniéndose las variaciones dentro de la dispersión experimental.

- El límite de proporcionalidad (LOP) aumenta de forma muy notable, alcanzando un máximo del +78,7 % para 5 kg/m³ de basalto.
- Las resistencias residuales en régimen post-fisuración inicial e intermedio se incrementan significativamente, con máximos de +55,1 % (f_{R1}), +72,7 % (f_{R2}) y +69,2 % (f_{R3}).
- En aperturas avanzadas (f_{R4}), el comportamiento está dominado por el acero, aunque se mantienen mejoras de hasta +31,0 % con contenidos moderados de basalto.
- Existe un contenido óptimo en torno a 5 kg/m³, que maximiza la eficiencia del refuerzo híbrido.
- La hibridación acero–basalto demuestra ser una estrategia eficaz de refuerzo multiescala, especialmente en flexotracción.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean expresar su agradecimiento al Ministerio de Ciencia e Innovación por la financiación recibida a través del proyecto PID2023-147971OB-C32, cuyo apoyo ha sido fundamental para el desarrollo del presente trabajo.

REFERENCIAS

[1] P. Richard, M. Cheyrezy, Composition of reactive powder concretes. Cement and Concrete Research 25 (1995): 1501–1511.

[2] A.E. Naaman, H.W. Reinhardt, Proposed classification of HPFRC composites based on their tensile response. Materials and Structures 39 (2006): 547–555.

[3] D.-Y. Yoo, N. Banthia, Mechanical properties of ultra-high-performance fibre-reinforced concrete: A review. Cement and Concrete Composites 73 (2016): 267–280.

[4] J. Sim, C. Park, D.Y. Moon, Characteristics of basalt fiber as a strengthening material for concrete structures. Composites Part B: Engineering 36 (2005): 504–512.

[5] CEN, EN 14651:2005+A1:2007, Test method for metallic fibre concrete – Measuring the flexural tensile strength (limit of proportionality (LOP), residual). European Committee for Standardization, Brussels, 2007.

[6] RILEM TC 162-TDF, Test and design methods for steel fibre reinforced concrete. Materials and Structures 36 (2003): 560–567.

[7] CEN, EN 12390-3:2019, Testing hardened concrete – Part 3: Compressive strength of test specimens. European Committee for Standardization, Brussels, 2019.

ESTUDIO NUMÉRICO Y EXPERIMENTAL DE LA GEOMETRÍA ÓPTIMA DE PROBETA PARA ENSAYOS DE RESISTENCIA A TRACCIÓN DIRECTA EN HORMIGÓN DE ULTRA ALTA RESISTENCIA A TRACCIÓN REFORZADO CON FIBRAS

M.A. Vicente[1*], A. Mena-Alonso[1], D.C. González[1], G. Ruiz[2], H. Cifuentes[3], C. Leiva[3], J. Mínguez[1]

[1]Departamento de Ingeniería Civil. Universidad de Burgos. C/ Villadiego s/n, 09001 Burgos-España

[2]Departamento de Mecánica Aplicada e Ingeniería de Proyectos. Universidad de Castilla – La Mancha. Avenida Camilo José Cela, s/n, 13005 Ciudad Real-España

[3]Departamento de Mecánica de Medios Continuos y Teoría de Estructuras. Universidad de Sevilla. Camino de los Descubrimientos, s/n, 41092 Sevilla-España

[*] Persona de contacto: mvicente@ubu.es

RESUMEN

La determinación precisa de la resistencia a tracción del hormigón es un tema de creciente interés, especialmente impulsado por los nuevos hormigones de ultra alta resistencia a tracción. El método más robusto es el ensayo de tracción directa. No obstante, en el hormigón, esto plantea un desafío técnico que aún no se ha resuelto satisfactoriamente. El objetivo de este estudio es el diseño de una probeta que maximice el porcentaje de rotura válida. Se presenta una geometría optimizada de probeta hueso que maximiza la probabilidad de que el colapso ocurra en el cuello central. El comportamiento de la solución se analiza numérica y estadísticamente, comparándolo con otras soluciones comúnmente utilizadas para ensayos de tracción directa. Los resultados de una campaña de ensayos estáticos realizada en seis probetas de hormigón de alta resistencia a tracción reforzado con fibra de carbono ponen de manifiesto cómo la probeta hueso propuesta presenta un porcentaje de fallos exitosos mucho mayor que otras geometrías de probetas utilizadas habitualmente para los ensayos de tracción, lo que mejora la calidad de las campañas de ensayos de caracterización a tracción para hormigones de alta y ultra alta resistencia a tracción.

PALABRAS CLAVE: Hormigón de ultra alta resistencia, ensayo de tracción directa, hormigón reforzado con fibras, método de Monte Carlo, junta cardan.

ABSTRACT

The precise determination of the tensile strength of concrete is a topic of growing interest, particularly driven by new ultra-high performance fiber-reinforced concretes. The most robust method is the direct tensile test; however, in concrete, this presents a technical challenge that has not yet been satisfactorily solved. The aim of this study is the design of a specimen that maximizes the percentage of valid failures. An optimized 'dog-bone' geometry is presented, which maximizes the probability of collapse occurring in the central neck. The performance of this solution is analysed numerically and statistically, comparing it with other common solutions used for direct tensile testing. The results of a static testing campaign conducted on six high-strength carbon fiber-reinforced concrete specimens demonstrate that the proposed dog-bone specimen exhibits a much higher success rate than other geometries typically used for tensile testing. This improves the quality of characterization campaigns for the tensile properties of high and ultra-high performance concretes.

KEYWORDS: Ultra-high performance concrete, direct tensile test, fiber reinforced concrete, Monte Carlo method, cardan joint.

1. INTRODUCCIÓN

Los avances tecnológicos en el campo de los hormigones de altas prestaciones han conducido, en los últimos años, al desarrollo de hormigones de ultra alta resistencia a tracción [1, 2]. Estos hormigones presentan, como propiedad fundamental, una resistencia a tracción muy superior a los convencionales, lo cual se logra modificando la microestructura de la matriz cementicia (incorporando, por ejemplo, nanopartículas) [3-5] o mediante la inclusión de fibras [6-9]. Esto también se traduce en una mejora sustancial de su ductilidad y energía de fractura.

Estos materiales proporcionan ventajas interesantes en aquellas construcciones de hormigón donde las tensiones de tracción son moderadas o bajas, permitiendo así evitar el uso de armaduras convencionales. Entre ellas se incluyen pavimentos, zapatas con bajas solicitudes, túneles o presas, entre muchas otras [10-12].

En este contexto, la evaluación de la resistencia a tracción del material es esencial, al mismo nivel que su resistencia a compresión. Sin embargo, la estimación precisa de la resistencia a tracción del hormigón sigue siendo un desafío técnico que no se ha resuelto satisfactoriamente. Actualmente, la resistencia a tracción del hormigón se

mide mediante procedimientos indirectos, como los ensayos de flexión en tres puntos (ASTM C1609/C1609M [13], EN 14651:2005+A1:2007 [14]) o el ensayo de tracción indirecta o ensayo brasileño (ASTM C496/C496M [15, 16], EN 12390-6:2009 [16]). La principal ventaja de estos procedimientos es su facilidad de ejecución utilizando equipos de laboratorio convencionales. No obstante, su limitación principal es que la resistencia a tracción se obtiene de forma indirecta. Estos procedimientos tradicionales son adecuados para comparar hormigones, pero no para determinar con precisión su resistencia a tracción real.

El único procedimiento que permite una estimación real de la resistencia a tracción del hormigón es el ensayo de tracción directa. Este ensayo es conceptualmente muy sencillo: la probeta se somete a una fuerza de tracción creciente hasta la rotura. La resistencia a tracción es el cociente entre la fuerza de tracción y la sección transversal en la rotura. Sin embargo, su realización implica resolver una serie de dificultades técnicas que, en última instancia, se concentran en la definición geométrica de la probeta de ensayo.

Hasta la fecha, no existen normativas específicas para los ensayos de tracción directa en hormigón.

En los últimos años, se ha llevado a cabo un número significativo de trabajos de investigación en los que se ha evaluado la resistencia a tracción del hormigón [18-26]. No existe consenso sobre el tipo de probeta a utilizar y se han empleado diferentes geometrías, lo que dificulta enormemente la comparación de resultados entre distintos trabajos. Además, cada una de las soluciones utilizadas presenta ventajas e inconvenientes. En resumen, las probetas utilizadas se pueden agrupar en cuatro grandes familias, asociadas a otras tantas geometrías, a saber, probeta cilíndrica [19, 22], probeta cilíndrica o prismática con entalla (o muesca) [21], probeta tipo "briqueta" [6, 17] y probeta hueso, pudiendo ser, a su vez, tipo galleta o de revolución [18, 20, 23 24, 26-32].

La probeta hueso se comportará correctamente durante el ensayo si la rotura se produce dentro del cuello central, donde el flujo de tensiones es esencialmente de tracción uniaxial. En este caso, la resistencia a tracción del hormigón se obtiene como el cociente entre la carga de tracción máxima y la sección transversal del cuello. Además, de forma similar a lo que se hace con las probetas cilíndricas sometidas a compresión, es posible obtener la curva tensión-deformación a tracción, el módulo de elasticidad a tracción del hormigón o el coeficiente de Poisson, entre otros parámetros.

Sin embargo, para que la probeta hueso se comporte correctamente, es necesario diseñar cuidadosamente su generatriz. En el caso más general de una probeta hueso, la generatriz está compuesta por tres tramos rectos unidos por dos zonas de transición (Figura 1).

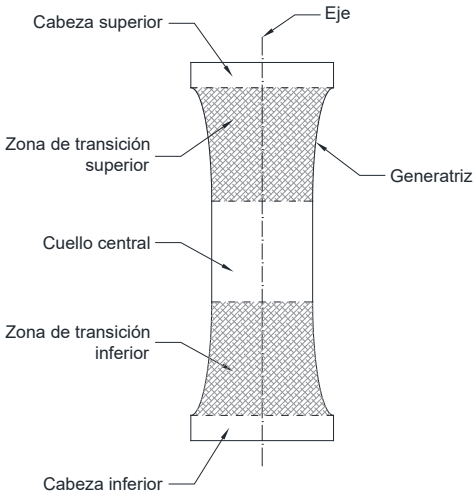


Figura 1. Partes de una probeta hueso.

Las diferentes probetas utilizadas en los trabajos de investigación realizados difieren entre sí precisamente en las zonas de transición mencionadas anteriormente. Así, por ejemplo, las distintas soluciones que se encuentran en la literatura se clasifican en tres grandes grupos.

Un primer grupo corresponde a aquellas probetas en las que la zona de transición es simplemente un tramo recto que forma un determinado ángulo con la directriz [28-30]. Un segundo grupo corresponde a aquellas probetas en las que la zona de transición es un arco de circunferencia [26]. Y un tercer grupo en el que la zona de transición presenta una geometría diferente, que no es ni un tramo recto ni un arco de circunferencia. Dentro de este grupo se encuentra la propuesta desarrollada y patentada por Vicente y colaboradores [31, 32].

El propósito de este estudio es desarrollar una solución para una probeta hueso de revolución que maximice la probabilidad de una rotura válida durante el ensayo de tracción y que pueda servir de base para la estandarización de este tipo de ensayos, como requisito previo para su comparación efectiva.

2. DEFINICIÓN GEOMÉTRICA DE LA PROBETA HUESO

La definición geométrica exacta de la generatriz se determina a partir del radio de la probeta en función de su altura. Su expresión matemática viene dada por la siguiente ecuación definida por cinco tramos (1) (figura 2).

$$r(z) = \begin{cases} \frac{D_2}{2} & 0 \le z \le H_2 \\ \frac{D_1}{2} + \frac{D_2 - D_1}{2 \cdot (H_3)^{n+2}} \cdot (H_2 + H_3 - z)^{n+2} & H_2 < z \le H_2 + H_3 \\ \frac{D_1}{2} & H_2 + H_3 < z \le H_2 + H_3 + H_1 \\ \frac{D_1}{2} + \frac{D_2 - D_1}{2 \cdot (H_3)^{n+2}} \cdot (z - H_2 - H_3 - H_1)^{n+2} & H_2 + H_3 + H_1 < z \le H_2 + 2 \cdot H_3 + H_1 \\ \frac{D_2}{2} & H_2 + 2 \cdot H_3 + H_1 < z \le H \end{cases} \quad (1)$$

donde *n* es un número entero mayor o igual a 0, el cual define el grado del polinomio que determina las curvas

de transición superior e inferior, y z es la variable de altura, asociada al eje Z. En realidad, esta no es una propuesta única, sino una familia de soluciones.

La probeta hueso descrita en este artículo es el sólido encerrado por la superficie creada por la revolución de la mencionada generatriz alrededor del eje de revolución (eje Z). Las coordenadas de los puntos del espacio pertenecientes al sólido que forma la probeta, (r, θ, z), son aquellas que satisfacen las siguientes condiciones matemáticas (2).

$$\begin{matrix} 0 \le z \le H \\ 0 \le r \le r(z) \\ 0 \le \theta \le 2\pi \end{matrix} \quad (2)$$

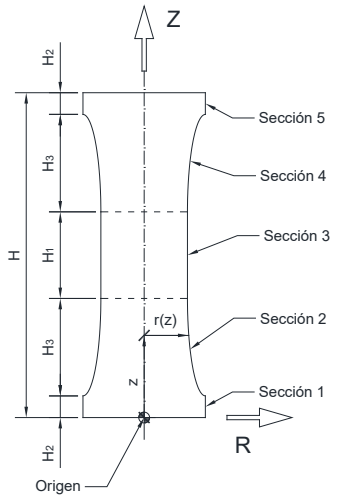


Figura 2. Definición geométrica de la generatriz de la probeta.

De entre todas las geometrías posibles, la mejor es aquella en la que el porcentaje de roturas insatisfactorias (es decir, aquellas que se producen fuera del cuello central) es mínimo. Dado que el hormigón es un material heterogéneo, no es posible garantizar que la probeta colapse en la región deseada, aunque la probabilidad es mayor cuando la tensión de tracción en el cuello central está más cerca de la tensión de tracción máxima en la probeta. Por lo tanto, desde un punto de vista teórico, se puede considerar que la probabilidad de rotura insatisfactoria es menor cuanto mayor sea el cociente entre la tensión máxima en la probeta y la tensión máxima en la zona central. El coeficiente de heterogeneidad, *hc*, se define, por tanto, de acuerdo con la siguiente expresión (3):

$$hc = \frac{\sigma_{3,max,global}}{\sigma_{3,max,cuello_central}} \quad (3)$$

siendo $\sigma_{3,max,global}$ la máxima tensión principal de tracción en la probeta y $\sigma_{3,max,cuello_central}$ la máxima tensión principal del núcleo central. El coeficiente de heterogeneidad *hc* es siempre superior a 1. Cuanto más pequeño sea el valor, mayor es la probabilidad de que el fallo se produzca en el cuello central y, por lo tanto, mejor es la probeta.

En [38] se muestra una comparación entre diferentes soluciones propuestas en la bibliografía. Se concluye que la mejor solución es la que se describe en este documento para $n = 1$.

3. CAMPAÑA EXPERIMENTAL

Para evaluar la bondad de la solución elegida se ha llevado a cabo una campaña de ensayos. En este caso, la curva de transición elegida es la correspondiente a $n = 1$ que, tal y como se ha indicado, es la que proporciona un coeficiente de heterogeneidad más bajo (más próximo a 1).

3.1. Dosificación

Los componentes del hormigón utilizado en esta investigación fueron cemento Portland Tipo I (52.5 R/SR), humo de sílice con un tamaño medio de partícula de 0.1 mm, y escoria granulada de alto horno. Se emplearon dos tamaños de árido: uno con partículas comprendidas entre 800 y 80 μm, y otro con partículas entre 315 y 40 μm. Para mejorar la trabajabilidad de las mezclas en estado fresco, se utilizó un superplastificante de alta eficacia con base de éter policarboxílico, concretamente el Viscocrete 20HE suministrado por SIKA.

Los componentes y la dosificación empleados son los que se muestran en la tabla 1.

Tabla 1. Dosificación.

Componente	Dosificación (kg/m³)
Cemento (CEM I 52.5 R/SR)	540
Escoria granulada de alto horno	310
Humo de sílice	210
Árido grueso (< 800 μm)	470
Árido fino (< 315 μm)	470
Superplastificante	42
Relación a/c	0.38

Todas las probetas se fabricaron utilizando fibras de carbono de 6 mm de longitud y 7 μm de diámetro de Teijin (Osaka, Japón), con una dosificación de 15 kg/m³. La resistencia a tracción de la fibra de carbono es de 4200 MPa. El módulo de Young fue de 230 GPa

3.2. Fabricación de las probetas

Uno de los principales inconvenientes de la solución propuesta en esta investigación es la fabricación de los moldes, dado que la geometría es compleja.

La probeta elegida (150 mm de altura y 54 mm de diámetro máximo) cabe en un molde metálico convencional para probetas cilíndricas (75x150 mm). Utilizando una impresora 3D, se fabricó un molde cuyo contorno interior coincide con la geometría de la probeta y cuyo contorno exterior es un cilindro de 75 mm de diámetro y 150 mm de altura, el cual encaja

perfectamente dentro del mencionado molde metálico (Figura 3).

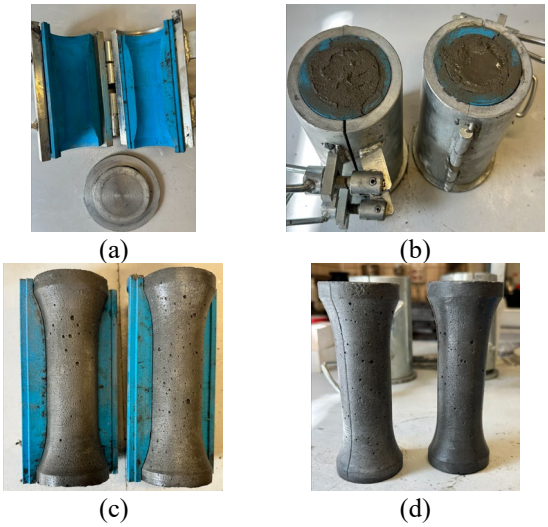


Figura 3: Hormigonado de las probetas (a) Preparación de los moldes; (b) vertido del hormigón y curado, (c) desencofrado de las probetas, (d) aspecto final de las probetas

El material utilizado fue PLA (ácido poliláctico). Se trata de un poliéster termoplástico natural y reciclable. Posee una elevada resistencia mecánica. Además, permite producir piezas con un alto grado de precisión, lo cual es muy importante en este caso. Por razones funcionales (en particular, para facilitar el desencofrado), el molde está dividido en dos mitades.

3.3. Junta cardan para el centrado de la carga

Uno de los aspectos más importantes durante el ensayo es garantizar que la carga se aplique centrada (es decir, con la mínima excentricidad posible respecto al eje de la probeta). Esto es especialmente importante en esta probeta, debido a que su diámetro en el cuello central es de solo 40 mm, por lo que cualquier excentricidad, por pequeña que sea, generará un gradiente de tensiones que reducirá considerablemente la resistencia a tracción medida.

Para reducir la excentricidad se diseñó una junta cardan, que funciona de manera distinta a la habitual. En este caso, el objetivo de la junta cardan es corregir posibles desalineaciones entre el eje de la probeta y el eje de aplicación de la carga (eje del actuador). Para ello, en primer lugar, la junta cardan puede rotar libremente respecto a cualquier eje perpendicular al eje de la probeta (solo se impide la rotación alrededor del eje longitudinal de la junta cardan, pero esto es irrelevante en este caso). En segundo lugar, su geometría obliga a que la carga aplicada pase a través del centro de la esfera, corrigiendo la excentricidad entre el eje del actuador y el de la probeta.

La ventaja de este tipo de junta cardan es que permite centrar la carga tanto en tracción como en compresión, lo que la hace adecuada para todo tipo de ensayos mecánicos, incluidos los de tracción, compresión o incluso cíclicos con cargas de tracción-compresión (Figura 4).

Figura 4: Junta cardan

3.4. Preparación del ensayo

La preparación del ensayo de tracción es más compleja y laboriosa que en el caso de los ensayos de compresión o de tracción indirecta. En primer lugar, la junta cardan se ancla a la prensa de ensayo mediante un sistema de pernos de acero.

La probeta se coloca entre la junta cardan y el actuador, conectando ambos lados con adhesivo estructural Sikadur-31 EF, fabricado por Sika (Baar, Suiza). Este es un adhesivo tixotrópico bi-componente con base de resina epoxi. Según la ficha técnica del fabricante, su resistencia a tracción a las 24 horas es de aproximadamente 10 MPa (Figura 5).

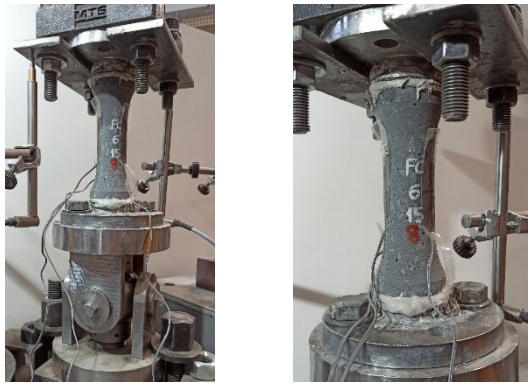


Figura 5: Montaje del ensayo de tracción directa con probeta hueso y junta cardan. (a) Vista general, (b) detalle de la probeta y su unión con adhesivo.

El adhesivo se aplica de la siguiente manera: primero, se extiende una capa de unos 10 mm en ambos lados de la probeta. A continuación, se baja el émbolo del actuador hasta ejercer una pequeña compresión sobre la probeta (una pequeña parte de la resina rebosa por los lados).

La probeta se deja en esta posición durante 48 horas para permitir que la resina fragüe, endurezca y alcance la resistencia mecánica a tracción suficiente para evitar que la unión resina-probeta o resina-acero se rompa.

4. RESULTADOS

Una vez que las probetas alcanzaron los 56 días, se realizaron los ensayos de tracción. A diferencia de los ensayos de compresión y de los ensayos de tracción indirecta, los ensayos de tracción directa requieren una preparación mucho más laboriosa y cuidadosa, tal como se explicó anteriormente. El ensayo se llevó a cabo bajo control de desplazamiento. Se utilizó un actuador dinámico MTS 244.21 (MTS Systems, Eden Prairie, MN, EE. UU.) con un rango de carga de ±50 kN, equipado con una célula de carga MTS 661.20 con un rango de ±50 kN. La velocidad de ensayo fue de 0.5 mm/min.

Los ensayos arrojan un valor de resistencia media a tracción de 8.5 MPa, con una desviación estándar de 0.5 MPa. En este caso, el valor de la resistencia a tracción del material no es relevante para el propósito de este artículo. Sin embargo, resulta interesante observar que la dispersión de la resistencia a tracción es bastante baja, lo cual es un indicador de la calidad del ensayo. Resulta más interesante aún señalar cómo todas las probetas rompieron en el cuello central (figura 6).

(a) (b)

Figura 6: Ejemplo de rotura.

5. CONCLUSIONES

Este artículo presenta una nueva solución de probeta con geometría optimizada para la caracterización del hormigón a tracción directa. El objetivo es definir una geometría que maximice la posibilidad de que la rotura ocurra en la región central, sometida únicamente a tracción uniaxial. De hecho, se propone una familia de soluciones cuya geometría se ajusta a una figura de revolución, cuya generatriz está compuesta por tres tramos rectos y dos secciones curvas según un polinomio de grado $n+2$.

En todos los casos, la tensión principal máxima se produce fuera del cuello central de la probeta. Sin embargo, entre todas las posibilidades de esta familia, el caso de $n = 1$ es el que permite obtener el coeficiente de heterogeneidad *hc* más cercano a 1, entendido este como el cociente entre la tensión principal máxima de tracción y la tensión de tracción en la zona central de la probeta, lo que maximiza la probabilidad de fallo satisfactorio.

Finalmente, se llevó a cabo una campaña experimental en 6 probetas de 150 mm de altura y 40 mm de diámetro en el área central, las cuales se sometieron a un ensayo de tracción estática hasta la rotura. Con el fin de mejorar el centrado de la carga, se diseñó una junta cardan específicamente para estas probetas.

Los resultados mostraron que todas las probetas rompieron en la zona central, lo que demuestra la calidad de la solución propuesta.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecer el apoyo financiero del Ministerio de Economía y Competitividad, proyectos PID2019-110928RB-C31, PID2019-110928RB-C32 y PID2019-110928RB-C33, España.

REFERENCIAS

[1] Larsen, I.L.; Thorstensen, R.T. (2020). “The influence of steel fibres on compressive and tensile strength of ultrahigh performance concrete: A review”. Construction and Building Materials, 256:119459.

[2] Yoo, D-Y.; Banthia, N. (2016). “Mechanical properties of ultra-high-performance fiber-reinforced concrete: A review”. Cement and Concrete Composites, 73:267-280.

[3] Zhang, P.; Wang, L.; Wei, H.; Wang, J. (2021). “A Critical Review on Effect of Nanomaterials on Workability and Mechanical Properties of High-Performance Concrete”. Advances in Civil Engineering, Article ID 8827124, 24 pages.

[4] Yazdchi, M.; Foroughi Asl, A.; Talatahari, S.; Gandomi, A.H. (2021). “Evaluation of the Mechanical Properties of Normal Concrete Containing Nano-MgO under Freeze–Thaw Conditions by Evolutionary Intelligence”. Applied Sciences, 11:2529.

[5] Khaloo, A.; Mobini, M.H.; Hosseini, P. (2016). “Influence of different types of nano-SiO2 particles on properties of high-performance concrete”. Construction and Building Materials, 113:188-201.

[6] Oh,T.; You, I.; Banthia, N.; Yoo, D-Y. (2021). “Deposition of nanosilica particles on fiber surface for improving interfacial bond and tensile performances of ultra-high-performance fiber-reinforced concrete”. Composites Part B, 221:109030.

[7] Hu, A.X.; Yu, J.; Liang, X.W.; Shi, Q. (2017). “Tensile characteristics of ultra-high-performance concrete”. Magazine of Concrete Research, 70(6):314-324.

[8] Park, S.H.; Kim, D.J.; Ryu G.S.; Koh, K.T. (2012). “Tensile behavior of Ultra High Performance Hybrid Fiber Reinforced Concrete”. Cement & Concrete Composites, 34:172-184.

[9] Song, P.S.; Hwang, S. (2004). "Mechanical properties of high-strength steel fiber-reinforced concrete". Construction and Building Materials, 18(9):669-673.

[10] Chan, R.; Santana, M.A.; Oda, A.M.; Paniguel, R.C.; Vieira, L.B.; Figueiredo, A.D.; Golobardes, I. (2019). "Analysis of potential use of fibre reinforced recycled aggregate concrete for sustainable pavements". Journal of Cleaner Production, 218:183-191.

[11] Salajegheh, P.; Habibagahi, G.; Sahraeian, S.M.S. (2019). "Utilizing Fiber Reinforced Concrete as the Concrete Face of Rockfill Dams". KSCE Journal of Civil Engineering, 23(3):1077-1086.

[12] Carmona, S.; Molins, C.; Aguado, A.; Mora, F. (2016). "Distribution of fibers in SFRC segments for tunnel linings". Tunnelling and Underground Space Technology, 51:238-249.

[13] ASTM C1609/C1609M – 19a. (2019). "Standard Test Method for Flexural Performance of Fiber-Reinforced Concrete (Using Beam With Third-Point Loading)", ASTM International, USA.

[14] EN 14651:2005+A1:2007 (2005). "Test method for metallic fibre concrete. Measuring the flexural tensile strength (limit of proportionality (LOP), residual)". European Committee for Standardization (CEN), Brussels, Belgium.

[15] ASTM C496/C496M – 17. (2017). "Standard Test Method for Splitting Tensile Strength of Cylindrical Concrete Specimens", ASTM International, USA.

[16] EN 12390-6:2009 (2009). "Testing hardened concrete - Tensile splitting strength of test specimens". European Committee for Standardization (CEN), Brussels, Belgium.

[17] ASTM C190 – 85. (1990). "Method of Test for Tensile Strength of Hydraulic Cement Mortars (Withdrawn 1990)", ASTM International, USA.

[18] Kim, M-J.; Oh, T.; Yoo, D-Y. (2021). "Influence of curing conditions on the mechanical performance of ultra-high-performance strain-hardening cementitious composites". Archives of Civil and Mechanical Engineering, 21:121.

[19] Chen, L.; Yue, C.; Zhou, Y.; Zhang, J.; Jiang, X.; Fang, Q. (2021). "Experimental and mesoscopic study of dynamic tensile properties of concrete using direct-tension technique". International Journal of Impact Engineering, 155:103895.

[20] Liao, W-C.; Chen, P-S.; Hung, C-W.; Wagh, S.K. (2020). "An Innovative Test Method for Tensile Strength of Concrete by Applying the Strut-and-Tie Methodology". Materials, 13:2776.

[21] Lin, W-T.; Cheng, A.; Huang, R.; Cheng, T-C. (2013). "A method for testing the strength of concrete using uniaxial direct tension". Journal of the Chinese Institute of Engineers, 36(3):395-303.

[22] Wu, S.; Chen, X.; Zhou, J. (2012). "Tensile strength of concrete under static and intermediate strain rates: Correlated results from different testing methods". Nuclear Engineering and Design, 250:173-183.

[23] Wille, K.; Kim, D.J.; Naaman, A.E. (2011). "Strain-hardening UHP-FRC with low fiber contents". Materials and Structures, 44:583-598.

[24] Olivito, R.S.; Zuccarello, F.A. (2010). "An experimental study on the tensile strength of steel fiber reinforced concrete". Composites: Part B, 41:246-255.

[25] Swaddiwudhipong, S.; Lu, H-R.; Wee, T-H. (2003). "Direct tension test and tensile strain capacity of concrete at early age". Cement and Concrete Research, 33:2077-2084.

[26] Cornelisen, H.A.W.; Timmers, G. (1981). "Fatigue of plain concrete in uniaxial tension an in alternating tension-compression". Report 5-81-7. Department of Civil Engineering, Delft University of Technology, Delft, Netherlands.

[27] Benson, S.D.P.; Karihaloo, B.L. (2005). "CARDIFRC – Development and mechanical properties. Part III: uniaxial tensile response and other mechanical properties". Magazine of Concrete Research, 57(8):433–43.

[28] Kamal, A.; Kunieda, M.; Naoshi, U.; Nakamura, H. (2008). "Evaluation of crack opening performance of a repair material with strain hardening behavior". Cement & Concrete Composites, 30:863–871.

[29] Chanvillard, G.; Rigaud, S. (2003). "Complete Characterization of tensile properties of DUCTAL UHP-FRC according to the French recommendations". In: Fourth International workshop on high performance fiber reinforced cement, composites (HPFRCC4), pp. 21–34.

[30] Roth, M.J.; Eamon, C.D.; Slawson, T.R.; Tonyan, T.D.; Dubey, A. (2010). "Ultra-high-strength glass fiber-reinforced concrete: mechanical behavior and numerical modeling". ACI Materials Journal, 107(2):185-194.

[31] Vicente, M.A.; González, D.C.; Mínguez, J.; Mena, A.; Ruiz, G.; Yu, C.; Cifuentes, H.; Leiva, C. (2021). Spanish Patent No. ES2931848B2 "Probeta de ensayos de tracción directa para hormigón y otros materiales conglomerantes secundarios". Grant date: June 6th, 2023.

[32] Vicente, M.A.; Mena-Alonso, A.; González, D.C.; Ruiz, G.; Cifuentes, H.; Leiva, C.; Yu, R.; Mínguez, J. (2025) "Numerical and experimental study of the optimal specimen geometry for direct tension strength tests in high tensile strength fiber reinforced concrete". Scientific Reports, 15:10820.

MULTISCALE NUMERICAL MODEL OF DAMAGE IN FIBER-REINFORCED CEMENTITIOUS COMPOSITES AND EXPERIMENTAL VALIDATION

E. Poveda[1]*, **R.C. Yu**[1], **G. Ruiz**[1], **M. Tarifa**[2]

[1]E.T.S. de Ingenieros de Caminos, C. y P., UCLM, Avda. Camilo José Cela s/n, 13071 Ciudad Real
*Correo-e: Elisa.Poveda@uclm.es

[2]E.T.S.I. Aeronáutica y del Espacio, Universidad Politécnica de Madrid, Pza. del Cardenal Cisneros 3, 28040 Madrid, Tfno: 910 675 939

RESUMEN

En este trabajo presentamos un modelo multiescala para materiales compuestos cementíceos reforzados con fibras. A escala mesoscópica, modelamos el arrancamiento de una única fibra representando explícitamente la fibra, la matriz y la intercara y considerando la degradación de la adherencia en modo II con la fricción dependiente de la velocidad. A partir de la relación entre la carga de arrancamiento y el deslizamiento de la fibra, obtenemos una ley constitutiva que describe el comportamiento mecánico de la fibra según el tipo de fibra y su orientación. De esta forma, generamos una base de datos con leyes constitutivas para cualquier orientación y geometría de fibra. Por último, a escala macroscópica, modelamos una viga entallada sometida a flexión en tres puntos con una fisura cohesiva central, donde la contribución de las fibras se introduce mediante sus comportamientos constitutivos equivalentes calculados en la escala mesoscópica. Todo ello se valida mediante una amplia variedad de ensayos experimentales, de arrancamiento (escala meso) y flexión (escala macro) para distintos tipos de fibras de nueva generación de extremos conformados en gancho (con uno, dos y tres dobleces, conocidas como 3D, 4D y 5D de la empresa Bekaert) y para velocidades de ensayo estáticas y dinámicas.

ABSTRACT

In this work, we present a multiscale model for fiber-reinforced cementitious composites. At the mesoscale, we model the pull-out of a single fiber by explicitly representing the fiber, the matrix, and the interface, considering Mode-II bond degradation along with rate-dependent friction. From the resulting pull-out load-slip relationship, we derive a constitutive law that describes the fiber's mechanical behavior based on its type and orientation. In this manner, we generate a database of constitutive laws for any fiber orientation and geometry. Finally, at the macroscale, we model a notched beam under three-point bending with a central cohesive crack, where the contribution of the fibers is incorporated through their equivalent constitutive behaviors calculated at the mesoscale. This framework is validated through a wide variety of experimental tests, including pull-out tests (mesoscale) and bending tests (macroscale) for different types of next-generation hooked-end fibers (with one, two, and three folds, known as 3D, 4D, and 5D fibers by Bekaert) and for various loading rates (static and dynamic).

KEYWORDS: multiscale model, pullout calibration, rate-dependent friction, three-point bending tests

1 INTRODUCTION

Steel-fiber-reinforced concrete (SFRC) is a composite where short steel fibers enhance post-cracking residual strength and fracture energy by bridging cracks. Significant efforts have been made to simulate the behavior of steel-fiber reinforced concrete (SFRC). Traditionally, SFRC was modeled as a homogeneous composite material using simplified linear softening laws. However, current trends have shifted toward high-precision discrete models that account for individual micromechanics, specifically the pull-out law, orientation, and distribution of each fiber [1–5]. A key advancement is the immersed boundary method [1], which decouples the fiber mesh (1D) from the concrete mesh (2D). This allows for an accurate simulation of how fiber geometry and inclination dictate structural resistance without the prohibitive computational cost of traditional micromechanical models.

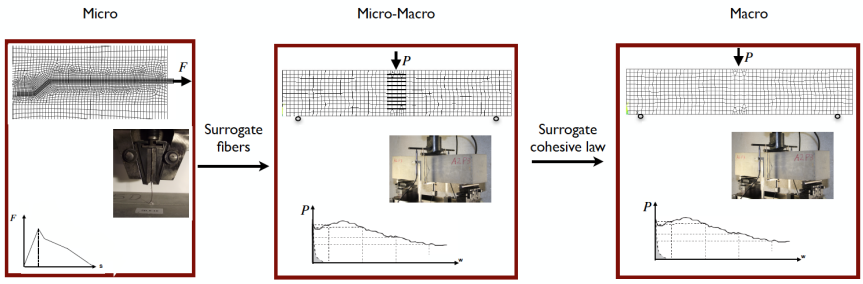


Figure 1: *(a) Mesoscopic level: individual fiber pull-out, experimental testing and finite element analysis, enabling the calibration of specific bridging laws for various fiber geometries and angles; (b) Meso-macroscale: Notched beams in 3PB using a cohesive zone approach reinforced by equivalent surrogate fiber elements; (c) Macro: Simulation of notched beam flexure where the matrix's cohesive response is updated with the pre-calibrated fiber-bridging forces.*

Building on the framework by Zhang et al. [4]–which explicitly models steel fibers and cohesive interfaces to capture debonding and spalling–this work utilizes the same high-fidelity mechanistic calibration at the fiber scale but introduces a significantly more efficient structural implementation. By replacing explicit fiber meshes with an orientation-resolved surrogate bridging law superimposed onto a cohesive matrix crack, the model maintains the predictive accuracy of mesoscale simulations while drastically reducing the computational cost.

This study proposes a multiscale surrogate framework that links single-fiber mechanics to structural flexure. The primary goal is to achieve the predictive accuracy of high-fidelity micromechanical models at a substantially lower computational cost, making it suitable for design-oriented workflows.

The rest of the paper is organised as follows. Section 2 establishes the theoretical foundation, defining the material idealization through the cohesive matrix crack and the orientation-resolved bridging laws. Section 3 outlines the numerical implementation of the three-stage workflow, followed by Section 4, which validates the model's accuracy at both the fiber (meso) and beam (structural) levels. Finally, Section 5 summarizes the main conclusions of the research.

2 NUMERICAL METHODOLOGY

The model integrates analysis across three distinct scales:

Mesoscale (Fiber Pull-out): Individual fiber pull-out is modeled with explicit fiber, matrix, and interface components in a 2D model, following the approach Zhang and Yu [6] and Poveda et al. [7]. It resolves three coupled mechanisms: bond degradation (Mode-II), bending/straightening of hooked ends, and frictional contact.

Meso-Macroscale (Bridging Laws): The load-slip data from the mesoscale is condensed into 1D surrogate bridging laws. These compact relations retain the effects of fiber geometry, inclination, and loading rate.

Macroscale (Structural Analysis): A notched three-point bending (3PB) beam is analyzed with a central cohesive crack. The total traction is the sum of the matrix's cohesive response and the fiber-bridging contribution, which is activated on-the-fly. Fig. 1 outlines this multiscale framework.

2.1 Mesoscale Model

It is focused on single-fiber pull-out behavior using a 2D plane-strain finite element (FE) framework. This scale explicitly represents three primary mechanical components: the steel fiber, the mortar matrix, and their interface. By modeling these elements, the framework resolves three coupled physical mechanisms: the progressive deterioration of the fiber-matrix bond, the local bending or straightening of hooked-end fibers near the exit point, and the frictional contact along the interface.

The interaction between the fiber and the matrix is mathematically defined by the interfacial shear stress (τ), which is split into a cohesive bond term and a friction term:

$$\tau(s, v) = \tau_b(s) + \mu(v)p \tag{1}$$

In this formulation, s represents the local slip, v is the pull-out rate, μ is the loading-rate dependent friction coefficient, and p is the compressive contact pressure. This decomposition allows the model to separate the initial chemical and physical adhesion from the subsequent mechanical friction that occurs during fiber sliding. The bond (Mode-II cohesive) response describes the initial stage of fiber pull-out before significant sliding occurs. The relationship between bond stress and slip ($\tau_b(s)$) follows a piecewise linear law that starts with a short elastic 'toe' to prevent numerical instability. Once the peak interfacial bond strength (τ_c) is reached, the bond softens linearly until it reaches a critical slip (s_{b_c}), beyond which the shear transfer is governed entirely by friction.

$$\tau_b(s) = \tau_c \left(1 - \frac{s}{s_{b_c}}\right) \tag{2}$$

Finally, the model incorporates rate-dependent friction to account for dynamic loading conditions. Following velocity-strengthening principles used in earthquake engineering [8], the friction coefficient ($\mu(v)$) is modeled using a logarithmic form [7]:

$$\mu(v) = \mu_0 + c \ln\left(\frac{v}{v_0}\right) \tag{3}$$

where μ_0 is the quasi-static friction coefficient, v_0 is the quasi-static slip rate, taken as 0.01 mm/s, whereas c is a fitting parameter. This physics-informed surrogate allows the model to accurately capture how the pull-out resistance increases with higher loading rates, providing a robust link between fiber-scale physics and structural-scale performance.

2.2 Meso-macroscale Model

The meso-macroscale framework bridges the gap between single-fiber mechanics and structural behavior by replacing explicit 2D fiber models with 1D surrogate bridging laws. These surrogates condense complex physical phenomena from initial pull-out simulations–such as bond degradation, hook straightening, and interfacial friction–into computationally efficient constitutive relations. This approach simplifies the structural analysis, as it eliminates the need for additional rotational degrees of freedom at the macroscale level.

By mapping the load-slip ($F - s$) data from pull-out simulations into single-fiber bridging tractions (T_{single}), the model creates a kinematically consistent link where the fiber's mechanical contribution is directly related to the macroscopic crack opening (w).

$$T_{\text{single}}(w;\theta) = \frac{4\,F(s(w;\theta),\theta)}{\pi d_f^2} \tag{4}$$

where $s(w)$ is the kinematically consistent slip-opening relation, d_f the fiber diameter and θ the inclination.

In the orientation assembly and fiber counting stage, the total macroscopic bridging traction (T_{bridge}) is calculated by integrating the contributions of various fiber groups. These fibers are discretized by inclination angles (typically 0°, 30° and 60°) and weighted according to experimental orientation histograms. The total number of fibers crossing the crack is estimated through dosage-based calculations or direct counting, ensuring that the final structural model accurately reflects the specific fiber distribution and orientation factor (η_θ) of the concrete mix [9].

2.3 Macroscale Model

The macroscale model focuses on the structural simulation of a notched beam under three-point bending (3PB) by employing a cohesive crack approach where fiber reinforcement is integrated as a surrogate mechanism. In this stage, the central cohesive crack's response is governed by a total traction law that combines the matrix's softening behavior with the additional resistance provided by the fibers. This fiber contribution is augmented on-the-fly, meaning that as the crack opens, the model dynamically calculates the bridging forces based on the previously calibrated surrogate laws, the specific fiber dosage, and the orientation distribution. This approach allows for a computationally efficient yet physically accurate validation of the SFRC structural performance under both static and dynamic loading conditions.

3 NUMERICAL IMPLEMENTATION

The proposed multiscale framework is implemented through a three-stage sequential workflow:

Single-fiber equivalent law: This initial step involves calibrating orientation-resolved bridging laws derived from single-fiber pull-out data. These laws, which account for different geometries and orientations, are established using experimental results or numerical simulations to characterize the

fiber-matrix interaction. The numerical simulations is based in a 2D plane-strain FE model with four-node bilinear quadrilaterals for the mortar and fiber, with zero-thickness cohesive segments representing the interface. It employs a Mode-II cohesive law for bond degradation and a rate-dependent friction law, ensuring numerical stability through displacement-controlled loading, see Fig. 3a).

Orientation and counting: The second stage focuses on estimating the distribution of fibers across the ligament. By employing section-based profiles and established analytical models, the framework generates angular histograms and calculates the expected number of fibers intersecting the crack plane [9].

Structural analysis and validation: In the final stage, the macroscopic structural response is evaluated. The model simulates the three-point bending (3PB) behavior, predicting the Load-CMOD relationship and the evolution of the crack-opening field during flexural failure. This provides a direct comparison between numerical predictions and experimental observations to validate the overall multiscale approach.

At the structural scale Fig. 3b), the model treats the surrounding concrete as linear elastic, concentrating all energy dissipation related to matrix fracture solely within the central cohesive interface. Fibers crossing the ligament are modeled as 1D connectors that link conjugate nodes across the crack flanks. Rather than following standard steel elasticity, these elements utilize the pull-out-based surrogate law for specific fiber type and inclination.

4 VALIDATION

4.1 Experimental Campaign and Materials

The study characterizes the pull-out behavior of three types of hooked-end steel fibers (3D, 4D, and 5D, featuring one, two, and three folds, respectively). All fibers share a nominal length of 60 mm and a diameter of 0.75 mm ($L/d = 80$), with tensile strengths increasing from 1160 MPa (3D) to 2300 MPa (5D). These fibers were embedded in a self-compacting concrete (SCC) matrix, ensuring material consistency between the mesoscale pull-out tests and the macroscopic structural validation. For the structural phase, notched beams measuring $600 \times 150 \times 150$ mm (with a 450 mm span) were tested. The concrete matrix properties were carefully documented, including elastic modulus (E), Poisson's ratio (ν), and mean compressive strengths measured from both cylindrical (f_{cm}) and cubic (f_{cum}) specimens at 35 days, see Table 1.

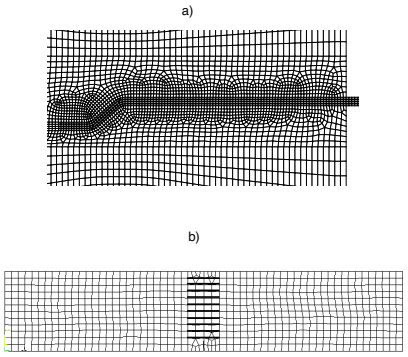


Figure 2: *a) 2D plane-strain FE model of the pull-out test and (b) 3PB simulations with fibers crossing the ligament modeled as 1D connectors links (with the pull-out-based surrogate law).*

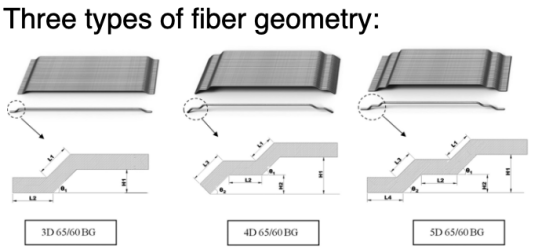


Figure 3: *Fiber geometry: 3D, 4D and 5D.*

Denomination	E [GPa]	ν	f_{cm} [MPa]	f_{cum} [MPa]
SCC	22.5 (0.4)	–	31.9 (0.6)	32.5 (1.2)
SCC-3D	20.5 (1.6)	0.16 (0.01)	31.0 (1.6)	33.9 (2.2)
SCC-4D	21.1 (0.3)	0.17 (0.01)	33.7 (0.8)	36.8 (1.4)
SCC-5D	21.4 (0.7)	0.17 (0.01)	34.3 (0.5)	35.7 (1.5)

Table 1: *Quasi-static mechanical tests characterization results for SCC with 3D, 4D, 5D fibers or without fibers.*

4.2 Mesoscale Validation: Single fiber Pull-Out

The numerical pull-out model is validated using the experimental data from Tarifa et al. [10], which involved a systematic campaign on both smooth and hooked-end fibers. These tests were conducted at various loading rates (0.01, 0.1, and 1 mm/s) and different fiber inclinations (0°, 30° and 60°). Following the framework established by Poveda et al. (2020), the simulations incorporate the identified bond-slip law and a logarithmic velocity-strengthening friction coefficient ($\mu(v)$ in Eqn. 3). This ensures that the model accurately captures the fiber-matrix interaction under both static and dynamic conditions. As

an example, Fig. 4 compare the numerical simulations with the experimental results described previously at the rate 0.01 mm/s and inclinations (0° and 30°) for 3D fiber.

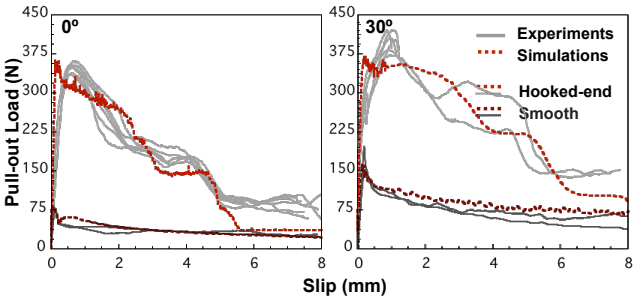


Figure 4: *Mesoscale validation: Numerical-experimental comparison of smooth fibers (lower curves) and 3D hooked-end fibers (upper) at 0° and 30° fiber inclinations.*

4.3 Meso-macroscale validation: 3PB tests

This multiscale methodology is validated by comparing simulated results with experimental load P-CMOD (Crack Mouth Opening Displacement) data from notched three-point bending (3PB) tests. These tests encompass both quasi-static conditions and dynamic loading via a drop-weight device. The numerical model integrates the orientation-resolved bridging law– previously identified at the mesoscale– into a central cohesive crack that represents the matrix fracture.

Results for 3D, 4D, and 5D hooked-end fibers at various inclinations demonstrate that the model accurately reproduces the structural flexural response, see Fig. 4. By accounting for fiber geometry, dosage, and orientation, the framework effectively captures the performance of SFRC across different loading regimes, confirming the reliability of the surrogate bridging representation.

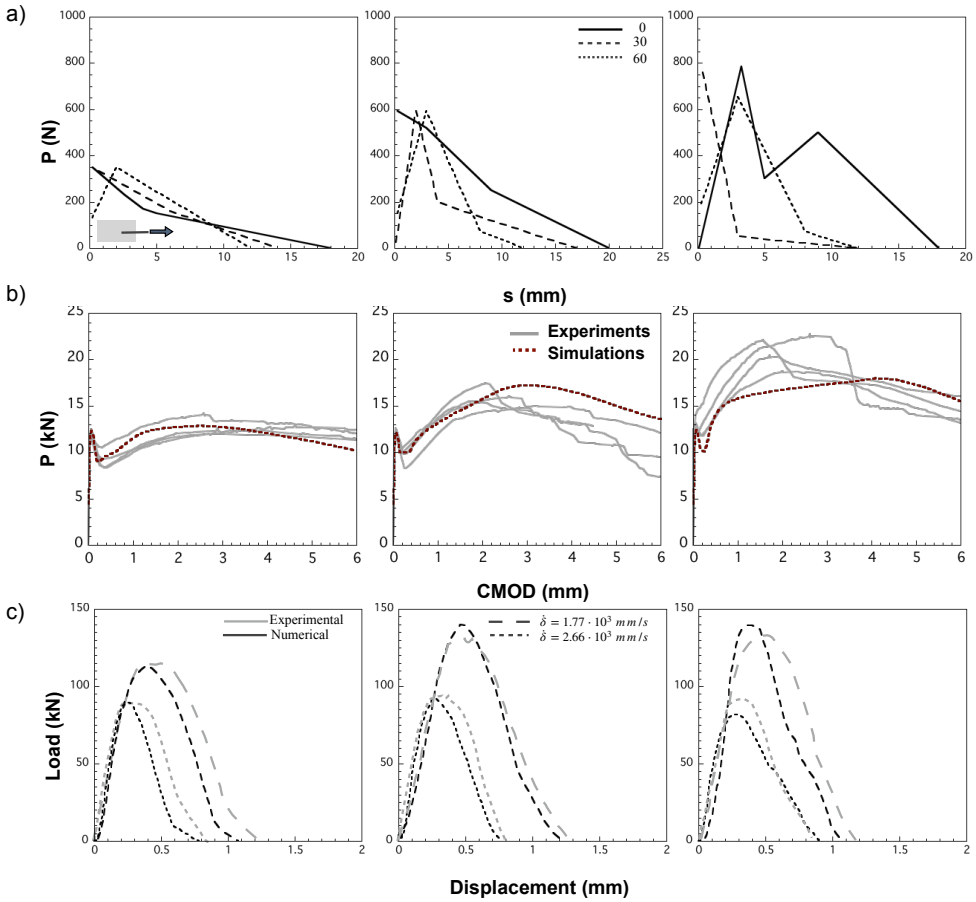


Figure 5: *a) Simplified pull-out-slip relationships as the constitutive input for the Meso-macroscale model, b) Static 3PB tests and simulations, P-CMOD curves and c) Dynamic 3PB tests reaction versus loading-point displacement curves [5].*

5 CONCLUSIONS

This research introduces a multiscale surrogate framework that connects the mechanical behavior of individual steel fibers to the overall structural response of reinforced concrete. The study focuses on a new generation of hooked-end fibers (3D, 4D, and 5D), isolating how their specific geometries and the concrete matrix strength influence flexural performance.

Mesoscale: An explicit model simulates the pull-out of a single fiber, accounting for bond degradation, friction, and the mechanical bending of the hooks. This results in a 'rate-aware' bridging law that accurately predicts the load-slip response for different fiber types and angles.

Meso-Macroscale: The structural model uses these bridging laws to 'augment' a central cohesive crack. By weighting the fiber contributions based on their orientation, geometry and content, the model successfully reproduces experimental Load-CMOD curves, even capturing complex behaviors like the second load peak found in high-dosage specimens.

Macroscale: The fiber-bridging forces are strategically activated only when and where a cohesive crack forms. This approach ensures numerical robustness and mesh convergence, providing a reliable way to predict the failure of notched three-point bending (3PB) specimens without the need for complex mesh regularization.

The framework incorporates rate dependence by applying a velocity-strengthening friction law directly at the fiber-matrix interface, calibrated from experimental pull-out data. This local rate sensitivity propagates to the macroscopic level as the crack opens and the fibers slip, allowing the model to accurately simulate moderate-rate dynamic events, such as drop-weight bending tests. However, for high-rate impact scenarios–where inertia and the base properties of the concrete matrix itself become dominant–further constitutive enhancements to the matrix model would be necessary.

AKNOWLEDGEMENTS

The authors acknowledge the funding: from the Ministerio de Ciencia e Innovación through the grant PID2023-147971OB-C31 and Junta de Comunidades de Castilla-La Mancha, through the grant SBPLY/24/ 180225/000003.

REFERENCES

[1] A. Pros, P. Daez, and C. Molins. Modeling steel fiber reinforced concrete: Numerical immersed boundary approach and a phenomenological mesomodel for concrete-fiber interaction. *International Journal for Numerical Methods in Engineering*, 90:65–86, 2012.

[2] R.C. Yu, H. Cifuentes, I. Rivero, G. Ruiz, and X.X. Zhang. Dynamic fracture behaviour in fibre-reinforced cementitious composites. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 2016.

[3] J.A.O. Barros and S.J. Foster. An integrated approach for predicting the shear capacity of fibre reinforced concrete beams. *Engineering Structures*, 174:346–357, 2018.

[4] H. Zhang, Y.J. Huang, Z.J. Yang, S.L. Xu, and X.W. Chen. A discrete-continuum coupled finite element modelling approach for fibre reinforced concrete. *Cement and Concrete Research*, 106:130–143, 2018.

[5] E. Poveda, R.C. Yu, and G. Ruiz. Surrogate multiscale modeling of SFRC: Rate-aware pull-out calibration and cohesive 3PB validation. *Mechanics of Materials*, 216:105630, 2026.

[6] H. Zhang and R.C. Yu. Inclined fiber pull-out from a cementitious matrix: A numerical study. *Materials*, 9(10), September 2016.

[7] E. Poveda, R.C. Yu, M. Tarifa, G. Ruiz, V. Cunha, and J. Barros. Rate effect in inclined fibre pull-out for smooth and hooked-end fibres: A numerical study. *International Journal of Fracture*, 223(1):135–149, 2020.

[8] C. Marone. The effect of loading rate on static friction and the rate of fault healing during the earthquake cycle. *Letters to Nature*, 391:69–72, January 1998.

[9] F. Laranjeira. *Design-oriented constitutive model for steel fiber reinforced concrete*. PhD thesis, Universitat Politècnica de Catalunya, 2010.

[10] M. Tarifa, E. Poveda, V. Cunha, and J. Barros. Effect of the displacement rate and inclination angle in steel fiber pullout tests. *International Journal of Fracture*, 223(1):109–122, 2020.

AUTORREPARACIÓN AUTÓGENA INDUCIDA POR CARGAS CÍCLICAS EN HORMIGONES AUTO-COMPACTANTES DE CAL HIDRÁULICA NATURAL CON ADICIONES PUZOLÁNICAS

Á. De La Rosa[1], G. Ruiz[2*]

[1]Grupo de Durabilidad e Integridad Mecánica de Materiales Estructurales — Universidad Rey Juan Carlos
C/ Tulipán s/n, 28933 Móstoles

[2]ETSI Caminos, C. y P. — Universidad de Castilla-La Mancha
Avda. Camilo José Cela 2, 13071 Ciudad Real

[*] Persona de contacto: Gonzalo.Ruiz@uclm.es

RESUMEN

Este estudio analiza la activación de la autorreparación autógena en hormigones autocompactantes de cal hidráulica natural con adiciones puzolánicas, al ser sometidos a cargas cíclicas de compresión. Se diseñaron varias mezclas, incluida una reforzada con fibras de acero, para evaluar su comportamiento a la fatiga y su capacidad de autorreparación. Los ensayos mostraron una alta variabilidad en la vida a fatiga, modelada mediante la distribución de Weibull. Las fibras no redujeron dicha variabilidad ni generaron probetas supervivientes. En cambio, las mezclas con metacaolín sí presentaron supervivientes, con incrementos del 12 % en resistencia a compresión y del 17 % en módulo elástico tras 80000 ciclos, mostrando autorreparación autógena. El análisis microestructural (TGA-DSC, XRD y MIP) mostró aumentos en carbonato cálcico y portlandita, asociados a procesos de carbonatación, hidratación y rehidratación, junto con densificación de la red porosa. Estos mecanismos favorecen el sellado de microfisuras y la consolidación de la matriz, mejorando la durabilidad. Se concluye que las cargas cíclicas activan reacciones químicas que potencian la autocuración en hormigones de cal con adiciones puzolánicas, ofreciendo soluciones sostenibles para estructuras sometidas a fatiga y para la conservación del patrimonio.

PALABRAS CLAVE: Autorreparación autógena, Hormigón de cal hidráulica natural, Fatiga en compresión, Análisis microestructural

ABSTRACT

This study analyzes the activation of autogenous self-healing in self-compacting natural hydraulic lime concretes with pozzolanic additions under cyclic compressive loading. Several mixtures were designed, including one reinforced with steel fibers, to evaluate their fatigue behavior and self-healing capacity. The tests showed high variability in fatigue life, modeled using the Weibull distribution. The fibers did not reduce this variability, nor did they generate surviving specimens. In contrast, the mixtures with metakaolin did produce runout specimens, with increases of 12% in compressive strength and 17% in elastic modulus after 80000 cycles, demonstrating autogenous self-healing. Microstructural analysis (TGA-DSC, XRD, and MIP) showed increases in calcium carbonate and portlandite, associated with carbonation, hydration, and rehydration processes, along with densification of the pore network. These mechanisms promote the sealing of microcracks and the consolidation of the matrix, improving durability. It is concluded that cyclic loading activates chemical reactions that enhance self-healing in lime concretes with pozzolanic additions, offering sustainable solutions for structures subjected to fatigue and for heritage conservation.

KEYWORDS: Autogenous self-healing, Natural hydraulic lime concrete, Compressive fatigue, Microstructural analysis

1. INTRODUCCIÓN

Los conglomerantes a base de cal poseen capacidad de autorreparación autógena, atribuible a la hidratación continua de fases anhidras y, sobre todo, a la precipitación de carbonatos de calcio, que pueden obturar microgrietas y poros, con mejoras de rigidez y resistencia [1-9]. En matrices de cal hidráulica natural con adiciones puzolánicas, la aplicación de cargas cíclicas de compresión produce microfisuración estable y una redistribución de agua y CO_2 que favorece rutas de rehidratación y carbonatación, ya observadas en morteros de cal y en hormigones reforzados con fibras solicitados a fatiga [10-12].

En este trabajo se sintetizan los resultados mecánicos y de fatiga más relevantes de un reciente trabajo de los autores [13], con especial énfasis en: el protocolo y los parámetros de fatiga; el análisis estadístico mediante curvas de Weibull de dos parámetros y la relación lineal en escala bilogarítmica entre la tasa de deformación secundaria y la vida a fatiga [14, 15]; la evidencia de recuperación y mejora mecánica en probetas supervivientes; y los vínculos microestructura–propiedades (TGA-DSC, XRD, MIP) en el marco de la carbonatación debida a los conglomerantes de cal [16-18].

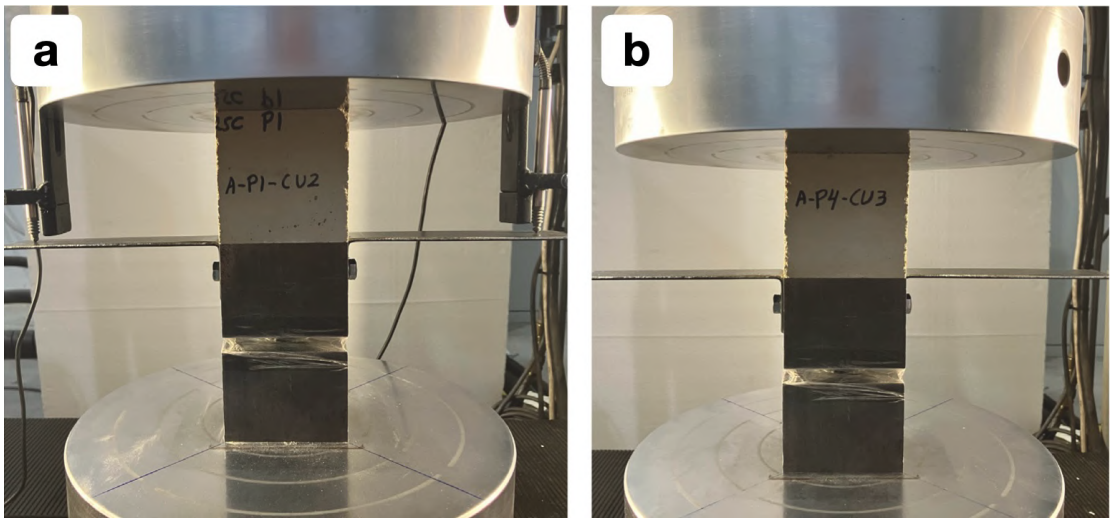


Figura 1. Montajes de compresión: (a) cuasiestático y (b) cíclico.

2. MATERIALES Y MÉTODOS

Se diseñaron seis mezclas autocompactantes utilizando cal hidráulica natural NHL 5 como conglomerante principal. Cada mezcla se modificó con una adición específica para evaluar su influencia en el comportamiento mecánico cuasiestático y a fatiga. La mezcla de referencia, HPLC 1, no contenía adiciones, la HPLC 2 incorporaba humo de sílice, HPLC 3 metacaolín, HPLC 4 ceniza volante, HPLC 5 puzolana volcánica natural y HPLC 6 una combinación de filler calizo y fibras de acero rectas (0.3% en volumen de Dramix OL 13/.20). La trabajabilidad y consistencia en estado fresco de las mezclas se caracterizaron mediante los ensayos de escurrimiento y densidad, de acuerdo con las normas EN 12350 8 y EN 12350 6. [19, 20].

Para la caracterización mecánica a 28 días, se determinaron el módulo elástico E_c y el coeficiente de Poisson ν en cilindros de 150×300 mm^2 (EN 12390-13), y la resistencia a compresión f_c, también en cilindros (EN 12390-3) [21, 22]. Además, se realizaron ensayos de flexotracción en tres puntos en prismas de $400 \times 100 \times 100$ mm^3 con entalla central, para obtener resistencia a flexión y energía de fractura, siguiendo las recomendaciones RILEM, y las resistencias residuales a flexión en hormigón con fibras [23-28].

Los ensayos de fatiga en compresión se efectuaron a los 6 meses sobre cubos de 80 mm extraídos de los extremos de las vigas ensayadas en flexión. Se determinó la resistencia a compresión de cubos f_{cu} justo antes de los ensayos de fatiga. Se aplicó control de carga sinusoidal a 1 Hz entre $0.20 \cdot f_{cu}$ (mínimo) y $0.85 \cdot f_{cu}$ (máximo), con umbral de supervivencia de 80000 ciclos; algunos cubos sobrepasaron ese límite sin romper. Tras la fatiga, los supervivientes se ensayaron en régimen cuasiestático para estimar la f_{cu} y rigidez residuales. El montaje del ensayo con una rótula esférica (Fig. 1) garantizó una correcta alineación de la carga y minimizó la excentricidad.

3. RESULTADOS

En estado fresco, las mezclas presentaron escurrimientos compatibles con la condición de autocompactabilidad y ausencia de segregación visible (Fig. 2). La caracterización cuasiestática a 28 días (Tabla 1) mostró que las mezclas con adición puzolánica, en particular HPLC-3 (metacaolín), alcanzaron mayores valores de f_c y E_c que la mezcla base sin adición reactiva.

Bajo compresión cíclica, la vida a fatiga N presentó una dispersión significativa que se describió adecuadamente mediante la distribución de Weibull de dos parámetros aplicada a $\log N$. La Fig. 3a muestra la función de densidad de probabilidad ajustada, y la Fig. 3b, mediante diagramas de caja, compara la f_{cu} de referencia con la de los cubos supervivientes (de las mezclas HPLC-3, y puntualmente HPLC-4 y HPLC-5).

Los cubos supervivientes del HPLC-3 mostraron incrementos de f_{cu} del 6–12% y un aumento medio del 17% en el módulo elástico, estimado como la pendiente de la curva σ–ε en la región pre-pico, respecto a cubos de referencia sin historial de fatiga. Este comportamiento constituye evidencia mecánica de autorreparación activada por fatiga en matrices de cal con adición de metacaolín, en coherencia con observaciones en SFRC y morteros de cal bajo regímenes análogos [10-12].

Las curvas de fluencia secundaria, que dibujan la deformación frente al número de ciclos, presentaron sus tres fases características: primaria, secundaria y terciaria. La fase secundaria, la más estable, permitió definir la velocidad de fluencia secundaria $d\varepsilon/dN$, que se correlacionó linealmente con N en escala bilogarítmica, conforme a la ley fenomenológica de Sparks–Menzies (Fig. 10) [14, 15]. Esta relación proporciona una herramienta para estimar la vida a fatiga en función de la pendiente media de la rama secundaria.

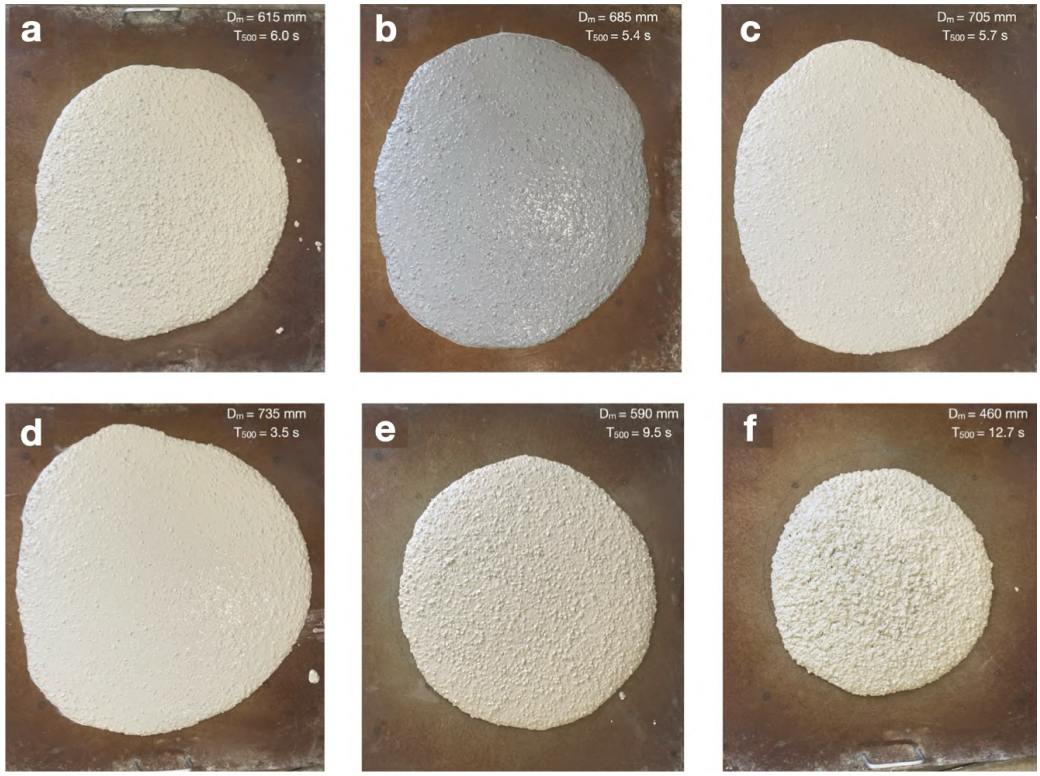


Figura 2. Tortas de las mezclas HPLC, con indicación de su diámetro: (a) HPLC-1; (b) HPLC-2; (c) HPLC-3; (d) HPLC-4; (e) HPLC-5; (f) HPLC-6.

Tabla 1: Resultados de la caracterización mecánica cuasiestática: f_c (resistencia a compresión en cilindros), E_c (módulo elástico), ν (coeficiente de Poisson), f_t (resistencia a tracción), G_F (energía de fractura), f_L (límite de proporcionalidad), f_{R1} (resistencia residual a flexión para una apertura de boca de fisura w de 0.5 mm), f_{R3} (resistencia residual a flexión para una w de 2.5 mm).

	f_c [MPa]	E_c [GPa]	ν	f_t [MPa]	G_F [N/m]
HPLC-1	26.2 (0.3)	28.1 (0.9)	0.25 (0.04)	3.7 (0.1)	81.1 (8.5)
HPLC-2	44.2 (1.8)	32.8 (0.9)	0.28 (0.03)	6.0 (0.2)	134.1 (8.1)
HPLC-3	47.1 (0.8)	33.5 (0.1)	0.24 (0.02)	6.8 (0.2)	153.0 (0.0)
HPLC-4	33.3 (0.5)	32.3 (0.4)	0.22 (0.00)	4.2 (0.3)	90.3 (7.9)
HPLC-5	27.1 (1.0)	26.6 (0.8)	0.21 (0.02)	3.4 (0.2)	80.3 (7.0)
HPLC-6	26.2 (0.3)	26.5 (0.3)	0.21 (0.01)	3.9 (0.2)	—

Resistencias residuales a flexión (HPLC-6)

	f_L [MPa]	f_{R1} [MPa]	f_{R3} [MPa]
HPLC-6	3.8 (0.2)	1.3 (0.3)	0.8 (0.2)

4. DISCUSIÓN

Los incrementos de f_{cu} y rigidez tras la fatiga en compresión se vinculan a mecanismos de autorreparación activados por la microfisuración estable y la consecuente mejora del transporte de masa: entrada de CO_2 y redistribución de agua por microdifusión. En conglomerantes basados en la cal, la carbonatación de portlandita $Ca(OH)_2$ y la rehidratación de fases anhidras son procesos plausibles que conducen a la densificación de la matriz y a la obturación parcial de discontinuidades [16-18].

La evidencia microestructural apoya esta descripción: los análisis TGA-DSC revelaron incrementos de $Ca(OH)_2$ y de carbonato cálcico $CaCO_3$ en cubos sometidos a mayor número de ciclos, mientras que la porosimetría de mercurio (Fig. 4) mostró una redistribución de poros hacia tamaños más finos y una porosidad total accesible inferior en cubos supervivientes respecto a cubos rotos; los difractogramas XRD identificaron fases cristalinas coherentes con estos procesos. En paralelo, mediciones previas por 1H-NMR bajo carga han demostrado la redistribución de agua hacia vacíos capilares y poros de gel cuando se aplica presión externa, un fenómeno coherente con el escenario aquí propuesto [29, 30].

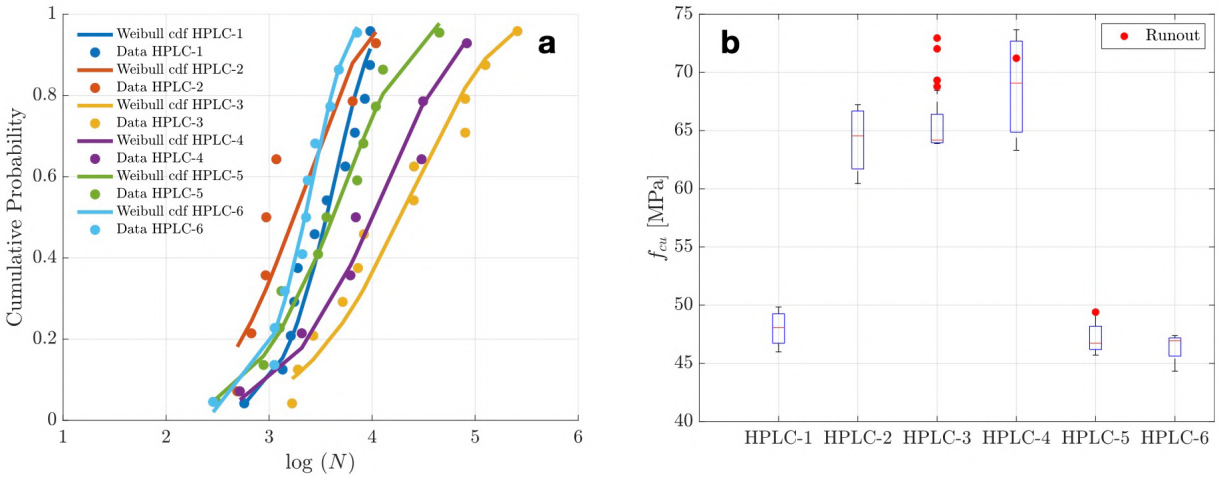


Figura 3. (a) Distribución de Weibull de la vida en fatiga; (b) Comparación de resistencia a la compresión f_{cu} (cubos de referencia vs. supervivientes).

Esta síntesis de resultados concuerda con estudios de referencia en autorreparación por fatiga tanto en matrices cementicias con fibras como en morteros de cal carbonatados [10-12], y con el conocimiento consolidado sobre la cinética de carbonatación en materiales cementicios y basados en cemento portland o en cal [16-18]. Desde la perspectiva de diseño de mezclas, el metacaolín (HPLC-3) destaca como adición especialmente eficaz para obtener buenas prestaciones mecánicas y capacidad de autorreparación bajo compresión cíclica.

5. CONCLUSIONES

Se pueden extraer las siguientes conclusiones:

• Las mezclas HPLC con adiciones puzolánicas, en particular la HPLC-3 (con metacaolín), desarrollan probetas supervivientes con recuperaciones medibles de f_{cu} (6–12%) y rigidez (17%) tras compresión cíclica.

• La vida a fatiga se describe adecuadamente mediante un ajuste de Weibull de dos parámetros y se relaciona con la fluencia secundaria mediante la función lineal en escala bilogarítmica de Sparks–Menzies (Fig. 10) [4, 15].

• La autorreparación autógena bajo compresión cíclica se asocia a rutas de carbonatación/rehidratación y a un refinamiento de poro (Fig. 4), coherente con TGA-DSC y XRD [16-18, 29, 30].

• La adición de metacaolín destaca como estrategia de diseño para compatibilizar integridad mecánica y durabilidad en hormigones de cal de altas prestaciones bajo acciones cíclicas [11-12].

AGRADECIMIENTOS

Esta investigación ha sido financiada por el Ministerio de Innovación, Ciencia y Universidades, a través de la subvención PID2023-147971OB-C31, la Junta de Comunidades de Castilla-La Mancha, España, a través de la subvención SBPLY/24/180225/000003, y la Universidad de Castilla-La Mancha y FEDER a través de la subvención 2025-GRIN-38445.

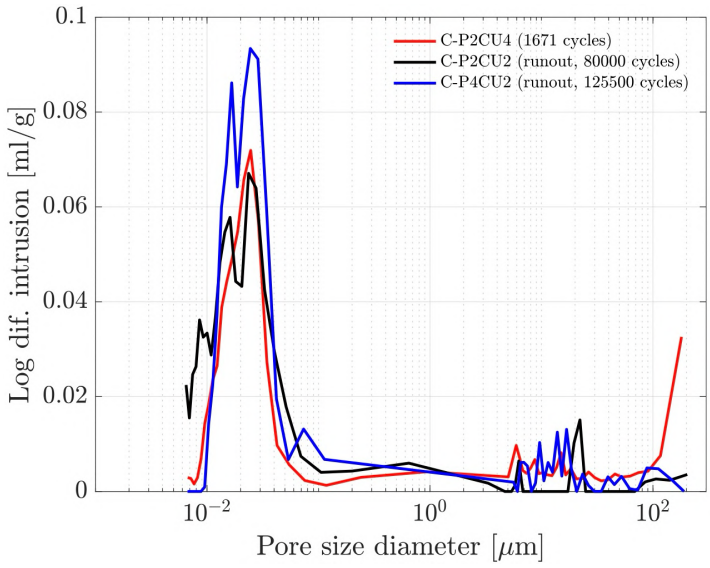


Figura 4. Porosimetría de mercurio del hormigón HPLC-3.

REFERENCIAS

[1] M.R. De Rooij, K. Van Tittelboom, N. De Belie, E. Schlangen, Self-healing phenomena in cement-based materials. In RILEM TC 221- SHC, State Of-The-Art Report of RILEM TC 221-SHC: Self-Healing Phenomena in Cement-Based Materials, vol. 11, Springer, Dordrecht, 2013.

[2] M. Roig-Flores, S. Formagini, P. Serna, Self-healing concrete–What is it good for? Mater. Constr. 71 (341) (2021) e237.

[3] K. Van Tittelboom, N. De Belie, Self-healing in cementitious materials–a review, Materials 6 (2013) 2182–2217.

[4] N. Hearn, Self-sealing, autogenous healing and continued hydration: What is the difference? Mater. Struct. 31 (8) (1998) 563–567.

[5] N. De Belie, E. Gruyaert, A. Al-Tabbaa, P. Antonaci, C. Baera, D. Bajare, C. Litina, A review of self-healing concrete for damage management of structures, Adv. Mater. Interfaces 5 (17) (2018) 1800074.

[6] C. Edvardsen, Water permeability and autogenous healing of cracks in concrete, ACI Mater. J. 96 (4) (1999) 448–454.

[7] M. Wu, B. Johannesson, M. Geiker, A review: Self-healing in cementitious materials and engineered cementitious composite as a self-healing material, Constr. Build. Mater. 28 (2012) 571–583.

[8] S. Van der Zwaag (Ed.), Self-Healing Materials: An Alternative Approach to 20 Centuries of Material Science, Springer, Dordrecht, 2007.

[9] Y.Z. Yang, M.D. Lepech, E.H. Yang, V.C. Li, Autogenous healing of engineered cementitious composites under wet–dry cycles, Cem. Concr. Res. 39 (2007) 382–390.

[10] L. Garijo, Á. De La Rosa, G. Ruiz, J.J. Ortega, Autogenous self-healing induced by compressive fatigue in carbonated hydraulic lime mortars, J. Build. Eng. 80 (2023) 108035.

[11] De La Rosa, Á.; Ortega, J.J.; Ruiz, G.; García Calvo, J.L.; Rubiano Sánchez, F.J.; Castillo, Á. Autogenous self-healing induced by compressive fatigue in self-compacting steel-fiber reinforced concrete. Cem. Concr. Res. 173 (2023) 107278.

[12] Ruiz, G.; De La Rosa, Á.; Ortega, J.J.; Poveda, E.; Yu, R.C.; Tarifa, M.; Zhang, X.X.; Garijo, L. Fatigue of SFRC in compression: Size effect & autogenous self-healing. Mater. Constr. 74 (356) (2024) e356.

[13] De La Rosa, Á; Ruiz, G. Activation of autogenous self-healing in pozzolanic natural hydraulic self-compacting lime concrete under cyclic compressive loading. *J. Build. Eng.* 117 (2026) 114656.

[14] P.R. Sparks, J.B. Menzies, Effect of rate of loading upon static and fatigue strengths of plain concrete in compression, Mag. Concr. Res. 25 (83) (1973) 73–80.

[15] P.R. Sparks, Influence of rate of loading and material variability on the fatigue characteristics of concrete, ACI J. 75 (16) (1982) 331–342.

[16] V.T. Ngala, C.L. Page, Effects of carbonation on pore structure and diffusional properties of hydrated cement pastes, Cem. Concr. Res. 27 (7) (1997) 995–1007.

[17] M. Thiery, G. Villain, P. Dangla, G. Platret, Investigation of the carbonation front shape on cementitious materials: Effects of the chemical kinetics, Cem. Concr. Res. 37 (7) (2007) 1047–1058.

[18] C. Rodríguez-Navarro, T. Ilić, E. Ruiz-Agudo, K. Elert, Carbonation mechanisms and kinetics of lime-based binders: An overview, Cem. Concr. Res. 173 (2023) 107301.

[19] EN 12350-6:2020, Testing fresh concrete - Part 6: Density. CEN – European Committee for Standardization, Brussels, Belgium, 2020.

[20] EN 12350-8:2020, Testing fresh concrete - Part 8: Self-compacting concrete - Slump-flow test. CEN – European Committee for Standardization, Brussels, Belgium, 2020.

[21] UNE–EN 12390–13:2022. Testing hardened concrete – part 13: Determination of secant modulus of elasticity in compression. CEN – European Committee for Standardization, Brussels, Belgium, 2022.

[22] UNE–EN 12390–3:2020. Testing hardened concrete – part 3: Compressive strength of test specimens. CEN – European Committee for Standardization, Brussels, Belgium, 2020.

[23] 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.

[24] Test and design methods for steel fibre reinforced steel fibre reinforced concrete. Bending test (RILEM Final Draft Recommendation). RILEM–TC–162–TDF, 2002.

[25] 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.

[26] 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.

[27] M. Elices, G.V. Guinea, J. Planas, Measurement of the fracture energy using three–point bend tests: Part 3–Influence of cutting the $P–\delta$ tail, Mater. Struct. 25 (150) (1992) 327–334.

[28] Test method for metallic fibre concrete - measuring the flexural tensile strength (limit of proportionality (LOP), residual). CEN–European committee for standardization, Brussels, Belgium, 2022, version 2022-12-05, available at both UNE and CEN websites edition.

[29] Y. Song, Y. Sheng, P. Ge, X. Zhang, L. Zhao, J. Deng, Z. Bian, C. Wang, Pore structure characterization of saturated cement-based materials by nuclear magnetic resonance considering water sensitivity, J. Build. Eng. 101 (2025) 111868.

[30] M. Wyrzykowski, A.M. Gajewicz-Jaromin, P.J. McDonald, D.J. Dunstan, K.L. Scrivener, P. Lura, Water redistribution–microdiffusion in cement paste under mechanical loading evidenced by ^{1}H NMR, J. Phys. Chem. C 123 (26) (2019) 16153–16163.

COMPORTAMIENTO EN FRACTURA DE HORMIGONES DE CAL CON DISTINTOS TIPOS DE ÁRIDO GRUESO APTOS PARA INTERVENCIONES DE RESTAURACIÓN Y OBRA NUEVA

L. Garijo[1*], A. De La Rosa[2], J.J. Ortega[1], G. Ruiz[3]

[1]ETSI Industrial, Universidad de Castilla La-Mancha,
Avda. España, s/n. 02071 Albacete, España
[2]Departamento de Tecnología Química, Energética y Mecánica, DIMME, Grupo de Durabilidad e Integridad Mecánica de Materiales Estructurales, Universidad Rey Juan Carlos, Madrid, España
[3]ETSI Caminos, C. y P., Universidad de Castilla-La Mancha,
Avda. Camilo José Cela, s/n. 13071 Ciudad Real, España

[*] Persona de contacto: Lucia.Garijo@uclm.es

RESUMEN

Los materiales de construcción basados en la cal están cobrando cada vez más interés por su alta compatibilidad con los elementos preexistentes de la obra de fábrica histórica, de ahí su uso en intervenciones de restauración del patrimonio civil y arquitectónico; pero también en obra nueva por su menor huella de carbono en comparación con el hormigón de cemento Portland. El objetivo de este trabajo es diseñar, fabricar y caracterizar hormigones de cal aptos para ambos fines. Con este propósito se han estudiado seis tipos de hormigones de cal hidráulica natural con metacaolín como adición mineral y con diferentes tipologías de árido grueso. Se realizó una caracterización mecánica midiendo las resistencias a compresión y a tracción indirecta, la energía de fractura, el módulo elástico y el coeficiente de Poisson. Los resultados muestran un rango de resistencias a compresión entre 25 y 29 MPa, a tracción indirecta entre 2.5 y 4 MPa, módulo elástico entre 29 y 37 GPa, energía de fractura entre 70 y 115 N/m y coeficiente de Poisson entre 0.15 y 0.30. Se demuestra que estos materiales son adecuados para su empleo en actuaciones de restauración y en obra nueva, atendiendo tanto a criterios de eficiencia en el uso de recursos como a su comportamiento estructural.

PALABRAS CLAVE: cal hidráulica natural, hormigón, comportamiento en fractura, restauración, obra nueva.

ABSTRACT

Lime-based construction materials are increasingly gaining interest due to their high compatibility with the existing elements of historic masonry work, which is why they are used in restoration interventions of civil and architectural heritage; but also in new construction because of their lower carbon footprint compared to Portland cement concrete. The aim of this work is to design, manufacture, and characterize lime concretes suitable for both purposes. For this aim, six types of natural hydraulic lime concretes with metakaolin as a mineral additive and with different types of coarse aggregate were studied. A complete mechanical characterization was carried out by measuring the compressive strength, splitting tensile strength, fracture energy, elastic modulus, and Poisson's ratio. The results show a range of compressive strength between 25 and 29 MPa, splitting tensile strength between 2.5 and 4 MPa, elastic modulus between 29 and 37 GPa, fracture energy between 70 and 115 N/m, and Poisson's ratio between 0.15 and 0.30. It is shown that these materials are suitable for use in restoration projects and new construction, considering both resource efficiency and structural performance.

KEYWORDS: Natural Hydraulic Lime, concrete, fracture behaviour, restoration, new construction.

1. INTRODUCCIÓN

Los materiales a base de cal (morteros y hormigones) están cobrando cada vez mayor interés por su alta compatibilidad con los materiales de la obra de fábrica histórica, pero también por su menor huella de carbono en comparación con los materiales a base de cemento Portland (la temperatura de calcinación del cemento Portland es aproximadamente 1400ºC frente a los 900ºC-1100ºC de la cal hidráulica natural, [1]). Por estos dos motivos, estos materiales presentan gran interés desde el punto de vista de las intervenciones de restauración en el patrimonio civil y arquitectónico, pero también desde el punto de vista de la obra nueva. Para este último fin, se precisan resistencias a compresión entre los 20 y 25 MPa. Los materiales a base de cal, por sí solos, no alcanzan estos valores de resistencia, pero, tradicionalmente se ha observado que pequeñas adiciones de material

puzolánico contribuyen a aumentar la resistencia significativamente. Entre estas adiciones puzolánicas, una de las más comunes es el metacaolín.

Existen numerosos estudios centrados en analizar la influencia de metacaolín en los materiales a base de cal. Algunos lo hacen bajo diferentes condiciones de temperatura y humedad (Cachim et al. [2]), otros en combinación con otras adiciones como el polvo de arroz y el filler calizo (Fonseca et al. [3]), o con humo de sílice, escoria de alto horno granulada y ceniza volante (Gris et al. [4]), y otros como Velosa et al. [5] con un residuo de arcilla.

En este trabajo, sin embargo, se estudia la influencia del metacaolín en hormigones de cal hidráulica natural con áridos gruesos de diferente naturaleza. En total, se estudian seis materiales con diferente tipología de árido grueso. Se miden y analizan las propiedades mecánicas como las resistencias a compresión y tracción indirecta, el módulo elástico y el coeficiente de Poisson, así como la energía de fractura. Los resultados muestran que las propiedades alcanzadas hacen que estos materiales sean aptos para su uso tanto en restauración del patrimonio como en obra nueva.

2. MATERIALES Y MÉTODOS

En total se fabricaron seis hormigones de cal con seis tipologías diferentes de árido grueso (HC1-HC6), cuyas respectivas dosificaciones se muestran en la Tabla 1. En esta, *a/c* es la relación agua/cal, *SP/c* la relación superplastificante/cal, *SP* es el superplastificante, *c* la cal, *MK* el metacaolín, *a* el agua y *AF* y *AG*, el árido fino y grueso, respectivamente.

Tabla 1. Dosificaciones de los hormigones de cal. (Cantidades en kg/m^3). (*) Superplastificante en polvo.

Nombre	Tipo de árido grueso	*a/c*	*SP/c*	*SP*	*c*	*MK*	*a*	*AF*	*AG*
HC1	Rodado, calizo silíceo	0,40	0,03	13,5	450	15	180	980	700
HC2	De machaqueo, calizo dolomítico		0,03	13,5					
HC3	De machaqueo calizo		0,03	13,5					
HC4	De machaqueo, ligero y volcánico		0,4	18,0					
HC5	De machaqueo y silíceo	0,40	0,2	9,0(*)	450	15	180	980	700
HC6	Rodado, calizo silíceo	0,46	0,2	8,0(*)	400	30	185	880	800

Se siguió la metodología de dosificación para hormigones de cal de Garijo, De la Rosa y Ruiz [6], la cual se basa en la optimización del esqueleto granular de los áridos para una consistencia y resistencia a compresión objetivos.

Las mezclas se realizaron con contenidos muy bajos de cal hidráulica natural, así como relaciones de agua-cal bajas con el objetivo de alcanzar elevadas resistencias a compresión, en torno a 20–25 MPa. Para obtener una consistencia adecuada, a pesar de emplear relaciones agua/cal bajas, se utilizó un aditivo superplastificante.

Además, por cada tipo de hormigón se fabricaron probetas cilíndricas de 150 mm × 300 mm (diámetro × altura) y prismáticas de 420 × 100 × 100 mm^3. A estas últimas se les practicó una entalla centrada con una profundidad igual a 1/2 de la altura de la probeta. Una vez ensayadas estas probetas a flexotracción, se obtuvieron cubos de 100 × 100 × 100 mm^3.

2.1. Caracterización mecánica

En estado endurecido se midieron las propiedades mecánicas. Concretamente, la resistencia a compresión (según norma UNE-EN-12390-3:2020 [7]), módulo elástico y coeficiente de Poisson (UNE-EN-12390-13:2022 [8]), todos en probetas cilíndricas. Para estos últimos ensayos se dispusieron LVDTs a mitad de altura distanciados 120º con los que se promedian las deformaciones axiales y longitudinales. La energía de fractura se obtuvo a partir de las probetas prismáticas de 420 × 100 × 100 mm^3, siguiendo las recomendaciones de RILEM-TC-50-FMC:1985 [9], RILEM-TC-89-FMT:1991 [10] y las mejoras de Guinea, Planas y Elices [11–14]. Estas consisten en corregir la aproximación del final de la curva carga–desplazamiento considerando la compensación del peso. En estos ensayos, además, se dispuso un clip extensométrico en la boca de la entalla con el que obtener la abertura de la boca de la fisura (CMOD). Con esta variable y la carga, se obtuvo la curva carga–CMOD, y operando con el inverso de la pendiente en su tramo inicial se obtuvo el módulo elástico en prismas, tal y como se indica en el trabajo de Guinea et al. [15]. A los 42 días de curado se midió también la resistencia a tracción indirecta mediante el ensayo Brasileño en probetas cúbicas de 100 × 100 × 100 mm^3. Para este ensayo se siguió el método de Masih et al. [16]. En el mismo, se asegura una alineación precisa de la carga aplicada con el eje de simetría vertical de las probetas cúbicas empleando un dispositivo de carga en forma de T y cuatro soportes flexibles de plástico impresos en 3D.

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Los resultados de los ensayos mecánicos se muestran en la Figura 1 en forma de diagramas de barras. En estos se representa también la desviación estándar de cada propiedad medida. Se puede observar que las mayores resistencias a compresión y tracción indirecta las presenta el hormigón HC1, con árido rodado calizo

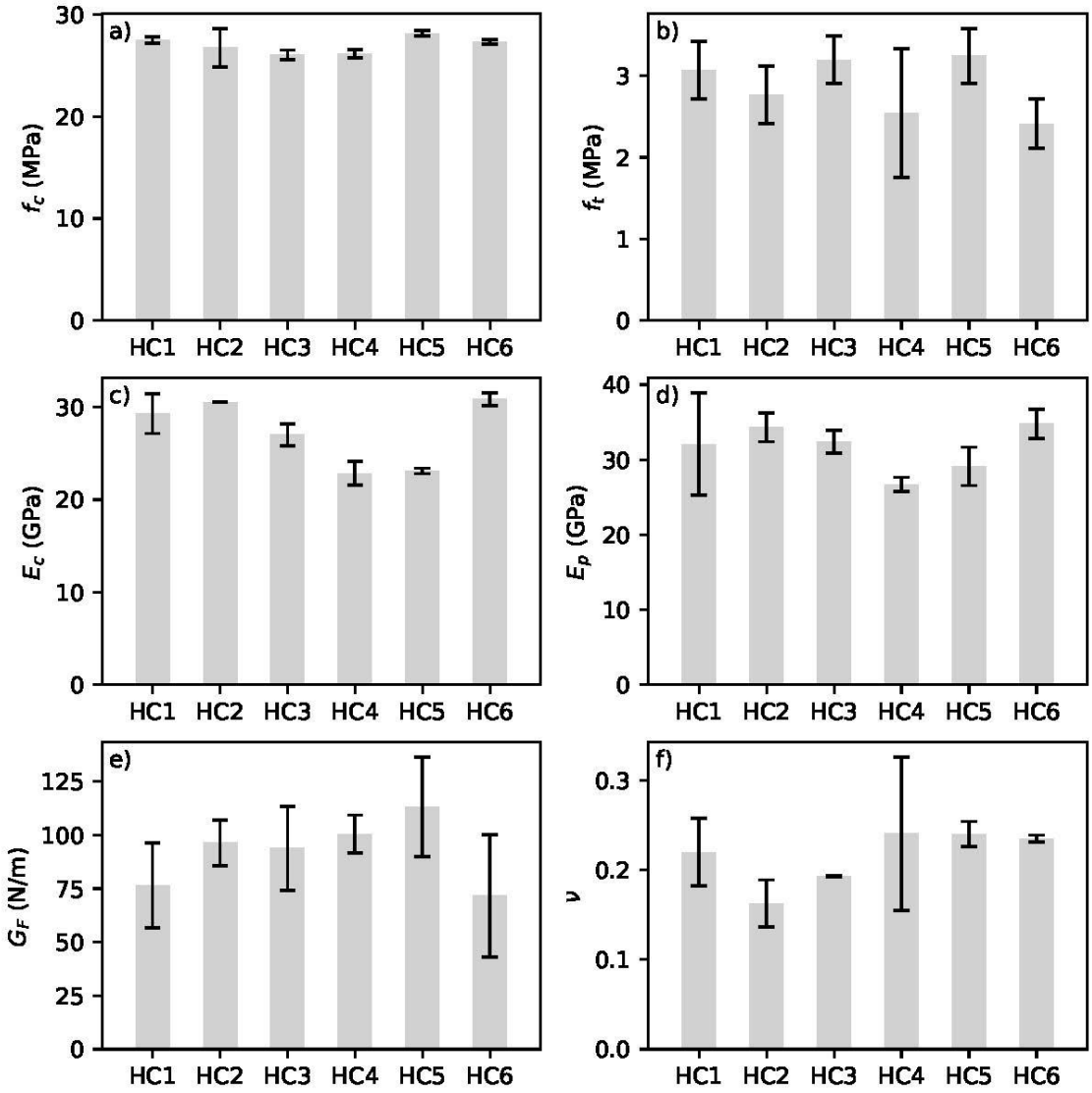


Figura 1. Propiedades mecánicas de los 6 hormigones de cal: a) resistencia a compresión, b) resistencia a tracción indirecta, c) módulo elástico de cilindros, d) módulo elástico de prismas, e) energía de fractura y f) coeficiente de Poisson.

silíceo, con valores de 27,5 MPa y 3,8 MPa, respectivamente. Los valores más altos de módulo elástico, medidos tanto en cilindros como en prismas, se corresponden con el hormigón HC6, con árido rodado calizo silíceo, con valores respectivos de 30,8 GPa y 34,8 GPa. El valor más alto de energía de fractura lo alcanza el hormigón HC5, con árido de machaqueo silíceo, probablemente, por la mayor trabazón de las partículas de este tipo de árido. En cuanto a los valores más bajos, la menor resistencia a compresión la presenta el hormigón HC3, de machaqueo calcáreo, con un valor de 26 MPa, mientras que la menor resistencia a tracción indirecta es del hormigón HC6, con 2,4 MPa. Los módulos elásticos más bajos son los del hormigón HC4, con árido de machaqueo ligero volcánico, alcanzando valores de 22,8 GPa en cilindros y 26,7 GPa en prismas. Parece lógico que el hormigón más deformable sea el fabricado con árido ligero. El valor más bajo de energía de fractura es del hormigón HC6, con un valor de 71,6 N/m, correspondiéndose con un árido rodado calizo silíceo que, por su forma, presenta una menor trabazón y por tanto menor trabajo de fractura. Por su parte, el coeficiente de Poisson más bajo, con un valor de 0,163, se corresponde con el hormigón HC2, de machaqueo calcáreo dolomítico.

En general, podemos decir que no se observa una tendencia clara en cuanto a las propiedades mecánicas según el tipo de árido grueso. De hecho, las propiedades mecánicas son muy similares en todos los hormigones y las pequeñas diferencias que hay entre unos y otros, en la mayoría de los casos, están dentro del margen de dispersión habitual en este tipo de materiales. Esto, quizás pueda interpretarse como que el metacaolín reacciona bien con la cal para todos los tipos de áridos

grueso empleados. Se puede resaltar, que prácticamente en todos los hormigones, las propiedades mecánicas alcanzadas son elevadas, en comparación con otros hormigones a base de cal y sin metacaolín. Estos resultados los hacen óptimos tanto para intervenciones de restauración como para obra nueva.

3.1. Comparación con otros hormigones de la bibliografía

Si comparamos los resultados de los hormigones de cal de este trabajo con los de otros autores, se perciben diferencias sustanciales. Por ejemplo, Cachim et al. [2] ensayaron hormigones de cal con metacaolín bajo diferentes condiciones de curado a los 7, 14, 28, 90 y 360 días. Los resultados de resistencia a compresión obtenidos a los 28 días fueron en torno a 10–15 MPa, 57% menores que los obtenidos en este trabajo. Fonseca et al. [3] obtuvieron resistencias a compresión elevadas, en torno a 20–40 MPa pero en hormigones con un contenido considerable de cemento Portland. Gris et al. [4] obtuvieron una resistencia a compresión máxima de 35.7 MPa en los hormigones con un 70% de NHL 5, un 30% de humo de sílice y un curado en agua. Por su parte, Velosa et al. [5] obtuvieron resistencias a compresión en torno a los 10 MPa a los 28 días en hormigones de cal con dos tipos de áridos gruesos (5–10 mm y 10–25 mm) y un residuo de arcilla. Puede observarse que los valores obtenidos en este trabajo son unos de los más elevados empleando solo cal y adiciones puzolánicas; solo los hormigones de Fonseca et al. [3] fueron más resistentes porque incorporaban un porcentaje significativo de cemento Portland. Gris et al. [4] también obtuvieron resistencias elevadas al emplear humo de sílice.

Podemos concluir, que es posible obtener hormigones aptos para intervenciones de restauración y para obra nueva con buenas prestaciones mecánicas y con una huella de carbono sensiblemente menor que con otros materiales.

4. CONCLUSIONES

En este trabajo de investigación se han analizado las propiedades mecánicas de seis hormigones de cal reforzados con metacaolín y con distintos tipos de áridos gruesos. Se observa que los resultados mecánicos obtenidos son muy similares para todos los hormigones, presentando ligeras diferencias que caen dentro del margen de dispersión propio de estos materiales en la mayoría de los casos. Una de las conclusiones más relevantes está relacionada con las elevadas propiedades mecánicas alcanzadas por este material; en torno a 30 MPa de resistencia a compresión, 4 MPa de resistencia a tracción indirecta, 30 GPa de módulo elástico, 115 N/m de energía de fractura y 0,24 de coeficiente de Poisson. Estas elevadas prestaciones los hacen especialmente aptos para intervenciones de restauración, pero también para obra nueva, disminuyendo la huella de carbono elevada propia de otros materiales como los hormigones a base de cemento Portland.

AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen la financiación obtenida por medio de los proyectos PID2023-147971OB-C31, concedido por el Ministerio de Ciencia, Innovación y Universidades, y 2025-GRIN-38445 conferido por la Universidad de Castilla-La Mancha & FEDER.

REFERENCIAS

[1] L. Garijo. Advanced mechanical characterization of lime mortars and other materials of the civil and architectural patrimony. Doctoral thesis (2019), Spain.

[2] P. Cachim, A. L. Velosa, F. Rocha. Effect of portuguese metakaolin on hydraulic lime concrete using different curing conditions. *Construction and Building Materials* (2010): 24(1):71-78.

[3] T. V. Fonseca, M. A. S. dos Anjos, R. L. S. Ferreira, F. G. Branco, L. Pereira. Evaluation of self-compacting concretes produced with ternary and quaternary blends of different scm and hydrated-lime. *Construction and Building Materials 320* (2022).

[4] E. R. Grist, K. A. Paine, A. Heath, J. Norman, H. Pinder. Structural and durability properties of hydraulic lime-pozzolan concretes. *Cement & Concrete Composites* 62 (2015): 212-223.

[5] A. L. Velosa, P. B. Cachim. Hydraulic-lime based concrete: Strength development using a pozzolanic addition and different curing conditions. *Construction and Building Materials*, 23 (5) (2009): 2107-2111.

[6] L. Garijo, A. D. L. Rosa, G. Ruiz. New Mix Design Methodology for Natural Hydraulic Lime Concrete Based on Consistency and Compressive Strength. *International Journal of Architectural Heritage* (2025): 2825-2836.

[7] UNE-EN-12390-3:2020. *Ensayos de hormigón endurecido. Parte 3: Determinación de la resistencia a compresión de probetas* (2020).

[8]UNE-EN-12390-13:2022. *Ensayos de hormigón endurecido. Parte 13: Determinación del módulo secante de elasticidad en compresión* (2022).

[9] T.C. Rilem, 50-FMC. Determination of the fracture energy of mortar and concrete by means of the three-point bend tests on notched beams. *Materials & Structures.* 18 (1985) 285-290.

[10] RILEM-TC-89-FMT. Determination of fracture parameters (KIcs and CTODc) of plain concrete using three-point bend tests. *Materials & Structures.* 23 (1991) 457-460.

[11] M. Elices, G.V. Guinea, J. Planas, Measurement of the fracture energy using three point bend tests. 3. Influence of cutting the P–d tail, *Materials & Structures*. 25 (1992) 327–334.

[12] M. Elices, G.V. Guinea, J. Planas, Measurement of the fracture energy using three-point bend tests. 1. Influence of experimental procedures, *Materials & Structures* 25 (1992) 121–218.

[13] J. Planas, M. Elices, G.V. Guinea, Measurement of the fracture energy using three point bend tests. 2. Influence of bulk energy dissipation, *Materials & Structures* 25 (1992) 305–312.

[14] M. Elices, G.V. Guinea, J. Planas, On the measurement of concrete fracture energy using three-point bend tests, *Materials & Structures* 30 (200) (1997) 375–376.

[15] G.V. Guinea, J.Y. Pastor, J. Planas, M. Elices, Stress intensity factor, compliance and CMOD for a general three-point-bend beam, International Journal of Fracture 89 (2) (1998):103-116.

[16] V.W. Masih, G. Ruiz, S.T. Maganty, A. Sharma, S. Ray, V. Vishwakarma, Á. De La Rosa, R.C. Yu. Modified Brazilian Test for Studying Crack Initiation and Fracture Behavior in SFRC Using DIC & AE. *Construction and Building Materials*. Under

ON THE BRAZILIAN TEST FOR DETERMINING THE DYNAMIC TENSILE STRENGTH OF CONCRETE USING A SPLIT HOPKINSON PRESSURE BAR

F.R. Butt[1], B. Sanz[1], V. Rey[1], D.A. Cendón[1*]

[1]Departamento de Ciencia de Materiales.
Centro de Investigación en Materiales Estructurales (CIME)
E.T.S.I. de Caminos, Canales y Puertos. Universidad Politécnica de Madrid
C/ Profesor Aranguren 3, 28040 Madrid, España
[*] Persona de contacto: david.cendon.franco@upm.es

RESUMEN

En este trabajo, se examina el uso del ensayo brasileño en una barra de presión Hopkinson dividida (SHPB) para determinar la resistencia a la tracción del hormigón. El ensayo brasileño es una técnica ampliamente utilizada para medir la resistencia a la tracción del hormigón en condiciones cuasiestáticas. Su sencilla configuración de carga facilita su implementación experimental. Esta simplicidad ha llevado a muchos autores a aplicarlo directamente a la determinación de la resistencia a la tracción del hormigón y otros materiales cuasifrágiles a altas velocidades de deformación. Sin embargo, además de la sensibilidad de las propiedades mecánicas a la velocidad de deformación, otros factores pueden afectar este tipo de ensayo, como los efectos de la inercia o la falta de equilibrio de tensiones al inicio de la falla del material. En esta contribución, se analiza el ensayo brasileño realizado en una SHPB mediante una combinación de simulaciones numéricas y experimentos realizados con discos de hormigón de ultra-alta resistencia (UHPC). Los resultados indican que este procedimiento de ensayo debe utilizarse con precaución para obtener mediciones fiables de la resistencia a la tracción dinámica de materiales frágiles y cuasifrágiles.

PALABRAS CLAVE: Hormigón, resistencia a la tracción, altas tasas de deformación, modelo de zona cohesiva

ABSTRACT

In this work, the use of the Brazilian test in a Split Hopkinson Pressure Bar (SHPB) for determining the tensile strength of concrete is examined. The Brazilian test is a widely used technique for measuring the tensile strength of concrete under quasi-static conditions. Its simple loading configuration makes it convenient and easy to implement from an experimental point of view. This simplicity has led many authors to apply it directly to the determination of the tensile strength of concrete and other quasi-brittle materials at high strain rates. However, in addition to the strain-rate sensitivity of mechanical properties, other factors may affect this type of test, such as inertia effects or the lack of stress equilibrium at the onset of material failure. In this contribution, the Brazilian test performed in a SHPB is analysed using a combination of numerical simulations and experiments carried out by using discs of Ultra High-Performance Concrete (UHPC). The results indicate that this testing procedure should be used with caution in order to obtain reliable measurements of the dynamic tensile strength of brittle and quasi-brittle materials.

KEYWORDS: Concrete, tensile strength, high strain rates, cohesive zone model

1. INTRODUCTION

Due to the brittle nature of concrete, the determination of tensile strength through direct tensile tests is experimentally challenging; particularly, because of the difficulties related to specimen gripping and premature failure. For this reason, the indirect testing methods as the Brazilian test have been widely adopted. In this test, a cylindric specimen is subjected to diametral compression, generating a nearly uniform tensile stress field along the loading diameter until failure occurs [1-5].

The simplicity of the Brazilian test configuration has encouraged its extension to the high strain-rate conditions [6-10]. For the high strain-rate scenarios, stress waves are generated in the incident bar using a projectile. These waves are then transmitted through the specimen and the tensile strength is commonly inferred from the measured forces at both ends of the specimen. Despite its apparent simplicity, the application of the Brazilian test under high strain rate conditions raises several concerns. Experimental results reported in the literature often exhibit a significant scatter [6, 11], even for similar materials and testing conditions. In addition, to the intrinsic strain-rate sensitivity of concrete, other factors may strongly influence the measured response, such as inertia effects, wave dispersion, lack of stress equilibrium at the onset of fracture, and the finite time required for stress waves to traverse the specimen [10-11].

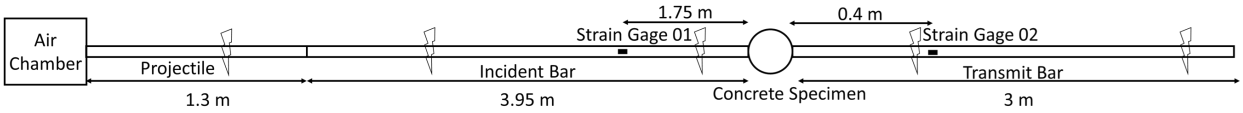


Figure 1. SHPB arrangement

As a consequence, the direct use of the classical Brazilian test expression, given by equation (1) [12], to determine the dynamic tensile strength of concrete remains an open question. Within equation (1), P is the maximum load, D and L represent specimen diameter and specimen thickness, respectively.

$$\sigma = \frac{2P}{\pi DL} \quad (1)$$

Numerical simulations provide a valuable tool to analyze the stress state within the specimen during dynamic testing and to assess the validity of the underlying assumptions of the test [4, 13-15]. In this work, the Brazilian test performed in a SHPB was investigated through a combined experimental and numerical approach. UHPC disc specimens were tested under dynamic loading and numerical simulations were used to analyze the influence of specimen geometry, density, tensile strength and fracture energy. The ultimate objective of this study is to improve the understanding of the dynamic Brazilian test and to clarify the limitations associated with extracting reliable tensile strength values for concrete under high strain-rate loading.

2. EXPERIMENTAL BENCHMARK

As a part of this study, an experimental campaign has been carried out on UHPC discs using the SHPB apparatus. The purpose of the experimental campaign is to provide experimental results of the tensile behavior of UHPC under high strain rates.

2.1. Material characteristics

For this study, a UHPC was prepared using Premix Ductal® by the manufacturer Holcim with matrix dosage and water/cement ratio according to the manufacturer specifications. After preparation, the specimens were kept in a curing chamber at 20°C, submerged in water, until testing time. The specimens were tested at an approximate age of 28 to 40 days. The compressive strength and the tensile strength were determined in static conditions according to the ASTM C496 and C39 standards [12, 16], as shown in Table 1. Standard values of Young's Modulus, Poisson's ratio and density according to the literature are displayed as well in the table for completeness.

2.2. Experimental results under dynamic loading

A sketch of the SHPB is shown in Figure 1. It is to be noted that this sketch is not drawn to scale. The discs were oriented in the Brazilian test configuration, as shown in Figure 1. The UHPC specimens have a diameter of 100 mm and a thickness of 25 mm. The strain rate maintained was at 75 s^{-1}.

The strain histories of the strain gauges obtained in the four tests carried out are presented in Figure 2. The plots show typical waveforms from SHPB experiments and good repeatability. Within Figures 2 to 5, the shaded region indicates the experimental envelope of the strain, with limited scatter. The force acting on the specimens is shown in Figure 3. The force plots shown within Figure 3 for each specimen is the arithmetic mean of force acting on the specimen on the incident and transmit bar sides, respectively.

The dynamic tensile strength of the specimens was evaluated directly from the experimental results by applying the classical Brazilian test expression, given by equation (1) to the average peak load measured in the SHPB tests. This direct analysis represents the standard procedure commonly adopted in dynamic Brazilian testing and constitutes the reference tensile strength used in the numerical simulations. The resulting test results, including tensile strength and strain rate, are summarized in Table 2 and illustrated in Figure 3, which were calculated using formulations from the elastic stress wave theory.

Table 1. Concrete properties.

Young's Modulus [GPa]	35
Poison's Ratio	0.2
Density [$Kg.m^{-3}$]	2350
Compressive Strength [MPa]	169
Tensile Strength [MPa]	9.37

Table 2. Results from the experiments in dynamic conditions.

Specimen	Tensile Strength [MPa]	Strain Rate [s^{-1}]
S1	18.42	69.61
S2	17.54	79.5
S3	14.36	78.65
S4	15.12	74.46
Mean	**16.36**	**75.56**

3. NUMERICAL MODEL

In this work commercial code ANSYS Explicit Dynamics Autodyn [17] was used to simulate the SHPB tests.

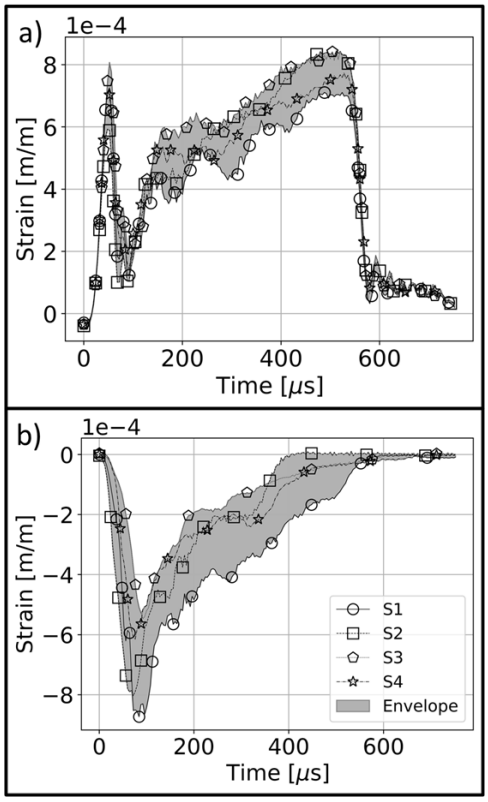


Figure 2. a) Reflected waves, b) transmitted waves.

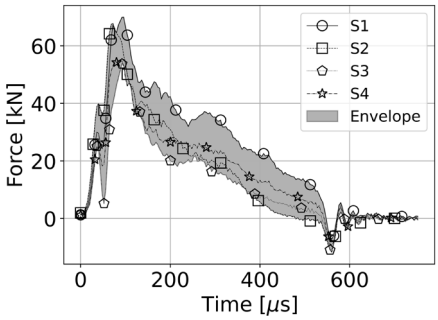


Figure 3. Force on the specimens.

3.1. Numerical model characteristics

The geometry for the numerical model reflects the actual test setup including a striker, the incident and transmit bar and the specimen. Hexahedral mesh elements with one integration point per element were used to mesh the geometry. A uniform mesh for the entire geometry was generated [18]. The element size was selected after performing a mesh independence study, whose results are presented in Section 4.1. Contacts between the parts were created using frictionless body interaction i.e., the individual contact events were detected and tracked during the analysis. This type of contact was symmetric between the parts. To reproduce the incident wave, an initial velocity was applied to the striker. An initial striker velocity of 8 $m \cdot s^{-1}$ was applied in the simulations. This value was chosen because it produces an incident wave with an amplitude consistent with the experimentally measured envelope. The incident wave from the numerical simulations is presented in Figure 4, as compared to the grey shaded region i.e., the experimental envelope.

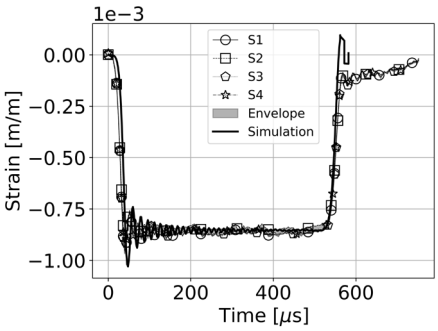


Figure 4. The incident wave from numerical simulations.

3.2. Material model

The uncracked concrete, the incident and transmit bars, and the projectile were simulated using an isotropic linear-elastic material model. The parameters defining this model are the density, Young's modulus and Poisson's ratio. Table 3 shows the material properties adopted for the bars and the projectile, which correspond to the nominal properties of the steel used in the experimental SHPB apparatus available in our lab.

Table 3. Steel properties.

Young's Modulus [GPa]	176
Poison's Ratio	0.3
Density [$Kg.m^{-3}$]	8020

For modelling the fracture concrete behavior, the principal stress criterion for crack initiation and cohesive crack model for crack propagation [18] were used. The fracture energy dissipation used in the current simulations is conceptually consistent with the crack band theory [19] and the fictitious crack model [20], in which the softening response is governed by the fracture energy and regularized with respect to element size. Failure initiates if the maximum principal stress reaches the tensile strength. A linear softening slope is then defined to reduce the maximum principal tensile stress in the material as a function of crack strain [18]. Element erosion was also used in the model to combat excessive element distortion. Elements were removed from the simulation if they meet the failure criterion which is based on the combination of tensile strength and fracture energy [18].

4. NUMERICAL ANALYSIS AND RESULTS

In Brazilian tests, the tensile strength was commonly evaluated directly from the measured forces by applying the classical analytical expression derived for a linear-elastic disc under static loading [2, 6-15], as explained in Section 1. However, under high strain-rate conditions,

the assumptions underlying this formulation may not be fully satisfied. In the present work, numerical simulations were therefore used as an analysis tool to examine the mechanical response of the specimen during the test, rather than as a means to reproduce experimental results. To this aim, the results are discussed through a direct analysis of the experimental tensile strength, a sensitivity study of the main material and geometric parameters, and an examination of the stress distribution within the specimen at the onset of failure.

4.1. Mesh sensitivity

Based on the reference tensile strength as shown in Table 2, a mesh sensitivity analysis has been performed in order to ensure that the numerical results are not affected by spatial discretization. The results of the mesh independence test are reported in Table 4, which are calculated by using formulations from the elastic stress wave theory. The input values of 16.5 MPa, 3200 $J.m^{-2}$ and 8 $m.s^{-1}$ for tensile strength, fracture energy and projectile velocity were used for all meshes. It can be observed that increasing the number of elements by approximately a factor of 6.55 leads to slight variations in the computed specimen response. The three meshes considered, denoted as M1, M2 and M3, contain 53780, 410290 and 2688440 elements, respectively. It is noticed that for mesh M1, the overall mesh density was excessively coarse. As the bars are 25.4 mm in diameter, there are only around 5 elements per bar diameter, so the bars are meshed with a pentagon cross-section rather than circular cross-section. Mesh M2 provides a significantly improved spatial resolution with approximately 10 elements per bar diameter, while maintaining reasonable computational cost, and the results show limited variation compared to the finer mesh M3. Therefore, on the basis of these results, mesh M2 was selected for all subsequent numerical simulations presented in this study.

Table 4. Results of mesh independence study.

Mesh	Element Size [mm]	Tensile Strength [MPa]	Strain Rate [s^{-1}]
M1	5	16.75	76.32
M2	2.5	17.05	80
M3	1.25	18.02	74.11

4.2. Material parameters sensitivity

In this section, the sensitivity of the results on the apparent tensile strength, peak load and the unloading behavior by varying the input tensile strength, fracture energy, density and the specimen diameter is presented. The input values are summarized in Table 5. Note that for the analysis of a parameter, the remaining input parameters were kept constant, with the reference values displayed in bold in the table.

Table 5. The simulation model material inputs.

Parameter	Values
Tensile Strength [MPa]	13, **16.5**, 20
Fracture Energy [$J.m^{-2}$]	1600, **3200**, 6400
Diameter [mm]	50, **100**, 200
Density [$kg.m^{-3}$]	1175, **2350**, 4900

Table 6 and Figure 5 show the results from the parameter sensitivity study. According to the tensile strength displayed in Table 6, it was observed that as the input diameter is increased the apparent tensile strength increases and then decreases. For the remaining parameters, i.e., the input density, fracture energy and tensile strength, it was observed that as these were increased, the apparent tensile strength increases monotonically. However, the effect of the density and fracture energy was smaller than that of the tensile strength. The latter leads to a pronounced variation.

Table 6. Results of material parameters sensitivity on apparent tensile strength.

	Tensile strength (MPa)		
Parameter	**Lower**	**Reference**	**Higher**
Diameter	16.24	17.06	15.75
Density	17.04	17.06	18.43
Fracture Energy	16.91	17.06	17.32
Tensile Strength	15.36	17.06	19.42

The numerical results of force versus time are plotted within Figure 5. Figure 5a displays the effect of varying the specimen diameter. It was observed that as the input diameter is increased, the peak load on the specimen increases considerably and the slope of unloading is more pronounced. There is an evident dependence of the peak load on the specimen diameter, as expected, although there is not a clear trend on the resulting tensile strength, as already discussed from Table 6.

Figure 5b shows the effect of varying the input density. It was observed that the effect on the peak load is almost negligible. However, the post-peak part of the force-time curve of the denser case after 200μs departs from the behaviour of the other two cases, being noticeably higher and with a less steep slope, i.e., the unloading is more gradual.

Figure 5c shows the effect of the input fracture energy. It was observed that increasing the fracture energy has no effect on the peak of the load applied to the specimen. However, the unloading slope of the loading curve after 150μs has much less slope as the input fracture energy is increased, i.e., the unloading is more gradual. It is noted that the effect of varying the input fracture energy is overall the same as that of varying the specimen density.

Figure 5d, shows the effect of varying the input tensile strength. As this parameter was increased, the peak of load applied to the specimen slightly increases and the

unloading part of the curve is higher, resulting in a gradual slope.

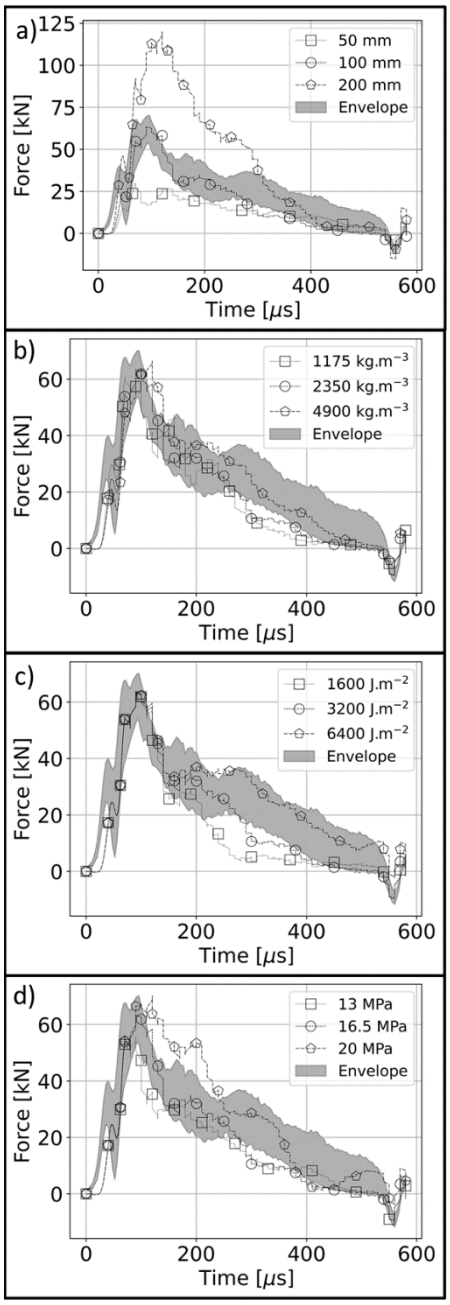


Figure 5. Force on the specimens for various cases: effect of specimen diameter (a), density (b), fracture energy (c) and tensile strength (d).

The results of the parameter sensitivity analysis indicate that the peak load measured during the dynamic Brazilian test is influenced by multiple parameters, such as specimen diameter and tensile strength. However, changes in fracture energy and density primarily modify the post-peak response, leading to different unloading characteristics without significantly altering the maximum load. Moreover, several combinations of material parameters and specimen geometry lead to loading curves that remain within the experimental envelope obtained from the experimental tests. This observation highlights that matching the experimental peak load alone does not guarantee a unique identification of the dynamic tensile strength. Consequently, caution must be exercised when interpreting the results of dynamic Brazilian tests, particularly under high strain-rate conditions where inertia and wave propagation effects are significant.

4.3. Stress profile

In this section, the stress distribution within the specimen is analyzed using the numerical simulation corresponding to the direct analysis, in which the tensile strength is taken directly from the experimental results without any numerical calibration. The stress field was examined at the onset of failure in order to assess whether the fundamental assumptions underlying the dynamic Brazilian test are satisfied. In Figure 6, the first principal stress along the loading diameter is plotted at the onset of failure. Within Figure 6c, '0' on the x-axis represents the side of the specimen which comes into contact with the incident bar and '1' represents the side of the specimen which is in contact with the transmit bar. As shown from the stress distribution, the specimen is in tension just before the onset of failure, particularly from 0.25 – 0.85 on the x axis. The onset failure is then determined to be one timestep before softening takes place. The timestep for the onset of failure coincides with the time when the peak of the strain wave in the incident bar – specimen interface is achieved in addition to a small time, *dt*. The *dt* can be calculated by using the specimen diameter and transverse speed of sound though the specimen. The scale within Figure 6a-b is from 0 (blue) to 16.5 MPa (red).

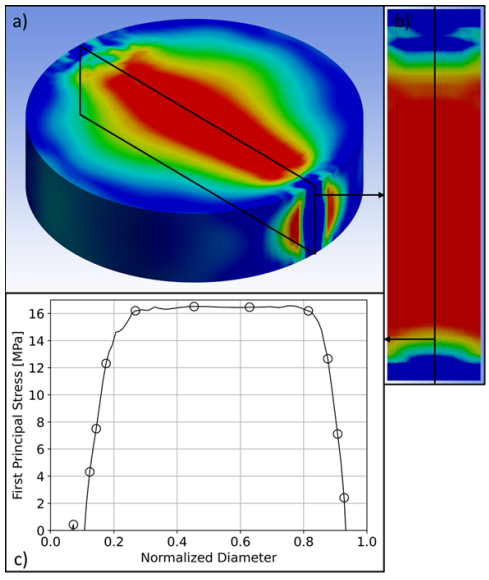


Figure 6. a) 3D Stress Field, b) 2D Stress in the plane of failure, c) Stress along the centerline of specimen.

The stress profile shown in Figure 6c is in good agreement with the static linear-elastic solution on which the Brazilian test expression is based.

5. CONCLUSION

The results indicate that while tensile strength and specimen size directly influence the measured peak load, variations in fracture energy and density primarily affect the post-peak response. Importantly, several combinations of material parameters and specimen geometry were found to produce loading curves that remain within the experimental envelope, highlighting the non-uniqueness of tensile strength identification based solely on peak force measurements. If dynamic equilibrium is achieved, then the onset of failure can be determined by using speed of sound through the specimens. These findings demonstrate that caution must be exercised when interpreting dynamic Brazilian test results and underline the limitations of directly applying the classical Brazilian formulation under high strain-rate conditions.

ACKNOWLEDGEMENTS

This research is part of the project PID2021-125553NB-I00, funded by MCIN/AEI/10.13039/501100011033/FEDER, UE.

REFERENCES

[1] B Sanz, J Planas, V Rey-de-Pedraza, R Sancho, J M. Sancho, F Gálvez, Numerical and experimental study of initiation of cracking of UHPFRC by means of Brazilian tests, *Theoretical and Applied Fracture Mechanics*, 118 (2022): 103276.

[2] Shanglin Yang, Ziqi Tang, Wei Zhong, Shufei Wang, Run Zhang, Xiaohu Yao, Effects of steel fibers on the dynamic properties and failure process of ultra-high performance concrete, *Journal of Building Engineering*, 62 (2022): 105415.

[3] Rocco, Claudio Guillermo, Guinea, Gustavo V., Planas, Jaime, Manuel Elices, Size effect and boundary conditions in the Brazilian test: experimental verification, *Materials and Structures*, 32-3 (1999).

[4] Aimin Zhang, Kewei Liu, Jun Li, Ruitao Song, Tengfei Guo, Static and dynamic tensile properties of ultra-high performance concrete (UHPC) reinforced with hybrid sisal fibers, *Construction and Building Materials*, 411 (2024): 134492.

[5] Sanz, B., Planas, J., Rey de Pedraza, V., Sancho, R., Sanz, J., Sancho, J., and Galvez, F., Experimental and numerical analysis of brazilian tests in the determination of the tensile strength of UHPFRC. *Revista de Mecanica de la Fractura*, 2 (2021):41–46.

[6] Zhenhuang Guan, Yi Li, Zhichao Lai, Hao Zhou, Jian Qin, Yanbo Wen, Yufan Chen, Ruiyuan Huang, Size effect of concrete based on split Hopkinson pressure bar (SHPB) test, *Construction and Building Materials*, 441 (2024): 137499.

[7] Wen Zhong, Jianwen Pan, Jinting Wang and Chuhan Zhang, Size effect in dynamic splitting tensile strength of concrete: Experimental investigation, *Construction and Building Materials*, 270 (2021): 121449.

[8] M.I. Ihteshaam, Yixuan Jin, Feng Jin, Effect of basalt fiber content on the dynamic tensile properties of rock-filled concrete: Insights from split-hopkinson tensile bar and split-hopkinson pressure bar Brazilian testing, *Results in Engineering*, 27 (2025): 106606.

[9] Xudong Chen, Limei Ge, Jikai Zhou, Shengxing Wu, Dynamic Brazilian test of concrete using split Hopkinson pressure bar, *Materials and Structures*, 50 (2017):1.

[10] Cui Yun-Xiao, Chen Peng-Wan, Cendón David A., Dai Kai-Da, Zhong Fang-Ping, Numerical simulation of dynamic brazilian test of polymer bonded explosive simulant based on cohesive crack model, *China Ordnance Society*, 37-9 (2016): 1639-1645.

[11] V. Rey-de-Pedraza, F. Gálvez, R. Sancho, B. Sanz, Dynamic response of an ultra-high-performance concrete (UHPC), *Journal of Fracture Mechanics*, 3 (2022): 45.

[12] ASTM C496-90, Standard Test Method for Splitting Tensile Strength of Cylindrical Concrete Specimens, *ASTM International*, West Conshohocken, PA, 1990.

[13] L Ren, X Yu, Yu He, Kai Wang, H Yao, Numerical investigation of lateral inertia effect in dynamic impact testing of UHPC using a Split-Hopkinson pressure bar, *Construction and Building Materials*, 246 (2020): 118483.

[14] Changxing Zhu, Weidong Li, and Yeming An, Split Hopkinson Pressure Bar Test and Its Numerical Analysis Based on Transparent Rock Samples, *KSCE Journal of Civil Engineering*, 26-9 (2022): 4128-4135.

[15] J Chen, Da Xiang, Zhihua Wang, Guiying Wu and Genwei Wang, Dynamic tensile strength enhancement of concrete in split Hopkinson pressure bar test, *Advances in Mechanical Engineering*, 10-6 (2018): 1–7.

[16] ASTM International. Standard Test Method for Compressive Strength of Cylindrical Concrete Specimens (ASTM C39/C39M-24).

[17] Ansys, Inc. (2025). ANSYS® Mechanical, Release 2025 R2. Canonsburg, PA, USA.

[18] Ansys, Inc. (2025). ANSYS® Mechanical Release 2025 R2 Help System: Section 3.2.2, Section 8.3.3.1, Section 11.11.2 and Section 11.11.6. ANSYS, Inc.

[19] Bazant, Z.P., & Planas, J. Fracture and Size Effect in Concrete and Other Quasibrittle Materials (1st ed.). *Routledge*, 1998.

[20] A. Hillerborg, M. Modéer, 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(1976): 773-781.

INFLUENCIA DEL CURADO EN AUTOCLAVE EN HORMIGÓN DE ULTRA ALTAS PRESTACIONES CON ADICIONES DE NANO-SÍLICE

J.D. Ruiz Martínez[1], C. J. Carrasco[2], J.D. Ríos[1], Y. Luna Galiano[2], H. Cifuentes[1], C. Leiva[2*]

[1]Departamento de Mecánica de los Medios Continuos y Teoría de las Estructuras, Escuela Técnica Superior de Ingeniería, Universidad de Sevilla, 41092 Sevilla, España. bulte@us.es

[2]Departamento de Ingeniería Química y Ambiental, Escuela Técnica Superior de Ingeniería, Universidad de Sevilla, 41092 Sevilla, España. *cleiva@us.es

RESUMEN

El estudio investiga el efecto combinado de la incorporación de nanosílice (NS) y el curado en autoclave (AC) sobre el desarrollo microestructural y mecánico del hormigón de ultra altas prestaciones (UHPC). Mezclas que contienen de 0 a 7.5 % en peso de NS fueron sometidas a curado estándar (SD) y AC, y caracterizadas mediante microscopía electrónica de barrido (SEM) y porosimetría por intrusión de mercurio (MIP).

El análisis por porosimetría indica que dosificaciones moderadas de NS refinan la estructura de poros. En conjunto, el uso sinérgico de NS (3.5 % en peso) y AC da lugar a una microestructura refinada y estabilizada, lo que explica la mejora observada en el comportamiento mecánico del UHPC (promedio de 16 % en resistencia a compresión y 51 % en resistencia a tracción). Los resultados indican que el curado en AC puede sustituir parcialmente el refuerzo con fibras en UHPC, permitiendo alcanzar niveles de resistencia a compresión y tracción similares a los de sistemas reforzados con fibras, con implicaciones significativas en términos de sostenibilidad y reducción del impacto ambiental.

Palabras clave: Hormigón de ultra alta resistencia; nanosílice; curado hidrotermal; autoclave.

ABSTRACT

This study investigates the combined effect of nanosilica (NS) incorporation and autoclave curing (AC) on the microstructural and mechanical development of ultra-high-performance concrete (UHPC). Mixtures containing 0 to 7.5 wt% NS were subjected to standard curing (SD) and AC, and characterized using scanning electron microscopy (SEM) and mercury intrusion porosimetry (MIP).

Porosimetry analysis indicates that moderate NS dosages refine the pore structure. Overall, the synergistic use of NS (3.5 wt%) and AC results in a refined and stabilized microstructure, which explains the observed improvement in the mechanical behavior of the UHPC (an average of 16% in compressive strength and 51% in tensile strength). The results indicate that AC curing can partially replace fiber reinforcement in UHPC, allowing for compressive and tensile strength levels similar to those of fiber-reinforced systems, with significant implications in terms of sustainability and reducing environmental impact.

KEYWORDS: Ultra-high- strength concrete; nanosilica; hydrothermal curing; autoclave

1. INTRODUCCIÓN

El hormigón es el material de construcción más utilizado globalmente y constituye la base de infraestructuras y edificaciones modernas [1]. En la ingeniería civil contemporánea, existe un interés creciente por desarrollar materiales cementicios más duraderos y sostenibles, con el fin de reducir los costes del ciclo de vida de las estructuras [2]. En este contexto, el Hormigón de Ultra Altas prestaciones (UHPC, por sus siglas en inglés) representa un avance significativo respecto al hormigón convencional, gracias a su elevada resistencia mecánica, baja porosidad y durabilidad superior [1]. La comprensión de los compuestos de hidratación a escala nanométrica, tales como C–S–H, portlandita y etringita, resulta fundamental para mejorar la durabilidad y sostenibilidad de estos materiales [3].

Una estrategia prometedora para optimizar la microestructura del UHPC es la incorporación de nanomateriales, particularmente la NS, la cual actúa mediante efectos de relleno y nucleación [4]. Su tamaño ultrafino permite ocupar vacíos intersticiales entre granos

de cemento, mientras que su elevada área superficial favorece la precipitación de productos de hidratación. La NS reacciona con $Ca(OH)_2$ para formar mayor cantidad de gel C–S–H, densificando la zona de transición interfacial (ITZ) y mejorando la resistencia mecánica, especialmente a edades tempranas [5]. Dado que el C–S–H constituye la fase principal responsable del comportamiento mecánico del hormigón, su formación y organización microestructural son determinantes para la calidad del material [6].

Además de la composición, el régimen de curado influye decisivamente en la microestructura final del UHPC. Debido a sus bajas relaciones agua/aglomerante (w/b < 0.2), el UHPC puede contener fracciones significativas de cemento no hidratado, limitando el desarrollo completo de sus propiedades mecánicas [7]. El curado en autoclave ha sido ampliamente utilizado en la industria de prefabricados, somete el material a condiciones hidrotermales (≈180 ºC y alta presión), acelerando las reacciones de hidratación y promoviendo la formación de fases cristalinas estables [8].

A diferencia del curado estándar, el proceso de autoclave favorece la transformación del C–S–H amorfo en silicato de calcio hidratado altamente cristalino, como la tobermorita, una fase reconocida por su elevada resistencia y estabilidad [8]. Esta transformación proviene de reacciones entre fuentes de calcio y materiales silíceos bajo condiciones hidrotermales. La mayor dureza de estas fases cristalinas explica el comportamiento mecánico superior de los productos en curado autoclave en comparación con aquellos curados en condiciones estándares [9].

Aunque se ha estudiado la sinergia entre UHPC y NS bajo curado estándar, la influencia del curado hidrotermal sobre esta interacción sigue siendo poco comprendida. Por ello, resulta necesario investigar cómo el curado en autoclave afecta la reactividad de la NS y el desarrollo microestructural del UHPC.

El presente estudio tiene como objetivo evaluar la sinergia entre la adición de NS y el curado en autoclave en UHPC sin fibras, con el fin de aislar los efectos del aglomerante. Se analizaron mezclas con diferentes contenidos de NS (0–7.5 %wt respecto al cemento) sometidas a curado estándar y a curado en hidrotérmico en autoclave (180ºC), evaluando su comportamiento mecánico y su microestructura mediante SEM y MIP. Esta investigación busca esclarecer los mecanismos de reacción puzolánica, y refinamiento de la red de poros, proporcionando bases teóricas para optimizar el diseño de UHPC sostenibles y de altas exigencias para aplicaciones prefabricadas.

2. MATERIALES Y MÉTODOS

2.1 Materiales

Se prepararon seis mezclas de UHPC cada una con un contenido diferente de NS como reemplazo parcial del cemento. La formulación de la matriz base se mantuvo constante para todas las mezclas, tal como se resume en la Tabla 1. El cemento fue sustituido por NS en niveles de 0 % (mezcla de referencia, NS-0) y progresivamente en 1.5 %, 2.5 %, 3.5 %, 5 % y 7.5 % para las mezclas designadas como NS-1.5, NS-2.5, NS-3.5, NS-5 y NS-7.5, respectivamente.

Tabla 1. Componentes de la matriz de referencia y proporciones de la mezcla

Componente (kg/m^3)	
Cemento Tipo I 52.5 R/SR	540
Escoria granulada de alto horno	310
Humo de sílice	210
Arena de cuarzo gruesa (< 800 μm)	470
Arena de cuarzo fina (< 315 μm)	470
Superplastificante	43,1
Relación agua/cemento	0,37
Relación agua/aglutinante	0,19

Para cada mezcla, se moldearon seis prismas con dimensiones de 40 × 40 × 160 mm³. Las probetas fueron desmoldadas 24 h después del moldeo, y se aplicaron dos protocolos de curado: (a) curado estándar en agua durante 28 días, y (b) curado en autoclave (AC) a 180 °C y 10 MPa en condiciones de agua saturada durante 8 horas, seguido de curado estándar durante 27 días.

2.2 Métodos experimentales

2.2.1 SEM

Se empleó Microscopía Electrónica de Barrido (SEM), utilizando las capacidades de alta resolución del microscopio Zeiss Sigma 300. Esta técnica permitió una evaluación visual detallada de la morfología del daño observada en fragmentos obtenidos de probetas de hormigón trituradas.

2.2.2 Porosimetría

El análisis de porosimetría se realizó mediante un porosímetro de intrusión de mercurio (MIP) Micromeritics Autopore IV (Norcross, EE. UU.), capaz de medir tamaños de poro en un rango de 7 nm a 150 μm.

2.2.3 Resistencia a compresión

Para cada tipo de mezcla, se ensayaron seis probetas con dimensiones de 80 × 40 × 40 mm³ para determinar la resistencia a compresión de acuerdo con la norma EN 12390-3 [10]. Los ensayos se realizaron utilizando un equipo servo-hidráulico con una capacidad de carga de 3000 kN.

2.2.4 Resistencia a tracción

La determinación de la resistencia a tracción se llevó a cabo mediante un ensayo de flexión en tres puntos sobre probetas prismáticas con dimensiones de 160 × 40 × 40 mm³, siguiendo estrictamente la recomendación RILEM TCM-85 [11]. El principal mecanismo de control del desplazamiento durante el ensayo fue la apertura de boca de fisura (*Crack Mouth Opening Displacement*, CMOD), lo que permitió un seguimiento preciso del comportamiento post-fisuración del material.

3. RESULTADOS

3.1 SEM

El análisis mediante SEM revela una densificación progresiva de la matriz cementicia, distinguiendo claramente el impacto de la NS. La probeta de referencia (NS-0) presenta una estructura relativamente abierta, dominada por hidratos de silicato de calcio y cristales de portlandita (Fig. 1). Tras la introducción del AC (ACNS-0), se hace evidente una transformación morfológica (Fig. 2). el C–S–H característico comienza a reestructurarse hacia configuraciones más compactas. Asimismo, se observan formaciones laminares de tobermorita, lo que indica un refinamiento inicial de la fase aglomerante

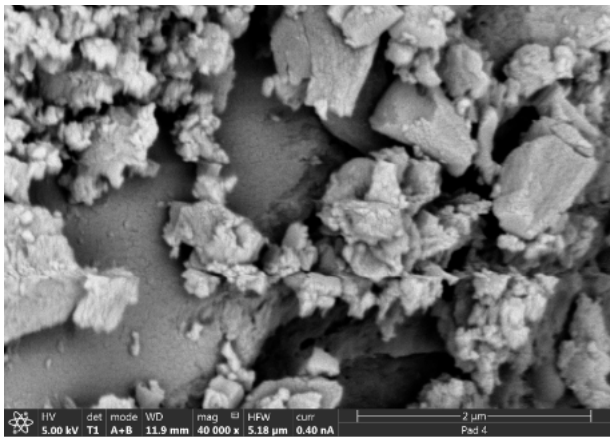


Figura 1. SEM de UHPC sin nanosilice ni autoclave

Estas características microestructurales confirman que el AC impulsa la transformación de productos de hidratación inicialmente amorfos o débilmente cristalinos en hidratos de silicato de calcio más ordenados, dando lugar a una matriz más densa y mecánicamente superior.

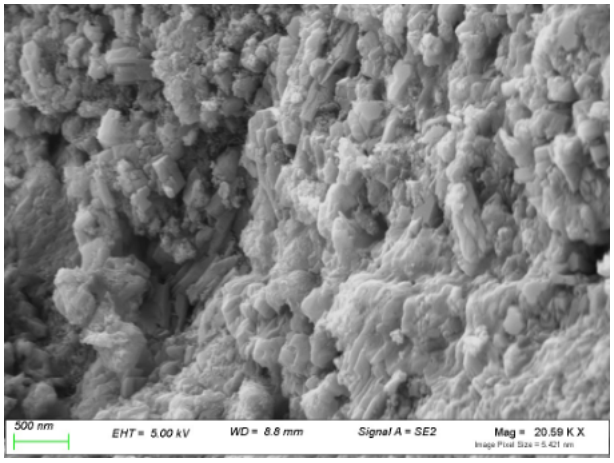


Figura 2. SEM de UHPC sin nanosílice y con autoclave

3.2 Porosimetría

La porosidad es un factor crucial en la determinación de las propiedades mecánicas del hormigón. Una disminución de la porosidad en la matriz de hormigón mejora el área de contacto sólido entre partículas. Como se muestra en la Figura 4, existen cuatro rangos diferentes de poros: poros capilares o de gel (menores de 0.1 µm de diámetro), mesoporos (0.1–1 µm de diámetro), macroporos (1–10 µm de diámetro) y aire ocluido (mayor de 10 µm de diámetro). Los poros dentro del rango de 10–300 µm son particularmente perjudiciales para la integridad mecánica del material compuesto, ya que facilitan la propagación de fisuras a través de redes interconectadas. En contraste, los poros de gel menores de 0.01 µm presentan un impacto menor en el comportamiento mecánico global.

La incorporación de NS produce una reducción sustancial de la porosidad total, específicamente en los rangos de macroporos y aire ocluido, en comparación con la muestra de referencia (NS-0). Este refinamiento está impulsado por los efectos sinérgicos de relleno y nucleación de las nanopartículas, que proporcionan superficies adicionales para la precipitación de productos de hidratación y aceleran la reacción en etapas tempranas [12]. Las partículas de NS no reaccionadas, con una distribución de tamaño observada entre 0.01 y 0.2 µm, intensifican el efecto de relleno al ocupar los vacíos intersticiales dentro de la matriz.

Cuando el AC se combina con NS, la matriz resultante presenta una reducción adicional del diámetro de poro y un menor volumen de poros grandes, lo que conduce a una microestructura significativamente más densa.

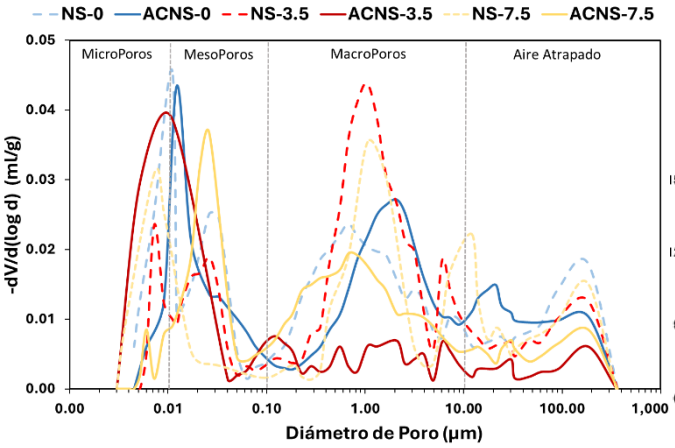


Figura 3. Resultados de Porosimetría de diferentes UHPC con adiciones de NS bajo curado estándar y AC.

Si bien el UHPC alcanza naturalmente altas resistencias, la adición de NS optimiza la matriz al refinar tanto la micro- como la meso-porosidad mediante el efecto combinado de relleno y reacción química. Cabe destacar que la probeta ACNS-3.5 presentó la menor porosidad total, desviándose de una tendencia lineal. La dosificación de NS debe optimizarse cuidadosamente, ya que el aumento del contenido de NS incrementa notablemente la viscosidad de la matriz de UHPC, lo que incrementa la porosidad que se obtiene tras el mezclado y vertido en el molde. En consecuencia, las mezclas con altos contenidos de NS tienden a una mayor cantidad de aire ocluido, lo que conduce a un aumento del volumen de macroporos atrapados en el estado endurecido.

3.3 Resistencia a la compresión

Los resultados de resistencia a compresión, ilustrados en la Figura 8, demuestran una clara superioridad del AC sobre el SD en todas las formulaciones. El comportamiento más significativo se observó en la mezcla ACNS-3.5, que alcanzó una resistencia máxima a compresión de 144.2 MPa. Esto representa una mejora del 22 % respecto a su muestra correspondiente curada en SD, constituyendo la mayor ganancia diferencial entre todas las mezclas ensayadas.

Las tendencias mecánicas observadas concuerdan estrechamente con los resultados de porosimetría mostrados en la Figura 7. El AC promueve la cristalización de los productos de hidratación, generando mayor cantidad de gel C–S–H y tobermorita, lo que rellena eficazmente los macroporos, dando lugar a una matriz más densa y compacta capaz de soportar cargas más elevadas. En este contexto, el comportamiento superior de la mezcla ACNS-3.5 es coherente con su menor porosidad total registrada, lo que indica una sinergia óptima entre el efecto de nucleación de la NS y la formación hidrotermal de fases cristalinas.

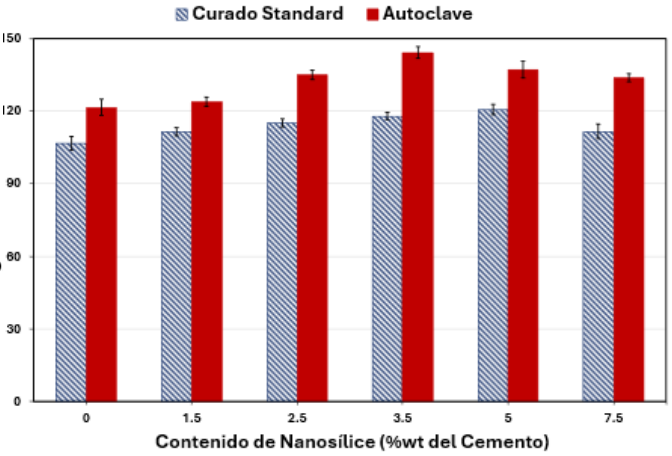


Figura 4. Resultados de resistencia a compresión de cada mezcla.

Los resultados indican la existencia de un contenido óptimo de NS cercano al 3.5 %, más allá del cual la capacidad de las nanopartículas para refinar adicionalmente la estructura de poros se reduce. Esta interpretación está respaldada por los resultados de porosimetría, donde contenidos elevados de NS condujeron a una mayor acumulación de macroporosidad, demostrando que dosificaciones superiores no necesariamente generan incrementos proporcionales en la resistencia.

Cabe destacar que la resistencia media a compresión de 144.2 MPa alcanzada en este estudio es particularmente notable considerando que la formulación de UHPC no incorpora fibras de refuerzo (por ejemplo, acero o carbono). A pesar de la ausencia de fibras, la resistencia medida se aproxima a valores reportados para sistemas de UHPC reforzados con fibras. Este aspecto resulta especialmente relevante desde una perspectiva de sostenibilidad, ya que los estudios de evaluación del ciclo de vida han demostrado que las fibras contribuyen de manera significativa a las emisiones incorporadas asociadas.

3.4 Resistencia a la Tracción

La Figura 5 ilustra la influencia del contenido de NS y del régimen de curado sobre la resistencia a tracción del UHPC. Se observa una mejora clara asociada al AC en todas las composiciones en comparación con el SD, lo que pone de manifiesto la elevada eficacia de las condiciones hidrotermales para mejorar el comportamiento a tracción.

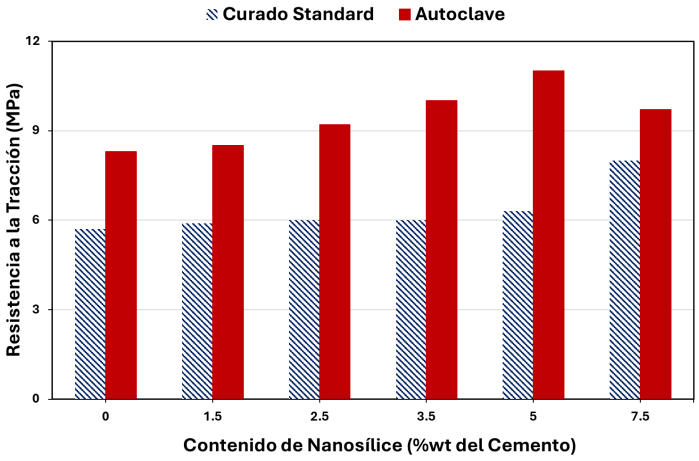


Figura 5. Resultados de resistencia a tracción de cada mezcla.

Entre las mezclas curadas en autoclave, la resistencia a tracción aumentó progresivamente con el contenido de NS hasta 5.0 % en peso, siendo la composición ACNS-5.0 la que exhibió el mejor comportamiento (11.1 MPa). La mezcla ACNS-5.0 alcanzó un incremento aproximado del 75 % en la resistencia a tracción en relación con la mezcla de referencia curada en autoclave (ACNS-0: 8.30 MPa), lo que indica un efecto sinérgico sustancial entre la adición de NS y el AC.

Al contrastar estos resultados con los datos de resistencia a compresión, se identifica una tendencia general similar, aunque el contenido óptimo de NS difiere ligeramente. Mientras que la resistencia a tracción alcanzó su máximo con 5.0 % en peso de NS bajo AC, la resistencia a compresión llegó a su valor máximo con 3.5 % en peso de NS. Esta comparación sugiere que ambas propiedades mecánicas se benefician de la incorporación de NS hasta un rango umbral comprendido entre 3.5 y 5.0 % en peso, más allá del cual la eficacia de la adición adicional de NS se satura. La divergencia en la dosificación óptima refleja las diferentes sensibilidades del comportamiento a tracción y compresión frente al refinamiento microestructural y al desarrollo de la estructura de poros. Más allá de esta dosificación, se observa una inversión de la tendencia, ya que la resistencia a tracción disminuye para la mezcla ACNS-7.5. Este comportamiento es coherente con observaciones reportadas en estudios previos [6], donde contenidos excesivos de NS se asociaron con una menor trabajabilidad y un aumento de la viscosidad durante la preparación de la mezcla fresca. A nivel microestructural, dicha saturación de NS puede promover una formación excesiva de gel C–S–H que, si bien resulta beneficiosa para la rigidez a edades tempranas, puede dificultar el adecuado relleno de poros y la compactación, limitando en última instancia el comportamiento a tracción.

4. CONCLUSIONES

Un análisis detallado del UHPC con distintos niveles de NS, bajo condiciones de curado Estándar y en AC, permitió identificar los siguientes hallazgos principales:

- Se demuestra un claro efecto sinérgico entre la adición de nanosílice y el curado en autoclave en UHPC, promoviendo la hidratación del cemento no reaccionado mediante la transformación de productos de hidratación amorfos (C–S–H) en fases altamente cristalinas y mecánicamente superiores, particularmente tobermorita. Este proceso conduce a una densificación significativa de la matriz, confirmada mediante análisis SEM.
- El curado en autoclave mejora consistentemente la eficiencia mecánica del UHPC, generando incrementos promedio del 16 % en la resistencia a compresión y del 51 % en la resistencia a tracción en comparación con el curado estándar, incluso en ausencia de refuerzo con fibras.
- Se identifica un desplazamiento en el contenido óptimo de nanosílice bajo condiciones de curado hidrotermal, siendo aproximadamente 3.5 % en peso el valor que maximiza la resistencia a compresión y un rango de 3.5–5.0 % en peso el óptimo para la resistencia a tracción, difiriendo de las tendencias observadas bajo regímenes de curado convencionales.
- La mezcla ACNS-3.5 presenta el mejor equilibrio entre microestructura y eficiencia mecánica, alcanzando una resistencia máxima a compresión de 144.2 MPa, directamente asociada con la menor porosidad total y una distribución refinada del tamaño de poro, confirmada mediante MIP.
- Dosificaciones excesivas de nanosílice (>5 % en peso) bajo curado en autoclave conducen a rendimientos mecánicos decrecientes, debido a la sobresaturación del efecto de nucleación y a la disminución de la trabajabilidad en estado fresco.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean expresar su agradecimiento al Ministerio de Ciencia e Innovación por la financiación recibida a través del proyecto PID2023-147971OB-C32, cuyo apoyo ha sido fundamental para el desarrollo del presente trabajo.

REFERENCIAS

[1] J.D.R. Martínez, J.D. Ríos, H. Cifuentes, C. Leiva, Multi-Scale Toughening of UHPC: Synergistic

Effects of Carbon Microfibers and Nanotubes, Fibers 13 (2025). https://doi.org/10.3390/fib13040049

[2] K. Janković, S. Stanković, D. Bojović, M. Stojanović, L. Antić, The influence of nano-silica and barite aggregate on properties of ultra high performance concrete, Constr. Build. Mater. 126 (2016) 147–156. https://doi.org/10.1016/J.CONBUILDMAT.2016.09.026

[3] Q. Chen, H. Wang, Z. Jiang, H. Zhu, J. Ju, Z. Yan, Reaction-degree-based multi-scale predictions for the effective properties of ultra-high-performance concrete, Mag. Concr. Res. 73 (2021) 853–864. https://doi.org/10.1680/jmacr.19.00415

[4] J.D. Ruiz Martínez, J.D. Ríos, E.M. Pérez-Soriano, H. Cifuentes, C. Leiva, Effect of nano silicon nitride on the microstructural characteristics and mechanical properties of ultra-high-performance steel fiber reinforced concrete, Mater. Struct. 58 (2025) 103. https://doi.org/10.1617/s11527-025-02634-9

[5] X.M. Aretxabaleta, J. López-Zorrilla, C. Labbez, I. Etxebarria, H. Manzano, A potential C-S-H nucleation mechanism: atomistic simulations of the portlandite to C-S-H transformation, Cem. Concr. Res. 162 (2022) 106965. https://doi.org/10.1016/J.CEMCONRES.2022.106965

[6] J.D. Ríos, G. Ruiz, D.C. González, H. Cifuentes, M.A. Vicente, R. Yu, C. Leiva, Nanosilica synergy: unveiling the strength and fracture mechanisms in advanced concrete composites, Materiales de Construcción 75 (2025). https://doi.org/10.3989/mc.2025.381724

[7] S. Zhao, W. Sun, Nano-mechanical behavior of a green ultra-high performance concrete, Constr. Build. Mater. 63 (2014) 150–160. https://doi.org/10.1016/J.CONBUILDMAT.2014.04.029

[8] T. Chen, X. Gao, M. Ren, Effects of autoclave curing and fly ash on mechanical properties of ultra-high performance concrete, Constr. Build. Mater. 158 (2018) 864–872. https://doi.org/10.1016/J.CONBUILDMAT.2017.10.074

[9] G. Zhang, G.F. Peng, X.Y. Zuo, X.J. Niu, H. Ding, Adding hydrated lime for improving microstructure and mechanical properties of mortar for ultra-high performance concrete, Cem. Concr. Res. 167 (2023) 107130. https://doi.org/10.1016/J.CEMCONRES.2023.107130

[10] European Committee for Standardization (CEN), EN- 12390-3: Testing hardened concrete - Part 3: Compressive strength of test specimens, Brussels, Belgium, 2020.

[11] RILEM TCM-85, Determination of the fracture energy of mortar and concrete by means of three-point bend tests on notched beams, https://doi.org/10.1007/BF02472918, 1985.

[12] H. Li, H.G. Xiao, J. Yuan, J. Ou, Microstructure of cement mortar with nano-particles, Compos. B Eng. 35 (2004) 185–189. https://doi.org/10.1016/S1359-8368(03)00052-0.

TÉCNICAS EXPERIMENTALES

CARACTERIZACIÓN EXPERIMENTAL DE LA CONDUCTIVIDAD ELÉCTRICA EN UN ACERO X60 Y MODELADO PHASE FIELD DEL CRECIMIENTO APARENTE DE GRIETA MEDIDO MEDIANTE DCPD

R. Rodríguez-Aparicio[1*], I.I. Cuesta[1], J. M. Alegre[1], A. Díaz[1].

[1]Universidad de Burgos. Escuela Politécnica Superior. Av Cantabria s/n, 09006, Burgos, Spain.
[*] Persona de contacto: rraparicio@ubu.es

RESUMEN

La medición del crecimiento de grieta en ensayos de tenacidad a fractura mediante el método del *Direct Current Potential Drop* (DCPD) es una técnica comúnmente empleada, especialmente cuando el uso de extensometría convencional está limitado o cuando se requiere monitorizar la grieta continuamente. No obstante, la señal eléctrica registrada mediante DCPD se ve influenciada por la deformación del material, introduciendo un incremento aparente que no está asociado a un avance real de la grieta.

Con el objetivo de cuantificar ese incremento, se ha caracterizado experimentalmente la influencia de la deformación (elástica y plástica) sobre la conductividad eléctrica de un acero X60. Estos resultados se han implementado en un novedoso modelo numérico que permite simular de forma acoplada plasticidad, crecimiento de grieta mediante phase field y la evolución del potencial eléctrico. Una nueva contribución es el uso de funciones de degradación para la conductividad en función del phase field. Las simulaciones realizadas permiten identificar exactamente el inicio del crecimiento real de grieta mediante un criterio cuantitativo, en contraste con los métodos gráficos propuestos en la norma ASTM E1820. Asimismo, se concluye que el incremento aparente del DCPD está dominado principalmente por el efecto de la deformación elástica sobre la conductividad eléctrica.

PALABRAS CLAVE: DCPD, conductividad eléctrica, deformación elástica, deformación plástica, phase field

ABSTRACT

Crack growth measurement in fracture toughness tests using the Direct Current Potential Drop (DCPD) method is a commonly used technique, especially when the use of conventional extensometry is limited or when continuous crack monitoring is required. However, the electrical signal recorded by DCPD is influenced by the deformation of the material, introducing an apparent increase that is not associated with a real advance of the crack.

In order to quantify this increase, the influence of deformation (elastic and plastic) on the electrical conductivity of an X60 steel has been experimentally characterized. These results have been implemented in a novel numerical model that allows simulating plasticity, crack growth by phase field and the evolution of the electric potential. A new contribution is the use of degradation functions for conductivity as a function of the phase field. The simulations carried out allow to identify exactly the beginning of the real crack growth by means of a quantitative criterion, in contrast to the graphic methods proposed in the ASTM E1820 standard. Likewise, it is concluded that the apparent increase in DCPD is mainly dominated by the effect of elastic deformation on electrical conductivity.

KEYWORDS: DCPD, electrical conductivity, plastic deformation, elastic deformation, phase field

1. INTRODUCCIÓN

Para comprobar la integridad estructural de los materiales, el método de caída de potencial de corriente continua (Direct Current Potential Drop, DCPD) es una opción ampliamente utilizada para medir el crecimiento de grietas [1]. Además, este método puede emplearse en entornos extremos como hidrógeno a altas presiones, ambientes corrosivos y altas temperaturas donde el uso de un extensómetro está restringido.

Este método consiste en una técnica no destructiva utilizada para detectar y monitorizar grietas en materiales conductores, midiendo los cambios en el potencial eléctrico causados por discontinuidades (grietas) en diferentes tipos de muestras. La revisión de Y. Si, et al [1] menciona numerosas ventajas sobre el uso de esta técnica, como alta precisión, capacidad de medición continua, facilidad de instalación y su uso en entornos extremos sin necesidad de acceso visual. También se analiza el uso de los tres métodos principales para

obtener curvas de calibración; analítico como la fórmula de Johnson [2], numérico (desarrollado a partir de análisis por elementos finitos) [3] y experimental. Estas curvas se utilizan para traducir la diferencia de potencial en tamaño de grieta.

La norma ASTM E1820 [4], centrada en determinar la tenacidad a la fractura en materiales metálicos, utiliza el DCPD como técnica complementaria para detectar la iniciación y posterior propagación de grietas. Uno de los retos en la aplicación de esta norma es la determinación fiable del inicio del crecimiento de grietas. Según Tarnowski et al. [5], un problema crítico del DCPD es la generación de una aparente extensión de grietas debido a una deformación plástica antes de que ocurra una fractura real.

Solo un número limitado de estudios ha abordado cómo la deformación plástica reduce la conductividad eléctrica. W. Cai et al. [6] obtuvieron experimentalmente cómo cambiaba la conductividad para diferentes probetas deformadas plásticamente en un acero al carbono. Los resultados de las conductividades eléctricas no cambiaron significativamente con el aumento de la deformación plástica en ese determinado material.

Estas observaciones subrayan la necesidad de estudiar la influencia de la deformación plástica en la respuesta eléctrica. Las simulaciones multifísicas ofrecen una herramienta eficaz para afrontar este desafío. Quinteros et al. [7] propusieron una formulación que integra enfoques de fractura de campo de fase (phase-field) en modelos mecánicos-eléctricos acoplados. Se incluyó una función exponencial de dos parámetros para aumentar la resistividad local a medida que el material se fractura.

El objetivo de esta investigación es distinguir entre el crecimiento real de grietas y lo que el DCPD está efectivamente detectando. Se realizó un conjunto de simulaciones en las que mediante phase-field se acoplaron las físicas de mecánica, fractura y eléctrica. El modelo de fractura de phase-field se calibró utilizando la curva experimental de un ensayo de fractura realizado una probeta CT. Se obtuvieron datos empíricos sobre cómo la deformación elástica y plástica afecta a la conductividad eléctrica. Estos datos se incluyeron en las simulaciones para diferenciar entre la señal del crecimiento real de la grieta y la disminución de la conductividad eléctrica debido a la deformación.

2. MATERIALES Y MÉTODOS

2.1. Material

El material utilizado es un acero X60 de un tramo de tubería que ha estado en servicio facilitado por Enagás. Solo el material base se ha considerado en el estudio. Las probetas de tracción y de fractura (CT) se extrajeron de la orientación crítica de la tubería, es decir, de la circunferencial. Las probetas planas, sin embargo, se extrajeron de la orientación longitudinal de la tubería debido a que se necesitaban muestras más largas para las mediciones de conductividad (Figura 1).

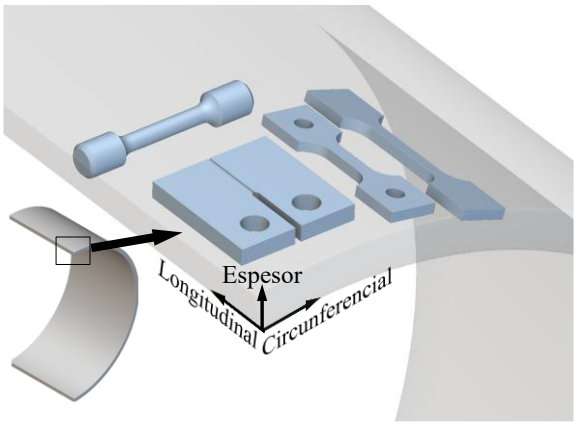


Figura 1. Orientación de las probetas en la tubería.

2.2. Preparación de probetas

Se prepararon 4 tipos de probetas para los ensayos:

a) Ensayo de tracción, probeta cilíndrica de 6 mm de diámetro.
b) Medidas de conductividad con niveles de deformación plástica, 5 probetas planas con una sección inicial de 5 mm de ancho y 4 mm de espesor, y una zona plana de 30 mm.
c) Medidas de conductividad con niveles de deformación elástica, 1 probeta plana con una sección inicial de 5 mm de ancho y 4 mm de espesor, y una zona plana de 15 mm. Se mecanizaron 4 agujeros para introducir cables de plata. 2 de ellos de 0.8 mm de diámetro para introducir corriente y otros 2 agujeros de 0.5 mm para medir el voltaje. Esta probeta es más pequeña debido a que tiene que caber en un autoclave.
d) Ensayo de fractura, una probeta CT de W = 25.4 mm y B = 6.35 mm con entallas laterales de 60º y radio 0.2 mm. Se prefisuró a 12.7 mm según la norma ASTM E1820. Se mecanizaron 4 agujeros para introducir corriente y medir voltaje.

2.3. Tracción y probetas deformadas plásticamente

Se ha utilizado una MTS 820 con una célula de carga de 250 kN y un extensómetro para obtener la curva tensión-deformación del material. La misma configuración se ha utilizado para deformar plásticamente las probetas hasta un 5%, 10%, 15% y 20%.

2.4. Método de medida de conductividad

La conductividad eléctrica σ_e de un metal cambia en función de su deformación. El objetivo de este artículo es cuantificar cuánto se modifica la conductividad frente a la deformación elástica $\sigma_e(\varepsilon_{elas})$ y plástica $\sigma_e(\varepsilon_{plas})$. La combinación de estos dos efectos proporciona la variación global de la conductividad en función de la deformación total, eq. (1).

$$\sigma_e(\varepsilon) = \sigma_e(\varepsilon_{elas}) + \sigma_e(\varepsilon_{plas}) \quad (1)$$

Para las medidas de conductividad, se ha utilizado el método de las sondas en 4 puntos (4-point probe) con una fuente de corriente KEYSIGHT N5744A y un nanovoltímetro KEITHLEY 2182A. Este método, también conocido como el método de Kelvin (Figura 2), consiste en introducir una corriente continua conocida, *I*, en los dos extremos de una probeta y medir el voltaje, *V*, en la zona central con otras dos sondas midiendo la distancia, *L*, que las separa. El área central debe ser constante para que las líneas de corriente sean paralelas y no haya efectos geométricos sobre la medida.

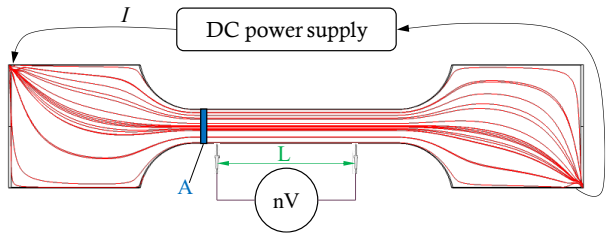


Figura 2. Diagrama para la medida de conductividad. Las líneas rojas representan la corriente eléctrica.

Para el cálculo de la conductividad, se parte de la ley de Ohm (2) para calcular la resistencia, *R* medida en Ω, a partir de la corriente introducida, *I* en A, y del voltaje medido, *V* en V.

$$V = I \cdot R \tag{2}$$

Para calcular la resistividad eléctrica del material ρ según la expresión (3), hay que considerar la sección A del área medida, la longitud L que separa las sondas de tensión y la resistencia previamente calculada R.

$$\rho = R \cdot \frac{A}{L} \tag{3}$$

La resistividad, ρ, se mide en Ω·m y su inversa, es la conductividad eléctrica, σ_e, medida en S/m (4).

$$\sigma_e = \frac{1}{\rho} \tag{4}$$

2.4.1. Medidas de conductividad con diferentes niveles de deformación plástica

Para estas medidas solo se necesitó la fuente de corriente y el nanovoltímetro. Se utilizó una cámara climática para mantener la temperatura constante a 24ºC durante las medidas. Con los valores de voltaje para una intensidad de 1A, la longitud entre sondas y el área de cada muestra, la conductividad eléctrica se obtuvo mediante las ecuaciones (2), (3) y (4).

2.4.2. Medidas de conductividad con diferentes niveles de deformación elástica

En este caso, a parte de la fuente de corriente y el nanovoltímetro, una máquina de tracción de Cortest se utilizó para aplicar una carga mientras se medía la conductividad. Esta máquina tiene una célula de carga de 44 kN y un autoclave para mantener la temperatura constante hasta 300ºC. La probeta fue aislada del utillaje con casquillos cerámicos y los cables de plata se aseguraron en los agujeros mediante un punzón que deforma el agujero para anclar el cable sin necesidad de soldar.

El ensayo consistía en escalonar la fuerza, es decir, la fuerza se mantenía constante durante 3 min mientras el DCPD registraba datos, después se aplicaba una fuerza mayor. Todas las medidas se realizaron por debajo del límite elástico. En esta máquina solo se medía la fuerza, por lo tanto, la deformación se obtuvo relacionando el ensayo de tracción (5) realizado con extensómetro en la sección 2.3.

$$\sigma = \frac{F}{A} \rightarrow \sigma(\varepsilon) \rightarrow \varepsilon \tag{5}$$

Para el cálculo de conductividad eléctrica en función de la deformación elástica, se tuvo en cuenta el coeficiente de Poisson y la deformación axial. Para calcular la longitud real entre los cables de DCPD (L), se multiplicó la longitud inicial (L_0) por la deformación axial (ε) (la deducida de la curva tensión-deformación) según (6).

$$L = L_0 + L_0 \cdot \varepsilon \rightarrow L = L_0 \cdot (1 + \varepsilon) \tag{6}$$

Para calcular el área real (A) de la probeta a cualquier nivel de deformación, se calculó la deformación transversal usando el coeficiente de Poisson según (7). Para este acero, se asumió un coeficiente $\nu = 0.3$. El área se afecta de forma cuadrática por la deformación transversal al estar compuesta de dos longitudes (8).

$$\nu = -\frac{\varepsilon_{transversal}}{\varepsilon} \tag{7}$$

$$A = A_0 \cdot (1 + \varepsilon_{transversal})^2 \tag{8}$$

Luego, la resistividad eléctrica y la conductividad se calculan como las ecuaciones (3) y (4) con la longitud y área modificadas, L y A, respectivamente

2.5. Simulaciones

Las simulaciones se realizaron en el entorno de COMSOL Multiphysics versión 6.3. Se realizó un estudio dependiente del tiempo para un mejor control de la solución de salida. El modelo queda definido en [8]. Las propiedades de fractura que se obtuvieron calibrando el modelo con el ensayo de fractura experimental son: $G_c^0 = 30\ MPa \cdot mm;\ \beta_p = 0.1;\ \ell_c = 0.13\ mm.$

2.5.1. Propiedades mecánicas y de fractura

Por simplicidad, se utilizó un modelo isotrópico de material. Para la parte mecánica, se incluyó un modelo de plasticidad introduciendo la curva tensión-deformación experimental obtenida del ensayo de tracción. Las propiedades de fractura se ajustaron para que la curva simulada del ensayo de fractura fuera igual que la

experimental. El avance de grieta se midió considerando que un elemento está completamente dañado a partir de un valor de ϕ = 0.95.

2.5.2. Propiedades eléctricas

La novedad de este artículo reside en combinar y degradar las propiedades eléctricas con el avance de grieta mediante phase field. Para ello, se adoptó una función sigmoidal como función de degradación (9). El objetivo de esta función es reducir la conductividad eléctrica una vez superado un umbral de daño, asegurando una transición suave y físicamente consistente entre los estados no dañados y completamente dañados.

$$g_{el} = \frac{1}{1 + e^{\alpha \cdot (\phi - \phi_0)}} \quad (9)$$

Los parámetros α y ϕ_0 controlan la forma de la función de degradación (Figura 3). La variable α define la pendiente de la curva, cuanto mayor es el valor, mayor es la pendiente. El umbral donde la función se hace 0.5 es definido por ϕ_0.

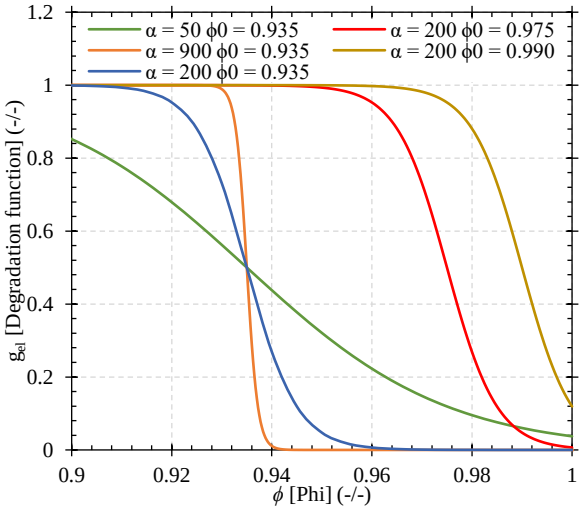


Figura 3. Función de degradación de la conductividad eléctrica con diferentes parámetros α and ϕ_0.

La Figura 4 muestra como las líneas de corriente bordean la zona de la grieta gracias a la función de degradación.

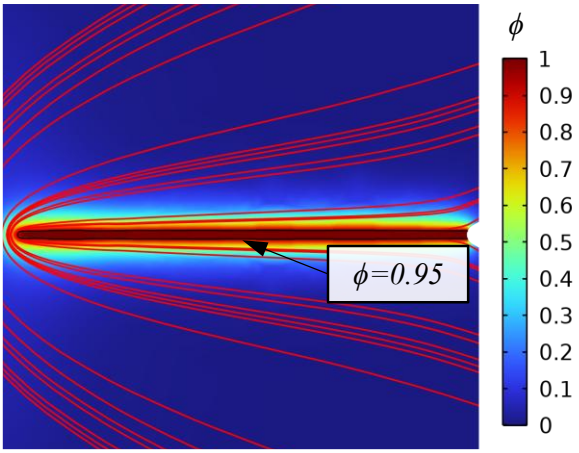


Figura 4. Líneas de corriente alrededor de la grieta.

Para calibrar estos parámetros, se realizaron 2 tipos de simulaciones en 2D. En la primera simulación se hacía crecer la grieta de forma paramétrica (en la geometría) y se media la señal del DCPD para diferentes tamaños. En la segunda simulación se implementó la fractura mediante phase-field con la aproximación de deformación plana y sin introducir ningún efecto de la deformación en la conductividad. Debido a que tampoco hay deformaciones fuera del plano, todo el incremento de señal en el DCPD se debe al crecimiento de grieta. Se graficó la señal del DCPD frente al crecimiento de grieta como en la Figura 5 y se obtuvo como mejor configuración que α = 200 y ϕ_0 = 0.935.

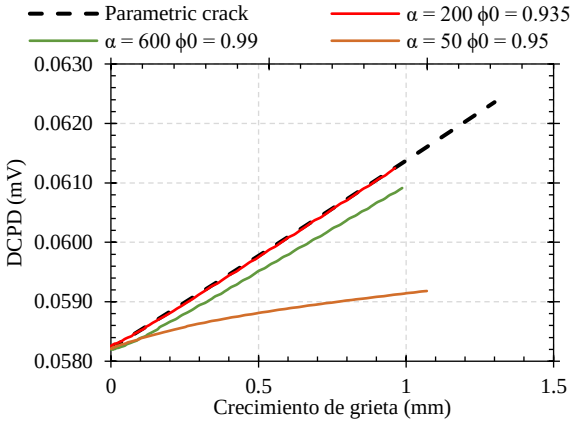


Figura 5. DCPD en función del crecimiento de grieta en una simulación 2D paramétrica y en phase-field.

Una vez calibrado el modelo, se llevaron a cabo 4 simulaciones diferentes en 3D variando el efecto de la deformación sobre la conductividad:

- Sim 1: La deformación no afecta la conductividad
- Sim 2: Deformación plástica afecta la conductividad
- Sim 3: Deformación elástica afecta la conductividad
- Sim 4: Deformación elástica y plástica afectan a la conductividad.

3. RESULTADOS

3.1. Ensayo de tracción

Del ensayo de tracción se obtuvo la curva tensión-deformación ingenieril. La curva real se determinó a partir de la curva ingenieril y se utilizó posteriormente en la simulación.

3.2. Resultados de conductividad eléctrica

3.2.1. Conductividad vs deformación plástica

La Figura 6 ilustra los resultados de las mediciones de conductividad normalizadas con el efecto de la tensión plástica. La conductividad del acero X60 sin deformación a 24ºC es de 4.861×10^{-6} S/m. Se observa una disminución lineal a medida que aumenta la

deformación plástica. Se ha tomado la ecuación de la línea de tendencia para introducir en la simulación el efecto de la deformación sobre la conductividad.

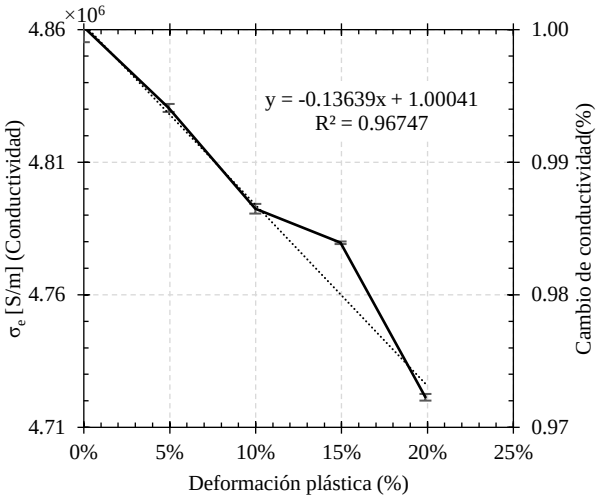


Figura 6. Conductividad vs deformación plástica.

3.2.2. Conductividad vs deformación elástica

La Figura 7 presenta los resultados de las mediciones de conductividad con el efecto de la deformación elástica. El efecto de la contracción geométrica ha sido tenido en cuenta ya que se ha considerado el cambio de sección y longitud en los cálculos de la conductividad, (6) y (8). Los valores representados se normalizan porque la muestra es más pequeña y el valor absoluto puede verse afectado por los agujeros usados para conectar los hilos de plata. Las mediciones se realizaron por debajo del límite elástico, asegurando que la probeta permaneciera dentro del régimen elástico. Se realizó la media de dos ensayos y se ajustó un polinomio de segundo orden para extrapolar los resultados a niveles de deformación elástica más altos en la simulación.

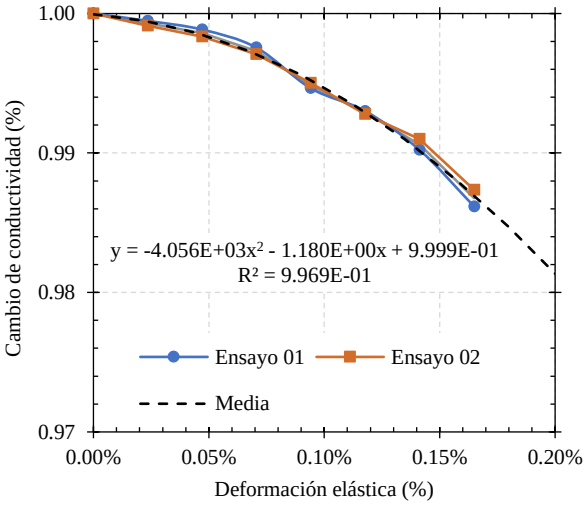


Figura 7. Conductividad vs deformación elástica.

3.2.3. Conductividad vs deformación total

Tomando las ecuaciones de las líneas de tendencia de los resultados de la deformación plástica y elástica y sumándolas, se obtiene un nuevo conjunto de datos de conductividad frente a la deformación total. Esos datos se representan gráficamente en la Figura 8.

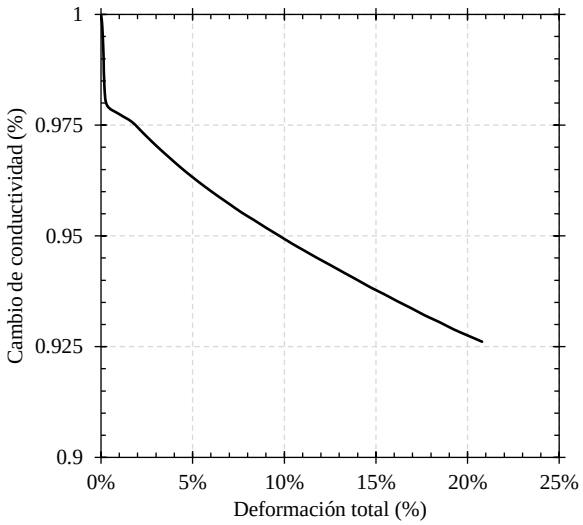


Figura 8. Cambio de conductividad vs deformación total.

3.3. Ensayo experimental y simulación

3.3.1. Comparación entre ensayo y simulación

La Figura 9 muestra la carga frente al desplazamiento de la línea de carga (load line displacement, LLD) de la prueba experimental y las simulaciones. Un valor de ℓ_c menor supone un comportamiento más dúctil. La comparación muestra que los parámetros de fractura se ajustaron para simular el mismo comportamiento mecánico que en el ensayo experimental.

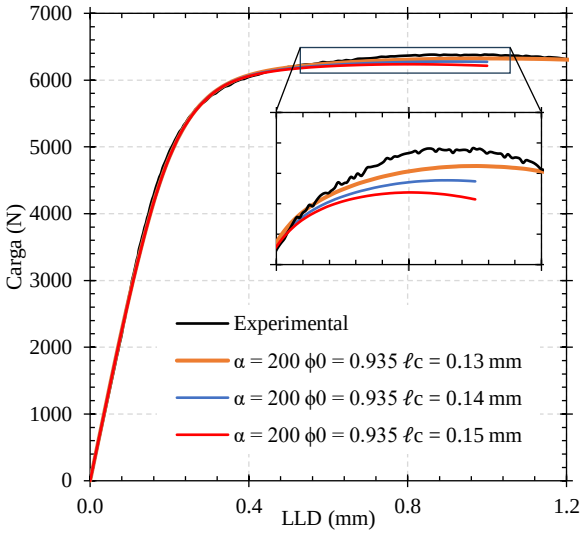


Figura 9. Carga vs LLD simulado frente a experimental.

3.3.2. Simulaciones de la señal del DCPD

En la Figura 10 se comparan las 4 curvas de las simulaciones que se han realizado y una más del ensayo experimental. Se presenta el crecimiento de la señal del

DCPD frente al LLD y se observa cómo hay una gran influencia de la deformación en el DCPD.

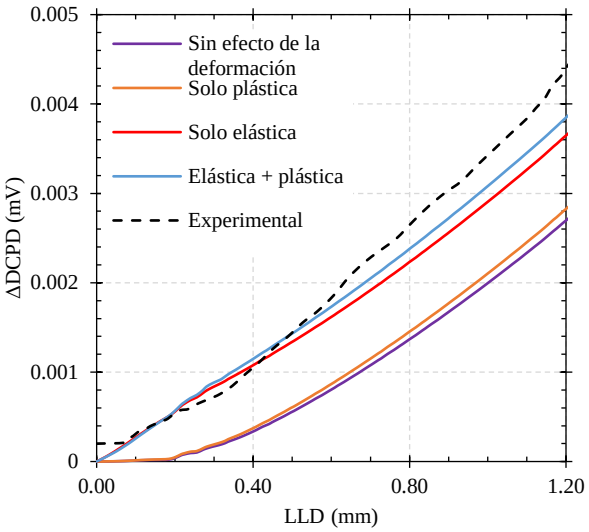


Figura 10. Simulaciones con diferentes efectos de la deformación sobre la conductividad.

La curva negra es la simulación del ensayo de fractura sin que la deformación afecte al valor de la conductividad, por lo tanto, la mayor parte del incremento de la señal del DCPD es debido al crecimiento de grieta, el cual comienza en un LLD = 0.2 mm. Hay que tener en cuenta que una pequeña parte del incremento del DCPD también es debido a la contracción geométrica, por lo tanto, al reducirse la sección debido a la deformación, el DCPD también aumenta. La curva naranja se corresponde con la simulación en la que solo la deformación plástica modifica el valor de la conductividad, se observa un pequeño incremento del DCPD cuando la grieta ya ha comenzado a crecer comparándolo con la curva negra, sin embargo, no hay un incremento apreciable antes de que la grieta comience a crecer. La curva roja es la simulación en la que solo la deformación elástica modifica el valor de la conductividad. Como se puede apreciar, la señal del DCPD va aumentando desde el inicio, al igual que en el ensayo experimental. Por lo tanto, es evidente que hay una gran influencia de la deformación elástica sobre la señal del DCPD. Por último, la curva azul es la simulación en la que la conductividad se ve afectada por la deformación total (elástica y plástica). La señal del DCPD crece ligeramente más que la simulación con el efecto de la deformación solo elástica. Esta última curva es la más cercana al ensayo experimental.

4. CONCLUSIONES

Las principales conclusiones son:

- El efecto de la deformación plástica y elástica en la conductividad eléctrica ha sido cuantificado experimentalmente.
- La conductividad se reduce de forma lineal a medida que la deformación plástica aumenta.
- La conductividad se reduce de forma cuadrática cuando la deformación elástica aumenta.
- Se ha desarrollado un modelo numérico que acopla mecánica, fractura mediante phase-field y corrientes eléctricas.
- La simulación concluye que el crecimiento inicial de la señal del DCPD es debido al efecto de la deformación elástica sobre la conductividad.

AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen la financiación de la Unión Europea (ERC-StG-2024, HELMet, 101165414). Este trabajo también ha sido financiado por la Junta de Castilla y León a través del proyecto Safe H2 (BU-040-P23) cofinanciados con fondos FEDER.

REFERENCIAS

[1] 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.

[2] H.H. Johnson, Calibrating the Electric Potential Method for Studying Slow Crack Growth, Materials Research and Standards 5 (1965) 442–445. https://doi.org/https://ci.nii.ac.jp/naid/10029758676.

[3] M.A. Hicks, A.C. Pickard, A comparison of theoretical and experimental methods of calibrating the electrical potential drop technique for crack length determination, 1982.

[4] ASTM, ASTM E1820, Standard Test Method for Measurement of Fracture Toughness, 2020.

[5] 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.

[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.

[7] L. Quinteros, E. García-Macías, E. Martínez-Pañeda, Electromechanical phase-field fracture modelling of piezoresistive CNT-based composites, Comput. Methods Appl. Mech. Eng. 407 (2023). https://doi.org/10.1016/j.cma.2023.115941.

[8] A. Díaz, J.M. Alegre, I.I. Cuesta, E. Martínez-Pañeda, A COMSOL framework for predicting hydrogen embrittlement, Part II: Phase field fracture, Eng. Fract. Mech. 319 (2025). https://doi.org/10.1016/j.engfracmech.2025.111008.

CARACTERIZACIÓN MECÁNICA Y ELECTROQUÍMICA DE CUERDAS METÁLICAS: DE LA CORROSIÓN SUPERFICIAL A LA PÉRDIDA DE RIGIDEZ DINÁMICA

A. Rodríguez[1*], L. B. Peral[2], N. García[1], F. Pelayo[1]

[1] Departamento de Construcción e Ingeniería de Fabricación
Escuela Politécnica de Ingeniería de Gijón. Universidad de Oviedo
C/ Pedro Puig Adam N7. 33203. Gijón – Asturias. España

[2] Departamento de Ciencia de los Materiales e Ingeniería Metalúrgica
Escuela Politécnica de Ingeniería de Gijón. Universidad de Oviedo

[*] Persona de contacto: uo269575@uniovi.es

RESUMEN

La degradación superficial inducida por corrosión en elementos metálicos sometidos a vibración puede provocar una pérdida progresiva de rigidez y una alteración significativa de su respuesta dinámica, comprometiendo su integridad funcional. Las cuerdas metálicas de guitarra se utilizan como caso de estudio debido a su exposición continua a vibraciones y a su sensibilidad frente al daño superficial. Las muestras se sometieron a procesos de envejecimiento acelerado en atmósfera salina controlada y se caracterizaron mediante técnicas electroquímicas, incluyendo resistencia de polarización lineal y espectroscopía de impedancia electroquímica. Paralelamente, la evolución de las propiedades mecánicas se evaluó mediante ensayos mecánicos permitiendo cuantificar los cambios en la rigidez dinámica asociados al avance del daño. Los resultados muestran una disminución progresiva de la resistencia a la corrosión y una pérdida significativa de rigidez dinámica con el tiempo de exposición, evidenciando una tendencia entre el estado de degradación superficial y el deterioro mecánico. El estudio pone de manifiesto el potencial de la respuesta dinámica como indicador de daño inducido por corrosión y aporta criterios experimentales de interés para la evaluación de la durabilidad e integridad estructural de componentes metálicos sometidos a solicitaciones vibracionales.

PALABRAS CLAVE: Corrosión; Impedancia electroquímica; Rigidez dinámica; Envejecimiento acelerado

ABSTRACT

Corrosion-induced surface degradation in metallic elements subjected to vibration can cause a progressive loss of rigidity and a significant alteration of their dynamic response, compromising their functional integrity. Guitar metal strings are used as a case study due to their continuous exposure to vibrations and sensitivity to surface damage. The samples were subjected to accelerated aging processes in a controlled salt atmosphere and characterized by electrochemical techniques, including linear polarization resistance and electrochemical impedance spectroscopy. At the same time, the evolution of the mechanical properties was evaluated by mechanical tests, allowing to quantify the changes in dynamic stiffness associated with the advance of the damage. The results show a progressive decrease in corrosion resistance and a significant loss of dynamic stiffness with exposure time, evidencing a trend between the state of surface degradation and mechanical deterioration. The study highlights the potential of the dynamic response as an indicator of corrosion-induced damage and provides interesting experimental criteria for the evaluation of the durability and structural integrity of metal components subjected to vibrational stresses.

KEYWORDS: Corrosion; Electrochemical impedance; Dynamic rigidity; Accelerated aging

1. INTRODUCCIÓN

El análisis estructural y de vibraciones de instrumentos musicales ha experimentado un notable desarrollo en las últimas décadas gracias a la aplicación de técnicas experimentales avanzadas y herramientas de modelización numérica.

En estudios previos centrados en la guitarra acústica [1] se evaluó comparativamente la influencia del material de la caja de resonancia sobre la respuesta dinámica y acústica del instrumento, considerando configuraciones fabricadas tanto en madera como en materiales compuestos. Mediante ensayos experimentales combinados con análisis modal operacional y modelos numéricos, se identificaron y caracterizaron los modos propios de vibración, evidenciándose que las propiedades mecánicas del material estructural condicionan de manera determinante la distribución modal y la percepción tonal, entre otros aspectos relevantes a la hora de percibir el sonido.

Estos resultados pusieron de manifiesto la estrecha relación existente entre comportamiento mecánico, disipación energética y respuesta acústica global del sistema vibrante. A partir de este marco, surge de forma natural el interés por analizar otro componente esencial del instrumento: las cuerdas metálicas, elementos estructurales bajo tensión de tracción permanente cuya degradación puede alterar simultáneamente su integridad mecánica y su desempeño vibratorio.

La evolución histórica de las cuerdas musicales [2] refleja la transición desde fibras naturales hacia aceros y otras aleaciones con el fin de optimizar rigidez específica, estabilidad tonal y resistencia al desgaste. En el caso particular de la guitarra acústica, las cuerdas metálicas influyen directamente en parámetros fundamentales como la calidad tonal, el volumen sonoro y la persistencia tonal [3]. No obstante, su exposición a humedad ambiental, atmósferas con contenido salino y residuos derivados del contacto manual [4] favorece la activación de procesos electroquímicos que conducen a la formación de productos de corrosión, picaduras localizadas y pérdida progresiva de sección resistente.

Desde el punto de vista de la integridad estructural, la aparición de defectos inducidos por corrosión reviste especial interés, ya que introduce concentraciones de tensiones en un elemento que opera bajo cargas de tracción. En este contexto, la corrosión localizada puede interpretarse como un mecanismo potencial de iniciación de daño que afecta tanto al comportamiento mecánico como a la respuesta acústica.

Estudios recientes muestran un interés creciente en la caracterización de la degradación de cuerdas metálicas bajo condiciones controladas simulando las de servicio [5]. Asimismo, estudios microestructurales y electroquímicos en soluciones que reproducen la composición del sudor humano han permitido cuantificar velocidades de corrosión y mecanismos dominantes. Otros trabajos han correlacionado mediciones acústicas con parámetros electroquímicos [6], evidenciando la relación entre deterioro superficial y pérdida de calidad sonora. En el ámbito de la conservación del patrimonio instrumental, también se ha documentado la problemática asociada a la degradación de cuerdas metálicas en instrumentos históricos [7].

El presente trabajo aborda el estudio experimental de la degradación por corrosión de cuerdas metálicas de guitarra sometidas a condiciones ambientales controladas. Para ello, se combinan ensayos acelerados en cámara de niebla salina con técnicas electroquímicas —incluyendo resistencia a la polarización lineal y espectroscopía de impedancia electroquímica— y ensayos dinámico-mecánicos basados en barrido de frecuencias.

El artículo se estructura del siguiente modo. En primer lugar, se describe la metodología experimental adoptada, incluyendo la caracterización del material, los procedimientos de exposición acelerada, la configuración de los ensayos electroquímicos y el protocolo de evaluación dinámico-mecánica. A continuación, se presentan los resultados obtenidos, organizados en función de la evolución microestructural, los parámetros electroquímicos y la variación de la rigidez dinámica. Posteriormente, se desarrolla una discusión orientada a interpretar los mecanismos dominantes de degradación y su repercusión en la integridad estructural del componente. Finalmente, se sintetizan las conclusiones principales del estudio.

2. METODOLOGÍA

2.1. Material

En este estudio se utilizan cuerdas comerciales para guitarra acústica con un núcleo de acero de bajo carbono y un entorchado metálico (ver Figura 1).

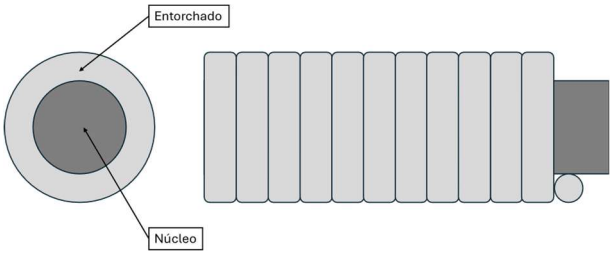


Figura 1. Núcleo y entorchado de una cuerda de guitarra.

El calibre de la cuerda se define por su diámetro nominal, habitualmente expresado en milésimas de pulgada. Dado que la tensión de trabajo depende directamente de la sección resistente, cualquier pérdida de diámetro asociada a corrosión puede traducirse en un incremento de tensión nominal y en una modificación de la rigidez dinámica del sistema.

Para el presente estudio, se selecciona fósforo-bronce (PBr) como aleación para el entorchado debido a su uso generalizado en la industria musical.

Para los ensayos mecánicos y de corrosión, se utilizan cuerdas de calibre 0,012 pulgadas (la más fina de un juego estándar 12-53), seleccionadas por su menor sección transversal (mostrada en la Figura 2). Esto las hace más sensibles a la degradación y permite una detección temprana de cambios en sus propiedades mecánicas.

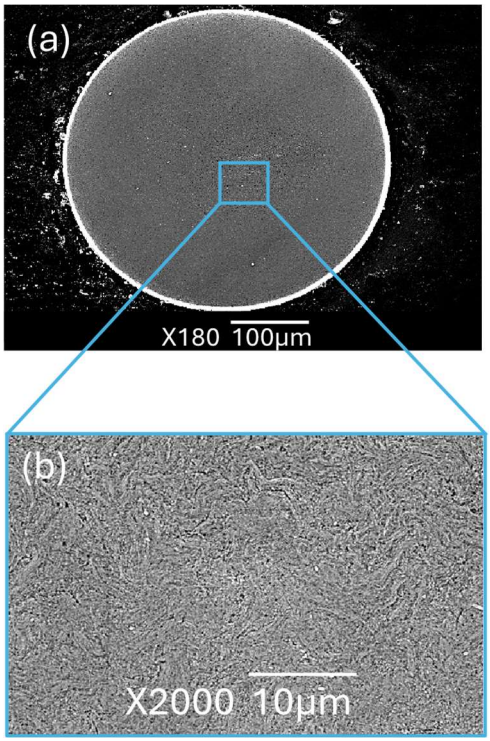


Figura 2. Microestructura (ferrita deformada) de la sección transversal de la cuerda de guitarra

Las cuerdas de guitarra se cortan a una longitud aproximada de 7 cm con el fin de garantizar su correcta adaptación tanto al dispositivo de caracterización dinámico-mecánica (viscosímetro) como a la celda electroquímica de tres electrodos descrita a continuación. Esta longitud permite asegurar una adecuada sujeción y repetibilidad en las condiciones experimentales.

2.2. Ensayo en cámara de niebla salina

Las cuerdas de guitarra se exponen en cámara de niebla salina para analizar su degradación, tanto por corrosión (ensayos electroquímicos) como mecánica (barrido de frecuencias).

Según la norma ASTM B117 [8], las condiciones se mantienen constantes a 35 ± 2 °C mediante la pulverización de una solución de NaCl al 5% en agua destilada (pH=7).

2.3. Ensayos electroquímicos

Para cuantificar el comportamiento frente a la corrosión de las cuerdas en medios salinos, se emplea una celda convencional de tres electrodos compuesta por la cuerda de guitarra como electrodo de trabajo (WE), un electrodo de referencia de Ag/AgCl (RE) y un contraelectrodo de platino (CE).

Los ensayos se realizan a temperatura ambiente utilizando 280 mL de una solución de NaCl al 3,5% en agua destilada (pH=6,7) para simular un entorno marino agresivo. Para garantizar una superficie de exposición constante, se limita la inmersión del electrodo de trabajo a 3,5 cm.

2.3.1. Resistencia a la polarización lineal (R_p)

Para determinar la R_p, parámetro inversamente proporcional a la tasa de corrosión [9], se emplea la técnica LPR (*Linear Polarization Resistance).* El ensayo consiste en un barrido de potencial simétrico de ±30 mV respecto al potencial de circuito abierto (OCP) a una velocidad de 0,7 mV/s. Como se indica en la expresión (1), la R_p se calcula como la derivada del potencial (dE) respecto a la derivada de la corriente (dI) cuando esta tiende a cero.

$$R_p = \left.\frac{dE}{dI}\right|_{I\to 0} \tag{1}$$

La densidad de corriente de corrosión se obtiene mediante la expresión (2) (ecuación de Stern-Geary):

$$i_{corr} = \frac{B}{R_p} \tag{2}$$

Para completar este apartado, la constante B se define como un factor clave que depende de las pendientes de las ramas anódica (β_a) y catódica (β_c), las cuales son características de las reacciones electroquímicas en la superficie del material. El cálculo de esta constante se realiza mediante la expresión (3):

$$B = \frac{\beta_a \cdot \beta_c}{2.3 \cdot (\beta_a + \beta_c)} \tag{3}$$

2.3.2. Espectroscopía de Impedancia Electroquímica (EIS)

La técnica EIS [10] es una herramienta analítica no destructiva y versátil, ideal para estudiar los procesos electroquímicos en la interfaz metal-entorno, proporcionando información clave sobre los mecanismos de corrosión y la eficacia de recubrimientos protectores. La impedancia compleja del sistema se define según la expresión (4), donde Z' representa la parte real (resistiva) y Z'' la parte imaginaria (capacitiva o inductiva) de la impedancia.

$$Z(\omega) = Z'(\omega) + j \cdot Z''(\omega) \tag{4}$$

Las mediciones de EIS se realizan en un rango de frecuencias desde 0,05 Hz hasta 50.000 Hz, aplicando un barrido de 10 mV respecto al potencial de circuito abierto (OCP).

2.4. Ensayo dinámico-mecánico

Los ensayos mecánicos se realizan en un analizador dinámico mecánico (RSA3). El procedimiento consiste en aplicar una solicitación armónica con la cuerda bajo tensión de tracción constante. Bajo dicha tensión se aplica a cada frecuencia, entre 2 y 80 Hz con pasos de 2 Hz, varios ciclos sinusoidales de carga. Este tipo de ensayo permite determinar el módulo complejo del material, separando su componente elástica (módulo de almacenamiento) y la de pérdidas (módulo de pérdidas).

Al ser un material metálico, este tipo de ensayo permite identificar de manera efectiva cambios relacionados con la modificación de rigidez y amortiguamiento en el material.

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

3.1. Análisis de rigidez dinámica

El análisis del módulo de almacenamiento (E') en función de la frecuencia con la cuerda nueva resulta en la curva de referencia esperable (Figura 3) en este tipo de ensayo, unos 210 GPa de módulo a los 80 Hz.

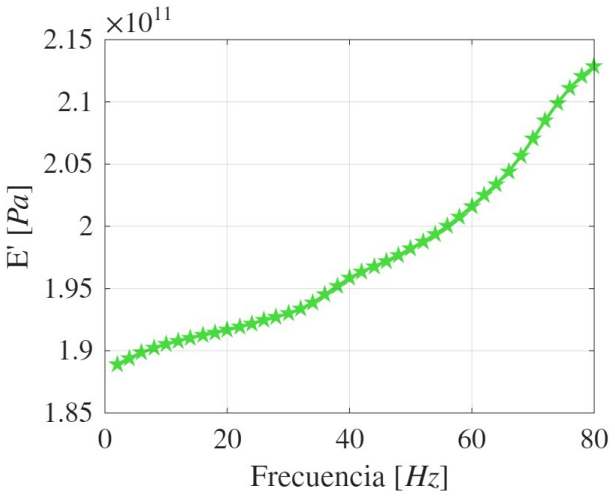


Figura 3. Evolución del módulo de almacenamiento (E') en función de la frecuencia para la cuerda de PBr.

La Figura 4 ilustra la degradación del módulo de almacenamiento para una frecuencia de 60 Hz como consecuencia del proceso corrosivo. Tras 170 horas de exposición en la cámara de niebla salina, los resultados del DMA revelan una reducción del 35,6% en la rigidez original, la cual desciende de $2{,}02 \cdot 10^{11} Pa$ a $1{,}33 \cdot 10^{11} Pa$.

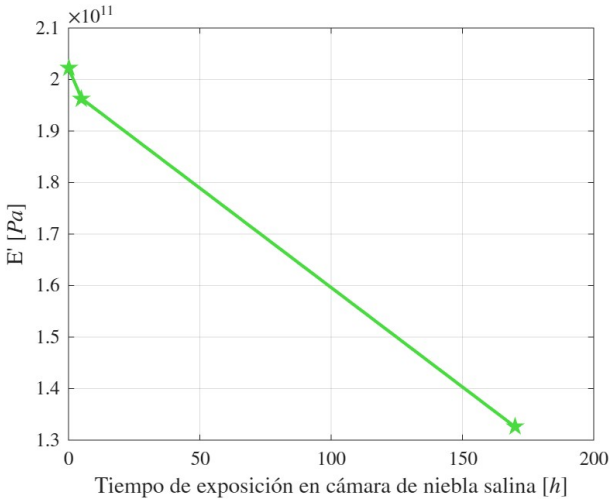


Figura 4. Evolución del módulo de almacenamiento (E') a 60 Hz de la cuerda de PBr durante la exposición a niebla salina.

Este fenómeno se atribuye a la corrosión superficial [11], que genera microdefectos, picaduras y porosidad. Estos defectos actúan como concentradores de esfuerzos y reducen la sección transversal efectiva del material. La tendencia decreciente del E' confirma que el daño es acumulativo e irreversible, comprometiendo severamente la funcionalidad mecánica y el rendimiento acústico de la cuerda.

3.2. Resultados electroquímicos

3.2.1. R_p y EIS

La evolución de la resistencia de polarización (R_p) y la densidad de corriente (i_{corr}) revela un proceso de degradación significativo (ver Tabla 1).

Tabla 1. Valores obtenidos mediante LPR para los distintos intervalos de exposición en cámara de niebla salina de la cuerda de PBr.

	Tiempo de exposición (h)		
	0	1	170
R_p ($\Omega \cdot cm^2$)	25027	15445	1387
β_a (V/dec)	0,0104	0,0096	0,0156
β_c (V/dec)	0,0124	0,0104	0,0182
i_{corr} (A/cm^2)	$9{,}89 \cdot 10^{-8}$	$2{,}41 \cdot 10^{-7}$	$2{,}51 \cdot 10^{-6}$

En estado inicial (0 h), el material presenta una elevada resistencia a la polarización (R_p = 25027 $\Omega \cdot cm^2$). No obstante, tras solo una hora de exposición en cámara de niebla salina, se observa una caída drástica de la resistencia. El colapso final a las 170 h (R_p = 1387 $\Omega \cdot cm^2$) confirma una degradación avanzada y la exposición continua del núcleo de la cuerda al medio agresivo.

Por otro lado, el análisis mediante EIS (ver Tabla 2) corrobora esta tendencia.

Tabla 2. Valores obtenidos mediante EIS para los distintos intervalos de exposición en cámara de niebla salina de la cuerda de PBr.

	Tiempo de exposición (h)		
	0	1	170
R_{coat} ($\Omega \cdot cm^2$)	28910	17220	29
R_{ct} ($\Omega \cdot cm^2$)	-	-	1800
χ^2 (error)	$1.2 \cdot 10^{-3}$	$1.3 \cdot 10^{-3}$	$1.5 \cdot 10^{-2}$

Para t≤1 h, el sistema se ajusta a una sola constante de tiempo, reflejando el efecto barrera que ejerce el recubrimiento. Para 170 h, el sistema evoluciona hacia dos constantes de tiempo: la primera asociada a la degradación de la capa superficial y la segunda a la transferencia de carga en el sustrato metálico.

Como se observa en la Figura 5; para 0 h, la cuerda de PBr presenta un arco con el mayor diámetro de toda la serie temporal, lo cual es un indicador de una elevada resistencia de polarización. Tras 1 h de exposición, se observa una reducción en el diámetro del arco de Nyquist. Esto sugiere el comienzo de la interacción del electrolito salino con la superficie del fósforo-bronce, lo que conlleva una disminución de la resistencia a la corrosión en comparación con el estado inicial. Sin embargo, el cambio más crítico ocurre a las 170 h de ensayo. En este punto, el diagrama muestra un colapso casi total del arco capacitivo, desplazándose hacia valores de impedancia significativamente menores (cercanos al origen). Esta respuesta electroquímica es una evidencia directa de la degradación del material.

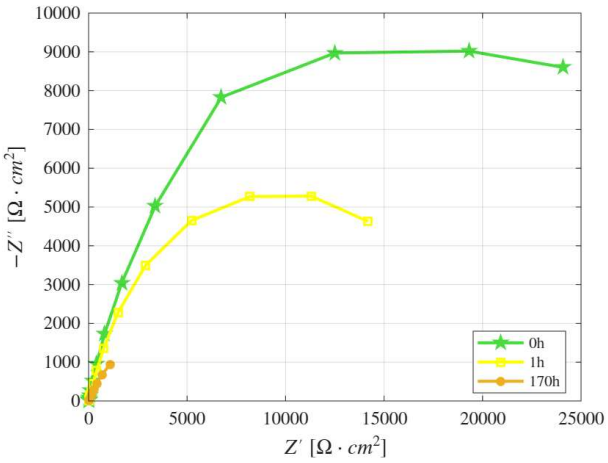
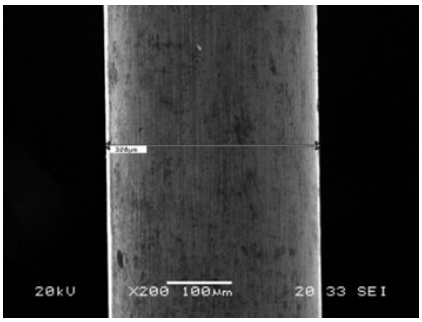


Figura 5. Diagramas de Nyquist obtenidos por EIS para la cuerda de PBr.

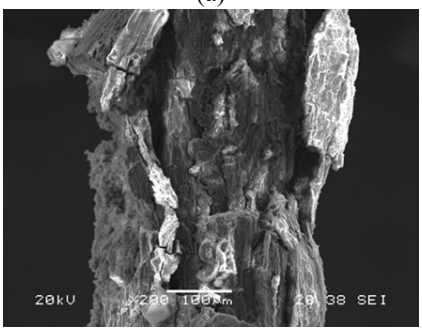
La Figura 6 resulta importante en este análisis, ya que permite correlacionar estos parámetros con la evolución morfológica real del material.

La evidencia obtenida mediante microscopía electrónica de barrido (SEM) confirma que, en el estado inicial (Figura 6(a)), la superficie presenta una textura uniforme y libre de defectos, actuando como una barrera efectiva.

Sin embargo, tras 170 horas de exposición en la cámara de niebla salina (Figura 6(b)), se aprecia la destrucción de la integridad del entorchado de fósforo-bronce. Esta pérdida de la sección transversal efectiva justifica la caída abrupta del módulo de almacenamiento (E') y de R_p (resistencia a la polarización).



(a)



(b)

Figura 6. Aspecto superficial tras exposición en cámara de niebla salina de la cuerda de PBr: (a) 0h; y (b) 170h.

3.3. Tendencia de las propiedades mecánicas frente a la corrosión

Uno de los objetivos fundamentales de este estudio es establecer una tendencia entre la degradación por corrosión y la pérdida de propiedades mecánicas.

Los resultados (ver Figura 7) revelan una tendencia entre la evolución de la resistencia de polarización (R_p) y la del módulo de almacenamiento (E') en función del tiempo de exposición en la cámara de niebla salina. La caída inicial de la resistencia a la corrosión (R_p) precede a una reducción más gradual y continua del módulo de almacenamiento (E').

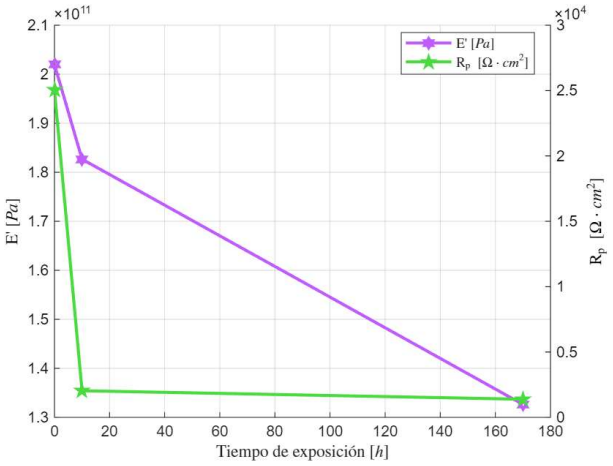


Figura 7. Evolución temporal de E y Rp durante la exposición en la cámara de niebla salina de la cuerda de PBr.

Este comportamiento sugiere que la corrosión actúa como el mecanismo disparador de la degradación. A medida que progresa el fenómeno corrosivo, se originan picaduras (pitting) y microfisuras que actúan como concentradores de tensiones [12]. Estos defectos comprometen la integridad estructural del material. Esta hipótesis se ve reforzada por el hecho de que la reducción de E' es progresiva, incluso cuando la velocidad de corrosión electroquímica parece estabilizarse. Esto se debe a que el daño estructural, una vez iniciado, es de naturaleza acumulativa y no recuperable.

La investigación confirma que la corrosión induce una pérdida de rigidez, lo que deriva en una merma de las propiedades acústicas. Este enfoque abre nuevos escenarios en la selección de materiales para la industria de instrumentos musicales, permitiendo un análisis conjunto de la degradación mecánica y química.

4. CONCLUSIONES

Este estudio demuestra que la combinación de técnicas electroquímicas y ensayos mecánicos de envejecimiento acelerado constituye un método robusto y eficaz para caracterizar la degradación por corrosión en cuerdas metálicas de guitarra.

Los resultados confirman una dependencia entre el tiempo de exposición en la cámara de niebla salina y la reducción de la rigidez. Esta pérdida de rigidez es evidencia del deterioro del material; un factor determinante para el tono, la afinación y la vida útil de las cuerdas.

Las mediciones electroquímicas revelan una caída significativa en la resistencia a la corrosión durante la primera hora, atribuida a la rápida disolución del recubrimiento de la cuerda metálica. El colapso final de la resistencia electroquímica evidencia una pérdida masiva de material, mientras que los análisis de SEM y EDS aportan evidencia visual de esta degradación, confirmando la formación de productos de corrosión, como óxidos, que destruyen la morfología original de la superficie.

REFERENCIAS

[1] A. Rodríguez, “Estudio comparativo de guitarras acústicas: rendimiento y sonido en cajas de materiales compuestos y cajas de madera,” University of Oviedo, Jul. 2024.

[2] E. A. Elnashar, “Spinning Technology in the Physical Design of Music Strings and the Mechanics of Sounds in Balloon Guitars.” Accessed: Feb. 19, 2026. [Online]. Available: https://www.researchgate.net/publication/371153243_Spinning_Technology_in_the_Physical_Design_of_Music_Strings_and_the_Mechanics_of_Sounds_in_Balloon_Guitars

[3] T. D. Rossing, F. R. Moore, and P. A. Wheeler, *Acoustics of Musical Instruments*. Springer, 2002.

[4] John R. Rumble, Ed., *CRC Handbook of Chemistry and Physics*, 104th ed. CRC Press, 2023.

[5] T. Rolich, I. Rezić, and L. Ćurković, “Estimation of steel guitar strings corrosion by artificial neural network,” *Corros. Sci.*, vol. 52, no. 3, pp. 996–1002, Mar. 2010, doi: 10.1016/J.CORSCI.2009.11.024.

[6] J. L. López, J. Bonastre, J. G. Segura, J. M. Gadea, E. Juliá, and F. Cases, “Correlations between acoustic and electrochemical measurements for metallic corrosion on steel strings used in guitars,” *Eng. Fail. Anal.*, vol. 57, pp. 270–281, 2015, doi: 10.1016/j.engfailanal.2015.07.014.

[7] F. Cocco, “Sustainability in Cultural Heritage: Monitoring and Understanding Corrosion Inside Ancient Brass Wind Instruments.,” University of Cagliari, 2017.

[8] ASTM International, “ASTM B117 - Standard Practice for Operating Salt Spray (Fog) Apparatus 1,” 2011, doi: 10.1520/B0117-11.

[9] ASTM International, “Standard Practice for Calculation of Corrosion Rates and Related Information from Electrochemical Measurements,” *ASTM G102*, 2015.

[10] F. Mansfeld, “Electrochemical impedance spectroscopy (EIS) as a new tool for investigating methods of corrosion protection,” *Electrochim. Acta*, vol. 35, no. 10, pp. 1533–1544, 1990, doi: 10.1016/0013-4686(90)80007-B.

[11] Y. H. Zhu *et al.*, “Study on the corrosion behavior and mechanisms of Q235 steel in the marine splash zone,” *Eng. Fail. Anal.*, vol. 185, Mar. 2026, doi: 10.1016/j.engfailanal.2025.110382.

[12] L. B. Peral, P. Ebrahimzadeh, A. Gutiérrez, and I. Fernández-Pariente, “Effect of tempering temperature and grain refinement induced by severe shot peening on the corrosion behavior of a low alloy steel,” *Journal of Electroanalytical Chemistry*, vol. 932, p. 117207, Mar. 2023, doi: 10.1016/J.JELECHEM.2023.117207.

DETERMINACIÓN PRECISA Y AUTOMATIZADA DEL VÉRTICE DE GRIETAS POR FATIGA MEDIANTE EL ANÁLISIS DE CAMPOS DE DESPLAZAMIENTO MEDIDOS CON CORRELACIÓN DIGITAL DE IMÁGENES

A. Camacho-Reyes[1*], D. Camas[1], P. López-Crespo[1], B. Moreno[1], J.M. Vasco-Olmo[2], F.A. Díaz[2]

[1]Departamento de Ingeniería Civil, de Materiales y Fabricación.
Escuela de Ingenierías Industriales. Universidad de Málaga.
C/ Dr. Ortiz Ramos, 29071 Málaga, España.

[2]Departamento de Ingeniería Mecánica y Minera.
Escuela Politécnica Superior de Jaén. Universidad de Jaén.
Campus las Lagunillas, 23071 Jaén, España.

[*] Persona de contacto: acamacho@uma.es

RESUMEN

Este trabajo presenta dos algoritmos para localizar el vértice en grietas por fatiga mediante el análisis de datos de Correlación Digital de Imágenes (DIC). El objetivo es desarrollar algoritmos que sean precisos, matemáticamente sencillos, fáciles de implementar y computacionalmente eficientes para dicho fin. Además, el objetivo es simplificar los montajes experimentales y evitar técnicas invasivas, integrando así todas las mediciones en el análisis DIC. Los algoritmos se implementan a través del análisis de los campos de desplazamientos en el vértice de la grieta medidos con DIC, caracterizando la discontinuidad a lo largo de la trayectoria de propagación de grieta como base para estimar la ubicación precisa del vértice de la grieta. Los algoritmos se validaron para dos casos representativos: una grieta por fatiga que crece recta en una probeta de CT de titanio comercialmente puro y una grieta por fatiga que crece con inclinación variable en una probeta DCB de aluminio 2024-T3. Se ha logrado un buen nivel de concordancia entre los resultados obtenidos con los algoritmos implementados y los obtenidos con un método alternativo, obteniendo desviaciones relativas de en torno al 2 %.

PALABRAS CLAVE: Crecimiento de grieta por fatiga; Vértice de grieta; Longitud de grieta; Campo de desplazamientos en las inmediaciones del vértice de grieta; Correlación Digital de Imágenes

ABSTRACT

This work presents two algorithms for locating the crack tip in fatigue cracks through the analysis of Digital Image Correlation (DIC) data. The objective is to develop algorithms that are accurate, mathematically simple, easy to implement, and computationally efficient for this purpose. In addition, the goal is to simplify experimental setups and avoid invasive techniques, thereby integrating all measurements into the DIC analysis. The algorithms are implemented by analysing the displacement fields at the crack tip measured with DIC, characterizing the discontinuity along the crack propagation path as a basis for estimating the precise location of the crack tip. The algorithms were validated for two representative cases: a fatigue crack that grows straight in a compact tension (CT) specimen of commercially pure titanium, and a fatigue crack that grows with variable inclination in a double cantilever beam (DCB) specimen of aluminium 2024-T3. A good level of agreement was achieved between the results obtained with the implemented algorithms and those obtained with an alternative method, with relative deviations of around 2%.

KEYWORDS: Fatigue crack growth, Crack tip, Crack length, Crack tip displacement field, Digital Image Correlation

1. INTRODUCCIÓN

La técnica de Correlación Digital de Imágenes (DIC) ha impactado de forma notable en la investigación sobre el crecimiento de grieta por fatiga, al permitir mediciones de desplazamientos y deformaciones en campo completo de manera no invasiva [1]. Esto ha facilitado la evaluación de parámetros antes difícilmente cuantificables o la mejora de determinados análisis, como la caracterización de zonas plásticas, la estimación experimental de ΔK y ΔJ mediante métodos multipunto, los estudios sobre el fenómeno de "Crack Shielding" inducido por plasticidad y las mediciones de COD y CTOD [2]. En todos estos estudios resulta esencial localizar con precisión el vértice de la grieta y su trayectoria en los mapas DIC, ya que esta posición influye en parámetros experimentales clave, entre ellos ΔK, COD y CTOD. Por ello se han propuesto diversos métodos para la localización del vértice a partir de datos DIC, excluyendo técnicas que requieran equipos adicionales o procesamiento de imágenes en bruto. Algunos enfoques simultanean la estimación del vértice con la determinación de ΔK, pero implican resolver problemas numéricos no lineales de alta complejidad [3].

Otras propuestas recientes incluyen el uso de redes neuronales convolucionales [4], la detección de discontinuidades en campos de deformación [5], algoritmos de detección de bordes o el análisis de desplazamientos de apertura [6], aunque presentan limitaciones relacionadas con ruido DIC, sensibilidad a grietas cortas, preprocesado necesario o restricciones de modo de fractura [7]. Ante estas limitaciones, se requieren métodos sencillos, eficientes y robustos para identificar el vértice de grieta durante la ejecución de ensayos de propagación de grietas por fatiga. En este trabajo se presentan dos algoritmos que cumplen con estas características, fundamentados en la discontinuidad del campo de desplazamientos verticales generada por la presencia de la grieta. El uso directo del campo de desplazamientos evita preprocesados que pueden introducir ruido y reduce el coste computacional. Además, los algoritmos no dependen de modelos teóricos elásticos del campo cercano al vértice y son adecuados para distintos regímenes de plasticidad. La validación se realizó en dos casos representativos: primero, una grieta recta para evaluar la precisión del método mediante comparación con una técnica independiente; y segundo, una grieta inclinada para analizar la robustez del algoritmo en situaciones geométricamente complejas.

2. ENSAYOS EXPERIMENTALES

2.1. Grieta de fatiga que crece recta

Estos ensayos de crecimiento de grieta por fatiga se realizaron en una probeta CT de 1 mm de espesor fabricada en titanio comercialmente puro (Grado 02), bajo carga a tracción de amplitud constante. Se empleó una máquina servo-hidráulica de 25 kN (MTS Landmark 370.02) con una carga máxima de 750 N, ratio de cargas 0,1 y frecuencia de 10 Hz, lo que generó rangos nominales del factor de intensidad de tensiones entre 17,4 y 40,5 MPa·m$^{1/2}$ durante el ensayo.

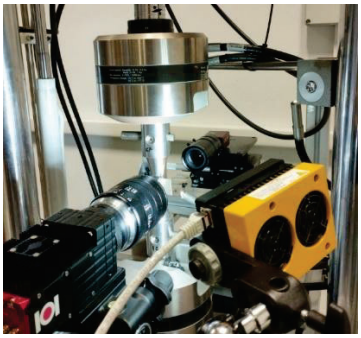


Figura 1. Disposición experimental de los ensayos de crecimiento de grieta por fatiga en probetas CT de titanio comercialmente puro.

El sistema de medición incluyó dos cámaras: una frontal para realizar DIC 2D y otra posterior para medir y controlar la longitud de grieta. Para el DIC se utilizó una cámara de alta resolución de 65 MP equipada con una lente ultramacro, alcanzando una resolución de ~2 µm/píxel. Las imágenes se procesaron con VIC-2D usando parámetros recomendados por iDICs [8] (faceta de 31 px y paso de 10 px). La medición precisa de la longitud de grieta se realizó con una segunda cámara de 5 MP con lente macro-zoom montada sobre una base micrométrica (precisión ±10 µm). El sensor se reposicionaba sobre el vértice de la grieta a medida que crecía, en pasos de 0,5 mm, obteniéndose datos para longitudes entre 5 y 9 mm con una incertidumbre de 0,01 mm. Dado que el sistema de coordenadas cambiaba al mover la cámara, la sincronización entre mediciones se realizó usando un punto de referencia común. Las longitudes medidas con esta cámara se utilizaron como referencia para validar los algoritmos propuestos.

2.2. Grieta de fatiga que crece inclinación variable

En este ensayo se estudió el crecimiento por fatiga en una probeta Double Cantilever Beam de aleación de aluminio 2024-T3 y 2 mm de espesor, sometida a carga a tracción de amplitud constante. A diferencia de la primera probeta, esta presenta una mayor relación ancho-alto. El ensayo se realizó en una máquina servohidráulica de 100 kN (MTS Landmark 370.10), con ratio de cargas 0,1 y carga máxima de 1250 N a 10 Hz, obteniéndose rangos nominales de factor de intensidad de tensiones entre 15,8 y 39,8 MPa·m$^{1/2}$. Se empleó un sistema de dos cámaras para obtener simultáneamente imágenes DIC y mediciones de la longitud de grieta. Para las mediciones DIC 2D se utilizó una cámara de 5 MP con lente de 75 mm (resolución de 33 µm/píxel), mientras que la longitud de grieta se monitorizó con una cámara de 1 MP y lente de 25 mm. La cara posterior de la probeta se pulió para mejorar la visibilidad del vértice de grieta durante la medida.

Figura 2. Disposición experimental de los ensayos de crecimiento de grieta por fatiga en probetas DCB de aluminio 2024T3

La Figura 3 muestra las imágenes DIC del último ciclo antes del fallo por fatiga para ambos ensayos.

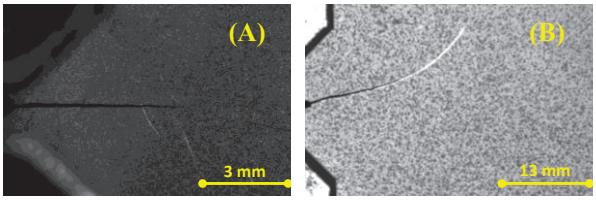


Figura 3. Imágenes mostrando las trayectorias de las grietas en el último ciclo capturado. (A) Gr.02-Ti y (B) AA2024T3.

3. DESCRIPCIÓN, METODOLOGÍA Y CONSIDERACIONES GENERALES DE LOS ALGORITMOS

En esta sección se describen los algoritmos propuestos empleando datos DIC del primer ensayo para ilustrar su funcionamiento. Ambos se basan en la discontinuidad que aparece en la trayectoria de la grieta cuando se analizan los perfiles de desplazamiento vertical alrededor del vértice. La identificación de esta discontinuidad permite localizar el vértice a partir de los mapas de apertura de grieta. La Figura 4 muestra un mapa de desplazamientos verticales obtenidos mediante DIC.

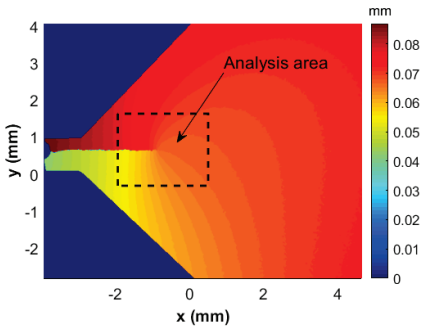


Figura 4. Mapa de desplazamientos verticales obtenido con DIC.

La Figura 5 presenta perfiles de desplazamiento vertical a lo largo del eje y para diferentes posiciones x respecto al vértice. Los perfiles situados detrás del vértice muestran una clara discontinuidad debida a la apertura de la grieta, mientras que dicha discontinuidad desaparece en perfiles situados en el vértice o por delante de él, llegando a mostrar una tendencia casi lineal. Esta transición constituye la base del funcionamiento de los algoritmos, que se detallan en las subsecciones siguientes.

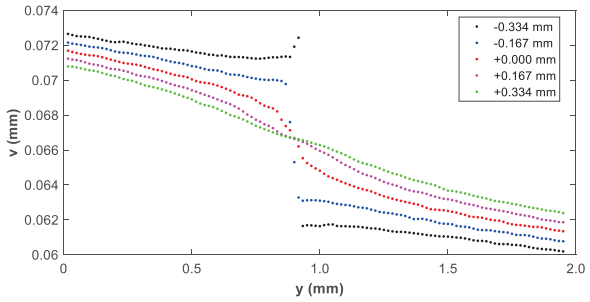


Figura 5. Perfiles de desplazamientos verticales para diferentes posiciones relativas al vértice de grieta mostrando la característica principal en la que se basan los algoritmos.

3.1. Algoritmo 1. Algoritmo basado en el punto de inflexión

El algoritmo identifica el vértice de la grieta localizando el punto de inflexión presente en los perfiles de desplazamiento vertical alrededor del vértice de la grieta. Para modelar estos perfiles se utiliza un polinomio cúbico, cuyo ajuste mediante mínimos cuadrados permite calcular dicho punto de inflexión. La calidad del ajuste se mide con el coeficiente de determinación R^2, que muestra un comportamiento sigmoidal: valores bajos detrás de la grieta (por la discontinuidad) y cercanos a 1 a partir del vértice.

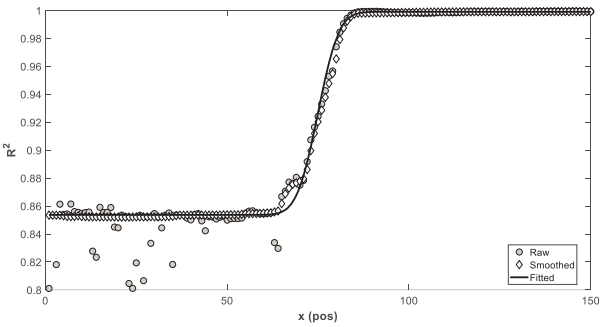


Figura 6. Coeficiente de determinación R^2 obtenido tras el ajuste a polinomio cúbico. Datos obtenidos, suavizados y ajustados con la función error de Gauss.

Debido a problemas derivados del ruido experimental y la posible duplicidad de valores R^2, estos se ajustan a una función sigmoidal (función error de Gauss), previa suavización de datos. El ajuste no lineal se resuelve con Levenberg–Marquardt. Con la función resultante, R^2 se normaliza y la coordenada x del vértice se determina para un valor normalizado de 0.99; la coordenada y se obtiene como el punto de inflexión del polinomio cúbico asociado.

3.2. Algoritmo 2. Algoritmo basado en la discontinuidad en el camino seguido por la grieta

Este algoritmo identifica el vértice de la grieta analizando el gradiente máximo en cada perfil de desplazamiento vertical, ya que la discontinuidad de la grieta genera un pico evidente en dicho gradiente. Esto permite obtener la coordenada y de la trayectoria de la grieta para cada perfil. Los valores resultantes forman dos zonas diferenciadas, una región estable (trayectoria de la grieta) y una región dispersa (zona sin grieta).

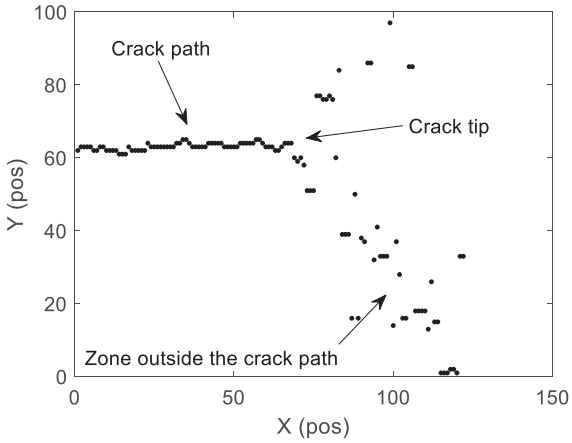


Figura 6. Posición vertical del vértice de grieta calculado a partir del punto de máximo gradiente.

Para separarlas automáticamente, se calcula el coeficiente de desviación acumulado (desviación estándar/media), que también presenta dos tendencias: una casi constante y otra creciente. En lugar de fijar un umbral —poco robusto ante ruido— se ajustan ambas zonas mediante dos rectas por mínimos cuadrados, y la intersección entre ellas proporciona la coordenada x del vértice. La coordenada y asociada se extrae directamente del dato correspondiente. Véase la Figura 7.

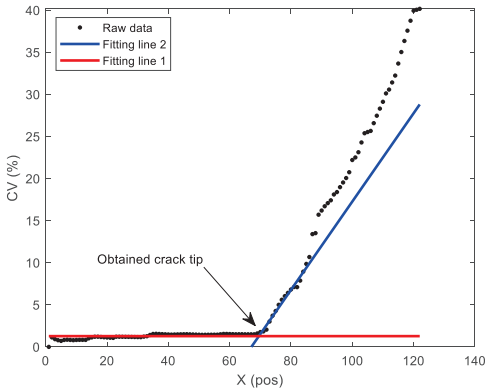


Figura 7. Determinación de la posición en X del vértice de la grieta.

4. VALIDACIÓN DE LOS ALGORITMOS Y DISCUSIÓN DE LOS RESULTADOS

4.1. Grieta a fatiga que crece recta

En este caso de estudio, donde la grieta creció de forma recta, la longitud de grieta inferida se calculó como la diferencia entre la coordenada x del vértice de grieta calculado y la coordenada x del borde de la probeta. La Figura 8 muestra la longitud de grieta estimada frente a la longitud de grieta de referencia para los diferentes algoritmos propuestos. En esta figura se ha incluido una línea de 45 grados para verificar el nivel de concordancia entre los datos. La Figura 9 muestra el error relativo en valor absoluto frente a la longitud de grieta de referencia para ambos algoritmos. Como se observa en las figuras mencionadas, ambos algoritmos muestran una buena concordancia, ya que la desviación relativa respecto al valor de referencia es inferior al 2 % para cualquier algoritmo y cualquier longitud de grieta analizada. Esta pequeña desviación también se aprecia en la Figura 8, donde todos los datos se alinean razonablemente sobre la línea de 45°. En cuanto a la precisión de cada algoritmo en este caso de estudio, no se detectaron diferencias significativas en la longitud de grieta estimada, puesto que la desviación máxima entre algoritmos para una misma longitud de grieta es de alrededor del 1 %. La Figura 10 muestra los vértices de grieta inferidos mediante ambos algoritmos superpuestos sobre la imagen de moteado de referencia para la mayor longitud de grieta medida, 9 mm (antes del fallo por fatiga). Esta figura ilustra gráficamente la validez y la precisión de los algoritmos propuestos en la determinación de la posición del vértice, ya que todos los puntos calculados siguen fielmente la trayectoria de la grieta observable en la imagen.

Es importante señalar que, en esta imagen, puede existir una ligera diferencia visual entre el hueco dejado por la grieta y el punto calculado debido a la propia propagación de la grieta, especialmente en aquellos puntos más alejados del último vértice medido. No obstante, esto no indica en ningún caso inexactitud ni una desviación elevada del algoritmo.

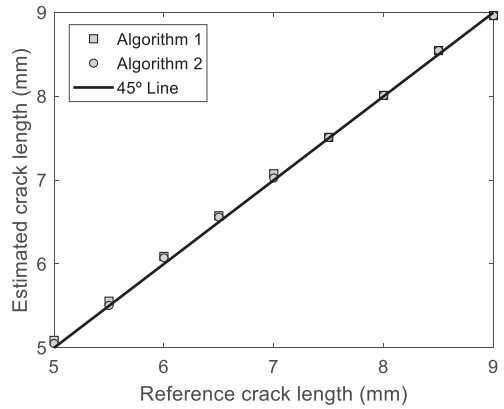


Figura 8. Longitud de grieta estimada con ambos algoritmos frente al valor de referencia. Ti-Gr02

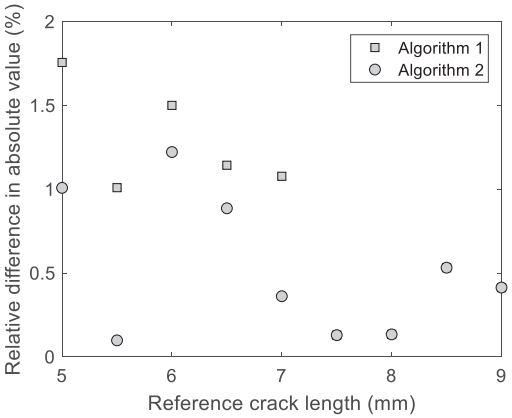


Figura 9. Diferencia relativa en valor absoluto entre las longitudes de grieta obtenidas con los algoritmos propuestos y los valores de referencia. Ti-Gr02.

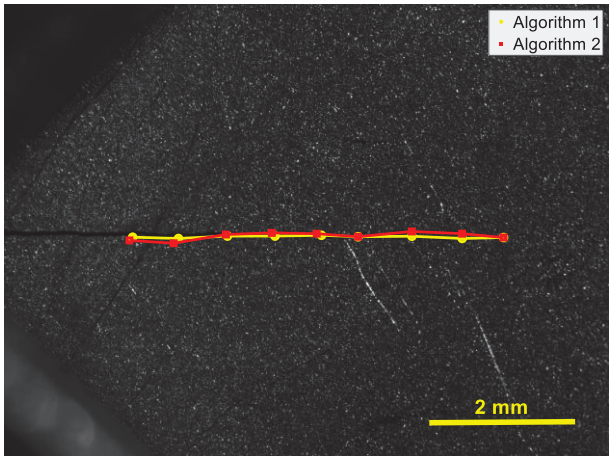


Figura 10. Valores de posición del vértice de grieta estimados con los algoritmos y superpuestos sobre una imagen de "speckle". Ti-Gr02

4.2. Grieta a fatiga que crece con inclinación variable

En este ensayo, dado que la grieta creció con una inclinación variable, la longitud de grieta se calculó como la distancia euclidiana acumulada entre sucesivos vértices estimados La longitud de grieta de referencia, utilizada para comparación y validación, se calculó de la misma forma y para los mismos puntos. La Figura 11 muestra las longitudes de grieta calculadas frente a la longitud de grieta de referencia para los distintos algoritmos propuestos. En esta figura se ha incluido una línea de 45 grados para comprobar la concordancia entre ambos conjuntos de datos y facilitar la interpretación del gráfico. Como se observa, todos los puntos se alinean razonablemente sobre la línea de 45°, lo que indica una buena coincidencia entre los valores calculados y los valores de referencia. Para los últimos valores de la serie, la desviación respecto a los primeros aumenta ligeramente; sin embargo, dicha desviación sigue siendo aceptable, tal como se discute más adelante. La Figura 12, que muestra la diferencia relativa en valor absoluto entre los valores calculados y los de referencia, permite establecer una comparación cuantitativa entre ellos. Según se deduce de la Figura 12, se obtienen buenos resultados en términos de desviación relativa. La desviación relativa media para el Algoritmo 1 es del 1.92 %, con una desviación estándar de 1.53 %, mientras que para el Algoritmo 2 la desviación relativa media es también del 1.92 %, con una desviación estándar de 1.00 %.

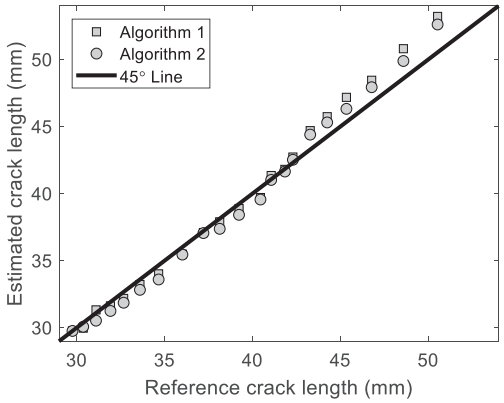


Figura 11. Longitud de grieta estimada con ambos algoritmos frente al valor de referencia. AA2024T3.

A partir de estos resultados, puede afirmarse que ambos algoritmos son precisos en la determinación del vértice y la longitud de la grieta, incluso en el caso de una grieta por fatiga inclinada y con pendiente variable. La Figura 13 muestra los vértices de grieta inferidos mediante ambos algoritmos superpuestos sobre la imagen DIC de referencia correspondiente a la mayor longitud de grieta medida. Esta figura demuestra la precisión de los dos algoritmos propuestos, mostrando que tanto los vértices calculados como la trayectoria de la grieta debida a la propagación por fatiga coinciden estrechamente.

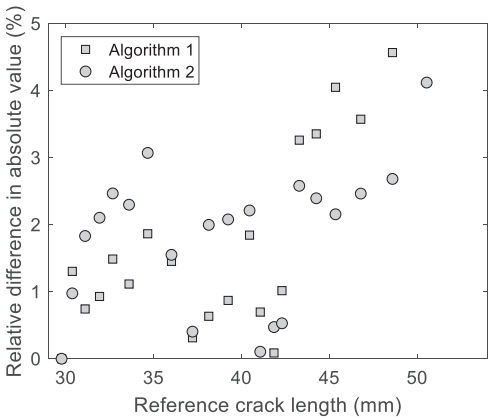


Figura 12. Diferencia relativa en valor absoluto entre las longitudes de grieta obtenidas con los algoritmos propuestos y los valores de referencia. AA2024T3.

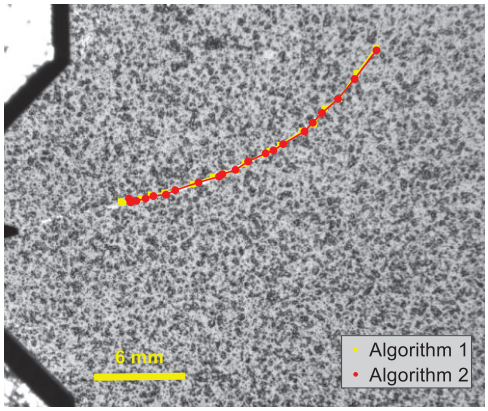


Figura 13. Valores de posición del vértice de grieta estimados con los algoritmos y superpuestos sobre una imagen de "speckle". AA2024T3.

4.3. Comparación general y discusión

Para establecer una comparación entre ambos casos de estudio y los algoritmos propuestos, la Figura 14 muestra tanto la longitud de grieta estimada normalizada como la diferencia relativa en valor absoluto frente a la longitud de grieta de referencia normalizada, para ambos materiales y ambos algoritmos. Aunque todos los valores de desviación son aceptables, como se discutió previamente, en términos generales las desviaciones del primer caso de estudio son menores que las del segundo, con valores medios en torno al 1 %. Esta pequeña diferencia se explica por la resolución espacial alcanzada en cada ensayo; así, una mayor resolución proporciona resultados con menor desviación. Esto se ve respaldado por los coeficientes de variación (la relación entre media y desviación estándar) de cada conjunto de datos, que son similares (alrededor de 0.6). Por tanto, al eliminar el efecto de la resolución mediante la normalización de los resultados estadísticos, la dispersión normalizada es comparable en ambos casos de estudio. En cuanto a las desviaciones proporcionadas por el Algoritmo 1 para ambos ensayos, aunque sigue la tendencia mencionada, se obtienen valores similares salvo en algunos puntos correspondientes a longitudes de grieta normalizadas entre el 60 y el 70 %. En contraste, para el Algoritmo 2

las desviaciones difieren ligeramente en función del caso de estudio y del valor de longitud de grieta normalizada. De lo anterior se concluye que el Algoritmo 1 es ligeramente más preciso que el Algoritmo 2. Esto puede atribuirse al uso de técnicas de suavizado y de ajuste de curvas en el primer algoritmo, las cuales ayudan a mitigar las inexactitudes derivadas del ruido experimental inherente a los datos de desplazamiento.

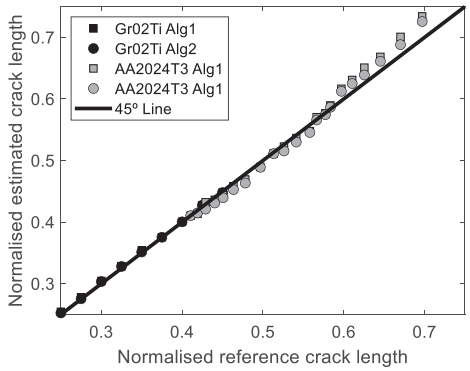


Figura 14. Longitud de grieta estimada frente a la longitud de grieta de referencia, ambas normalizadas.

Como se muestra en la Figura 13b, las mayores desviaciones se encontraron para longitudes de grieta más grandes, específicamente para valores entre 0.6 y 0.7. No obstante, dichos valores de desviación siguen siendo aceptables (alrededor del 3 %). Este incremento de la desviación en grietas más largas podría deberse al efecto del borde de la probeta, ya que en estos casos el ligamento es pequeño y el campo alrededor del vértice de la grieta podría verse afectado por dicho borde. Por último, cabe mencionar que ambos algoritmos han sido probados y, por tanto, validados para un amplio rango de longitudes de grieta normalizadas (~20–70 %).

5. CONCLUSIONES

En este trabajo se han desarrollado y validado dos algoritmos para determinar el vértice de la grieta y la trayectoria de propagación a partir de datos DIC, aplicados a dos casos representativos: una grieta por fatiga de crecimiento recto en una probeta CT de titanio grado 02, y una grieta de crecimiento inclinado en una probeta DCB de aleación de aluminio 2024-T3. Ambos algoritmos muestran buenos resultados en la determinación del vértice y de la longitud de grieta, proporcionando desviaciones medias en torno al 2 % en comparación con un método alternativo. Estos algoritmos, basados en el análisis directo de los datos DIC medidos, son precisos, robustos, de bajo coste computacional y fáciles de implementar. Otra ventaja importante es que no están condicionados por los efectos de la plasticidad, a diferencia de los enfoques que dependen de modelos teóricos de campos en las inmediaciones del vértice de grieta. Como herramientas para el seguimiento del vértice y la medición de la longitud de grieta, estos algoritmos permiten simplificar y mejorar el trabajo experimental en laboratorios de mecánica de la fractura por fatiga, en comparación con métodos convencionales que suelen ser invasivos. En consecuencia, es posible realizar un análisis integral del crecimiento por fatiga empleando exclusivamente la técnica DIC. Además, los algoritmos propuestos permiten un análisis más preciso de parámetros como ΔK, ΔJ o los desplazamientos relativos a lo largo de los flancos de la grieta (ΔCOD, ΔCTOD, etc.), facilitando una mejor comprensión de su influencia en el crecimiento por fatiga. Por tanto, los algoritmos desarrollados constituyen un complemento eficaz en investigaciones experimentales de mecánica de la fractura, donde la localización precisa y fiable del vértice de la grieta es un aspecto crucial.

REFERENCIAS

[1] H. Schreier, J.J. Orteu, M.A. Sutton, Image correlation for shape, motion and deformation measurements: Basic concepts, theory and applications, Springer US, 2009. https://doi.org/10.1007/978-0-387-78747-3.

[2] X. Zhao, J. Li, J.-M. Ge, T. Sun, H. Deng, J.-G. Zhu, Determination of fatigue crack tip location and plastic zone dimensions using displacement fields measured by digital image correlation method, Eng. Fract. Mech. 320 (2025) 111060. https://doi.org/10.1016/j.engfracmech.2025.111060.

[3] B. V. Farahani, F. Direito, P.J. Sousa, P.J. Tavares, V. Infante, P.P.M.G. Moreira, Crack tip monitoring by multiscale optical experimental techniques, Int. J. Fatigue 155 (2022) 106610. https://doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2021.106610.

[4] T. Strohmann, D. Starostin-Penner, E. Breitbarth, G. Requena, Automatic detection of fatigue crack paths using digital image correlation and convolutional neural networks, Fatigue Fract. Eng. Mater. Struct. 44 (2021) 1336–1348. https://doi.org/10.1111/ffe.13433.

[5] Z. Najat, M. Fatima, H. Taoufik, T. Yassine, R. Rajaa, M. Ibrahim, R. Hassan, Improvement of crack tip position estimation in DIC images by image processing methods, Frattura Ed Integrita Strutturale 17 (2023) 61–71. https://doi.org/10.3221/IGF-ESIS.63.06.

[6] A. Taylor Owens, H. V. Tippur, An Image Processing Technique to Identify Crack Tip Position and Automate Fracture Parameter Extraction Using DIC: Application to Dynamic Fracture, Exp. Mech. 63 (2023) 445–466. https://doi.org/10.1007/s11340-022-00925-8.

[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. https://doi.org/10.1016/j.tafmec.2022.103621.

[8] I. Jones, R. Bigger, B. Blaysat, C. Boo, M. Grewer, J. Hu, A. Jones, M. Klein, K. Raghavan, P. Reu, T. Schmidt, T. Siebert, M. Simenson, D. Turner, A. Vieira, T. Weikert, A good practices guide for Digital Image Correlation, 2018. https://doi.org/10.32720/idics/gpg.ed1.

ESTUDIO DE LA VELOCIDAD DE CRECIMIENTO DE GRIETAS EN INCONEL 718 MEDIANTE ANÁLISIS DE LAS SUPERFICIES DE FRACTURA

M. Moreno-Rubio[1], J. Vázquez [2], C. Navarro [2*]

[1]Escuela Técnica Superior de Ingeniería. Universidad de Huelva – Departamento de Ingeniería Minera, Mecánica, Energética y de la Construcción
Campus del Carmen s/n, 21007 Huelva-España

[2]Escuela Técnica Superior de Ingeniería. Universidad de Sevilla – Departamento de Ingeniería Mecánica y de Fabricación.
Avenida de los Descubrimientos s/n, 41092 Sevilla-España

[*] Persona de contacto: cnp@us.es

RESUMEN

Este trabajo analiza el crecimiento de grieta en Inconel 718 sometido a ensayos de fatiga simple y fatiga por fretting, estos últimos realizados mediante un puente de fretting. En ambos casos se analizan las velocidades de crecimiento a temperatura ambiente y a 650ºC. Tras la rotura de las probetas, las superficies de fractura fueron analizadas mediante un microscopio electrónico de barrido (SEM) con el objetivo de estimar la velocidad de crecimiento de grieta a partir del espaciado de las marcas observadas en la superficie de fractura. Tomando cada estría de fatiga como un ciclo de carga se llega a una primera zona con velocidad de crecimiento constante, independientemente de la longitud de la grieta. Asimismo, en los ensayos de fatiga por fretting se observó una disminución del espaciado con el incremento de la tensión aplicada. En este trabajo se considera que este régimen de espaciado constante podría no corresponder a la igualdad ciclo-estría, sino estar asociado al ancho de la banda de dislocaciones. Los resultados ponen de manifiesto la necesidad de cautela al emplear el espaciado entre estrías como estimador directo de velocidad de crecimiento de grieta, especialmente en regímenes en donde el factor de intensidad de tensiones es bajo.

PALABRAS CLAVE: Inconel 718, crecimiento de grieta, espaciado de estrías, fatiga por fretting.

ABSTRACT

This work analyses crack growth in Inconel 718 subjected to plain fatigue and fretting fatigue tests, the latter performed using a fretting bridge. In both cases, crack growth rates are analysed at room temperature and at 650ºC. After specimen failure, the fracture surfaces were examined using a scanning electron microscope (SEM) in order to estimate the crack growth rate from the spacing of the marks observed on the fracture surface. By considering each fatigue striation as one loading cycle, an initial region with a constant crack growth rate is obtained, regardless of crack length. Likewise, in fretting fatigue tests, a decrease in striation spacing was observed with increasing applied stress. In this work, it is considered that this regime of constant spacing may not correspond to a one-to-one cycle–striation relationship, but rather be associated with the width of the dislocation band. The results highlight the need for caution when using striation spacing as a direct estimator of crack growth rate, especially in regimes where the stress intensity factor is low.

KEYWORDS: Inconel 718, crack growth rate, striation spacing, fretting fatigue.

1. INTRODUCCIÓN

La fatiga por fretting se define como un daño superficial que ocurre en contactos mecánicos sometidos a cargas variables en el tiempo. Este fenómeno de daño es el resultado de micro desplazamientos relativos oscilatorios de pequeña amplitud entre las superficies de contacto. La combinación de estos micro desplazamientos y la fricción superficial provoca la aparición de grietas superficiales que pueden propagarse hasta causar el fallo total del componente [1]. Este tipo de daño es muy común en componentes mecánicos, produciéndose comúnmente en uniones de álabe y disco de turbinas de gas [2].

Este trabajo analiza el crecimiento de grieta por fatiga en la superaleación de níquel Inconel 718, en condiciones de fatiga simple y fatiga por fretting y en ambos casos temperatura ambiente y 650 °C. Tras la rotura de las probetas, se realiza un análisis fractográfico mediante microscopía electrónica de barrido (SEM) con el objetivo de estimar la velocidad de crecimiento de grieta (VCG) a partir del espaciado entre estrías observado en la superficie de fractura.

La relación entre el espaciado entre estrías y la VCG ha sido un tema discutido en la literatura. Para valores intermedios y altos del factor de intensidad de tensiones (FIT), existe un consenso en que cada estría corresponde a un ciclo de carga, lo que permite una estimación directa de la VCG [3]. Sin embargo, en el régimen bajo del FIT, se han reportado frecuentes discrepancias, observándose un espaciado de estrías (o marcas similares a estrías) que se mantiene constante e independiente de la longitud de grieta y del FIT [4][5]**.** Algunos autores atribuyen este comportamiento a que no hay una relación uno-a-uno (una estría, un ciclo) en esa zona, sino que una estría corresponde a múltiples ciclos [6]. Otros investigadores establecen que este comportamiento se atribuye a que las estrías observables no son verdaderas estrías, sino que este espaciado se encuentra relacionado con la microestructura del material, concretamente con las bandas de dislocaciones [7][8][9].

Existen estudios donde se compara la VCG obtenida mediante ensayos normalizados con las medidas mediante un análisis fractográfico con SEM. En los estudios con SEM se observa una zona de espaciado constante para valores bajos del FIT, confirmando que en esas zonas una estría no corresponde con un ciclo de carga [10]. Otros establecen que el límite entre las dos zonas (espaciado constante y espaciado correspondiente a un ciclo de carga), depende del tamaño de la zona plástica de la grieta y el tamaño de grano [11].

En el contexto específico del fretting, donde los campos de tensiones multiaxiales y el contacto superficial dificulta el escenario, es fundamental comprender los límites de la correlación estría-ciclo. Este trabajo busca aportar evidencia experimental sobre este fenómeno en el Inconel 718 bajo condiciones de fatiga simple y fatiga por fretting.

2. METODOLOGÍA

En este trabajo el análisis de la VCG se llevó a cabo a partir del estudio directo de las superficies de fractura mediante SEM con el equipo FEI Teneo. El procedimiento se basa en la identificación y medición de las estrías de fatiga en la superficie de fractura, que constituyen un registro del avance de la grieta durante el ensayo. Para ello, se tomaron imágenes mediante SEM en diferentes posiciones a lo largo de la superficie de fractura, desde zonas próximas al inicio de la grieta hasta regiones cercanas al crecimiento inestable. En cada una de estas imágenes se seleccionó un conjunto representativo de estrías y se midió la distancia total ocupada por varias de ellas. Considerando que cada estría corresponde con un ciclo de carga, la relación entre la distancia medida y el número de estrías permite determinar la VCG, da/dN. Esta velocidad se encuentra asociada a la longitud de grieta correspondiente a la zona observada.

Posteriormente, estos resultados experimentales se correlacionaron con el rango del FIT en modo I, ΔK_I, con el fin de obtener las curvas de crecimiento de grieta y ajustar los parámetros de la ley de Paris, tanto de probetas ensayadas a fatiga simple como fatiga por fretting, calculando el FIT de la forma correspondiente en cada situación.

2.1. Velocidad de crecimiento de grietas en probetas de fatiga simple.

Los ensayos de fatiga simple se llevaron a cabo con probetas planas de sección transversal mínima de 5x7 mm, ensayadas con un R = -1 a baja temperatura y R = 0.1 a 650 °C. El análisis de la superficie de fractura de estas probetas permitió identificar la geometría de las grietas, observando (en su gran mayoría) configuraciones típicas de grietas en esquina para los ensayos de temperatura ambiente y de grietas semi-elípticas, desde una cara, para los ensayos de alta temperatura.

Una vez determinada la VCG, se calcula el FIT correspondiente a cada longitud de grieta medida. Para ello, se utilizaron las ecuaciones de Newman para evaluar el FIT en función de las cargas y de la geometría del frente de grieta observada [12], teniendo en cuenta que se toma la parte positiva del FIT.

2.2. Velocidad de crecimiento de grietas en probetas de fatiga por fretting.

Los ensayos de fatiga por fretting fueron realizados con el dispositivo denominado “puente de fretting” mediante un contacto cilíndrico y con una probeta del tipo “dog-bone” de igual sección transversal que las probetas de fatiga simple, ensayadas con un R = 0.1, más detalles de las características del ensayo pueden verse en [13].

En este caso, la determinación del FIT requiere considerar las particularidades del ensayo debido al contacto. El análisis factográfico mostró la aparición de múltiples iniciaciones de grieta en la zona de contacto, que crecen inicialmente de forma semi-elíptica hasta que se fusionan dando lugar a una grieta pasante. Por este motivo, el cálculo del FIT se realizó considerando dos etapas de crecimiento: una primera fase, en la que la grieta se modela semi-elíptica, y una segunda fase, en la que se considera una grieta pasante. Para este cálculo se empleó el programa NASGRO [14], obteniendo de igual forma la parte positiva del FIT. La obtención de los valores de tensiones necesarios para estos cálculos requirió previamente la determinación del estado tensional en el frente de grieta mediante un modelo de elementos finitos, más detalles de este modelo en [13].

3. RESULTADO

A partir del procedimiento descrito en el apartado anterior se obtuvieron los valores de VCG en función del FIT (evaluando la parte positiva del ciclo), tanto para probetas ensayadas a fatiga simple como en fatiga por fretting, y en ambos casos a temperatura ambiente y a 650 °C. Estos resultados permitieron determinar las curvas da/dN frente al FIT, como se muestra en la figura 1.

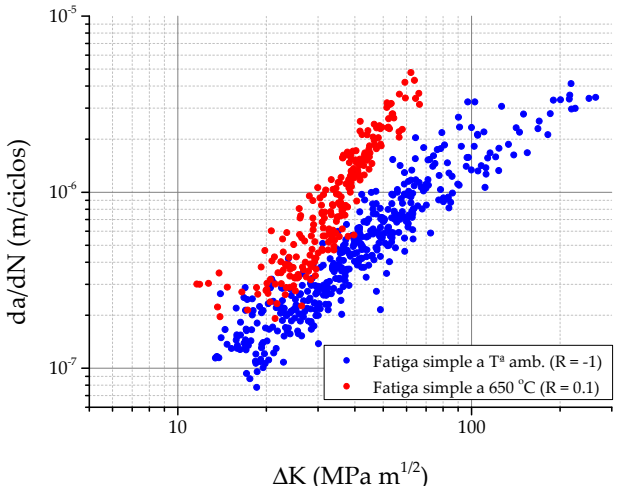


Figura 1. Curva VCG (da/dN) frente al FIT (ΔK) para probetas de fatiga simple.

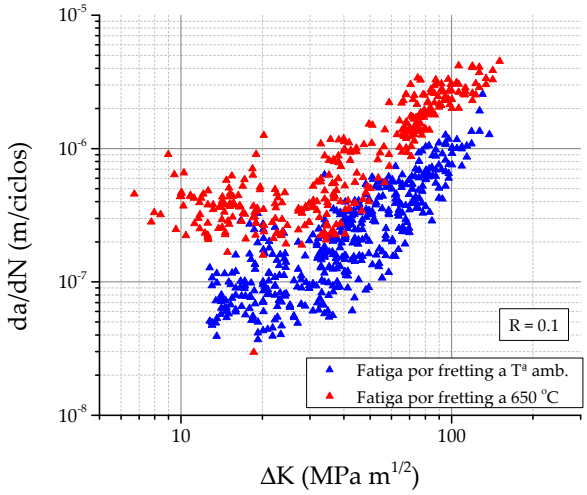


Figura 2. Curva VCG (da/dN) frente al FIT (ΔK) para probetas de fatiga por fretting.

En el caso de las probetas de fatiga simple, se analizaron 2 probetas a temperatura ambiente y otras 2 a 650 °C a diferentes niveles de carga. Los resultados reproducen la tendencia lineal esperada según la Ley de Paris para la zona de propagación estable de grietas. Al comparar ambas temperaturas, se aprecia una mayor VCG a 650 °C en regímenes de altos valores del FIT y muy similares a regímenes bajos, indicando que a regímenes bajos del FIT la temperatura no tiene un gran efecto.

En el caso de las probetas de fatiga por fretting se analizaron 3 probetas ensayadas a temperatura ambiente y 2 alta temperatura, figura 2. Las curvas obtenidas presentan un comportamiento diferente. Considerando la propia dispersión de los resultados, se observa claramente una primera región en la que la VCG se puede considerar constante hasta valores de ΔK igual a 30 MPa·m$^{0.5}$. A partir de este valor, la velocidad de crecimiento aumenta progresivamente con el FIT, siguiendo una tendencia similar a la del régimen de propagación estable. En la fatiga por fretting se observa una mayor velocidad de crecimiento a 650°C que se mantiene en todo el rango de FIT, a diferencia de la fatiga simple, donde solo aparece para valores altos de FIT. Esto indicaría que la temperatura tiene un efecto significativo en fatiga por fretting durante todo el ensayo.

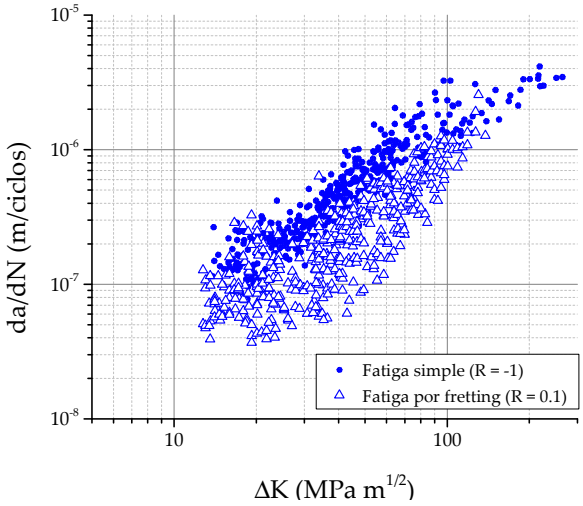


Figura 3. Curva VCG (da/dN) frente al FIT (ΔK) para ensayos de temperatura ambiente.

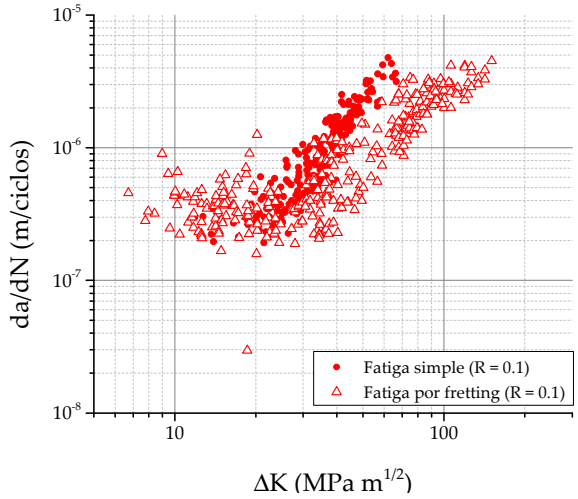


Figura 4. Curva VCG (da/dN) frente al FIT (ΔK) para ensayos a 650 °C.

Con el fin de comparar directamente el comportamiento en propagación, se representa conjuntamente las curvas de VCG obtenidas en fatiga simple, figura 3, y en fatiga por fretting, figura 4, a ambas temperaturas.

Los resultados muestran curvas con pendientes muy similares en ambos casos, aunque desplazados. Mostrando que, para un mismo valor del rango del FIT, las probetas sometidas a fatiga por fretting (triángulos) presentan VCG algo menores que las ensayadas a fatiga simple (círculos).

4. DISCUSIÓN

Los resultados indicados en el apartado anterior muestran la presencia de una zona de crecimiento constante durante un periodo del FIT, con gran importancia en los

ensayos de fatiga por fretting a ambas temperaturas. Esto constituye uno de los resultados más relevantes del presente trabajo y de ahí la importancia de su análisis.

Una primera interpretación de este fenómeno puede realizarse en el marco del comportamiento de grietas físicamente cortas, caracterizada por longitudes inferiores a 1 o 2 mm [15][16][17]. En este régimen, el mecanismo de cierre de grieta resulta ineficaz, permitiendo que la punta de la grieta permanezca abierta durante una mayor fracción del ciclo de carga, lo que acelera el crecimiento respecto a lo esperable en una grieta larga sometida al mismo FIT [18]. Esta hipótesis se ve reforzada por la similitud entre los valores de velocidad constante reportados por Connolley et al [16] en probetas entalladas de Inconel 718 a 600 °C, donde también se identificó una agrupación de puntos de crecimiento con velocidad casi invariante para FIT inferiores a 20 MPa·m$^{0.5}$.

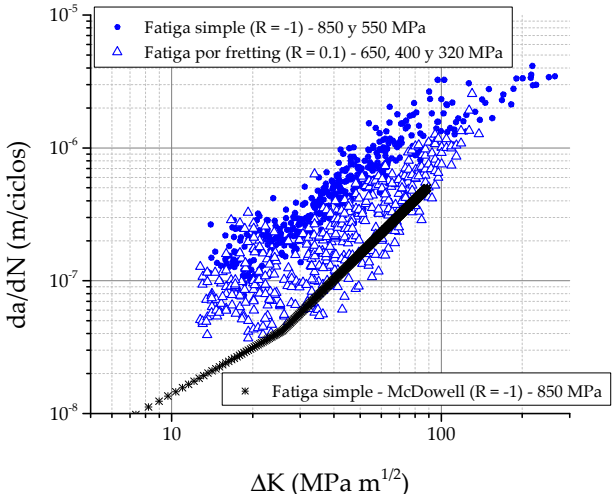


Figura 5. Comparación entre el modelo de grieta pequeña de McDowell para Inconel 718 y los resultados experimentales obtenidos en el presente trabajo.

Este comportamiento es coherente con el modelo de crecimiento de grietas pequeñas propuesto por McDowell [17], quien mostró que, en aleaciones de base níquel como el Inconel 718, la VCG en el régimen de grieta corta puede desviarse significativamente de la ley de Paris debido a la influencia de la microestructura y a la limitada efectividad del cierre de grieta. A partir de las ecuaciones propuestas por dicho autor, se ha reconstruido la curva teórica de crecimiento para el Inconel 718 para un R = -1 y 850 MPa *y* se ha comparado con los resultados experimentales del presente trabajo a temperatura ambiente (figura 5). En dicha figura se observa que la región de crecimiento a bajo FIT presenta una pendiente diferente a la correspondiente al régimen de crecimiento estable, sin alcanzar un comportamiento constante, a diferencia de las mediciones de este trabajo mediante FEI Teneo.

Una segunda hipótesis es si las marcas observadas en este régimen de bajo FIT corresponden realmente a estrías de fatiga en su sentido clásico (esto es, una estría representa el avance de la grieta durante un ciclo) o si, por el contrario, se trata de marcas "tipo estría" cuyo origen es microestructural. Lynch, en su revisión bibliográfica sobre fractografía, puso de manifiesto que, para un amplio rango de materiales, el espaciado de las estrías permanece constante (entre 80 y 300 nm) durante un periodo significativo de la fase de crecimiento de grieta, evidenciando que la relación 1:1 entre ciclo y estría se pierde en regímenes bajos del FIT. Esta observación se encuentra ilustrada en la figura 6 [5], y también fue observada por Ahmed et al [7].

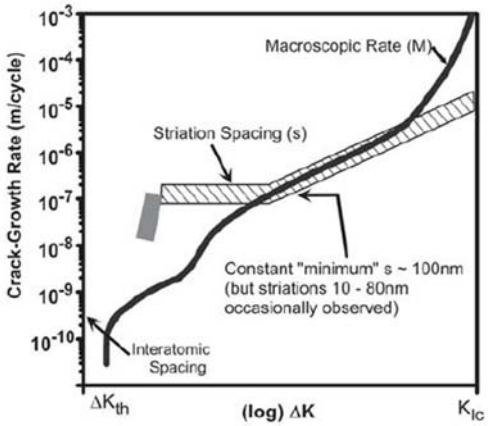


Figura 6. Esquema de la pérdida de correlación 1:1 entre ciclo y estría en el régimen bajo del FIT, ΔK. [5]

En este sentido, Cai y McEvily [8] demostraron, mediante microscopía electrónica de transmisión en acero 1018, que las marcas de espaciado constante observadas a bajas velocidades no eran estrías reales, sino la manifestación superficial de la interacción del frente de grieta con paredes de celdas de dislocaciones. El espaciado medido coincidía con el ancho de dichas celdas y no con el avance real por ciclo. Este resultado introdujo una advertencia metodológica fundamental: el espaciado observado en SEM no siempre representa directamente la velocidad de crecimiento.

No obstante, estos autores señalaron también que, al analizar con mayor magnificación la zona comprendida entre estas marcas aparentemente estrías, podrían identificarse estrías reales de menor espaciado en su interior, lo que indicaba que la grieta continuaba avanzando, aunque la morfología dominante estuviera provocada por las paredes de las celdas de dislocación.

Un comportamiento análogo fue documentado por Fiorentin et al. [4] en Inconel 625 obtenido por fabricación aditiva. En un análisis inicial mediante SEM convencional, estos autores observaron un espaciado de estrías aparentemente constante (alrededor de 200 - 250 nm) que atribuyeron inicialmente al tamaño de las bandas de deslizamiento. Sin embargo, en una de cada diez probetas examinadas, un análisis más detallado con técnicas de alta resolución reveló la presencia de estrías reales mucho más finas de hasta 24 nm en el interior de

aquellas marcas tipo estrías. Este nuevo espaciado sí seguía una correlación 1:1 con la VCG de grieta larga.

Estos dos hallazgos ponen de manifiesto que las marcas dominantes observadas a baja magnificación pueden enmascarar el verdadero avance ciclo a ciclo de la grieta, y que sería necesario un examen más exhaustivo para poder identificar el crecimiento real.

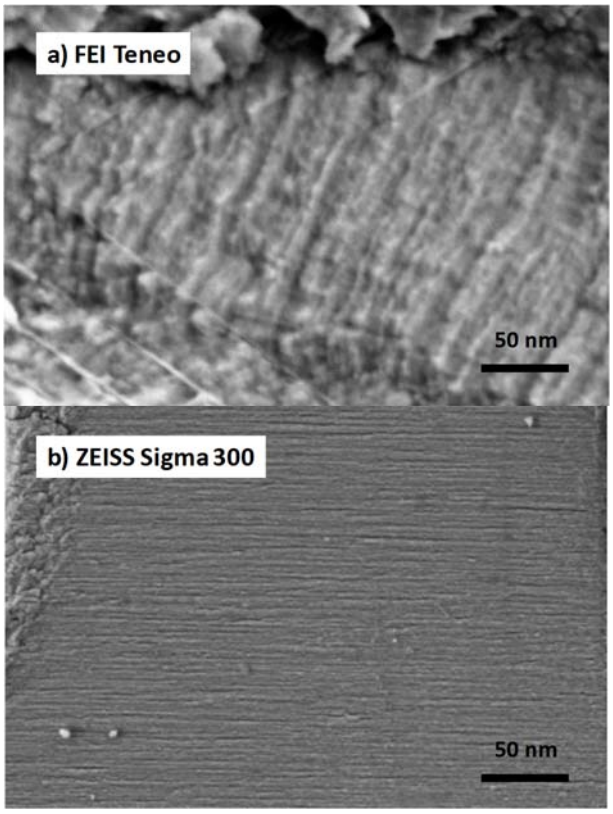


Figura 7: Fotografías tomadas en la misma probeta con dos equipos SEM. a) FEI Teneo, b) ZEISS Sigma 300.

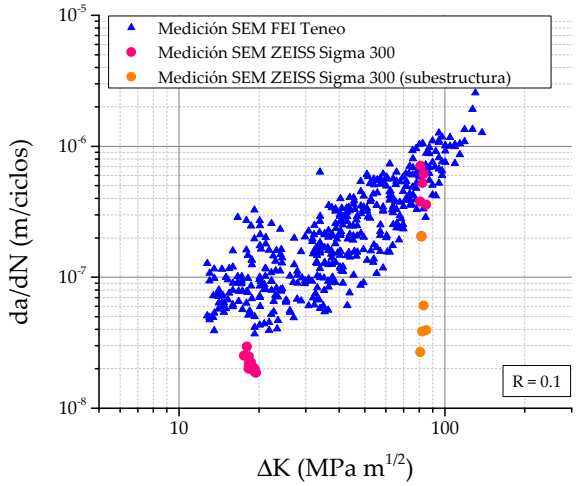


Figura 8: Medición realizada con dos equipos SEM.

Un comportamiento similar se observó en el presente trabajo. El análisis realizado en el SEM FEI Teneo, figuras 1 y 2, mostraba marcas de espaciado prácticamente constante comparable con el tamaño de las bandas de deslizamientos reportado para aleaciones base níquel, el cual se encuentra entre 100 y 500 nm [19]. Sin embargo, al repetir la observación empleando un equipo SEM de mayor resolución, ZEISS Sigma 300, y aumentando la magnificación, fue posible identificar una subestructura más fina compatible con la presencia de estrías reales en el interior de dichas marcas. La figura 7 muestra dos imágenes tomadas con cada uno de los equipos para longitudes de grietas similares en la misma probeta. Es importante comentar que no fue posible tomar las imágenes en la misma posición exacta de la probeta, aun así, muestra claramente el espaciado característico de cada una de ellas. En la figura 7b (que corresponde con la medición del equipo SEM de mayor resolución ZEISS Sigma 300) es posible observar un espaciado inferior de las estrías, además de una mayor calidad de imagen.

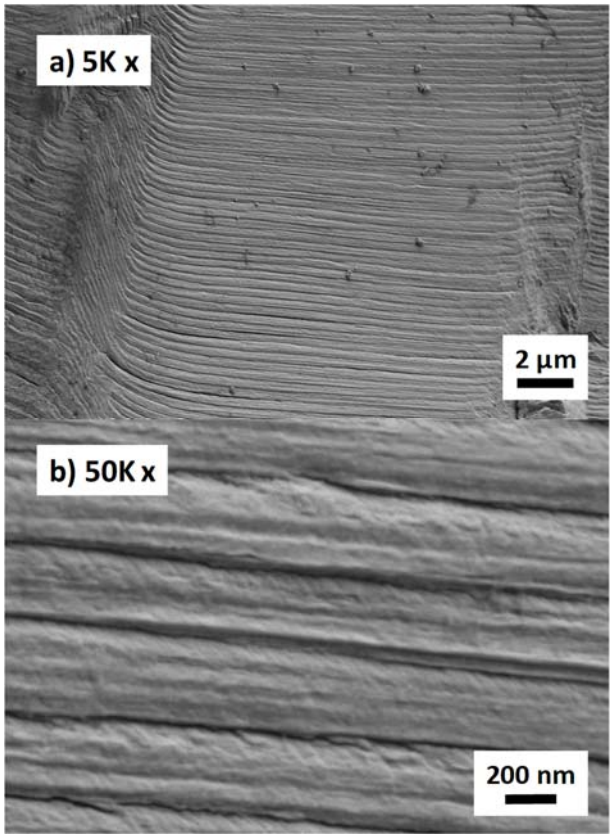


Figura 9. Espaciado medido en zona de alto FIT (~80 MPa·m$^{0.5}$ bajo dos magnificaciones diferentes: a) magnificación 5000x y b) magnificación de 50000x.

Las mediciones tomadas con el quipo FEI Teneo fueron comparadas con las obtenidas mediante el ZEISS Sigma 300, figura 8. En esta figura puede observarse que, en la zona de bajo FIT, donde inicialmente se había estimado una VCG constante, el uso del equipo de mayor resolución permite identificar espacios menores, lo que conduce a velocidades inferiores, compatibles con lo que podrían corresponder a estrías reales y con la velocidad de crecimiento medida con métodos clásicos. En la zona de alto FIT, los valores obtenidos con ambos equipos resultan similares. No obstante, con el equipo ZEISS Sigma 300 en la zona de alto FIT, se observó en el interior de una estría una subestructura con un patrón

determinado, cuyo espaciado es inferior al de la marca principal, tal y como puede observarse en la figura 9, dando lugar a los puntos naranjas representados en la figura 8. Hasta donde alcanza el conocimiento de los autores, no se ha encontrado referencias en la literatura que describan de forma clara a qué corresponden estas subestructuras, por lo que se requiere un análisis más detallado en trabajos futuros.

5. CONCLUSIONES

En el presente trabajo se ha analizado el crecimiento de grieta en Inconel 718 bajo condiciones de fatiga simple y fatiga por fretting, a temperatura ambiente y a 650 °C, obteniéndose las siguientes conclusiones principales:

En fatiga simple se observan curvas muy similares a ambas temperaturas en el régimen bajo del FIT. Sin embargo, en regímenes altos se observa un incremento de la VCG a alta temperatura, lo que implica un efecto térmico cuando la propagación está plenamente desarrollada. En fatiga por fretting, la temperatura tiene un efecto más acusado. Las probetas ensayadas a 650 °C presentan mayores VCG en todo el rango del FIT analizado. Independientemente de la temperatura, los ensayos de fatiga por fretting muestran velocidades de crecimiento superiores a las obtenidas en fatiga simple.

En los ensayos de fatiga por fretting se identificó una región de VCG prácticamente constante hasta valores de ΔK del orden de 30 MPa·m$^{1/2}$. Este comportamiento puede interpretarse como resultado del crecimiento de grietas físicamente cortas, donde el cierre de grieta es ineficaz, y/o como consecuencia de la pérdida de correlación 1:1 entre ciclo y estría en regímenes bajos del FIT. Sin embargo, el análisis mediante SEM de alta resolución evidenció la presencia de una subestructura más fina que sí podría representar la idea de una estría por ciclo de carga en esta zona de grietas cortas.

En conjunto, los resultados obtenidos ponen de manifiesto la necesidad de interpretar con cautela las medidas de espaciado de estrías en el régimen de bajo ΔK, donde la microestructura puede enmascarar el verdadero avance ciclo a ciclo de la grieta.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecer la financiación del proyecto PID2021-123728OB-I00.

REFERENCIAS

[1] Waterhouse R. Fretting fatigue. U.K: *Applied science publishers;* 1981A.
[2] Golden, Patrick J. Development of a dovetail fretting fatigue fixture for turbine engine materials. *International Journal of Fatigue*, 2009, vol. 31, no 4, p. 620-628.
[3] A.J. McEvily, H. Matsunaga, On Fatigue Striations. *Transactions B: Mech. Engineering* 17 (2010) 75-82.
[4] F.K. Fiorentin, R. Dantas, R. Darabi, G. Lesiuk, M. Figueiredo, P.T. de Castro, A. de Jesus, Relation Between Striations Spacing and Fatigue Crack Growth Rates for Additive Manufactured Inconel 625. *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures* (2024).
[5] S.P. Lynch, S. Moutsos, A Brief History of Fractography. Journal of Failure Analysis and Prevention (2006), 6: 54-69.
[6] C. Crussard, R. Borione, J. Plateau, Y. Morillon, F. Maratray, A Study of Impact Tests and the Mechanism of Brittle Fracture. *Journal of the Iron and Steel Institute* 183 (1956) 146-177.
[7] M. Ahmed, M.S. Islam, S. Yin, R. Lupoi, Minimum fatigue striation spacing and its stress amplitude dependence in a commercially pure titanium. *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures* 43 (2020) 628-634.
[8] H. Cai, A.J. McEvily, On striations and fatigue crack growth in 1018 steel. *Materials Science and Engineering* A314 (2001) 86-89.
[9] F.O. Riemelmoser, P. Gumbsch, R. Pippan, Dislocation Modelling of Fatigue Cracks: An Overview. Materials Transactions, *The Japan Institute of Metals* 42 (2001) 2-13.
[10] P. Maruschak, R. Vorobel, O. Student, I. Ivasenko, H. Krechkovska, O. Berehulyak, T. Mandziy, L. Svirska, O. Prentkovskis, Estimation of Fatigue Crack Growth Rate in Heat-Resistant Steel by Processing of Digital Images of Fracture Surfaces. *Metals* 2021, 11, 1776.
[11] Y. Alyousif, E.A. Saunders, S. Taylor, J.C. Walker, P.A.S. Reed, Slip Mode Transitions and Work Hardening of a Polycrystalline Superalloy: Effects on Striation Formation at Room Temperature. *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures* (2025).
[12] J. Newman, Jr. and I. Raju, Stress-intensity factor equations for cracks in three-dimensional finite bodies. *NASA Technical Memorandum*, No. 83200 (1981).
[13] M. Moreno-Rubio, J. Vázquez, C. Navarro and J. Domínguez, Experimental study on the fretting fatigue of Inconel 718 superalloy. *Tribology International* 186 (2023) 108637.
[14] NASGRO, Fracture mechanics and fatigue crack growth analysis software, reference manual, *NASA Johnson Space Center and Southwest Research Institute*.
[15] S. Suresh and R. Ritchie, Propagation of short fatigue cracks. *International Materials Reviews* 29 (1984) 445-475.
[16] T. Connolley, P. Reed and M. Starink, Short crack initiation and growth at 600°C in notched specimens of Inconel 718. *Materials Science & Engineering* A340 (2003) 139-154.
[17] McDowell, D. L., An enginerring model for propagation of small cracks in fatigue. *Engineering Fracture Mechanics*, 1997, 56(3), 357-377.
[18] P.R. Edwards and J.C. Newman, Short-Crack Growth Behaviour in Various Aircraft Materials. AGARD-R-767 (1990).
[19] S. Liang, X. Wang, H.S. Zurob, NbC precipitation during multi-pass deformation of a nickel-based model alloy: Experiments and modelling. *Materials Science & Engineering* A 772 (2020) 138748.

INTEGRIDAD MECÁNICA DE CATALIZADORES CoCr/SBA-15 EMPLEADOS PARA LA PRODUCCIÓN DE HIDRÓGENO

N. Sánchez[1*], M. Martínez[1], P.J. Megía[2], A. Moreno de la Calle[2], A. Carrero[2,3], A. Salazar[1,3]

[1]Grupo de Durabilidad e Integridad Mecánica de Materiales Estructurales
[2]Grupo de Ingeniería Química y Ambiental
[3]Instituto de Investigación de Tecnologías para la Sostenibilidad
Escuela Superior de Ciencias Experimentales y Tecnología. Universidad Rey Juan Carlos
C/ Tulipán s/n, 28933 Móstoles-España
[*] Persona de contacto: noelia.sanchezo@urjc.es

RESUMEN

En los reactores isotermos de lecho fijo, los procesos de atricción modifican la porosidad del lecho debido al desgaste progresivo de las partículas de catalizador, lo que reduce su tamaño y genera finos. Este fenómeno se debe principalmente a la fricción entre partículas y a la carga mecánica ejercida por las capas superiores del lecho sobre las inferiores. Como resultado, el lecho tiende a compactarse, incrementando la pérdida de carga y dificultando la circulación de reactivos y productos. En este sentido, una elevada actividad catalítica debe ir acompañada de una adecuada resistencia mecánica que garantice la integridad estructural del catalizador durante todo el tiempo de operación en el reactor. Este trabajo evalúa la resistencia y fiabilidad de catalizadores CoCr/SBA-15 con dos contenidos de bentonita. El objetivo principal es analizar cómo la configuración de ensayo condiciona los parámetros de Weibull (módulo m y resistencia característica por unidad de volumen Σ_0), imprescindibles para evaluar la fiabilidad del proceso de fabricación y el dimensionado de reactores. Como objetivo secundario, se estudia el efecto del contenido de bentonita. Se realizaron ensayos de compresión diametral en ambas composiciones y, en la formulación con mejor respuesta, flexión en 3 puntos y 4 puntos. Los resultados muestran que más bentonita refuerza la resistencia, pero no reduce la dispersión. Además, para un mismo material, m y Σ_0 dependen de la configuración conforme al modelo del eslabón más débil y al volumen efectivo.

PALABRAS CLAVE: Catalizadores CoCr/SBA-15, Bentonita, Reactor de lecho fijo, Estadística de Weibull, Volumen efectivo, Compresión diametral y flexión en 3 y 4 puntos

ABSTRACT

In isothermal fixed-bed reactors, attrition processes modify the bed porosity due to the progressive wear of catalyst particles, which decreases their size and generates fines. This phenomenon is mainly caused by interparticle friction and by the mechanical load exerted by the upper layers of the bed on the lower ones. As a result, the bed tends to compact, increasing the pressure drop and hindering the flow of reactants and products. In this regard, high catalytic activity must be accompanied by adequate mechanical strength to ensure the structural integrity of the catalyst throughout the entire reactor operating period. This work assesses the strength and reliability of CoCr/SBA-15 catalysts with two bentonite contents. The primary objective is to analyze how the test configuration governs the Weibull parameters (the modulus m and the characteristic strength per unit volume Σ_0) which are indispensable for evaluating manufacturing reliability and reactor sizing. As a secondary objective, the effect of bentonite content on strength is examined. Diametral compression tests were performed for both compositions and, for the formulation with the best mechanical response, three-point and four-point bending tests were conducted. The results show that higher bentonite increases strength but does not reduce scatter. Moreover, for the same material, m and Σ_0 depend on the configuration, in agreement with the weakest-link model and the concept of effective volume.

KEYWORDS: CoCrS/SBA-15 catalysts, Bentonite, Fixed-bed reactor, Weibull statistics, Effective volume, Diametral compression and three and four point bending

1. INTRODUCCIÓN

La transición hacia sistemas energéticos sostenibles ha posicionado al hidrógeno como un vector energético clave, siendo los procesos catalíticos como el reformado con vapor una de las tecnologías de producción más ampliamente extendidas [1,2]. Entre los diversos soportes empleados para la preparación de catalizadores empleados en la producción de hidrógeno, la sílice mesoporosa SBA-15 ha atraído una atención considerable debido a su elevada superficie específica, distribución uniforme del tamaño de poro (4–10 nm), paredes gruesas y excelente estabilidad hidrotermal [2–5]. Estas características convierten al material SBA-15 en

un soporte idóneo para dispersar nanopartículas metálicas activas en reacciones catalíticas de reformado. En cambio, para aplicaciones a mayor escala, el material SBA-15 se puede combinar con aglomerantes tipo arcilla o incorporar en monolitos cerámicos estructurados para aportar la integridad mecánica necesaria para la operación en reactores industriales [4–6].

Si bien la investigación se ha centrado extensamente en la actividad catalítica y selectividad de los catalizadores soportados sobre SBA-15, su comportamiento mecánico de estos soportes compuestos ha recibido una atención comparativamente limitada, a pesar de su importancia crítica para el buen funcionamiento del reactor a largo plazo. Durante los procesos de producción de hidrógeno, los catalizadores están sometidos a estados tensionales complejos que emergen de desajustes en la expansión térmica, caídas de presión a través del lecho, peso del catalizador y choques térmicos durante ciclos de arranque/parada [7]. El fallo mecánico de las estructuras de soporte puede conducir a la compactación del lecho, incremento de la caída de presión, canalización y, en última instancia, a la desactivación del reactor, con importantes implicaciones económicas.

Los materiales cerámicos —incluyendo las fases aglomerantes que permiten obtener partículas de catalizador a partir de muestras de CoCr/SBA-15 en polvo— exhiben fragilidad inherente y susceptibilidad a fractura bajo tensiones de tracción [8]. La presencia de la propia fase de sílice mesoporosa introduce una complejidad adicional, ya que la porosidad reduce intrínsecamente la resistencia mecánica, al tiempo que proporciona la superficie específica necesaria para soportar los centros metálicos activos en la reacción de reformado para obtener hidrogeno. Esta compensación entre porosidad (y, por tanto, actividad catalítica) y robustez mecánica debe optimizarse cuidadosamente. En este contexto, los enfoques estadísticos de fractura —en particular, el análisis de Weibull— son imprescindibles para predecir la fiabilidad de componentes cerámicos frágiles bajo estados tensionales multiaxiales [9]. El concepto de volumen efectivo y el escalado de resistencia de Weibull proporcionan marcos rigurosos para trasladar la caracterización mecánica a escala de laboratorio a la evaluación de la probabilidad de fallo a nivel de componente [9–10].

En este trabajo se estudia la resistencia mecánica de dos catalizadores cuya única diferencia es el contenido de bentonita, empleando ensayos de compresión diametral en ambas composiciones y, para la de mejor respuesta mecánica, ensayos de flexión en 3 y 4 puntos. El objetivo principal es analizar cómo la configuración de ensayo (compresión diametral, flexión en 3 y 4 puntos) condiciona los parámetros de Weibull y, por tanto, la estimación de fiabilidad del proceso de fabricación y el dimensionado de determinados reactores. Como objetivo secundario, se evalúa el efecto del contenido de bentonita sobre las propiedades mecánicas dentro del marco de la estadística de Weibull, cuantificando las implicaciones sobre el volumen efectivo y el escalado de resistencia.

2. MARCO TEÓRICO

Los materiales cerámicos y, en general, los materiales frágiles presentan una rotura de naturaleza estocástica, gobernada por la presencia de defectos distribuidos aleatoriamente en su volumen o superficie [7, 11]. Para describir estadísticamente la dispersión de la resistencia mecánica de estos materiales, la distribución de Weibull es la más ampliamente aceptada y utilizada tanto en el ámbito académico como en normativas técnicas [8, 10]. Está basada en la teoría del eslabón más débil, la cual establece que el defecto más crítico en el material determina su resistencia.

En la distribución de Weibull de dos parámetros, la función de probabilidad de fallo acumulada (CDF, del inglés *Cumulative Distribution Function*) para una muestra sometida a una tensión σ viene dada por:

$$P_f(\sigma) = 1 - exp\left[-\left(\frac{\sigma}{\sigma_0}\right)^m\right] \quad (1)$$

donde m es el módulo de Weibull (parámetro de forma), un número adimensional que caracteriza la dispersión de la resistencia. Valores elevados de m indican una baja dispersión (material más homogéneo y predecible), mientras que valores bajos reflejan una mayor variabilidad en la resistencia. Y σ_0 es la resistencia característica (parámetro de escala), definida como la tensión para la cual la probabilidad de fallo es del 63,2%.

La ecuación (1) es válida para un espécimen sometido a un campo de tensiones uniforme (p.ej., tracción pura). Sin embargo, la mayoría de los ensayos mecánicos (flexión, ensayos biaxiales) generan campos de tensiones no homogéneos, donde únicamente una parte del volumen del espécimen está sometida a las tensiones máximas.

Para extender la distribución de Weibull a campos de tensiones no uniformes, se introduce el concepto de volumen efectivo, V_{eff} [12, 13]. Este parámetro representa el volumen de una muestra hipotética que, sometida a una tensión uniforme igual a la tensión máxima del ensayo real, presentaría la misma probabilidad de fallo que la muestra real bajo su campo de tensiones complejo. Matemáticamente, el volumen efectivo se define como:

$$V_{eff} = \int_V \left(\frac{\sigma(x,y,z)}{\sigma_{max}}\right)^m dV \quad (2)$$

donde $\sigma(x,y,z)$ es la distribución de tensiones en el espécimen, σ_{max} es la tensión máxima y la integración se extiende únicamente sobre las regiones sometidas a tracción.

La incorporación del volumen efectivo permite escribir la probabilidad de fallo para cualquier configuración de ensayo como:

$$P_f(\sigma) = 1 - exp\left[-V_{eff}\left(\frac{\sigma}{\Sigma_0}\right)^m\right] \quad (3)$$

donde Σ_0 es una propiedad intrínseca del material denominado resistencia característica por unidad de volumen, calculado de la siguiente forma:

$$\Sigma_0 = \sigma_0 {V_{eff}}^{1/m} \quad (4)$$

El conocimiento de Σ_0 y *m* permite predecir la resistencia de cualquier componente del mismo material, independientemente de su geometría y del tipo de solicitación, mediante la relación de escalado [9, 12]:

$$\frac{\sigma_{0,1}}{\sigma_{0,2}} = \left(\frac{V_{eff,2}}{V_{eff,1}}\right)^{1/m} \quad (5)$$

3. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

3.1. Materiales

Los catalizadores aglomerados se prepararon a partir del material Co-Cr/SBA-15 obtenido en forma de polvo. En primer lugar, se sintetizó el soporte silíceo mesoestructurado SBA-15 siguiendo el método hidrotermal descrito en la literatura [3]. Posteriormente, se incorporó tanto la fase activa (cobalto) como el promotor (cromo) por co-impregnación a humedad incipiente usando disoluciones de sus nitratos. Tras la impregnación, las muestras se calcinaron en aire a 550 °C durante 5 horas, con un calentamiento de 1,8 °C/min.

En el proceso de aglomeración se siguió la metodología de Pariente y col. [5]. El material Co-Cr/SBA-15 en polvo (70-75 %) se mezcló con bentonita (25-30 %) y se homogenizó con agua mili-Q. Además, se añadió un 10 % de metilcelulosa para mejorar la plasticidad y facilitar el proceso de extrusión realizado en una extrusora de diseño propio con matriz circular. De esta forma se obtuvieron dos catalizadores aglomerados de geometría cilíndrica (diámetro equivalente 2,1 mm) denominados CoCrS-25 y CoCrS-30 dependiendo del porcentaje de bentonita. Finalmente, estos pellets se secaron a 110 °C y se calcinaron a 650 °C, con una rampa de calentamiento de 0,5 ºC/min y manteniendo la temperatura durante 2 horas para eliminar la carboximetilcelulosa.

Tabla 1. Propiedades fisicoquímicas de los catalizadores calcinados.

Catalizador	Co (%)[a]	Cr (%)[a]	S_{BET} (m^2/g)	D_p[b] (nm)
CoCrS-25	4,9	1,3	335	5,8
CoCrS-30	4,5	1,2	322	5,5

[a] Determinado por ICP-OES; [b] Diámetro medio de poro según el método BJH (desorción); [b] volumen de poros medido a P/Po =0,97

En la Tabla 1 se indica el contenido metálico de los catalizadores y sus propiedades texturales obtenidas a partir de las isotermas de fisisorción de nitrógeno. Como puede observarse, tras el proceso de aglomeración y extrusión los catalizadores mantienen la estructura procedente del soporte mesoporoso SBA-15 con valores de superficie especifica, volumen de poro y diámetro de poro muy elevados [2]. Así, el aumento del contenido en bentonita, reduce ligeramente la superficie BET y el diámetro de poro del catalizador aglomerado CoCrS-30.

3.2. Caracterización mecánica

La caracterización mecánica consistió en la realización de ensayos de compresión diametral, según la norma ASTM D6175 [14], y ensayos de flexión en 3 y 4 puntos siguiendo la norma ASTM C1684 [15]. Se utilizó una máquina universal de ensayos mecánicos electrodinámica MTS Acumen, equipada con una célula de carga de ±10 N. Los ensayos se realizaron a temperatura ambiente, en control de desplazamiento a una velocidad de 0,1 mm/min, empleando platos de compresión (MTS 682.01A-01) y un dispositivo de flexión en 3/4 puntos (MTS 642.001). En los ensayos de flexión en 3 puntos se empleó una luz, L_0, de 10 mm, mientras que en los ensayos de flexión en 4 puntos la distancia entre apoyos inferiores, L_0, fue de 20 mm y entre apoyos superiores, L_i, de 10 mm. Se llevaron a cabo 40 ensayos de compresión diametral, 36 ensayos de flexión en 3 puntos y 18 ensayos de flexión en 4 puntos.

La resistencia a la compresión diametral se determinó utilizando la expresión [16]:

$$\sigma_{max,c} = \frac{2F}{\pi dL} \quad (6)$$

siendo F la fuerza máxima, d el diámetro y L la longitud del cilindro.

En los ensayos de flexión, se determinó la resistencia máxima a flexión en 3 puntos, $\sigma_{max,3PB}$, y 4 puntos, $\sigma_{max,4PB}$, mediante las siguientes ecuaciones [16]:

$$\sigma_{max,3PB} = \frac{8FL_0}{\pi d^3} \quad (7)$$

$$\sigma_{max,4PB} = \frac{8F(L_0 - L_i)}{\pi d^3} \quad (8)$$

La estadística de Weibull se aplicó según la norma ASTM C1239 [12], considerando una distribución de dos parámetros (*m*, σ_0) (ec. (1)). Para ajustar la curva de distribución a los puntos experimentales, se siguió el siguiente procedimiento:

1. Los valores de resistencia fueron ordenados de menor a mayor y se les asignó un número de orden a cada valor, *i*.
2. La probabilidad acumulativa fue calculada utilizando el siguiente estimador:

$$P_i = \frac{i - 0{,}5}{N} \quad (9)$$

donde *i* es el i-ésimo valor de σ y *N* el número total de datos.

3. La función de probabilidad (ec. 1) se ajusta a una línea recta tomando dos veces logaritmos:

$$Ln\left[Ln\left(\frac{1}{1-P_i}\right)\right] = mLn(\sigma_i) - mLn(\sigma_0) \quad (10)$$

el parámetro de forma, *m*, es la pendiente de la recta y σ_0 se calcula a partir de la ordenada en el origen.

4. RESULTADOS

4.1. Resistencia a la compresión diametral

La Figura 1 muestra las curvas de tensión (σ) vs desplazamiento (u) de los catalizadores CoCrS-25 y CoCrS-30 obtenidas de los ensayos de compresión diametral, cuyas envolventes reflejan el grado de dispersión de las mediciones. En primer lugar, las curvas

Tabla 2: Resistencia máxima, σ_{max}, y parámetros de Weibull (módulo de Weibull, m, resistencia característica, σ_0, coeficiente de determinación de la regresión lineal (ec. (10)), R^2, volumen efectivo, V_{eff}, y parámetro de escala del material, Σ_0) del análisis estadístico de los datos de compresión diametral para los catalizadores CoCrS-25 y CoCrS-30, y de los datos de los ensayos de flexión en 3 (3PB) y 4 (4PB) puntos del catalizador CoCrS-30.

Catalizador	Configuración	σ_{max} (MPa)	σ_0 (MPa)	m	R^2	V_{eff} (mm^3)	Σ_0 (MPa·mm$^{3/m}$)
CoCrS-25	**Compresión lateral**	0,11 ± 0,03	0,12	5,4	0,9317	8	0,18
CoCrS-30		0,5 ± 0,2	0,57	3,1	0,9524	8	1,11
	3PB	2,5 ± 0,3	2,60	9,73	0,9765	0,21	2,22
	4PB	1,9 ± 0,4	2,04	5,30	0,9185	5,07	2,77

σ–u del catalizador CoCrS-25 presentaron una morfología dentada, caracterizada por múltiples picos asociados a roturas sucesivas antes de la rotura final. En cambio, los catalizadores CoCrS-30 mostraron curvas σ–u mucho más suaves, con un comportamiento monótono creciente hasta carga máxima, momento en el que se produjo la rotura transversal de los cilindros. La resistencia mecánica aumenta con el contenido de bentonita, que actúa como matriz cohesiva y refuerzo estructural, dado que la bentonita forma durante la calcinación una red laminar que puentea partículas, distribuye tensiones y reduce las microgrietas [17].

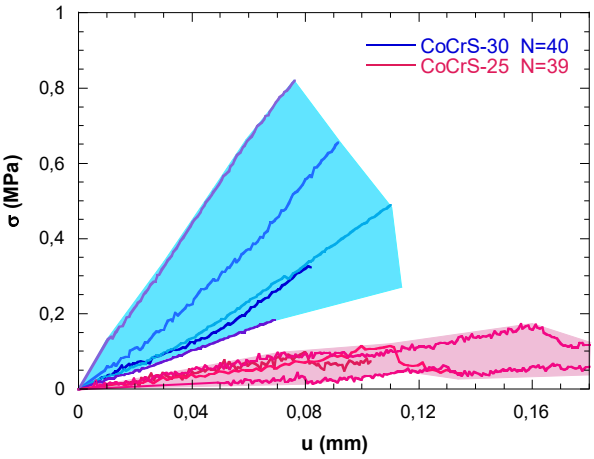


Figura 1. Curvas tensión (σ) vs desplazamiento (u) de los catalizadores CoCrS-25 (rojo) y CoCrS-30 (azul) con las envolventes mostrando el grado de dispersión.

La gran variabilidad en los valores de resistencia mecánica obtenidos a partir de los ensayos de compresión diametral, entre 0,07 MPa y 0,17 MPa para CoCrS-25 y entre 0,18 MPa y 0,82 MPa para CoCrS-30, derivada de la fragilidad intrínseca de los catalizadores, puede observarse en la Figura 2. Esto hace necesario recurrir a la estadística de Weibull para describir adecuadamente su comportamiento mecánico. La Tabla 2 recoge los parámetros de Weibull, m y σ_0, la resistencia mecánica por unidad de volumen del material, Σ_0, y el volumen efectivo, V_{eff}, calculado mediante la expresión [18]:

$$V_{eff,c} = 0{,}21209\, m^{-0{,}48338} d^2 L \qquad (11)$$

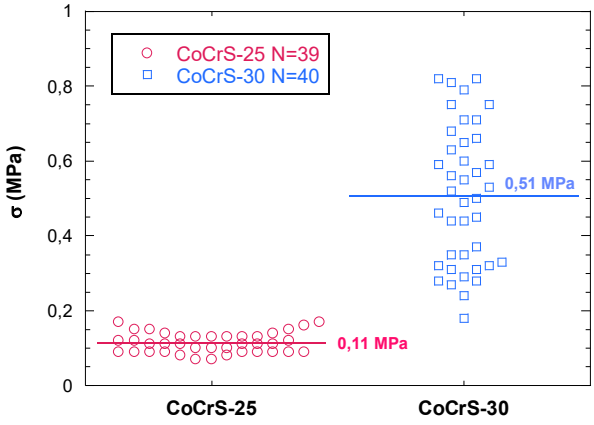


Figura 2. Valores de resistencia mecánica de CoCrS-25 (rojo) y CoCrS-30 (azul) obtenidos de los ensayos de compresión diametral. Valor medio representado por una línea horizontal.

El catalizador CoCrS-30 presentó una resistencia mecánica máxima y una resistencia mecánica por unidad de volumen superiores a las del CoCrS-25. Sin embargo, el análisis de Weibull mostró un módulo m mayor para CoCrS-25, lo que indica una menor dispersión en los valores de resistencia. Estos resultados sugieren que, aunque incrementar el contenido de bentonita mejora la resistencia mecánica global, no garantiza una distribución más homogénea de defectos en el material.

4.2. Resistencia a flexión

La Figura 3 muestra los valores de la resistencia a flexión de los 36 ensayos realizados en la configuración en 3 puntos (3PB) y de los 18 ensayos en la configuración de 4 puntos (4PB). La variabilidad observada, entre 1,48 MPa y 3,08 MPa para 3PB y entre 1,10 MPa y 2,82 MPa para 4PB, conlleva un análisis mediante la estadística de Weibull, cuyos resultados se muestran en la Tabla 2. El volumen efectivo para la configuración de flexión en 3 puntos, $V_{eff,3PB}$, y para la configuración de flexión en 4 puntos, $V_{eff,4PB}$, fueron calculados a través de las siguientes expresiones [19]:

$$V_{eff,3PB} = \frac{L_0 d^2}{2(m+1)} \frac{\sqrt{\pi}}{(m+2)} \frac{\Gamma\left(\frac{m+1}{2}\right)}{\Gamma\left(\frac{m}{2}+1\right)} \qquad (12)$$

$$V_{eff,4PB} = \left[L_i + \frac{L_0 - L_i}{m+1}\right] \frac{\sqrt{\pi} d^2}{2(m+2)} \frac{\Gamma\left(\frac{m+1}{2}\right)}{\Gamma\left(\frac{m}{2}+1\right)} \quad (13)$$

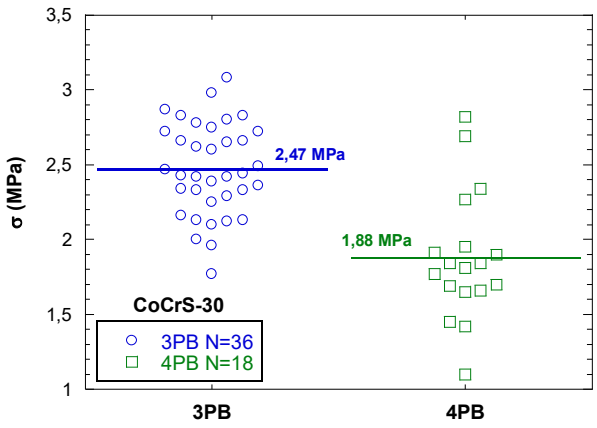


Figura 3. Valores de resistencia mecánica del catalizador CoCrS-30 resultantes de los ensayos de flexión en 3 puntos (3PB) y en 4 puntos (4PB), donde el valor medio está representado por una línea horizontal.

El análisis estadístico mostró que el módulo de Weibull para la configuración de flexión en tres puntos fue mayor que el correspondiente a la configuración de flexión en cuatro puntos. Este comportamiento puede explicarse mediante el modelo del *eslabón más débil*: al poseer un menor volumen efectivo, la configuración de tres puntos presenta una probabilidad menor de contener un defecto crítico. En cambio, el volumen efectivo mayor de la configuración de cuatro puntos incrementa la probabilidad de encontrar un defecto significativo, lo que se refleja en valores más bajos del módulo de Weibull y en una disminución general del resto de los parámetros estadísticos.

5. DISCUSION

El análisis estadístico realizado sobre un mismo material pone de manifiesto que el módulo de Weibull, m, puede variar con la configuración de ensayo porque cambia el volumen/área efectivos sometidos a tensiones críticas, en el marco del modelo del *eslabón más débil*. En flexión en 3 puntos, la tracción máxima se concentra en una zona más localizada (menor volumen efectivo), lo que reduce la probabilidad de interceptar un defecto crítico y suele dar lugar a valores más altos de m. En cambio, en flexión en 4 puntos la región sometida a tensiones próximas a la máxima es más amplia y uniforme (mayor volumen efectivo), por lo que típicamente se obtienen m y resistencias menores. Esta diferencia y su escalado se formalizan mediante las expresiones de volumen/área efectivos y las leyes de escalado de Weibull para barras en flexión estandarizadas recogidas en [19].

Por otro lado, en compresión diametral, la tracción máxima aparece en una banda central bajo un campo tensional no uniforme [18, 20]. En consecuencia, el volumen efectivo en tracción difiere de forma notable con respecto a la flexión y el valor estimado de $m$puede cambiar aun siendo el mismo material. En conjunto, los resultados de este trabajo concuerdan con los estudios de Quinn [19] y Jadaan y Wereszczak [20], sustentando que m no es una constante intrínseca del material, sino un parámetro estadístico dependiente de la distribución de tensiones y del volumen/área efectivos de cada configuración de ensayo (flexión en 3 y 4 puntos, compresión diametral). Por ello, es esperable observar valores de m distintos al cambiar la configuración manteniendo el mismo material.

Por último, conviene destacar que la resistencia mecánica por unidad de volumen $\Sigma_0$mostró valores similares en flexión en 3 y 4 puntos, mientras que resultó inferior en compresión diametral. Este comportamiento es coherente con el modo de fallo dominante en cada configuración: en flexión, la rotura suele iniciarse en defectos superficiales (bajo tracción en la fibra extrema), mientras que en compresión diametral el campo tensional no uniforme favorece la iniciación interna en la banda central traccionada; por tanto, el modo de fallo (superficie vs. volumen) es el factor determinante que explica las diferencias observadas en Σ_0[19–20].

6. CONCLUSIONES

En este trabajo se ha evaluado el efecto del contenido de bentonita en la resistencia a compresión diametral de catalizadores CoCr/SBA-15 y el impacto de la configuración de ensayo en los parámetros de Weibull. Un mayor contenido de bentonita aumentó la resistencia, pero no mejoró la uniformidad de defectos: la dispersión fue más alta en las formulaciones con más bentonita, lo que indica una distribución menos homogénea de defectos críticos.

Respecto a la configuración de ensayo, para un mismo material se constató que el módulo de Weibull m y la resistencia característica por unidad de volumen, Σ_0, dependen del tipo de ensayo (compresión diametral, flexión en 3 y 4 puntos). Este resultado concuerda con el modelo del eslabón más débil: cuanto menor es el volumen/área efectivos solicitados a tensiones próximas a la máxima, mayor suele ser m. Así, los resultados obtenidos de ensayos de flexión en 3 puntos (tracción más localizada) mostró valores de m más altos que los obtenidos de flexión en 4 puntos (región más extensa), mientras que la compresión diametral, con campo tensional no uniforme y banda central traccionada, arrojó Σ_0 inferiores, reflejando un modo de fallo interno/volumétrico frente al superficial de la flexión.

En conjunto, estos hallazgos confirman que m y Σ_0 no deben tratarse como constantes del material independientemente del método de ensayo. Para una evaluación fiable del proceso de fabricación y el dimensionado de reactores y soportes, es imprescindible especificar la configuración empleada, aplicar el volumen/área efectivos correspondientes y escalar los

resultados dentro del marco de Weibull apropiado al estado tensional de servicio.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecer al Ministerio de Ciencia e Innovación y Universidades la financiación recibida a través del proyecto PID2023-146597OB-I00, y al Instituto de Investigación de Tecnologías para la Sostenibilidad, ITPS, de la Universidad Rey Juan Carlos la financiación recibida a través del proyecto sinérgico.

REFERENCIAS

[1] H.J. Alves, C.B. Junior, R.R. Niklevicz, E.P. Frigo, M.S. Frigo, C.H. Coimbra-Araujo, Overview of hydrogen production technologies from biogas and the applications in fuel cells, *Int. J. Hydrog. Energy* 38 (2013): 5215-5225. DOI: 10.1016/j.ijhydene.2013.02.057.

[2] J.A. Calles, A. Carrero, A.J. Vizcaíno, P.J. Megía, Agglomerated Co–Cr/SBA-15 catalysts for hydrogen production through acetic acid steam reforming, *Int. J. Hydrog. Energy* 45 (2020): 15941–15950. DOI: 10.1016/ j.ijhydene.2019.05.237.

[3] D. Zhao, J. Feng, Q. Huo, N. Melosh, G.H. Fredrickson, B.F. Chmelka, G.D. Stucky, Triblock copolymer syntheses of mesoporous silica with periodic 50 to 300 angstrom pores, *Science* 279 (1998): 548-552. DOI: 10.1126/science.279.5350.548.

[4] V. Meynen, P. Cool, E.F. Vansant, Verified syntheses of mesoporous materials, *Microporous Mesoporous Mater.* 125 (2009): 170-223. DOI: 10.1016/j.micromeso.2009.03.046.

[5] M.I. Pariente, F. Martínez, J.A. Botas, J.A. Melero, Extrusion of Fe_2O_3/SBA-15 mesoporous material for application as heterogeneous Fenton-like catalyst, *AIMS Environ. Sci.* 2:154 1 (2015): 154–168. DOI: 10.3934/environsci.2015.2.154.

[6] J.L. Williams, Monolith structures, materials, properties and uses, *Catalysis Today* 69 (2001): 3-9. Doi: 10.1016/S0920-5861(01)00348-0.

[7] R. Danzer, T. Lube, P. Supancic, R. Damani, Fracture of ceramics, *Adv. Eng. Mater.* 10 (2008): 275-298. Doi: 10.1002/adem.200700347.

[8] D. Munz, T. Fett, Ceramics: Mechanical Properties, Failure Behaviour, Materials Selection, Springer, Berlin, 1999.

[9] M. Staudacher, A. Eggel, P. Supancic, T. Lube, The Ball-on-Three-Balls strength test: Effective volumes and surfaces for Weibull strength scaling, *J. Eur. Ceram. Soc.* 44 (2024): 173-183. DOI: 10.1016/j.jeurceramsoc.2023.09.018.

[10] G.D. Quinn, Weibull strength scaling for standardized rectangular flexure specimens, *J. Am. Ceram. Soc.* 86 (2003): 508-510. DOI: 10.1111/j.1151-2916.2003.tb03329.x.

[11] W. Weibull, A Statistical Theory of the Strength of Materials, Generalstabens Litografiska Anstalts Förlag, Stockholm, 1939.

[12] ASTM C1239-13 (2018): Standard practice for reporting uniaxial strength data and estimating Weibull distribution parameters for advanced ceramics.

[13] J.B. Wachtman, W.R. Cannon, M.J. Matthewson, Mechanical Properties of Ceramics, 2nd Ed., Wiley, Hoboken, 2009.

[14] ASTM D6175 (2008): Standard Test Method for Radial Crush Strength of Extruded Catalyst and Catalyst Carrier Particles.

[15] ASTM C1634 (2008): Standard Test Method for Flexural Strength of Advanced Ceramics at Ambient Temperature—Cylindrical Rod Strength.

[16] S.P. Timoshenko, J.N. Goodier, *Theory of elasticity*, 3rd edn., McGraw-Hill, New York, 1970.

[17] S. Koltsakidis, V. Koidi, A. Lappas, E. Heracleous, D. Tzetzis, Influence of binder concentration in zeolitic ZSM-5/bentonite 3D-printed monoliths manufactured through robocasting for catalytic Applications, *Int. J. Adv. Manuf. Technol.* 126 (2023): 259–271. DOI: 10.1007/s00170-023-11091-z.

[18] L.J. Neergaard, D.A. Neergaard, M.S. Neergaard, Effective volume of specimens in diametral compression, *J. Mater. Sci.* 32 (1997): 2529-2533. DOI: 10.1023/A:1018585914146.

[19] G.D. Quinn, Weibull Effective Volumes and Surfaces for Cylindrical Rods Loaded in Flexure, *J. Am. Ceram. Soc.* 86(3) (2003): 475–479. DOI: 10.1111/j.1151-2916.2003.tb03324.x.

[20] O.M. Jadaan, A.A. Wereszczak, Effective Size Analysis of the Diametral Compression (Brazil) Test Specimen. Apr. 2009. DOI:10.2172/951944.

COMPORTAMIENTO MECÁNICO DE MORTEROS DE CEMENTO REFORZADOS CON FIBRAS DE POLIPROPILENO RECICLADO: ANÁLISIS MEDIANTE FLEXIÓN Y COMPRESIÓN

J.L. García[1*], 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: jlrodrig@ujaen.es

RESUMEN

Este estudio constituye la extensión de un trabajo previo basado en ensayos de *pull-out* para evaluar diferentes fibras poliméricas obtenidas a partir de procesos de reciclaje como refuerzo de matrices de yeso y mortero de cemento. El objetivo del presente trabajo es analizar la capacidad de refuerzo que poseen las fibras de polipropileno (PP) - seleccionadas por su mejor desempeño en la fase previa del estudio - empleadas como adición en mezclas de mortero de cemento. Se realizan ensayos de flexión en tres puntos sobre probetas entalladas y ensayos de compresión. El ensayo de flexión en tres puntos permite comparar la capacidad resistente del mortero de cemento reforzado con fibras y la del mortero de referencia frente a un fallo relacionado con la resistencia a tracción. Por su parte el ensayo de compresión permite analizar si las fibras de PP afectan a la resistencia a compresión del mortero de cemento.

PALABRAS CLAVE: Mortero de cemento, Fibras poliméricas, Flexión en tres puntos.

ABSTRACT

This study builds upon prior research involving pull-out tests that evaluated various recycled polymeric fibers as reinforcement for gypsum and cement mortar matrices. The primary objective of the present work is to analyze the reinforcing capacity of polypropylene (PP) fibers - selected for their superior performance in the preceding phase of the study - when incorporated into cement mortar mixtures. To this end, three-point bending tests on notched specimens and compression tests were conducted. The three-point bending test enables a comparison of the load-bearing capacity between the fiber-reinforced cement mortar and a control mixture under tension-induced failure. Additionally, the compression test assesses the impact of the PP fibers on the overall compressive strength of the cement mortar.

KEYWORDS: Cement mortar; Polymeric fibers; Three-point bending.

1. INTRODUCCIÓN

En la actualidad, la investigación sobre el refuerzo del mortero de cemento o del hormigón mediante fibras es un tema de estudio en numerosas publicaciones, con el que se pretende mejorar la resistencia del hormigón frente a esfuerzos de tracción.

El mayor número de estudios realizados se centran en el refuerzo de su estructura empleando fibras metálicas [1] o fibras de vidrio [2], otros estudios optan por utilizar fibras naturales [3,4,5] y, finalmente, hay estudios que emplean fibras poliméricas [6] como refuerzo del mortero de cemento o del hormigón, siendo ejemplos de estos, la poliolefina [7,8], el PET [9] o el polipropileno [10]. No obstante, no hay muchos estudios que utilicen fibras poliméricas procedentes de desechos plásticos como material de refuerzo.

En el presente estudio se analizará el comportamiento a resistencia a tracción y compresión del mortero de cemento reforzado con fibras de polipropileno (PP), procedentes de una planta de reciclado de plásticos que recogen residuos plásticos provenientes de la agricultura y la industria.

Con ello, se pretende mejorar la resistencia a tracción del mortero de cemento conservando una buena capacidad a compresión y, a la vez, emplear desechos plásticos como fibras de refuerzo en la estructura del mortero de cemento consiguiendo reutilizar un desecho como materia prima y favoreciendo su eliminación como contaminante en el medio ambiente.

2. TRABAJO EXPERIMENTAL

2.1. Fabricación de probetas

En los ensayos realizados en el presente estudio se han fabricado tres tipos de probetas de mortero de cemento, dos con diferentes porcentajes de fibras de PP y una sin adición de fibras. De cada uno de los tres tipos de probetas ensayadas, se han fabricado tres probetas, de modo que el número total de probetas ensayadas han sido nueve para cada tipo de ensayo (flexión y compresión).

La Tabla 1 muestra la nomenclatura empleada para cada una de las probetas ensayadas diferenciadas por el porcentaje de fibras en peso total del mortero de cemento.

Tabla 1. Nomenclatura empleada en los diferentes tipos de ensayos.

Contenido en fibras PP (% en peso)	Nomenclatura
0	C_SF
0,4	C_D1
0,6	C_D2

Las fibras empleadas se han obtenido de una planta especializada en reciclaje y procesado de residuos plásticos procedentes de la agricultura y la industria. Las fibras se han cortado con una longitud de 60 mm. La elección de estas fibras es resultado de estudios anteriores realizados [11,12] en los que se llegó a la conclusión de que este tipo de fibra es la más adecuada para su estudio, debido a una mejor adherencia fibra-matriz y una mayor resistencia frente a esfuerzos de tracción.

Las probetas para el ensayo de flexión en tres puntos son de forma prismática con unas dimensiones de 150 x 150 x 580 mm, fabricadas según la norma UNE-EN 196-1 [13]. Para la realización del ensayo se les practicó una entalla en el punto medio de 25 mm de alto y 5 mm de ancho.

En el ensayo de compresión se ha utilizado una de las dos partes en que se ha dividido la probeta al finalizar el ensayo de flexión. La probeta de compresión se ha obtenido de la misma zona en cada una de las probetas de flexión, evitando así posibles diferencias en los resultados provocados por la utilización de distintas secciones en la obtención de las probetas. Las probetas son de forma prismática con unas dimensiones de 60 x 60 x 150 mm.

2.2. Ensayo de flexión en tres puntos

El ensayo de flexión en tres puntos permite determinar la capacidad del mortero de cemento reforzado con fibras frente a esfuerzos de tracción. El ensayo se ha realizado siguiendo la norma UNE-EN 14651:2007+A1 [14].

El empleo de este ensayo permite conocer si las fibras de PP introducen alguna mejora en las propiedades de resistencia del mortero de cemento a esfuerzos de tracción, realizando una comparación de resultados entre cada una de los porcentajes de adición de fibras empleadas y el mortero de cemento sin fibras. Esto permite identificar si las fibras de PP impiden la propagación de grietas y fisuras en el mortero de cemento, una vez éste ha llegado a su máxima resistencia a tracción.

En el ensayo se ha utilizado una máquina de ensayos Shimadzu AG-X PLUS de 350 kN, aplicando la fuerza con una velocidad de 1 mm/min hasta llegar a un desplazamiento máximo de 12 mm, empleando para ello el software “TRAPEZIUM X”.

2.3. Ensayo de compresión

El ensayo se ha realizado según la norma UNE-EN 196-1 [13]. Mediante el ensayo de compresión se pretende analizar si la adición de fibras de PP afecta de alguna manera, positiva o negativamente, a la resistencia a esfuerzos de compresión del mortero de cemento.

El ensayo de compresión se ha realizado en la misma máquina de ensayos que el ensayo a flexión, pero aplicando la fuerza de compresión con una velocidad de 0,5 mm/min.

3. MATERIALES

- *Fibras de polipropileno*

El polipropileno es uno de los plásticos más utilizados en la industria, ya que se emplea para fabricar textiles, envases, dispositivos médicos o componentes automovilísticos. Las fibras de polipropileno empleadas como adición en el mortero de cemento se han obtenido de la empresa Peñaplast S.L. Esta empresa se dedica a la recepción, transporte y gestión de residuos no peligrosos.

- *Cemento*

En la elaboración del mortero de cemento se ha utilizado un cemento del tipo CEM II/B-L 32,5N. Este es un cemento de la marca Cecesa (Cementos y ceniza S.A.) fabricado en la provincia de Jaén. El cemento está formado por Clinker portland y adiciones de caliza, con una resistencia nominal a los 28 días de 32,5 MPa.

- *Plastificante*

El plastificante empleado es de la marca Sika, concretamente el modelo Viscocrete 20 HE. Este plastificante permite reducir la cantidad de agua de amasado en la fabricación de mortero de cemento u hormigón.

- *Arena*

La arena se ha adquirido de la empresa Sibelco Minerales Cerámicos perteneciente a Sibelco Hispania, en la localidad de Dúrcal (Granada). Presenta un peso específico de 2,9 g/cm^3 y color blanco. Se suele emplear en la producción de mortero de cemento y hormigón o como agregado de construcción.

4. RESULTADOS

Las gráficas que se muestran a continuación se presentan con diferentes colores y trazos para una mejor interpretación. Las líneas con trazos continuos, discontinuos y trazos con puntos representan cada una de las tres probetas ensayadas con cada porcentaje en peso de fibras que se ha incorporado al mortero de cemento. De igual forma, cada uno de los porcentajes estudiados están representadas por un color determinado, siendo el

color azul para el porcentaje D1 (0,4 %), el rojo para D2 (0,6 %) y el color negro para las probetas de mortero de cemento sin adición de fibras.

4.1. Ensayo de Flexión en tres puntos

Las Figuras 1, 2 y 3 muestran los resultados obtenidos del ensayo de flexión en tres puntos de cada uno de los porcentajes de fibras estudiadas, y en la Figura 4 se muestra un resultado representativo de cada porcentaje de fibras ensayado para facilitar la comparación de los resultados obtenidos con cada mezcla. En la Tabla 2 se muestran los resultados numéricos más relevantes de las figuras representadas.

En la Figura 1 se pueden ver los resultados obtenidos en las probetas con un 0,4 % en peso de adición de fibras de PP. Se observa que el cemento comienza a fisurarse en torno a 17 kN, pero rápidamente vuelve a recuperar la carga hasta alcanzar entre 28 y 34 kN de carga máxima a tracción, para a continuación ir decreciendo su capacidad de carga de forma gradual, sin sufrir ningún decremento brusco.

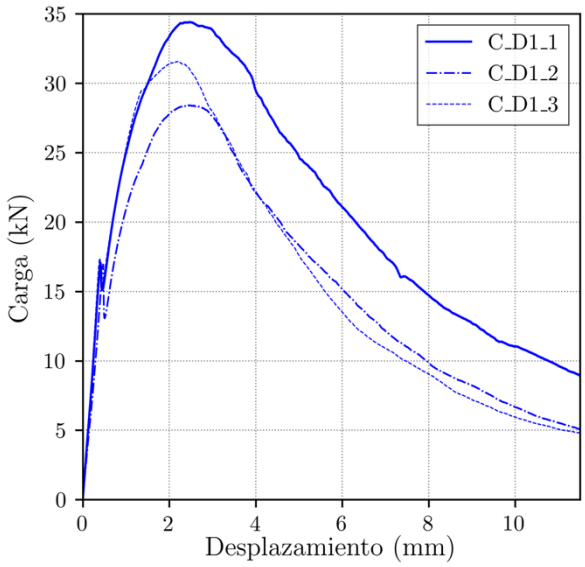


Figura 1. Gráfica carga-desplazamiento de probetas D1 en ensayo de flexión.

De igual forma, la Figura 2 muestra los resultados obtenidos en los ensayos para las probetas con un 0,6% en peso de fibras. Se aprecia como la fuerza de rotura del mortero de cemento sigue siendo alrededor de 18 kN y, aunque sigue teniendo capacidad de volver a soportar cargas superiores de tracción (entre 18 y 33 kN), éstas son menores en comparación con las cargas soportadas por las probetas D1. De igual manera, una vez alcanzada la fuerza máxima, la carga decrece de forma gradual sin presentar caídas bruscas.

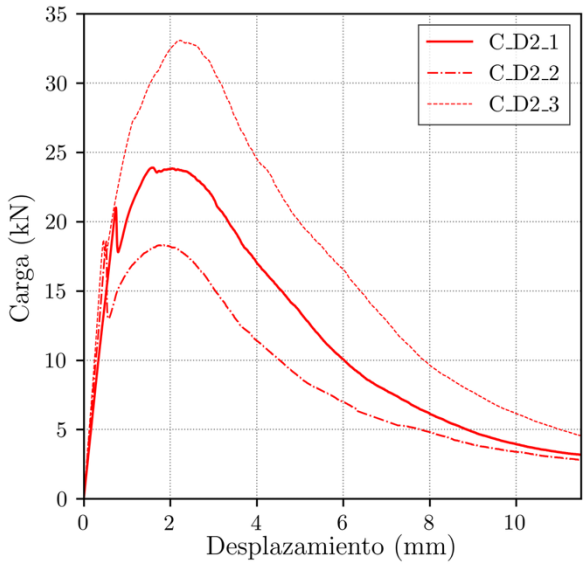


Figura 2. Gráfica carga-desplazamiento de probetas D2 en ensayo de flexión.

La Figura 3 muestra los resultados de las probetas de mortero de cemento sin adición de fibras de PP. En ella se puede ver cómo, una vez alcanzado un valor de carga de entorno a 18 kN, las probetas se fisuran y pierden su capacidad resistente llegando incluso a partirse por la mitad al finalizar el ensayo, hecho que no sucedió con ninguna de las probetas de mortero de cemento con adición de fibras.

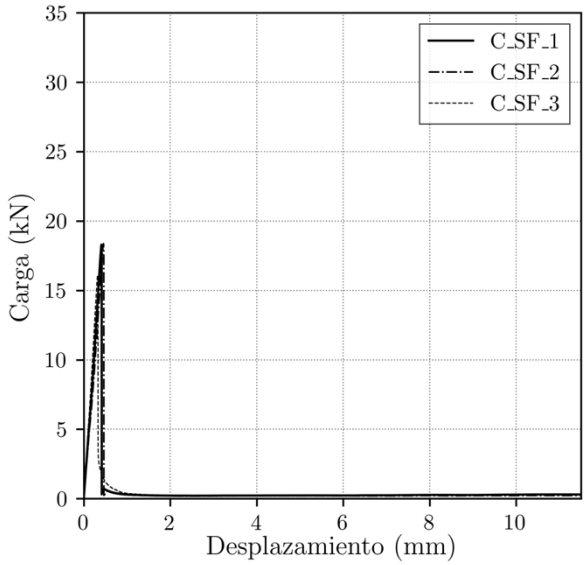


Figura 3. Gráfica carga-desplazamiento de probetas sin adición de fibras en ensayo de flexión.

En las diferentes figuras mostradas se puede ver como las probetas con adición de fibras son capaces de soportar una capacidad de carga residual, en muchos casos, superior al 50% de la carga máxima del mortero de cemento. Esto sugiere que las fibras de PP son capaces de "coser" la estructura interior de la probeta e impedir la propagación de fisuras y grietas en el interior de la probeta. Este fenómeno se conoce como *"strain-*

hardening", ya que no solo impide la rotura inmediata de la probeta, sino que permite soportar cargas de tracción mayores.

En la Figura 4 se muestra una representación de un ensayo de cada tipo de probeta ensayada para una mejor comparación entre ellas. En esta figura se puede observar cómo con la adición de 0,6% en peso se obtiene un valor de capacidad máxima de carga menor en comparación con la adición de 0,4%. Esto puede ser debido a una mayor dificultad de mezclado en estado fluido. En el proceso de mezclado, se observó que la mezcla con adición de 0,6% de fibras resultaba menos trabajable, dificultando una buena distribución de fibras en la mezcla. Por otro lado, la presencia de fibras en la mezcla no sólo permite incrementar su resistencia a tracción, sino que también supone la presencia de mayores discontinuidades en el interior de la probeta, lo que facilita la presencia de concentraciones de tensiones y, en consecuencia, puede producir fisuración bajo tensiones menores que en la mezcla con 0,4% de adición de fibras.

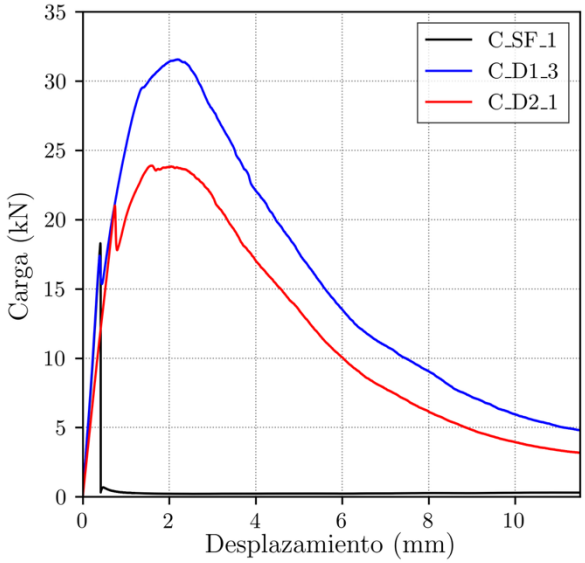


Figura 4. Gráfica carga-desplazamiento de cada porcentaje de fibras empleado en ensayo de flexión.

En la Tabla 2 se muestran los resultados numéricos más relevantes de las figuras mostradas anteriormente. En la primera columna aparecen cada una de las probetas ensayadas, en la segunda se muestra la fuerza máxima alcanzada por cada probeta, la tercera columna hace referencia a la fuerza última soportada por cada probeta antes de finalizar el ensayo (cuando el desplazamiento es igual a 12 mm) y la cuarta columna muestra el valor de la carga cuando la probeta comienza a romperse debido a la fisuración del mortero de cemento.

Tabla 2. Resultados de los ensayos de flexión en tres puntos.

	Fmáx (kN)	**$F_{últ}$ (kN)**	**$F_{lím}$ cemento (kN)**
C_D1_1	34,41	8,45	17,05
C_D1_2	28,41	4,81	16,95
C_D1_3	31,56	4,51	17,40
C_D2_1	23,90	2,95	21,02
C_D2_2	18,56	2,74	18,56
C_D2_3	33,09	4,28	18,68
C_SF_1	18,30	0,29	18,30
C_SF_2	18,37	0,24	18,37
C_SF_3	16,09	0,27	16,09

4.2. Ensayo de Compresión

En las Figuras 5, 6 y 7 se muestran los resultados obtenidos del ensayo de compresión representado mediante gráficas carga-desplazamiento de las tres probetas ensayadas con cada uno de los porcentajes de adición de fibras estudiados. En la Figura 8 se muestra un resultado representativo de cada porcentaje de fibra para facilitar la comparación de cada tipo de probeta estudiada. En la Tabla 3 se presentan los resultados numéricos más destacados de las figuras representadas.

En la Figura 5 se puede ver los resultados obtenidos en las probetas con una adición de fibras de 0,4% en peso. Se observa cómo una vez llegado al punto de carga máximo alrededor de 116 kN comienza a perder capacidad de carga de forma progresiva, sin llegar a producirse descensos bruscos de carga.

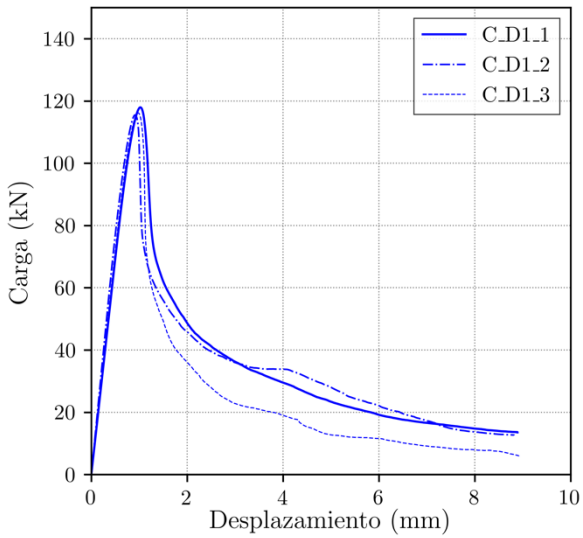


Figura 5. Gráfica carga-desplazamiento de probetas D1 en ensayo de compresión.

La Figura 6 muestra los resultados de las probetas con un 0,6% de adición de fibras. El resultado de este tipo de probetas es similar al del porcentaje anteriormente descrito, una vez alcanzada su máxima capacidad de carga, en torno a 120 kN, desciende de forma progresiva sin pérdidas de carga bruscas.

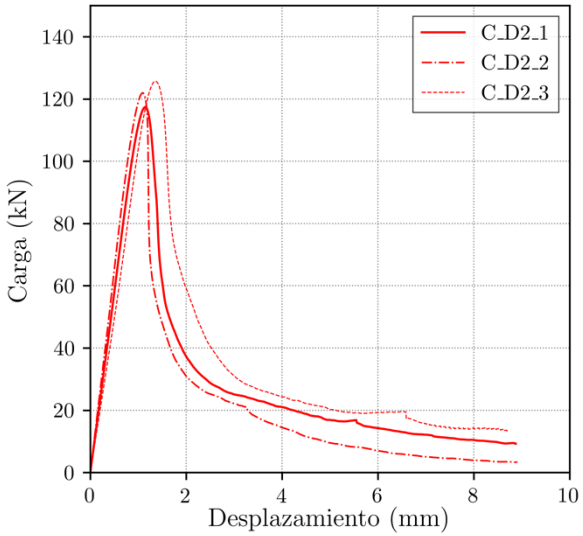


Figura 6. Gráfica carga-desplazamiento de probetas D2 en ensayo de compresión.

La Figura 7 representa los resultados de las probetas sin adición de fibras. Se puede observar cómo una vez alcanzada la carga máxima, alrededor de 140 kN, se produce un descenso brusco de carga finalizando con la rotura de la probeta.

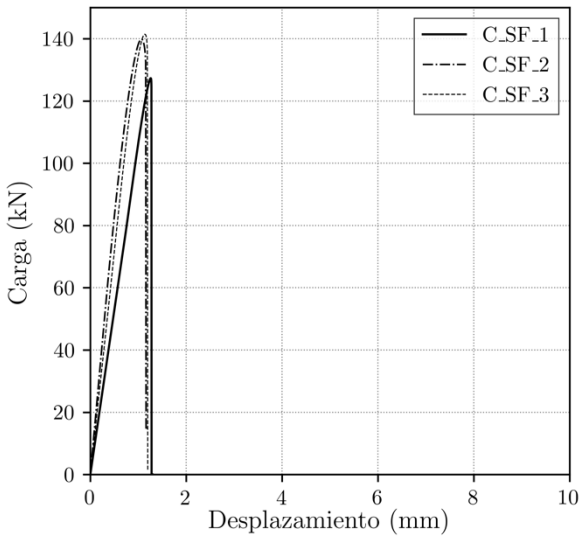


Figura 7. Gráfica carga-desplazamiento de probetas sin adición de fibras en ensayo de compresión.

En la Figura 8 se muestra un ensayo representativo de cada porcentaje de adición de fibras estudiado. En esta figura se puede comprobar como la adición de fibras en las probetas de mortero de cemento provoca un descenso aproximado de la carga máxima soportada de unos 20 kN. Sin embargo, también se observa que, una vez llegado a dicho punto, las probetas con fibras conservan cierta capacidad portante sin llegar al colapso total. Este comportamiento contrasta con el de las probetas sin fibras, que, una vez superada su carga máxima, experimentan una caída brusca en su resistencia que lleva a su rotura.

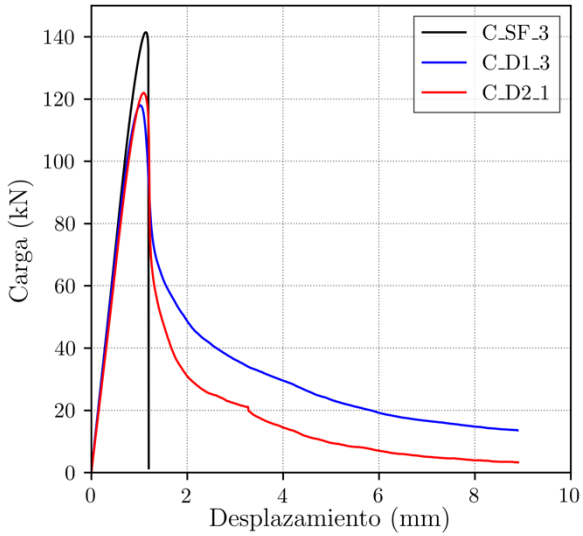


Figura 8. Gráfica carga-desplazamiento de cada porcentaje de fibras empleado en ensayo de compresión.

En la Tabla 3 se muestran los resultados numéricos más relevantes de los ensayos estudiados, como la carga máxima soportada y el desplazamiento que provoca dicha carga. Se puede observar cómo, para todos los porcentajes de adición de fibras ensayados, el desplazamiento para el que la probeta llega al punto de carga máxima se encuentra en torno a los 1-1,7 mm.

Tabla 3. Resultados de los ensayos de compresión.

	$F_{máx}$ (kN)	Desplazamiento $F_{máx}$ (mm)
C_D1_1	117,95	1,13
C_D1_2	115,50	1,10
C_D1_3	116,16	1,06
C_D2_1	117,39	1,27
C_D2_2	121,96	1,19
C_D2_3	125,69	1,65
C_SF_1	127,31	1,62
C_SF_2	139,87	1,08
C_SF_3	141,43	1,04

5. CONCLUSIONES

A partir de los resultados obtenidos en cada uno de los ensayos realizados en el presente estudio se pueden extraer las siguientes conclusiones:

- Las fibras de polipropileno (PP) mejoran la capacidad de resistencia a tracción del mortero de cemento, llegando incluso a soportar una carga del 50 % mayor respecto de la carga de rotura del mortero de cemento cuando se ensayan a flexión.
- Un mayor porcentaje de fibras no implica una mayor capacidad de resistencia, puesto que la unión fibra-matriz puede verse afectada por dificultades en el mezclado de componentes del mortero de cemento.

- Las probetas con adición de fibras de PP presentan una menor resistencia a compresión respecto a las probetas sin adición de fibras, aunque esta diferencia sea pequeña.
- Las fibras de PP impiden la fractura del mortero de cemento una vez llegado a su máxima capacidad de carga a compresión, dificultando la propagación de grietas y fisuras, y retrasando el colapso total de la probeta.

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+. Los autores desean agradecer a Peñaplast S.L. el suministro de fibras de polipropileno empleadas en la fabricación de las probetas.

REFERENCIAS

[1] A. Picazo, M.G. Alberti, J.C. Gálvez , A. Enfedaque. *Shear slip post-cracking behaviour of polyolefin and steel fibre reinforced concrete*. Construction and Building Materials, 290 (2021) 123187.

[2] A. Shamin, Sheikh Phd, PEng, FCAE, Zahra Kharal PhD. *Full-scale and half-scale fibreglass-confined concrete columns for seismic resilience*. Proceedings of the Institution of Civil Engineers-Bridge Engineering, 177, Issue 3 (2024) 208-216.

[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] 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

[5] F. Iucolano, D. Caputo, F. Leboffe, B. Liguori. *Mechanical behavior of plaster reinforced with abaca fibers*. Construction and Building Materials, 99 (2015) 184-191.

[6] 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.

[7] 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.

[8] A. Picazo, J.C. Gálvez, M.G. Alberti, A. Enfedaque. *Assessment of the shear behaviour of polyolefin fibre reinforced concrete and verification by means of digital image correlation*. Construction and Building Materials, 181 (2018) 565-578.

[9] Addulkader Ismail Al-Hadithji, Ahmed Tareq Noaman, Waseem Khairi Mosleh. *Mechanical properties and impact bahavior of PET fiber reinforced self-compacting concrete (SCC)*. Composite Structures, 224 (2019) 111021.

[10] Beatrice Malchiodi, Riccardo Pelaccia, Paolo Pozzi, Cristina Siligardi. *Three sustainable polypropylene Surface treatments for the compatibility optimization of PP fibers and cement matrix in fiber-reinforced concrete*. Ceramics International, 49 Issue 14 Part B (2023) 24611-24619.

[11] 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).

[12] J.L. García, F. Suárez. Estudio de la adherencia fibra-matriz entre la matriz de yeso y fibras poliméricas procedentes de procesos de reciclado. Revista de Mecánica de la Fractura (2025).

[13] UNE-EN 196-1. Métodos de ensayos de cementos. Parte 1: Determinación de resistencias.

[14] UNE-EN 14651:2007+A1. Método de ensayo para hormigón con fibras metálicas. Determinación de la resistencia a la tracción por flexión (límite de proporcionalidad (LOP), resistencia residual).

DEPENDENCIA MICROESTRUCTURAL DE LA FRAGILIZACIÓN POR HIDRÓGENO EN ACEROS EVALUADA MEDIANTE EL ENSAYO SPT ELECTROQUÍMICO

S. Otero*, S. Sampayo, G. Álvarez, F. J. Belzunce, C. Rodríguez

SIMUMECAMAT Research Group. Universidad de Oviedo
Edificio Departamental Oeste. 7.1.10. Campus Universitario, 33203 Gijón, Asturias-España
* Persona de contacto: oterosara@uniovi.es

RESUMEN

El hidrógeno es un elemento clave en la transición hacia tecnologías energéticas sostenibles; sin embargo, su interacción con los metales estructurales constituye un desafío debido a la fragilización por hidrógeno. Los aceros, ampliamente utilizados en sistemas de almacenamiento y transporte, presentan una susceptibilidad variable según su microestructura. En este trabajo, se emplea el Small Punch Test (SPT) como herramienta micromecánica para evaluar la degradación inducida por hidrógeno en distintos aceros expuestos a hidrógeno generado electroquímicamente en electrolitos ácidos y básicos. El índice de fragilización por hidrógeno se determinó a partir de parámetros de deformación y energía de fractura, demostrando que tanto la microestructura como el límite elástico influyen significativamente en la respuesta frente a la fragilización. Los aceros martensíticos mostraron la mayor susceptibilidad, seguidos por los ferrítico-perlíticos y dúplex, mientras que los austeníticos presentaron una fragilización prácticamente despreciable. Estos resultados confirman que el SPT combinado con carga electroquímica in-situ constituye una técnica sencilla y fiable para evaluar la sensibilidad a la fragilización por hidrógeno en diferentes aceros, con un mínimo consumo de material, permitiendo su aplicación en uniones soldadas o componentes en servicio.

PALABRAS CLAVE: Small Punch Test, fragilización por hidrógeno, carga electroquímica in-situ, aceros estructurales.

ABSTRACT

Hydrogen is a key element in the transition towards sustainable energy technologies; however, its interaction with structural metals represents a major challenge due to hydrogen embrittlement. Steels, which are widely used in storage and transport systems, exhibit a variable susceptibility depending on their microstructure. In this work, the Small Punch Test (SPT) is employed as a micromechanical tool to evaluate hydrogen-induced degradation in different steels exposed to electrochemically generated hydrogen in acidic and alkaline electrolytes. The hydrogen embrittlement index was determined from deformation parameters and fracture energy, demonstrating that both the microstructure and the yield strength significantly influence the embrittlement response. Martensitic steels exhibited the highest susceptibility, followed by ferritic–pearlitic and duplex steels, whereas austenitic steels showed practically negligible embrittlement. These results confirm that SPT combined with in-situ electrochemical charging constitutes a simple and reliable technique for assessing hydrogen embrittlement sensitivity in different steels, with minimal material consumption, enabling its application to welded joints or in-service components.

KEYWORDS: Small Punch Test, hydrogen embrittlement, in-situ electrochemical charging, structural steels.

1. INTRODUCCIÓN

La creciente preocupación por el cambio climático y la necesidad de descarbonizar sectores de difícil electrificación han impulsado el uso del hidrógeno como vector energético a gran escala. Su implantación requiere el desarrollo de una infraestructura fiable de producción, transporte, almacenamiento y uso final, en la que los aceros de distintos grados desempeñan un papel fundamental [1].

Uno de los principales retos asociados a estos sistemas es la fragilización por hidrógeno (HE), un fenómeno que provoca la reducción de la ductilidad, la tenacidad y la resistencia a fatiga y a fractura de los aceros. La susceptibilidad a este tipo de degradación depende de múltiples factores, entre ellos la resistencia del material, su microestructura, y las condiciones ambientales y de carga de hidrógeno. En términos generales, los aceros martensíticos presentan la mayor susceptibilidad, seguidos por los ferríticos, mientras que los austeníticos suelen mostrar una mayor resistencia frente a la fragilización.

Numerosos estudios han abordado el efecto del hidrógeno mediante ensayos de tracción, fractura y fatiga, tanto bajo exposición a hidrógeno gaseoso como mediante carga electroquímica [2,3]. No obstante, la comparación directa entre ambos enfoques resulta compleja debido a las diferencias en los protocolos de ensayo y en las condiciones de exposición al hidrógeno [4,5]. En este contexto, la carga electroquímica se

presenta como una alternativa atractiva por su versatilidad y control, aunque es difícil establecer una equivalencia directa con condiciones de hidrógeno gaseoso.

El ensayo miniatura de punzonado o Small Punch Test (SPT) se ha consolidado como una técnica eficaz para la caracterización mecánica de materiales cuando la disponibilidad de material es limitada. Estudios recientes permiten el análisis del daño asistido por hidrógeno mediante carga electroquímica in-situ, en la que la superficie traccionada de la probeta permanece expuesta de forma continua al hidrógeno durante el ensayo, favoreciendo así la manifestación de los mecanismos de fragilización.

En este trabajo se analiza la susceptibilidad a la fragilización por hidrógeno de distintos aceros sometidos a carga electroquímica in-situ con dos electrolitos de diferente agresividad (ácido y salino), manteniendo constantes las condiciones mecánicas de ensayo. Los objetivos perseguidos son: (i) clasificar la susceptibilidad a la HE en función de la microestructura y del límite elástico, y (ii) identificar los parámetros SPT que permitan cuantificar de forma robusta la HE.

2. MATERIALES Y PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

2.1. Materiales

Los aceros utilizados junto con sus propiedades a tracción se recogen en la Tabla 1. Como puede observarse se trata de familias con microstructuras muy variadas (ferríticos, ferrito-perlíticos, martensíticos, austeníticos y dúplex (austenítica-ferrítica)) y con amplias diferencias en límite elástico (σ_{YS}: ~223–1070 MPa), resistencia a la tracción (σ_{UT}: ~472–1178 MPa) y elongación a la tracción (e: 12–63 %).

Tabla 1. Microestructura y propiedades mecánicas de los aceros analizados.

Materiales	Micros	σ_{YS} (MPa)	σ_{UT} (MPa)	e (%)
316L	Austenita	223	588	63
AM 316L		518	677	-
904L		266	602	46
AISI 430	Ferrita	401	537	18.9
S355	Ferrita + Perlita	386	472	32
S420		494	580	27
X70		555	658	24
Dúplex 2205	Austenita + Ferrita	502	769	37
Dúplex 2205L		524	787	39.5
R5	Martensita revenida	920	1015	12
R6		1070	1178	-
AF1BR		550	724	21.1
CrMo700		622	710	22
CrMo550		1023	1113	13.9
H8		790	860	21
CrMoV-BM		597	710	18.7
CrMoV-WM		1020	1120	16.9

2.2. Ensayo Small Punch Test (SPT)

Los SPTs se realizaron empleando al menos tres probetas por material y condición de ensayo. Las probetas tenían dimensiones de 10 × 10 mm² y un espesor nominal de 0.5 mm. Los ensayos se llevaron a cabo utilizando un utillaje estándar (UNE-EN 10371:2022), con las adaptaciones necesarias para permitir la carga de hidrógeno in-situ generada electroquímicamente. El dispositivo SPT se acopló a una máquina universal ASTM de 5 kN, y el desplazamiento del punzón se registró mediante un extensómetro tipo COD.

Para la generación de hidrógeno se emplearon dos electrolitos: un medio ácido (1 M H_2SO_4 + 0,25 g/L As_2O_3) y uno salino (3,5 % NaCl). En todos los ensayos se mantuvieron constantes la densidad de corriente (0.5 mA/cm²) y la velocidad de desplazamiento del punzón (0.02 mm/min). En un estudio previo, realizado con uno de los materiales analizados, se observó que estos parámetros eran eficaces para reproducir una cantidad de hidrógeno equivalente a la exposición a hidrógeno gaseoso a 180 bar y 40 °C, además de comprobarse que velocidades de ensayo inferiores no incrementaban de manera significativa el grado de fragilización [6,7].

A partir de la curva carga-desplazamiento (Figura 1.a) se extraen los valores de carga (P_y, P_m) y desplazamiento (d_m), que se emplean, utilizando las correlaciones establecidas en [8], para estimar el límite elástico (σ_{YS}), resistencia (σ_{UT}), y el alargamiento a tracción (A) (Ecuaciones 1, 2 y 3). Además, el área encerrada bajo la curva hasta la carga máxima (W_m) y la deformación biaxial equivalente (ε_{qf}, ec.(4)) nos permiten estimar la tenacidad a la fractura (J_{IC}, ecuaciones (5) y (6)).

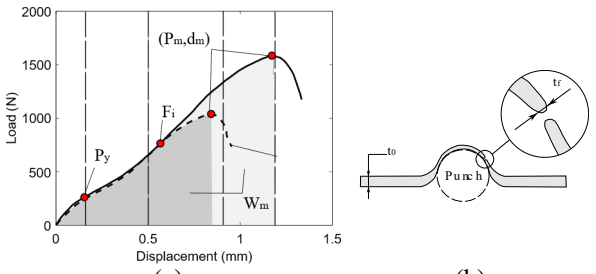


Figura 1. Ensayo SPT: (a) Curva carga-desplazamiento y (b) medida de espesores (t_0 y t_f, ecuación 4).

$$\sigma_{ys} = \alpha \cdot \frac{P_y}{{t_0}^2} \quad (1) \qquad \sigma_{ut} = \beta \frac{P_m}{t_0 \cdot d_m} \quad (2) \qquad A\,(\%) = \gamma \cdot \frac{d_m}{t} \quad (3)$$

$$\varepsilon_{qf} = \mathrm{Ln}\left(\frac{t_0}{t_f}\right) \quad (4) \qquad J_{IC} = \kappa \frac{W_m}{{t_0}^2} \quad (5) \qquad J_{IC} = \kappa_1 \cdot \varepsilon_{qf} + \kappa_2 \quad (6)$$

donde t_0 y t_f son los espesores inicial y final de la probeta, y los coeficientes α, β, γ y κ dependen de la geometría de la probeta y del dispositivo de ensayo.

Para cuantificar el efecto del hidrógeno sobre las propiedades mecánicas se definió el Índice de Fragilización por Hidrógeno (HEI), calculado como:

$$\mathrm{HEI}\,(\%) = \frac{(X_{Air} - X_H)}{X_{Air}} \cdot 100 \quad (7)$$

donde X_{Air} y X_H representan el valor del parámetro mecánico considerado en aire y en presencia de hidrógeno, respectivamente.

3. RESULTADOS

El análisis de las curvas carga-desplazamiento obtenidas en los SPTs permitió identificar dos regímenes de fractura asistida por hidrógeno claramente diferenciados, asociados a comportamientos mecánicos distintos y a diferentes niveles de susceptibilidad a la fragilización. Estos regímenes, ilustrados en la Figura 2 para cuatro de los materiales analizados, reflejan diferencias tanto en el momento de iniciación del daño como en la capacidad de deformación plástica posterior bajo carga electroquímica de hidrógeno.

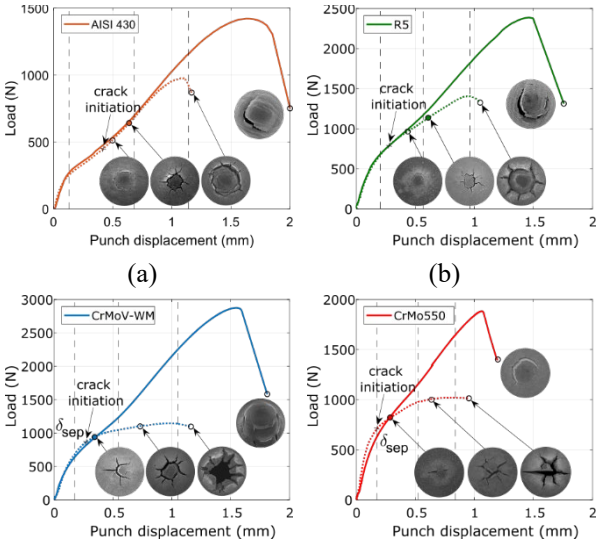


Figura 2. Ensayos SPT. Régimen 1: separación tardía de curvas (a-b); régimen 2: separación temprana (c-d). Líneas continuas: aire; discontinuas: hidrógeno. Imágenes de la superficie de tracción en puntos de interrupción localizada.

Régimen 1 (separación tardía de curvas/endurecimiento post-separación): Este comportamiento, representado por los aceros AISI 430 y R5 (Figura 2.a-b), se caracteriza porque la curva obtenida bajo hidrógeno es muy similar a la obtenida al aire hasta alcanzar deformaciones plásticas elevadas. La separación entre ambas curvas se produce a desplazamientos elevados y la probeta falla poco después. La pendiente tras la separación, aunque menor, permanece positiva y comparable a la registrada en aire, lo que indica que el material conserva una capacidad significativa de deformación plástica antes de la fractura final. En este régimen, los parámetros convencionales del SPT (P_m, d_m y W_m) mantienen su significado físico y pueden determinarse mediante el procedimiento estándar.

Régimen 2 (separación temprana de curvas, grietas prematuras y respuesta remanente casi plana): Este régimen, observado en los aceros CrMoV-WM y CrMo550 (Figura 2.c-d), se caracteriza porque la curva bajo condiciones de hidrógeno sufre una desviación muy temprana de la curva al aire, en una zona próxima al inicio de la transición elastoplástica. Tras la separación, la curva presenta una pendiente casi plana o incluso negativa. La fractura se inicia prácticamente al comienzo de la deformación plástica y se propaga rápidamente, de modo que la probeta pasa a comportarse como una placa con una región central ya fracturada. En estas condiciones, los parámetros SPT convencionales (P_m, d_m y W_m) pierden su significado físico, ya que se determinan cuando la probeta ya está completamente fracturada.

Para confirmar la existencia de ambos regímenes de fractura, se realizaron ensayos SPT interrumpidos y se analizaron tanto las superficies de tracción (Figura 2) como las secciones transversales mediante microscopía electrónica de barrido (SEM) (Figura 3). En aire, todos los aceros presentaron una fractura circunferencial típica tipo "sonrisa". Bajo hidrógeno, la fractura es notablemente más frágil, con aparición de grietas radiales y una reducción del radio de fractura.

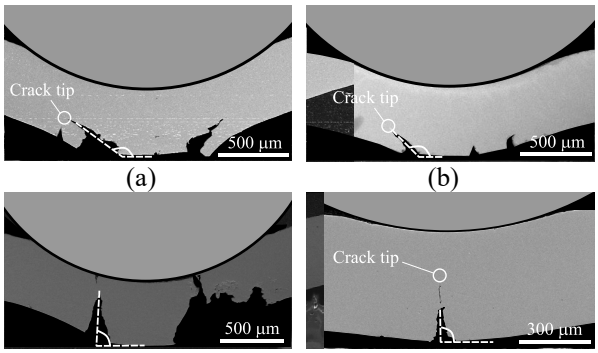


Figura 3. Secciones transversales SEM de SPT interrumpidos con hidrógeno in-situ mostrando grietas largas en el Régimen 2 (c, d) y grietas superficiales con deformación plástica continua en el Régimen 1 (a, b).

Como se aprecia en la Figura 2, en el Régimen 1, la nucleación de grietas ocurre a mayores desplazamientos del punzón, y la probeta continúa deformándose plásticamente tras la iniciación del daño, observándose grietas superficiales y una propagación progresiva (Figura 3.a-b). En el Régimen 2, las grietas atraviesan prácticamente todo el espesor poco después de la separación de curvas (Figura 3.c-d), lo que conduce a un aplanamiento de la pendiente de la curva carga-desplazamiento. En este caso, la carga máxima aparente está dominada principalmente por efectos de contacto y fricción entre el punzón y la grieta, más que por la resistencia real del material.

Estas observaciones confirman que ambos regímenes se diferencian de forma clara en el momento de iniciación de las grietas, en la profundidad de la fractura y en el comportamiento plástico posterior a la nucleación.

En consecuencia, para los materiales que presentan el Régimen 1 se utilizaron los parámetros SPT convencionales (P_m, d_m y W_m) extraídos de la curva completa. Mientras que para los materiales del Régimen 2 se adoptó un procedimiento alternativo en los que los que estos valores (P_m*, d_m* y W_m*) se obtenían para el

valor del desplazamiento del punzón a partir del cual las curvas se separaban (δ_{sep}).

Los valores obtenidos, para el caso de los cuatro materiales utilizados como referencia, y utilizando el electrolito salino, se recogen en la tabla 2. Como puede observarse, tanto los valores de P_y/t_0^2 (proporcional al límite elástico del material) como de $P_m/(t_0 \cdot d_m)$ (relacionado con la resistencia a la tracción), apenas se ven afectados por la presencia de hidrógeno. Sí lo hacen el valor de d_m/t_0 (d_m^*/t_0), W_m/t_0^2 (W_m^*/t_0^2) y ε_{qf}, por lo que serán estos los parámetros que se utilizarán para cuantificar la fragilización por hidrógeno.

Tabla 2. Parámetros característicos SPT en medio salino

Mat		P_y/t_0^2	$P_m/(t_0 \cdot d_m)$	d_m/t_0	W_m/t_0^2	ε_{qf}
AISI 430	Air	1232	1703	3.42	5455	1.2
	H2	1233	1695	2.48	3294	0.9
R5	Air	2462	3180	3.03	8376	1.2
	H2	2465	2816	0.82	718	0.2
CrMoV-WM*	Air	2683	3705	3.46	11917	0.8
	H2	2629	2835	0.79	800	0.1
CrMo 550*	Air	3226	3539	2.14	4890	0.9
	H2	2913	3001	0.54	420	0.1

4. DISCUSIÓN

4.1. Efecto del electrolito (medio ácido frente a salino)

Aunque en este trabajo, por falta de espacio, no se recogen las curvas SPT de todos los materiales analizados en presencia tanto del electrolito ácido como del salino, los resultados permiten afirmar que el tipo de electrolito utilizado no altera el régimen de fractura dominante, sino que únicamente modula la severidad de la fragilización. De este modo, es posible afirmar que, al menos con los materiales y condiciones utilizados en este trabajo, es la microestructura del material la que controla de forma predominante el mecanismo de fractura asistida por hidrógeno, mientras que el electrolito influye en el grado de degradación de las propiedades mecánicas.

El índice de fragilización por hidrógeno (HEI) calculado a partir de los parámetros más representativos (d_m/t_0, ε_{qf} y W_m/t_0^2) en los dos medios y para todos los materiales analizados se recoge en la Tabla 3, en la que se han señalado con un * los materiales que responden al régimen 2 de comportamiento. Por su parte, la Figura 4 recoge, de forma gráfica, el efecto del tipo de electrolito en los valores de estos tres parámetros, donde la bisectriz indicaría independencia del tipo de electrolito utilizado.

No obstante, y como cabía esperar, los resultados obtenidos con cualquier parámetro se sitúan en la parte superior de dicha bisectriz, indicando que el uso del electrolito ácido provoca una mayor fragilización que el salino. La mayor disponibilidad de protones cuando se utiliza el medio ácido junto con el uso del veneno As_2O_3 que actúa como inhibidor de recombinación, favorece una mayor entrada de hidrógeno en los aceros. Por su parte, y como puede observarse, el parámetro d_m/t_0 es el que muestra una menor dependencia del electrolito, seguido del ε_{qf}, y siendo W_m/t_0^2 el parámetro más sensible a la composición del electrolito, reflejando de forma más clara las variaciones en la entrada efectiva de hidrógeno durante la deformación. No obstante, puede afirmarse que ambos electrolitos permiten clasificar de manera consistente la susceptibilidad a la fragilización por hidrógeno de los materiales analizados y que W_m/t_0^2 es el parámetro más discriminante siendo además muy sencillo de calcular.

Tabla 3. Valores HEI de los distintos parámetros SPT.

Material	$HEI_{d_m/t0}$		$HEI_{W_m/t0^2}$		$HEI_{\varepsilon_{qf}}$	
	Ác.	Sal.	Ác.	Sal.	Ác.	Sal.
316L	32 ± 0	20 ± 1	51 ± 0	33 ± 1	64 ± 1	34 ± 3
AM 316L	6 ± 1	2 ± 2	7 ± 3	1 ± 1	2 ± 2	2 ± 2
904L	7 ± 2	9 ± 1	11 ± 0	11 ± 1	11 ± 6	9 ± 3
AISI 430	48 ± 2	27 ± 3	71 ± 1	40 ± 5	65 ± 2	50 ± 1
S355	45 ± 7	33 ± 1	71 ± 11	58 ± 0	76 ± 2	72 ± 2
S420	43 ± 0	34 ± 1	69 ± 1	57 ± 2	80 ± 9	72 ± 11
X70	38 ± 3	40 ± 5	76 ± 1	65 ± 7	93 ± 3	81 ± 5
D2205	41 ± 7	31 ± 2	62 ± 9	47 ± 3	77 ± 1	79 ± 3
D2205L	47 ± 4	40 ± 1	71 ± 1	66 ± 2	97 ± 2	91 ± 3
R5	75 ± 1	73 ± 1	93 ± 2	91 ± 1	94 ± 2	84 ± 3
R6	74 ± 0	66 ± 0	91 ± 0	86 ± 1	91 ± 3	82 ± 3
AF1BR	44 ± 3	39 ± 1	68 ± 2	66 ± 1	73 ± 4	77 ± 8
CrMo700	40 ± 1	48 ± 3	64 ± 3	65 ± 2	80 ± 2	81 ± 1
CrMo550*	72 ± 4	75 ± 5	92 ± 2	91 ± 2	96 ± 2	86 ± 2
H8	51 ± 2	48 ± 1	66 ± 4	60 ± 1	77 ± 1	66 ± 8
CrMoV-BM	41 ± 10	41 ± 4	69 ± 4	63 ± 5	77 ± 8	80 ± 3
CrMoV-WM*	78 ± 5	77 ± 4	93 ± 3	93 ± 3	80 ± 4	94 ± 4

**Materiales del Régimen 2 (separación temprana de curvas), en los que el HEI se calculó empleando d_m^*/t_0 y W_m^*/t_0^2).*

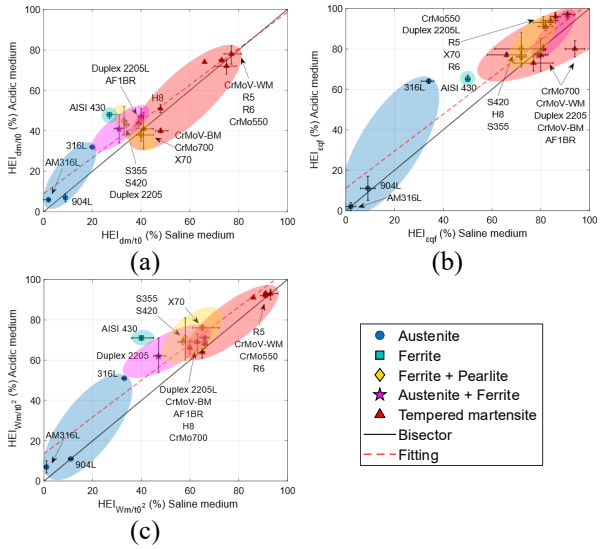


Figura 4. Comparación del efecto del electrolito sobre HEI (ácido vs salino) para tres métricas de SPT: d_m/t_0, ε_{qf} y W_m/t_0^2.

Las observaciones fractográficas apoyan estas tendencias cuantitativas. La Figura 5 muestra imágenes fractográficas representativas del acero CrMoV-WM, altamente susceptible a la presencia de hidrógeno. En los ensayos al aire (Figura 5.a y 5.d), la fractura es predominantemente dúctil, con un patrón semicircunferencial característico y mecanismos dominados por la coalescencia de microhuecos. En presencia de hidrógeno (Figuras 5.b-f), la fractura se vuelve esencialmente frágil, con una reducción del radio

de fractura circunferencial (distancia de la rotura al eje del punzón), aparición de grietas radiales y predominio de mecanismos de clivaje, facetas intergranulares y microgrietas. Las morfologías observadas en medios ácido y salino son muy similares, lo que confirma también que el efecto del electrolito es secundario frente a la susceptibilidad intrínseca del material.

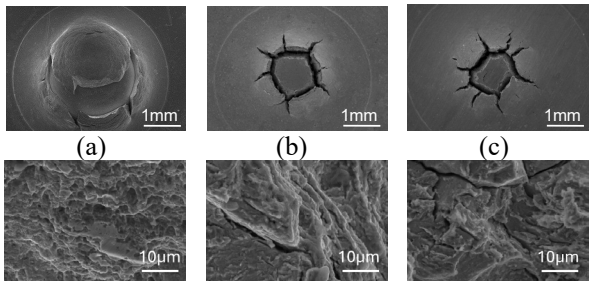


Figura 5. Fractografías correspondientes a ensayos SPT del CrMoV-WM: (a,d) aire; (b,e) medio ácido; (c,f) medio salino.

4.2. Influencia de la microestructura y la resistencia

La Figura 6 recoge la influencia de la resistencia del material (límite elástico) en el HEI para las diferentes familias de aceros (representadas mediante elipses de diferentes colores). Como puede observarse, aunque en líneas generales el HEI aumenta con la resistencia del material, esta no es la tendencia en todas las familias de aceros.

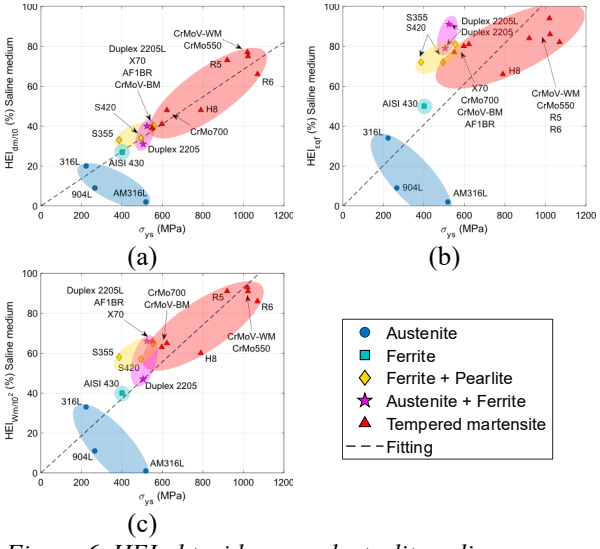


Figure 6. HEI obtenidos con electrolito salino vs σ_{YS}: (a) d_m/t_0 o d_m*/t_0, (b) ε_{qf}, y (c) W_m/t_0^2 o W_m*/t_0^2.

Los aceros austeníticos presentan los valores más bajos de HEI, atribuibles a su elevada ductilidad, alta tenacidad y a la lenta difusión del hidrógeno en estructuras FCC. Además, el índice de fragilización no depende de su resistencia, sino de las claras diferencias microstructurales que existen, por ejemplo, entre el 316L laminado y el AM316L obtenido por fabricación aditiva.

Los aceros ferríticos y ferrítico-perlíticos muestran valores de fragilización moderados, asociados a una mayor movilidad del hidrógeno y a mecanismos de daño dependientes de la microestructura, como la fractura de la perlita y la propagación de grietas a lo largo de la cementita.

Los aceros dúplex presentan valores de HEI más elevados, debido a la coexistencia de fases ferrítica y austenítica y al papel de las interfaces en la acumulación y redistribución del hidrógeno.

Por último, los aceros martensíticos exhiben la mayor susceptibilidad a la fragilización por hidrógeno, caracterizada por una separación temprana de curvas (Régimen 2) y pérdidas significativas de ductilidad y energía. Este comportamiento se asocia a su elevada resistencia, a una microestructura altamente deformada y a una elevada densidad de trampas de hidrógeno. Dentro de esta familia, la susceptibilidad disminuye conforme se utilizan temperaturas de revenido más elevadas, mientras que tratamientos térmicos incorrectos o procesos de soldadura pueden incrementarla de forma notable.

Por su parte, entre los parámetros SPT evaluados, W_m/t_0^2 proporciona la mayor discriminación entre las distintas familias microestructurales, al integrar de forma coherente la capacidad de carga y la deformación acumulada hasta la fractura. La métrica d_m/t_0 refleja principalmente la pérdida de ductilidad, mientras que ε_{qf} aporta información complementaria sobre el adelgazamiento hasta la fractura, mostrando una sensibilidad más limitada cuando domina la fractura frágil.

4.3. Sobre el uso del SPT y el efecto de la microestructura

Evaluados los resultados obtenidos, puede afirmarse que el SPT se posiciona como una técnica rápida y eficiente para evaluar la susceptibilidad a la fragilización por hidrógeno en aceros con distintas microestructuras y niveles de resistencia, utilizando pequeñas cantidades de material y reproduciendo tendencias comparables a las observadas en ensayos convencionales de tracción o tenacidad.

Por su parte, aunque la resistencia mecánica constituye un descriptor inicial relevante, los resultados demuestran que la microestructura, los mecanismos de difusión y atrapamiento de hidrógeno y los mecanismos de daño activados son los factores que determinan la respuesta final frente a la fragilización.

Obviamente, será necesario un estudio sistemático sobre el efecto de otros parámetros de ensayo, como la velocidad de deformación, al objeto de poder discriminar con mayor precisión los efectos cinéticos de la susceptibilidad intrínseca del propio material.

5. CONCLUSIONES

En este trabajo se evaluó la susceptibilidad a la fragilización por hidrógeno de 17 aceros pertenecientes a cinco familias microestructurales distintas mediante ensayos SPT con generación electroquímica de hidrógeno in-situ. Esto permitió construir mapas de

fragilización en función del límite elástico y la microestructura. Las conclusiones obtenidas han sido las siguientes:

- Los resultados demuestran que el SPT con entrada in-situ de hidrógeno electroquímico es una técnica eficaz para capturar la degradación inducida por hidrógeno en un amplio rango de aceros, permitiendo establecer un ranking cuantitativo de susceptibilidad con una cantidad mínima de material, lo que confirma su utilidad como herramienta de cribado y evaluación comparativa.
- Se identificaron dos regímenes de comportamiento bien diferenciados de fractura asistida por hidrógeno. El Régimen 1 se caracteriza por una separación tardía de las curvas carga-desplazamiento obtenidas in-situ frente a las de aire, y por la validez de los parámetros SPT convencionales. El Régimen 2 presenta una separación temprana de curvas, fractura prematura y una respuesta remanente prácticamente plana de la curva en hidrógeno, lo que hace necesario extraer los parámetros en el punto de separación, δ_{sep}, para preservar su significado físico.
- Los parámetros d_m/t_0, W_m/t_0^2 y ε_{qf} se confirmaron como indicadores efectivos de fragilización por hidrógeno. En particular, W_m/t_0^2 mostró la mayor capacidad de discriminación entre familias microestructurales y la mayor consistencia en el ranking de susceptibilidad, al integrar simultáneamente la capacidad de carga y la deformación acumulada.
- El efecto del tipo de electrolito utilizado fue secundario frente a la susceptibilidad intrínseca del material. Aunque el medio ácido generó valores de HEI ligeramente superiores a los obtenidos en el salino, las diferencias no alteraron ni el régimen de fractura dominante ni la clasificación global de los materiales.
- Las condiciones de ensayo seleccionadas, en términos de densidad de corriente y velocidad de desplazamiento del punzón, resultaron adecuadas para caracterizar de forma consistente todas las microestructuras estudiadas, incluyendo aceros austeníticos con baja difusividad de hidrógeno.
- Aunque la susceptibilidad a la fragilización por hidrógeno tiende a aumentar con su resistencia, los resultados muestran que aceros con valores similares de σ_{YS} pueden presentar comportamientos muy distintos en función de su microestructura. Las diferencias en los mecanismos de transporte y atrapamiento de hidrógeno, así como en los mecanismos de daño, confirman que la resistencia mecánica por sí sola no es un descriptor suficiente de la fragilización por hidrógeno.

AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen la financiación del Ministerio de Economía, Industria y Competitividad a través de los proyectos PID2021-124768OB-C22 y PID2024-15917OB-C21, incluida la ayuda FPI concedida a Sara Otero (PRE2022-103206). Asimismo, agradecemos al Principado de Asturias por la ayuda (SEK-25-GRU-GIC-24-016) y al IUTA por la (SV-24-GIJON-1-08). También nuestro agradecimiento a los Servicios Científico-Técnicos de la Universidad de Oviedo por el acceso al microscopio electrónico de barrido JEOL JSM-5600.

REFERENCIAS

[1] Energy Agency I. Global Hydrogen Review 2024. 2024.

[2] Rahimi S et al., Hydrogen embrittlement of pipeline steels under gaseous and electrochemical charging: A comparative review on tensile properties. Eng Fail Anal 2025;167. https://doi.org/10.1016/j.engfailanal.2024.108956.

[3] Zafra A et al., Effect of hydrogen on the tensile properties of 42CrMo4 steel quenched and tempered at different temperatures. Int J Hydrogen Energy 2018; 43:9068–82. https://doi.org/10.1016/j.ijhydene.2018.03.158.

[4] Claeys L et al., Hydrogen-assisted cracking in 2205 duplex stainless steel: Initiation, propagation and interaction with deformation-induced martensite. Materials Science and Engineering: A 2020;797. https://doi.org/10.1016/j.msea.2020.140079.

[5] Ronevich J et al., Consistency of fatigue crack growth behavior of pipeline and low-alloy pressure vessel steels in gaseous hydrogen. Int J Hydrogen Energy 2025;136:686–94. https://doi.org/10.1016/j.ijhydene.2024.06.287.

[6] Álvarez G et al., Study of the influence of current density and displacement rate on hydrogen embrittlement using small punch tests. Theoretical and Applied Fracture Mechanics 2023;125. https://doi.org/10.1016/j.tafmec.2023.103838.

[7] Arniella V. Comportamiento mecánico de aceros estructurales bajo carga electroquímica de hidrógeno in-situ para aplicaciones energéticas. 2024.

[8] García TE et al., Estimation of the mechanical properties of metallic materials by means of the small punch test. J Alloys Compd 2014;582:708–17. https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2013.08.009.

ANÁLISIS EXPERIMENTAL DE LA PROPAGACIÓN DE GRIETAS POR FATIGA A PARTIR DE MEDICIONES DE CTOD OBTENIDAS POR DIC

G. L. Gómez Gonzales*, J. M. Vasco Olmo, L. Felipe Sesé, F. A. Díaz Garrido

Departamento de Ingeniería Mecánica y Minera, Universidad de Jaén
Campus las Lagunillas s/n, 23071, Jaén, España
* Persona de contacto: glgomez@ujaen.es

RESUMEN

Este estudio presenta un análisis experimental de la apertura del vértice de grieta (*Crack-Tip Opening Displacement*, CTOD) como parámetro caracterizador de la propagación de grietas por fatiga. Se emplea la técnica de Correlación Digital de Imágenes (*Digital Image Correlation*, DIC), que permite realizar mediciones de CTOD en la región situada detrás del vértice de grieta con suficiente resolución espacial. La investigación se realizó en probetas de diferentes geometrías, fabricadas en acero AISI 1020 y titanio Grado 2, sometidas a ensayos de fatiga bajo distintas configuraciones de carga. Los resultados muestran una fuerte correlación entre la componente plástica del parámetro CTOD y las tasas de propagación de grietas por fatiga. Asimismo, se confirma la relevancia de la plasticidad en la extremidad de la grieta en la propagación de grietas por fatiga bajo las condiciones ensayadas, destacando su utilidad para la evaluación de la vida a fatiga bajo cargas de servicio.

PALABRAS CLAVE: Propagación de grietas por fatiga, CTOD, DIC

ABSTRACT

This study presents an experimental analysis of crack-tip opening displacement (CTOD) as a parameter characterizing fatigue crack propagation. The Digital Image Correlation (DIC) technique was employed, enabling CTOD measurements in the region behind the crack tip with sufficient spatial resolution. The study was conducted on specimens of different geometries, made of AISI 1020 steel and Grade 2 titanium, subjected to fatigue tests under various loading configurations. The results show a strong correlation between the plastic component of the CTOD parameter and fatigue crack growth rates. Furthermore, the relevance of crack-tip plasticity in fatigue crack propagation under the tested conditions is confirmed, highlighting its usefulness for fatigue life assessment under service loads.

KEYWORDS: Fatigue crack propagation, CTOD, DIC

1. INTRODUCCIÓN

El rango del factor de intensidad de tensiones (ΔK) es un parámetro fundamental de la Mecánica de la Fractura Elástica Lineal (MFEL), propuesto por Paris [1] en la década de 1960 para evaluar la propagación de grietas por fatiga. Este parámetro relaciona la tasa de crecimiento de grieta por ciclo (da/dN) con ΔK mediante una relación lineal en escala logarítmica. No obstante, las curvas de da/dN-ΔK presentan diversas limitaciones, como por ejemplo su sensibilidad a la relación de carga ($R = K_{min}/K_{max}$). Además, estas curvas no incorporan los efectos del historial de carga y muestran una capacidad limitada para predecir el comportamiento de grietas cortas. Cabe destacar que el parámetro ΔK se fundamenta en la MFEL, por lo que su aplicabilidad resulta cuestionable en condiciones donde existe una plasticidad significativa.

Uno de los modelos más comúnmente adoptados para explicar el comportamiento de crecimiento de grietas por fatiga es el cierre de grieta inducido por plasticidad [2], propuesto inicialmente por Elber en 1970. Este modelo considera que el crecimiento de la grieta está muy influenciado por el efecto de la estela plástica provocando su cierre prematuro. Sin embargo, a pesar de su uso generalizado, diversos estudios [3-6] demuestran deficiencias en su aplicación bajo determinadas condiciones.

Por otra parte, enfoques alternativos basados en la Mecánica de la Fractura Elasto-Plástica (MFEP) están ganando relevancia debido a su mayor capacidad para caracterizar la plasticidad local en el vértice de la grieta, la cual se encuentra directamente relacionada con el daño por fatiga. En este contexto, diversos investigadores [7-10] han centrado su estudio en los parámetros no lineales, entre los que destacan el rango de deformación plástica cíclica, las dimensiones de la zona plástica cíclica, la apertura del vértice de grieta (CTOD) y la disipación de energía plástica. Estos parámetros cuantifican directamente la plasticidad en el vértice de la grieta y han mostrado una correlación consistente con las tasas de crecimiento de grieta bajo distintos escenarios de carga, tanto de amplitud constante como variable, consolidándose como parámetros físicos más fiables para describir el avance de la grieta.

En particular, el CTOD es un parámetro relevante de la mecánica de la fractura utilizado para caracterizar la apertura y el cierre de la grieta, proporcionando un significado físico a la extensión progresiva de la grieta

bajo cargas cíclicas en materiales que experimentan plastificación. La relación proporcional entre el CTOD cíclico y la tasa de propagación de la grieta (da/dN) ha sido propuesta y ampliamente investigada tanto experimental como numéricamente en un gran número de trabajos. Más recientemente, Antunes et al. [11] demostraron mediante estudios numéricos que el componente plástico del CTOD (CTODp) mantiene una relación lineal con las tasas de crecimiento de grieta por fatiga. Esta relación incorpora de manera natural fenómenos como el cierre de grieta, el embotamiento del frente de grieta, las tensiones residuales y el umbral de fatiga. Trabajos experimentales posteriores, incluyendo ensayos de propagación de grieta realizados en especímenes de aluminio y titanio por Antunes et al. [12] y Vasco et al. [13–14], confirman que la relación da/dN–CTODp permanece independiente de la relación de carga.

Este trabajo explora la aplicabilidad del parámetro CTODp para el análisis de la propagación de grietas por fatiga bajo dos escenarios distintos: el primero, un ensayo bajo amplitud de carga constante que incluye la aplicación de un ciclo de sobrecarga; y el segundo, un ensayo bajo amplitud de K constante. Los materiales testados son acero AISI 1020 y titanio Grado 2, y las mediciones de CTOD se obtuvieron mediante la técnica de Correlación Digital de Imágenes (DIC).

2. MEDICIÓN DEL CTOD PLÁSTICO

La Figura 1 muestra los resultados típicos obtenidos para el parámetro CTOD frente a la carga aplicada a partir de simulaciones por elementos finitos.

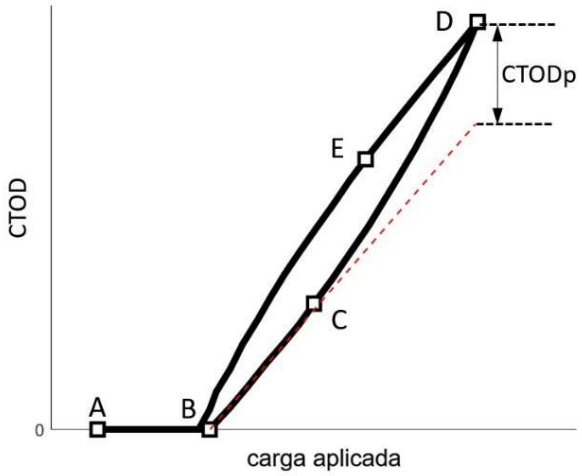


Figura 1. Comportamiento del parámetro CTOD durante un ciclo de carga completo.

El segmento AB corresponde a la posición cerrada de la grieta. La apertura de la grieta y el comportamiento elástico posterior se observan en el segmento BC. A medida que se aplica la carga, se inicia la deformación plástica durante el segmento CD. La componente plástica (CTODp) se obtiene al eliminar el componente elástico del CTOD total. Para ello, es necesaria la extrapolación del segmento BC, que corresponde al comportamiento elástico del material y que es paralelo al segmento DE, relacionado con la descarga elástica.

3. CONFIGURACION EXPERIMENTAL

3.1. Ensayos bajo amplitud de carga constante

La probeta ensayada corresponde a un espécimen del tipo CT (*Compact Tension*) mecanizados a partir de una chapa de titanio Grado 2 de 1 mm de espesor (E = 105 GPa y σ_y = 390 MPa). La geometría de la probeta se muestra en la Figura 2.

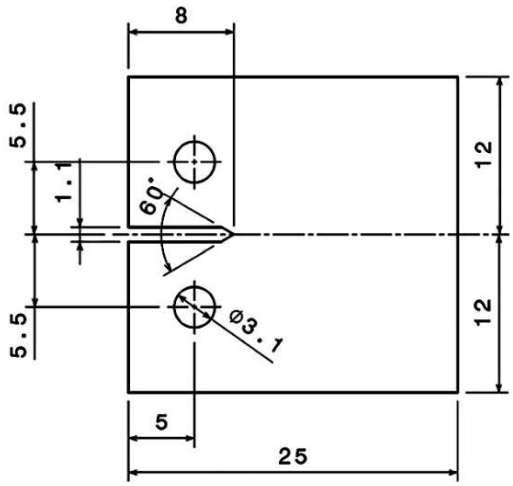


Figura 2. Geometría del espécimen CT (dimensiones en mm).

Los ensayos de fatiga fueron realizados a una frecuencia cíclica de 2 Hz, bajo carga de amplitud constante, con una carga máxima de 750 N y una relación de carga R = 0.1. Se aplicó una sobrecarga del 50 % (1125 N) una vez que la grieta alcanzó una longitud de 6 mm (medida desde el punto de aplicación de la carga). Posteriormente, se reanudó el ensayo bajo carga de amplitud constante.

Figura 3. Montaje experimental del sistema 2D-DIC con cámara de alta resolución.

Para este ensayo, se utilizó un análisis DIC bidimensional (2D-DIC). Para ello, se utilizó una cámara de alta resolución (sensor Redwood de 65 MP) acoplada a lentes de alta magnificación (Laowa 60 mm F2.8 2X), la cual se posicionó perpendicularmente a una de las caras del espécimen. La configuración óptica alcanza una resolución espacial de 2 µm/píxel. Además, se empleó una cámara adicional, ubicada frente a la cara opuesta, con el fin de monitorizar el avance de la grieta durante el ensayo de fatiga, tal como se muestra en el montaje experimental de la Figura 3.

3.2. Ensayos bajo amplitud de K constante

La probeta ensayada corresponde a un espécimen de tipo DCT (*disk-shaped compact tension*), mecanizada a partir de una barra de acero AISI 1020 (E = 206 GPa y σ_y = 285 MPa). La geometría del espécimen, con un espesor de 5 mm, se presenta en la Figura 4.

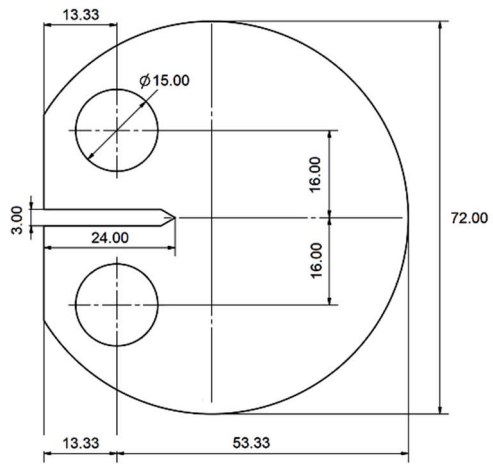


Figura 4. Geometría del espécimen DCT (dimensiones en mm).

Figura 5. Montaje experimental del sistema 3D-DIC utilizando un estereomicroscopio.

El ensayo consistió en la propagación de grietas por fatiga bajo un rango constante de ΔK=30 MPa√m, y una relación de carga R = 0.1. El objetivo de este ensayo es mantener el valor de ΔK fijo a lo largo del ensayo. Para lograr esto, la carga aplicada se reduce progresivamente a medida que la grieta avanza, con el fin de compensar la disminución de la rigidez del espécimen.

Para este análisis se utilizó un sistema de microscopía estéreo de la empresa *Correlated Solutions*, compuesto por dos cámaras *Point Grey* de 5 MP acopladas a un microscopio *Olympus* SZX16, como se muestra en la Figura 5. Con esta configuración óptica, se analizó una región de 3 × 3.6 mm por delante del vértice de la grieta, con una resolución espacial de aproximadamente 1.6 μm/pixel. El patrón de moteado fino necesario para obtener resultados de DIC de alta calidad se logró mediante la aplicación de polvo de tóner negro sobre la superficie pintada de blanco.

4. RESULTADOS

4.1. Ensayos bajo amplitud de carga constante

La Figura 6 presenta los rangos de CTOD plástico frente a las tasas de crecimiento de grieta (da/dN) en escala lineal. Se observa que la relación ΔCTOD*p*–da/dN obtenida en los ensayos de FCG con aplicación de sobrecarga (OL) sigue una tendencia lineal, considerando los efectos de la secuencia de carga debido a la sobrecarga impuesta.

Como se muestra en esta figura, tras la aplicación de la sobrecarga en P1, los valores de da/dN comienzan a disminuir siguiendo la tendencia lineal observada antes de la sobrecarga, y después de alcanzar su valor mínimo en P2, los valores de da/dN vuelven a aumentar siguiendo la misma tendencia.

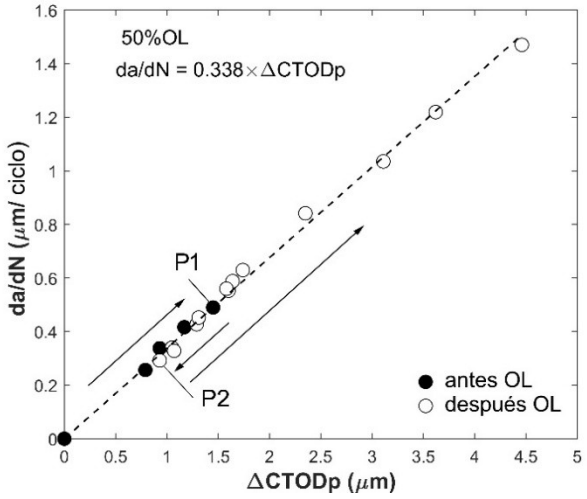


Figura 6. Curva experimental obtenida del ensayo de propagación de grieta con aplicación de sobrecarga

La relación lineal para la tasa de crecimiento de grieta de este ensayo se puede expresar mediante la siguiente ecuación:

$$\frac{da}{dN} = 0.338 \times \Delta CTOD_p \qquad (1)$$

Los datos experimentales mostrados en la Figura 7 constituyen una evidencia clara de la concordancia entre el CTODp y las variaciones en las tasas de crecimiento de grieta por fatiga. Se observa que la aplicación de la sobrecarga del 50 % produjo un efecto transitorio que se mantuvo durante cierto tiempo hasta que la grieta superó la región de influencia generada por la sobrecarga. De hecho, la tasa mínima de crecimiento de grieta se registró después de que la grieta avanzara un periodo tras la aplicación de la sobrecarga, el cual fue correctamente modelado por el CTODp.

Tras alcanzar el máximo retraso, las tasas de FCG comienzan a aumentar de manera gradual y no lineal, siguiendo la respuesta típica de retardación para el caso de estado plano de tensiones. La buena correspondencia entre las tasas de FCG y ΔCTODp durante el comportamiento post-sobrecarga resulta especialmente interesante, ya que demuestra que el CTODp considera los mecanismos y fenómenos que actúan sobre la propagación de grieta después de la aplicación de la sobrecarga.

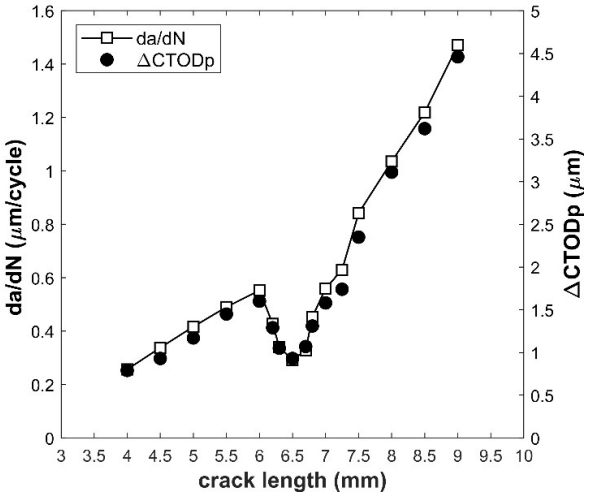


Figura 7. Curvas de da/dN y ΔCTODp frente a la longitud de grieta

4.2. Ensayos bajo amplitud de K constante

La Figura 8 muestra las tasas de propagación de grieta por fatiga en términos del incremento de longitud de grieta por ciclo, da/dN. Es evidente que, bajo un ΔK=30 MPa√m impuesto de manera constante, los valores de da/dN se mantienen prácticamente constantes, con variaciones limitadas al nivel de ruido asociado a los ajustes de carga necesarios para mantener las condiciones de ΔK constante.

La Figura 9 muestra los valores de CTOD plástico obtenidos para longitudes de grieta comprendidas entre 22 y 28 mm. Estos resultados experimentales indican que el CTOD plástico se mantiene aproximadamente constante a lo largo de todas las longitudes de grieta examinadas, reflejando el ΔK constante mantenido durante el ensayo de fatiga. Las pequeñas desviaciones, como mencionado anteriormente, se atribuyen a los cambios en la rigidez del material a medida que la grieta crece, lo que requiere ajustes continuos de carga para garantizar un ΔK constante.

El CTOD plástico fue aproximadamente 1.78 μm ± 0.10 μm. Este comportamiento consistente resalta su potencial como parámetro clave para describir la propagación de grietas por fatiga, ya que cuantifica de manera efectiva la plasticidad en el vértice de la grieta y, de forma inherente, incorpora fenómenos críticos inducidos por la plasticidad, como el cierre de grieta, el embotamiento del vértice de grieta y la influencia de las tensiones residuales.

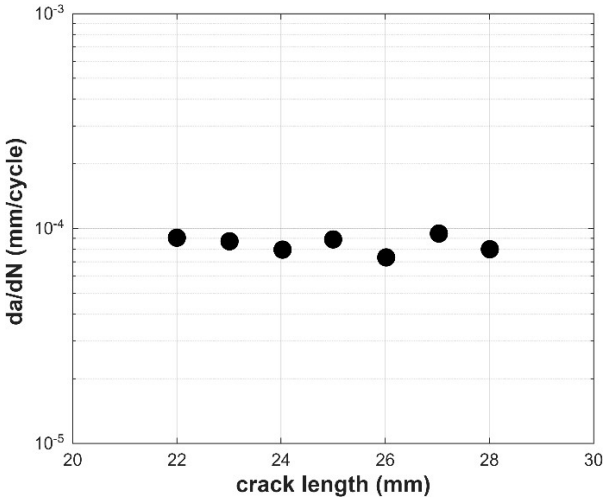


Figura 8. Tasas de propagación de grieta por fatiga (da/dN) medidas a lo largo del experimento.

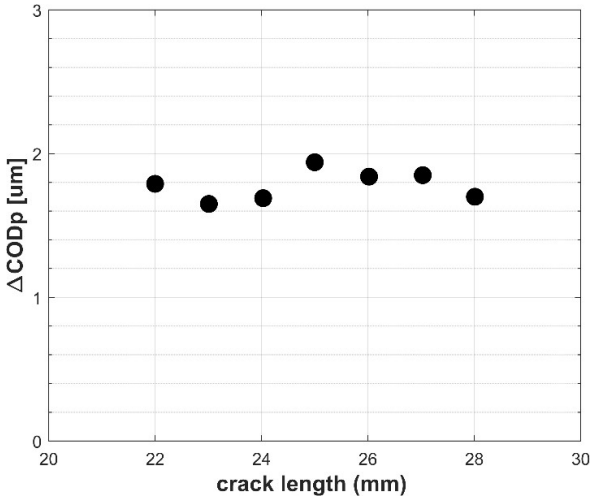


Figura 9. Mediciones del CTOD plástico obtenidas durante el ensayo de fatiga a ΔK constante

5. CONCLUSIONES

Se llevó a cabo un estudio experimental para examinar la fiabilidad del uso del CTODp como parámetro impulsor de la propagación de grietas por fatiga en materiales dúctiles. Las principales conclusiones son:

A partir de los resultados experimentales obtenidos del ensayo realizado en la probeta de titanio, se verificó la

proporcionalidad directa de la curva ΔCTODp frente a da/dN en escalas lineales. Puede concluirse que, el retardo en la propagación de la grieta, inducida por la sobrecarga, y los fenómenos asociados fueron naturalmente incluidos en las mediciones de CTOD, prevaleciendo la correspondencia lineal con las tasas de propagación de grietas por fatiga.

Para el ensayo de fatiga en la probeta de acero bajo condiciones de ΔK constante, los valores del rango de CTOD plástico presentan una tendencia consistente, permaneciendo aproximadamente constantes a lo largo de la propagación de la grieta. Estos resultados se correlacionan con la observación de que la fuerza impulsora que gobierna la propagación de la grieta también se mantiene prácticamente constante durante el proceso.

Cabe destacar que el CTODp es un parámetro medido directamente durante el ensayo, el cual actúa como un indicador directo de la deformación plástica desarrollada frente al vértice de la grieta, donde ocurre la propagación de la misma. Asimismo, puede concluirse que el principal mecanismo de daño responsable de la propagación de grietas por fatiga en los ensayos realizados fue la deformación plástica inducida.

AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen el apoyo financiero proporcionado por la Universidad de Jaén a través de su Plan Operativo de Apoyo a la Investigación (POAIUJA). Igualmente se agradece al proyecto I+D+i PID2022-141618OA-I00 INTEGROPTICS financiado por MCIN/AEI/10.13039/501100011033, FEDER, UE.

REFERENCIAS

[1] P. Paris, E. Erdogan. A critical analysis of crack propagation laws. *Journal of basic engineering* 85.4 (1963): 528-533.

[2] W. Elber. The significance of fatigue crack closure. (1971): 230-242.

[3] D. Kujawski. "Discussion and Comments on KOP andΔ Keff." *Materials* 13.21 (2020): 4959.

[4] J. Tong, S. Alshammrei, B. Lin, T. Wigger, T. Marrow. Fatigue crack closure: A myth or a misconception?. *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures* 42.12 (2019): 2747-2763.

[5] M. F. Borges, D. M. Neto, F. V. Antunes. Revisiting classical issues of fatigue crack growth using a non-linear approach. *Materials* 13.23 (2020): 5544.

[6] J. A. O. González, J. T. P. de Castro, M. A. Meggiolaro, G. L. G. Gonzáles, J. L. F. Freire, Challenging the "ΔKeff is the driving force for fatigue crack growth" hypothesis." *International Journal of Fatigue* 136 (2020): 105577.

[7] T. Oplt, T. Vojtek, R. Kubíček, P. Pokorný, P. Hutař, Numerical modelling of fatigue crack closure and its implication on crack front curvature using ΔCTODp. *International Journal of Fatigue* 171 (2023): 107570.

[8] G. L. G. Gonzales, J. M. Vasco-Olmo, F. V. Antunes, D. M. Neto, F. A. Díaz, Experimental analysis of the plastic CTOD to characterize the variable amplitude fatigue crack growth in Grade 2 titanium samples. *International Journal of Fatigue* 174 (2023): 107728.

[9] R. J. Donahue, H. M. Clark, P. Atanmo, R. Kumble, A. J. McEvily, Crack opening displacement and the rate of fatigue crack growth. *International Journal of Fracture Mechanics* 8.2 (1972): 209-219.

[10] A. R. Shahani, H. M. Kashani, M. Rastegar, M. B. Dehkordi, A unified model for the fatigue crack growth rate in variable stress ratio. *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures* 32.2 (2009): 105-118.

[11] F. Antunes, S. Rodrigues, R. Branco, D. Camas, A numerical analysis of CTOD in constant amplitude fatigue crack growth." *Theoretical and Applied Fracture Mechanics* 85 (2016): 45-55.

[12] F. Antunes, R. Branco, P. Prates, L. Borrego, Fatigue crack growth modelling based on CTOD for the 7050-T6 alloy. *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures* 40.8 (2017): 1309-1320.

[13] J. Vasco-Olmo, F. Díaz, F. Antunes, M. James. Characterisation of fatigue crack growth using digital image correlation measurements of plastic CTOD. *Theoretical and Applied Fracture Mechanics* 101 (2019): 332-341.

[14] J. M. Vasco-Olmo, F. A. Diaz Garrido, F. V. Antunes, M. James, Plastic CTOD as fatigue crack growth characterising parameter in 2024-T3 and 7050-T6 aluminium alloys using DIC. *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures* 43.8 (2020): 1719-1730.

ESTUDIO DE TENSIONES TERMOMECÁNICAS Y RESISTENCIA A FLEXIÓN EL LA FABRICACION ADITIVA DE VIDRIO

M. González-Longueira[1,2], H. Sajjad[1,2], E. Calvo-García[1,2], J. del Val[2,3], R. Comesaña[1,2*], J. Pou[2,3]

[1]Dpto. Ingeniería de Materiales, Mecánica Aplicada y Construcción, EEI, Universidad de Vigo, 36310 Vigo, España

[2]CINTECX, Universidad de Vigo, LaserON, 36310 Vigo, España

[3]Departamento de Física Aplicada, EEI, Universidad de Vigo, 36310 Vigo, España

[*] Persona de contacto: racomesana@uvigo.gal

RESUMEN

La fabricación aditiva (AM) de vidrio y cerámicas es un campo emergente, con un elevado potencial, pero con un desarrollo actual limitado. La fabricación aditiva basada en láser, caracterizada por la generación de material fundido, se restringe a cerámicas de elevada tenacidad a la fractura, como alúmina y zirconita. Atenuar las tensiones termomecánicas producidas, reducir las tensiones residuales en las piezas, y manejar una tenacidad a la fractura reducida característica, constituyen desafíos clave en la fabricación aditiva de vidrio y vitrocerámicas. Este trabajo aborda el estudio de las tensiones termomecánicas producidas durante la fabricación aditiva de vidrio asistida por láser con longitud de onda en el infrarrojo medio. Se analiza la predicción de estado tensional, las tensiones residuales observadas mediante polariscopio, y su relación con las microgrietas producidas durante el proceso, así como con las superficies de fractura por flexión, compresión e indentación. Los resultados muestran una distribución de fallo por flexión dependiente de la composición de vidrio, asociada a diferentes propiedades físico-químicas de vidrios sodo-cálcicos, del vidrio de borosilicato, y de los parámetros de AM. Asimismo, las superficies de fractura se encuentran influenciadas por las tensiones residuales generadas por cambios de fase y la potencial devitrificación durante el AM.

PALABRAS CLAVE: Resistencia a flexión, Resistencia a compresión, Tenacidad a la fractura, Vidrio, Vitrocerámica, Fabricación Aditiva,

ABSTRACT

Additive manufacturing (AM) of glass and ceramics is an emerging field with high potential, but its development is currently limited. AM based on infrared laser radiation, characterized by the generation of a millimeter-sized pool of molten material, is currently restricted to ceramics with high fracture toughness, such as alumina and zirconia. Attenuating the high thermomechanical stresses produced during the additive manufacturing process, reducing residual stress in the parts, and managing the reduced fracture toughness characteristic of the material are key challenges in the additive manufacturing of glass and glass-ceramics. This work addresses the study of the thermomechanical stresses produced during laser-assisted additive manufacturing of glass using a wavelength in the mid-infrared. The study analyzes the prediction of stress state, the residual stress fields experimentally observed by polariscope, and their relationship with microcracks produced during the additive manufacturing process, as well as with fracture surfaces observed during bending, compression, and indentation tests. The results show a bending failure distribution dependent on the glass composition, associated with different physicochemical properties of soda-lime glass and borosilicate glass, and on the AM parameters. Furthermore, the fracture surfaces are influenced by residual stress generated by phase changes and potential devitrification during the AM laser process.

KEYWORDS: Flexural strength, Compressive strength, Fracture toughness, Glass, Glass-ceramics, Additive manufacturing,

1. INTRODUCCIÓN

La fabricación aditiva de cerámicas y vidrios es un campo todavía incipiente, con un bajo desarrollo tecnológico y una penetración muy limitada en el sector industrial. Un reducido avance en los últimos años, en comparación con la fabricación aditiva de polímeros y metales, se explica por la naturaleza intrínseca de los materiales cerámicos. Los altos puntos de fusión, la fragilidad y baja tenacidad de la mayoría de estos

materiales dificultan enormemente la aplicación de las técnicas de fabricación aditiva utilizadas para otros materiales [1]. Para evitar las elevadas temperaturas de procesamiento se han desarrollado mezclas de material cerámico con aglutinante, las cuales se procesan con técnicas de fabricación aditiva utilizadas para polímeros y posteriormente se someten a un posprocesamiento que comprende la eliminación del aglutinante y la sinterización. Esta estrategia permite la obtención de piezas cerámicas, pero las piezas obtenidas presentan una baja precisión geométrica, y un comportamiento mecánico muy limitado por la alta porosidad y la susceptibilidad al proceso de sinterización.

La fabricación aditiva de vidrios y cerámicas mediante técnicas asistidas por láser, que involucran la fusión directa del material o la sinterización de este, sin la incorporación de sustancias adicionales, está limitada a cerámicas técnicas de elevada tenacidad, como óxido de ytrio, o óxido de aluminio [2]. La aplicación al resto de cerámicas se ha considerado inviable por la imposibilidad de obtener piezas sin una presencia de grietas excesiva para un desempeño mecánico mínimo. Atenuar las tensiones termomecánicas producidas, reducir las tensiones residuales en las piezas, y manejar una tenacidad a la fractura reducida característica, constituyen desafíos clave en la fabricación aditiva de vidrio y vitrocerámicas. Este trabajo aborda el estudio de las tensiones termomecánicas producidas durante la fabricación aditiva de vidrio asistida por láser con longitud de onda en el infrarrojo medio.

Durante la fabricación convencional de elementos de vidrio, las gotas de vidrio a una elevada temperatura, aproximadamente 1100 ºC para el vidrio sodo-cálcico y valores de viscosidad en torno a 10^3 Pa·s, se soplan o prensan en el molde de parison. Esta preforma hueca se encuentra refrigerada, permitiendo un control relativamente preciso de la evolución térmica del conjunto del volumen del vidrio. En contrapartida, durante la fabricación aditiva de vidrio, el depósito del material se produce en sucesivas capas a partir de una piscina de material fundido inducida por la radiación láser. La evolución térmica en esta situación es mucho más compleja, presentando una importante variabilidad en dominio espacial que genera tensiones termomecánicas. Asimismo, se pueden producir fenómenos de cambio de fase y desvitrificación que desembocan en microfisuras internas. Por lo tanto, el conocimiento preciso de los campos de tensión que sufre el vidrio durante la fabricación aditiva es imprescindible para alcanzar el éxito del proceso.

2. MATERIALES Y METODOS

La determinación de las tensiones internas generadas durante el proceso de fabricación aditiva y asociadas a el fenómeno de desvitrificación se realizó mediante la aplicación del modelo de Selsing, para ratios de desvitrificación volumétricas inferiores al 33% [3,4]. Para ratios de cristalización superiores, se empleó el modelo de Mori-Tanaka [5, 6]. En ambos casos se impuso la condición de fractura utilizando la expresión de Lange [7]. La tenacidad a la fractura (K_{Ic}) y la energía superficial de fractura (γ_f) se evaluaron, justo después de la indentación utilizando un microdurómetro Vickers aplicando 9,807 N durante 18 segundos, a partir de grietas radiales bien desarrolladas, siguiendo el método establecido por Anstis[8].

La determinación de las tensiones termomecánicas debidas al gradiente de temperatura en la pieza durante la fabricación aditiva y a la interacción con el soporte durante el enfriamiento se calcularon mediante simulación por elementos finitos, mediante acoplamiento unidireccional del perfil de temperatura adquirido experimentalmente con una cámara IR Optris Xi 640 LT. Se asume una adhesión completa entre la pieza y el soporte. Los ensayos de flexión fueron realizados en una máquina electromecánica Shimadzu Autograph AGS-X a una velocidad de carga de

3. DETERMINACIÓN DEL ESTADO TENSIONAL DEBIDO A LA DESVITRIFICACIÓN DEL VIDRIO DURANTE EL PROCESO DE FABRICACIÓN ADITIVA

En la fabricación aditiva del vidrio, la nucleación y crecimiento de cristales se ve favorecida por una mayor superficie por unidad de volumen durante el procesamiento, asociada a la generación de las sucesivas capas depositadas. La energía necesaria para la cristalización disminuye, contribuyendo a un mayor riesgo de nucleación y crecimiento de cristales. Durante la cristalización del vidrio, la reorganización de forma periódica de los átomos da lugar a una microestructura más compacta que el vidrio original. En consecuencia, la diferencia de densidad produce una contracción volumétrica local, dando lugar a tensiones de tracción que pueden generar microfisuras en la interfase entre cristal y fase amorfa. La deformación debida a la contracción se puede calcular como indica la expresión (1), donde ρ_g y ρ_c son las densidades de la fase vítrea y la fase cristalina, respectivamente.

$$\epsilon_c = \sqrt[3]{\frac{\rho_g}{\rho_c}} - 1 \qquad (1)$$

Asimismo, la diferencia de coeficiente de dilatación térmica entre el cristal generado y la matriz vítrea, durante el proceso de enfriamiento de la pieza da lugar a tensiones térmomecánicas. La tensión radial en la interfase se puede calcular como se indica en la expresión (2) [3].

$$\sigma_r = \frac{\left|\alpha_g - \alpha_c\right| \cdot \Delta T + \epsilon_c}{\frac{1+\upsilon_g}{2E_g} + \frac{1-2\upsilon_c}{E_c}} \qquad (2)$$

Donde, para la fase vítrea (g) y la fase cristalina (c) α es el coeficiente de expansión térmica, E es el módulo de elasticidad, ν es el coeficiente de Poisson, ΔT la variación

de temperatura durante el enfriamiento posterior a la cristalización.

Cuando la suma de las deformaciones asociadas a la diferencia de compacidad de la estructura y la diferencia de coeficiente de expansión térmica es positiva se produce una tensión radial positiva, de tracción, la cual podría dar lugar a la generación de microgrietas tangenciales entorno al cristal, incluso la separación entre el cristal y la fase vítrea.

Cuando la suma de las deformaciones es negativa, se produce una tensión radial negativa, de compresión. No obstante, la tensión tangencial resulta positiva, con potencial para producir grietas radiales susceptibles de propagarse desde el cristal hacia afuera. La tensión radial puede calcularse como se recoge en la expresión (3).

$$\sigma_\theta = -\frac{\sigma_r}{2} \qquad (3)$$

La formulación anterior permite hacer estimaciones con una precisión limitada, dado que el vidrio no se comporta como un material elástico y el módulo de Young no es constante en el rango de temperatura recorrido durante el enfriamiento. Es, por lo tanto, integrar paso a paso o emplear un módulo efectivo para estimar las tensiones con mayor precisión. De forma similar la evolución de la compacidad durante la cristalización no responde a un cambio discreto, sino que se produce cuando el material todavía presenta una viscosidad baja.

Por otro lado, el proceso de recocido del vidrio, en el cual este se mantiene por un tiempo determinado a una temperatura (T recocido), si es parte del proceso de fabricación aditiva, permite reducir las tensiones internas, habilitando un proceso de relajación de tensiones. En este caso, la temperatura efectiva del inicio del enfriamiento ha de considerarse como la temperatura del recocido, asumiendo una compensación completa de la deformación asociada a la diferencia de densidad de la fase vítrea y la fase cristalina. Imponiendo la condición de fallo crítico cuando se alcanza la tenacidad a la fractura localmente, utilizando la expresión de Lange [7] es posible estimar el radio crítico del cristal, pero también determinar la tensión residual en función del tamaño del cristal según la expresión (4).

$$\sigma^2 \approx \sqrt{\frac{4\gamma_g E_g}{(1+\upsilon_g)R_c}} \qquad (4)$$

De esta manera es posible determinar la resistencia residual que el vidrio devitrificado mostrará macroscópicamente ante la presencia de cristales dispersos. En la figura 1 se muestra la resistencia residual en función del tamaño de cristal calculada para el vidrio 45S5, vidrio sodocálcico con aplicaciones en el sector biomédico y cuya procesabilidad mediante fabricación aditiva ha sido objeto de múltiples investigaciones.

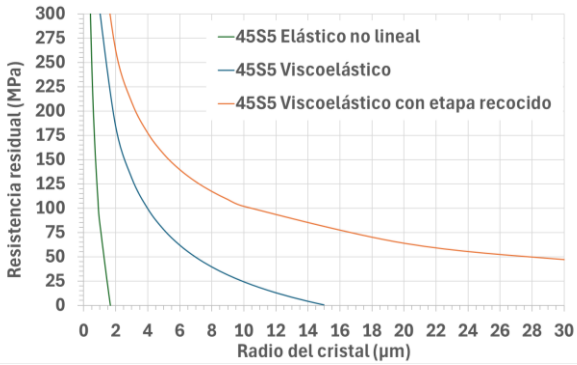


Figura 1. Cálculo de la resistencia residual en función del tamaño de cristal para el vidrio 45S5 (grado de cristalización inferior al 33%).

El resultado del cálculo tensional mostrado en la figura 1 es válido siempre y cuando el estado tensional en el entorno del cristal no se vea afectado por la presencia de otros cristales, lo cual ocurre cuando la fracción volumétrica del material devitrificado alcanza aproximadamente el 33% [4]. Cuando se supera este umbral, es necesario considerar la interacción de campo medio entre los cristales, el módulo de elasticidad efectivo y la tensión principal en el vidrio se incrementa [5]. En la figura 2 se muestra el resultado del cálculo de la resistencia residual del vidrio en función del grado volumétrico de cristalización. Se observa una clara reducción de capacidad portante muy marcada con el grado de cristalización, cuando se mantiene constante el tamaño del cristal. Si el grado de cristalización es excesivo se produce el fallo masivo de la pieza fabricada aditivamente, durante el enfriamiento.

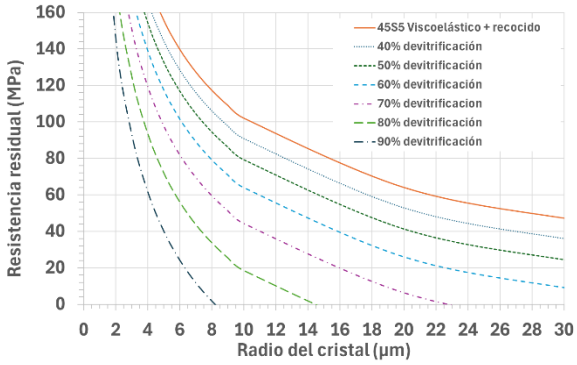


Figura 2. Cálculo de la resistencia residual en función del tamaño de cristal y el porcentaje volumétrico de cristalización para el vidrio 45S5 (grado de cristalización superior al 33%).

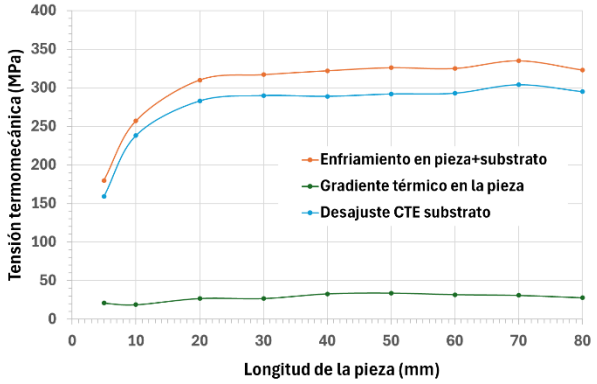
La aplicación del cálculo de resistencia residual para un vidrio 45S5 con una cristalización cercana al 80% y tamaños medios de cristal medio de 5 y de 15 µm, valores representativos de vidrio procesado mediante fabricación aditiva asistida por láser en diferentes condiciones [9-10], predicen resistencias residuales de 70 y 0 MPa. La evaluación experimental del factor de intensidad de esfuerzos a partir de las grietas radiales generadas con

microdurómetro Vickers muestra una reducción del 5% de la tenacidad a fractura en la primera condición, mientras que los especímenes se destruyen totalmente para la segunda condición. En el caso del vidrio de borosilicato 3.3, la presencia de cristales de aproximadamente 25 µm permite realizar un cálculo de tensión residual de 30 MPa. Para este vidrio se observa experimentalmente una reducción de aproximadamente un 20% en la tenacidad a la fractura respecto al vidrio original, con una resistencia característica a flexión del 80% respecto a la tensión residual calculada.

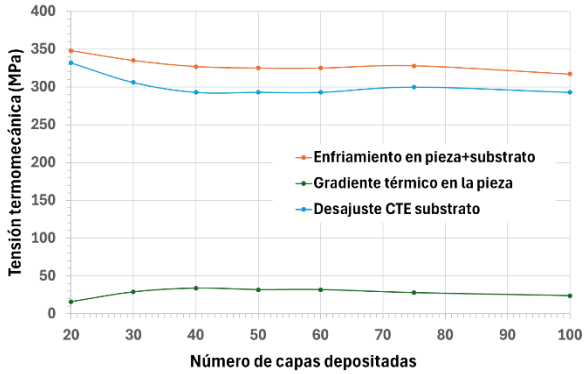
4. DETERMINACIÓN DE TENSIONES TERMOMECÁNICA DURANTE EL PROCESO DE FABRICACIÓN ADITIVA ASISTIDA POR LASER

La predicción de las tensiones termomecánicas que se originan debido al gradiente térmico que se genera durante la fabricación aditiva se recogen en la figura 3, en función de la longitud de la pieza y del número de capas depositadas. Esta predicción corresponde un caso muy desfavorable, reproduciendo el proceso para un elemento de vidrio bioactivo, con geometría de paralelepípedo, que se sintetiza sobre un sustrato cerámico de sílice de alta pureza necesario para evitar la contaminación del material, pero con una diferencia de coeficientes de expansión térmica muy acusada. Además, este cálculo asume una adherencia completa en la interfase entre la pieza y el soporte, lo cual no necesariamente se corresponde con la realidad de un proceso de fabricación aditiva que involucra la fusión de partículas discretas.

En cuanto al análisis de las tensiones generadas por la diferencia entre la temperatura de procesamiento y la temperatura del sustrato, los valores de la tensión principal 1 en la interfase entre la pieza de vidrio y el sustrato cerámico alcanzan valores muy elevados. Los valores calculados se aproximan a los 300 MPa para diferencias del coeficiente de expansión térmica de $15 \cdot 10^{-6}$ K^{-1}. La tensión se mantiene relativamente estable para valores medios y elevados de la longitud de la pieza. Para piezas cortas la tensión se reduce notablemente. En cuanto a la dependencia del número de capas, magnitud directamente proporcional a la altura de la pieza, la tensión en la interfase pieza-soporte se reduce ligeramente con el número de capas para piezas de baja altura. La tensión se estabiliza y se mantiene constante para piezas medias y altas. En todo caso, los valores de tensión debida al desajuste entre la deformación por temperatura de la base de la pieza y el soporte son muy elevados, con una elevada probabilidad de producir la generación de grietas macroscópicas. La predicción para el vidrio de borosilicato 3.3, con una diferencia de coeficiente de expansión térmica de $3 \cdot 10^{-6}$ K^{-1} se reduce a aproximadamente 80 MPa. La dirección de la tensión de tracción máxima es paralela a la superficie del sustrato en el centro de la pieza, rotando ligeramente hasta apuntar hacia las esquinas inferiores al desplazarse hacia los extremos de la pieza. En consecuencia, las tensiones termomecánicas debidas al desajuste de coeficientes de expansión térmica entre el vidrio de la pieza fabricada aditivamente y el soporte provocarían la presencia de grietas macroscópicas partiendo de la interfase y creciendo con dirección vertical desde el centro de la pieza, o bien abriéndose en dirección oblicua si las fisuras parten de la zona no central. Esta predicción de dirección de crecimiento de grietas coincide con las observaciones experimentales.



(a)



(b)

Figura 3. Predicción de la tensión máxima generada por el desajuste del coeficiente de expansión térmica con el sustrato, la tensión termomecánica inducida por el gradiente térmico en la pieza y la combinación de ambas, en función de (a) longitud de la pieza, (b) número de capas (vidrio 45S5, 50 capas, ancho 4 mm).

Las tensiones termomecánicas asociadas a los gradientes de temperatura a los que las piezas de vidrio se ven sometidas durante el proceso de fabricación aditiva alcanzan valores mucho menores (figura 3). La tensión principal 1 aumenta al incrementar la longitud de la pieza partiendo de 20 MPa para piezas cortas y alcanzando valores máximos entre 30 y 35 MPa para piezas intermedias y largas. La evolución de la tensión máxima de tracción en función del número de capas es similar, alcanzando un máximo para piezas de altura intermedia para posteriormente reducirse muy ligeramente al aumentar la altura. Las dimensiones de la pieza que

genera la tensión termomecánica máxima está relacionada con los parámetros geométricos de la técnica de fabricación aditiva mediante irradiación láser, que establecen la dimensión del volumen de vidrio que se encuentra a la temperatura de fusión. La zona de la pieza que está sometida a los valores máximos de tracción se encuentra en la parte inferior de la pieza, relativamente centrada, con una dirección principal también paralela al soporte. En consecuencia, las tensiones debidas al gradiente térmico en la pieza refuerzan a las tensiones debidas al desajuste de coeficientes de expansión térmica con el soporte, dando lugar a los máximos recogidos en la figura 3. Esta penalización refuerza la iniciación de grietas macroscópicas verticales desde la parte inferior de la pieza durante el proceso. Se observa que a medida que se incrementan las capas depositadas la dirección de la tensión de tracción máxima rota, apuntando hacia el centro de la primera capa depositada. Este resultado es coherente con la rotación de las grietas verticales hacia el centro de la pieza hasta cruzar horizontalmente el eje se simetría de la pieza. La predicción de tensión termomecánica debida únicamente al gradiente de temperatura se reduce a 12 MPa para la fabricación aditiva de vidrio de borosilicato.

5. CONCLUSIONES

El estudio de las tensiones termomecánicas producidas durante la fabricación aditiva de vidrio asistida por láser es clave para el éxito del proceso, dado el elevado aporte térmico, las altas temperaturas y los gradientes de temperatura que se producen durante el proceso. La predicción de estado tensional se ha realizado intentando compartimentar tres fenómenos distintos, la desvitrificación durante el proceso, las tensiones termomecánicas generadas durante el proceso y el enfriamiento, el desacoplamiento de las deformaciones térmicas entre la pieza fabricada y el soporte. Si bien, estos tres factores presentan una interdependencia durante el proceso de fabricación aditiva y su importancia depende del tipo de vidrio empleado, esta aproximación ha permitido determinar comparativamente la magnitud de las tensiones generadas y sus direcciones, así como analizar la concentración de tensiones estimar la resistencia residual asociada a la presencia de cristales en el vidrio. Las tensiones generadas por las diferencias de expansión térmica entre pieza y soporte pueden alcanzar, para vidrios como el BG45S5 valores próximos a 300 MPa, un orden de magnitud mayor que las tensiones termomecánicas asociadas a los gradientes térmicos en la pieza durante el proceso de fabricación aditiva por fusión láser, con máximos de 35 MPa. Estos valores se reducen a 80 MPa y 12 MPa, respectivamente, en las predicciones para el vidrio de borosilicato 3.3. Ambos efectos son responsables del crecimiento de grietas macroscópicas en la base de las piezas, mientras que las tensiones asociadas al gradiente térmico en la pieza gobiernan la orientación posterior de la grieta. La presencia de cristales generados por la desvitrificación del vidrio durante el proceso de fabricación aditiva presenta un efecto más persistente, haciendo que el material sea más susceptible a la fractura durante el proceso de fabricación aditiva, pero también reduciendo la resistencia residual que las piezas muestren en servicio.

El análisis de la correspondencia de los cálculos realizados con las observaciones experimentales ha permitido identificar los factores predominantes en la generación de tensiones internas durante la fabricación aditiva. Con este conocimiento es posible establecer una estrategia adecuada para reducir la intensidad de estos factores durante el proceso y obtener piezas con una integridad suficiente para asegurar su funcionalidad una vez acabadas. La limitación de la nucleación de concentradores de esfuerzo asociados a la desvitrificación del vidrio durante etapas tempranas del proceso es necesaria, tanto para soportar las tensiones termomecánicas en etapas posteriores de la fabricación, como para proporcionar una tenacidad y resistencia satisfactorias de la pieza de vidrio.

AGRADECIMIENTOS

Este trabajo ha sido parcialmente financiado por el EIC (EverGlass, HORIZON-EIC-2023 PathfinderOpen, 101129967), por el MCI/MCIU (MCI/AEI/FEDER, UE PID2022-138763OA-100) / (MICIU/AEI PDC2025-166199-I00) y por la Xunta de Galicia (ED431C 2023/25).

REFERENCIAS

[1] Y. Lakhdar, C. Tuck, J. Binner, A. Terry, R. Goodridge, Additive manufacturing of advanced ceramic materials, *Progress in Materials Science*,116 (2021) 100736.

[2] D. Zhao, G. Bi, J. Chen, W. Quzch, R. Feng, A. Salminen, F. Niu A critical review of direct laser additive manufacturing ceramics. *Int J Miner Metall Mater* 31 (2024) 2607–2626.

[3] U. Lohbauer, D.C.N. Fabris, J. Lubauer, S.Abdelmaseh, M.R. Cicconi, K. Hurle, D. de Ligny, F. Goetz-Neunhoeffer, R. Belli, Glass science behind lithium silicate glass-ceramics, *Dental Materials*, 40 (2024) 842-857.

[4] J. C. Fonseca, R. R.o Paccola, E. D. Zanotto, E. B. Ferreira, Evaluating the residual stresses and fracture behavior of glass-ceramics by numerical modeling, *Acta Materialia*, 274 (2024) 120015.

[5] T. Mori and K. Tanaka, Average Stress in Matrix and Average Elastic Energy of Materials with Misfitting Inclusions, *Acta Metallurgica* 21 (1973) 571-574.

[6] M. Taya and T. W. Chou, On Two Kinds of Ellipsoidal Inhomogeneities in an Infinite Elastic Body: An Application to a Hybrid Composite, International *Journal of Solids and Structures* 17 (1981) 553-563.

[8] F. C. Serbena, E. D. Zanotto, Internal residual stresses in glass-ceramics: A review, *Journal of Non-Crystalline Solids*, 358 (2012) 975-984.

[8] G.R. Anstis, P. Chantikul, B.R. Lawn, D.B. Marshall, A critical evaluation of indentation techniques for measuring fracture toughness: I, direct crack measurements, *J. Am. Ceram. Soc.* 64 (1981) 533–538.

[9] J. del Val, R. López-Cancelos, A. Riveiro, A. Badaoui, F. Lusquiños, F. Quintero, R. Comesaña, M. Boutinguiza, y J. M. Pou. On the fabrication of bioactive glass implants for bone regeneration by laser assisted rapid prototyping based on laser cladding. *Ceramics International* 42, (2016).

[10] R. Comesaña, J. del Val, F. Quintero, A. Riveiro, F. Arias-González, M. Boutinguiza, F. Lusquiños, J. Pou. Laser Cladding and Laser Direct Glass Deposition of Bioactive Glass and Glass-Ceramics *Bioactive Glasses and Glass-Ceramics: Fundamentals and Applications* (2022). 10.1002/9781119724193.ch14.

COMPORTAMIENTO DE UN ACERO AISI 904L LAMINADO EN FRÍO CON HIDRÓGENO INTERNO MEDIANTE ENSAYOS SPT EXSITU

S. Sampayo[1]*, S. Otero[1], G. Álvarez[1], L.B. Peral[1], M. Llera[1], C. Rodríguez[1]

[1]SIMUMECAMAT Research Group. University of Oviedo
Edificio Departamental Oeste. 7.1.10. Campus Universitario, 33203 Gijón, Asturias-España
* Persona de contacto: UO299393@uniovi.es

RESUMEN

El uso del hidrógeno verde como vector energético se perfila como una tecnología clave en la transición energética. Sin embargo, su almacenamiento y transporte presentan importantes desafíos, entre los que destaca la fragilización por hidrógeno en materiales metálicos. Aunque los aceros austeníticos presentan un buen comportamiento frente a este fenómeno, su bajo límite elástico obligaría al empleo de grandes espesores, lo que los hace inviables en la construcción de depósitos o sistemas de tuberías. Esta limitación puede mitigarse mediante la laminación en frío del material, que incrementa su resistencia mecánica, pero también puede incrementar su sensibilidad al hidrógeno.

En este trabajo se analiza el efecto de aplicar diferentes grados de reducción del espesor (10, 20 y 30%) por laminación en frío sobre el comportamiento mecánico en presencia de hidrógeno de un acero superaustenítico AISI 904L mediante el uso de ensayos Small Punch Test (SPT) sobre probetas precargadas de hidrógeno. El efecto del hidrógeno interno se evaluó comparando el comportamiento exhibido por los materiales sin precarga de hidrógeno y tras una precarga de hidrógeno a alta presión y temperatura (19.5 MPa, 300ºC durante 24h).

PALABRAS CLAVE: Small Punch Test, fragilización por hidrógeno, acero estructural, acero superaustenítico, deformación en frío

ABSTRACT

The use of green hydrogen as an energy carrier is emerging as a key technology in the energy transition. However, its storage and transport pose significant challenges, among which hydrogen embrittlement of metallic materials stands out. Although austenitic steels exhibit good resistance to this phenomenon, their low yield strength would require the use of large thicknesses, making them unfeasible for the construction of storage tanks or pipeline systems. This limitation can be mitigated by cold rolling the material, which increases its mechanical strength but may also increase its sensitivity to hydrogen.

In this work, the effect of applying different thickness reduction levels (10, 20, and 30%) by cold rolling on the mechanical behavior in the presence of hydrogen of a super-austenitic AISI 904L steel is analyzed using Small Punch Test (SPT) experiments on hydrogen-precharged specimens. The effect of internal hydrogen was evaluated by comparing the behavior exhibited by materials without hydrogen precharging and after high-pressure and high-temperature hydrogen precharging (19.5 MPa, 300ºC for 24 h).

KEYWORDS: Small Punch Test, hydrogen embrittlement, structural steel, superaustenitic steel, cold rolling

1. INTRODUCCIÓN

El aumento de las emisiones de gases de efecto invernadero ha impulsado el desarrollo de estrategias de descarbonización, en las que el hidrógeno destaca como un vector energético clave. El hidrógeno posee una alta densidad energética por unidad de masa, pero su baja densidad volumétrica dificulta su almacenamiento y transporte, siendo necesario el aumento de presión o reducción de temperatura.

El transporte y almacenamiento de este elemento se enfrenta al reto de la fragilización por hidrógeno (HE), fenómeno mediante el cual ciertos materiales experimentan una degradación de sus propiedades mecánicas al interactuar con él. Comprender cómo cada material se ve afectado es fundamental para garantizar la integridad y seguridad de las estructuras que operan en contacto con hidrógeno.

Estudios previos han mostrado una gran variabilidad en la respuesta de distintos aceros frente a la HE, siendo los aceros austeníticos los que presentan un mejor comportamiento [1]. Sin embargo, el bajo límite elástico de estos aceros obliga a utilizar grandes espesores para soportar altas presiones, lo que encarece su aplicación en infraestructuras de gran escala. Una estrategia para superar esta limitación es aumentar la resistencia mediante laminación en frío. No obstante, diversos estudios han señalado que la deformación en frío de aceros austeníticos puede inducir una transformación martensítica (SIM) [2], aumentando su susceptibilidad a la fragilización. Se ha demostrado que un mayor contenido de níquel estabiliza la fase austenítica y reduce

la transformación martensítica [3], disminuyendo el efecto negativo asociado. En este contexto, los aceros superausteníticos con alto contenido de níquel, como el AISI 904L, resultan especialmente atractivos, ya que mantienen una elevada estabilidad microestructural incluso tras elevados grados de deformación en frío, permitiendo incrementar el límite elástico sin provocar transformación martensítica significativa y sin comprometer su buen comportamiento frente al hidrógeno.

Por otro lado, la caracterización mecánica en presencia de hidrógeno de estos aceros puede ser complicada debido a su bajo coeficiente de difusión [4]. Por dicha razón la utilización de probetas con bajo espesor permite alcanzar la saturación del material en tiempos menores.

Los ensayos en miniatura se han consolidado como herramientas fundamentales para la caracterización mecánica de materiales cuando el volumen de muestra es limitado o se requiere evaluar regiones específicas de una estructura, como zonas soldadas o componentes en servicio. Estas técnicas permiten obtener información sobre propiedades a tracción y tenacidad a la fractura utilizando probetas de dimensiones reducidas, lo que reduce costes y facilita el estudio de materiales escasos. Entre estos métodos destaca el Small Punch Test (SPT), que permite estimar propiedades mecánicas a partir de probetas miniatura de aproximadamente 10x10x0.5 mm. Este ensayo se ha adaptado para el estudio de fenómenos de HE [5], tanto mediante ensayos ex situ, empleando probetas previamente cargadas con hidrógeno, como mediante ensayos in situ, en los que el hidrógeno se introduce durante la propia realización del ensayo. Los ensayos ex situ presentan una mayor simplicidad experimental; sin embargo, su aplicación resulta adecuada principalmente en materiales con bajos coeficientes de difusión de hidrógeno para evitar la pérdida de hidrógeno durante el ensayo.

Por ello, este trabajo tiene como objetivo analizar la fragilización por hidrógeno en un acero inoxidable superaustenítico 904L sometido a distintos niveles de deformación plástica por laminación en frío, utilizando ensayos SPT para evaluar su comportamiento mecánico.

2. MATERIALES Y PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

2.1 Materiales

El acero objeto de estudio es un acero superaustenítico AISI 904L (EN 1.4539). El material se suministró en forma de chapa laminada en caliente con un espesor de 8 mm, la cual fue recocida a 1149 ºC durante 3 minutos y enfriada en agua. Posteriormente, la chapa se sometió a reducciones de espesor del 10, 20 y 30% mediante laminación en frío. Por tanto, el comportamiento del acero se analizará en cuatro condiciones: sin deformar en frío (REF) y tras las deformaciones indicadas (10CR, 20CR y 30CR).

En la Tabla 1 se muestran las propiedades mecánicas a tracción, así como la tenacidad a la fractura de todos ellos siguiendo las recomendaciones de las normas UNE-EN ISO 6892-1 y ASTM-E1820-24, respectivamente. Como puede observarse, conforme crece el grado de deformación en frío, también lo hacen las propiedades resistentes a tracción, pero a cambio de una disminución progresiva de la tenacidad a la fractura que se reduce en un orden de magnitud.

Tabla 1. Propiedades mecánicas a tracción y tenacidad a la fractura de los materiales analizados

Acero	σ_{ys} (MPa)	σ_{uts} (MPa)	$J_{0.2}$ (kJ/m^2)
REF	330±1.4	680±0.7	557±74
10CR	591±1.4	722±5.7	231±52
20CR	701±2.1	794±4.2	182±32
30CR	795±9.2	904±16.3	59±25

2.2. Precarga de hidrógeno

Dada la baja difusividad de los aceros austeníticos [4] ($D_{eff} \cong$1.10E-15 m^2/s) y, por tanto, la dificultad de que el hidrógeno se introduzca en su interior a temperatura ambiente en tiempos razonables, tras el mecanizado las probetas SPT fueron sometidas a una carga de hidrógeno en un autoclave, a una presión de 19.5 bares de hidrógeno puro y una temperatura de 300 °C durante 24 horas. Este tiempo y temperatura fueron estimados suficientes para saturar este tipo de material con la geometría de las probetas SPT, de tan solo 0.5 mm de espesor. Una vez concluida la carga de hidrógeno, las probetas se almacenaron en nitrógeno líquido hasta el momento de su ensayo. La medida del contenido de hidrógeno introducido se realizó utilizando un analizador de hidrógeno LECO DH603.

2.3 Ensayo Small Punch

El dispositivo utilizado para la realización de los ensayos SPT responde a los requisitos básicos de la norma UNE-EN 10371:2022 [6]. Así, la matriz inferior cuenta con un orificio de 4 mm de diámetro y la carga se aplica mediante un punzón semiesférico de 2.5 mm de diámetro. El dispositivo se incorpora en una máquina universal de ensayos MTS equipada con una célula de carga con una capacidad de 5 kN y extensómetro tipo COD para medir de forma precisa el desplazamiento del punzón. Todos los ensayos fueron realizados en ambiente de laboratorio.

Las muestras para el ensayo SPT se obtuvieron de lajas extraídas de las chapas mediante corte por hilo y de modo que su espesor tuviera la dirección del espesor del material. Las dimensiones nominales de estas lajas eran de 50×10×0.5 mm, y posteriormente fueron cortadas con una cortadora de precisión IsoMet 1000®, para obtener las probetas SPT, de dimensiones 10×10×0.5 mm, que únicamente tuvieron que ser desbastadas ligeramente con el fin de eliminar la capa blanca generada por el corte por hilo, finalizando siempre este proceso con un papel abrasivo de grano P1200, garantizando un mismo acabado superficial.

En el caso de los ensayos realizados sin precarga de hidrógeno, la velocidad de desplazamiento del punzón empleada fue de 0.2 mm/min. Por su parte, las muestras precargadas con hidrógeno fueron ensayadas a diferentes velocidades de ensayo (0.02, 0.0025 y 0.001 mm/min) con el fin de evaluar la posible influencia de esta variable en la sensibilidad al hidrógeno mostrada por los distintos tipos de material analizados.

La Figura 1 muestra una curva carga-desplazamiento estándar de un ensayo SPT para un material metálico. A partir de esta curva se obtienen los valores de carga y desplazamiento necesarios para el cálculo de las propiedades mecánicas del material: la carga de transición elásto-plástica, P_y, la carga correspondiente a un desplazamiento del punzón de 0.645 mm, F_i, la carga máxima del ensayo, P_m, y el desplazamiento correspondiente a la carga máxima, d_m. También se calcula el área encerrada bajo la curva hasta carga máxima, E_{SP}. Para el cálculo de P_y se utilizaron dos propuestas: la propuesta por García et al. [7], que la define en el punto de intersección entre una línea con pendiente igual a la inicial pero desplazada un valor igual al espesor de la probeta dividido por 10 (t/10) y la curva carga desplazamiento ($P_{y_t/10}$) y la standard que la define en el punto de intersección de un segmento de pendiente igual a la inicial de la curva y otro ajustado a partir de los valores sucesivos hasta un desplazamiento de 0.5 mm (P_{yUNE}) [6].

Las ecuaciones 1, 2 y 3 nos proporcionan las correlaciones empíricas entre los distintos valores de carga y las propiedades mecánicas a tracción: el límite elástico, σ_{ys} (ecuación 1), y la resistencia a la tracción, σ_{uts} (ecuación 2 y 3), del material. En estas expresiones, t es el espesor inicial de las probetas y α, β_1 y β_2 son constantes empíricas. En este caso se utilizaron los valores α=0.346 para $P_{y_t/10}$[7] o α=0.479 para P_{y_UNE}[6], β_1=0.179 [6] y β_2 =0.278 [7].

$$\sigma_{YS} = \alpha \cdot P_y/t^2 \quad (1)$$

$$\sigma_{UTS} = \beta_1 \cdot F_i/t^2 \quad (2)$$

$$\sigma_{UTS} = \beta_2 \cdot P_m/(d_m \cdot t) \quad (3)$$

Por su parte, diversos estudios coinciden en relacionar el valor de la energía de fractura parametrizada (E_{SP}/t^2) con la tenacidad del material [7]. La tenacidad a la fractura del material también parece estar relacionada con la deformación biaxial equivalente, ε_{qf}, calculada mediante la ecuación 4, y en la que t_f es el espesor de la probeta tras el ensayo en la zona más estriccionada.

$$\varepsilon_{qf} = ln\left(\frac{t}{t_f}\right) \quad (4)$$

La correlación entre ε_{qf} y la tenacidad a fractura propuesta por [7] sigue la ecuación 5, aunque sólo es válida para valores de ε_{qf} superiores a 0.8.

$$J_{IC}[kJ/m^2]=1695\cdot\varepsilon_{qf} - 1320 \quad (5)$$

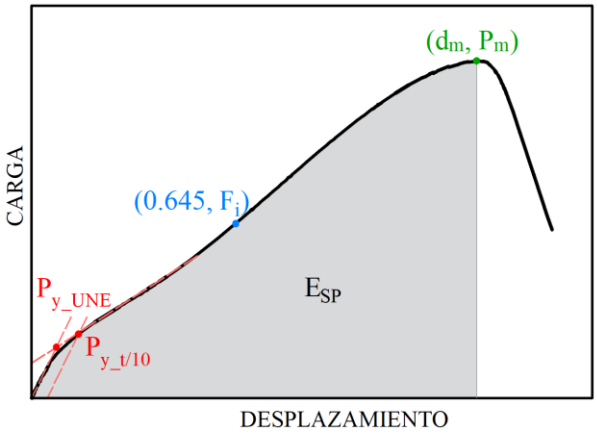


Figura 1. Parámetros característicos de las curvas SPT

Todos los parámetros vistos anteriormente permiten determinar la evolución de las propiedades mecánicas de estos materiales tras la deformación en frío. Además, también podremos cuantificar el efecto fragilizador del hidrógeno en cada una de estas propiedades mecánicas mediante el denominado Índice de Fragilización por Hidrógeno, IFH (ecuación 6). Esta expresión compara el valor de uno de los parámetros anteriormente vistos, obtenido sin precarga de hidrógeno (X_{Aire}), con el correspondiente a un ensayo con probetas precargadas (X_H). El valor de IFH variará entre 0 (ausencia de fragilización) y 100 (fragilización total).

$$IFH\ (\%) = \frac{X_{Aire} - X_H}{X_H} \cdot 100 \quad (6)$$

Por último, las superficies de fractura de las muestras ensayadas fueron analizadas utilizando un microscopio electrónico de barrido (SEM JEOL-JSM5600).

3. RESULTADOS

El contenido de hidrógeno de los distintos materiales, medido tras la precarga a 19 MPa y 300ºC durante 24 horas, se muestra en la Tabla 2. Estos contenidos de hidrógeno se asemejan a lo esperable para unas condiciones de servicio de 80 MPa a 55ºC. Además, se observa que la concentración de hidrógeno aumenta con el porcentaje de deformación en frío.

Tabla 2. Contenido de hidrógeno tras la precarga.

Acero	C_H (wt. ppm)
REF	53.3 ± 2.6
10CR	56.3 ± 2.3
20CR	60.0 ± 5.4
30CR	60.9 ± 3.7

Por su parte, en la Figura 2 se presentan, con fines comparativos, las curvas SPT de cada uno de los materiales sobre probetas sin precarga y con precarga de hidrógeno a distintas velocidades de desplazamiento del punzón. Los valores medios de los distintos parámetros obtenidos a partir de estas curvas se recogen en la Tabla 3.

Tabla 3. Parámetros obtenidos de las curvas SPT para cada material y condición.

Material	Condición	Velocidad	$P_{y\ t/10}/t^2$	$P_{y\ UNE}/t^2$	F_i/t^2	$P_m/(t \cdot d_m)$	ε_{qf}	E_{SP}/t^2
REF	**AIRE**	**0.2**	**1169±120**	**949±101**	**2637±208**	**2135±41**	**1.075**	**8341±191**
	HIDRÓGENO	0.0200	1114±73	869±39	2725±45	2125±3	0.945	7684±122
		0.0025	1055±67	829±43	2395±140	2034±6	0.855	7673±274
		0.0010	1105±106	879±95	2540±70	2067±88	0.941	8308±414
10CR	**AIRE**	**0.2**	**6487±1341**	**1234±46**	**3377±87**	**2252±41**	**0.95**	**7469±25**
	HIDRÓGENO	0.0200	1511±144	1264±75	3414±21	2263±103	0.897	7089±911
		0.0025	1543±34	1352±56	3565±19	2314±111	0.938	7443±597
		0.0010	7031±293	1381±56	3518±0	2314±42	1.103	8031±237
20CR	**AIRE**	**0.2**	**1733±64**	**1430±101**	**3795±89**	**2447±80**	**0.87**	**7473±168**
	HIDRÓGENO	0.0200	1782±86	1582±78	3890±13	2496±66	0.836	7453±606
		0.0025	1635±226	1439±228	3675±208	2430±115	0.532	6267±542
		0.0010	8176±1008	1289±1	3525±5	2413±76	0.546	6318±109
30CR	**AIRE**	**0.2**	**2025±141**	**1606±5**	**4383±48**	**2895±75**	**0.821**	**6119±657**
	HIDRÓGENO	0.0200	2104±118	1730±23	4515±18	2977±36	0.434	4843±981
		0.0025	2013±1	1744±128	4647±87	2982±75	0.188	3354±477
		0.0010	11552±1161	1800±82	4696±2	3008±191	0.252	3674±349

Como puede observarse, ni la cantidad de hidrógeno introducida ni la velocidad de ensayo utilizada tienen apenas efecto en los aceros analizados, excepto ligeramente para el 20CR ensayado a las velocidades más bajas y el sometido al mayor valor de deformación en frío, 30CR (Figura 2.d), que ya muestra sensibilidad a la mayor velocidad de deformación. Además, cabe destacar que en los casos en los que se aprecia fragilización (20 CR y 30CR), solo los parámetros relacionados con la tenacidad (E_{SP}/t^2 y ε_{qf}) se muestran sensibles a la presencia de hidrógeno.

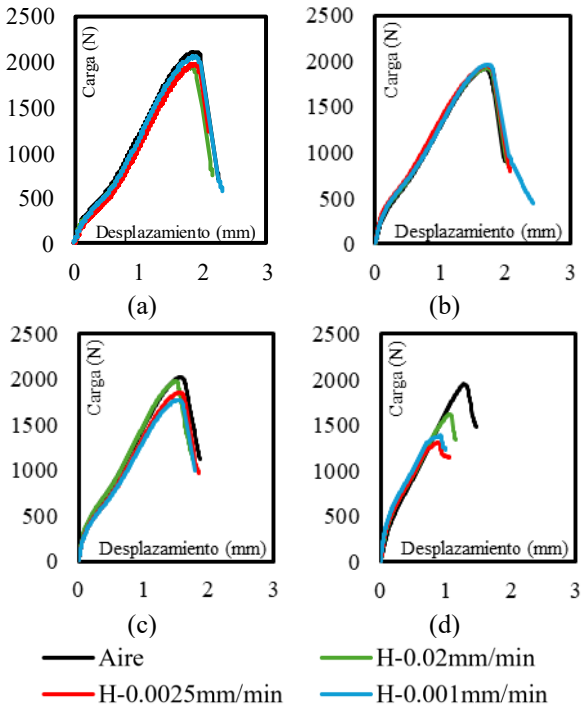


Figura 2. Curvas SPT al aire y con hidrógeno a diferentes velocidades de ensayo de los aceros 904L: (a) REF; (b) 10CR; (c) 20CR; (d) 30CR.

En cuanto a las superficies de rotura, la Figura 3 muestra, a modo de comparación, las exhibidas por el acero sin deformar, REF (Fig. 3.a y c), y por el sometido a la mayor deformación, 30CR (Fig. 3.b y c). Como puede observarse, el material de referencia (REF) muestra una rotura muy similar ensayado sin o con precarga de hidrógeno, sin que haya indicios de fragilización. Lo mismo ocurre con los materiales 10CR y 20CR. El material 30CR, sin embargo, cuando se encuentra precargado de hidrógeno y se ensaya a la velocidad más baja (Fig. 3.d), muestra un aspecto más frágil, donde la rotura se ha producido sin apenas deformación y mucho más cerca de la zona central de la probeta.

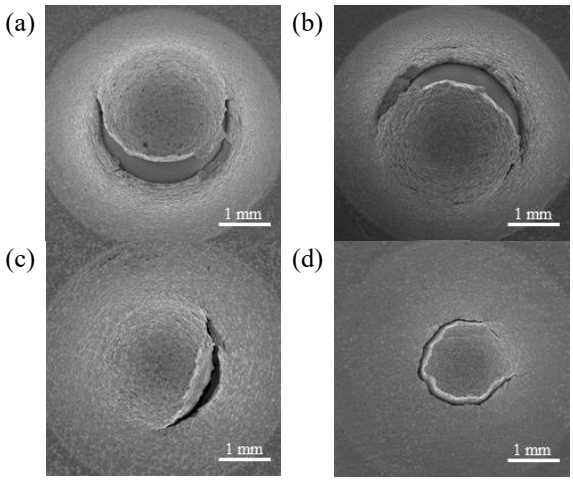


Figura 3. Fractografía de los ensayos SPT: (a) REF en al aire; (b) 30CR al aire; (c) REF con precarga a 0.001 mm/min; (d) 30CR con precarga de H a 0.001 mm/min.

4. DISCUSIÓN

4.1 Sensibilidad del SPT al análisis de la deformación en frío

La Figura 4 muestra, comparadas, los valores medios de propiedades mecánicas a tracción y a fractura obtenidas

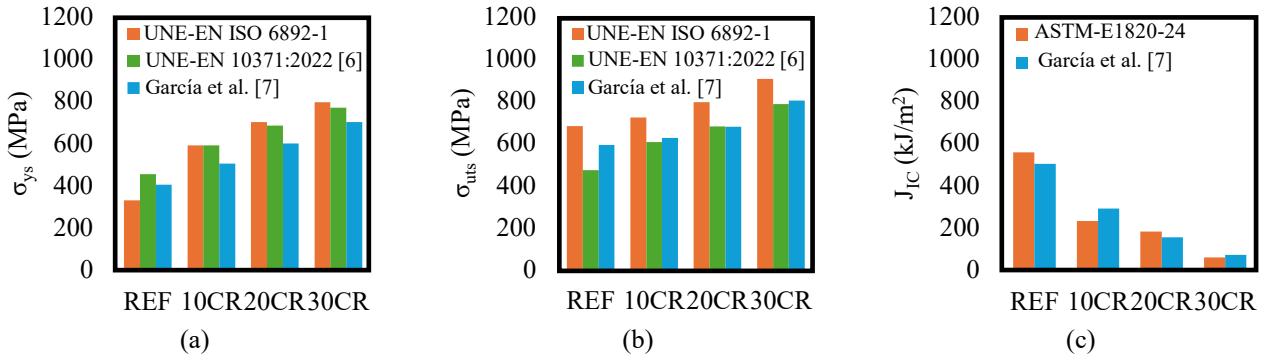


Figura 4. Propiedades mecánicas estimadas y obtenidas mediante ensayos convencionales para los cuatro aceros ensayados en ausencia de hidrógeno: (a) límite elástico; (b)tensión última; (c)tenacidad.

mediante ensayos convencionales frente a las calculadas a partir de los parámetros SPT con las ecuaciones (1)-(5). Como puede observarse, los valores obtenidos mediante SPT son muy próximos a los obtenidos mediante ensayos standard y apenas se aprecia diferencia al utilizar diferentes métodos de correlación. No obstante, parece que la correlación propuesta por la norma UNE-EN 10371:2022 aproxima mejor los valores del límite elástico, mientras que la propuesta por T.E. García [7] ajusta mejor la resistencia a la tracción. Por su parte, llama la atención los buenos resultados en cuanto a tenacidad a la fractura obtenidos a partir de la deformación biaxial equivalente y la corrección de T.E. García [7]. Obviamente, en todos los casos se trata de ajustes empíricos, realizados hace ya más de 10 años, por lo que sería posible mejorar ambos ajustes actualizándolos mediante la inclusión de nuevos resultados.

4.2 Fragilización por hidrógeno y efecto de la velocidad de ensayo

La Tabla 4 recoge los IFH calculados para los distintos parámetros SPT. Como puede observarse y ya se comentó anteriormente, los parámetros más sensibles a la presencia de hidrógeno son ε_{qf} y E_{SP}/t^2. No obstante, dada la dificultad de medida de ε_{qf} (presenta mucha sensibilidad a la zona y el modo en el que se realiza la medida del espesor final de la probeta), y en base a estudios previos realizados por el grupo de investigación, el parámetro E_{SP}/t^2 se perfila como el más representativo a la hora de cuantificar la susceptibilidad al hidrógeno en el ensayo SPT [8]. Por ello y con el fin de observar la evolución de este parámetro en los materiales estudiados en función de la velocidad utilizada, en la Figura 5, se ha representado el IFH(E_{SP}/t^2) para todos los porcentajes de laminación en función de la velocidad de ensayo.

La Figura 5 refleja, claramente, la influencia tanto del material como de la velocidad de ensayo en la respuesta frente al hidrógeno precargado de los distintos materiales. Mientras que el material sin deformar (REF) y el deformado un 10% (10CR) no muestran signo alguno de fragilización, sea cual sea la velocidad de ensayo utilizada, los materiales sometidos a un 20% (20CR) y un 30% (30CR) de deformación sí que se muestran afectados, aunque el grado máximo de susceptibilidad es diferente en un caso y en otro. El acero más deformado (30CR) llega a presentar un IFH del 44% a la menor velocidad, mientras que si la deformación es un poco inferior (20CR), el IFH se reduce al 17%.

En la Figura 5 también se observa, de manera clara, el efecto de la velocidad de ensayo sobre los resultados obtenidos. En el caso de que el material muestre fragilización, hay que buscar cuál es la velocidad de ensayo a la que la fragilización es máxima, ya que dicho valor será el que se deba utilizar en una correcta caracterización. A ese valor de la velocidad se le denomina $v_{crítica}$, y dependerá del tipo de ensayo, de las condiciones de carga de hidrógeno y del material analizado. En el caso de los materiales 20CR y 30CR,

Tabla 4. Índices de Fragilización por Hidrógeno.

Material	Velocidad	IFH(P_y/t^2)	IFH($P_m/(t\cdot d_m)$)	IFH(ε_{qf})	IFH(E_{SP}/t^2)
REF	0.0200	5±6	0±0	12	8±1
	0.0025	10±6	5±0	20	8±3
	0.0010	5±9	3±4	12	0±5
10CR	0.0200	0±10	0±5	0	7±10
	0.0025	0±2	0±5	3	3±4
	0.0010	0±2	0±2	0	0±3
20CR	0.0200	0±5	0±3	4	3±4
	0.0025	6±13	1±5	39	16±7
	0.0010	14±3	1±3	37	15±1
30CR	0.0200	0±6	0±1	48	21±16
	0.0025	1±0	0±-3	77	45±8
	0.0010	5±1	0±7	69	40±6

$v_{crítica}$ estaría por debajo de 0.001 mm/min, si bien las curvas de ajuste indican que la utilización de una velocidad menor tampoco produciría una gran variación del IFH. Estudios realizados por otros autores han observado el mismo efecto de la velocidad en ensayos realizados bajo carga de hidrógeno in situ, tanto con hidrógeno electroquímico [8] como con hidrógeno gas [5]. La velocidad crítica sería aquella para la que el hidrógeno tiene tiempo suficiente para difundir hacia la zona de proceso antes de que se alcance la deformación mecánica que desencadenaría el fallo.

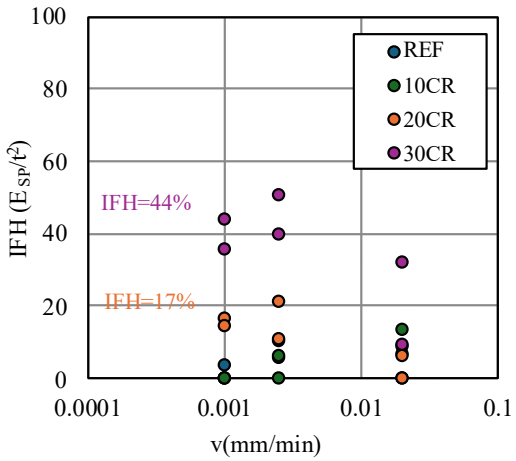


Figura 5. Impacto de la velocidad en la Fragilización por Hidrógeno para el parámetro E_{SP}/t^2.

5. CONCLUSIONES

Tras aplicar el ensayo SPT en el análisis del comportamiento mecánico de un acero superaustenítico sometido a diferentes grados de deformación, tanto en condiciones ambientales normales como tras una precarga de hidrógeno a presión y utilizando diferentes velocidades de ensayo, se han obtenido las siguientes conclusiones:

- El ensayo Small Punch Test (SPT) ha demostrado ser una técnica válida y sensible para estimar las propiedades mecánicas del acero AISI 904L y para evaluar su susceptibilidad a la fragilización por hidrógeno utilizando probetas de reducido espesor.

- La laminación en frío incrementa significativamente el límite elástico y la resistencia última, pero reduce de forma progresiva la tenacidad a fractura, evidenciando el compromiso resistencia–ductilidad.

- El acero en estado recocido (REF) y con un 10% de deformación (10CR) no muestra susceptibilidad apreciable a la fragilización por hidrógeno en las condiciones estudiadas.

- A partir del 20% de reducción (20CR) se detecta fragilización, que se intensifica claramente en el material 30CR, alcanzándose valores máximos de IFH en torno al 40–45%.

- Los parámetros del SPT más sensibles a la presencia de hidrógeno son los asociados a la ductilidad y absorción de energía, siendo E_{SP}/t^2 el indicador más robusto para cuantificar la fragilización.

- La velocidad de ensayo influye de manera determinante en los materiales susceptibles, observándose un comportamiento próximo a la velocidad crítica por debajo de 0.001 mm/min.

-En conjunto, el AISI 904L presenta un comportamiento excelente frente al hidrógeno en estado recocido y tras deformaciones moderadas, pero deformaciones superiores al 20% incrementan de forma apreciable su susceptibilidad a fragilización.

AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen la financiación del Ministerio de Economía, Industria y Competitividad a través de los proyectos PID2021-124768OB-C22 y PID2024-15917OB-C21, incluida la ayuda FPI concedida a Sara Otero (PRE2022-103206). Al Principado de Asturias por la ayuda (SEK-25-GRU-GIC-24-016) y a los Servicios Científico-Técnicos de la Universidad de Oviedo por el acceso al microscopio electrónico de barrido.

REFERENCIAS

[1] Okayasu, M., & Fujiwara, T. (2021). Effects of microstructural characteristics on the hydrogen embrittlement characteristics of austenitic, ferritic, and γ–α duplex stainless steels. *Materials Science & Engineering. A, Structural Materials: Properties, Microstructure and Processing*, *807*(140851), 140851.

[2] Fan et al. (2025). The formation of strain-induced martensite and its influence on hydrogen compatibility of metastable austenitic stainless steels: A state-of knowledge review. *Journal of Science Advanced Materials and Devices*, *10*(1), 100842.

[3] Zhu et al. (2004). Effect of nickel content and milling parameters on martensitic transformation of Fe–Ni during mechanical alloying. *Scripta Materialia*, *51*(6), 527–531.

[4] Duportal et al. (2020). On the estimation of the diffusion coefficient and distribution of hydrogen in stainless steel. *Scripta Materialia*, *186*, 282–286.

[5] Shin et al. (2023). Effect of hydrogen pressure and punch velocity on the hydrogen embrittlement susceptibility of pipeline steels using small punch tests under gaseous hydrogen environments at room temperature. *Metals*, *13*(12), 1939.

[6] Asociación Española de Normalización. (2022). UNE-EN 10371:2022 Materiales metálicos. Método de ensayo miniatura de punzonado.

[7] García et al. (2014). Estimation of the mechanical properties of metallic materials by means of the small punch test. Journal of Alloys and Compounds, 582, 708–717.

[8] Álvarez et al. (2023). Study of the influence of current density and displacement rate on hydrogen embrittlement using small punch tests. *Theoretical and Applied Fracture Mechanics*, *125*(103838), 103838.

ESTUDIO DE LA FRAGILIZACIÓN POR HIDRÓGENO EN UN ACERO X60 A TRAVÉS DE ENSAYOS MODIFICADOS DE DISCO DE RUPTURA

V. Arniella[1*], R. Tamayo[1], I. Montero[2], R. Castejón[3], R. Rodríguez-Aparicio[1], I.I. Cuesta[1], A. Díaz[1], J.M. Alegre[1]

[1]Departamento de Ingeniería Civil, Escuela Politécnica Superior, Universidad de Burgos, Burgos, España
[2]Enagás, Dirección de Servicios Técnicos y Tecnología. Gerencia de Equipos y Materiales. Madrid, España
[3]GPYO Innova. División de Energía e Industria. Madrid, España
* Persona de contacto: varniella@ubu.es

RESUMEN

En este trabajo se analiza la susceptibilidad a la fragilización por hidrógeno del acero X60, en metal base y material soldado, mediante un ensayo de disco de ruptura (DRT) modificado para concentrar la deformación en el centro de la muestra. Se evaluaron cuatro condiciones experimentales: helio como referencia, hidrógeno, e hidrógeno con dos recubrimientos epoxi (SIGMALINE^{TM} 403 HS y TEKNOPOX 3297-00). En el metal base, el hidrógeno redujo significativamente la presión y desplazamiento de ruptura significativamente, alcanzándose índices de fragilización del 34.6% y 67.3% respectivamente. Ambos recubrimientos mitigaron de forma notable estos efectos, reduciendo de esta forma el índice de fragilización considerablemente. En la soldadura, los índices fueron algo menores (30.19% y 56.86%), aunque la pérdida de ductilidad siguió siendo notable. En este caso, los recubrimientos demostraron ser menos eficientes que en el metal base, aunque se encontraron mejoras importantes. El análisis fractográfico confirmó un cambio claro del modo de fractura: dúctil en helio, predominantemente frágil bajo hidrógeno, y transicional en presencia de recubrimientos. En conjunto, los resultados demuestran que los recubrimientos epoxi reducen eficazmente la entrada de hidrógeno y atenúan la fragilización, especialmente en el metal base.

PALABRAS CLAVE: disco de ruptura, fragilización por hidrógeno, recubrimiento epoxi, X60, soldadura

1. INTRODUCCIÓN

La reconversión de las redes existentes de transporte y distribución de gas natural para el transporte de hidrógeno se considera una solución viable a corto y medio plazo para facilitar el desarrollo de una infraestructura energética basada en el hidrógeno. Las estrategias de blending, que consisten en la introducción de mezclas metano-hidrógeno en gasoductos convencionales, permiten la reutilización de activos existentes mientras se avanza hacia sistemas capaces de transportar hidrógeno puro. No obstante, esta transición introduce nuevos desafíos de integridad estructural, siendo la fragilización por hidrógeno (FH) de los aceros uno de los más críticos.

Numerosos estudios han demostrado que incluso concentraciones moderadas de hidrógeno pueden afectar de forma significativa la respuesta mecánica de los aceros para tuberías, provocando reducción de ductilidad y de la resistencia a fractura, y por tanto, fallos prematuros en condiciones de servicio. En este contexto, resulta imprescindible disponer de metodologías experimentales de screening de materiales que permita evaluar de manera fiable la susceptibilidad a la FH bajo estados tensionales representativos de los gasoductos [1].

Los ensayos de tracción a baja velocidad de deformación se han utilizado ampliamente para este propósito [2]. Sin embargo, el ensayo de disco de ruptura (Disc Pressure Test, DPT), normalizado en la ISO 11114-4 (A) [3], se ha consolidado en los últimos tiempos como una herramienta eficaz para evaluar el fallo asistido por hidrógeno, al reproducir estados tensionales biaxiales representativos de tuberías presurizadas, mostrar una elevada sensibilidad a la pérdida de ductilidad inducida por hidrógeno y permitir una evaluación directa de estrategias de mitigación basadas en la reducción del flujo de hidrógeno hacia el acero [4,5].

Además de la selección de materiales, el desarrollo de estrategias de mitigación de la FH es esencial para garantizar una operación segura de redes que transporten hidrógeno. En este sentido, los recubrimientos poliméricos, y en particular los recubrimientos epoxi, están recibiendo una atención creciente, ya que pueden actuar como barrera a la entrada de hidrógeno sin modificar la microestructura del acero. Estudios previos han demostrado que estos recubrimientos pueden retrasar de forma significativa la entrada de hidrógeno, aunque su eficacia depende de la química del recubrimiento, su espesor y las propiedades de la interfaz acero-recubrimiento [6].

El objetivo de este trabajo es evaluar experimentalmente la eficacia de recubrimientos epoxi para mitigar la fragilización por hidrógeno en un acero X60 para tuberías, mediante el uso de ensayos de disco de ruptura modificados.

2. MATERIAL Y METODOLOGÍA

2.1. Material

El material de estudio es un acero X60 proporcionado por la empresa Enagás S.A. En concreto, el material ha sido sustraído de una tubería real que llevaba en servicio 45 años y que pertenecía a la actual red de distribución de gas natural en España, la cuál esta planeado que se reconvierta para blending como estrategia de transición hacia una red basada completamente en hidrógeno. La tubería presenta una soldadura en espiral. En el presente trabajo se estudió tanto el metal base (X60-BM) como la zona soldada (X60-SW). En la tabla 1 se muestra la composición química del acero y sus propiedades mecánicas fundamentales.

Tabla 1. Composición química del acero X60 (% peso) y propiedades mecánicas (límite elástico, resistencia y alargamiento)

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

La microestructura se examinó en un microscopio óptico Leica DMi8-M (Leica Mycrosystems Ltd.) después de preparación metalográfica convencional y ataque con 5% Nital.

2.2. Recubrimientos

Se han estudiado dos recubrimientos epoxi. Por un lado, SIGMALINE™ 403 HS se trata de un recubrimiento que actualmente utiliza la empresa Enagás S.A. en la red de tuberías de gas natural debido a su buena adhesión y propiedades anticorrosión. Por otro lado, TEKNOPOX 3297-00 de la empresa TEKNOS se ha desarrollado expresamente para recubrimiento de tuberías que van a transportar hidrógeno puro y ya ha sido probado en infraestructuras del EUROPIPE [7].

Ambos recubrimientos se componen de una mezcla 80:20 de un componente base y endurecedor, respectivamente. Para favorecer la distribución y homogeneidad de la superficie final tras pintado, se añadió también 9/100mL de disolvente. Para la aplicación se utilizó una pistola airless y las muestras se dejan curar en una campana extractora durante 7 días antes de ser ensayadas. El espesor final del recubrimiento es de 74-80 µm.

2.3. Ensayos de disco de ruptura (DPT)

El ensayo DPT se realizó siguiendo los principios generales de la norma ISO 11114-4 (A) [3], pero utilizando una geometría modificada para promover el fallo en la región de interés. Esta modificación consiste en un rebaje en la zona central del disco como se muestra en la figura 1.

Las muestras tienen un diámetro de 58 mm, un espesor de 3 mm en general y de 0.75 mm en la zona central rebajada, coincidiendo con el espesor que se define en la norma. Antes del ensayo, los discos se limpiaron con acetona en ultrasonidos.

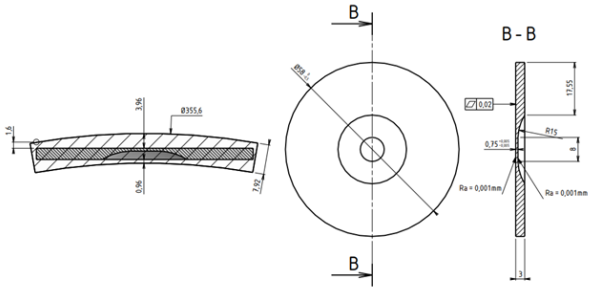


Figura 1. Geometría de los discos de ruptura.

Durante el ensayo se recogió la presión y la deformación en el centro del disco utilizando un sistema de medición Linear Variable Differential Transformer (LVDT) (Figura 2).

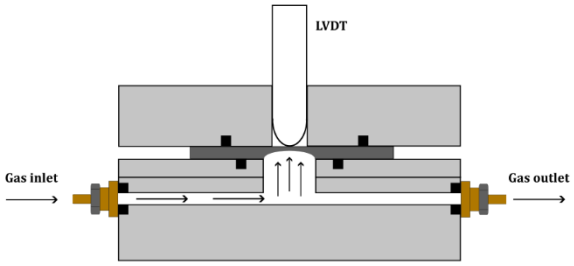


Figura 2. Esquema del utillaje de los ensayos DPT.

Los ensayos, se realizaron sobre dos especificaciones del acero X60: metal base (X60-BM) y zona soldada (X60-SW), dos condiciones diferentes (con y sin recubrimiento), y bajo dos ambientes (helio e hidrógeno). Antes de empezar el ensayo, se realizaron purgas con nitrógeno y se aplicó un vacío para garantizar la ausencia de aire y humedad en la cámara de ensayo. Se aplicó una rampa de presión de 0.1 MPa/min.

Para evaluar la susceptibilidad al hidrógeno del material y el efecto del recubrimiento se calculó el índice de fragilización haciendo uso de la expresión (1):

$$HEI\ [\%] = \frac{X - X_H}{X} \times 100 \qquad (1)$$

3. RESULTADOS

3.1. Microestructura

La figura 3 muestra la microestructura del acero X60- Se puede observar la característica microestructura ferrito-perlítica de estos aceros con los granos de ferrita (fase blanca) y colonias de perlita (fase oscura) orientados en la dirección de la laminación.

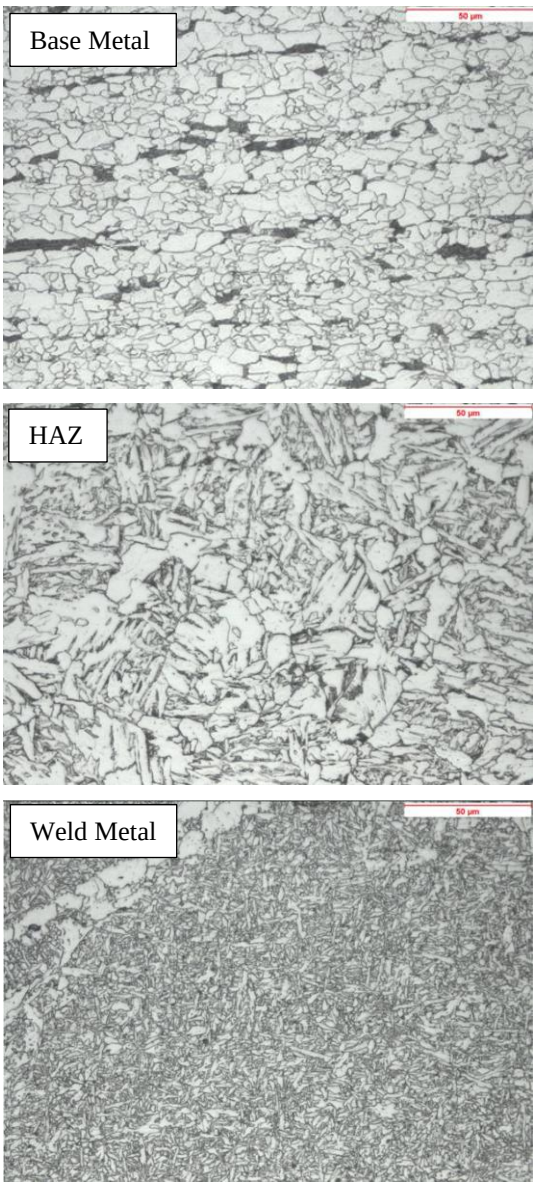


Figura 3. Microestructura del acero X60.

3.2. Ensayos discos de ruptura

3.2.1. Metal base

En la figura 4 se pueden observar los resultados obtenidos para el metal base. Únicamente se presenta una curva por condición para facilitar la lectura de la gráfica. El ensayo en helio alcanzó una presión de rotura de 83.05 MPa y un $LVDT_{max}$ de 5.10 mm. Estos resultados se utilizaron como referencia para cuantificar el efecto del hidrógeno en los ensayos en ambiente.

En todos los casos estudiados, se observó una mayor influencia del hidrógeno en el desplazamiento que en la presión. En los ensayos con recubrimiento, se observó cierta mejoría en el comportamiento del metal ya que los valores observados caen entre aquellos observados en ausencia de hidrógeno y en ambiente de hidrógeno sin recubrimiento (tabla 2).

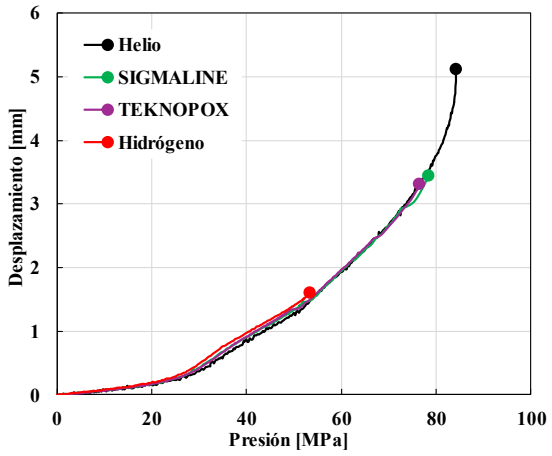


Figura 4. Curvas Desplazamiento-Presión del X60-BM.

El índice de fragilización disminuye de 34.60% (P_{max}) - 67.26% ($LVDT_{max}$) a 7.89%-33.97% y 5.73%-32.24% cuando se aplicaron los recubrimientos TEKNOPOX y SIGMALINE respectivamente.

Tabla 2. Presión y LVDT a rotura del X60-BM con sus respectivos índices de fragilización.

Ambiente	**Coating**	**P_{max} [MPa] (IFH %)**	**$LVDT_{max}$ [mm] (IFH %)**
Helio	---	83.05 ± 0.83	5.10 ± 0.03
Hidrógeno	---	54.31 ± 1.38 (34.60 %)	1.67 ± 0.09 (67.26 %)
	TEKNOPOX	76.50 ± 0.22 (7.89 %)	3.37 ± 0.07 (33.97 %)
	SIGMALINE	78.28 (5.73 %)	3.46 (32.24)

3.2.2. Metal soldado

En la figura 5 se pueden observar los resultados obtenidos para el metal soldado. Al igual que para el metal base, únicamente se representa una curva por condición y el ensayo realizado en helio se toma como referenciar para evaluar la susceptibilidad al hidrógeno y el efecto del recubrimiento.

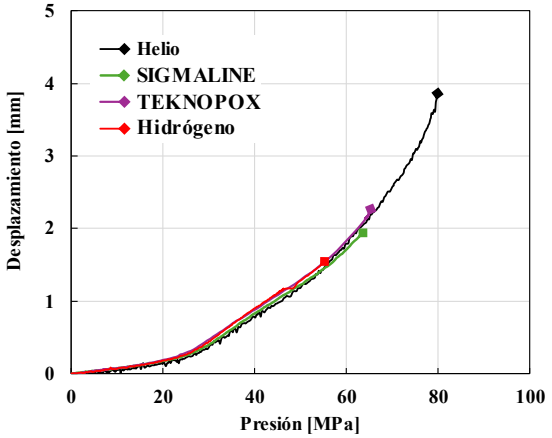


Figura 5. Curvas Desplazamiento-Presión del X60-SW.

En la tabla 3 se puede observar que se obtuvieron índices de fragilización máximos de 30.19% para la P_{max} y 56.86% en $LVDT_{max}$ para la condición sin recubrimiento. De nuevo, el recubrimiento resulta ser beneficioso reduciéndose un 17% y un 45% la presión y el desplazamiento a rotura respectivamente.

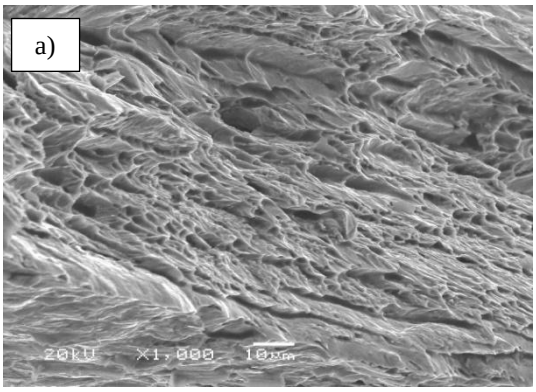
Tabla 3. Presión y LVDT a rotura del X60-SW con sus respectivos índices de fragilización.

Ambiente	**Coating**	**P_{max} [MPa] (IFH %)**	**$LVDT_{max}$ [mm] (IFH %)**
Helio	---	78.36 ± 2.00	3.80 ± 0.08
Hidrógeno	---	54.71 ± 0.83 (30.19 %)	1.64 ± 0.14 (56.86 %)
	TEKNOPOX	68.21 (16.67 %)	2.26 (40.58 %)
	SIGMALINE	64.10 (18.75 %)	1.94 (48.92 %)

3.2.3. Superficies de fractura

En la observación macroscópica se podía observar una fractura abierta en los ensayos realizados en helio y con recubrimiento, mientras que en los ensayos con recubrimiento no. En estos últimos, el fallo ocurrió por fuga del gas a través de una grieta que atravesaba el espesor de la zona rebajada. Para observar la superficie de fractura de esta grieta, se tintaron las muestras calentándolas a 200ºC durante 20 minutos y posteriormente se realizó fatiga. Tanto para el metal base como para el metal soldado, en el ensayo realizado en helio, el mecanismo de fractura observado fue totalmente dúctil caracterizado por la coalescencia de microhuecos (figura 6a)).

Todas las probetas ensayadas en hidrógeno ya sea con o sin recubrimiento dieron lugar a mecanismos de fractura frágiles como se puede observar en el detalle de la figura 6. b) y de forma mas general en la figura 6.c). En ésta última imagen se puede observar también la rotura del recubrimiento y como en ese punto se encuentra una grieta profunda, denotando que ha sido un punto de entrada de hidrógeno principal.



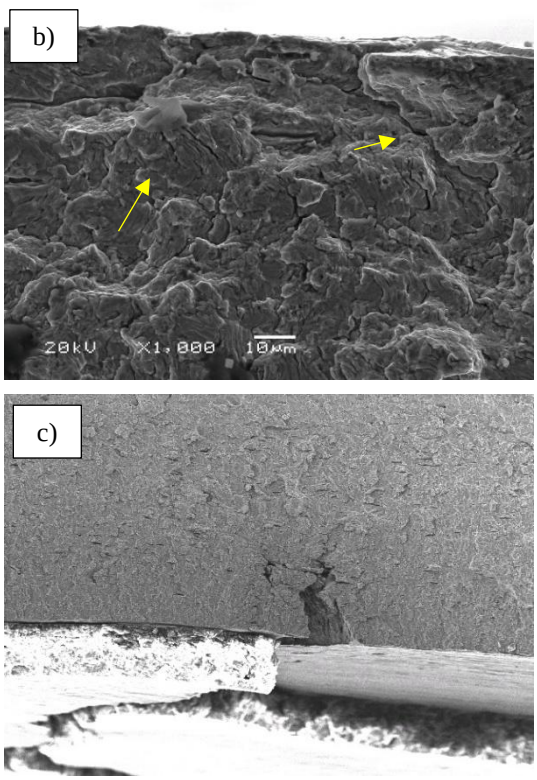


Figura 6. Superficies de fractura del material ensayado en helio (a), hidrógeno sin recubrimiento (b), e hidrógeno con recubrimiento (c).

Por otro lado, en el análisis en el SEM también se encontraron la presencia de grietas en la cara en contacto con el hidrógeno (figura 7).

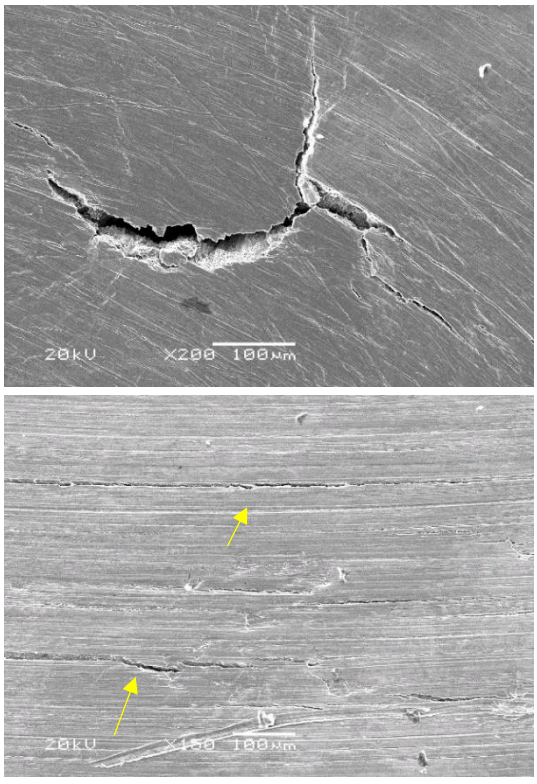


Figura 7. Detalles de grietas en la cara de la probeta en contacto con el hidrógeno durante el ensayo.

4. DISCUSÓN

A pesar de que en los mecanismos de fractura no se encuentra mejoría entre el uso o no de recubrimientos, la medida del espesor final de las probetas post-mortem reforzaron lo observado en las curvas desplazamiento-presión. En la tabla 4 se recogen los espesores medidos.

Tabla 4. Espesores post-mortem en la zona de fallo.

Material	Condición Ensayo	Espesor Post-mortem [µm]
X60-BM	He	284
	H_2 sin coating	650
	H_2 con coating	520
X60-SW	He	220
	H_2 sin coating	657
	H_2 con coating	460

*Para H_2 con coating se toma una media de todos los ensayos con recubrimiento

Es importante recordar que el espesor inicial de la zona rebajada era de 750 µm. Dicho esto, como era de esperar el ensayo realizado en ausencia de hidrógeno da lugar a las mayores estricciones. Sin embargo, en el ensayo con hidrógeno y sin recubrimiento, la estricción es mucho menor ya que el espesor apenas disminuye un 13% denotando una fuerte influencia del hidrógeno. En los ensayos con recubrimiento se vuelve a recuperar cierta ductilidad y la estricción vuelve a aumentar, aunque sin llegar a los valores de los ensayos sin hidrógeno.

Por otro lado, la figura 8 muestra una comparación directa de los índices de fragilización observados para el X60-BM y X60-SW en cuanto a la presión y al desplazamiento en rotura. Se puede observar que el material base exhibe mayor índice de fragilización en el ensayo sin recubrimiento que el material soldado, a pesar de que sus valores de P_{max} y $LVDT_{max}$ observados en las tablas 2 y 3 son prácticamente idénticos. Esta contradicción se puede explicar desde el punto de vista de que en la condición sin hidrógeno el X60-BM exhibe mayor resistencia y ductilidad que el X60-SW. Por ello, la pérdida relativa en condiciones de hidrógeno es proporcionalmente mayor en el metal base, dando lugar a índices de fragilización mayores.

Este hecho resalta un problema metodológico que cuando la condición base (ausencia de hidrógeno) difiere mucho entre materiales, la comparación directa del índice de fragilización carece de sentido y puede ser malinterpretada. Por esta razón, en estos casos sería preferible comparar directamente el comportamiento observado en hidrógeno sin hacer uso del IFH. En este sentido, el comportamiento de ambos materiales en hidrógeno ha sido similar como se ha comentado anteriormente.

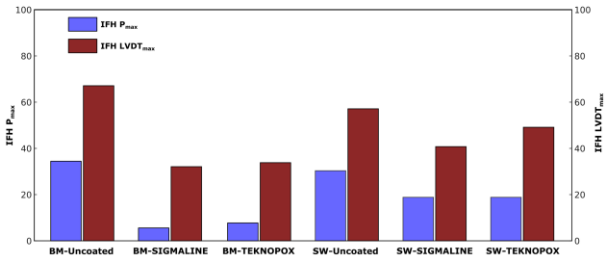


Figura 8. Diagrama de barras del IFH respecto a la presión y desplazamiento a rotura de los materiales base y soldado.

En cuanto al efecto del recubrimiento, la reducción del flujo de hidrógeno y de la difusión del mismo hacia el acero, altera fuertemente las condiciones de fractura. El menor ratio de entrada de hidrógeno retrasa el régimen de fractura dominado por el hidrógeno. Este efecto es mayor en el X60-BM tal y como se observó en los resultados obtenidos y en la figura 8. Al tener una microestructura más homogénea, el hidrógeno se distribuye uniformemente por ella y se requiere, entonces, una mayor concentración efectiva de hidrógeno para desencadenar la fractura asistida por éste. Como resultado el material base se mantiene un mayor tiempo fuera del régimen de fractura gobernado por el hidrógeno, permitiéndole de esta forma acercarse a su capacidad mecánica intrínseca. Sin embargo, en el material soldado, debido a su heterogeneidad y mayor concentración de tensiones residuales requiere una menor concentración para alcanzar el régimen de fractura gobernado por el hidrógeno y por tanto el efecto del recubrimiento es algo menor [8,9].

5. CONCLUSIONES

En este trabajo se ha evaluado la fragilización por hidrógeno de un acero X60, en metal base y zona soldada, mediante ensayos modificados de disco de ruptura, asi como la eficacia de recubrimientos epoxi como estrategia de mitigación. Los resultados obtenidos permiten extraer las siguientes conclusiones:

- El hidrógeno induce una pérdica significativa de la ductilidad en el acero X60, manifestada principalmente en una fuerte reducción del desplazamiento a rotura, siendo este parámetro más sensible que la presión de rotura.

- A pesar de su diferente comportamiento en ausencia de hidrógeno. El comportamiento mecánico bajo hidrógeno es comparable en ambos materiales.

- La aplicación de recubrimientos reduce de forma notable la fragilización por hidrógeno, incrementando tanto la presión como el desplazamiento a rotura al limitar la entrada de hidrógeno en el material.

- El mecanismo de fractura no se vio alterado por la aplicación de recubrimientos, sin embargo, las mediciones post-mortem confirman una recuperación parcial de la ductilidad original del acero.

- La mayor eficacia de los recubrimientos en el metal base se atribuye a la mayor homogeneidad microestructural y la necesidad de una concentración de hidrógeno mayor para desencadenar mecanismos asistidos por hidrógeno.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecer a Enagás por el suministro del material con el que se ha realizado el estudio. También desean agradecer la financiación recibida a la consejería de educación de la Junta de Castilla y León a través del proyecto al fondo FEDER, SAFEH2 con referencia BU-040-P23 y a GPYO a través del proyecto "Aplicación recubrimientos tubería gas para transporte de H2 verde" de I+D+i del ICECYL con referencia 04/23/BU/0013.

REFERENCIAS

[1] Islam A, Alam T, Sheibley N, Edmonson K, Burns D, Hernandez M. Hydrogen blending in natural gas pipelines: A comprehensive review of material compatibility and safety considerations. *International Journal of Hydrogen Energy* (2024) 93:1429–61.

[2] Rahimi S, Verbeken K, Depover T, Proverbio E. Hydrogen embrittlement of pipeline steels under gaseous and electrochemical charging: A comparative review on tensile properties. Engineering Failure Analysis (2025) 167.

[3] ISO 11114 Part 4: Test methods for selecting steels resistant to hydrogen embrittlement. n.d.

[4] Santana LM, Pinto DL, Osipov N, Furtado J, Bourguignon F, Marchais PJ, et al. Study of hydrogen embrittlement in steels using modified pressurized disks. *International Journal of Hydrogen Energy* (2024) 88 498–514.

[5] Thébault F. Hydrogen embrittlement and bulk hydrogen: Environments and testing methodologies. *Engineering Fracture Mechanics* (2025) 325.

[6] Wan H, Min W, Geng L, Li Y, Song D, Chen C. Design a new type of composite coating of functionalized graphene oxide - composite pyrrhotite/ epoxy resin with excellent hydrogen barrier performance. *Corrosion Science* (2025) 256.

[7] Cristello JB, Yang JM, Hugo R, Lee Y, Park SS. Feasibility analysis of blending hydrogen into natural gas networks. *International Journal of Hydrogen Energy* (2023) 48 17605–29.

[8] Fan X, Cheng YF. Hydrogen pipelines and embrittlement in gaseous environments: An up-to-date review. *Appl Energy* (2025) 387.

[9] Hu Q, Cheng YF. Effect of electrochemical hydrogen-charging conditions on nanomechanical properties of X80 pipeline steel. Engineering Failure Analysis (2024) 160 108242.

EXPERIMENTAL METHODOLOGY FOR FATIGUE CRACK GROWTH IN ADDITIVELY MANUFACTURED CYLINDRICAL SPECIMENS

G. L. Goméz Gonzales[1*], F. V. Antunes[2], L. P. Borrego[3], D. M. Neto[2], E. R. Sérgio[2], F. A. Díaz Garrido[1]

[1] Departamento de Ingeniería Mecánica y Minera, Universidad de Jaén
Campus las Lagunillas s/n, 23071, Jaén, España

[2] University of Coimbra, Centre for Mechanical Engineering,
Materials and Processes (CEMMPRE), ARISE, Coimbra, Portugal

[3] Polytechnic University of Coimbra, Coimbra, Portugal
[*] Persona de contacto: glgomez@ujaen.es

RESUMEN

En este trabajo se desarrolla una metodología experimental para analizar el crecimiento de grietas por fatiga en especímenes cilíndricos con una grieta central fabricados mediante manufactura aditiva. La grieta central no presenta vértices, lo que permite un estado de deformación plana constante a lo largo de todo el frente de grieta. Dado que la grieta es interna y no puede observarse ópticamente, su propagación se controló mediante mediciones de rigidez obtenidas con un extensómetro axial. Durante el desarrollo de la metodología se identificaron y abordaron varios desafíos, incluyendo la ausencia de defectos internos, la desalineación de cargas y la falla en la raíz de concordancia. Los resultados finales demuestran la validez de la metodología propuesta.

PALABRAS CLAVE: Propagación de grieta por fatiga, Manufactura aditiva, Grietas internas

ABSTRACT

In this paper, an experimental methodology is developed to analyze fatigue crack growth in cylindrical specimens with a central crack fabricated by additive manufacturing. The central crack has no corner points, enabling a constant plane strain state along the entire crack front. Since the crack is internal and cannot be observed optically, its propagation was controlled through stiffness measurements obtained using an axial extensometer. During the development of the methodology, several challenges were identified and addressed, including the absence of internal defects, load misalignment, and failure at the concordance root. The final results demonstrate the validity of the proposed concept.

KEYWORDS: Fatigue crack propagation, Additive manufacturing, Internal cracks

1. INTRODUCCIÓN

In the context of cyclic loading, the damage tolerance strategy addresses the material efficiency and long-term durability to balance sustainability and weight reduction. This strategy accounts for inherent defects and uses fatigue crack growth (FCG) rates to determine necessary inspection intervals for components under cyclic loading.

The experimental study of FCG is usually made using standard specimens, namely Compact-Tension (CT) or Middle-Tension (MT) specimens [1, 2], which have through-thickness cracks. These cracks have corner points, near-surface regions, and interior regions, which affect the stress state at the crack front in ways that are not yet fully understood. Thin specimens are used to study plane stress propagation [3, 4], while relatively thick specimens ($t \geq 10$ mm) are considered for plane strain studies [5, 6]. Lateral notches can be used to further force the occurrence of plane deformation state [7].

As cyclic plastic deformation is considered the main damage mechanism responsible for FCG in ductile materials, the stress state becomes a critical factor in FCG. While plane strain inhibits plasticity through stress triaxiality, plane stress promotes it. Furthermore, plane stress results in significantly higher levels of plasticity-induced crack closure compared to plane strain [8-11].

The first objective of the proposed methodology is to develop specimens with a central crack, taking advantage of additive manufacturing to produce differentiated geometries. Central cracks have no corner points, providing a unique opportunity to achieve a constant plane strain state along the entire crack front. The crack rapidly adopts a circular shape, avoiding the complexities associated with crack shape changes observed in through-thickness specimens.

The second objective is to perform FCG tests, ensuring the validity of the concept for different materials, and to develop a strategy for quantifying crack length. Measuring the length of the internal crack is challenging. Therefore, this issue is addressed here using compliance measurements and fracture surface marking.

Marking is usually made changing the loading conditions, in order to produce a reflective surface, without affecting significantly fatigue life [12]. Marking has also been done using overloads [13]. After an

overload, the FCG rate has usually a sudden increase followed by a progressive decrease toward the minimum value, and a progressive increase to the pre-overload propagation rate. The effect of overload depends on the material, the geometry, and the loading parameters, namely the overload ratio [14]. Overloads can have a significant impact on fatigue life, so they should be moderate in magnitude when applied for marking purposes.

This paper describes the experimental procedures used for testing. It addresses the technical difficulties encountered during the process and proposes specific solutions to overcome them.

2. THE TEST SPECIMEN

Figure 1 shows the geometry initially proposed for the cylindrical specimen with a central crack, hereafter referred to as the CCC specimen. It consists of a cylindrical testing region with a diameter of 10 mm. Two heads are manufactured at the extremities to allow the application of external loads in the testing machine. An internal defect is intentionally introduced at the center of the specimen, perpendicular to the loading direction. This geometry was made possible by additive manufacturing (laser powder bed fusion). In addition, a second version of the specimen was including a longitudinal channel of 0.75 mm of diameter.

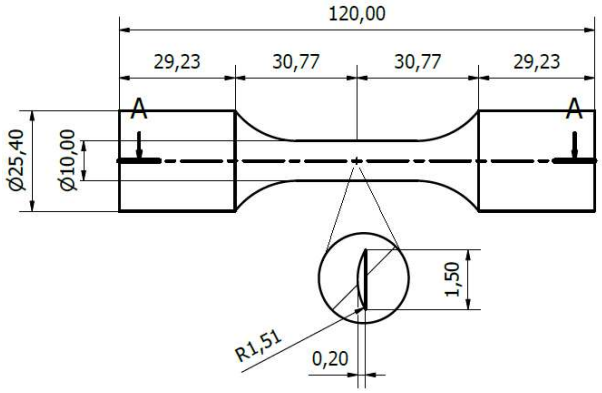


Figure 1. Initial geometry of the CCC specimen.

In the CCC specimen without a longitudinal channel, crack propagation occurs without contact with air, i.e., under nominally vacuum conditions. In the version with a longitudinal channel, it allows air access to the crack front. This modification enables comparative studies under air and vacuum conditions.

Since the crack is internal, optical observation is not possible, and indirect methods are required to measure the crack length. The proposed method is based on compliance changes, which is a standard approach used to quantify crack length in CT specimens [1]. Using the specimen geometry and linear elastic analysis based on numerical simulations, the compliance of the CCC specimen as a function of crack length can be defined as

$$C = \frac{L_0}{E}\left(20.76\lambda^3 - 18.16\lambda^2 + 6.66\lambda + 11.98\right) \quad (1)$$

where E is the Young's modulus, L_0 is the initial length, $\lambda = a/R$, a is the crack radius, and R is the specimen radius. The compliance is then defined as

$$C = \frac{1}{K_s} = \frac{\Delta L}{\Delta F} \quad (2)$$

where ΔL is the change of the specimen's length produced by an increase ΔF of applied load.

The stress intensity factor solution is calculated using literature solutions. Alegre *et al.* [15] calculated the stress intensity factor K using the path-independent J-integral parameter. The stress intensity factor is obtained as follows:

$$K = Y\sigma\sqrt{\pi a} \quad (3)$$

where the remote stress is given by:

$$\sigma = \frac{F}{\pi R^2} \quad (4)$$

The geometric factor is defined by

$$Y = 1.96191\lambda^4 - 1.73421\lambda^3 + 0.75411\lambda^2 - 0.11031\lambda + 0.6424 \quad (5)$$

This solution was defined for $\lambda \leq 0.8$. It applies to CCC specimens both with and without a longitudinal channel, since the surrounding environment is not expected to affect the stress and strain fields at the crack front.

3. EXPERIMENTAL PROCEDURE

The CCC specimens were tested using an MTS testing machine with a maximum load capacity of 100 kN. For stiffness readings, an axial extensometer (MTS 634.11F-2x) with a gauge length of 20 mm was mounted in the axial direction at the midsection of the specimen, as shown in Figure 2. This device measures the specimen elongation, ΔL, during testing, while the applied load, ΔF, is measured directly by the load cell attached to the testing frame. Stiffness data during testing were acquired in real time using a custom-made program developed in LabVIEW for data acquisition and storage. The slope of the load–displacement curve during a single loading cycle corresponds to the specimen stiffness, i.e., the inverse of the compliance (see Equation 2). All specimens were tested under tension–tension fatigue conditions in load-control mode at a cyclic frequency of 10 Hz.

As previously mentioned, the second objective of this study is to establish a strategy for obtaining fatigue crack growth (FCG) results using CCC specimens. However, several challenges were encountered during testing, which required adjustments to the experimental methodology.

Figure 2. Experimental setup

3.1. Absence of internal defect

The first CCC specimens tested were fabricated with and without a longitudinal channel using the AlSi10Mn aluminum alloy. Figure 1 illustrates the geometry of the CCC specimen, which includes a central defect with a thickness of only 0.2 mm. The specimens were manufactured using a laser power of 400 W, a scanning speed of 1650 mm/s, and a layer thickness of 50 µm. All specimens were produced under an argon inert atmosphere.

The CCC specimen without a longitudinal channel was tested first. However, no significant changes in compliance were observed, even after nearly one million load cycles. Optical inspection revealed a crack initiation at the fillet–gauge length interface in the upper grip region, leading to invalid tests due to failure outside the gauge length. Repeating the test produced similar results. Subsequent analysis of the sliced gauge section confirmed the absence of the intended internal defect, indicating that it was eliminated during the manufacturing process.

A new specimen geometry with an enlarged internal defect was designed to avoid defect elimination during manufacturing. Figure 3 shows the geometry of a CCC specimen with a longitudinal channel, including a defect with a thickness of 2.08 mm and a diameter of 3 mm. These specimens served as the basis for new tests and were produced using the same manufacturing parameters as the previous specimens.

3.2. Misalignment of the grips

The second CCC geometry with a larger defect was tested with a maximum load of 7031 N and a load ratio of 0.05. Under these loading conditions, a decreasing trend in stiffness values was reported after 870,000 cycles. However, no further significant changes in compliance values were observed thereafter. The load values were subsequently increased, resulting in final failure after a further 162,583 cycles. Inspection of the fracture surface confirming that increasing the defect size prevented its elimination during manufacturing. Moreover, as shown in Figure 4, the fracture surface exhibited distinct regions. Crack growth initially occurred symmetrically, followed by a region of non-symmetrical crack propagation, and finally culminating in unstable fracture. The non-symmetrical crack propagation suggested possible grip misalignment, which was addressed by verifying grip alignment using strain gauges. The analysis revealed a slight misalignment of approximately 0.8 mm, demonstrating that the CCC specimen design makes misalignment immediately detectable.

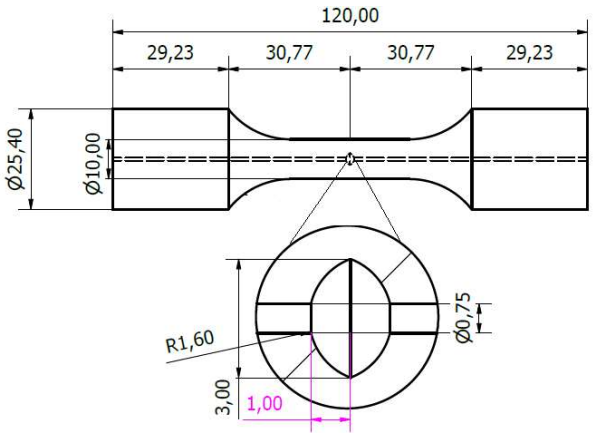


Figure 3. New geometry of the CCC specimen

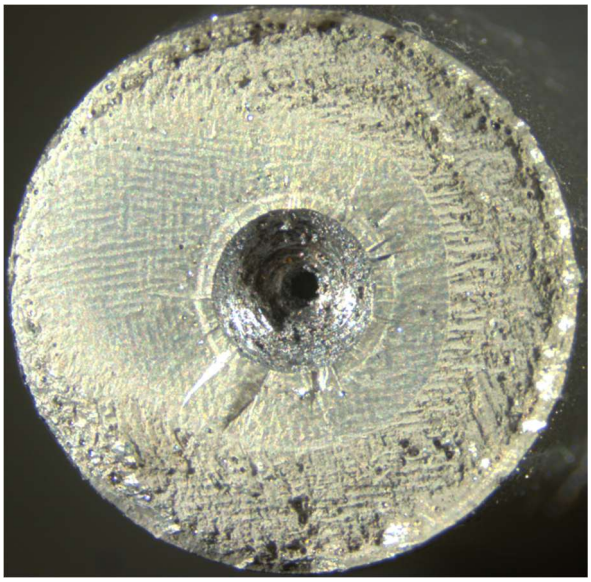


Figure 4. Fracture surfaces showing load misalignment problems

3.3. Failure at the root of concordance

New CCC specimens were made of 18Ni300 maraging steel fabricated via Laser Powder Bed Fusion (LPBF) using a Renishaw AM400 system in an argon atmosphere.

Specimens were built vertically on a building platform preheated to 150 °C. The laser operated at a power of 400 W and a beam diameter of 0.04 mm. The process

parameters included a hatch spacing of 95 μm, scanning speed of 1800 mm/s, layer thickness of 40 μm, incremental rotation angle of 67° and 25% overlap.

To prevent grip misalignment, alignment was verified using strain gauge measurements. Unexpectedly, crack propagation initiated at the root of the specimen heads rather than the central defect, likely due to stress concentrations and surface or internal defects. Finite element analysis confirmed that the maximum stress should occur at the central notch, indicating that fabrication defects were responsible for premature initiation.

To address this, the specimen geometry was modified to increase the concordance radius, the head surfaces were polished, and fabrication quality was improved.

4. RESULTS

Specimens made of 18Ni300 maraging steel with the modified geometry were tested under the loading conditions listed in Table 1. Two overload conditions, corresponding to 25% and 50% of the maximum load, were applied between load blocks to create distinct surface marks.

Tabla 1. Loading history applied to the specimen.

Load conditions	Minimum load (N)	Maximum load (N)
Block 1	950	19000
25% overload	950	23750
Block 2	760	15200
50% overload	760	22800
Block 3	608	12160

Fatigue testing of two specimens with a longitudinal channel was successful, with failure occurring in the reduced section. This confirms that the design modifications mitigated stress concentrations at the root of the heads. Fracture surfaces of both specimens are shown in Fig. 5, showing cracks propagating perpendicularly to the loading direction (mode I). In addition, the two surface marks from the applied overloads were clearly visible and aligned with the crack propagation direction, validating the loading history.

Load–displacement curves obtained with the axial extensometer showed well-defined straight lines for the as-built specimen and after 26,500 cycles. Stiffness decreased with increasing load cycles, reflecting crack growth. Despite scatter in the measurements, regression provided a clear trend, and compliance increased with fatigue cycles. Tables 5 and 6 present cycle counts, and normalized stiffness values, confirming consistent trends across both specimens.

Figures 6 and 7 show crack length versus the number of load cycles for both specimens with crack length values calculated from compliance values (Eq. 1). It can be observed that crack length values increase with cycles, although variations in its evolution are related to overload effects. The second overload produced a noticeable delay in propagation.

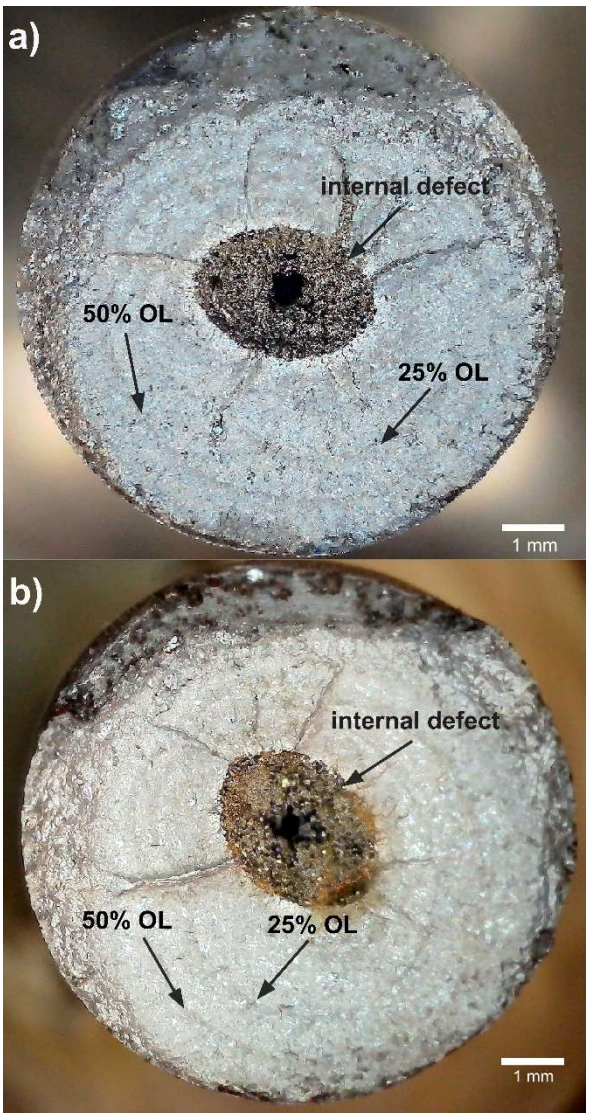


Figure 5. Fracture surfaces for CCC specimen with a longitudinal channel. (a) Specimen #01 (b) Specimen #02.

Initially, a large number of cycles was required for crack initiation and, consequently, for the detection of a significant reduction in stiffness readings. The increase in the stiffness reduction rates indicates crack propagation. When normalized stiffness reached ~0.96, a 25% overload cycle was applied, followed by a 20% reduction in loading, causing a temporary reduction in the crack growth rate. A similar response occurred at ~0.90 normalized stiffness with the 50% overload cycle. In both cases, stiffness values continued to decrease steadily until final failure.

Both specimens exhibited very similar trends, reflecting comparable loading conditions. Future work will include

more measurement points to determine da/dN–ΔK curves.

Tabla 2. Fatigue crack growth results for the CCC specimen #01.

Load conditions	Number of cycles	Normalized stiffness
Block 1	0	1.000
	93990	0.995
	123638	0.987
	136256	0.961
25% overload		
Block 2	0	0.961
	16100	0.924
	19519	0.898
50% overload		
Block 3	0	0.898
	18900	0.867
	23876	0.784
	181219	Failure

Tabla 3. Fatigue crack growth results for the CCC specimen #02.

Load conditions	Number of cycles	Normalized stiffness
Block 1	0	1.000
	107000	0.995
	140000	0.987
	154430	0.963
25% overload		
Block 2	0	0.963
	19500	0.925
	23414	0.902
50% overload		
Block 3	0	0.900
	22000	0.870
	26500	0.786
	207127	Failure

5. CONCLUSION

The CCC specimen features a central-crack geometry, making it particularly suitable for studying fatigue crack growth under plane strain conditions. This paper addresses both the validation of the concept and the development of a complete experimental setup. The main recommendations for achieving controlled crack propagation and reliable FCG results are:

- The initial defect size in the CAD model should be sufficiently large to prevents its elimination during the melting process.

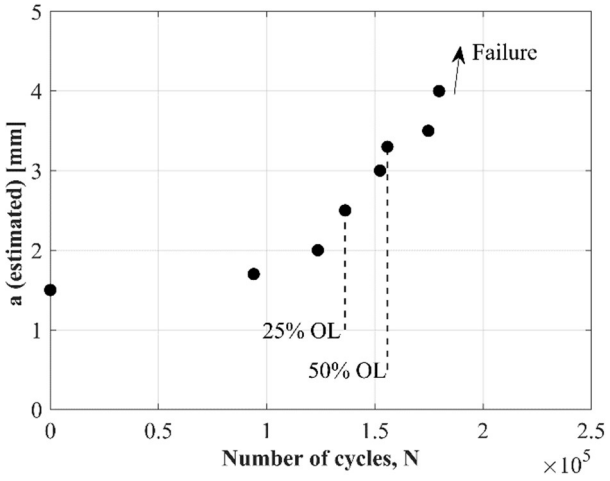


Figure 6. Crack length versus number of load cycles for CCC specimen #01

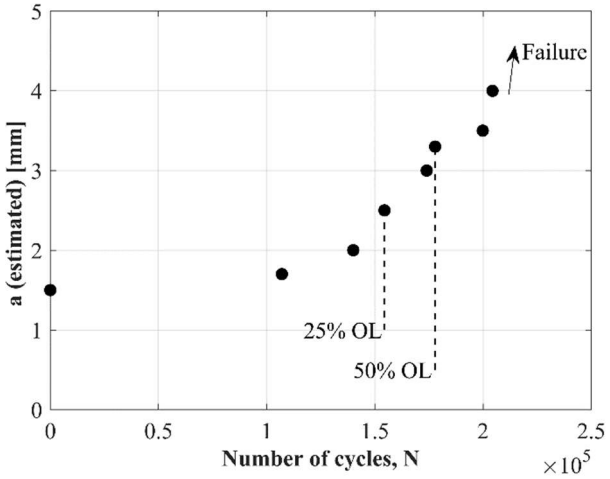


Figure 7. Crack length versus number of load cycles for CCC specimen #02

- Porosity in CCC specimens should be minimized to reduce undesired crack initiation, requiring optimized additive manufacturing parameters that prioritize quality over production rate to ensure sharp central defects and controlled crack initiation.
- The specimen surface, especially at the head roots, should be polished to reduce unintended crack initiation.
- The observed decrease in stiffness during crack propagation confirms the validity of this method for indirectly measuring crack length.
- The CCC specimen and the associated testing strategy will be employed in future studies to investigate various aspects of FCG, including the effects of variable amplitude loading and environmental factors.

ACKNOWLEDGEMENTS

The authors gratefully acknowledge the financial support provided by the Universidad de Jaén through its Plan Operativo de Apoyo a la Investigación (POAIUJA). The authors also gratefully acknowledge the financial support through the Portuguese Foundation of Science and Technology (FCT) under the projects UIDB/00285/2020 and LA/P/0112/2020. Edmundo Sérgio is also grateful to the FCT for the PhD grant with reference 2022.11438.BD. This research was further supported by the FACI-2023-MPR-04-014323 project, funded through European Funds and facilitated by Agência Nacional de Inovação (ANI) under the Eureka Smart Label S0612-BRACER. Additional funding was provided by the MATEL project, reference COMPETE2030-FEDER-00587200, supported by European Funds under Portugal 2030, Compete2030, and FEDER.

REFERENCIAS

[1] ASTM E647, Standard test method for measurement of fatigue crack growth rates. *Annual Book of ASTM Standards* 3 (2000).

[2] ISO 12108, Metallic materials – fatigue testing – fatigue crack growth method. Geneva: International Organization for Standardization (ISO) (2012)

[3] H. R. Shercliff, N. A. Fleck, Effect of specimen geometry on fatigue crack growth in plane strain – II overload response. *Fatigue Fract Engng Mater Struct* 13, 3 (1990):297–310.

[4] Ch. Bichler, R. Pippan, Effect of single overloads in ductile metals: a reconsideration. *Engng Fract Mech* 74 (2007):1344–1359.

[5] S. Daneshpour S, M. Koçak, S. Langlade, M. Horstmann, Effect of overload on fatigue crack retardation of aerospace Alalloy laser welds using crack-tip plasticity analysis. *Int J Fatigue* 31 (2009):1603–1612.

[6] S. Zheng, Q. Yu, Z. Gao, Y. Jiang, Loading history effect on fatigue crack growth of extruded AZ31B mgnesium alloy. *Engng Fract Mech* 114 (2013):42–54.

[7] R. Branco, J. M. Silva, V. Infante, F. V. Antunes, F. Ferreira, Using a standard specimen for crack propagation under plane strain conditions. *Int J Struct Integrity* 1, 4 (2010):332–343.

[8] H. L. Ewalds, R. T. Furnée, Crack closure measurements along the crack front in center cracked specimens. *Int J Fract* 14 (1978):R53–R55.

[9] S. Matsuoka, K, Tanaka, The influence of sheet thickness on delayed retardation phenomena in fatigue crack growth in HT80 steel and A5083 aluminium alloy. *Eng Fract Mech* 13 (1980):293–306.

[10] S. K. Ray, A. F. Grandt, Comparison of methods for measuring fatigue crack closure in a thick specimen. *Mechanics of Fatigue Crack Closure* 982 (1988): 197.

[11] L-W. Wei, M. N. James, A study of fatigue crack closure in polycarbonate CT specimens. *Engng Fracture Mech* 66 (2000):223–242.

[12] M. McDonald, R. Boykett, M. Jones, Quantitative fractography markers for determining fatigue crack growth rates in aluminium and titanium aircraft structures. 28th Congress of the International Council of the Aeronautical Sciences, ICAS. Vol. 6. 2012.

[13] J. Schijve, The significance of fractography for investigations of fatigue crack growth under variable-amplitude loading. *Fatigue Fract Eng Mater Struct* 22 (1999):87–99.

[14] L. P. Borrego, J. M. Ferreira, J. M. da Pinho Cruz, J. M. Costa, Evaluation of overload effects on fatigue crack growth and closure. *Eng Fract Mech* 70 (2003):1379–1397.

[15] J. M. Alegre, I. I. Cuesta, A. Díaz, Stress-intensity factor solutions for embedded elliptical cracks in round bars subjected to tensile load. *Theor Appl Fract Mech* 117 (2022):103189.

ESTUDIO DE LA TENACIDAD A FRACTURA EN LAMINADOS SMC DE FIBRA CORTA A DIFERENTES VELOCIDADES DE DEFORMACIÓN MEDIANTE RADIOGRAFÍA IN-SITU DE RAYOS X

A. Cimadevilla[a], J.M. Rodríguez-Sereno[a], J. Pernas Sánchez[a], J.A. Artero-Guerrero[a], F. Naya[a], A. Vaz-Romero[a], B. Lukic[b,c], J. Berthe[d], G. Ganzenmüller[e], J. Pheysey[f], Francisca Martinez-Hergueta[f]
2

[a]Dept of Continuum Mechanics and Structural Analysis, University Carlos III of Madrid, Av. de la Universidad, 30, 28911, Leganés, Madrid, Spain
[b]ESRF—The European Synchrotron, CS40220, CEDEX 09, 38043, Grenoble, France
[c]Henry Royce Institute, Department of Materials, University of Manchester, United Kingdom
[d]DMAS, ONERA, F-59014, Lille, France
[e]Albert-Ludwigs-Universität-Freiburg, Sustainable-Systems-Engineering, INATECH, Emmy-Noether-Str.2, 79110, Freiburg, Germany
[f] School of Engineering, Institute of Infrastructure and Environment, The University of Edinburgh, William Rankine Building, EH9 3FG, Edinburgh, Scotland, United Kingdom

[*] Persona de contacto: jpernas@ing.uc3m.es

RESUMEN

Este estudio investiga la tenacidad de fractura, la propagación de grietas y la evolución del daño en compuestos moldeados en lámina reforzados con fibras cortas (SMCs de sus siglas en ingles Sheet Moulding Compound) mediante técnicas avanzadas de imagen. Se han realizado ensayos experimentales de Compact Tension (CT) en SMCs reforzados con fibra de carbono, vidrio e híbridos, utilizando radiografia de rayos X in-situ en el European Synchrotron Radiation Facilities (ESRF) para estudiar la evolución de la fractura durante el ensayo. Los ensayos se realizaron a diferentes velocidades de deformación: cuasi-estáticas (QS), intermedias (IR) y de alta velocidad (HR), empleando una máquina universal de ensayos y un sistema de barras Hopkinson (SHTB) para condiciones dinámicas.

PALABRAS CLAVE: Materiales compuestos de fibra corta (SMC (Sheet Moulding Compound)),Tenacidad de fractura, Split Hopkinson Pressure Bar

ABSTRACT

This study investigates fracture toughness, crack propagation, and damage evolution in short-fiber reinforced Sheet Moulding Compounds (SMCs) using advanced imaging techniques. Experimental Compact Tension (CT) tests were conducted on carbon-fiber, glass-fiber, and hybrid-reinforced SMCs, utilizing in-situ X-ray radiography at the European Synchrotron Radiation Facility (ESRF) to monitor fracture evolution during testing. The experiments were performed across a range of strain rates: quasi-static (QS), intermediate (IR), and high-rate (HR), employing a universal testing machine and a Split Hopkinson Tension Bar (SHTB) system for dynamic conditions.

KEYWORDS: SMC (Sheet Moulding Compound), Fracture toughness, Split Hopkinson Pressure Bar

1. INTRODUCCIÓN

El uso de laminados compuestos en la industria aeroespacial y del transporte ha crecido exponencialmente, superando el 50% del peso total en aeronaves modernas como el Airbus A321XLR, debido a su excelente relación resistencia-peso y flexibilidad de diseño. En este contexto, los compuestos de moldeo en lámina (SMC) de fibras cortas surgen como una alternativa viable a los laminados tradicionales, permitiendo la fabricación de estructuras complejas con fracciones de volumen de fibra de hasta el 60%. La hibridación, combinando la rigidez del carbono con la ductilidad y capacidad de absorción de energía del vidrio, se presenta como una estrategia clave para optimizar el rendimiento mecánico y el coste.

Existen diversos estudios sobre la rigidez y resistencia de los SMC de carbono, vidrio e híbridos bajo cargas cuasi-estáticas (QS) y dinámicas, pero el estudio de su tenacidad de fractura es limitado o inexistente. Comprender la evolución de la energía de fractura y el crecimiento de grietas es crítico para identificar los mecanismos de fallo en aplicaciones estructurales. Existen diferentes tecnicas para el estudio de la tenacidad de fracture en condiciones dinámicas, como el ensayo de Double Edge Notched Tension (DENT) o el ensayo de Compact Tension (CT), esta última metodología destaca por su capacidad de proporcionar una propagación de grieta estable en Modo I, permitiendo caracterizar la ley de ablandamiento o ley cohesiva del material.

Sin embargo, la monitorización o determinación precisa del crecimiento de la grieta en estos materiales

heterogéneos representa un desafío. Aunque técnicas como la micro-tomografía computarizada han aportado información valiosa, carecen de la resolución temporal necesaria para capturar la progresión del daño en tiempo real. Este trabajo aborda dicha brecha mediante el uso de radiografía de rayos X in-situ en el Sincotron Europeo ESRF, permitiendo una observación detallada y en tiempo real de los mecanismos de liberación de energía y evolución del daño internos, fundamentales para el desarrollo de componentes estructurales robustos en sectores críticos.

2. MATERIALES Y MÉTODOS

Este trabajo da continuidad al estudio de James et al. [1,2] sobre impacto a baja velocidad, empleando los mismos tres materiales compuestos (SMC) de matriz de viniléster termoestable y fibras discontinuas de unos 25 mm de largo, suministrados por ASTAR S.A.:

- SMC de Carbono: Con una fracción de volumen de fibra del 57.5%, orientado a aplicaciones de alta rigidez y capacidad de carga.
- SMC de Vidrio: Con un del 60%, seleccionado para maximizar la ductilidad, tolerancia al daño y absorción de energía.
- SMC Híbrido: Configurado mediante un laminado alterno [vidrio/carbono/vidrio/carbono/vidrio].

Las placas se fabricaron mediante moldeo por compresión a 180°C (durante 40-70 s), obteniéndose láminas con un espesor de 4 mm aproximadamente. La geometría de las probetas tipo Compact Tension (CT) para cada material se detalla en la Figura 1

.

Figura 1. Ejemplo de especímenes ensayados con la geometría de compact tension.

La Figura 2 detalla el montaje en la Máquina Universal de Ensayos (UTM). Este sistema compacto (<1 m, 5 kg) emplea un motor paso a paso con engranajes planetarios para accionar dos bloques móviles en direcciones opuestas, permitiendo una carga simétrica con una capacidad máxima de 10 kN [3].Los bloques se desplazan sobre raíles lineales equipados con finales de carrera para garantizar estabilidad y seguridad. El control del desplazamiento se gestiona mediante el software Arduino IDE desde la sala de control, operando a una velocidad de 3 mm/min por bloque para alcanzar velocidades de deformación cuasi-estáticas (10^{-2} 1/s). La probeta CT se fija mediante pernos de acero a dos brazos conectados a los bloques móviles [4], asegurando un agarre preciso. Un sensor de fuerza registra los datos de carga de forma continua, generando las curvas de fuerza-desplazamiento necesarias para el análisis del comportamiento mecánico. Para la realización de los ensayos dinámicos se emplearon los mismos útiles dispuestos en un dispositivo de barra hopkinson.

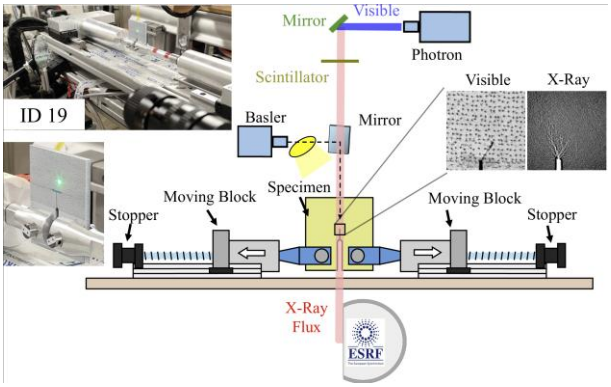


Figura 2. Esquema de la instalación para la realización de ensayos de tracción en régimen cuasisestático e intermedio

3. RESULTADOS

La metodología, que combinó radiografías in-situ de rayos X, termografía, imágenes de luz visible y tomografía 3D, permitió monitorizar en tiempo real el crecimiento de grietas, daño y efectos térmicos durante la fractura. Los SMCs de carbono mostraron alta rigidez y resistencia, los de vidrio mayor ductilidad, y los híbridos combinaron ambas propiedades logrando una sinergia entre resistencia y ductilidad (ver Figura 3). La tenacidad a fractura fue independiente de la velocidad de deformación en SMCs de carbono, pero presenta una dependencia en los de vidrio, con un rendimiento superior bajo condiciones dinámicas. Los SMC híbridos mostraron un comportamiento intermedio, destacando como una solución estructural ideal por su versatilidad y adaptabilidad a eventos de fractura en diversas velocidades de deformación. Estos resultados concuerdan con estudios previos de resistencia y tolerancia ante impacto realizados con laminados SMCs de fibra corta. Estos hallazgos destacan el potencial de los SMCs híbridos para aplicaciones estructurales exigentes, al ofrecer una combinación única de rigidez, capacidad de disipación de energía y adaptabilidad a diversas velocidades de deformación con un bajo coste económico. Esta combinación sinérgica los posiciona como una solución ideal, versátil en entornos propensos a eventos de fractura.

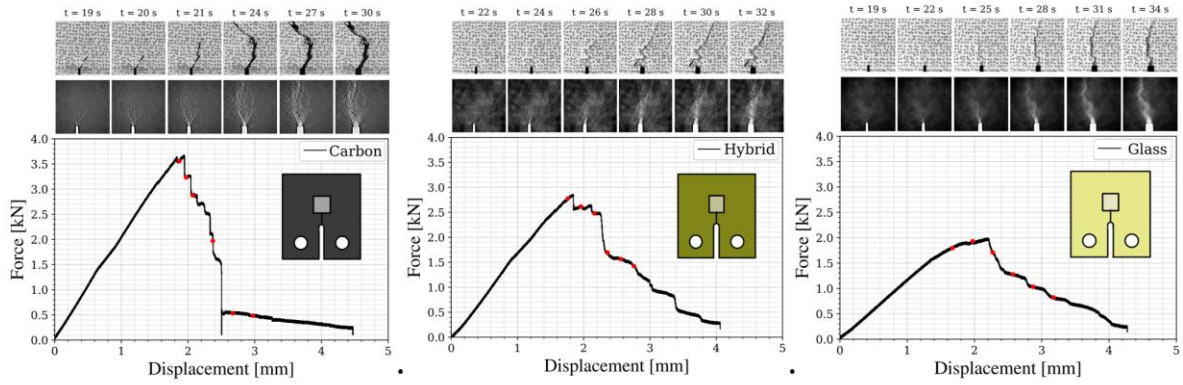


Figura 3: Resultados de los ensayos de Compact Tension en régimen cuasi-estático para los 3 tipos de laminado de fibra corta (carbono, vidrio e híbrido) combinando imágenes rayos X y de luz visible.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecer al **ESRF** (Grenoble, Francia) por la concesión de tiempo de haz y la asistencia técnica bajo la propuesta de tiempo de haz **MA-1716 (Shock BAG)**. B.L. agradece la financiación del **EPSRC** (EP/W003333/1). La investigación que ha dado lugar a los desarrollos descritos ha sido financiada en el marco de los proyectos del **Vicerrectorado de Política Científica** de la **Universidad Carlos III de Madrid** (España): 2013/00413/004, 2020/00123/001, 2023/00264/001, 2023/00409/001 y 2022/00094/001.

REFERENCIAS

[1] J. Pheysey, R. D. Cuvillo, F. Martinez-Hergueta, Low-velocity impact response of hybrid sheet moulding compound composite laminates, Composites Part A (2025). doi:10.1016/j.compositesa.2024.108527.

[2] J. Pheysey, N. Mazancova, F. D. Cola, D. G. Cava, F. Martinez-Hergueta, Experimental study on the vibrational response and damping of short fibre/unidirectional peek hybrid composites, Composite Structures 343 (2024) doi:10.1016/j.compstruct.2024.118264.258

[3] P. Jakkula, A. Cohen, B. Luki´c, D. Levi-Hevroni, A. Rack, G. Ganzenmüller, S. Hiermaier, Split hopkinson tension bar and universal testing machine forhigh-speed x-ray imaging of materials under tension, Instruments 6 (2022). doi:10.3390/instruments6030038

[4] . C. Ganzenmüller, T. Langhof, S. Hiermaier, A constant acoustic impedance mount for sheet-type specimens in the tensile split-hopkinson bar, EPJ Web of Conferencess 183 (2018). doi:10.1051/epjconf/201818302064.585

ANÁLISIS DE FATIGA Y FRACTURA DE TITANIO CONVENCIONAL Y PRODUCIDO MEDIANTE FABRICACIÓN ADITIVA.

D. Erena, A. Vilches-Solís, C. Navarro*, J. Vázquez

ETSI, Departamento de Ingeniería Mecánica y Fabricación,
Universidad de Sevilla,
Camino de los descubrimientos, 41092 Sevilla, España
* Persona de contacto: cnp@us.es

RESUMEN

Este trabajo analiza la resistencia a la fatiga de la aleación Ti-6Al-4V comparando métodos de fabricación convencional y aditiva. El estudio evalúa tres condiciones: material convencional, aditivo en estado *as-built* y aditivo con posterior mecanizado para mejorar el acabado superficial. Tras la obtención de las curvas de fatiga se realizó una caracterización de las superficies de fractura mediante microscopía electrónica de barrido para identificar los sitios de nucleación y posterior propagación, obteniendo además imágenes de las estrías de crecimiento. Mediante un método analítico-experimental, se estimó la ley de crecimiento de grieta para cada una de las tres condiciones. Los resultados preliminares muestran que las piezas de fabricación aditiva mecanizadas presentan un comportamiento a fatiga significativamente superior a las *as-built*, aproximándose a las propiedades del material convencional. Esto confirma que la eliminación de la rugosidad superficial es un factor crítico para garantizar la integridad estructural de componentes fabricados por fabricación aditiva

PALABRAS CLAVE: Fatiga, Fractura, Ti6Al4V, Fabricación aditiva

ABSTRACT

This paper analyzes the fatigue strength of the Ti-6Al-4V alloy comparing conventional and additive manufacturing methods. The study evaluates three conditions: conventional material, additive in as-built state and additive with subsequent machining to improve the surface finish. After obtaining the fatigue curves, a characterization of the fracture surfaces was carried out by scanning electron microscopy to identify the sites of nucleation and subsequent propagation, also obtaining images of the growth striations. Using an analytical-experimental method, the crack growth law was estimated for each of the three conditions. The preliminary results show that machined additive manufacturing parts have a significantly higher fatigue behavior than as-built ones, approaching the properties of conventional material. This confirms that the elimination of surface roughness is a critical factor in ensuring the structural integrity of components manufactured by additive manufacturing.

KEYWORDS: Fatigue, Frature, Ti6Al4V, Additive manufacturing,

1. INTRODUCCIÓN

La aleación de titanio Ti6Al4V es un material con una buena relación resistencia-peso, por lo que tiene una alta aplicabilidad en la industria, especialmente en la aeronáutica. En los últimos años, la fabricación aditiva (AM por sus siglas en inglés), específicamente el método Laser Powder Bed Fusion (LPBF), permite la obtención de geometrías complejas mediante la fusión selectiva de capas de polvo metálico mediante un modelo digital, optimizando el uso de material y reduciendo los tiempos de comercialización. Esta técnica ha evolucionado de ser usada para prototipos a una tecnología de fabricación final, como se puede ver en Zhou et al., 2024 [1]. Dentro de los materiales metálicos procesados mediante AM, las aleaciones de Ti y en particular Ti6Al4V, han despertado un gran interés en sectores como el aeroespacial, biomédico y energético [1]. A pesar de las ventajas que ofrece la AM, en estructuras críticas continúa estando limitada por su comportamiento a fatiga. Estudios recientes como el citado anteriormente han puesto de manifiesto que el comportamiento a fatiga presenta mayor dispersión y, en muchos casos, una resistencia inferior en comparación con materiales obtenidos mediante procesos convencionales.

El principal factor limitante de la vida a fatiga de piezas fabricadas por AM es la presencia de defectos y su elevada rugosidad superficial. En el estado *as-built,* o tal como salen de la bancada de fabricación, su acabado superficial irregular actúa como concentradores de tensiones que aceleran la nucleación de grietas, tal como concluyó Cao et al., 2018 [2]. Para mitigar este efecto, una de las estrategias a seguir es fabricar las piezas con creces, es decir, se fabrican las piezas con un exceso de material el cual será eliminado mediante un mecanizado. Con este procedimiento no solo mejora el acabado superficial, sino que se eliminan zonas con posibles tensiones residuales, con lo que se obtiene un comportamiento mecánico próximo a las piezas fabricadas por medios convencionales.

A pesar de los avances logrados mediante los distintos tratamientos de postproceso, resulta necesario cuantificar en qué medida el postproceso de fabricación influye en

la mejora del comportamiento de vida a fatiga de las piezas fabricadas por AM y posteriormente mecanizadas.

En este contexto, el presente trabajo analiza la resistencia a fatiga del Ti6Al4V en tres condiciones distintas: convencional (CONV), AM con creces y posterior mecanizado (FSCC) y AM *as-built* (FSSB). Asimismo, se incluye un análisis microestructural mediante microscopía electrónica de barrido (SEM de sus siglas en inglés Scaning Electron Microscope) con el objetivo de estudiar los mecanismos de fallo en las etapas de nucleación y propagación.

Esto permite no solo identificar la naturaleza y posición de los defectos críticos, sino también obtener mediante un método analítico-experimental la ley de crecimiento de grietas mediante la medida directa de las estrías de fatiga.

2. MATERIAL Y ESPECÍMENES

2.1. Material base y proceso de fabricación.

La aleación utilizada para AM es la Ti64-53/20 de TEKNA, desarrollada específicamente para procesos de fabricación aditiva. Los especímenes convencionales se han fabricado mediante forja y posterior mecanizado. Por otro lado, en las probetas fabricadas mediante la tecnología de fabricación aditiva se ha usado el método de LPBD y recibiendo un chorreado de arena (SB de sus siglas en inglés) al finalizar la fabricación para eliminar los restos de polvo que puede quedar en la plataforma de fabricación. Finalmente, a estas probetas se les aplica un recocido por encima de 900º para homogeneizar la microestructura, con el objetivo de aliviar las posibles tensiones residuales.

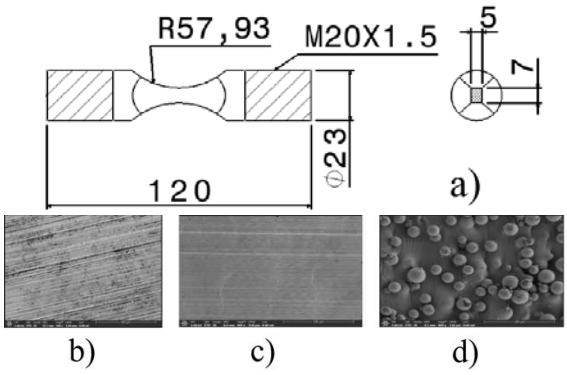


Figura 1. Especímenes utilizados: a) dimensiones probeta , b) convencional, c) AM mecanizada, d) AM (as-built).

2.2. Probetas

En la realización de este estudio los tres grupos diferentes de probetas que se han utilizado tienen las mismas dimensiones diferenciándose algunas por el acabado superficial o el método de fabricación como hemos comentado anteriormente. En la figura 1 se muestran las principales dimensiones (en milímetros) y unas imágenes de sus superficies en la que se observan los acabados superficiales de los diferentes especímenes de este estudio.

3. RESULTADOS EXPERIMENTALES

3.1. Ensayos de Tracción

Los ensayos de tracción se realizaron en una máquina MTS 810 a temperatura ambiente. En la figura 2 se muestran las curvas tensión-deformación (magnitudes ingenieriles) obtenidas para dos probetas fabricadas convencionalmente y dos LPBF (as-built).

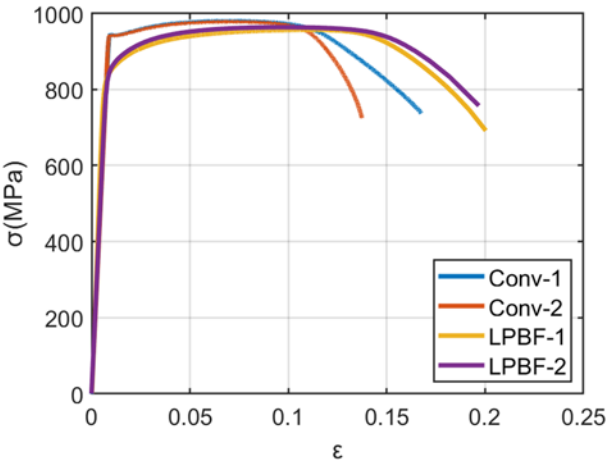


Figura 1. Ensayos de tracción para cada uno de los materiales.

En la Tabla 1 se muestran los valores obtenidos para el módulo de Young, E, el límite elástico, $R_{p0.2}$, y la tensión última de rotura, σ_{uts}; En cuanto a los valores obtenidos, se puede ver que para todos los casos el módulo elástico, E, está en línea con los típicos para aleaciones de Ti6Al4V. Merece la pena destacar que las probetas convencionales tienen un pequeño escalón de cedencia, sin embargo, en los ensayos realizados con el material LPBF no aparece.

Tabla 1. Propiedades mecánicas

Probeta	E (GPa)	$R_{p0.2}$ (MPa)	σ_{uts} (MPa)
LPBF-1	124	841	955
LPBF-2	113	851	964
CONV-1	111	944	982
CONV-2	111	942	978

Por otro lado, los especímenes convencionales presentan una caída de carga y rotura final de manera más prematura que las de LPBF que presentan mayor deformación antes de la fractura, indicando que el proceso de fabricación por láser genera una microestructura que permite una mayor deformación sin perder integridad estructural. En cuanto a la estricción, las convencionales realizan un camino más corto hacia la rotura que las LPBF, la cual mantiene una deformación plástica estable durante más tiempo.

Para cada tipo de probeta se ha medido la rugosidad de las superficies después de aplicar sus respectivos acabados finales: mecanizado para las convencionales y LPBF con creces y Sand-blasting para las LPBF (as-built). La medición se ha realizado con el perfilómetro óptico S neox (3D Optical Profiler) con el cual se ha analizado una pequeña superficie en cada tipo de probeta. De esa superficie se han realizado 3 cortes, obteniendo el parámetro R_a (valor medio de la rugosidad en micras a lo largo de la zona medida) y el R_z (distancia en micras entre el pico y el valle) de cada corte. La media de los valores obtenidos son los indicados en la tabla 2, en donde como era de esperar, las probetas LPBF en estado as-built nombradas como FSSB tienen los valores más elevados. Cabe destacar que estas mediciones podrían representar una subestimación de la rugosidad real, dado que el perfilómetro no logró capturar la totalidad de los picos y valles por la propia topografía de la superficie (Figura 1d), recurriendo a una estimación de ciertos tramos del perfil. No obstante, estos niveles de rugosidad explican el reducido rendimiento a fatiga observado, en consonancia con los hallazgos de Nakatani et al. [3], quienes identifican la rugosidad superficial como el principal precursor de grietas por fatiga en componentes de fabricación aditiva.

Tabla 2. Rugosidad: Ra y Rz

Probeta	*Ra* (µm)	*Rz* (µm)
CONV	0.34	0.44
FSCC	0.29	0.36
FSSB	6.69	8.41

**Convencional, FSSB- LPBF (as-built), FSCC- LPBF (mecanizada).*

3.2. Ensayos de fatiga.

Para caracterizar el comportamiento a fatiga de los especímenes, se han realizado ensayos de fatiga y un posterior análisis de las caras de fractura. Estos ensayos se realizaron con una ratio de carga de R=-1 utilizando los especímenes mostrados en la Figura 1a y una frecuencia de ciclado de 10 Hz.

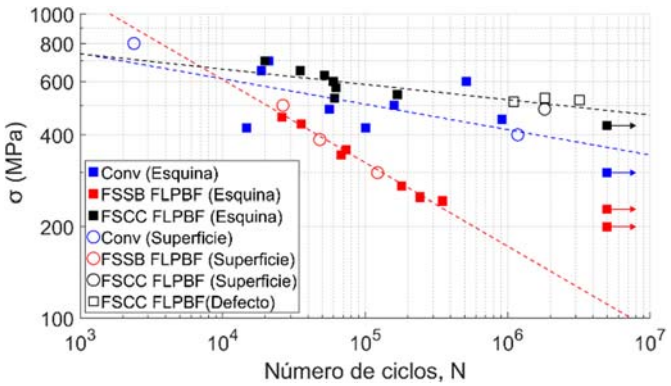


Figura 3. Curvas σ-N de todos los ensayos. indicando los tipos de inicio de grieta.

En la figura 3 se muestran las curvas S-N obtenidas para cada uno de los materiales y las distintas tipologías de inicio de grieta. En cuanto a los resultados, se puede observar que las piezas fabricadas por LPBF y posteriormente mecanizadas tienen un comportamiento similar a las convencionales, otro detalle a destacar de las piezas mecanizadas es que son las únicas en las que se aprecian roturas debidas a defectos internos a un alto número de ciclos.

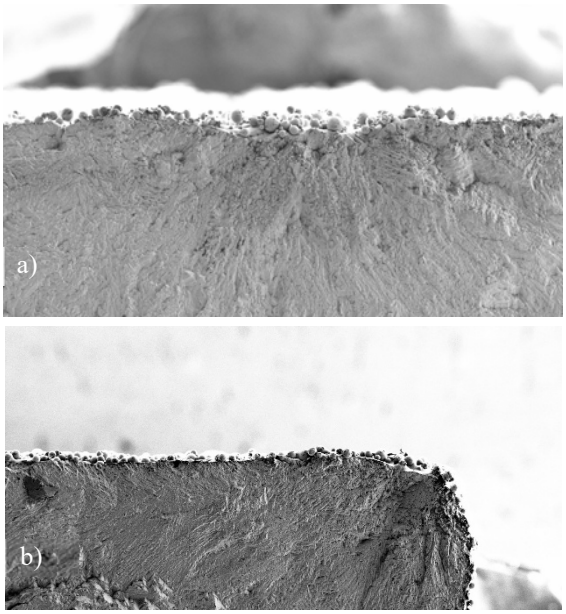


Figura 4. Detalle probeta ejemplo iniciación de grieta, a) Grieta elíptica en superficie b) Grieta en esquina.

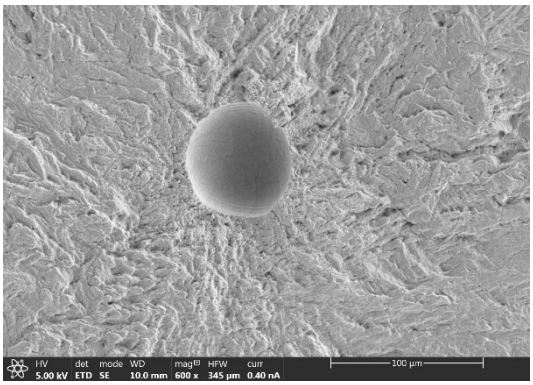


Figura 5. Detalle probeta 2 FSCC, ejemplo iniciación por defecto interno.

Se han observado tres tipos de iniciación de grieta tras analizar mediante microscopía óptica y SEM las superficies de fractura: grietas que nacen desde la superficie (Superficie), grietas que se inician en un defecto interior (defecto) y grietas que se inician desde la esquina de la probeta (Esquina).

Se puede destacar que, para alto número de ciclos, entre 10^6 a 10^7ciclos, las grietas se inician principalmente en defectos presentes en el interior de los especímenes para las probetas FSCC, mientras que para vidas menores de 10^6 ciclos las grietas se inician superficialmente o por una

esquina, siendo estas últimas bastante más comunes que las superficiales.

En la figura 4 se muestran unos detalles de los tipos de inicio de grieta. La Figura 4 (a) muestra un ejemplo de iniciación superficial de una probeta FSSB (as-built). La Figura 4 (b) muestra una imagen de inicio de grieta en la esquina de una probeta FSSB, en el que se observa un crecimiento de grieta desde el borde de la probeta hasta el interior. Por último, la Figura 5 muestra lo que en este trabajo se ha considerado un defecto interno, y que en este caso miden entre 70 y 50 micras.

3.3. Análisis propagación de grieta.

El análisis del crecimiento de la grieta por fatiga se llevó a cabo siguiendo la metodología integrada que se muestra en la figura 6. Dicha metodología combina mediciones fractográficas mediante SEM con el cálculo del factor de intensidad de tensiones y el posterior ajuste a la ley de Paris, permitiendo la determinación de los parámetros de la ley de Paris, *C* y *m*, este procedimiento se puede ver más detalladamente en Moreno. M (2025) [4]. Para la estimación de la velocidad de crecimiento de grieta se adoptó la hipótesis, uno-a-uno, en la que una estría corresponde a un ciclo de carga, de modo que el espaciamiento entre estrías, *s*, puede considerarse equivalente al avance de grieta por ciclo (da/dN ∝s).

No obstante, es preciso señalar que, para regímenes de crecimiento reducidos, caracterizados por estrías de pequeño tamaño, esta relación no puede garantizarse de forma directa, tal como sugiere Felipe et al (2024) [5]. En este contexto, el presente estudio reconoce la existencia de un límite a partir del cual una estría no representa necesariamente un ciclo completo de carga. Esta limitación es objeto de una investigación en curso, orientada a profundizar y desarrollar metodologías que permitan una cuantificación más precisa del crecimiento de grietas en dichos regímenes.

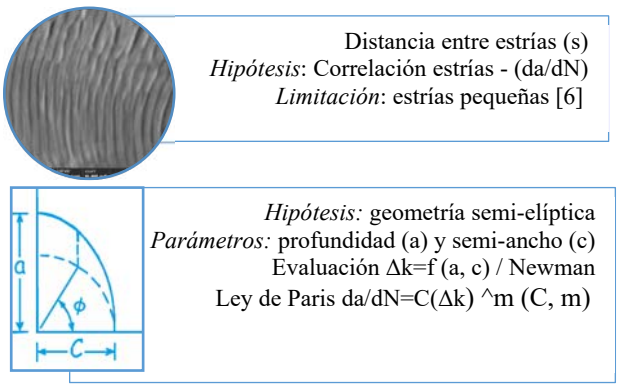


Figura 6. Pasos para determinar la propagación de grieta por fatiga.

Por otro lado, el cálculo de factor de intensidad de tensiones, ΔK, se ha realizado empleando las expresiones propuestas por Newman et al [6], asumiendo grietas semi-elípticas, permitiendo vincular los resultados microscópicos con el comportamiento macroscópico observado en la ley de Paris. En la figura 7 se representa la relación entre la velocidad de crecimiento da/dN (m/ciclo) y el rango efectivo de ΔK (MPa√m) obtenidos en los ensayos de fatiga simple (R=-1).

Analizando la figura 7 se observa que las probetas fabricadas convencionalmente se sitúan en la parte superior de la gráfica presentando mayor tasa de crecimiento de grieta (da/dN). Por otro lado, las probetas de AM muestran un desplazamiento hacia abajo y una gran proximidad entre sí, lo que indica que una vez que la grieta supera la etapa de nucleación y se propaga por el interior del material, la influencia del acabado superficial pasa a ser secundaria siendo la diferencia de velocidad de propagación pequeña.

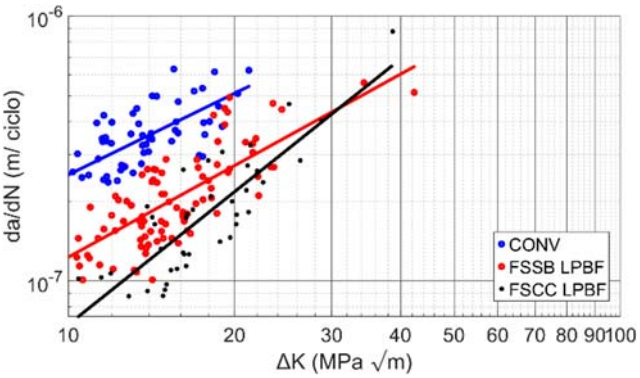


Figura 7. Velocidad de crecimiento da/dN (m/ciclos) frente al factor de intensidad de tensiones ΔK (MPa√m).

Para profundizar en este comportamiento, la figura 8 detalla las curvas de velocidad de crecimiento de grieta (da/dN) obtenidas en los ensayos de fatiga simple. Adicionalmente, se ha incluido la curva obtenida mediante ensayos realizados según la norma *ASTM E647* (línea verde continua) para las probetas fabricadas por LPBF; esta última se obtuvo empleando un extensómetro para monitorizar la longitud de la grieta. Con el fin de contextualizar los resultados, se añade una comparativa con datos bibliográficos recientes de probetas fabricadas mediante LPBF.

Comparando las pendientes de las gráficas obtenidas de la literatura y representadas en la figura 8 (R= 0.05 a 0.1), estas tienen pendientes más pronunciadas que las obtenidas en nuestros ensayos de fatiga simple.

En la zona de bajos ΔK, la velocidad de crecimiento (da/dN) para las probetas con R=-1 es superior a los valores de la literatura con R>0. Es crucial notar que el ΔK corresponde únicamente a la parte positiva (tracción).

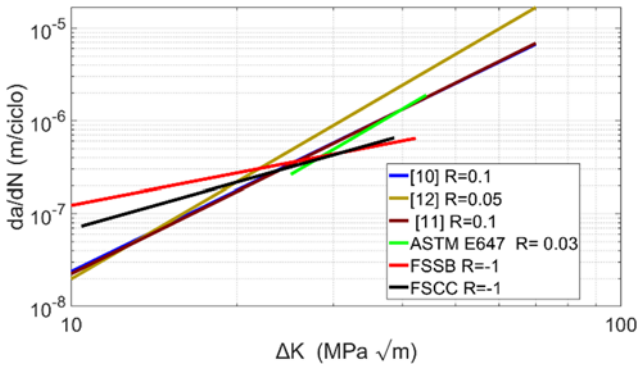


Figura 8. Velocidad de crecimiento da/dN(m/ciclos) frente al factor de intensidad de tensiones ΔK (MPa√m) Zona II. [7]- [9].

Aunque habitualmente se considera que la grieta se cierra en compresión, la posición de estas curvas sugiere que la fase de compresión no es neutra. Por el contrario, contribuye al daño mediante la plasticidad acumulada en la punta de la grieta, validando lo propuesto por Ferreira et al. (2020) [10]. Este efecto de inversión completa de carga acelera el avance de la fisura al reducir el efecto de cierre de plasticidad.

4. CONCLUSIONES

El estudio del comportamiento a fatiga del Ti-6Al-4V procesado mediante diferentes métodos de fabricación revela que la elevada rugosidad superficial en las probetas LPBF actúa como un concentrador de tensiones crítico, limitando la vida a fatiga.

Esto explica por qué la eliminación de estas irregularidades mediante mecanizado permite que las probetas LPBF mecanizadas alcancen un rendimiento similar al del material convencional.

Por otro lado, se destaca que la relación de carga es determinante: en los ensayos de tracción-compresión (R=-1), la fase de compresión no es neutra, sino que influye en los mecanismos de cierre de grieta. Como trabajo futuro, se propone profundizar en cómo los ciclos tracción-compresión afectan la propagación grieta entre probetas sin acabado superficial y mecanizadas

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecer al Ministerio de Ciencia e Innivación por la financiación del proyecto: “Estudio del comportamiento de elementos metálicos producidos mediante fabricación aditiva ante fatiga por fretting: aplicación al Ti6Al4V (PID2021-123728OB-I00)”.

REFERENCIAS

[1] Zhou, L., Miller, J., Vezza, J., Mayster, M., Raffay, M., Justice, Q., ... & Bernat, J. (2024). Additive manufacturing: a comprehensive review. *Sensors*, *24*(9), 2668.

[2] Cao, F., Zhang, T., Ryder, M. A., & Lados, D. A. (2018). A review of the fatigue properties of additively manufactured Ti-6Al-4V. *Jom*, *70*(3), 349-357.

[3] Nakatani, M., Masuo, H., Tanaka, Y., & Murakami, Y. (2019). Effect of surface roughness on fatigue strength of Ti-6Al-4V alloy manufactured by additive manufacturing. *Procedia Structural Integrity*, *19*, 294-301.

[4] Rubio, M. M., Valeo, J. V., & Pintado, C. N. (2025). Fretting fatigue Behaviour of Inconel 718 at room and high Temperature (Doctoral dissertation, Universidad de Sevilla).

[5] Fiorentin, F. K., Dantas, R., Darabi, R., Lesiuk, G., Figueiredo, M., de Castro, P. T., & de Jesus, A. (2025). Relation between striations spacing and fatigue crack growth rates for additive manufactured Inconel 625. *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures*, *48*(1), 454-466.

[6] Newman, J. C. (1984). Stress-intensity factor equations for cracks in three-dimensional finite bodies subjected to tension and bending loads (Vol. 85793). Langley Research Center, National Aeronautics and Space Administration.

[7] Jiao, Z. H., Xu, R. D., Yu, H. C., & Wu, X. R. (2017). Evaluation on tensile and fatigue crack growth performances of Ti6Al4V alloy produced by selective laser melting. Procedia Structural Integrity, 7, 124-132.

[8] Cain, V., Thijs, L., Van Humbeeck, J., Van Hooreweder, B., & Knutsen, R. (2015). Crack propagation and fracture toughness of Ti6Al4V alloy produced by selective laser melting. Additive Manufacturing, 5, 68-76.

[9] Jesus, J. S., Borrego, L. P., Ferreira, J. A. M., Costa, J. D., & Capela, C. (2020). Fatigue crack growth behaviour in Ti6Al4V alloy specimens produced by selective laser melting. International Journal of Fracture, 223(1), 123-133.

EFECTO DE LA VELOCIDAD DE ENSAYO SOBRE LA RESPUESTA A LA FRAGILIACIÓN POR HIDRÓGENO EN ACEROS ESTRUCTURALES MEDIANTE ENSAYOS SPT

S. Otero*, S. Sampayo, G. Álvarez, C. Rodríguez

SIMUMECAMAT Research Group. Universidad de Oviedo
Edificio Departamental Oeste. 7.1.10. Campus Universitario, 33203 Gijón, Asturias-España
* Persona de contacto: oterosara@uniovi.es

RESUMEN

La evaluación de la fragilización por hidrógeno (HE) en aceros estructurales es esencial para garantizar la fiabilidad de componentes críticos en sectores donde la descarbonización impulsa el uso creciente del hidrógeno como fuente de energía. En este contexto, el ensayo miniatura de punzonado o Small Punch Test (SPT) constituye una herramienta especialmente útil, al permitir la caracterización mecánica de materiales a partir de volúmenes mínimos y facilitar el estudio de componentes en servicio sin comprometer su integridad.
En este trabajo se emplea el SPT en el análisis de la fragilización por hidrógeno de distintos aceros. Para ello, se adoptan dos enfoques experimentales en función del coeficiente de difusión del material (D_{eff}): (i) La realización de ensayos SPT con carga electroquímica de hidrógeno in-situ para aceros estructurales martensíticos o ferríticos (alto D_{eff}), (ii) el uso de probetas previamente cargadas con hidrógeno en condiciones de alta presión y temperatura en aceros austeníticos (bajo D_{eff}). Además, y dado que el coeficiente de difusión influirá en el tiempo necesario para que el hidrógeno alcance la zona de daño, los ensayos se realizaron utilizando diferentes velocidades de ensayo, con el objetivo de determinar la velocidad mínima necesaria para la correcta evaluación de la fragilización por hidrógeno.

PALABRAS CLAVE: Small Punch Test, fragilización por hidrógeno, aceros ferríticos, martensíticos y austeníticos.

ABSTRACT

The assessment of hydrogen embrittlement (HE) in structural steels is essential to ensure the reliability of critical components in sectors where decarbonisation is driving the increasing use of hydrogen as an energy source. In this context, the Small Punch Test (SPT) represents a particularly valuable tool, as it enables the mechanical characterisation of materials from very small volumes and facilitates the evaluation of in-service components without compromising their integrity. In this work, the SPT is employed to analyse the hydrogen embrittlement in different steels. Two experimental approaches are adopted depending on the effective diffusion coefficient of the material (D_{eff}): (i) conducting SPT tests with in-situ electrochemical hydrogen charging for martensitic or ferritic structural steels (high D_{eff}), and (ii) using specimens pre-charged with hydrogen under high-pressure and high-temperature conditions for austenitic steels (low D_{eff}). Furthermore, since the diffusion coefficient influences the time required for hydrogen to reach the damage zone, the tests were carried out at different loading rates in order to determine the minimum rate necessary for the accurate evaluation of hydrogen embrittlement.

KEYWORDS: Small Punch Test, hydrogen embrittlement, ferritic, martensitic and austenitic steels.

1. INTRODUCCIÓN

El creciente empleo del hidrógeno como vector energético plantea importantes desafíos en términos de integridad estructural. La interacción entre hidrógeno y la microestructura de los materiales metálicos puede provocar pérdida de ductilidad, reducción de la capacidad portante y fallo prematuro, especialmente en aceros de alta resistencia [1].

La evaluación experimental de la fragilización por hidrógeno se ha realizado tradicionalmente mediante ensayos de tracción a baja velocidad de deformación (SSRT) o ensayos de fractura. No obstante, estos métodos requieren probetas de tamaño convencional y no siempre pueden ser utilizados en la la caracterización de componentes en servicio o zonas localizadas, donde no se dispones de material suficiente.

En este contexto, el ensayo Small Punch Test (SPT) representa una alternativa atractiva, ya que permite obtener información mecánica relevante a partir de probetas de dimensiones reducidas. Diversos trabajos han demostrado su aplicabilidad en estudios de fragilización por hidrógeno [2], sin embargo, uno de los principales interrogantes metodológicos reside en la selección de la velocidad de ensayo. Dado que la redistribución del hidrógeno durante la deformación depende de procesos difusivos, la severidad de la fragilización no puede considerarse independiente de la velocidad de deformación. A pesar de ello, la mayoría de

estudios emplean velocidades seleccionadas de forma empírica, sin un criterio físico unificado.

El objetivo del presente trabajo es establecer un marco conceptual que relacione la velocidad de ensayo en SPT con el coeficiente de difusión del hidrógeno del material, identificando la existencia de una velocidad crítica asociada a la obtención de la fragilización máxima.

2. MATERIALES Y PROCEDIMEINTO EXPERIMENTAL

2.1. Materiales

Los materiales utilizados en este trabajo han sido seleccionados principalmente en función del coeficiente de difusión efectivo, D_{eff}, que depende en gran medida de la microestructura de cada uno de ellos. Así, se ha utilizado un acero superaustenítico deformado en frío hasta el 30%, con el fin de aumentar su límite elástico (σ_{YS} = 795 MPa) y tensión última (σ_{UT} = 904 MPa) con un $D_{eff} \cong$ 1E-16 m^2/s. También se ha seleccionado un acero inoxidable dúplex (D2205) con un valor de D_{eff} en torno a 1E-14 m^2/s. Además, se ha estudiado un acero 42CrMo4 templado y revenido a 700ºC (CrMo700) con un D_{eff} = 3E-10 m^2/s y una microestructura de martensita revenida que ha mostrado una buena relación entre propiedades mecánicas y susceptibilidad al hidrógeno [3]. Asimismo, se ha estudiado un acero estructural S355 con un coeficiente de difusión mucho más bajo que los anteriores (D_{eff}=1.3E-9 m^2/s) debido a su microestructura ferrítico-perlítica. La tabla 1 recoge, a modo de resumen, la microestructura, coeficientes de difusión y propiedades mecánicas a tracción de los distintos aceros empleados en el estudio. La utilización de un rango tan amplio de coeficientes de difusión (entre 1E-09 y 1E-16 m^2/s) permitirá analizar, pormenorizadamente, el efecto de la velocidad de ensayo utilizada y buscar el valor idóneo a emplear en función de su coeficiente de difusión o microestructura.

Tabla 1. Propiedades mecánicas y coeficiente de difusión de los aceros analizados.

Materiales	**Microestr.**	**D_{eff} (m^2/s)**	**σ_{YS} (MPa)**	**σ_{UT} (MPa)**
904L-30CR	Austenita	1E-16	795	904
D2205	Austenita+ ferrita	1E-14	500	770
CrMo700	Martensita revenida	3E-10	622	710
S355	Ferrita + perlita	1.3E-09	386	472

2.2. Small Punch Tests

Para la realización de los ensayos SPT se emplearon, al menos, dos probetas por material y condición experimental, con dimensiones de 10×10 mm² y un espesor nominal de 0.5 mm. Los ensayos se llevaron a cabo utilizando un utillaje estándar conforme a la norma UNE-EN10371:2022, adaptado ligeramente para permitir ensayos en presencia de hidrógeno generado electroquímicamente in-situ. Este dispositivo se utilizó, tanto para los ensayos al aire como en hidrógeno con el fin de evitar variabilidad en los resultados debido al utillaje. El conjunto experimental se acopló en una máquina Instron de 5 kN, registrándose el desplazamiento del punzón mediante un extensómetro tipo COD. Además, el dispositivo SPT se montó en configuración invertida de tal manera que se asegurase que la cara de la probeta sometida a tracción estuviese siempre en contacto con el electrolito (Figura 1).

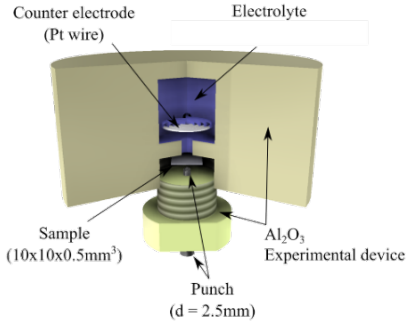


Figura 1. Esquema del dispositivo SPT.

Las condiciones en las que se realizaron los ensayos fueron las siguientes:

- Al aire: Ensayos realizados sobre los materiales en estado de recepción y en condiciones normales de laboratorio, utilizando una velocidad de desplazamiento de 0.2 mm/min.
- Hidrógeno electroquímico in-situ: Durante el ensayo se ha introducido hidrógeno mediante un proceso de carga electroquímica. Para ello se ha utilizado un contraelectrodo de platino, una densidad de corriente de 0.5 mA/cm² y un electrolito salino (3.5%NaCl). La velocidad de ensayo varió entre 0.001 mm/min y 0.2 mm/min.
- Hidrógeno precargado: Los ensayos se realizan en condiciones normales de laboratorio (ex-situ), pero sobre probetas previamente precargadas de hidrógeno. Debido al bajo coeficiente de difusión de algunos de los materiales utilizados (904L-30CR, D2205), que harían imposible realizar una carga in-situ en un tiempo razonable, se decidió precargarlos con hidrógeno gas a una presión de 19.5MPa y a una temperatura de 300ºC durante 24 horas y ensayarlos posteriormente ex-situ. Además, el bajo coeficiente de difusión de estos materiales hace que la salida del hidrógeno durante el ensayo ex-situ sea mínima y no influya en el resultado. Al igual que en el caso anterior estos materiales se han ensayado a velocidades que variaron entre 0.001 mm/min y 0.2 mm/min.

Para cuantificar el efecto del hidrógeno sobre la respuesta mecánica de los materiales se definió el Índice de Fragilización por Hidrógeno (HEI) como:

$$\text{HEI}\ (\%) = \frac{(X_{Air} - X_H)}{X_{Air}} . 100 \qquad (1)$$

donde X_{Air} y X_H representan el valor del parámetro mecánico considerado al aire y en presencia de hidrógeno, respectivamente. En este estudio y en base a trabajos desarrollados anteriormente se utilizará como parámetro a evaluar, el relacionado con la energía de fractura, W_m/t_0^2, definido como el área bajo la curva carga-desplazamiento hasta el punto de máxima carga (W_m) entre el espesor inicial de la muestra (t_0) al cuadrado.

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

La Figura 2 muestra las curvas carga-desplazamiento de los ensayos SPT tanto al aire (curvas negras discontinuas), como en ambiente de hidrógeno (curvas continuas) de todos los materiales utilizando diferentes velocidades de ensayo. En dichas curvas, se aprecia cómo, por regla general, conforme disminuye la velocidad de ensayo, también lo hacen los valores tanto de carga máxima alcanzada, P_m, como de desplazamiento en carga máxima, d_m y con ello, el área encerrada bajo la curva hasta ese punto, W_m. Esta disminución se refleja en el parámetro W_m/t_0^2, y, por lo tanto, en un incremento del índice de fragilización por hidrógeno, HEI, conforme disminuye la velocidad de ensayo en todos los aceros, como queda reflejado en la Tabla 2.

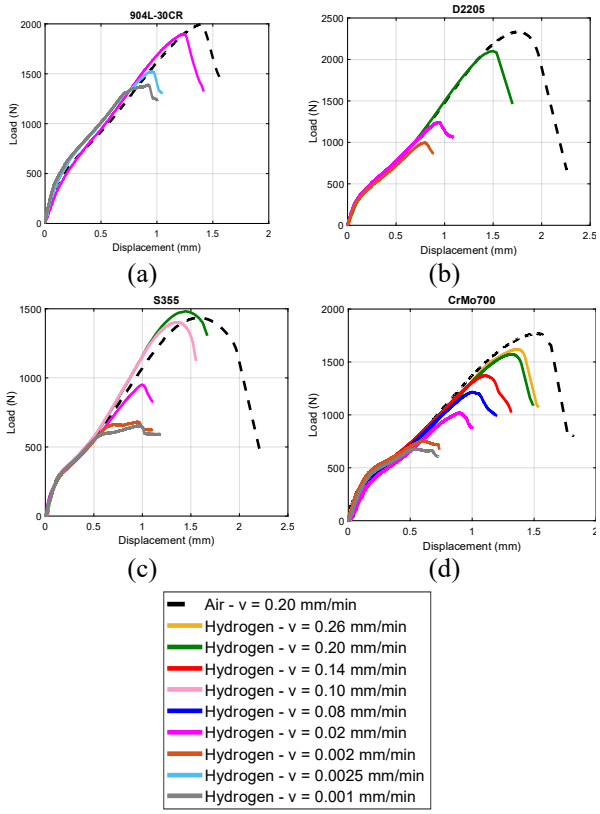
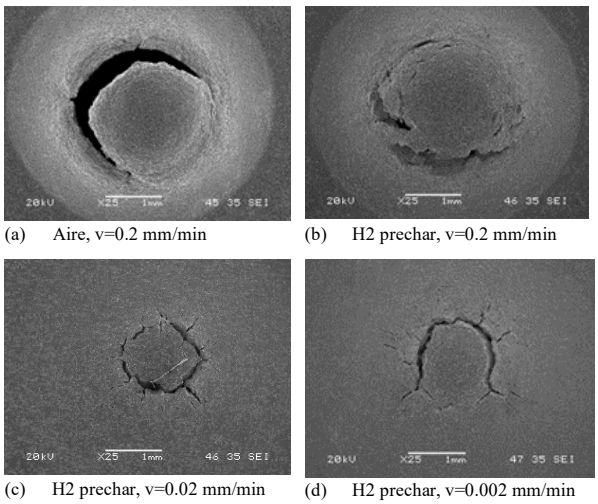


Figura 2. Curvas SPT de los aceros analizados tanto al aire como en ambiente de hidrógeno: (a) 904L-30CR, (b) D2205, (c) S355 y (d) CrMo700.

Por su parte, la Figura 3 recoge, a modo de ejemplo, las superficies de rotura de probetas del acero dúplex D2205 ensayadas a distintas velocidades, donde queda patente el efecto del hidrógeno. La probeta ensayada al aire a velocidad standard de 0.2 mm/min (Figura 3.a) muestra el típico aspecto de una rotura dúctil en un ensayo SPT (sunrise). Cuando se utiliza la misma velocidad sobre una probeta precargada (Figura 3.b) la rotura comienza a mostrar signos de fragilización, pero la distancia entre la zona de daño y el centro de la probeta prácticamente no ha variado. El acercamiento de la zona de rotura al centro de la probeta ya es notable cuando se utiliza una v=0.02 mm/min (Figura 3.c), mostrando además grietas radiales típicas de un comportamiento frágil. Por último, la utilización de una velocidad 10 veces menor (Figura 3.d) no altera significativamente el aspecto del daño.



(a) Aire, v=0.2 mm/min (b) H2 prechar, v=0.2 mm/min

(c) H2 prechar, v=0.02 mm/min (d) H2 prechar, v=0.002 mm/min

Figura 3. Superficies de rotura del D2205.

No obstante, el efecto de la velocidad de ensayo no es el mismo en todos los aceros. En el caso del acero austenítico (904L-30CR), la fragilización no se advierte hasta que se utilizan velocidades de desplazamiento por debajo de 0.02 mm/min. Sin embargo, el acero ferrito-perlítico, S355, empieza a mostrar signos de fragilización con velocidades 10 veces más elevadas (0.1 mm/min), y el resto de los aceros (D2205 y CrMo700) son sensibles a la presencia de hidrógeno incluso a la velocidad standard de 0.2 mm/min.

Alcanzada la velocidad a la que los diferentes aceros comienzan a mostrar sensibilidad al hidrógeno, la representación de los valores de HEI frente a la velocidad de ensayo (Figura 4.a) muestra, en todos los casos, una evolución de carácter sigmoidal.

Así, y a excepción del 904L-30CR (que no muestra sensibilidad hasta una velocidad de 0.02mm/min), el valor de HEI aumenta mucho cuando la velocidad baja de 0.2 mm/min a 0.1 mm/min, y sigue incrementándose, aunque en menor magnitud cuando se utiliza una velocidad de 0.02 mm/min. Si se utiliza una velocidad 10 veces menor, (v=0.002 mm/min) el HEI sigue incrementándose, pero su variación apenas llega a un 10% en la mayoría de los casos. Esta atenuación queda aún más patente cuando la velocidad de ensayo baja a 0.001mm/min, velocidad a la cual alguno de los aceros no muestra ningún cambio en su índice de fragilización.

Tabla 2. Parámetros obtenidos de los ensayos SPT.

Material	Condiciones	v (mm/min)	P_m (N)	d_m (mm)	W_m/t_0^2 (N/mm)	HEI_{W_m/t_0^2} (%)
904L-30CR	Aire	0.2	1895	1.34	6119	-
	Precarga	0.02	1670	1.16	4843	21
		0.0025	1348	0.94	3354	45
		0.001	1438	0.97	3674	40
D2205	Aire	0.2	2089	1.75	9087	-
	Precarga	0.2	1981	1.49	6804	25
		0.02	1063	0.91	2573	72
		0.002	868	0.79	1930	79
CrMo700	Aire	0.2	1764	1.54	7442	-
	In-situ (medio ácido)	0.26	1600	1.30	5965	20
		0.2	1630	1.37	5422	27
		0.14	1418	1.12	3919	47
		0.08	1211	1.00	3133	58
		0.02	1015	0.91	2636	65
		0.002	709	0.61	1516	80
		0.001	582	0.57	1101	85
S355	Aire	0.2	1588	1.56	5290	-
	In-situ (medio salino)	0.2	1126	1.42	4839	9
		0.1	1060	1.33	4251	20
		0.02	955	0.99	2209	58
		0.002	748	0.76	1481	72
		0.001	673	0.67	1081	80

4. DISCUSIÓN DE RESULTADOS

A escala física, el efecto de la velocidad de deformación en la fragilización por hidrógeno (HE) casi siempre es un problema de competencia entre dos tiempos:

- El tiempo mecánico, t_m, que es el disponible para que se produzca la deformación que provoca el fallo y que dependerá de la velocidad de deformación, $\dot{\varepsilon}$.
- El tiempo de transporte y redistribución de hidrógeno, t_H, durante el cual tienen lugar los procesos de difusión en red, difusión asistida por la deformación, arrastre por el movimiento de dislocaciones e intercambio entre sitios de atrapamiento.

Cuando $\dot{\varepsilon}$ disminuye, el hidrógeno dispone de más tiempo para migrar y concentrarse en la zona donde se producirá el daño (bandas de deslizamiento, juntas de grano, punta de una grieta…) así como para activar mecanismos propios como HELP (plasticidad localizada facilitada por H) y/o HEDE (decohesión en intercaras), además de otros tipos de contribuciones según material y estado [4]

De este modo, la razón por la que aparezca una velocidad crítica, por debajo de la cual el comportamiento del material no empeora, es que el sistema llega a un régimen cuasi-estacionario: el hidrógeno en la zona de proceso se satura (por límite de aporte/entrada de hidrógeno, por saturación de trampas relevantes o porque el gradiente químico-mecánico ya no puede "cargar" más en la zona del defecto. A partir de ahí, hacer el ensayo aún más lento no incrementa significativamente la concentración efectiva de H (ni cambia el mecanismo dominante), y el daño alcanza un valor constante (palier).

Una forma útil de ver este mecanismo es utilizando la ecuación que liga la longitud característica, L, (distancia a recorrer por el hidrógeno hasta la zona de daño) con el tiempo necesario para la difusión, t_D, en función del coeficiente de difusión efectivo del material, D_{eff}:

$$t_D = \frac{L^2}{D_{eff}} \qquad (2)$$

Como se puede ver, para una misma longitud característica, cuanto más pequeño es el coeficiente de difusión del material mayor será el tiempo necesario para que el hidrógeno difunda a la zona de proceso.

De este modo, si el tiempo mecánico, t_m, es menor que t_D, el hidrógeno no llega a concentrarse en la zona de proceso y la fragilización es menor. Si t_m es comparable con t_D el hidrógeno llega y se va acumulando, y por lo tanto el HEI aumenta conforme disminuye $\dot{\varepsilon}$. Por último, si t_m es mucho mayor que t_D la zona de proceso llega a un estado cercano al equilibrio (steady state) y HEI no varía (aparece el palier), siendo la v_{cr} la que marca el cambio de régimen.

Si se tiene en cuenta que tanto D_{eff}, como la solubilidad, y el espectro de trampas cambian brutalmente con la microestructura, es lógico que las distintas familias de aceros tengan velocidades críticas muy diferentes.

Así, en los *aceros ferrito-perlíticos*, como el S355, tendremos, por una parte la elevada difusividad del hidrógeno en la ferrita (BCC), por lo que al reducir la

velocidad es fácil que el hidrógeno alcance la zona de proceso. Por otra parte, la perlita aporta intercaras ferrita/cementita y láminas que actúan como trampas de hidrógeno y como zonas de inicio del daño (decohesión interfacial o microgrietas en la cementita) [5].

Los *aceros martensíticos,* como el CrMo700, suelen mostrar una altísima densidad de dislocaciones, subgranos, lamas/placas y carburos, lo que significa una elevada cantidad de trampas, que al atrapar el hidrógeno hacen que el D_{eff} sea menor. Sin embargo, la posible salida del hidrógeno de dichas trampas permite altas concentraciones locales de hidrógeno lo que contribuye a aumentar el índice de fragilización.

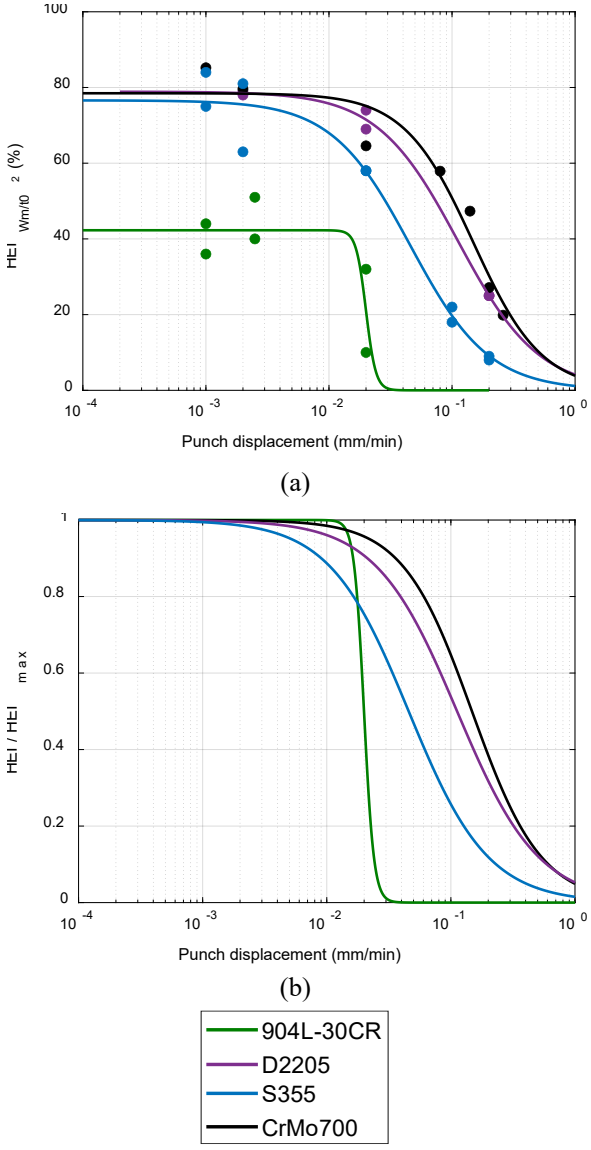


Figura 4. Variación de la fragilización don la velocidad de ensayo: (a) HEI y (b) HEI/HEI$_{max}$.

Los *aceros austeníticos*, como el 904L-30CR, tienen una red FCC en la que la difusividad del hidrógeno es varios órdenes de magnitud inferior a la de los aceros BCC, el hidrógeno difunde muchísimo más lento y en los que la velocidad crítica de ensayo debería ser mucho menor que en los anteriores. El hecho de que en este caso no lo sea, tiene que ver con la deformación en frío del 30% que ha sufrido este acero, que no solo aumentará el número de defectos e influirá en el D_{eff}, sino que posiblemente haya provocado transformaciones inducidas por deformación ($\gamma \rightarrow \alpha'$ o $\gamma \rightarrow \sigma$) que harán al acero más sensible a la fragilización y desplazarán la v_{cr} a valores más elevados.

Por último, los *aceros dúplex*, como el D2205, presentan una microestructura bifásica compuesta por ferrita (alta difusividad) y austenita (baja difusividad). Esta heterogeneidad genera una redistribución compleja del hidrógeno, donde la fase ferrítica actúa como vía rápida de transporte y la fase austenítica favorece el atrapamiento. Conforme aumenta el tiempo de ensayo, la ferrita alimenta de hidrógeno las zonas críticas y el intercambio ferrita↔austenita puede evolucionar, aumentando la susceptibilidad. De este modo la velocidad crítica en estos aceros dependerá de la rapidez con que la red de ferrita pueda sostener un estado casi estacionario en la zona de proceso y el hecho de que la austenita pueda capturar/retener parte del hidrógeno, limitando el incremento adicional una vez alcanzado cierto reparto. La posición de las bandas austenita/ferrita respecto a la de propagación del daño, también va a tener que ver con que la velocidad crítica se alcance antes o después.

En base a todo lo anterior, queda claro que cada tipo de acero contará con una determinada velocidad crítica, que dependerá de múltiples factores, y cuyo valor sería necesario conocer al objeto de establecer las condiciones de ensayo más apropiadas. Obviamente, esto resulta inasumible y lo más apropiado sería definir una velocidad crítica standard, válida para todos los aceros analizados.

Para ello, y con el objeto de poder comparar más apropiadamente el efecto de la velocidad de ensayo en la respuesta de cada uno de los materiales vamos a utilizar el índice de fragilización normalizado, HEI/HEI$_{max}$, dividiendo los valores de HEI entre el valor máximo alcanzado en cada material, tal y como se muestra en la Figura 4.b). Como puede apreciarse, utilizando una velocidad de 0.001 mm/min todos los materiales muestran un índice de fragilización normalizado muy próximo a 1, lo que indica que se ha alcanzado el valor máximo de fragilización (palier steady-state). Por lo tanto, y en el caso de los aceros aquí analizados, este valor puede considerarse como la velocidad crítica standard en el ensayo SPT, v_{cr_SPT}, válida para todos ellos. Esta velocidad es ya lo suficientemente lenta como para que el hidrógeno pueda difundir y llegar a la zona de proceso en el curso del ensayo. No obstante, debemos tener en cuenta que, al utilizar esta velocidad, estamos incrementando notablemente el tiempo de ensayo, que pasa de unos 8 minutos cuando se utiliza la velocidad standard (0.2 mm/min) a más de 600 minutos (10 horas) cuando la velocidad utilizada es de 0.001 mm/min y que supone un elevado encarecimiento del ensayo.

Una forma de afrontar este inconveniente sería utilizar una velocidad más rápida pero que no suponga una gran merma del HEI. Así, y tal como se refleja en la figura

4.b), utilizando una velocidad de 0.01 mm/min, los índices de fragilización obtenidos estarían, en todos los casos, por encima del 95% del valor máximo de fragilización, a la vez que el tiempo de ensayo se dividiría prácticamente por 10, dejando la duración de estos en poco más de 1 hora.

En base a estas consideraciones, la elección del valor de velocidad de ensayo a utilizar podría quedar a criterio del tipo de evaluación que se esté realizando, es decir si prima más la exactitud (v_{cr_SPT}=0.001 mm/min) o la eficiencia (v_{cr_SPT}=0.01 mm/min).

CONCLUSIONES

A partir del análisis sistemático del efecto de la velocidad de ensayo en la respuesta frente a la fragilización por hidrógeno mediante Small Punch Test en aceros con coeficientes de difusión comprendidos entre 10^{-9} y 10^{-16} m²/s, se establecen las siguientes conclusiones:

1. La respuesta mecánica en presencia de hidrógeno obtenida mediante SPT no puede considerarse independiente de la velocidad de ensayo, evidenciándose un acoplamiento directo entre la cinética de deformación y los procesos de transporte y redistribución del hidrógeno.
2. La disminución de la velocidad de desplazamiento produce una reducción progresiva de la carga máxima, del desplazamiento asociado y de la energía absorbida hasta P_m, lo que se traduce en un incremento del índice de fragilización (HEI). Esta evolución presenta carácter sigmoidal cuando se representa frente al logaritmo de la velocidad.
3. La forma sigmoidal observada refleja la existencia de dos regímenes diferenciados: un régimen controlado por limitación difusiva ($t_m < t_D$) y un régimen cuasi-estacionario ($t_m \gg t_D$) en el que la concentración efectiva de hidrógeno en la zona de proceso alcanza un valor máximo y el HEI tiende a un palier.
4. La posición de la velocidad crítica que marca el cambio de régimen depende fuertemente de la microestructura y del coeficiente de difusión efectivo del material. Los aceros ferrítico-perlíticos y martensíticos muestran sensibilidad a velocidades relativamente elevadas debido a la alta movilidad del hidrógeno en fases BCC/BCT. En los aceros dúplex, la interacción ferrita-austenita genera una cinética compleja gobernada por transporte rápido en ferrita y atrapamiento en austenita. En el acero austenítico deformado en frío, la menor difusividad de la red FCC se ve compensada por el incremento de defectos y posibles transformaciones inducidas por deformación, desplazando la velocidad crítica hacia valores mayores de los esperados para una austenita estable.
5. Para el rango de materiales analizados, una velocidad de 0.001 mm/min garantiza la aproximación al régimen cuasi-estacionario y la obtención del HEI máximo. No obstante, desde un punto de vista práctico, velocidades del orden de 0.01 mm/min permiten alcanzar más del 95% del valor máximo de fragilización con una reducción significativa del tiempo experimental.
6. Los resultados demuestran que la selección de la velocidad de ensayo en SPT para la evaluación de la fragilización por hidrógeno debe basarse en criterios físico-difusivos asociados al material y no en valores empíricos arbitrarios. En este sentido, el desarrollo de modelos que relacionen explícitamente D_{eff}, la longitud característica de daño y la velocidad de ensayo permitirá establecer criterios predictivos para la determinación de la velocidad óptima en cada material.

AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen la financiación del Ministerio de Economía, Industria y Competitividad (proyectos PID2021-124768OB-C22 y PID2024-15917OB-C21, incluyendo la ayuda FPI PRE2022-103206), del Principado de Asturias (SEK-25-GRU-GIC-24-016) y el apoyo de los Servicios Científico-Técnicos de la Universidad de Oviedo por el acceso al microscopio electrónico de barrido JEOL JSM-5600.

REFERENCIAS

[1] Bae KO et al. Quantitative evaluation of hydrogen embrittlement susceptibility in various steels for energy use using an in-situ small punch test. Int J Hydrogen Energy 2021;46:20107–18. https://doi.org/10.1016/j.ijhydene.2021.03.130.

[2] Álvarez G et al. Hydrogen embrittlement testing procedure for the analysis of structural steels with Small Punch Tests using notched specimens. Eng Fract Mech 2021;253. https://doi.org/10.1016/j.engfracmech.2021.107906.

[3] Zafra A et al. Hydrogen diffusion and trapping in 42CrMo4 quenched and tempered steel: Influence of quenching temperature and plastic deformation. Mater Chem Phys 2020;255. https://doi.org/10.1016/j.matchemphys.2020.123599.

[4] Sobola D et al. Exploring Hydrogen Embrittlement: Mechanisms, Consequences, and Advances in Metal Science. Energies 2024;17. https://doi.org/10.3390/en17122972.

[5] Liu MA et al. Microstructural influence on hydrogen permeation and trapping in steels. Mater Des 2019;167. https://doi.org/10.1016/j.matdes.2019.107605.

GRUPO ESPAÑOL DE FRACTURA