



Revista Española de **MECÁNICA DE LA FRACTURA**

**Volumen 4
Junio 2022**

ISSN: 2792-4246

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

Fotografía titulada "*Guardianes de Altamira*", autoras D^a. Maricely de Abreu y a D^a Mihaela Iordachescu, de la Universidad Politécnica de Madrid. 1er premio del concurso de Fotografía Científica organizado en la edición del año 2017 correspondiente al XXXIV Congreso del Grupo Español de Fractura celebrado en Santander el 29, 30 y 31 de marzo de 2017

Esta edición de la REVISTA ESPAÑOLA DE MECÁNICA DE LA FRACTURA contiene los textos de las comunicaciones presentadas la 5th Iberian Conference on Structural Integrity que corresponde con el 38 Congreso del Grupo Español de Fractura GEF2022 celebrado en Coimbra, Portugal del 30 de marzo al 1 de abril de 2022. Todos los textos de dichas ponencias se encuentran publicados en los volúmenes 3 y 4 de la dicha revista.

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

Francisco GÁLVEZ DÍAZ-RUBIO (Presidente)
Alicia SALAZAR LOPEZ (Secretario)
Luis TÁVARA (Tesorero)
Jesús Manuel ALEGRE CALDERÓN
Carlos NAVARRO PINTADO
Cristina RODRIGUEZ GONZÁLEZ
Gonzalo RUIZ LÓPEZ
Orlando SANTANA PÉREZ

Revista Española de
MECÁNICA DE LA FRACTURA
Volumen 4 –Julio 2022
ISSN: 2792-4246
Editado por la Sociedad Española de
Integridad Estructural - Grupo Español
de Fractura SEIE-GEF

PRESENTACIÓN

Las actas de esta *Revista Española de Mecánica de la Fractura*, se edita por segundo año consecutivo en los volúmenes 3 y 4, corresponde a la recopilación de los trabajos escritos del congreso anual de la *Sociedad Española de Integridad Estructural del Grupo Español de Fractura*, en su edición número 38, y celebrada en Coimbra, Portugal, del 30 de marzo al 1 de abril de 2022. Este congreso se ha denominado *5th Iberian Conference on Structural Integrity*.

Ha pasado mucho tiempo desde que, en 1984 en Sigüenza, se celebró la primera edición, promovida por Manuel Elices y Manuel Fuentes. Ellos fueron los padres de lo que ahora conocemos. En los primeros años se celebraron reuniones anuales, entre universidades y centros de investigación en forma de congresos. Precisamente quiero dedicar unas palabras de homenaje a Manuel Fuentes, pues tristemente nos ha dejado este año en febrero. Licenciado en Ciencias Físicas por la Complutense de Madrid, y doctorado en la Universidad de Sheffield (Inglaterra) en 1971 y posteriormente en la Universidad Complutense de Madrid en 1978. Fue él hace cuarenta años, con gran visión de futuro, quien junto con José María Bastero fundaron el CEIT como centro asociado a la Escuela de Ingenieros de la Universidad de Navarra. Y como he mencionado previamente, padre del Grupo Español de Fractura. Desde aquí le estaremos siempre agradecidos.

En 2006, el Grupo Español de Fractura se constituyó en sociedad, fundándose la Sociedad Española de Integridad Estructural SEIE-GEF, y continuando la labor de realizar congresos anuales en su temática. Estas reuniones anuales de la sociedad, en algunos años no solo fueron españolas, sino que incluso varias se hicieron hispano-lusas con la participación de nuestros homónimos portugueses. Esta es una de ellas, en particular la cuarta vez que se realiza una conferencia conjunta entre los dos países hermanos en territorio portugués. Estas han sido los congresos de Braga (1978), Luso (1996) y Porto (2010) y el presente en Coimbra (2022).

La organización del presente congreso, *5th Iberian Conference on Structural Integrity*, ha corrido a cabo de Luis Filipe Borrego, ayudado por José Martins Ferreira. Quiero destacar su gran labor y empuje, pues esta organización no ha sido solo el trabajo de un evento anual. Luis Filipe se ofreció en 2019 a encargarse del siguiente evento anual, y por ello se le asignó la organización del congreso anual para el caprichoso año 2020, comenzando a trabajar en ello entonces. Como todos sabéis, unas semanas antes de su comienzo tuvo que ser suspendido por la pandemia de COVID-19, y se pospuso para el año 2021. Un año más tarde, debido a la persistencia de la situación, ese año también tuvo que ser cancelado. Y finalmente pudimos celebrarlo de forma presencial en 2022.

Él siempre tuvo empuje y persistencia y finalmente su trabajo fue un éxito que culminó en la primavera de 2022 con el congreso hispano-luso de Coimbra (2022). Podría decirse que sin duda ha sido la organización más larga de todos nuestros congresos anuales, pues esta ha sido una tarea de persistencia en condiciones muy difíciles durante tres largos años. Este congreso celebrado en Portugal ha sido la primera reunión presencial que hemos podido celebrar después de la pandemia. Debido a la situación había muchas dudas de la posible acogida y participación. Sin embargo, ha sido un éxito. En la presente revista se recogen los 73 trabajos escritos que se han enviado, distribuidos en dos volúmenes de la presente revista, números 3 y 4 del año 2022.

Quiero destacar también el enorme trabajo y empuje de la junta directiva de la sociedad. La dedicación durante muchos días, horas interminables, reuniones antes presenciales y virtuales. Quiero mencionar en especial a Alicia Salazar, Cristina Rodríguez, Jesús Manuel Alegre, Eugenio Giner, Carlos Navarro Pintado, Orlando Santana, y Luis Távara, por vuestro trabajo y dedicación a esta sociedad, sin quienes estas reuniones y publicaciones no serían posibles. En especial, quiero hacer mención especial a Eugenio Giner, que durante tantos años ha sido miembro de la junta directiva y que ahora deja su puesto. Han sido muchos años apoyando a la sociedad y luchando por su éxito, por lo que estaremos siempre agradecidos por su trabajo. Su puesto en la junta lo ocupará a partir de ahora Gonzalo Ruiz, que siempre ha demostrado un fuerte compromiso con esta sociedad. También quiero hacer mención especial a María LLuisa MasPOCH, que por su reconocimiento y dedicación durante muchos años a la Mecánica de la Fractura y por su dedicación a la sociedad, ha recibido la Medalla de Fractura que se otorga anualmente.

Finalmente quiero concluir animándoos a seguir trabajando como hasta ahora, a seguir empujando con esta sociedad, continuando la tradición de celebrar un congreso anual que además de reuniones científicas constituyan una gran reunión de amigos.

Francisco Gálvez

Presidente de la Sociedad Española de Integridad Estructural SEIE-GEF

ÍNDICE (Volumen 4)

FRACTURA DE MATERIALES BIOLÓGICOS Y BIOMATERIALES	1
<i>CYCLIC MECHANICAL BEHAVIOUR OF POLY LACTIC ACID SCAFFOLDS MADE BY ADDITIVE MANUFACTURING</i>	
C. Rufo-Martín, D. Infante-García, J. Díaz-Álvarez, E. Giner, M.H. Miguélez.....	3
<i>BIOMECHANICAL DAMAGE ESTIMATION ON HARD AND SOFT TISSUE DUE TO BALLISTIC IMPACT WITHOUT PENETRATION</i>	
S. Gómez-Martínez, R. de Santos, D. Infante-García, M. Marco.....	9
<i>IMPROVEMENT OF AN ADDITIVELY MANUFACTURED SUB-PERIOSTAL JAW IMPLANT IN EDENTULUS MAXILA BY FE MODELS OF MAXILLARY BONE</i>	
M. Preciado, J. Calaf, P.M. Bravo, R. Perera, A. Carnicero.....	15
<i>ANÁLISIS NUMÉRICO DE LA RECONSTRUCCIÓN DEL LIGAMENTO CRUZADO ANTERIOR: INFLUENCIA DEL DIÁMETRO DEL TÚNEL TIBIAL</i>	
C. Quintana, C. Rodríguez, C. Betegón, A. Maestro	21
<i>CLASIFICACIÓN DE LOS EVENTOS DE RUPTURA MOLECULAR ENTRE ESTREPTAVIDINA Y BIOTINA MEDIDOS MEDIANTE MICROSCOPIA DE FUERZA ATÓMICA DE AFINIDAD</i>	
D. Corregidor, R. Tabraue, L.Colchero, R.Daza, M.Elices, G.V.Guinea, J. Pérez-Rigueiro ...	27
FRACTURA DE MATERIALES CERÁMICOS Y PÉTREOS	33
<i>TENSIÓN DE FRACTURA DE MATERIALES CERÁMICOS MEDIANTE ENSAYOS SMALL PUNCH</i>	
C. Baudín, C. Quintana, J. Belzunce, C. Rodríguez	35
<i>NUEVO MODELO PARA EL CÁLCULO DE LA RESISTENCIA A FLEXOTRACCIÓN EN HORMIGÓN REFORZADO CON FIBRAS DE ACERO</i>	
Á. De La Rosa, G. Ruiz	41
<i>MADURACIÓN POR FATIGA EN UN MORTERO DE CAL HIDRÁULICA NATURAL</i>	
L. Garijo, A. De La Rosa, J.J. Ortega, G. Ruiz	47
<i>MADURACIÓN Y AUMENTO DE RESISTENCIA EN HORMIGÓN POR EL EFECTO DE CARGAS CÍCLICAS</i>	
J. J. Ortega, Á. De La Rosa, G. Ruiz, F. J. Rubiano, Á. Castillo.....	51

<i>MECANISMOS DE ENDURECIMIENTO EN EL VIDRIO REFORZADO CON PLAQUETAS. IMPLEMENTACIÓN NUMÉRICA DEL CRITERIO ACOPLADO: APROXIMACIÓN ASINTÓTICA DE AJUSTE</i> S. Jiménez-Alfaro, D. Leguillon	57
---	----

FRACTURA DE MATERIALES METÁLICOS	63
---	-----------

<i>FRACTESUS: FRACTURE MECHANICS TESTING OF IRRADIATED RPV STEELS BY MEANS OF SUB-SIZED SPECIMENS</i> M. Sánchez, S. Cicero, B. Arroyo	65
---	----

<i>ANÁLISIS DE LA FRAGILIZACIÓN DE UN ACERO INOXIDABLE DÚPLEX EN CONTACTO CON HIDRÓGENO MEDIANTE ENSAYOS DE TRACCIÓN CON PROBETAS LISAS Y ENTALLADAS</i> V. Arniella, J. Belzunce, C. Rodríguez.....	71
---	----

<i>INFLUENCE OF POROUS DAMAGE ON FATIGUE CRACK GROWTH</i> E. R. Sérgio, F. V. Ventura, D. M. Neto	77
--	----

<i>FATIGUE DAMAGE ASSESSMENT AND DETECTION IN NOTCHED COMPONENTS BASED ON PHENOMENOLOGICAL MODELS AND OPERATIONAL MODAL ANALYSIS</i> N. García-Fernández, A. Álvarez-Vázquez, M. Muñoz-Calvente, F. Pelayo, M. L. Aenlle	83
---	----

<i>COMBINATION OF MICROSCALE HOLE-DRILLING AND DIGITAL IMAGE CORRELATION FOR LOCAL MEASUREMENTS OF RESIDUAL STRESSES IN METALLIC SAMPLES</i> A. Dorronsoro, J. R. Páez, J. Navarrete, A. Pan, E. Castaño, J. M. Sánchez, J. M. Martínez-Esnaola, J. Alkorta.....	89
---	----

<i>FORMING LIMIT CURVE PREDICTION WITH NEURAL NETWORK FOR NON-PROPORTIONAL LOADINGS</i> B. Erice, J. Gómez.....	95
--	----

<i>MICRODAÑO INTERCOLONIAL GENERADO POR EL TREFILADO EN ACEROS PERLÍTICOS: EFECTO SOBRE LA FRACTURA ANISÓTROP A</i> J. Toribio, J. Ayaso, R. Rodríguez, I. Balboa	101
--	-----

<i>MICRODAÑO TRANSLAMINAR GENERADO POR EL TREFILADO EN ACEROS PERLÍTICOS: EFECTO SOBRE LA FRACTURA ANISÓTROP A</i> J. Toribio, J. Ayaso, R. Rodríguez, I. Balboa	107
---	-----

FRACTURA DE MATERIALES POLIMÉRICOS Y COMPUESTOS	113
--	------------

<i>EFFECTO DEL DAÑO MECÁNICO EN EL COMPORTAMIENTO A FRACTURA DE PROPULSANTES SÓLIDOS DE MATERIAL COMPUESTO</i>	
M. Martínez, R. López, J. Rodríguez, A. Salazar	115
<i>INFRARED THERMOGRAPHY AND DEGRADATION PROCESS FOR OPEN-HOLE CFRP COMPOSITE LAMINATES UNDER FATIGUE</i>	
J. V. Calvo, A. R. Quiñonero, N. Feito, M. H. Miguélez, E. Giner	121
<i>EVALUACIÓN DE LA INTEGRIDAD ESTRUCTURAL DE POLÍMEROS PROCESADOS POR TÉCNICAS DE FABRICACIÓN ADITIVA MEDIANTE DIAGRAMAS DE RESISTENCIA RESIDUAL</i>	
A. J. Cano, A. Salazar, J. Rodríguez	127
<i>ENSAYO MINIATURA DE PUNZONADO PARA FLUENCIA-RECUPERACIÓN (SPCRT): ESTUDIO EXPERIMENTAL EN POLÍMEROS Y ASPECTOS ESPECÍFICOS DE SU PUESTA A PUNTO</i>	
J. Calaf-Chica, P.M. Bravo, M. Preciado	133
<i>PLA/PCL ECOBLEND: EFFECT OF PCL ADDITION ON THE TOUGHNESS OF PLA</i>	
N. León, O. O. Santana, M. Hortòs, S. Espino, M. Ll. Maspoch	139
<i>EFFECTO DEL ÓXIDO DE GRAFENO EN EL COMPORTAMIENTO MECÁNICO DE COMPUESTOS DE MATRIZ EPOXI</i>	
M. Sánchez, S. Cicero, J. Bustamante	145
<i>PROPIEDADES ANISOTRÓPICAS DEPENDIENTES DE LA VELOCIDAD DE DEFORMACIÓN EN COMPONENTES POLIMÉRICOS OBTENIDOS MEDIANTE FABRICACIÓN ADITIVA</i>	
M. Lorenzo-Bañuelos, W. Verbeeten.....	151
FRACTURA DE MATERIALES FUNCIONALES Y DE FABRICACIÓN ADITIVA	157
<i>ESTUDIO DEL FALLO A COMPRESIÓN EN ESTRUCTURAS TRIPLEMENTE PERIÓDICAS CON MÍNIMA SUPERFICIE OBTENIDAS POR FABRICACIÓN ADITIVA</i>	
R. Belda, R. Megías, M. Marco, A. Vercher-Martínez, E. Giner	159
<i>GRAPHENE OXIDE AS AN ADDITIVE TO ENHANCE THE PERFORMANCE OF CEMENT MORTARS</i>	
L. Djenaoucine, A. Picazo, M. Á. De La Rubia, J. C. Gálvez, A. Moragues.....	165
<i>EFFECTO DEL POSTPROCESADO MEDIANTE HIP A 850°C / 200MPa EN EL COMPORTAMIENTO A FATIGA DE LA ALEACIÓN Ti-6Al-4V FABRICADA MEDIANTE SLM</i>	
J. M. Alegre, R. García, A. Díaz, I. I. Cuesta	171

<i>RESISTENCIA A FATIGA DE LA ALEACIÓN SCALMALLOY FABRICADA MEDIANTE SLM</i> S. Aguado-Montero, J. Vázquez, C. Navarro, J. Domínguez	177
<i>FATIGUE CRACK PROPAGATION OF LPBF MARAGING STEEL WITH DIFFERENT DEPOSITION ORIENTATIONS</i> R. F. Fernandes, J. S. Jesus, L. Borrego, J. M. Ferreira, J. D. M. Costa.....	183
<i>INFLUENCE OF FATIGUE TESTING FREQUENCY ON FRACTURE AND CRACK PROPAGATION RATE IN ADDITIVE MANUFACTURED METALS USING THE EXTENDED FINITE ELEMENT METHOD</i> M. Awd, F. Walther	189
<i>DESIGN OF ADDITIVELY MANUFACTURED COMPONENTS BASED ON LOCALLY REPRESENTATIVE MATERIAL FATIGUE PROPERTIES.</i> S. Blasón, M. Chaudry, A. Elorriaga, M. Madia, I. Llavori, K. Hilgenberg	195
<i>INFLUENCE OF HEAT TREATMENT ON FATIGUE BEHAVIOUR OF ALSI10MG ALUMINIUM ALLOY SUBMITTED TO LASER POWDER BED FUSION</i> R. Fernandes, J.S. Jesus, R. Branco, L. Borrego, J.A.M. Ferreira, J.D.M. Costa.....	201
APLICACIONES Y CASOS PRÁCTICOS EN INGENIERÍA	205
<i>CONCRETE FOR SLIDING FORMWORK, OPTIMIZATION AND STRUCTURAL REINFORCEMENT WITH FIBRES</i> J. M. Funes, A. Picazo, J. C. Gálvez, M. G. Albert, J. Vera	207

**FRACTURA DE MATERIALES
BIOLÓGICOS Y BIOMATERIALES**

CYCLIC MECHANICAL BEHAVIOUR OF POLY LACTIC ACID SCAFFOLDS MADE BY ADDITIVE MANUFACTURING

C. Rufo-Martín^{1*}, D. Infante-García¹, J. Díaz-Álvarez¹, E. Giner², M.H. Miguélez¹

¹ *Department of Mechanical Engineering, Universidad Carlos III de Madrid, Avda. de la Universidad 30, 28911 Leganés, Madrid, Spain*

² *Instituto Universitario de Ingeniería Mecánica y Biomecánica – I2MB, Department of Mechanical and Materials Engineering, Universitat Politècnica de València. Camino de Vera, 46022 Valencia, Spain*

* Contact person: crufo@ing.uc3m.es

RESUMEN

En este trabajo se analiza el comportamiento mecánico cíclico de *scaffolds* de ácido poliláctico (PLA) fabricados mediante impresión 3D con modelado por deposición fundida (FDM). El PLA es un polímero biodegradable con propiedades similares al hueso humano con el que es posible obtener geometrías reticulares mediante FDM, que faciliten la oseointegración, así como ajustar sus propiedades mecánicas dependientes de la arquitectura de la red y del proceso de fabricación.

El estudio se enfoca en la evolución de la respuesta tensión-deformación durante fatiga a bajos ciclos de distintas arquitecturas reticulares de *scaffolds*. Para ello, se fabricaron mediante FDM estructuras cúbicas con distintas morfologías de poro. Se llevaron a cabo experimentos con carga monotónica y cíclica para analizar la evolución tensión-deformación. Los resultados se compararon con ensayos encontrados en la literatura sobre el hueso trabecular bovino ante esfuerzos de compresión cíclicos. Este tipo de tejido ha demostrado presentar un comportamiento mecánico similar al humano por lo que se utiliza para validar el comportamiento del PLA como implantable y/o simulante de hueso humano. Se observó que los *scaffolds* de PLA fabricados con FDM presentan en los resultados de los ensayos, tendencias similares a las que presenta el hueso.

PALABRAS CLAVE: impresión 3D, PLA, *scaffolds*, simulante de hueso.

ABSTRACT

In this work, an analysis of the cyclic mechanical behaviour of polylactic acid PLA scaffolds based on additive manufacturing via material extrusion (FDM) is presented. PLA is a biodegradable polymer suitable for 3D printing to obtain reticular architecture proper for osteointegration and with mechanical properties close to human bone, thus it is an interesting option for bone replacement and bone simulants.

This research is focused on the evolution of stress-strain response during low cycle straining for different scaffold geometries. For that purpose, several cubic structures with diverse pore morphology are manufactured with a fused deposition modelling 3D printer. Then, monotonic and cyclic compressive loads are applied in order to assess the stress-strain cyclic evolution. In some cases, specimens were tested until failure. The results are compared to experimental results found in the literature for trabecular cow bone specimens tested under cyclic loading compression. This bone tissue presents similar mechanical performance to human.

The comparison with these experimental results showed that PLA manufactured through material extrusion has shown bone-like mechanical performance.

KEYWORDS: 3D printing, PLA, *scaffolds*, bone simulants.

1. INTRODUCTION

Medicine has recently evolved towards the idea of regeneration instead of repairment. This change of paradigm promoted the development of new tissue-engineered devices, scaffolds included. These structures can be understood as matrices in which cells are expected to be located, pre or post implantation, in order to substitute damaged body tissues. Due to their physiological function and composition, bone scaffolds have received wide attention in tissue engineering [1].

Early trends in scaffold manufacturing relied mainly on chemical processes such as electrospinning or gas foaming. Nevertheless, additive manufacturing has been established as the standard due to its simplicity and accessibility [2]. Among all additive manufacturing techniques, fused deposition modeling (FDM) has been widely explored although it may present size limitations for some applications, not being able to create complex microstructures [3].

Bone scaffolds, however, do not require such geometries. Many authors have studied the viability of pore size and

reached consensus for characteristic dimensions in the range of 100-900 μ m to promote osteogenesis and vascularization [4-5]. Besides geometric considerations, these scaffolds are also expected to fulfill more requirements: being biocompatible, having proper surface characteristics for cell attachment, mechanically behaving as similar as possible to actual bone tissue and being biodegradable in some circumstances [5].

All those criteria are accomplished, using proper manufacturing route, by polylactic acid (PLA). Not only this bioabsorbable thermoplastic is easy to be 3D printed and well-known in the rapid prototyping community but also approved by the Food & Drug Administration for many medical uses [6]. Nonetheless, full comprehension of its mechanical behavior alongside 3D printing effects are far to be completely explained in literature. Specifically, it is well known that monotonic loading is not enough to characterize the stress-strain relationships of polymers under fluctuating loads when cyclic softening happens [7].

In this work, the pore size effect in the mechanical behavior of three PLA scaffold designs has been studied through compressive monotonic tests and compression-compression cyclic loading tests. All structures fulfill geometric tissue requirements in terms of pore size.

2. MATERIALS AND METHODS

2.1. Materials and manufacturing

In order to assess the monotonic and cyclic behavior of PLA scaffolds, porous structures were 3D printed via FDM using Ender 3 Pro printer from Creality. In addition, specimens without pores were printed in order to characterize the stress-strain behaviour of raw material (see figure 1).

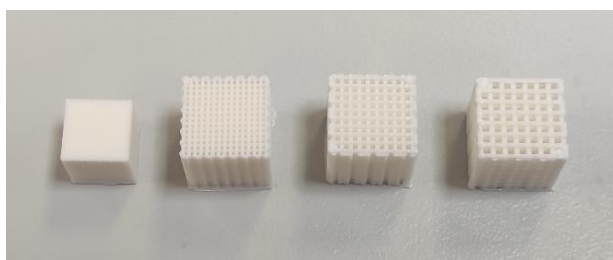


Figure 1. From left to right: Solid cube and scaffold specimens with a pore side length of 0.4, 0.6 and 0.8 mm respectively.

Specimens were manufactured according to the specifications described in ISO 604:2002 Compressive Properties of Plastics. The cubic models prepared for slicing with commercial software Cura had principal dimensions of 9x9x9mm for raw material characterization (solid cube) and 12x12x12mm for scaffolds. Note that solid cubes made for raw material characterization were sliced with a 100% infill density.

In figure 2, the preview of a sliced specimen model with pore size of 0.8 mm is shown as an example.

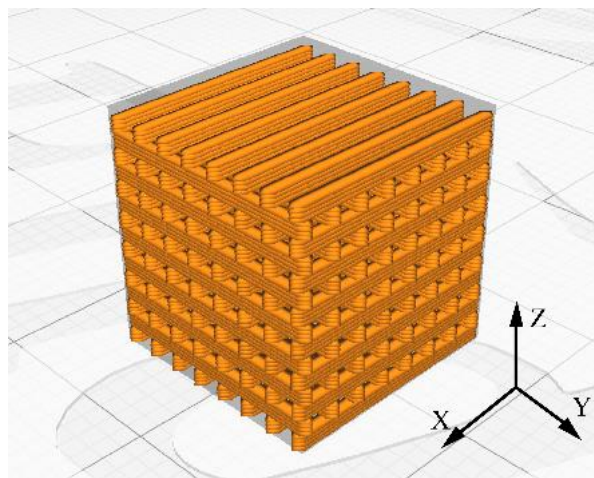


Figure 2. Preview of a scaffold with pore size 0.8 mm sliced with Cura.

Scaffold distinctive grid-like shape (see figure 2) was achieved simply by tailoring FDM printing parameters. Density was 50% in all scaffolds while different suitable pore sizes were studied. Also, a layer with height of $H=0.2$ mm was kept constant. Three pore sizes were studied: rectangular pores with a side length of 0.4, 0.6 and 0.8mm. It was needed to carefully establish the distance between adjacent line depositions L and extrusion line width W , which can be observed in the XY view of figure 3.

Also, the creation of the grid consisting of alternating layers printed with raster orientations of 0° and 90° with respect to X axis it is needed (detailed printing configuration in table 1). Furthermore, the generation of the proper pore height in the Z direction was achieved by introducing more layers in the same raster orientation (XZ view of figure 3). Additionally, solid cubes were manufactured alternating orientation of only one layer at 0° and another at 90° to minimize internal voids and marked orthotropic behavior.

Table 1. Specimens 3D printing parameters.

Sample	W [mm]	L [mm]	Stacking sequence of raster orientation layers
100%	0.4	0.4	[0, 90]
W04	0.4	0.8	[0, 0, 90, 90]
W06	0.6	1.2	[0, 0, 0, 90, 90, 90]
W08	0.8	1.6	[0, 0, 0, 0, 90, 90, 90, 90]

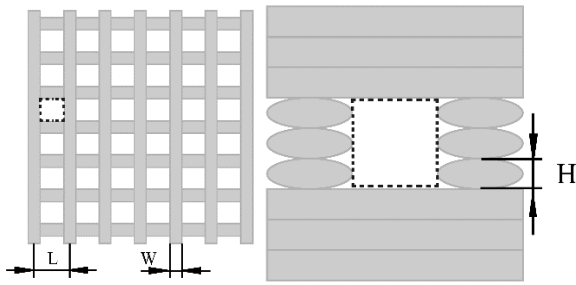


Figure 3. Scheme of a 0.6mm pore scaffold with its characteristic geometric parameters and layer stacking. On the left XY plane. On the right XZ plane. Dotted lines delimit the theoretical pore shape.

2.2. Compressive monotonic tests

The specimens made with 100% density and those generated with three pore sizes were tested under compressive monotonic loading with a universal testing machine Instron 3366. Load was applied in two orthogonal directions: the layer stacking normal (FZ) and parallel (FXY) to the loading axis (see figure 4). The crosshead velocity was set at 3mm/min. Eight tests were performed. All tests were recorded with a portable optical microscope.

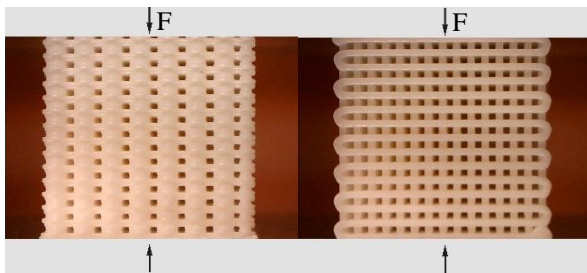


Figure 4. A 0.4mm-pore scaffolds in the different testing orientations. Left FZ, right FXY.

2.3. Cyclic compression tests

The specimens were also tested under cyclic controlled displacements. Three loading cycle were tested: from a displacement corresponding to a maximum compressive strain of 3, 5 and 10% to zero displacement. Tests were interrupted after 30 cycles. In this case, specimens were tested only in FZ orientation.

2.4 Test summary

One test was carried out per configuration. A compendium of all performed tests is displayed in table 2.

Table 2. Test matrix. Note that orientation refers to load direction with respect to printing orientation.

Test	Specimen	Orientation
Monotonic	W04_L04	FZ
	W04_L04	FXY
	W04_L08	FZ
	W04_L08	FXY
	W06_L12	FZ
	W06_L12	FXY
Cyclic $\Delta\epsilon=3\%$	W08_L16	FZ
	W08_L16	FXY
	W04_L08	FZ
Cyclic $\Delta\epsilon=5\%$	W06_L12	FZ
	W08_L16	FZ
	W04_L08	FZ
Cyclic $\Delta\epsilon=10\%$	W06_L12	FZ
	W08_L16	FZ
	W04_L08	FZ

3. RESULTS AND DISCUSSION

3.1. Compressive monotonic tests

Stress-strain curves from compression tests at FZ are shown in Figure 5. Although scaffolds had around 50% density, strength was reduced more than half of that observed for solid cubes, from nearly 70MPa to 10-15MPa.

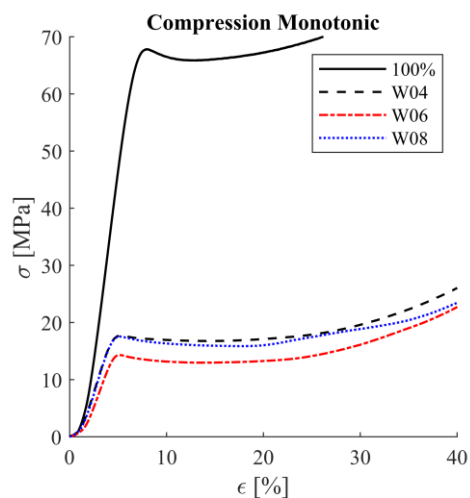


Figure 5. Stress-strain relationships for solid, 0.4, 0.6 and 0.8mm pore scaffolds at FZ.

Figure 6, show the results for FXY tests. Toe region, the initial non-linear region in graphs, was less steep due to not having completely planar surfaces, but its length was increased greatly. The quasi-linear region before severe plastic flow changed in comparison with FZ tests, slope was reduced but yield stress was considerably higher, almost 80MPa for solid cubes and around 20-15MPa for scaffolds. Once scaffold specimens reached the plastic region, some peaks appeared, matching with layers debonding. Note that this phenomenon only happened in FXY tests.

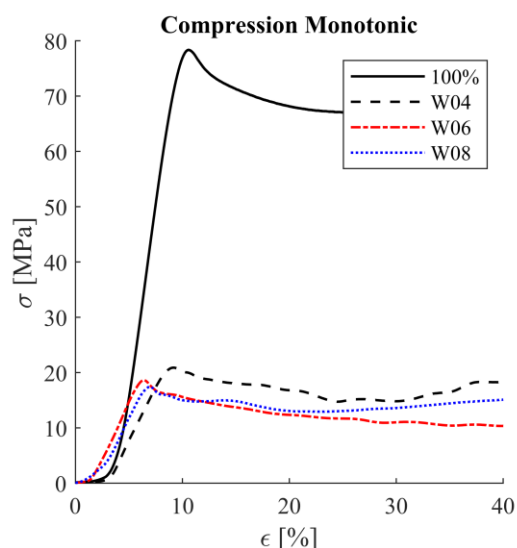


Figure 6. Stress-strain relationships for solid, 0.4, 0.6 and 0.8mm pore scaffolds at FXY.

Elastic modulus was found to behave different as well. For solid cubes and FZ it is 1.25GPa while for FXY only 0.97GPa. The apparent modulus for was found to be: 0.42-0.41GPa for FXY and 0.55-0.46GPa for FZ.

Nevertheless, specimens showed similar tendencies in both FZ and FXY: a toe region followed by a stable linear regime until the stress limit is reached. Following that point, samples continued deforming steadily and no apparent complete failure was observed in any case. This ductile behavior under compression (examples displayed in figure 7) appeared even in this polymer, which is rather brittle under tensile loads.

In the following images, differences between FXY and FZ tests along time can be observed. In the first instant for FZ, at $\epsilon=4.3\%$ the scaffold is entering plastic region and the damage is focused on the external beams constituted by same-orientation filaments. In the second instant, at $\epsilon=40\%$, the scaffold has experimented a huge reduction in height and the exterior structure starts buckling due to friction forces with compression platens giving place to barreling effect. The FXY failure mode is different: those filaments aligned with the loading axis appear to withstand most of the force until they locally buckle close to the compression platen and perpendicularly-oriented filaments start piling. In the

first instant, at $\epsilon=8\%$, scaffold is starting to experience plastic deformations, with some buckling at the bottom. In the second instant, at $\epsilon=17.5\%$, stress levels have been lowered corresponding to one of the peaks associated with one layer of perpendicularly-oriented filaments being flattened.

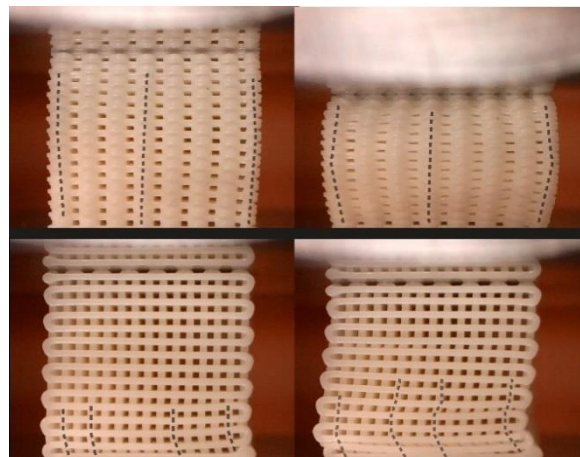


Figure 7. 0.4mm-pore failure. Upper row FZ at $\epsilon=4.3\%$ and $\epsilon=40\%$. Bottom row FXY at $\epsilon=8\%$ and $\epsilon=17.5\%$.

Stress-strain relationships for scaffolds did not yield same values for all scaffolds nor a direct link between them. This could be either due to 3D printing variability, since it is a manufacturing method with less repeatability than traditional techniques, or even because of real density of scaffolds not correlating to theoretical one.

Stress values recorded match quite well with experiments found in the literature. These scaffolds presented yield stresses of 10-20MPa, which agree with Fatihhi et al. [8] data about bovine trabecular bone. They stated that the monotonic compressive ultimate stress was around 14.22MPa. Misch et al. [9] found that trabecular bone in human mandible could withstand up to loads of 10.44MPa, which is quite close to 0.6mm and 0.8mm pore scaffolds.

3.2. Cyclic compression tests

Cyclic results for solid specimens are displayed in figure 9. Due to the material flexibility, it is possible to reach $\Delta\epsilon=5\%$ without experiencing severe plastic deformation. For $\Delta\epsilon=10\%$ it is visible a plateau region where the specimen is starting to experience severe plastic deformation. However, it can be observed that even for cycles with $\Delta\epsilon=3\%$ all the deformation is not recovered just immediately upon unloading and some permanent deformation remains. Note that strain ratio changes throughout a test, because some plastic deformation is accumulated in each cycle and the compression platens cannot transmit tensile loads. In addition, stress relaxation phenomenon was observed in all samples tested.

Scaffolds showed a similar cyclic behavior to solid specimens, as depicted in figure 10, although they started presenting ductile behaviour for $\Delta\epsilon=10\%$ at much lower stress values. Also, they had bigger drops of maximum stress throughout a test, which hints that reducing density not only affects directly its strength but the material relaxation evolution.

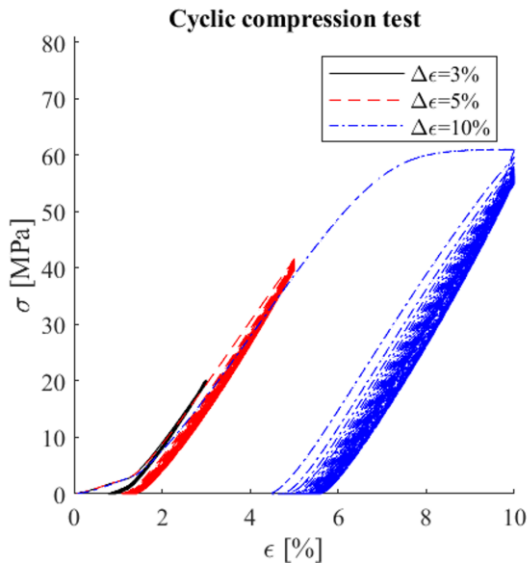


Figure 9. Stress-strain relationships during 30 cycles for solid specimens at $\Delta\epsilon=3, 5$ and 10% .

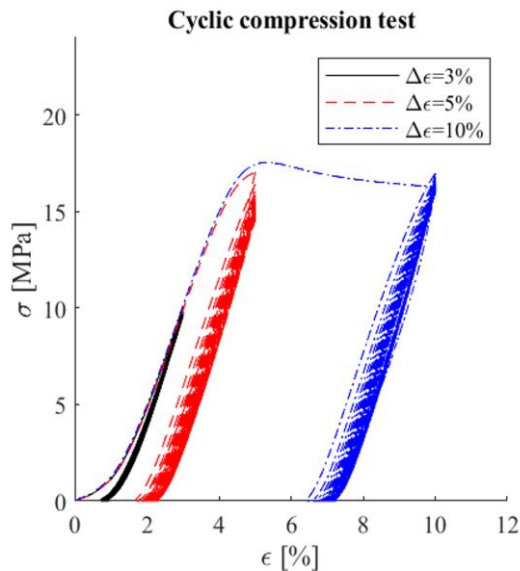


Figure 10. Stress-strain relationships during 30 cycles for 0.8mm pore scaffolds at $\Delta\epsilon=3, 5$ and 10% .

Hysteresis low-cycle graphs in all cases were similar in terms of correspondence with monotonic results and relaxation. For 3% compressive strain the whole behavior is linear for both solid and scaffold specimens since yield point is not reached, although some permanent deformation was achieved as commented previously. This outcome manifests that even in the

quasi-linear region, some plastic deformation is produced and the actual yield stress may be lower. On the other hand, for a 10% maximum strain, there is a stagnation region during first cycle due to plastic deformation. In the following cycles there is not much severe plastic region, since it has already reached $\Delta\epsilon=10\%$.

A significant relaxation was noticed, which is represented much clearer in figure 11, with a reduction of about 2-15% of maximum stress. Note that curves were normalized to the maximum stress value obtained during the first cycle $\sigma_{\max,0}$.

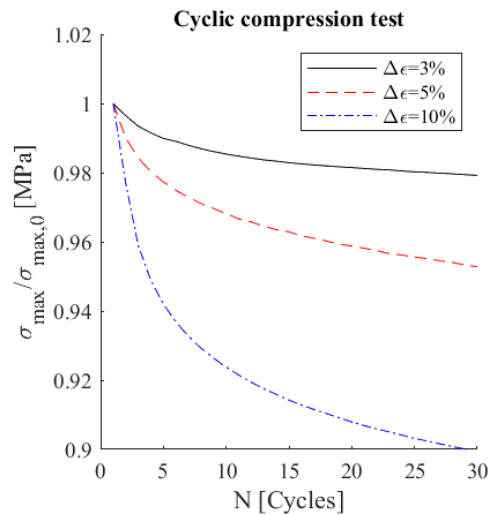


Figure 11. Stress relaxation for solid specimens.

Figure 12 shows the relaxation phenomenon for scaffolds with pore size of 0.4 mm. In this case, it is observed that the maximum stress relaxation phenomenon happened for the cyclic test with a 5% maximum strain. The main reason for this outcome may be that at strain 5% the loading cycle matches just the point where severe plastic flow starts. In this case, the stress decreased almost 15% in 30 cycles.

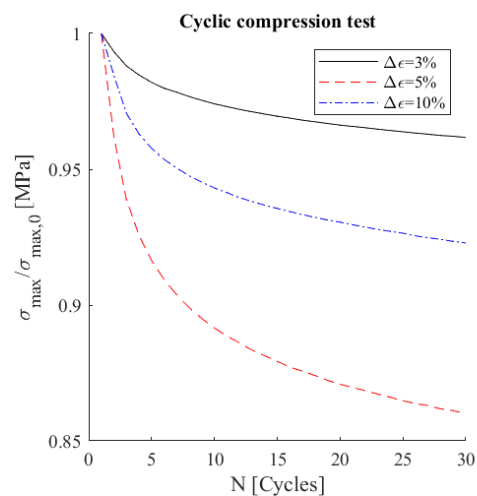


Figure 12. Stress relaxation for 0.4mm pore scaffolds.

Trabecular bone in Fatihhi et al. [8] article, showed failure at $\epsilon=2.08\%$, about 50% ultimate compressive stress and 11 cycles. Compared with this present work, scaffolds could withstand those loads. However, future work will require the determination of nominal stress amplitude vs. cycles until failure diagrams under biomechanical equivalent loads and conditions to fully validate its implementation in clinical trials.

CONCLUSION

Full dense and porous PLA scaffolds were studied in monotonic and cyclic compressive conditions to analyze mechanical behavior equivalent to trabecular bone for tissue regeneration applications. Both monotonic and cyclic experimental results yielded values quite similar to those found in literature for bovine bone, close to human bone in terms of mechanical behaviour. As far as the study was developed, all types of scaffolds showed reasonable behaviour to be considered for bone regeneration applications. Nevertheless, further improvement requires future work to resemble human-gait conditions and evaluate the effects of frequency in low cycle fatigue response for this type of polymer.

ACKNOWLEDGEMENTS

The authors gratefully acknowledge the funding support received from the Spanish Ministerio de Ciencia e Innovación for funding the projects PID2020-118480RB-C21 and -C22, PDC2021-121368-C21 and -C22, and Generalitat Valenciana through the programme PROMETEO/2021/046.

REFERENCES

- [1] B. Smith, D. Grande. The current state of scaffolds for musculoskeletal regenerative applications. *Nat Rev Rheumatol* (2015) 11:213–222.
- [2] A. Eltom, G. Zhong, A. Muhammad. Scaffold techniques and designs in tissue engineering functions and purposes: a review. *Adv. Mater. Sci. Eng.* (2019) 2019:1-13.
- [3] Y. Yang, G. Wang, H. Liang, C. Gao, S. Peng, L. Shen, C. Shuai. Additive manufacturing of bone scaffolds. *International Journal of Bioprinting* (2019) 5(1):148.
- [4] E. Barua, A. B. Deoghare, S. Chatterjee, P. Sapkal. Effect of ZnO reinforcement on the compressive properties, in vitro bioactivity, biodegradability and cytocompatibility of bone scaffold developed from bovine bone-derived HAp and PMMA. *Ceramics International* (2019) 45: 20331-20345.
- [5] A.P. Moreno Madrid, S.M. Vrech, M.A. Sánchez, A.P. Rodríguez. Advances in additive manufacturing for bone tissue engineering scaffolds. *Materials Science and Engineering: C* (2019) 100: 631-644.
- [6] M. Alizadeh-Osgouei, Y. Li, A. Vahid, A. Ataei, C. Wen. High strength porous PLA gyroid scaffolds manufactured via fused deposition modeling for tissue-engineering applications. *Smart Materials in Medicine* (2021) 2:15-25.
- [7] S. Rabinowitz, P. Beardmore. Cyclic deformation and fracture of polymers. *Journal of materials science* (1974) 9:81-99.
- [8] S.J. Fatihhi, A.A.R. Rabiatal, M.N. Harun, M.R.A. Kadir, T. Kamarul, A. Syahrom. Effect of torsional loading on compressive fatigue behaviour of trabecular bone. *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials* (2016) 54: 21-32.
- [9] C.E. Misch, Z. Qu, M.W. Bidez. Mechanical properties of trabecular bone in the human mandible: Implications for dental implant treatment planning and surgical placement. *Journal of Oral and Maxillofacial Surgery* (1999) 57:700-706.

BIOMECHANICAL DAMAGE ESTIMATION ON HARD AND SOFT TISSUE DUE TO BALLISTIC IMPACT WITHOUT PENETRATION

S. Gómez-Martínez^{1*}, R. de Santos¹, D. Infante-García¹, M. Marco¹

¹ Mechanical Engineering Department.
Universidad Carlos III de Madrid.
Avda. de la Universidad 30, 28911 Leganés-Madrid (Spain)
*Persona de contacto: sagomez@ing.uc3m.es

RESUMEN

Los impactos balísticos sobre torso humano sin penetración pueden producir daños severos y el fallecimiento del portador. El trauma y la onda de presión pueden ocasionar la rotura de costillas y el daño en órganos internos. Para el estudio del daño ocasionado son necesarios modelos numéricos constituidos por simulantes validados. La gelatina balística se utiliza habitualmente como simulante de tejidos blandos. Se ha empleado un modelo visco-hiperelástico para simular la respuesta de la gelatina frente a condiciones dinámicas. Este modelo permite simular grandes deformaciones considerando la dependencia de la velocidad de deformación. Los parámetros del modelo del material fueron ajustados a resultados experimentales de la literatura empleando algoritmos genéticos. La malla del tórax de un varón del percentil 50 fue importada del modelo THUMS desarrollado por Toyota, que incluye la mayoría de los tejidos y órganos internos. Un chaleco balístico de polietileno de alto peso molecular fue incluido en el modelo y se realizaron varios impactos balísticos en diferentes localizaciones. Como se esperaba, las tensiones en el tejido óseo decrecen con la distancia al punto de impacto. El riesgo de daño en un órgano o de fractura de costillas aumenta cuando éste se encuentra próximo al impacto.

PALABRAS CLAVE: Daño biomecánico, Simulante de tórax, Impacto balístico, Gelatina balística y Método de elementos finitos

ABSTRACT

Ballistic impacts on human thorax without penetration can produce severe injuries or death of the carrier. Trauma and wave pressure can lead to ribs fracture and damage to internal organs due to the kinetic energy absorbed by the thorax. A numerical model constituted of validated simulants is needed to study the damage. Ballistic gelatine is widely used in literature as a simulant for soft tissue in dynamic experiments. A visco-hyperelastic material model has been used to simulate the mechanical response of gelatine under dynamic conditions. This model allows simulating large deformations considering the strain rate dependence behaviour of ballistic gelatine. Material model parameters were calculated by fitting to experimental results of literature using genetic algorithms. The mesh of the thorax from a 50th percentile male was imported from the THUMS model of Toyota, which includes the differentiation of most of the tissues and internal organs. A bulletproof vest made of ultra-high molecular weight polyethylene was included in the model and several ballistic impacts were simulated at different impact locations. As expected, stresses at bone tissue decrease with the distance to the impact point. The risk of damage in an organ or ribs fracture increases when impact is produced near it.

KEYWORDS: Biomechanical damage, Thorax simulant, Ballistic impacts, Ballistic gelatine and Finite element model

INTRODUCTION

Although bulletproof vests can prevent the penetration of ballistic projectiles on human thorax, damage caused by non-penetrating impacts may occur due to high trauma or pressure waves on soft biological tissues. Principal injuries in thorax due to high energy impacts are rib fractures and internal organ injuries [1]. Rib fractures by themselves are not a fatal injury, although chipped rib surfaces can punch vital organs, such as lungs. The

number of broken ribs after an impact is related to the magnitude of chest deflection [2]. If several consecutive ribs are fractured due to a severe blunt impact to the chest, instability of the chest wall can be caused, which is named flail chest. Lung laceration could lead to simple pneumothorax or persistent airway leak, while a unilateral lung contusion is considered as a serious injury, and it is graded to severe for bilateral contusions. The biomechanical response of human thorax under non-penetrating ballistic impact can be determined by means

of experimental testing with *post-mortem* human subjects or anthropomorphic test devices. Furthermore, human and human surrogate computational models are also assessed to predict biological injuries and establish biomechanical response corridors. Experimental testing in soft biological tissues is necessary for the development of numerical models able to predict damage in vital organs. Regarding soft tissue, ballistic gelatine is one of the simulants most used, especially in ballistic impact and forensic sciences. In quasistatic analyses, its behaviour can be described through hyperelastic models, but for high-velocity studies, strain rate dependence must be considered with viscoelastic properties. Low-velocity tests (<30 m/s) are usually developed in drop tower equipment or regular split Hopkinson bar. On the other hand, for high deformation rate characterization of ballistic gelatine at nominal strain rates up to 4000 s⁻¹, a polymer split Hopkinson bar is required due to its low impedance [3]. Note that strain rates in gelatine due to impacts are expected to be in the range 10³-10⁴ s⁻¹ [4]. Stress-strain curves obtained from Hopkinson bar tests are necessary to develop and calibrate the material constitutive law [5].

Determination of the parameters for visco-hyperelastic material constitutive laws is not a simple task which can be carried out using different strategies [6,7]. For instance, Barrientos et al. proposed a method using optimization algorithms and curve fitting [7]. Genetic algorithms may help to the constant estimation for the constitutive material laws. With this technique, it is possible to solve complex problems, including curve fitting and optimization, in an efficient way, being able to adjust parameters such as number of generations, error function, etc.

Biomechanical damage in human thorax due to ballistic impact without penetration has been commonly estimated by means of numerical models. Some authors have been able to estimate the peak pressure or accelerations in vital organs due to different impact positions [8], without considering trauma or bone fracture. Surrogates have also been made to compare experimental values with numerical results [9] or animal bodies [10]. From this works it is concluded that pressure wave can be critical on vital organs, energy impact can produce bone fracture such as rib fracture and the impact location can be crucial for the carrier's damage.

In this work, we have developed a human thorax numerical model to study the biomechanical effects of ballistic impacts without penetration in hard and soft biological tissues. To achieve this goal, a constitutive law for ballistic gelatine has been calibrated through differential evolution (DE) genetic algorithms and experimental data from literature. Ultra-high molecular weight polyethylene has been used as bulletproof vest to avoid ballistic penetration. Simplified models of ballistic impact on ballistic gelatine with bone have been developed to study the pressure wave and the bone risk

fracture. Finally, several impacts on different locations have been modelled on the human thorax in order to assess rib fracture.

MATERIAL AND METHODS

2.1. Constitutive laws for ballistic gelatine

Ballistic gelatine was modelled as a visco-hyperelastic material. Hyperelastic model is used for large-strain nonlinear materials avoiding convergence problems and viscoelastic model provides strain rate dependence behavior. Experimental tests from the literature [5] show the high strain rate dependence of this material. In ballistic impacts, strain rate of the gelatine changes along the specimen and over time. Consequently, it is important the use of a strain rate dependent model as the viscoelastic. In this work, ballistic gelatine has been considered as an incompressible material.

$$\sigma_i = \lambda_i \frac{\partial W}{\partial \lambda_i} \quad (1)$$

The hyperelastic model chosen for this work is the Mooney-Rivlin (M-R). This model is considered as a phenomenological constitutive law, whose calibration can be seen somehow as a polynomial curve fitting to experimental stress-strain data. It is principally used because of its good correlation to experimental tests. M-R is based on the strain energy as equation (1) shows, considering the relation between the derivative of the strain energy and the principal Cauchy stress.

$$W = \sum_{i=0}^m \sum_{j=0}^l C_{ij} (I_1 - 3)^i (I_2 - 3)^j + D(J - 1)^2 \quad (2)$$

σ is the principal Cauchy stress, W is the strain energy and λ the stretch ratio. M-R models calculate the strain energy as a sum of the invariants, as it is shown in equation (2), where I are the invariants, C_{ij} and D are the constants of the M-R model, m and l determinate the number of terms of the polynomial and J is the square of the Jacobian.

$$\sigma(t) = \sigma_{elas}(t) + \sigma_{vis}(t) = \int_0^t \left(E_0 + \sum_{i=1}^n E_i e^{-\frac{(t-u)}{\tau_i}} \right) \dot{\epsilon} du \quad (3)$$

Viscoelastic model is defined by a Prony series expansion of the dimensionless relaxation modulus and n terms. Stress is the sum of the elastic and the viscous component. The elastic component depends on strain but the viscous depends on the strains over time as can be seen in equation (3), where E_0 is the elasticity modulus, $\dot{\epsilon}$ the strain rate and n , E_i and τ_i are respectively the number of terms, the elasticity modulus and the relaxation time of each Prony series. The integral should start at the beginning of any strain.

Visco-hyperelastic equations (based on M-R hyperelastic and Prony series visco model) for a uniaxial compression test with large-strain formulation was implemented in Python.

2.2. Genetic algorithm

The algorithm used in this research is the DE algorithm, which was first published in 1997 by R. Storn and K. Price [11]. DE is a heuristic method for local optimization of continuous surfaces. The code developed in this work was based on Rodríguez Mier [12]. The goal of the algorithm is to find the best possible combination of the N parameters that can influence the problem to be solved. In this case, the parameters are the coefficients of the Prony series (n , G_1 , τ_1 , G_2 and τ_2) and M-R constitutive model (C_{10} and C_{01}).

The DE algorithm needs an objective function that characterizes the performance of any combination of the N parameters. Each parameter can be thought as a degree of freedom, and so, a combination of those parameters can be represented as a N dimension vector, which will be referred to as an individual. In this work, the objective function is a variation of the root mean square error (RMSE) between the experimental stress-strain relationships at different strain rates and the ones obtained by the individual. Stresses for the low strain rate curve are, approximately, 500 times lower than the ones for high strain rate. To consider this variation in RMSE, a factor correction of 100 is applied to the error for low strain rate curves (4).

$$F_{obj} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (\sigma_{Exp\ hsr} - \sigma_{DE\ hsr})^2 + \sum_{i=1}^m (100 * (\sigma_{Exp\ lsr} - \sigma_{DE\ lsr}))^2}{n + m}} \quad (4)$$

Experimental data for the fitting has been obtained from [5], where compression tests were carried out to ballistic gelatine (10% weight) with a polymer Hopkinson bar at different strain rates between 2500 s^{-1} and 6600 s^{-1} .

The algorithm initializes randomly the first generation which is a set of number of population NP individuals. Note that NP is set a priori and does not change during the iteration process. Next, the performance of each individual is measured using the objective function. Once a generation has been tested, to calculate the next generation, or the next NP individuals, the DE algorithm uses three mechanisms: mutation, crossover and selection.

The mutation mechanism consists of selecting an individual, called the parent, and three other random individuals from the rest of the population. From the three randomly picked individuals, a mutant individual is obtained following:

$$x_{t,i} = x_{1,i} + F \cdot (x_{2,i} - x_{3,i}) \quad (5)$$

where $x_{1,i}$, $x_{2,i}$ and $x_{3,i}$ are the random individuals picked for parent i , F is the mutation factor, that influences the magnitude of the subtraction and $x_{t,i}$ is the mutant calculated for parent i .

The crossover mechanism mixes the parameters of the parent and the mutant with certain probability, called the crossover probability Cp , obtaining an individual called the trial individual. This means that for each of the N parameters, there is a probability of Cp that the trial vector shares that parameter with the parent, and so, a probability of $(1-Cp)$ that it shares that parameter with the mutant.

The last mechanism, the selection, consists of evaluating the performance of the trial individual using the objective function and comparing it to the performance of the parent. From these two individuals, the one that has better performance will survive for the next generation, and the other one will be deleted.

These three mechanisms need to be applied taking all the NP individuals of one generation as the parent to calculate the next generation. So, the user needs to select the objective function, the search bounds of each parameter and the following algorithm factors: number of individuals per generation, number of generations to perform the complete algorithm, number of parameters that can affect the problem, mutation factor and the crossover probability.

2.3. Impact on bone-gelatine simplified model

In order to analyze the behavior of the gelatine under ballistic impacts on a simple geometry, a finite element model with a prismatic block of gelatine and a simplified bone was developed with Abaqus. The bone is confined in a prismatic cube of ballistic gelatine protected by a bulletproof vest made by ultra-high molecular weight polyethylene (UHMWPE) which is impacted by a steel sphere. The block has a front square face of 200 mm size and the depth is 300 mm. A quarter of the geometry is modelled due to symmetry conditions (figure 1).

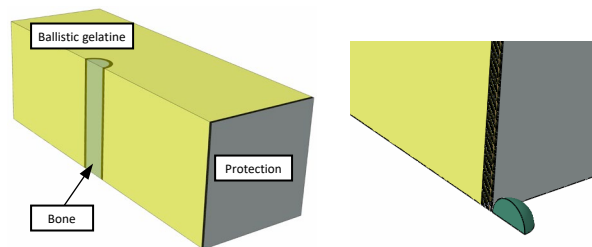


Figure 1. Geometry of the bone-gelatine simplified model (Middle position) and detail of the steel sphere.

To evaluate the differences between a hyperelastic and a visco-hyperelastic model, two different material models have been developed. The gelatine is defined as visco-hyperelastic or purely hyperelastic. The effect of the distance from the bone to the impact has been also

analyzed. For this purpose, the bone is placed at different distances to the impact surface. These models are named front, middle and back and their distance to the front surface of the block (without considering the protection) are 10 mm, 135 mm and 260 mm respectively. These variations lead to a total of six different numerical models.

Coefficients for the gelatine visco-hyperelastic model have been calculated by the genetic algorithm explained above. We have repeated the estimation using just hyperelastic material properties to compare both constitutive models, only fitting the 5700 s^{-1} curve to a pure hyperelastic M-R model.

The simplified bone is a cylinder 200 mm long and its diameter is 30 mm (see figure 1). It is modeled as an elasto-plastic material and it is divided in two sets with different material properties. The external ring of 3 mm thickness is the cortical bone and the interior is composed by trabecular bone. Their mechanical properties are: $E_{\text{cort}}=13.9 \text{ GPa}$, $\nu_{\text{cort}}=0.3$, $\sigma_{y,\text{cort}}=93.9 \text{ MPa}$, $\varepsilon_{y,\text{cort}}=0.00676$, $\sigma_{\text{ult},\text{cort}}=124.2 \text{ MPa}$, $\varepsilon_{\text{ult},\text{cort}}=0.027$ [13], $E_{\text{trab}}=40 \text{ MPa}$ and $\nu_{\text{trab}}=0.45$ [14].

The projectile is a steel sphere of 1.1 g and 6.5 mm diameter defined with Johnson Cook model properties from Bajanerjee et al. [15]. Impact velocity for this test is 420 m/s. The bulletproof vest is compound by nine independent layers modelled as 3D elements with anisotropic material properties, defined by a user subroutine [16].

The mesh is refined near the impact point and near the bone. The element size in the model varies from 0.5 mm to 4 mm, leading to a total of 1.2 million hexahedral elements (C3D8R in Abaqus).

2.3. Impact on human thorax

The geometry and mesh for the human thorax model has been obtained from THUMS model of Toyota. The model is a complex human thorax, including different organs and bone structures. The thorax is modelled with gelatine for soft tissues and cortical or trabecular bone where corresponds. Protection and impact velocities are the same than in previous model, 420 m/s. Two different impact locations have been studied, frontal to the sternum and frontal to the lateral of the 6th rib.

RESULTS AND DISCUSSION

3.1. Constitutive law for ballistic gelatine

First of all, visco-hyperelastic coefficients of the ballistic gelatine have been calibrated. DE algorithm needs some trials and optimizations of its factors. The final algorithm factors are: $NP = 50$, 1000 generations, 0.8 mutation factor and $Cp = 0.7$. We chose a M-R model of 2 parameter (C_{10} and C_{01}) because is the one allowed by

Abaqus. After some trials we noticed that 2 Prony series are enough to model Naarayan experimental curves accurately [5]. Table 1 shows the final search bounds for each parameter. The first Prony serie mainly fits high strain rate curves ($5.700 - 2.500 \text{ s}^{-1}$) and the second one the low strain rate curve (0.0107 s^{-1}).

Table 1. DE algorithm parameters bounds.

C_{10} (MPa)	C_{01} (MPa)	G_1 (MPa)	G_2 (MPa)	τ_1 (s)	τ_2 (s)
[0, 1]	[0, 1]	[0, 5]	[0, 1]	$[10^{-6}, 10^{-4}]$	$[10^{-1}, 10^4]$

Table 2. Visco-hyperelastic coefficients for ballistic gelatine.

C_{10} (MPa)	C_{01} (MPa)	G_1 (MPa)	G_2 (MPa)	τ_1 (s)	τ_2 (s)
0	$8.327 \cdot 10^{-5}$	5	0.023	$1.263 \cdot 10^{-5}$	8.803

The total time calculation for the final version of the DE algorithm was about 40 minutes and the visco-hyperelastic parameters obtained are shown in table 2. The objective function was 0.09397 MPa. The percentage difference between the 174th generation (7 minutes of running) and the final (generation 1000th) RMSE was smaller than 1%, which means a very good convergence at the beginning of the calculation.

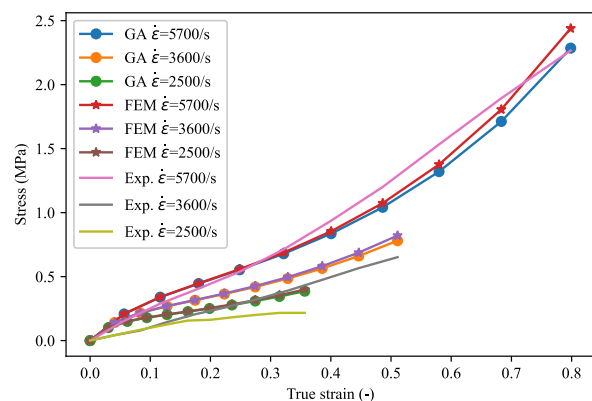


Figure 2. Stress-strain at high strain rates obtained from genetic algorithm, Abaqus and experiments [5].

To validate the constitutive model obtained we simulated the compression test in Abaqus and compare it with the experimental results and the genetic algorithm curves. Figure 2 shows the stress-true strain curves of genetic algorithm, Abaqus and experiments [5]. The fitted curves are in good agreement, especially for small and medium strains. The material modelled is able to successfully simulate the strain rate dependence of ballistic gelatine.

The DE code for the hyperelastic M-R model of the gelatine for strain rate 5700 s^{-1} runs in less than 10 minutes. The percentage difference between the 27th generation (16 seconds of running) and the final (generation 1000th) RMSE was smaller than 1%. The M-

R constants C_{10} and C_{01} are 0.2240 MPa and 0.1568MPa, respectively.

3.2. Impact on bone-gelatine simplified model

As stated above trauma is an important parameter for the study of ballistic impacts. Figure 3 shows the cavity depth produced at time 0.5 ms in the visco-hyperelastic model, which maximum value is 20.29 mm. Figure 4 shows cavity depth versus time of the six simplified models. The first 0.04 ms of the impact, cavity depth is due to inertia effects between the sphere, the bulletproof vest and the small surface of gelatine, as figure 4 shows. Then, the rigidity of the materials takes more importance. When the bone is near the impact surface, the rigidity increases and cavity depth is reduced. On the other hand, when it is far enough from the impact point, cavity depth is not affected significantly.

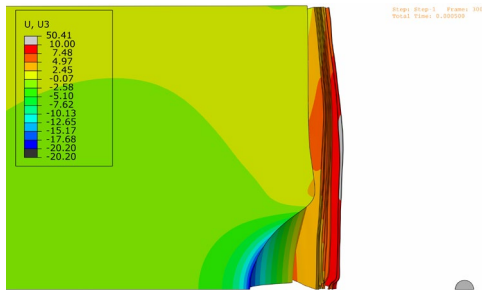


Figure 3. Cavity on gelatine at time 0.5 ms of the visco-hyperelastic model.

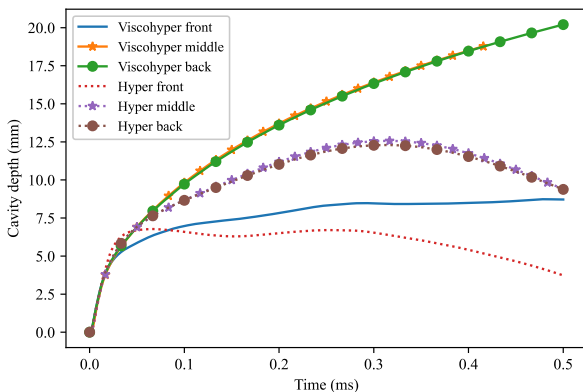


Figure 4. Cavity depth versus time curves for the visco-hyperelastic and hyperelastic models.

Strain rate varies inside the prismatic block and along simulation time. Visco-hyperelastic models have deeper cavities than the hyperelastics. This is because the gelatine in the hyperelastic models is defined as the gelatin strain-stress behaviour at strain rate of 5700 s^{-1} . This is a typical strain rate value in the impact zone during the first instants, but strain rate will be significantly lower in other material points far from the impact. As a result, the global rigidity is reduced. Thus, cavity deflection becomes larger.

Bulletproof vest should pass successfully exhaustive test to demonstrate the security of the user. The two main

requirements are: the vest should stop the bullet and the Back Face Signature (BFS) depth produced on the back face should be inferior to a limit. BFS depth is very important because it is related to the energy dissipated and transferred to the user. The American standard NIJ 0101.06 sets the BFS depth limit in ballistic clay to 44 mm. This energy can break ribs, produce hemorrhages or other damages to the soft tissues.

To study the probability of bone fracture we examine the maximum von Mises stress. Von Mises stresses at the bone are very similar in the visco-hyperelastic and in the hyperelastic models. The differences between both models are smaller than 1%. As expected, bone stress is much higher when it is placed near the impact location. When it is placed 10 mm to the front face the probability of fracture is higher. In this case, stresses reach 101.7 MPa, exceeding yield stresses for bones (about 93.9 MPa [13]). Cortical bone reaches plastic strains, but these are not enough for fracture. Middle and back models higher von Mises stress does not exceed 2 MPa.

3.3. Impact on human thorax

The thorax impact models are preliminary models and some improvements and in-depth analyses must be carried out in the future.

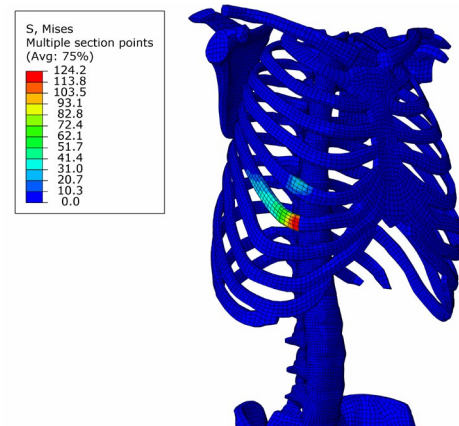


Figure 5. Von Mises stresses in cortical bone for thorax impact on the 6th Rib.

Maximum von Mises stresses are 25.0 MPa for sternum impact and 124.2 MPa for lateral rib impact. Von Mises stresses are much higher in the rib impact than in the sternum one (figure 5). In the lateral rib impact von Mises stresses of cortical bone rise to its ultimate stress. That may be mainly due to the thorax geometry on the impact zone, the lateral of the thorax is more convex and the bulletproof vest come into contact directly at the center. On the other hand, the shape of the surface near the sternum is concave and before the bulletproof vest impact to the sternum it has come into contact at the periphery and energy is absorbed by surrounding areas. Other cause could be the difference of section between the rib and sternum.

CONCLUSIONS

Damage on human thorax due to ballistic impact without penetration has been analysed in this work. For this purpose, first we have developed a DE code that fits visco-hyperelastic gelatine models to experimental compression tests with accuracy. It allows modelling large strains and the strain rate behaviour of ballistic gelatine.

Gelatine constitutive law affects to the BFS depth estimation significantly, but it does not affect stresses produced in bone. The location of the bone relative to the impact location point influences significantly its maximum stresses.

Regarding thorax ballistic impacts, these are highly complex to model, and the point of impact and its surrounding geometry is a very important factor to consider for bulletproof vest design.

ACKNOWLEDGEMENTS

The authors gratefully acknowledge the funding support received from the Spanish Ministry of Science and Innovation (MCIN/AEI/10.13039/501100011033) for funding the project PID2020-112628RA-I00 and from the Madrid Community (Spain) through the project IND2020/IND-17413.

REFERENCES

- [1] K. Yang and B. Presley. Modeling the Thorax for Impact Scenarios. In *Basic Finite Element Method as Applied to Injury Biomechanics* (pp. 539-584). Academic Press (2018).
- [2] J.M. Cavanaugh and N. Yoganandan. Thorax injury biomechanics. In *Accidental Injury* (pp. 331-372). Springer, New York (2015).
- [3] J. Kwon and G. Subhash. Compressive strain rate sensitivity of ballistic gelatine. *J. Biomech.* (2010), 43(3), 420-425.
- [4] A. Bracq, G. Haugou, R. Delille, F. Lauro, S. Roth and O. Mauzac. Experimental study of the strain rate dependence of a synthetic gel for ballistic blunt trauma assessment. *J. Mech. Behav. Biomed. Mater.* (2017), 72, 138-147.
- [5] S. S. Naarayan and G. Subhash. Wave propagation in ballistic gelatine. *J. Mech. Behav. Biomed. Mater.* (2017), 68, 32-41.
- [6] M. H. R. Ghoreishy. Determination of the parameters of the Prony series in hyper-viscoelastic material models using the finite element method. *Mater. Des.* (2012), 35, 791-797.
- [7] E. Barrientos, F. Pelayo, Á. Noriega, M. J. Lamela and A. Fernández-Canteli, E. Tanaka. Optimal discrete-time Prony series fitting method for viscoelastic materials. *Mech. Time Depend. Mater.* (2019), 23(2), 193-206.
- [8] J. C. Roberts, A. C. Merkle, P. J. Biermann, E. E. Ward, B. G. Carkhuff, R. P. Cain and J. V. O'Connor. Computational and experimental models of the human torso for non-penetrating ballistic impact. *J. Biomech* (2007), 40(1), 125-136.
- [9] F. Sun, L. Ma, Y. Zhu and C. Xu. Numerical analysis for impact effects of a pistol bullet on a gelatine target covered with UHMWPE fiber armor. *J. Vib. Shock* (2018), 37, 20–26.
- [10] R.M. Jennings, C. Malbon, F. Brock, S. Harrison and D. J. Carr. A preliminary study into injuries due to non-perforating ballistic impacts into soft body armour over the spine. *Injury* (2018) 49, 1251–1257.
- [11] R. Storn and K. Price. Differential Evolution – A Simple and Efficient Heuristic for global Optimization over Continuous Spaces. *J. Glob. Optim.* (1997), 11, 341–359.
- [12] P. Rodriguez-Mier. A tutorial on Differential Evolution with Python. Github (5 September 2017). <https://pablormier.github.io/2017/09/05/a-tutorial-on-differential-evolution-with-python/>
- [13] A. R. Kemper. Material properties of human rib cortical bone from dynamic tension coupon testing. PhD Thesis. Virginia Tech: Virginia 2005.
- [14] H. Yamada and F. G. Evans. Strength of biological materials Baltimore. Williams & Wilkins (1970).
- [15] A. Banerjee, S. Dhar, S. Acharyya, D. Datta and N. Nayak. Determination of Johnson cook material and failure model constants and numerical modelling of Charpy impact test of armour steel. *Mater. Sci. Eng. A.* (2015), 640, 200-209.
- [16] J. Peinado, L. J. Wang, Á. Olmedo and C. Santiuste. Influence of stacking sequence on the impact behaviour of UHMWPE soft armor panels. *Compos. Struct.* (2022), 115365.

IMPROVEMENT OF AN ADDITIVELY MANUFACTURED SUB-PERIOSTAL JAW IMPLANT IN EDENTULUS MAXILA BY FE MODELS OF MAXILLARY BONE

M. Preciado^{1*}, J. Calaf¹, Pedro Miguel Bravo¹, Ricardo Perera², Alberto Carnicero³

¹ Grupo de Ciencia e Ingeniería de Materiales.
Escuela Politécnica Superior. Universidad de Burgos.
Avda. Cantabria s/n, 09006 Burgos

²Grupo de Simulación numérica de Fenómenos Naturales
E.T.S.Ingenieros Industriales. UPM.

C. de José Gutiérrez Abascal, 2, 28006 Madrid

³Escuela Técnica Superior de Ingeniería. Universidad Pontificia de Comillas.
C/ Alberto Aguilera 25, 28015 Madrid

* Persona de contacto: mpreciado@ubu.es

RESUMEN

Los implantes subperiostales son colocados externamente al hueso del maxilar superior y ofrecen una opción de tratamiento para pacientes edéntulos. La reabsorción ósea y el estado de los huesos del paciente son problemas habituales en este tipo de intervenciones. La modelización constituye una herramienta efectiva de probar distintas alternativas adaptadas a cada paciente, para asegurar el éxito del implante. En este estudio se ha modelizado con el software ANSYS el maxilar y un implante subperiostal con seis puntos de sujeción, poniendo especial atención en las características del hueso. Se ha diferenciado entre hueso cortical y trabecular y se han estudiado distintas posiciones de los anclajes, así como sus diámetros. Las tensiones producidas bajo diferentes cargas que simulan el masticado han sido evaluadas para obtener un resultado que evite sobrecargas.

PALABRAS CLAVE: Implante subperiostal, FEM huesos, Edentulismo

ABSTRACT

Subperiostal implants are placed externally to the maxillary bone and offer a treatment option for edentulous patients. Bone resorption and the condition of the patient's bones are common problems in this type of intervention. Modelling is an effective tool to test different alternatives adapted to each patient, to ensure the success of the implant. In this study, the maxilla and a subperiostal implant with six fastening points were modelled with the ANSYS software, paying special attention to the characteristics of the bone. Cortical and trabecular bone have been differentiated and several anchor positions of the fasteners, as well as diameters, have been studied. The tensions produced under different loads that simulate chewing have been evaluated to obtain a result that avoids overloads.

KEYWORDS: Subperiostal implant, FEM bones, Edentulism

1. INTRODUCTION

The maxilla is each of the two bones that form the mouth in humans and houses the teeth. Although sometimes we speak of the upper jaw and the lower jaw, the lower jaw should be called the mandible and the upper jaw simply the maxilla. When a tooth is lost, the alveolar bone (bone inside the jaw where the teeth are housed) gradually shrinks and loses height. When there has been a great resorption of the bone, it is possible to use subperiostal implants that go from the mouth to the zygoma bone. This type of implant was conceived as an alternative solution to zygoma implant because it is not necessary bone transplantation [1]. The additive manufacturing has

provided a quick solution with the advantage that it can adapt to each patient with a previous tomography.

The composition and formation of bones is very complicated, and although new imaging techniques and advanced research shed light on their structure, there are still paradoxes about the loads they support and their morphology. What seems unquestionable is that mechanical loads not only affect the volume of the bone but also the internal organization of the bone. From the studies of Frost [2, 3], it is generally accepted that bone renews itself throughout life and two types of cells participate in this renewal, which are osteoblasts and osteoclasts, the former being those that regenerate and the latter those that reabsorb the bone. Local stresses

regulate the way in which this regeneration/reabsorption is to be carried out.

There are basically two types of bones: cortical and trabecular or porous (also called cancellous). The biomechanical properties are variable between cortical and trabecular bone, mainly because the pore space in the cortical bone is 5-10% while in the trabecular it is between 30-90%. The general morphology of the bone allows it to have a rigid and light structure at the same time, since the cortical bone facilitates rigidity while the internal trabeculae minimize weight.

Osseointegration is the scientific term for bone ingrowth into a metal implant. An artificial implant is permanently, surgically anchored and integrated into bone, which then grows into the implant. Osseointegration is a concept commonly used in dental implants and joint replacement surgery [4]. Sahin et al. [5] could state a 50% contact between the bone and the implant at 3 months, 65% of the contact surface at 6 months and an average of 85% when 1 year has elapsed since the intervention.

FEM studies can be very useful to investigate the different stresses and deformations that appear in the bones after a periosteal implant. Depending on the accuracy of the hypotheses and the models, the study carried out will or will not be closer to reality and may help prevent problems and failures in this type of intervention.

The analysis carried out on the pins that join the subperiosteal implant or a simple implant of a tooth in the modeling should pay attention both to the loads, so that the elastic limit of the bone is not exceeded as well as to the displacements, rather than to the strains, since the displacements could represent the cumulative effect of stresses and produce several clinical problems such as soft tissue complications, bone loss and mechanical problems such as fracture and loosening of screws. In a study carried out by Geramy and Morgano [6] with forces of 35N and 70N applied vertically and 15 degrees displaced from the vertical, the displacements produced being up to 58 microns.

The study has been carried out considering that after the surgical intervention, the patient must wait a few months until osseointegration occurs between the implant and the bone, without chewing hard food. For them, it has been assumed that initially, there is no bonding between the implant and the bone. To optimize the position and size of the fasteners, the starting condition is a conventional chewing cycle and finally the model can be topologically optimized knowing that it will support a less demanding cycle that would correspond to a soft diet for the first few months.

Finally, the geometry of the periosteal implant can be produced by additive manufacturing once the topology has been optimized.

2. MODEL

To create this model, the maxilla was observed from a real CT scan. The program used in this modelling has been ANSYS. This tomography was not to real scale, so some measurements have been made, scaling them later to fit the different teeth and molars, which have the following standard width measurements [7]:

- Central incisor: 8.5mm
- Lateral incisor: 6.5mm
- Canine: 8mm
- 1st premolar: 7mm
- 2nd premolar: 7mm

In the figure 1, it can be observed the maxilla and the parts that form it. In the figure 2 the faceted tomography is presented. For computer capacity, only half of the maxilla has been modelled.

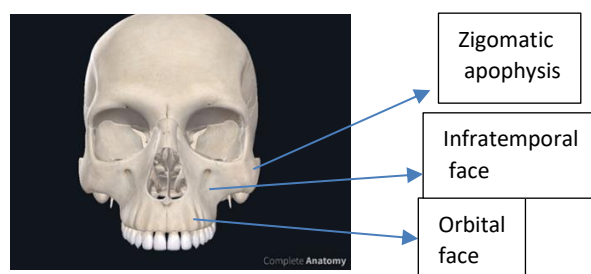


Figure 1. Parts of a maxilla.

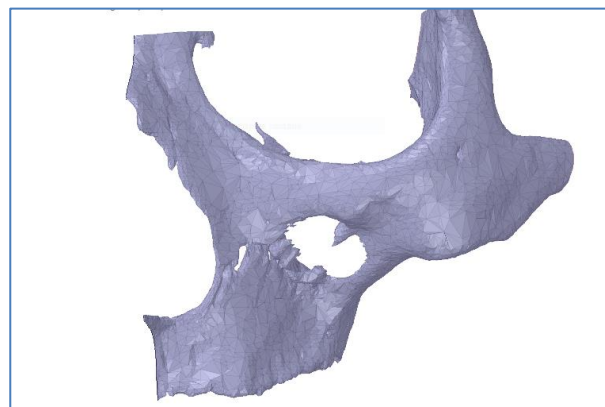


Figure 2. Faceted tomography of a maxilla.

From this and by the reverse engineering tools of Ansys, the geometry of the maxilla has been created (figure 3). The complete maxilla has been cut in two, but it has not been established a symmetry condition because the chewing is produced in one side or in another. The bones have been simulated until the eye socket. This complete model gives information not only about the structure but for the length of the fasteners of the implant that can be used.

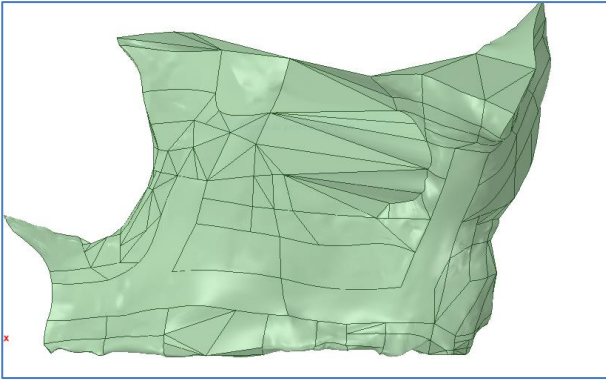


Figure 3. Model of a maxilla from the faceted body.

The cortical and trabecular bones have been modelled from the surface of the maxilla. The trabecular is treated as a body and the cortical as a surface surrounding the trabecular bone. The prosthesis has been also modelled from the surface to follow the irregularities of the maxilla. This is realistic because for each patient an additive manufactured implant can be produced from a tomography to adapt the implant to the bone perfectly.

The geometry of the implant is based on the result of topological optimization performed by Carnicero et al. on a model manufactured for a real patient [8]. In the figure 4, it can be observed the geometry and how it is adapted to the maxilla.

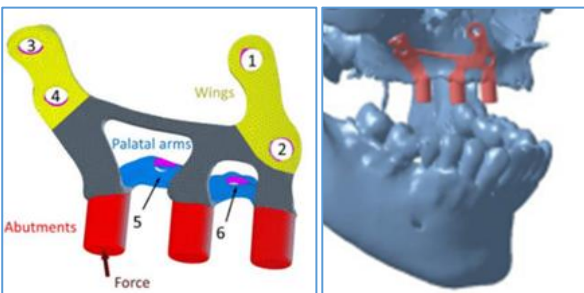


Figure 4. Geometry of the subperiosteal implant [8].

In the figure 5 the meshing of the three bodies is shown. The implant is joined to the bone by fasteners that have not been modelled in this study. To simulate the joining, two methods have been used: joints and beams. In both cases they were chosen to be from titanium alloy. The posts have been only used to apply the load and are out of study in this research.

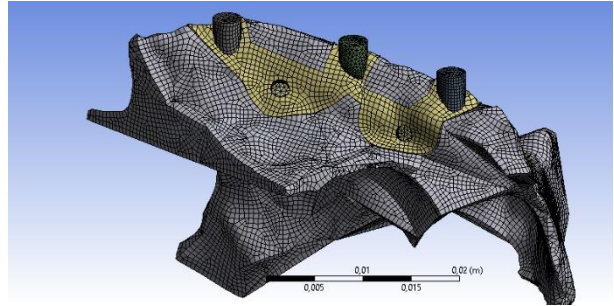
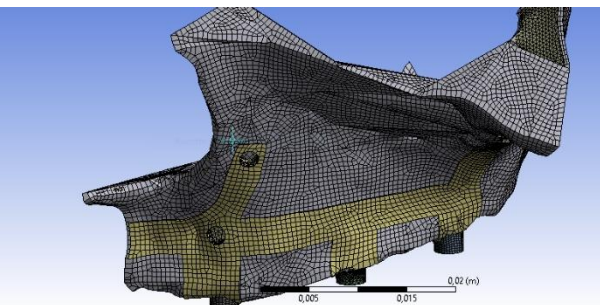


Figure 5. Frontal and inferior views of the model.

2.1. Materials

For the properties of trabecular and cortical bone it has been used the properties of the Table1. For the implant, the titanium properties of Ansys were used.

Table 1. Mechanical properties of the materials used in modelling [9, 10]

Material	Young Modulus (GPa)	Poisson Coefficient	Yield Stress (MPa)
Cortical bone	26	0.3	90-144
Trabecular bone	0.8	0.3	5-10

From Baggi et al. [11] the stresses (von Mises and principal stresses) can be a good indicator of the risk of bone failure and the activation of bone resorption. Values that could not be exceeded are 170-190 MPa in compression and 100-130 MPa in tension for the cortical bone and 5 MPa for traction or compression for the trabecular bone. These values agree with the mechanical properties of Table 1.

2.2 Dynamic load cycle in the maxilla

The loads could be divided into static, quasistatic, dynamic, and cyclical. In the case of a maxilla, the chewing movements could be considered as dynamic loading [12]. In the dynamic chewing, the angles between food and teeth changes. The study can be done with the load only in one area (only a tooth involved in chewing) or in some of the teeth (chewing of a bigger food).

The stationary load gives an idea of how the stresses and deformation are distributed and from the maximum values of stress that must be lower than the critical values for each material. In this study the stationary load has been used for geometry optimization. The loads and times used in the implant are based on the cycle of Xiaqing et al. [13]. It is a cycle of 0,87 seconds in which the load is applied in 4 steps (Table2).

Table 2. Chewing cycle.

Load stage	Loading time (s)	Direction	Loading force (N)
1	0 - 0,15	Vertical	150
2	0,15 – 0,26	From lingual to buccal side 45°	150
3	0,26 – 0,3	From buccal to lingual side 45°	150
4	0,3 – 0,87		0

2.3 Boundary conditions and contacts

The model has been fixed in the symmetry plane, at the top and by the zygomatic bone.

The contact is bonded between the cortical and trabecular bone and frictional between cortical bone and implant. The friction coefficient has been chosen 0.2 but it depends on the finishing of the implant, so it could be increased.

The joints have been modelled by beams between the three bodies (prosthesis, trabecular and cortical).

3. RESULTS

In the first model all the fasteners had the same diameter (3.5mm) and the position is estimated from the initial model of Carnicero et al. In the implant the maximum stress is 171MPa and in the cortical is 57MPa.

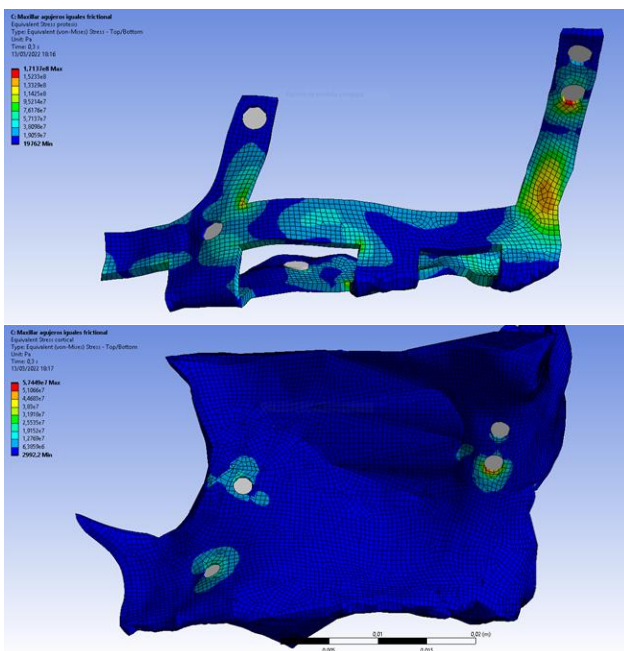


Figure 6. Stress in the model with all fasteners of 3.5mm.

The maximum stresses are produced in the inferior distal fastener. To decrease the stress the diameter has been

reduced to 2.5mm (second model). In the figure 7 it can be observed the stress of the cortical bone.

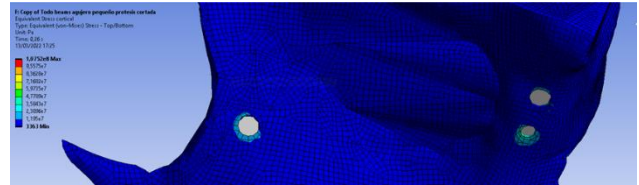


Figure 7. Stresses in cortical bone with second model.

The fastener of the proximal wing has also been reduced to 2.5mm and the superior fastener of the same wing has gone down to cut this wing respect to the original (third model). The stress in the cortical bone in this last model is 71MPa

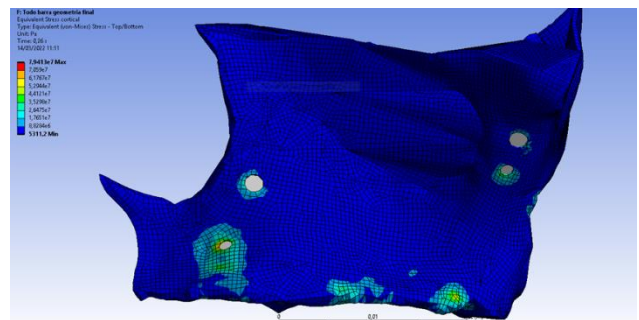


Figure 8. Stresses in cortical bone with third model.

The trabecular bone is critical in the study because it has a low yield strength. Comparing the second model and third model in the figure 9, it can be observed that the stresses have been reduce from 3.9MPa to 3MPa

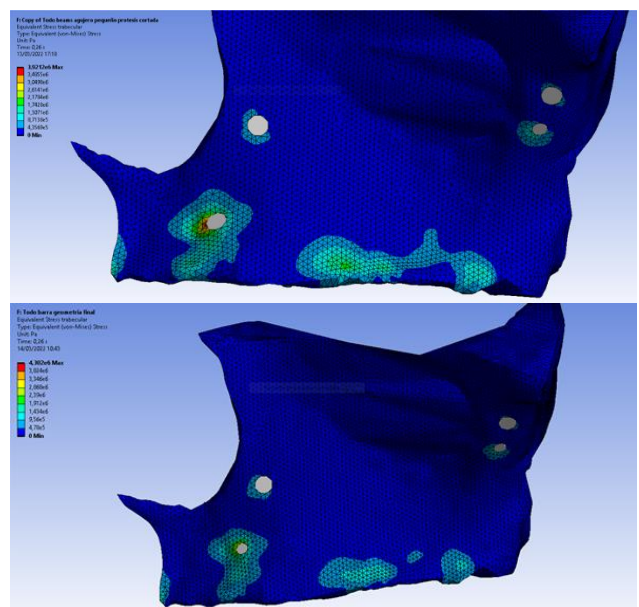


Figure 9. Stresses in trabecular bone in second and third model.

In the last model the implant stresses are decreased to 100MPa (figure 10). This is important from the point of

view of topology because is easier to optimize the geometry.

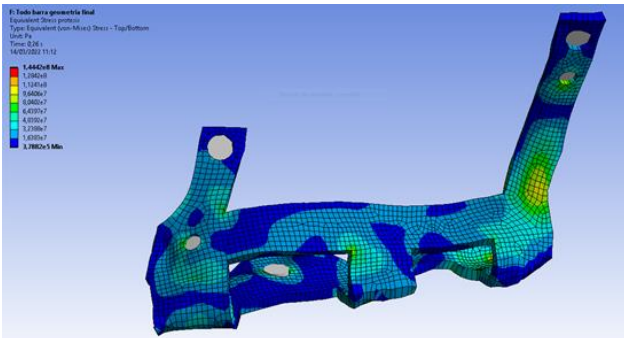


Figure 10. Stresses in periosteal implant in third model.

The deformations have been as low as 28 microns in the first model and lower in the rest of models. Then it does not represent a problem for the patient.

The optimization tool has been used to discover the better areas to minimize the mass of the implant. To do that a single cycle of 150N was used (figure 11).

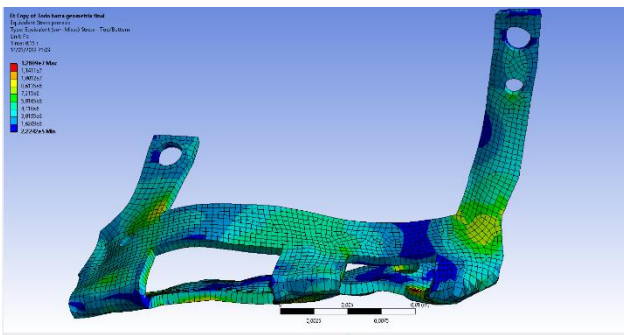


Figure 11. Stresses in the implant for the structural optimization.

The result gives the parts that could be improved (figure 12). In general, the dimensions of all the implant can be reduced, above all because the chewing cycle imposed was for normal diet and without any osteointegration. The parts where material has been removed completely can be more reduced than the ones where some mass has been taken. Obviously the two fasteners in the distal wing can be moved down and this wing can be shortened.

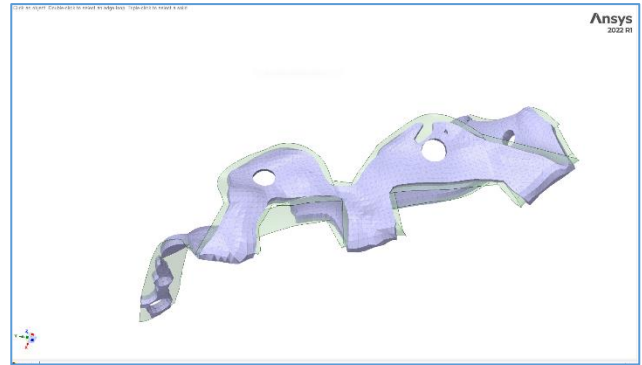


Figure 12. Structural optimization reducing mass.

CONCLUSIONS

The study of a periosteal implant from a tomography is important to adjust the geometry to the real geometry, favoring the future osteointegration and the real stress it will be submitted to. Ansys tools are useful to make this study and it lets to optimize the geometry, position the fasteners and the forces that can be allows in the different stages of this osteointegration. The diet of the patient can be also planned depending on the final geometry and the bone condition. This is important for the success of the implant in the future.

The modelling must pursue that high tension limits are not reached, as well as that the implant does not support much load to be lightened as much as possible.

The study should also consider the anisotropy of the bone, which undoubtedly influences the response of the bone. In the future, this type of research should be addressed in detail.

REFERENCIAS

- [1] M.Y. Mommaerts, Evolutionary steps in the design and biofunctionalization of the additively manufactured sub-periosteal jaw implant “AMSJI” for the maxilla. *Int. J. Oral & Maxillofacial Surgery* (2019) 48:108-114.
- [2] H. M. Frost, eds. *Mathematical elements of bone remodelling*. Springfield: Charles C. Thomas Publisher, 1964.
- [3] H. M. Frost, Bone mass and the mechanostat: a proposal. *Anatomical Record* (1987) 219: 1-9.
- [4] https://www.hss.edu/condition-list_osseointegration.asp
- [5] S. Sahin, M. C. Vehreli, E. Yalcin, The influence of functional forces on the biomechanics of implant-supported prostheses-a review, *J. of Dentistry* (2002) 30: 271-282.

- [6] Geramy and S. M. Morgano, Finite element analysis of three designs of an implant-supported molar Crown, *The journal of prosthetic dentistry* (2004) 92(5): 434-440.
- [7] <https://albayhernanz.es/medidas-ideales-de-los-dientes-alba-heranz>
- [8] A. Carnicero, A. Peláez, A. Restoy-Lozano, I. Jacquott and R. Perera, Improvement of an additively manufactured subperiosteal implant structure design by finite elements based topological optimization, *Scientific Reports* (2021) 11(1):15390
- [9] O. Ortiz, A. da Lázaro, J. M. de Medrano, J. Gargallo, J. Cabratosa, F. Hernández, Influence of implant position in implant-assisted removable partial denture: a three-dimensional finite elements analysis, *J. of Prosthodontics* (2017) 00: 1-7.
- [10] Software CES Edupack of Granta.
- [11] L. Baggi, I. Cappelloni, M. Di Girolamo, F. Maceri, G. Vairo, The influence of implant diameter and length on stress distribution of osseointegrated implants related to crestal bone geometry: a three-dimensional finite element analysis, *The journal of prosthetic dentistry* (2008) 100(6): 422-431.
- [12] J. Cano, J. Campo, B. Palacios, A. Bascones, *Mecanobiología de los huesos maxilares. I. Conceptos generales. Av. Odontoestomatol* (2007) 23(6): 347-358.
- [16] L. Xiaqing, P. Fang, L. Ying, J. Hui, C. Xiaohua, Y. Yuan, Y. Xuelian, Y. Qi, Effects of different positions and angles of implants in maxillary edentulous jaw on surrounding bone stress under dynamic loading: a three-dimensional finite element analysis, *Compu. Math. Methods Med.* 2019, ID 8074096.

ANÁLISIS NUMÉRICO DE LA RECONSTRUCCIÓN DEL LIGAMENTO CRUZADO ANTERIOR: INFLUENCIA DEL DIÁMETRO DEL TÚNEL TIBIAL

C. Quintana¹, C. Rodríguez¹, C. Betegón¹, A. Maestro^{1,2}

¹ SIMUMECAMAT Research Group.

Escuela Politécnica de Ingeniería de Gijón (Universidad de Oviedo)

Edificio Departamental Oeste nº7- 33203 Gijón-España

² MD Hospital Begoña/Jefe Servicios Médicos del Real Sporting de Gijón SAD

* Persona de contacto: quintanacovadonga@uniovi.es/covaquimbar89@gmail.com

RESUMEN

El número de variables que influyen en el éxito de una reconstrucción de ligamento cruzado anterior (LCA) es tan elevado que un análisis profundo del problema sólo puede realizarse a través de herramientas numéricas. Elegido el diámetro de la plastia sustituta y del tornillo interferencial para un determinado paciente, una de las principales preocupaciones del cirujano es dar con el diámetro de túnel tibial más adecuado para su fijación. En este trabajo se desarrolló un modelo de elementos finitos que simula tanto la reconstrucción como el posterior proceso de rehabilitación del LCA en su inserción tibial. Se simuló el proceso en el que se pretendía fijar un tendón de 4 mm de diámetro mediante un tornillo de 7 mm de diámetro y 25 mm de longitud utilizando diferentes diámetros de túnel tibial (7, 8, 9 y 10 mm). Los parámetros de los modelos de comportamiento de los diferentes materiales (tornillo, hueso y tendón) se obtuvieron mediante ensayos experimentales. Los resultados obtenidos muestran que, conforme disminuye el diámetro del túnel crece la superficie de contacto entre el tornillo y el material que lo rodea (hueso y tendón), aumentando la tensión de compresión, objetivo teórico de la fijación. No obstante, para que no se produzca el daño a compresión del hueso trabecular, los valores máximos de dicha presión deben limitarse a aquellos que sean suficientes para asegurar que la reconstrucción sea efectiva, es decir, que no se produzca el deslizamiento del tendón durante el posterior proceso de rehabilitación. Tras ese proceso de verificación consistente en tirar del tendón una vez fijado al objeto de extraerlo, se obtiene que, independientemente de la edad del paciente, el diámetro más adecuado es el de 8 mm, ya que proporciona una sujeción suficiente con unos valores de tensión y deformación que no llegan a provocar daño en el hueso trabecular.

PALABRAS CLAVE: reconstrucción de LCA, hueso trabecular, plastia, modelos de comportamiento, FEM

ABSTRACT

The number of variables that determines the success of an anterior cruciate ligament (ACL) reconstruction is so high that an in-depth analysis of the problem can only be carried out through numerical tools. Once the diameter of the substitute plasty and the interference screw has been chosen for a given patient, one of the main concerns of the surgeon is to find the most suitable diameter of the tibia tunnel for its fixation. In this work, a finite element model (FEA) was developed to simulate both the reconstruction and the subsequent rehabilitation process of the ACL at its tibia insertion. The process in which a 4 mm diameter tendon was intended to be fixed using a 7 mm diameter and 25 mm long screw using different diameters of the tibia tunnel (7, 8, 9 and 10 mm) was simulated. The parameters of the behaviour models of the different materials (screw, bone and tendon) were obtained through experimental tests. The results obtained show that, as the diameter of the tunnel decreases, the contact surface between the screw and the material that surrounds it (bone and tendon) increases, growing the compressive stress, the theoretical objective of fixation. However, so that compression damage to the trabecular bone does not occur, the maximum values of that pressure must be limited to those that are sufficient to ensure that the reconstruction is effective, that is, the tendon does not slip during the subsequent rehabilitation process. After this verification process consisting of pulling the tendon once fixed to the object of extraction, it is obtained that, regardless of the patient's age, the most suitable diameter is 8 mm, since it provides sufficient support with tension values and deformation that do not cause damage to the trabecular bone.

KEYWORDS: ACL reconstruction, trabecular bone, plasty, mechanical behaviour models, FEM

1. INTRODUCCIÓN

La lesión de Ligamento Cruzado Anterior (LCA) se trata bien reconstruyendo el ligamento dañado o bien sustituyéndolo por un tendón que pueda ejercer su función. Para llevar a cabo esta labor, el cirujano debe realizar dos túneles óseos -tibia y fémur-, extraer el ligamento roto y sustituirlo por el injerto.

El 60% de estas lesiones tienen carácter deportivo [1]. No obstante, también se produce en personas con sobrepeso y poco activas o con limitaciones motoras. El éxito de la intervención va a depender de la plastia elegida, de la elección de la geometría del túnel tibial, así como de los materiales implicados y del tamaño de cada elemento en función del paciente. Este gran número de variables

implicadas hace que, en general, el cirujano lleva a cabo la intervención de forma estandarizada, sin poder realizar grandes distinciones entre pacientes.

Lo ideal sería, sin embargo, que cada paciente pudiera ser tratado de forma individual, practicándole una reconstrucción óptima que dependerá de su propia constitución, es decir de sus propiedades mecánicas óseas y del tamaño de su propio ligamento.

Debido al gran número de variables implicadas en el estudio, parece evidente que la personalización de la reconstrucción para cada paciente no resulta sencilla, y para afrontar el problema, se hace necesario el uso de herramientas numéricas [2]. En base a ello, el objetivo de este trabajo es el análisis numérico de la respuesta mecánica del conjunto tibia-plastia-tornillo tras la reconstrucción de LCA, evaluando la influencia de la variación del diámetro del túnel tibial.

Para ello fue necesario, en primer lugar, describir adecuadamente el comportamiento mecánico de los materiales implicados (tibia, plastia y tornillo), por lo que se procedió a una ardua revisión bibliográfica [3-9]. No obstante, y dada la enorme variabilidad encontrada en los datos bibliográficos, finalmente se decidió realizar la caracterización experimental, proceso que se describe con detalle en trabajos anteriores [10].

Una vez definidos los modelos de comportamiento más adecuados a cada material implicado en la reconstrucción, en este trabajo se describe el modelo de elementos finito utilizado para describir el proceso de fijación de la plástica en el túnel tibial mediante el uso de un tornillo interferencial. También se analizan los estados de tensiones y deformaciones una vez finalizada la intervención quirúrgica, en función del diámetro de túnel tibial utilizado. Finalmente, se comprueba la estabilidad de la reconstrucción cuando, al concluir el proceso, el conjunto debe responder ante cargas de trabajo habituales que intentarían desplazar el ligamento (e incluso el tornillo) a lo largo del túnel.

2. MATERIALES: CARACTERIZACIÓN Y MODELOS DE COMPORTAMIENTO

Tras una reconstrucción de LCA, se debe lograr que varios elementos independientes trabajen de forma conjunta [11,12]. Dado que en este trabajo se está analizando el comportamiento de la reconstrucción en la zona tibial, los elementos intervinientes en el análisis serán, la tibia y la plastia (sustituta del ligamento dañado) ambos de origen biológico y el tornillo interferencial.

Los materiales biológicos modelados son de origen porcino, dado el similar comportamiento entre este animal y el hombre a nivel osteomuscular [13]). Las muestras biológicas (tendones *-flexor digitorum-* y tibias) fueron extraídas de cerdos de entre 6 y 18 meses de vida.

Los tendones se caracterizaron a través de ensayos de tracción uniaxial, a temperatura ambiente y midiendo las deformaciones con un equipo de videocorrelación de imágenes digitales (GOM-Aramis 5M), lo que permitió

obtener los valores de deformación en la superficie de los tendones sin contacto. Tras los ensayos (ver Figura 1), se confirmó el comportamiento hiperelástico y anisótropo descrito en la literatura [14,15] y se eligió, como modelo constitutivo que describe el comportamiento de estos materiales, el propuesto por B. Calvo y E. Peña [15], considerando deformaciones hiperelásticas en términos de invariantes con respuestas volumétricas desviadoras.

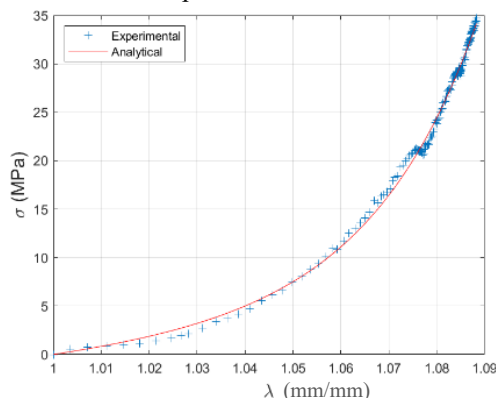


Figura 1. Comportamiento mecánico a tracción del tendón flexor-digitorum: Respuesta experimental y analítica.

Este modelo considera que las fibras de colágeno se alinean en la dirección longitudinal del tendón, y, por tanto, la única tensión no nula será en esa dirección [10], definida a través del vector unitario m_0 , y la deformación que sufre una familia de fibras se definirá mediante el tensor elongación, λ_m :

$$\lambda_m^2 = m_0 \cdot C m_0 \tag{1}$$

Donde $C=F^T F$ es el tensor de Cauchy-Green por la derecha, siendo $F=dx/dX$ la matriz jacobiana de la transformación. A su vez, se define el tensor modificado de Cauchy Green por la derecha como $\bar{C}=F^{2/3} C$, a cuyos invariantes denominamos \bar{I}_i .

En este contexto, la ley de comportamiento se define en función de la densidad de energía de deformación, Ψ , expresada como:

$$\Psi = \Psi_{vol}(J) + \bar{\Psi}(\bar{I}_1, \bar{I}_4) \tag{2}$$

Donde $\Psi_{vol}(J)$ representa la parte volumétrica, mientras que la parte desviadora, $\bar{\Psi}$ se define como [15]:

$$\bar{\Psi} = C_1(\bar{I}_1 - 3) + \bar{\Psi}_f \tag{3}$$

El primer término representa la contribución de la matriz, y el segundo término la de las fibras:

$$\bar{\Psi}_f = 0, \quad \bar{I}_4 < \bar{I}_{40} \tag{4}$$

$$\bar{\Psi}_f = \frac{c_3}{c_4} (e^{c_4(\bar{I}_4 - \bar{I}_{40})} - c_4(\bar{I}_4 - \bar{I}_{40}) - 1), \quad \bar{I}_4 > \bar{I}_{40} \text{ y } \bar{I}_4 < \bar{I}_{4ref} \tag{5}$$

$$\bar{\Psi}_f = c_5 \sqrt{\bar{I}_4} + \frac{1}{2} c_6 \ln(\bar{I}_4) + c_7, \quad \bar{I}_4 > \bar{I}_{4ref} \tag{6}$$

Con $\bar{I}_1 = \text{tr}(\bar{C})$, $\bar{I}_4 = m_0 \cdot \bar{C} \cdot m_0$, y siendo \bar{I}_{40} e \bar{I}_{4ref} los límites inferior y superior de la curva de comportamiento

del tendón. Los valores de c_1 , c_3 y c_4 , obtenidos tras el ajuste se recogen en la Tabla 1.

Por su parte, la caracterización del hueso trabecular, realizada tanto a través de ensayos de compresión uniaxial como multiaxial, permitió observar que el comportamiento de dicho hueso no sólo depende de la dirección, sino que, además, su comportamiento plástico no puede ser descrito por el modelo de plasticidad J2, al depender no sólo de la componente desviadora de la tensión sino también de la hidrostática [16]. Como puede verse en la Figura 2, cuando se aplica una carga de compresión en la dirección longitudinal de la tibia, ésta muestra un comportamiento más rígido y resistente que cuando esta se encuentra en el plano transversal, por lo que la descripción de este comportamiento debería realizarse, en caso de que respondiese a la plasticidad clásica, a través de un modelo ortótropo.

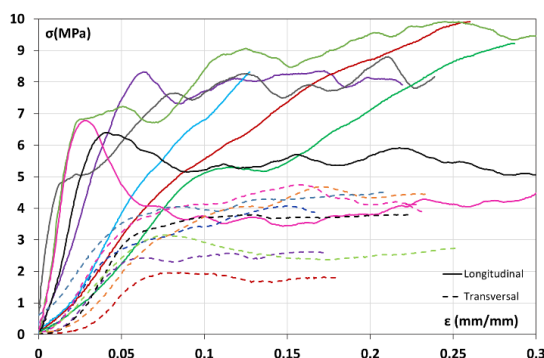


Figura 2. Curvas tensión-deformación hueso trabecular bajo cargas de compresión uniaxial.

Tras el análisis de la influencia del uso de tres posibles modelos (von Mises, Hill, Crushable Foam) en los resultados de la simulación [16], se concluyó que el modelo de comportamiento utilizado apenas influye en los resultados, y se decide utilizar el más sencillo (von Mises) optimizando así los tiempos de cálculo. La Tabla 1 recoge los parámetros utilizados, que corresponden a la dirección más débil (transversal). El hueso cortical, aunque fue caracterizado experimentalmente [17], se introdujo a través de condiciones de contorno confinando al hueso trabecular.

Finalmente, el tornillo interferencial (7mmx25mm), compuesto por una mezcla de un 75% de PLLA y un 25% de HA, fue caracterizado suponiendo un comportamiento elástico lineal utilizando métodos inversos. Para ello, el tornillo se sometió a un ensayo de compresión en dirección transversal, lo que se simuló numéricamente mediante FEM (Figura 3), ajustando los parámetros del modelo (Tabla 1) hasta que las curvas experimental y numérica coincidieran.

Tabla 1. Parámetros modelos constitutivos utilizados

Material	Modelo	Propiedades
Tendón	Uanisohyper_inv	$C_1=7.98$, $C_3=0.374$ $C_4=19.24$
Hueso trabecular	von Mises	$E=73$ MPa, $\nu=0.27$ $\sigma_y=2.7$ MPa
T. interferencial	Elástico lineal	$E=3600$ MPa, $\nu=0.3$

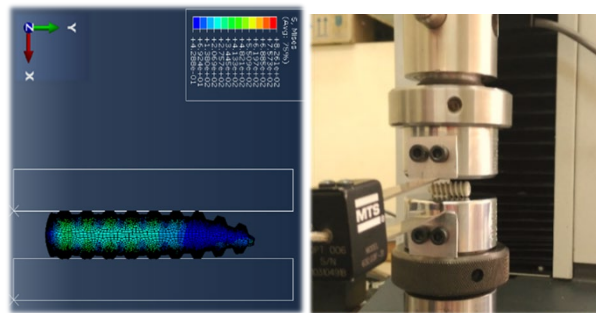


Figura 3. Caracterización numérica y experimental del tornillo

3. MODELO NUMÉRICO

El modelo desarrollado, cuya geometría y mallado se muestra en la Figura 4, es bidimensional (2D) y en disposición asimétrica (el tendón estará solo a un lado del tornillo en el interior del túnel tibial). La geometría del tornillo y del tendón se mantuvieron constantes variando tan solo el diámetro del túnel tibial ($D=7,8,9,10$ mm).

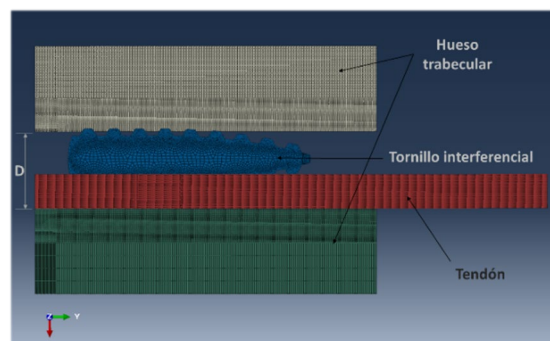


Figura 4. Modelo geométrico utilizado en la simulación

Dada la dificultad de modelar el proceso de entrada del tornillo conforme se produce en la realidad, la simulación de este efecto se realizó a través de una estrategia basada en 3 pasos de cálculo:

Paso 1. Compresión del tornillo: se aplica una presión superficial al tornillo hasta conseguir que, colocado en la posición deseada dentro del túnel tibial, no exista contacto con ninguno de los otros elementos del modelo.

Paso 2. Pretensión del tendón: Del mismo modo en el que actúan los cirujanos, se procede a tensar el tendón lo suficiente para garantizar que no se enrolle durante el proceso de entrada del tornillo. Se considera un coeficiente de fricción en el contacto entre el tendón y el hueso trabecular de valor 0.1.

Paso 3. Descompresión del tornillo: Se elimina la presión a la que estaba sometido el tornillo en el paso 1, permitiendo que, poco a poco, recupere su geometría y dimensiones iniciales. Se inician los contactos del tornillo con el resto de superficies, con un coeficiente de fricción contra el hueso de 0.1 y contra el tendón de 0.05.

Tras este paso, se considera concluida la reconstrucción, y se evalúan los valores de tensión y deformación a las que quedan sometidos los diferentes elementos intervinientes. No obstante, la prueba fundamental de que la intervención ha sido un éxito es que el tendón sustituto

no quede laxo, es decir, ante una sollicitación de tracción en la dirección del túnel el tendón (y posiblemente con él, el tornillo) no se desplace en el interior del túnel. Para analizar este caso se utiliza el **paso 4**.

Paso 4. Rehabilitación: concluida la intervención, se libera al tendón de la pretensión, y se procede a tirar del mismo en el extremo opuesto, en la misma dirección, pero en sentido femoral, tratando de extraerlo de la inserción tibial. Se simula así el movimiento natural de la rodilla. Basándonos en los resultados descritos en [18], donde se analiza el desplazamiento relativo de los tendones durante un proceso de rehabilitación normal, el desplazamiento axial que se le aplica al tendón en su inserción femoral es de 3 mm, lo que sería equivalente a una flexión de la rodilla de 30°, posición de máxima carga durante la rehabilitación [19].

4. RESULTADOS

Una vez descrito el modelo de elementos finitos que se va a utilizar para la simulación, se presentan, en primer lugar, los resultados obtenidos una vez finalizado el proceso de reconstrucción LCA en función del diámetro del túnel tibial utilizado.

En la Figura 5 se recoge, de forma gráfica, el aspecto que presentan los diferentes elementos implicados en la reconstrucción de LCA.

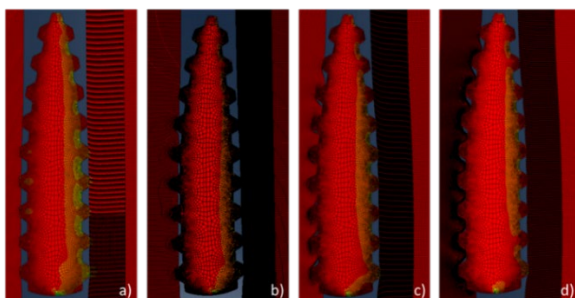


Figura 5. configuración geométrica de la reconstrucción LCA para diámetros de túnel de: (a) 10 mm; (b) 9 mm; (c) 8 mm; (d) 7 mm.

Se representan las configuraciones correspondientes a los túneles tibiales de diámetros 10 mm (Figura 5a), 9 mm (Figura 5b), 8 mm (Figura 5c) y 7 mm (Figura 5d), manteniendo constantes los parámetros geométricos del resto de componentes. Como puede observarse, conforme disminuye el diámetro del túnel tibial, se van incrementando los puntos de contacto entre el tornillo y los elementos adyacentes (tendón y hueso trabecular).

Por su parte, en la Figura 6 se representa la distribución de tensión principal mínima (presión radial) en los puntos de la superficie del tendón en contacto con el tornillo (Figura 6a) y con hueso trabecular (Figura 6b) para los cuatro diámetros de túnel tibial analizados.

Los puntos de contacto entre los dientes del tornillo y el tendón quedan reflejados en el perfil de tensiones sobre el tendón (Figura 6a) que muestra valores puntuales de tensiones de compresión elevados relacionados con esas cumbres. Por su parte, la distribución de tensiones en la

zona del tendón en contacto con el hueso trabecular (Figura 6b) muestra una variación más suave y homogénea, que arranca en la zona correspondiente al inicio del túnel tibial, alcanzando su valor máximo en las zonas cuyas coordenadas longitudinales coinciden con el primer o segundo diente del tornillo, zona de mayor diámetro del mismo, para luego disminuir progresivamente hasta desaparecer en una zona próxima a la salida del túnel tibial hacia el fémur. Obviamente, conforme disminuye el diámetro del túnel, mayores son los niveles de tensiones sobre el tendón, y mayor será la zona afectada por estas tensiones, algo que en principio podría resultar beneficioso.

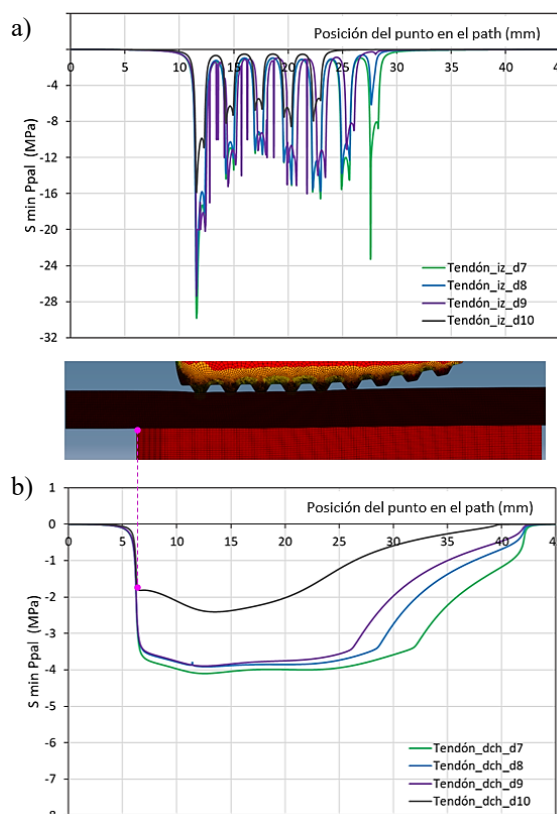


Figura 6. Influencia del diámetro del túnel en la tensión ppal. mínima en el tendón: (a) contra el tornillo; (b) contra el hueso trabecular

Si se analiza ahora la distribución de tensiones en el hueso (Figura 7a), los resultados obtenidos son semejantes a los mostrados por el tendón, si bien aquí el máximo valor de tensión, que afecta a gran parte de la longitud del hueso cuando el diámetro es de 9 mm o inferior, se alcanza cuando su valor iguala al del límite elástico del material (recuérdese que se supuso comportamiento elasto-perfectamente plástico). No obstante, conforme disminuye el diámetro del túnel y crece la zona sometida a valores máximos de tensión, también lo hacen las deformaciones (Figura 7b), que muestran un crecimiento mucho más notable con la disminución del diámetro del túnel. Este aspecto es especialmente relevante cuando se pasa de un diámetro de túnel de 8 mm a uno de 7 mm, ya que, en este último caso, el nivel de deformación alcanzado podría implicar

un deterioro en el hueso trabecular, que sin estar contemplado en el modelo de EF, podría tener consecuencias muy negativas.

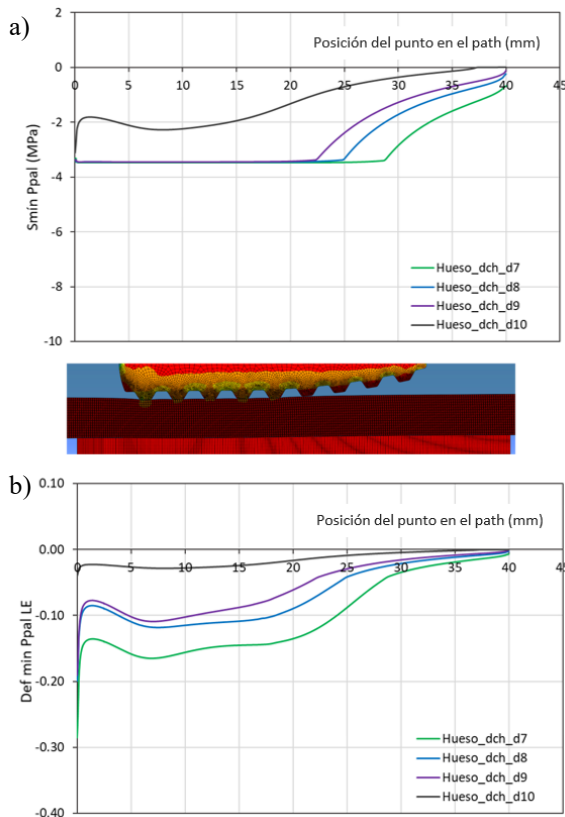


Figura 7. Influencia del diámetro del túnel en: (a) la tensión ppal. mínima; (b) deformación ppal. mínima en el hueso trabecular en contacto con el tendón

Así, en vez de aspirar a mayores valores de tensión y deformación, parece más conveniente seleccionar como idóneo aquel diámetro de túnel que consiga fijar la plastia con los menores valores de deformación posibles. Para ello, se aplica el paso de “rehabilitación”, estudiando los posibles desplazamientos del tendón en el interior del túnel, que, de producirse, dejarían comprometida la efectividad de la operación de reconstrucción realizada.

En la Figura 8a, se muestran para el caso del túnel de 10 mm de diámetro, los desplazamientos en la dirección del túnel (U_{22}) de diferentes nodos del tendón que, estando en contacto con los dientes del tornillo, se han tomado como representativos (Zonas 1 a 8 en la Figura 8b). Como puede observarse, bajo la acción impuesta en el proceso de rehabilitación, todos los puntos del tendón sufren un desplazamiento axial desde el inicio que llega a ser de más de 2 mm al final del proceso. Queda claro, por tanto, que con un túnel de diámetro 10 mm, el tendón utilizado no quedaría suficientemente fijado y la reconstrucción sería un fracaso.

Si se observan ahora los desplazamientos de los mismos puntos del tendón cuando se utiliza un túnel tibial de 9 mm (Figura 9), podemos ver que, aunque lógicamente, los puntos más cercanos al fémur (zona desde la que se está tirando en este proceso) se desplazan, ninguno de

ellos lo hace desde el inicio de la sollicitación, y en todo caso el desplazamiento máximo exhibido por el tendón en dicha zona es de tan solo 0.45 mm. Las zonas correspondientes a los dos primeros dientes del tornillo (curvas verde y morada) no llegan a experimentar apenas desplazamientos desde el inicio de la sollicitación, pudiendo considerar que el tendón queda prácticamente fijado con esta configuración.

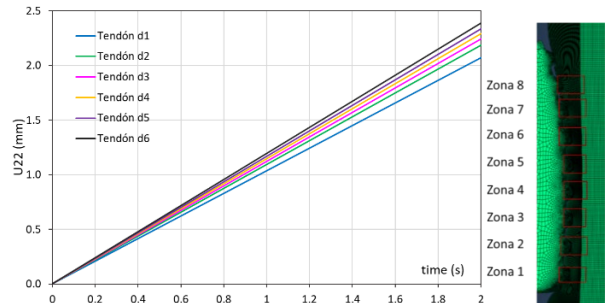


Figura 8. a) Desplazamiento axial del tendón en contacto con el tornillo. b) Zonas representadas. Túnel de diámetro 10 mm.

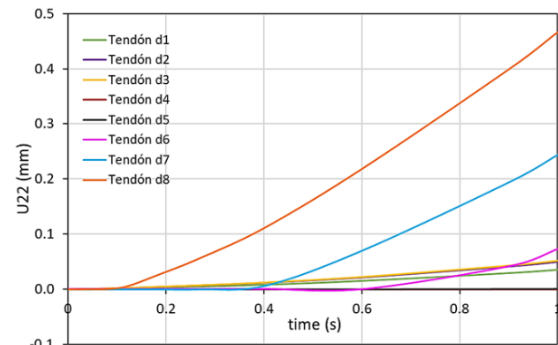


Figura 9. Desplazamiento axial del tendón en contacto con el tornillo. Túnel tibial de diámetro 9 mm.

No obstante, y para comprobar si utilizando un túnel de 8 mm habría alguna mejora significativa, se realiza la misma comprobación para esta configuración geométrica. En la Figura 10, se muestra la evolución del desplazamiento de los nodos del tendón en contacto con los dientes del tornillo para un túnel de 8 mm de diámetro. En este caso, el tendón entra en contacto con un mayor número de dientes, y, por tanto, a priori, la sujeción será más elevada. Como puede observarse, excepto las zonas más próxima al extremo femoral (zonas 8 y 7), los desplazamientos en el resto de los nodos son prácticamente despreciables.

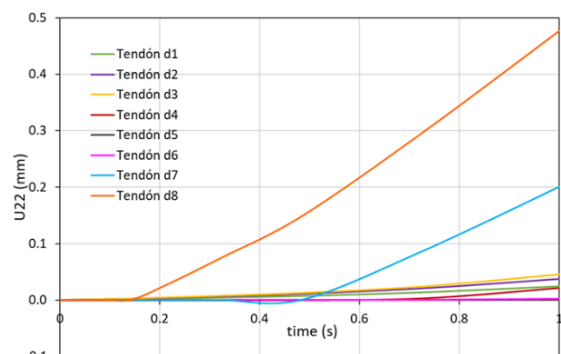


Figura 10. Desplazamiento axial del tendón en contacto con el tornillo. Túnel tibial de diámetro 8 mm.

A la vista de estos resultados, y sabiendo que el paso de un túnel de 9 mm a uno de 8 mm apenas modifica el nivel de tensiones y deformaciones (Figuras 6 y 7), pero restringe mucho más los desplazamientos del tendón durante la rehabilitación, parece razonable que se elija este diámetro como el más favorable para una reconstrucción exitosa para el tendón y tornillo de estudio. Este resultado coincide con el obtenido por otros estudios experimentales, en los que el valor medio para este túnel sería precisamente 8 o 9 mm [20,21]. Bajar de ese diámetro, supondría un incremento de las deformaciones en el hueso trabecular (Figura 7b) demasiado grande, que podría desembocar en daños localizados en el hueso que no estarían justificados por ninguna mejora en cuanto a la sujeción del tendón.

5. CONCLUSIONES

Se ha construido un modelo FEM en 2D que describe el comportamiento del conjunto tibia-plastia-tornillo tras la reconstrucción de LCA mediante uso de tornillos interferenciales. Para ello, se han definido los modelos constitutivos tanto del hueso trabecular como del tendón (ambos de origen porcino) y del tornillo. Utilizando dicho modelo y considerando que las dimensiones del injerto (4mm de diámetro) y del tornillo interferencial (7mm x 25mm) permanecen constantes, se analizó el efecto de variar el diámetro del túnel tibial entre 7, 8, 9 o 10 mm. Aunque los niveles de tensión crecen conforme disminuye el diámetro del túnel, el uso de un túnel de 7 mm queda descartado, ya que sin obtenerse unos niveles de tensión muy superiores al de 8 mm, las deformaciones experimentadas por el hueso trabecular resultan demasiado elevadas, lo que podría suponer un daño irreversible en el mismo.

Por otro lado, cuando se analiza un túnel de diámetro 10 mm, la sujeción conseguida es demasiado laxa, produciéndose deslizamiento del tendón en el interior del túnel durante el proceso de rehabilitación. No ocurre lo mismo si se utiliza un túnel de 9 mm, con una sujeción suficiente tras la reconstrucción.

No obstante, un túnel de 8 mm ofrece una mayor fijación sin niveles de deformación en el hueso trabecular demasiado elevados como para provocarle daño.

AGRADECIMIENTOS

El grupo SIMUMECAMAT agradece la ayuda concedida por el Principado de Asturias a través del Plan de Ciencia, Tecnología e Innovación (IDI/2018/0000134). Por último, C. Quintana agradece al gobierno regional del Principado de Asturias la ayuda concedida a través del programa de formación postdoctoral Severo Ochoa (BP17-27 QBC).

REFERENCIAS

- [1] Y. Takazawa, H. Ikeda, Y. Saita, M. Ishijima, M. Nagayama, H. Kaneko. *Knee* (2015) 22:569–573.
- [2] E. Peña, B. Calvo, M. Doblaré. *Rev. Int. Mét. Num. Cál. Dis. Ing* (2006) 22, 63–78.
- [3] DL. Kopperdahl, TM. Keaveny. *J. Biomech.* (1998) 31, 601–608.
- [4] EF. Morgan, HH. Bayraktar, TM. Keaveny. *J. Biomech.* (2003) 36, 897–904.
- [5] EF. Morgan, TM. Keaveny. *J. Biomech.* (2001) 34, 569–577.
- [6] X. Wang, X. Shen, X. Li, C. Mauli Agrawal. *Bone* (2002) 31, 1–7.
- [7] MT. Angulo Carrere. *Enfermería, Fisioter y Podol*(2010) 2, 1–13.
- [8] SA. Goldstein. *J. Biomech.* (1987) 20, 1055–1061.
- [9] M. Ding, M. Dalstra, CC. Danielsen, J. Kabel, I. Hvid, F. Linde. *Acta Orthop. Scand. Suppl.* (2000) 292, 1–45.
- [10] C. Quintana, C. Rodríguez, I. Peñuelas, A. Maestro. *Anales de Mecánica de la Fractura* (2018) 35: 256–261.
- [11] NK. Paschos, SM. Howell. *EFORT Open Rev.* (2017) 1(11):398–408.
- [12] J-C. Gali. *Rev Bras Ortop.* (2015) 50(4):469–71.
- [13] J. Aerssens, S. Boonen, G. Lowet, J. Dequeker. *Endocrinology* (1998) 139, 663–670.
- [14] B. Calvo, E. Peña, MA. Martínez, M. Doblaré. *Int. J. Numer. Methods Eng.* (2007) 69, 2036–2057.
- [15] E. Peña, B. Calvo, MA. Martínez, M. Doblaré. *Int. J. Solids Struct.* (2007) 44, 760–778.
- [16] C. Quintana-Barcia, C. Rodríguez, G. Álvarez, A. Maestro. *Biology* (2021)10(6):532.
- [17] C. Quintana-Barcia. Tesis doctoral. Universidad de Oviedo (2021).
- [18] L. Wang, L. Lin, Y. Feng, TL. Fernandes, P. Asnis, A. Hosseini, et al. *Clin. Biomech.* (2015) 30, 1175–1180.
- [19] RF. Escamilla, TD. MacLeod, KE. Wilk, L. Paulos, JR. Andrews. *J. Orthop. Sports Phys. Ther.* (2012) 42, 208–220.
- [20] A. Gokce, T. Beyzadeoglu, F. Ozyer, H. Bekler, F. Erdogan. *Int. Orthop.* (2009) 33, 407–412.
- [21] MAV. Raj, SM. Ram, S. Venkateswaran, J. Manoj. *Int. J. Orthop. Sci.* (2018) 4, 160–163.

CLASIFICACIÓN DE LOS EVENTOS DE RUPTURA MOLECULAR ENTRE ESTREPTAVIDINA Y BIOTINA MEDIDOS MEDIANTE MICROSCOPIA DE FUERZA ATÓMICA DE AFINIDAD.

Daniel Corregidor^{1,2}, Raquel Tabraue^{1,2}, Luis Colchero^{1,2}, Rafael Daza^{1,2}, Manuel Elices^{1,2}, Gustavo V. Guinea^{1,2}, José Pérez-Rigueiro^{1,2*}

¹ Centro de Tecnología Biomédica. Universidad Politécnica de Madrid. 28223 Pozuelo de Alarcón (Madrid). Spain

² Departamento de Ciencia de Materiales. ETSI Caminos, Canales y Puertos. Universidad Politécnica de Madrid. 28040 Madrid. Spain

* Persona de contacto: jose.perez@ctb.upm.es

RESUMEN

Durante las últimas dos décadas se ha producido un crecimiento significativo del número de estudios centrados en la caracterización de las interacciones a nivel molecular que se producen en los sistemas biológicos. Una de las técnicas más versátiles y con mayor resolución para la caracterización de dichas interacciones es la Microscopía de Fuerza Atómica (AFM). Pese a las ventajas de esta técnica, las dificultades asociadas al proceso de preparación y la dificultad de la realización de los propios experimentos hacen que la aplicación de esta técnica esté lejos de considerarse un procedimiento habitual.

En este trabajo, se presenta una alternativa robusta y versátil para el uso de la técnica de A-AFM (Microscopía de fuerza atómica de afinidad) en la caracterización de la interacción entre moléculas individuales. La funcionalización de las puntas se realiza mediante la técnica de silanización por vapor activado (AVS), con la que se deposita sobre la punta sensora una densidad superficial elevada de grupos amino empleados para el anclaje de diferentes moléculas orgánicas y biomoléculas, habiéndose utilizado en este caso como modelo la molécula biotina. Así, se ha caracterizado los eventos de unión-rotura entre la molécula biotina y la estreptavidina inmovilizada sobre un sustrato plano.

PALABRAS CLAVE: Microscopia de afinidad, Funcionalización, Biotina.

ABSTRACT

For the last two decades there has been a significant growth in the number of studies focused on the characterization of interactions at the molecular level that occur in biological systems. One of the most versatile techniques with the highest resolution for the characterization of these interactions is Atomic Force Microscopy (AFM). Despite the advantages of this technique, the difficulties associated with the preparation process and the difficulty of carrying out the experiments themselves mean that the application of this technique is far from being considered a common procedure.

In this work, a robust and versatile alternative is presented for the use of the A-AFM (Affinity Atomic Force Microscopy) technique in the characterization of the interaction between individual molecules. The functionalization of the tips is carried out using the activated vapor silanization (AVS) technique, with which a high surface density of amino groups used for the anchoring of different organic molecules and biomolecules is deposited on the sensor tip, having been used in this case as a model the molecule biotin. Thus, the binding-breaking events between the biotin molecule and streptavidin immobilized on a flat substrate have been characterized.

KEYWORDS: Affinity microscopy, Functionalization, Biotin.

1. INTRODUCCIÓN

El interés por conocer el comportamiento y las características de las interacciones biomoleculares en condiciones fisiológicas hace de la microscopia de fuerzas atómicas una gran opción por la resolución que ofrece y la variedad de pruebas que es posible desarrollar [1-3]. Entre estas pruebas, tienen singular relevancia aquellas que implican medir fuerzas intermoleculares con una resolución de piconewtons y aquellas que realizan una caracterización morfológica con una

resolución nanométrica [4, 5]. Sin embargo, y aunque a veces se pasa por alto, el estudio de estas interacciones y estructuras biológicas requiere del uso de puntas AFM químicamente funcionalizadas. La funcionalización de las puntas permite la unión fiable de las moléculas sensoras típicamente empleadas en microscopía de fuerza atómica de afinidad (o química), entre las que se incluyen, por ejemplo, anticuerpos y cadenas sencillas de ADN [6, 7].

Actualmente, la oferta comercial de puntas AFM funcionalizadas es relativamente reducida en términos de materiales, constante elástica y frecuencias de resonancia de los cantilévers. En consecuencia, muchos grupos de investigación prefieren funcionalizar las puntas adaptadas a sus experimentos previstos siguiendo algunos de los procedimientos disponibles desarrollados para este fin [8].

Varias técnicas se utilizan comúnmente para funcionalizar las puntas AFM. Estas técnicas se pueden dividir ampliamente en técnicas de funcionalización líquidas [9-11] y de vapor [12-14].

Sin embargo, estos procesos de funcionalización tienden a mostrar una gran variabilidad debido a factores como su dependencia crítica de la química de la superficie del material [15] que representan un gran inconveniente para la realización de experimentos de microscopía de fuerzas atómicas de afinidad robustos y fiables. En este contexto, el proceso de silanización por vapor activado (AVS) [16] ha demostrado ser compatible con la geometría singular de las puntas AFM [17]. En este trabajo, la biotina (una molécula comúnmente empleada en estudios de AFM de afinidad) se utiliza como molécula modelo para demostrar que las puntas funcionalizadas con AVS se pueden modificar fácilmente con moléculas sensoras empleando químicas de entrecruzamiento ampliamente establecidas. Además, las puntas funcionalizadas con AVS permiten repetir las interacciones entre el sensor y las moléculas objetivo (se utilizó estreptavidina como molécula objetivo) sin observar ningún signo de degradación en la punta. Por último, estas puntas funcionalizadas permiten identificar una serie de interacciones punta-sustrato que incluyen, lo que es más importante, eventos de una sola molécula que implican la interacción de solo biotina con una molécula de estreptavidina.

2. MATERIALES Y MÉTODOS

Las puntas AFM comerciales modelo PNP-DB (frecuencia de resonancia nominal 67 kHz-17 kHz; $k=0,48-0,06$ N/m) fueron suministrados por Nanoworld. El 3-Aminopropiltriethoxisilano, 99%, AcroSeal® se obtuvo de Acros Organics. 5(6)-isotiocianato de fluoresceína, solución de peróxido de hidrógeno al 30 %, solución de glutaraldehído al 50 % en H₂O, estreptavidina de *Streptomyces avidinii*, BSA marcado con biotina, poli(etilenglicol) (N-hidroxisuccinimida 5-pentanoato) éter 2-(biotinilamino)etano fueron proporcionados por Sigma-Aldrich. La solución de amoníaco al 32% p/p se obtuvo de Scharlau. El dodecilsulfato de sodio (SDS) fue proporcionado por Fisher Scientific.

2.1 Limpieza de muestras

Las puntas AFM se limpiaron como se describe en [17]. Brevemente, las puntas se sumergieron durante 15 min en acetona, seguido de inmersión durante 15 min en isopropanol y finalmente sumergidos durante 15 min en solución RCA (H₂O: NH₃: H₂O₂ 5:1:1). Posteriormente, las puntas se limpiaron en acetona durante 5 min y se secaron con argón.

Las superficies de silicio (una cara pulida) se cortaron en muestras cuadradas de 5 x 5 mm y se limpiaron por inmersión durante 10 min en una solución de HF: isopropanol (1:9). Posteriormente, se sonicaron a 50 °C en isopropanol durante 15 min y, nuevamente, a 50 °C en acetona durante 15 min. Después de limpiarlas, las muestras de silicio se secaron con argón y se almacenaron hasta que se funcionalizaron.

2.2 Funcionalización de la muestra.

Las puntas limpias se funcionalizaron mediante silanización con vapor activado (AVS) [16]. Se utilizó como precursor para depositar una película delgada APTES. Los parámetros de funcionalización fueron: temperatura de evaporación: 150 °C, temperatura de activación: 750 °C y presión de argón: 1 mbar. Se utilizaron dos tiempos de funcionalización diferentes: 2,5 min y 5 min. Durante el proceso AVS, las muestras se colocaron a 10 mm de la entrada de gas en la cámara de activación. Después de la funcionalización, las puntas se limpiaron con acetona y se almacenaron.

Las muestras de silicio se funcionalizaron utilizando la técnica AVS descrita en [18]. En este caso los parámetros de deposición utilizados fueron: $T_{\text{evap}}=150$ °C, $T_{\text{act}}=750$ °C, $P_{\text{Ar}}=1$ mbar y 15 min de tiempo de deposición.

2.3 Caracterización de grupos amino en la superficie de las puntas

La presencia de grupos amina en la superficie de las puntas funcionalizadas se determinó mediante microscopía de fluorescencia. Las puntas funcionalizadas se incubaron en 1 ml de una solución de FITC 0,25 mg/ml en PBS (Na₂HPO₄ 8 mM y KH₂PO₄ 2 mM, NaCl 137 mM y KCl 2,7 mM pH 7,4) durante 20 min. Luego, las muestras se sumergieron en una solución de SDS al 10 % en PBS durante 5 min, seguido de inmersión en PBS tres veces, 5 min cada vez. Por último, las puntas se aclararon con agua desionizada y se montaron en un portaobjetos de vidrio para su observación al microscopio. Como control, se emplearon puntas sin funcionalizar.

2.4 Topografía de la superficie.

Las puntas funcionalizadas se caracterizaron mediante microscopía electrónica de barrido (SEM) y microscopía de fuerza atómica (AFM). Previo a la observación en el SEM, las muestras fueron metalizadas.

La topografía de las puntas funcionalizados, 3 muestras por cada condición de funcionalización, se caracterizó mediante un CERVANTES AFM (NANOTEC S.L.). Se utilizaron los siguientes parámetros de escaneo: velocidad de escaneo 1 línea/s, resolución 512 puntos y tamaño de imagen: 15 μm . La altura promedio y el valor RMS se calcularon utilizando el software WSxN [19].

2.5 Caracterización de la frecuencia de resonancia y constante elástica

La frecuencia de resonancia y la constante elástica de los cantilévers funcionalizados, 12 muestras para cada geometría de cantiléver y condición de funcionalización, también se midieron con un AFM CERVANTES. Tanto la frecuencia de resonancia como la constante de resorte se midieron en el aire, y la constante elástica se calculó mediante el método de Sader [20].

2.6 Mediciones de microscopía de afinidad con un sistema modelo biotina-estreptavidina

La interacción entre las puntas funcionalizadas con AVS modificadas con biotina y los sustratos recubiertos con estreptavidina se caracterizó mediante curvas de fuerza-distancia (F-d).

Los sustratos de silicio recubiertos con estreptavidina se prepararon mediante la unión covalente de estreptavidina a sustratos funcionalizados con AVS. Las muestras de silicio funcionalizadas con AVS se sumergieron secuencialmente en acetona e isopropanol durante 15 minutos cada vez. La estreptavidina se inmovilizó a los grupos amina del silicio funcionalizado sumergiendo las muestras inicialmente en 500 μL de una solución de glutaraldehído (GA) al 25% durante 30 min y, posteriormente, añadiendo 500 μL de una solución de 0,5 mg/ml de estreptavidina en PBS) Las muestras se incubaron en la solución de estreptavidina durante 30 min. Después de completar el paso de incubación, las piezas de silicio se limpiaron varias veces con PBS para eliminar la estreptavidina no inmovilizada.

Las moléculas de biotina-PEG-NHS se inmovilizaron covalentemente en los grupos amina de las puntas funcionalizadas con AVS. Las puntas se sumergieron inicialmente en 150 μL de PBS pH 8,5 como se describe en [21] durante 1 h. Posteriormente, las puntas de AFM se incubaron en 100 μL de una solución de biotina-PEG-NHS de 5,5 mg/ml en DMSO durante 30 min. Finalmente, las puntas se limpiaron con agua ultrapura y se almacenaron en PBS pH 7.4 a 4 $^{\circ}\text{C}$ hasta su uso (máximo 24 horas).

La constante elástica y la frecuencia de resonancia de los cantilévers se caracterizaron en aire utilizando el método de Sader. La sensibilidad óptica se calibró utilizando la pendiente de la región de contacto de una curva Fuerza-distancia (F-d) realizada directamente sobre un sustrato de silicio.

Las curvas F-d se adquirieron en PBS con un AFM NANOLIFE (NANOTEC SL). Las condiciones de operación fueron: velocidad de avance: 1000 nm/s, velocidad de retroceso: 2600 nm/s, límite relativo de fuerza: 0,25 V, tiempo de contacto: 1 s y tiempo entre curvas: 2 s. Se registraron 250 curvas F-d en el Si recubierto con estreptavidina. Posteriormente, los sustratos de silicio se incubaron 30 min con 1 mL de una solución de 0,5 mg/mL de biotina-albúmina en PBS para bloquear los sitios de unión de las moléculas de estreptavidina y se registraron otras 250 curvas F-d adicionales con la misma punta AFM. El experimento se repitió dos veces con sustratos de Si diferentes y puntas AFM diferentes. Se programó una rutina MATLAB para procesar las curvas F-d.

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

3.1 Amino group reactivity

La presencia de grupos amino funcionales sobre la superficie se evaluó mediante microscopía de fluorescencia. La figura 1 compara la fluorescencia observada en las muestras funcionalizadas durante 2,5 min, las muestras funcionalizadas durante 5 min el control (muestras no funcionalizadas). El aumento de la fluorescencia de las muestras funcionalizadas en comparación con el control es evidente, pero no se observa una diferencia significativa entre los dos tiempos de funcionalización.

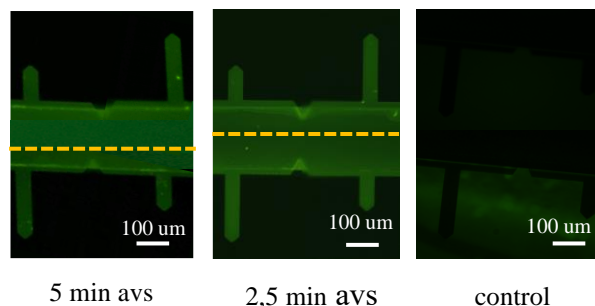


Figura 1. Imágenes de microscopía de fluorescencia de cantilévers funcionalizados con AVS y del control. De izquierda a derecha: cantilévers funcionalizados con 5 min AVS, cantilévers funcionalizados con 2,5 min AVS y control.

3.2 Frecuencia de resonancia y constante elástica

La constante elástica y la frecuencia de resonancia de 12 cantilévers funcionalizados durante 2,5 min y 12 cantilévers funcionalizados durante 5 min se caracterizaron y compararon con los valores medidos en cantilévers de control (no funcionalizados). Se analizaron cantilévers con dos geometrías diferentes (100 x 40 μm y 200 x 40 μm). La Tabla 1 muestra los resultados de la frecuencia de resonancia y la constante elástica.

Tabla 1. Valores de frecuencia de resonancia y constante elástica de cantilévers funcionalizados con AVS a diferentes tiempos.

Tiempo	Frecuencia de resonancia (Hz)		Constante elástica (N/m)	
	100x40 um	200x40 um	100x40 um	200x40 um
Control	46700 ± 100	12740 ± 30	0,22 ± 0,01	0,032 ± 0,002
2.5 min	45200 ± 400	12550 ± 50	0,18 ± 0,01	0,026 ± 0,001
5 min	45800 ± 200	12660 ± 30	0,20 ± 0,01	0,028 ± 0,002

Si bien existe una variación en los valores de la frecuencia de resonancia y de la constante elástica de los cantilévers funcionalizadas con respecto al control, todos los valores se encuentran dentro del rango proporcionado por el fabricante. En consecuencia, no está claro si estas variaciones son un efecto genuino del proceso de funcionalización o el resultado de la variabilidad esperada de estas muestras. En cualquier caso, la diferencia en ambos parámetros entre las muestras funcionalizadas y las de control no es superior al 4 %.

3.3 Topografía y rugosidad de la superficie

El estado de la punta AFM es fundamental para la correcta adquisición de los datos y para evitar artefactos. Por lo tanto, se debe preservar el estado de las puntas durante todos los procesos previos al inicio del experimento para realizar experimentos reproducibles y fiables. Las figuras 2A y 2B muestran imágenes SEM de puntas funcionalizadas y pueden compararse con la micrografía obtenida de una punta de control (2C). No se aprecia ninguna modificación significativa de las puntas en estas micrografías en comparación con el control, excepto por la aparición de pequeñas islas en las muestras funcionalizadas. Estas islas se observan más claramente en la muestra funcionalizada de 5 min. Además de la observación SEM, las muestras se analizaron con un AFM para caracterizar su topografía a escala nanométrica. (Figura 2 D, E y F)

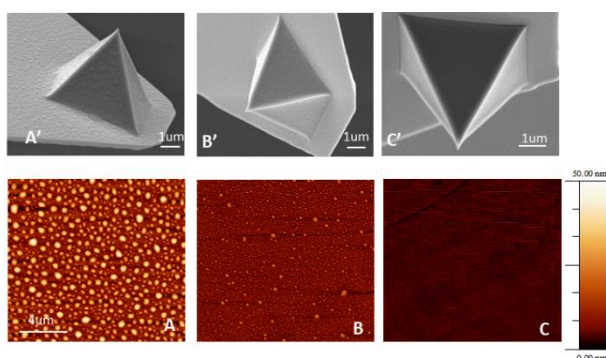


Figura 2. Imágenes SEM (fila superior) e imágenes de topografía AFM (fila inferior) de cantilévers funcionalizados. De izquierda a derecha: cantiléver funcionalizado 5 min AVS (A'-A: cantiléver funcionalizado 2,5 min AVS (B'-B), cantilévers no funcionalizados (control)(C-C').

La topografía se caracterizó cuantitativamente a través del parámetro RMS, cuyos valores se muestran en la Tabla 2. Se observa que los valores más altos de los RM corresponden a la muestra funcionalizada de 5 min.

Tabla 2. Valores RMS de la superficie de los cantilévers después del proceso AVS

Deposition Time	5 min (A)	2.5 min (B)	Control (C)
RMS (nm)	9.31	2.78	1.68

3.4 Medida de interacción biotina-estreptavidina con el AFM

Para probar la eficiencia de las puntas de AFM funcionalizadas mediante AVS en experimentos de reconocimiento molecular, se empleó el sistema biotina-estreptavidina como modelo.

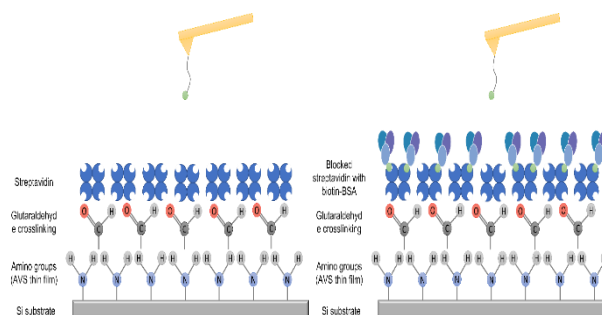


Figura 3. Representación esquemática del sustrato funcionalizado con estreptavidina. Izquierda: estreptavidina desbloqueada. Derecha: muestra después de bloquear estreptavidina con biotina-BSA

Como resultado de los experimentos, se obtuvieron 500 curvas con cada condición y se analizaron con una rutina MATLAB de desarrollo propio para calcular, fuerza de adhesión, fuerza de contacto y clasificación de las curvas.

Las curvas se clasificaron atendiendo al valor de las fuerzas máximas de adhesión y el número de picos presentes en las curvas. Observando estos dos parámetros, se definieron seis grupos: curvas sin eventos de adhesión (tipo 1), curvas con adhesión inespecífica (tipo 2), curvas con un evento de adhesión (un pico) e intensidad relacionada con un evento de unión biotina-estreptavidina (tipo 3), curvas con varios eventos de adhesión (varios picos) pero relacionadas con una sola interacción entre biotina y estreptavidina (tipo 4), curvas con un evento de adhesión (un pico) pero relacionadas con más de un evento de unión biotina-estreptavidina al mismo tiempo (tipo 5) y curvas con varios eventos de adhesión relacionados con más de un evento de unión biotina-estreptavidina al mismo tiempo (tipo 6).

En la figura 4 se muestra una curva representativa de cada uno de los grupos. Además, se calculó el porcentaje de

cada grupo en ambas condiciones experimentales como se refleja en la figura 5.

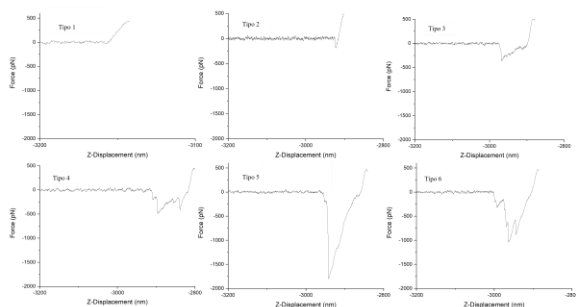


Figura 4. Tipos de curvas obtenidas tras ser analizadas con rutina de MATLAB. Fila superior de izq. a dcha.: tipo 1, tipo 2, tipo 3. Fila inferior de izq. a dcha.: tipo 4, tipo 5, tipo 6.

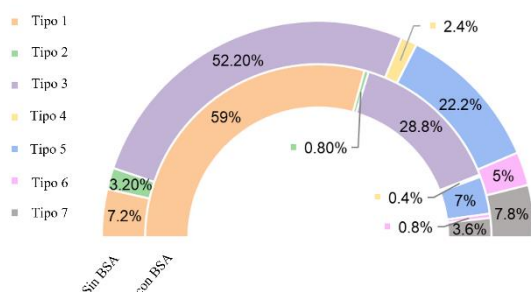


Figura 5. Gráfico con los porcentajes de cada grupo de curvas en ambas condiciones experimentales. Se refleja también un tipo 7 correspondiente a las curvas descartadas del análisis.

4. CONCLUSIONES

Como se observa en los resultados obtenidos, el proceso AVS de funcionalización permite depositar laminas delgadas reactivas sobre la superficie de las puntas de AFM sobre las que se pueden fijar otros tipos de biomoléculas. Además, el proceso AVS no modifica significativamente los parámetros intrínsecos de los cantilévers tales como la frecuencia de resonancia y constante elástica permitiendo así mantener los parámetros inalterados para un correcto desarrollo de las medidas de afinidad. Por otro lado, tampoco se observa una modificación geométrica de las puntas tras la funcionalización como se aprecia en las micrografías SEM y los valores de rugosidad de la superficie de los cantilévers funcionalizados no dista del estado de partida sin funcionalizar.

Por otro lado, es posible emplearlos para la realización de medidas de afinidad de biomoléculas como se ha mostrado en este trabajo con el modelo biotina-estreptavidina. Tras la realización de las medidas, no hay signos aparentes de degradación de una punta

funcionalizada puesto que no se ha observado un cambio de comportamiento a medida que transcurre el proceso de adquisición de datos.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecer, en primer lugar, al programa propio de I+D+I para contratos predoctorales de la Universidad Politécnica de Madrid junto con Santander Universidades.

REFERENCIAS.

[1] P. Hinterdorfer, W. Baumgartner, H.J. Gruber, K. Schilcher and H. Schindler, "Detection and localization of individual antibody-antigen recognition events by atomic force microscopy (ligand-receptor interaction/human serum albumin/imaging/crosslinker)," *Biophysics*, vol. 93, -04, pp. 3477.

[2] A.C. Dumitru, L. Conrard, C. Lo Giudice, P. Henriet, M. Veiga-da-Cunha, S. Derclaye, D. Tyteca and D. Alsteens, "High-resolution mapping and recognition of lipid domains using AFM with toxin-derivatized probes," *Chemical communications (Cambridge, England)*, vol. 54, no. 50, Jun 19, pp. 6903-6906.

[3] M. Delguste, C. Zeippen, B. Machiels, J. Mast, L. Gillet and D. Alsteens, "Multivalent binding of herpesvirus to living cells is tightly regulated during infection," *Science advances*, vol. 4, no. 8, Aug, pp. eaat1273.

[4] H. Yu, M.G.W. Siewny, D.T. Edwards, A.W. Sanders and T.T. Perkins, "Hidden dynamics in the unfolding of individual bacteriorhodopsin proteins," *Science (American Association for the Advancement of Science)*, vol. 355, no. 6328, Mar 3, pp. 945-950.

[5] M. Pfreundschuh, D. Alsteens, R. Wieneke, C. Zhang, S.R. Coughlin, R. Tampé, B.K. Kobilka and D.J. Müller, "Identifying and quantifying two ligand-binding sites while imaging native human membrane receptors by AFM," *Nature communications*, vol. 6, no. 1, Nov 12, pp. 8857.

[6] T. Puntheeranurak, L. Wildling, H.J. Gruber, R.K.H. Kinne and P. Hinterdorfer, "Ligands on the string: single-molecule AFM studies on the interaction of antibodies and substrates with the Na⁺-glucose cotransporter SGLT1 in living cells," *Journal of Cell Science*, vol. 119, no. 14, Jul 15, pp. 2960-2967.

[7] A.C. Dumitru, E.T. Herruzo, E. Rausell, V. Ceña and R. Garcia, "Unbinding forces and energies between

- a siRNA molecule and a dendrimer measured by force spectroscopy," *Nanoscale*, vol. 7, no. 47, Nov 26, pp. 2267-2276.
- [8] L. Wildling, B. Unterauer, R. Zhu, A. Rupprecht, T. Haselgrübler, C. Rankl, A. Ebner, D. Vater, P. Pollheimer, E.E. Pohl, P. Hinterdorfer and H.J. Gruber, "Linking of Sensor Molecules with Amino Groups to Amino-Functionalized AFM Tips," *Bioconjugate chemistry*, vol. 22, no. 6, Jun 15, pp. 1239-1248.
- [9] C.K. Riener, C.M. Stroh, A. Ebner, C. Klampfl, A.A. Gall, C. Romanin, Y.L. Lyubchenko, P. Hinterdorfer and H.J. Gruber, "Simple test system for single molecule recognition force microscopy," *Analytica chimica acta*, vol. 479, no. 1, pp. 59-75.
- [10] F. Kienberger, A. Ebner, H.J. Gruber and P. Hinterdorfer, "Molecular Recognition Imaging and Force Spectroscopy of Single Biomolecules," *Accounts of chemical research*, vol. 39, no. 1, Jan 17, pp. 29-36.
- [11] L.R. Ditzler, A. Sen, M.J. Gannon, A. Kohen and A.V. Tivanski, "Self-Assembled Enzymatic Monolayer Directly Bound to a Gold Surface: Activity and Molecular Recognition Force Spectroscopy Studies," *Journal of the American Chemical Society*, vol. 133, no. 34, Aug 31, pp. 13284-13287.
- [12] A. Ebner, P. Hinterdorfer and H.J. Gruber, "Comparison of different aminofunctionalization strategies for attachment of single antibodies to AFM cantilevers," *Ultramicroscopy*, vol. 107, no. 10, pp. 922-927.
- [13] H. Wang, R. Bash, J.G. Yodh, G.L. Hager, D. Lohr and S.M. Lindsay, "Glutaraldehyde Modified Mica: A New Surface for Atomic Force Microscopy of Chromatin," *Biophysical journal*, vol. 83, no. 6, pp. 3619-3625.
- [14] T. Mori, M. Asakura and Y. Okahata, "Single-Molecule Force Spectroscopy for Studying Kinetics of Enzymatic Dextran Elongations," *Journal of the American Chemical Society*, vol. 133, no. 15, Apr 20, pp. 5701-5703.
- [15] A. Álvarez-López, L. Colchero, M. Elices, G.V. Guinea, J. Pérez-Rigueiro and D. González-Nieto, "Improved cell adhesion to activated vapor silanization-biofunctionalized Ti-6Al-4V surfaces with ECM-derived oligopeptides," *Materials Science and Engineering: C*, pp. 112614.
- [16] R.J. Martín-Palma, M. Manso, J. Pérez-Rigueiro, J.P. García-Ruiz and J.M. Martínez-Duart, "Surface biofunctionalization of materials by amine groups," *J.Mater.Res.*, vol. 19, no. 8, pp. 2415-2420.
- [17] R. Daza, L. Colchero, D. Corregidor, M. Elices, G.V. Guinea, F.J. Rojo and J. Pérez-Rigueiro, "Functionalization of atomic force microscopy cantilevers and tips by activated vapour silanization," *Applied surface science*, vol. 484, Aug 1, pp. 1141-1148.
- [18] J.N. Calvo, M. Elices, G.V. Guinea, J. Pérez-Rigueiro and M. Arroyo-Hernández, "Stability and activity of lactate dehydrogenase on biofunctional layers deposited by activated vapor silanization (AVS) and immersion silanization (IS)," *Applied surface science*, vol. 416, Sep 15, pp. 965-970.
- [19] I. Horcas, R. Fernández, J.M. Gómez-Rodríguez, J. Colchero, J. Gómez-Herrero and A.M. Baro, "WSXM: A software for scanning probe microscopy and a tool for nanotechnology," *Review of scientific instruments*, vol. 78, no. 1, Jan, pp. 013705.
- [20] J.E. Sader, J.W.M. Chon and P. Mulvaney, "Calibration of rectangular atomic force microscope cantilevers," *Review of scientific instruments*, vol. 70, no. 10, Oct, pp. 3967-3969.
- [21] K. Blank, J.L. Zimmermann, T. Nicolaus and G. Neuert, "Thiol-based, site-specific and covalent immobilization of biomolecules for single-molecule experiments," *Nature protocols*, vol. 5, no. 6, Jun, pp. 975-985.

**FRACTURA DE MATERIALES
CERÁMICOS Y PÉTREOS**

TENSIÓN DE FRACTURA DE MATERIALES CERÁMICOS MEDIANTE ENSAYOS SMALL PUNCH Baudín, Carmen ⁽¹⁾; Quintana, Covadonga ⁽²⁾; Belzunce, Javier⁽²⁾; Rodríguez, Cristina ⁽²⁾

¹ Instituto de Cerámica y Vidrio, CSIC. Kelsen 5, 28049 Madrid. Spain

² SIMUMECAMAT Research Group. Universidad de Oviedo. Campus Universitario. 33203 Gijón. Spain

* Persona de contacto: cbaudin@icv.csic.es

RESUMEN

La fractura de la cerámica es frágil, por lo que los valores de la tensión de fractura de piezas nominalmente idénticas y sometidas a iguales sollicitaciones mecánicas son altamente variables. Debido a este comportamiento, es necesario realizar ensayos sobre un gran número de probetas para diferenciar entre materiales con variaciones sistemáticas de la microestructura. Los ensayos estándar (flexión en 3 o 4 puntos) requieren un gran volumen de material del que en muchas ocasiones no se dispone. Además, muchos componentes cerámicos se fabrican en forma de pequeños discos finos y el procesado de probetas para flexión puede modificar significativamente su respuesta mecánica. Una solución a este problema es la utilización de los propios componentes como probetas de ensayo miniatura como el Small Punch Test (SPT).

En este trabajo se analiza la caracterización de la tensión de fractura de materiales cerámicos avanzados mediante SPT. Para asegurar la validez de este ensayo se han elegido tres materiales con parámetros elásticos muy distintos (PZT, alúmina y nitruro de silicio), lo que implica analizar la influencia de diferentes interacciones punzón-superficie del material. Para cada material se han caracterizado series de discos de dos espesores diferentes y se ha llevado a cabo una extensa campaña de análisis fractográfico con objeto de identificar los defectos críticos y, con ello, asegurar la validez del método. Se han obtenido las distribuciones de Weibull correspondientes, se han determinado los volúmenes efectivos y se han establecido las relaciones existentes entre los parámetros de Weibull de las distribuciones obtenidas.

PALABRAS CLAVE: Small Punch Test, PZT, Alúmina, Nitruro de silicio, volumen efectivo.

ABSTRACT

Ceramic fracture is brittle, so the fracture stress values of nominally identical pieces and subjected to the same mechanical stresses are highly variable. Due to this behavior, it is necessary to carry out tests on a large number of specimens to differentiate between materials with systematic variations of the microstructure. Standard tests (3 or 4 points bending) require a large volume of material that is often not available. In addition, many ceramic components are manufactured in the form of small thin disks and the processing of specimens for bending can significantly modify their mechanical response. One solution to this problem is the use of the components themselves as miniature test specimens such as the Small Punch Test (SPT).

In this work, the characterization of the fracture stress of advanced ceramic materials by means of SPT is analyzed. To ensure the validity of this test, three materials with very different elastic parameters (PZT, alumina and silicon nitride) have been chosen, which implies analyzing the influence of different punch-surface interactions of the material. For each material, series of discs of two different thicknesses have been characterized and an extensive fractographic analysis campaign has been carried out in order to identify the critical defects and, thereby, ensure the validity of the method. The corresponding Weibull distributions have been obtained, the effective volumes have been determined and the relationships between the Weibull parameters of the distributions obtained have been established.

KEYWORDS: Ceramics, Miniature Strength Tests, SPT, Effective Volume, Weibull statistics

1. INTRODUCCIÓN

Se denomina cerámica avanzada, o materiales cerámicos avanzados, a un gran grupo de materiales inorgánicos no metálicos, procesados a partir de materias primas sintéticas, o naturales muy modificadas, con objeto de obtener propiedades específicas para cada aplicación. En general se trata de volúmenes relativamente pequeños de material con alto valor añadido. El término cerámica avanzada incluye, tanto materiales con aplicaciones funcionales – biomédicas, eléctricas, electrónicas, magnéticas...etc. - como materiales estructurales, cuya función principal es soportar esfuerzos mecánicos a temperatura ambiente o a altas temperaturas. Además de propiedades funcionales específicas, los materiales

cerámicos presentan una serie de ventajas en comparación con los metales y los plásticos, como su resistencia a la corrosión y al desgaste y el hecho de que mantienen una alta resistencia a la deformación a temperaturas en el que otros materiales desarrollan fenómenos de flujo generalizado. Además, las densidades de los materiales cerámicos son inferiores a las de los metales. Para aprovechar el potencial de la cerámica avanzada es preciso controlar su falta de fiabilidad mecánica derivada de la forma de fractura frágil.

Los enlaces cristalinos de los materiales cerámicos son mixtos iónico-covalente, por lo que son enlaces fuertes y, en muchos casos, altamente direccionales. Esta

característica hace que la mayoría de los materiales cerámicos no experimenten deformación plástica a baja temperatura. Por ejemplo, en los monocristales de alúmina (Al_2O_3) no se ha observado deformación plástica hasta temperaturas superiores a $900^\circ C$ ¹ y los materiales de nitruro de silicio (Si_3N_4) llegan a sublimarse a temperaturas superiores a $1800^\circ C$ sin haber experimentado deformación plástica.² Entre los materiales cerámicos comunes, únicamente los monocristales de MgO muestran una actividad significativa de dislocaciones hasta temperatura ambiente.² Sin embargo, las tensiones necesarias para producir deformación plástica en los materiales reales de MgO son superiores a las necesarias para originar su fractura. Por lo tanto, la forma de fractura principal de los materiales cerámicos es frágil, siendo el modo I (apertura) el más frecuente.³

La tensión de fractura de un material frágil libre de defectos – homogéneo, isótropo y con densidad igual a la densidad teórica de la fase que lo constituye –, tensión teórica de fractura, σ_t , sería muy alta y no variable, ya que vendría determinada únicamente por las fuerzas interatómicas. Para los materiales cerámicos en general, $\sigma_t \approx 10^{-1}E$, donde E = módulo de elasticidad, pero estos valores nunca se alcanzan ya que contienen defectos en su microestructura, y la característica fundamental de los materiales frágiles es no mostrar ninguna tolerancia a los defectos. Por lo tanto, los valores de las tensiones a las que rompen componentes nominalmente idénticos y sometidos a las mismas tensiones son, además de altamente variables, inferiores a la tensión teórica de fractura, ya que dependen de los defectos microestructurales en el material (defectos intrínsecos), y de los defectos superficiales asociados al conformado o el mecanizado (defectos extrínsecos), y de su orientación frente a las tensiones aplicadas.

En los materiales cerámicos avanzados los defectos microestructurales (dimensión máxima ≈ 10 - $100 \mu m$) no se pueden detectar con las técnicas de evaluación no destructivas actuales. Por lo tanto, para caracterizar su tensión de fractura es preciso ensayar en iguales condiciones un número suficiente de piezas nominalmente idénticas. Los ensayos más utilizados son los de flexión en 3 y 4 puntos (3PB y 4PB), pero cada vez es más frecuente utilizar ensayos miniatura como el de bola en tres bolas (B3B) o el Small Punch Test (SPT), sobre todo cuando el volumen de material disponible es muy pequeño.

Los valores de la tensión de fractura de materiales cerámicos obedecen a una distribución de valores extremos propuesta por Weibull. En el caso de los materiales cerámicos se considera una función de Weibull de dos parámetros, asumiendo que no hay una tensión umbral por debajo de la cual no se produzca la fractura del componente, lo cual es el caso más conservador.³

$$P_f = 1 - \exp \left[- \left(\frac{\sigma_{max}}{\sigma_\theta} \right)^m \right] \quad \sigma_{max} > 0 \quad (1)$$

$$P_f = 0 \quad \sigma_{max} \leq 0 \quad (2)$$

Donde P_f es la probabilidad de fallo, σ_{max} es la tensión que produce la rotura en la probeta y σ_θ y m son los parámetros de Weibull, tensión de fractura característica (en adelante, tensión característica) y módulo de Weibull, respectivamente.

Para un determinado material, el valor del módulo de Weibull depende de la distribución de defectos que originan la fractura, de modo que, si se supone una distribución homogénea de defectos, el valor de m permanecerá constante independientemente del volumen del material ensayado. Esto no ocurre con la tensión característica, que es menor cuanto mayor es el volumen de material ensayado.

Con objeto de manejar un valor de tensión característica que no dependa de la geometría del sistema de carga ni del componente, se define el valor de la tensión característica intrínseca del material, σ_0 , como la tensión característica de una probeta con un volumen unidad sometida a una tensión uniforme de tracción uniaxial, y se relaciona con la tensión característica de una probeta ensayada utilizando cualquier otro tipo de ensayo (tracción, flexión en 3 o 4 puntos, SPT, etc.) a través de la relación de Weibull:⁴

$$\sigma_0 = (V_{eff})^{1/m} \cdot \sigma_\theta \quad (3)$$

Donde, V_{eff} , es el volumen efectivo de la probeta, que tiene en cuenta tanto el volumen real de la misma como el gradiente de tensiones originado por el ensayo. De esta relación se desprende la gran importancia de conocer el volumen efectivo asociado a un determinado tipo de ensayo, ya que permite conocer la tensión característica intrínseca de un determinado material sin tener en cuenta ni el volumen de la muestra ni los gradientes de tensiones.

En el caso de los ensayos más comunes (tracción o flexión en 3 o 4 puntos, los volúmenes efectivos responden a expresiones analíticas bien conocidas:

$$V_{eff_Tension} = L_0 t W \quad (4)$$

$$V_{eff_3PB} = \frac{L_0 t W}{[2(m+1)^2]} \quad (5)$$

$$V_{eff_4PB} = \left[\left(\frac{L_i}{L_0} \right) m + 1 \right] \left[\frac{(L_0 t W)}{[2(m+1)^2]} \right] \quad (6)$$

donde L_0 es la longitud de la probeta en tracción o la distancia entre apoyos extremos en 3PB y 4PB, t y W el espesor y ancho de la probeta y L_i la distancia entre apoyos centrales en 4PB.

Sin embargo, cuando la distribución de tensiones es más compleja, como en el ensayo SPT o en el B3B, no es posible establecer expresiones analíticas que permitan calcular el volumen efectivo, debiendo recurrirse a su cálculo mediante métodos aproximados como el Método de los elementos finitos. Tras utilizar este tipo de análisis con el ensayo SPT, C. Rodríguez et al⁵ propusieron una sencilla ecuación que permite calcular el volumen efectivo de cualquier probeta SPT cuyo espesor, t , varíe entre 0.2 y 1 mm, siempre que se ensaye en un dispositivo SPT estándar (radio del punzón, R_b , y del hueco de la

matriz, R_a , de 2.5mm y 4 mm, respectivamente) y en condiciones de apoyo simple (sin empotrar en el contorno), tal y como se esquematiza en la figura 1. Según estos autores, el V_{eff} de un ensayo SPT responde a la expresión:

$$V_{eff}=0.875 \cdot (t/m)^{2.15} \quad R=0.9972 \quad (7)$$

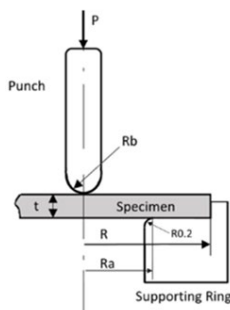


Figura 1. Esquema del ensayo SPT utilizado

Este ensayo ya ha sido aplicado con éxito en la caracterización de materiales cerámicos, habiendo mostrado una alta fiabilidad junto a una gran sencillez de manejo,⁴ por lo que es un ensayo ideal en el caso de que la cantidad de material disponible sea pequeña o los componentes cerámicos tengan forma de discos o cilindros.

Al objeto de verificar la bondad de la expresión (7), en este trabajo se realizó la caracterización mecánica, mediante ensayos SPT de tres materiales cerámicos avanzados muy diferentes y utilizando probetas SPT de distintos espesores. Tras calcular las tensiones características, σ_θ , para cada material y espesor de probeta, se aplicó la expresión (7) y se determinó la tensión característica intrínseca, σ_0 , de cada uno de los materiales, que permitió relacionar los valores de tensión de fractura obtenidos con discos de diferentes espesores. Las conclusiones se apoyan en un profundo análisis fractográfico, que ha permitido identificar los tipos de defectos críticos de cada uno de los materiales.

2. MATERIALES Y PROCEDIMIENTO

2.1 Materiales

Se han seleccionado tres materiales cerámicos avanzados, bien conocidos, que permitieran verificar tanto la aplicabilidad del método de ensayo SPT como la expresión propuesta para el cálculo de los volúmenes efectivos (ecuación (7)).

Tabla 1. Propiedades de los materiales ensayados. Módulo elástico, E , y coeficiente de Poisson, ν .⁶⁻¹¹

	E (GPa)	ν	Otras características
PZT	70-100	0.3	Componentes comerciales
Si_3N_4	312-320	0.28	Mayoritaria β - Si_3N_4
Al_2O_3	380-400	0.223	99% densidad teórica, $d_{50} \approx 1-2\mu m$

Los materiales seleccionados fueron: una alúmina (Al_2O_3) de grado medio, utilizada como aislador eléctrico y térmico; un nitruro de silicio de grado medio (Si_3N_4), diseñado para aplicaciones con sollicitaciones mecánicas como el conformado de metales; y un material piezoeléctrico de titanato-circonato de plomo (PZT). Estos tres materiales presentan valores de las propiedades elásticas (Tabla 1)^{6,7,8,9,10,11} representativos de los materiales cerámicos avanzados.

2.2 Experimental

Se analizaron probetas en forma de discos de los tres materiales, titanato-circonato de plomo (PZT, NCE 51, Noliac, República Checa), nitruro de silicio (Si_3N_4 , DOCERAM Volcera 141, Alemania) y alúmina (Al_2O_3 , KA997 99.7% pureza, Nanoker, España), utilizando dos espesores para cada material. Los discos de PZT (diámetro 10.66 mm y espesores 0.5 y 1.0 mm) fueron componentes comerciales utilizados en el campo de la electrónica. Los discos de alúmina (diámetro 10 mm y espesores 0.5 y 0.8 mm) fueron mecanizados en verde y sinterizados y los discos de Si_3N_4 (diámetro 10 mm y espesores 0.5 y 1.0 mm) fueron mecanizados después de la sinterización. En los tres casos las probetas se ensayaron sin modificar las condiciones superficiales de fabricación.

Los ensayos SPT se realizaron utilizando el dispositivo de dimensiones standard (figura 1, $R_b=1.25mm$, $R_a=2mm$) diseñado por el grupo de investigación SIMUMECAMAT (Universidad de Oviedo, España)¹² e instalado en una máquina de ensayos estática (MTS SMT3-166) de 5 kN de capacidad de carga. En todos los casos las probetas se encontraban simplemente apoyada en la matriz, según lo sugerido por la mayoría de los investigadores para el caso de materiales cerámicos.⁴ Para cada material y espesor de disco se ensayó un mínimo de 24 probetas nominalmente idénticas, utilizando una velocidad de desplazamiento del punzón constante de 0.1 mm/min.

A partir de las curvas carga-desplazamiento registradas durante los ensayos se obtienen las cargas de rotura, P_c y a partir de éstas, los valores de tensión de rotura, σ_c utilizando la ecuación (8) [1,3]. Por su parte, y siguiendo las recomendaciones del trabajo de Quintana et al,⁴ el valor del factor f , en la ecuación (8) se calculó utilizando la expresión de Timoshenko (Ecuación 9):

$$\sigma_c = f \cdot \frac{P_c}{t^2} \quad (8)$$

$$f = (1 + \nu) \left[0.485 \ln \left(\frac{R_a}{t} \right) + 0.52 \right] + 0.48 \quad (9)$$

Donde R_a es el radio de la matriz SPT y t el espesor de la probeta ensayada.

Las distribuciones de Weibull de los valores de resistencia a la fractura, de cada una de las series analizadas, se calcularon de acuerdo con la norma europea EN 843-5 (2006). Para determinar la resistencia característica, σ_θ (tensión para una probabilidad de fallo

del 63.2%), y el módulo de Weibull, m , de cada una de las series analizadas, los valores de σ_c obtenidos se ordenan en orden ascendente, asignándoles una probabilidad de fallo descrita por la ecuación (10) donde n es el número total de probetas ensayadas e, i , es el número de orden de ese ensayo en cuanto a resistencia.

$$P_f(\sigma_i) = \frac{i-0.5}{n} \quad (10)$$

Los límites superior e inferior para los intervalos de confianza del 90% se calcularon utilizando el método propuesto en la norma EN 843-5: 2006.

También se realizó un análisis fractográfico de las superficies de fractura recubiertas con Au mediante microscopía electrónica de barrido (SEM, JEOL-JSM5600, Hitachi TM-1000, Japón) y microscopía electrónica de emisión de campo con análisis por energías dispersadas de rayos X (FE-SEM-EDS, S-4700 type I-Hitachi, Japón).

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

La figura 2 muestra las distribuciones de valores de la tensión de fractura para los tres materiales y los valores de los parámetros de Weibull determinados se recogen en la tabla 2.

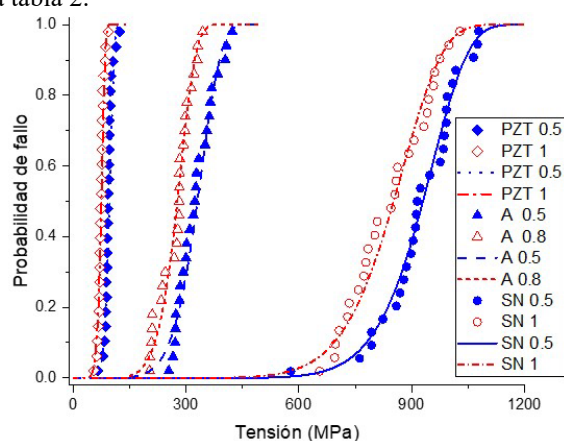


Figura 2. Distribuciones de Weibull de la tensión de fractura de los tres materiales (A: alúmina, SN: nitruro de silicio) y espesores (mm).

Tabla 2. Parámetros de Weibull: σ_0 , y m . Límites inferior y superior para un intervalo de confianza de 90%.

Material y espesor (mm)	Número muestras, n	σ_0 (MPa)	m
PZT $t=0.5$	24	95.9 [92.5-99.5]	10.45 [7.51-12.98]
PZT $t=1$	24	77.6 [74.6-80.7]	9.75 [7.00-12.11]
Alúmina $t=0.5$	25	347 [334-361]	7.31 [5.29-9.05]
Alúmina $t=0.8$	25	290 [279-301]	7.72 [5.57-9.53]
Nitruro de silicio $t=0.5$	27	962 [925-994]	10.7 [7.9-13.2]
Nitruro de silicio $t=1$	26	888 [853-923]	9.1 [6.6-11.2]

De acuerdo con las características de la distribución de Weibull, para cada material, los valores de la tensión de fractura obtenidos con las probetas de menor espesor son superiores a los obtenidos con las probetas de mayor espesor. De hecho, existen diferencias estadísticamente significativas entre los valores de la tensión característica de las distribuciones. No existen estas diferencias en los valores del módulo de Weibull, como corresponde a probetas de un mismo material, con distribuciones de defectos similares.

La microestructura media del material PZT está formada por granos equidimensionales de 2-4 μm (Fig. 3 a). Todas las probetas de este material quedaron divididas en dos partes semicirculares después de la fractura, como suele observarse en probetas de baja resistencia mecánica ensayadas utilizando el método de bola en tres bolas, que también somete a las probetas a tensión biaxial. En este caso fue muy sencillo detectar los defectos críticos, ya que las superficies de fractura son similares a las obtenidas en ensayos de flexión en 3 y 4 puntos, con un defecto central rodeado de una zona espejada.³ Los defectos más frecuentes (Fig. 3 b) fueron zonas de baja densidad en cuyo interior había dos tipos de discontinuidades microestructurales: zonas densas con fractura transgranular, en las que no se diferenciaban los granos, y aglomerados porosos de pequeños granos que presentaban fractura intergranular (Fig. 3 c).

El material de alúmina (Fig. 4 a) está formado por pequeños granos (1-4 μm) con fractura intergranular y granos de mayor tamaño (> 10 μm) con fractura transgranular. Las probetas con menores valores de la tensión de fractura se dividieron en 2 partes semicirculares, como las de PZT, mientras que la mayoría de los discos que presentaron valores medios y superiores de la tensión de fractura (≥ 280 MPa) quedaron divididas en 3 partes o, incluso, en 4. Las superficies de fractura de cada parte en la que queda dividida la probeta (Fig. 4 b) presentan dos superficies que concurren en un vértice, en cuya zona en tracción se detectan los defectos críticos. A medida que la fractura se aleja de la zona en tracción, se observa un cambio de dirección debido al estado de compresión de la probeta. Los defectos encontrados fueron zonas de baja densidad formadas por aglomerados rodeados de grietas y zonas de fractura transgranular, probablemente formadas por granos con crecimiento exagerado (Fig. 4 c).

El material de nitruro de silicio está formado por granos prismáticos de Si_3N_4 y gran cantidad de vidrio de sílice (Fig. 5 a). Todas las probetas con alta resistencia a la fractura quedaron divididas en más de 4 trozos y, la mayoría, en 5 o 6. En este caso, no fue posible distinguir los defectos críticos en todas las superficies de fractura observadas, ya que los distintos trozos presentaban en muchos casos fracturas muy complicadas. Sólo fue posible identificar los defectos críticos en los trozos cuya fractura estaba formada por dos superficies que concurrían en un vértice (Fig. 4 b), en las cuales el

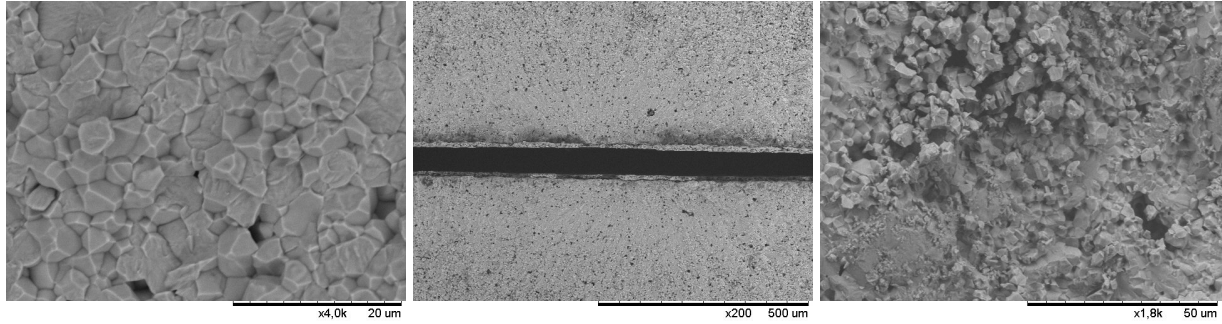


Figura 3. Material PZT. Superficies de fractura MEB. a) Microestructura media del material. Superficie de fractura de una probeta dividida en 2 partes iguales. Probeta de espesor = 1 mm. Tensión de fractura 76 MPa. b) Defectos característicos. Probeta de espesor = 1 mm. Tensión de fractura, 74 MPa

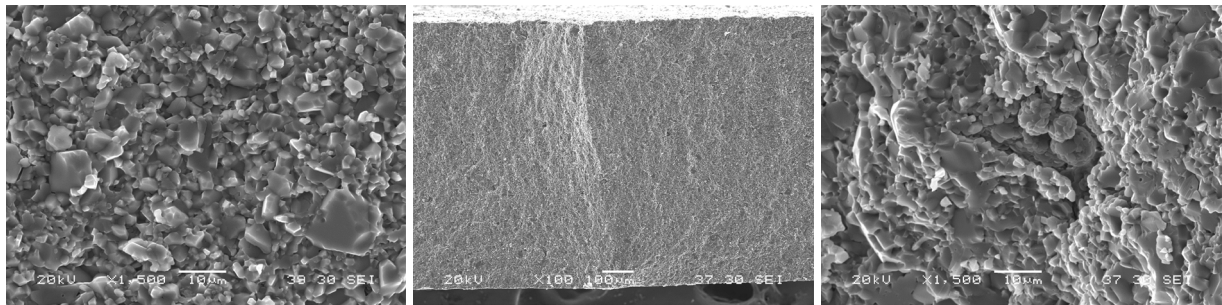


Figura 4. Material de alúmina. Superficie de fractura de una probeta dividida en tres partes iguales. Probeta de espesor = 0.5 mm. Tensión de fractura 316 MPa. MEB. a) Microestructura media del material. b) Morfología de la superficie de fractura a baja magnificación. c) Defecto característico.

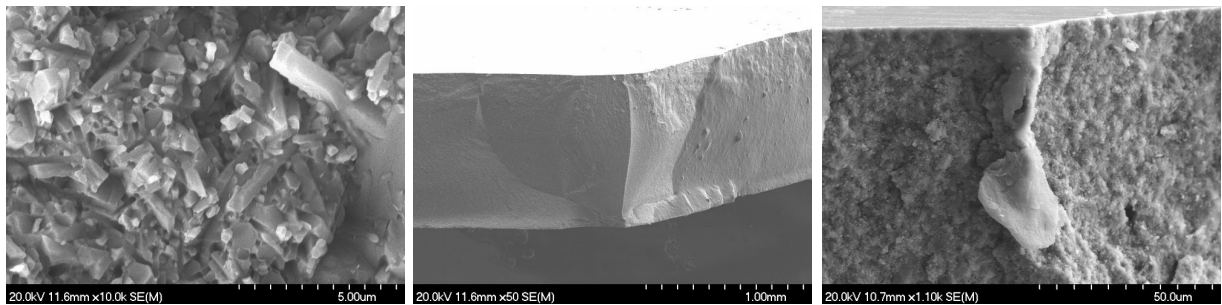


Figura 5. Material de nitruro de silicio. Superficie de fractura de una probeta de espesor 1 mm dividida en 5 trozos. Tensión de fractura, 1033 MPa. FE-SEM. a) Microestructura media del material. b) Morfología de la superficie de fractura a baja magnificación. c) Defecto característico, detalle del vértice de la figura 5 b.

Tabla 3. Volúmenes efectivos y tensiones intrínsecas. Límites inferior y superior para un intervalo de confianza de 90%.

Material y espesor (mm)	V_{eff} (mm ³) Equation (12)	σ_0 (MPa·mm ^{1/m}) Equation (7)
PZT $t=0.5$	0.00127 [0.000797-0.00258]	50.66 [41.8-57.4]
PZT $t=1$	0.00654 [0.004104-0.01333]	46.33 [40.3-51.3]
Alúmina $t=0.5$	0.00274 [0.00173-0.00549]	154.80 [124.8-178.8]
Alúmina $t=0.8$	0.00669 [0.00425-0.01349]	151.60 [128.8-169.7]
Nitruro de silicio $t=0.5$	0.00121 [0.00077-0.00232]	513.37 [429.1-577.4]
Nitruro de silicio $t=1$	0.00759 [0.00486-0.01513]	519.34 [452.1-573.6]

cambio de dirección desde la zona en tracción hasta la zona en compresión se observaba muy claramente. Los defectos críticos más frecuentes fueron discontinuidades composicionales por acumulación de vidrio (Fig. 4 c), en muchos casos con alto contenido en Al.

Del análisis fractográfico resumido, se desprende que los defectos críticos en estos materiales fueron defectos intrínsecos, por lo que es aplicable el modelo establecido para el cálculo de los volúmenes efectivos.⁴

En la tabla 3 se recogen volúmenes efectivos, V_{eff} , de cada tipo de material (m) y espesor de probeta (t), utilizados. Con estos valores se calculó la tensión intrínseca, σ_0 , asociada, utilizando la ecuación (3). Como puede observarse, el valor de la tensión intrínseca para cada material no depende del espesor de la probeta ensayada, lo que demuestra la adecuación de la expresión desarrollada.

5. CONCLUSIONES

Tras la realización de una amplia campaña experimental en la que se caracterizaron 3 tipos de materiales cerámicos mediante ensayos SPT utilizando probetas de diferente espesor, se destacan las siguientes conclusiones:

- El espesor de las probetas SPT determina los valores de tensión de fractura obtenidos y, por lo tanto, del parámetro de Weibull tensión de fractura característica, σ_0 . Para poder relacionar este parámetro con los correspondientes a otros estados dimensionales y geometrías de componentes es preciso utilizar el concepto de volumen efectivo.
- Para cada material evaluado, los defectos críticos encontrados en probetas de diferentes espesores son del mismo tipo, por lo que el valor del módulo de Weibull, m , es característico de cada material, no dependiendo del espesor utilizado.
- Se ha comprobado la aplicabilidad de la ecuación propuesta por Rodríguez et al⁵ para el cálculo del volumen efectivo en ensayos SPT.

- La tensión de fractura intrínseca, σ_0 , calculada a partir de los volúmenes efectivos y las tensiones características de diferentes ensayos es característica de cada material, no dependiendo del espesor utilizado.

AGRADECIMIENTOS

A la empresa *Nanoker* (Principado de Asturias) el suministro de los discos de alúmina. SIMUMECAMAT Research Group, agradece al Principado de Asturias la ayuda AYUD-2021-50985 y C. Quintana por la ayuda recibida a través del programa de formación predoctoral *Severo Ochoa* (contrato BP17-27 QBC). A los Servicios científico-técnicos de la Universidad de Oviedo por el uso del microscopio electrónico de barrido SEM JEOL-JSM5600. El Instituto de Cerámica y Vidrio al CSIC, proyecto PIE 201660E097C.

REFERENCIAS

- ¹ C. Baudín, (2021) Alumina, Structure and Properties. In: Pomeroy, M. (ed) Encyclopedia of Materials: Technical Ceramics and Glasses, vol. 2, pp. 25–46. Oxford: Elsevier
<https://doi.org/10.1016/B978-0-12-818542-1.00028-X>
- ² R.W. Davidge, A.G. Evans. “The Strength of Ceramics”. Mater. Sci. Eng. 6 281-298 (1970).
- ³ S. Bueno, C. Baudín, Mechanical behaviour of structural ceramics, Bol. Soc. Esp. Ceram. Vidr. 46 103-118 (2007).
- ⁴ C. Quintana, C. Rodríguez, J. Belzunce, A.C. Caballero, C. Baudín. Ceramic materials characterization using miniature mechanical tests: comparison between B3B and SPT tests. J. Eur. Ceram. Soc. 39, 4113-4121 (2019) DOI: [10.1016/j.jeurceramsoc.2019.06.019](https://doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2019.06.019)
- ⁵ C. Rodríguez, C. Quintana, C. Baudín, F.J. Belzunce. Determination of the Effective Volume in Ceramic materials characterized by Small Punch Test: Numerical and experimental analysis. Anales de Mecánica de la fractura 37 (2020) 141-146.
- ⁶ M. Selten, G.A. Schneider, V. Knoblauch, R.M. McMeeking, On the evolution of the linear material

- properties of PZT during loading history-an experimental study, Int. J. Solids Struct. 42 (2005) 3953–3966.
- ⁷ T. Tanimoto, K. Okazaki, K. Yamamoto, Tensile stress-strain behavior of piezoelectric ceramics, Jpn. J. Appl. Phys. 32 (1993) 4233–4236.
- ⁸ S. Hackemann, W. Pfeiffer, Domain switching in process zones of PZT: characterization by microdiffraction and fracture mechanical methods, J. Eur. Ceram. Soc. 23:1 (2003) 141–151.
- ⁹ O. Yeheskel and Y. Gefen, The Effect of the α phase on the Elastic Properties of Si_3N_4 , Mater. Sci. Eng. 71 (1985) 95-99.
- ¹⁰ S. Hampshire, Silicon nitride ceramics. pp.79–97 in:Tatsuki,O.,Mrityunjay,S.(Eds.),Engineered Ceramics: Current Status and Future Prospects. USA: The American Ceramic Society and John Wiley & Sons, 2016.
- ¹¹ O. Burgos-Montes, R. Moreno, C. Baudín, Effect of mullite additions on the fracture mode of alumina, J. Eur. Ceram. Soc. 30: 4 (2010) 857-863.
- ¹² T.E. García, C. Rodríguez, F.J. Belzunce, C. Suárez, Estimation of the mechanical properties of metallic materials by means of the small punch test, J. Alloys Comp. 582 (2014) 708–717.

NUEVO MODELO PARA EL CÁLCULO DE LA RESISTENCIA A FLEXOTRACCIÓN EN HORMIGÓN REFORZADO CON FIBRAS DE ACERO

Á. De La Rosa *, G. Ruiz

Grupo de Mecánica de Sólidos
ETSI Caminos, Canales y Puertos — Universidad de Castilla-La Mancha
Avda. Camilo José Cela s/n, 13071 Ciudad Real-España
* Persona de contacto: Angel.delaRosa@uclm.es

RESUMEN

Este artículo desarrolla un modelo que permite calcular la resistencia a flexotracción en elementos estructurales de hormigón reforzado con fibras de acero (HRFA). Se estudia, conjuntamente, el comportamiento a compresión y a tracción a nivel seccional. El modelo utiliza una ley lineal de ablandamiento tensión-apertura de fisura en la zona traccionada con la hipótesis de fisura plana (durante el proceso de fractura las superficies de fisura permanecen planas). En la zona comprimida se usa la nueva tensión-deformación del borrador final del nuevo Eurocódigo 2, junto con la hipótesis de Bernoulli-Navier. Los resultados indican que la resistencia a flexotracción depende de un número de fragilidad para HRFA obtenido a partir del número de fragilidad de Hillerborg. Dicho número tiene en cuenta el tamaño del elemento estructural y las propiedades del ablandamiento tensional del material. Así, el modelo propuesto recoge el efecto de escala y muestra su comportamiento asintótico. Por ello, el modelo tiene interés para el diseño de secciones estructurales de HRFA, ya que reproduce el comportamiento real a flexotracción de este material.

PALABRAS CLAVE: Hormigón reforzado con fibras de acero, Resistencia a flexotracción, Efecto tamaño, Número de fragilidad, Fractura cohesiva.

ABSTRACT

This article develops a model to calculate the flexural strength in structural elements of steel-fiber reinforced concrete (SFRC). The compressive and tensile behaviors at the section level are studied jointly. The model uses a linear stress-crack opening softening law in the tensile zone and assumes having a planar crack, i. e. the crack surfaces remain plane. In the compressed zone, the new stress-strain law of the final draft of the new Eurocode 2 is used, together with the Bernoulli-Navier hypothesis. The results indicate that the flexural strength depends on a brittleness number for SFRC obtained from Hillerborg's brittleness number for plain concrete. It depends on the size of the structural element and the tensile softening properties of the material. Thus, the proposed model accounts for the size effect and shows its asymptotic behavior. For this reason, the model is of interest for the design of structural sections of SFRC, since it reproduces the actual flexural behavior of this material.

KEYWORDS: Steel-fiber reinforced concrete, Flexural strength, Size effect, Brittleness number, Cohesive fracture

1. INTRODUCCIÓN

La respuesta post-fisuración en elementos estructurales de hormigón reforzado con fibras de acero (HRFA) solicitados a flexotracción depende de la relación tensión-apertura de fisura en la zona traccionada, y de la relación tensión-deformación en la zona comprimida. Las fibras de acero producen un incremento de la ductilidad en el material una vez fisurado, debido a que actúan controlando la apertura de las fisuras. Además, en

el hormigón existe una zona de proceso de fractura (ZPF), responsable del efecto tamaño que exhibe el material [1], que es aumentada por la presencia de las fibras [2]. El tamaño y desarrollo de la ZPF en tracción máxima es fundamental para determinar la capacidad portante de un elemento estructural de hormigón. Debido a su naturaleza heterogénea, en el hormigón se desarrollan una serie de mecanismos de consumo de energía [3, 4], que son más complejos debido a la presencia de las fibras, y son esenciales en el desarrollo de la ZPF [4].

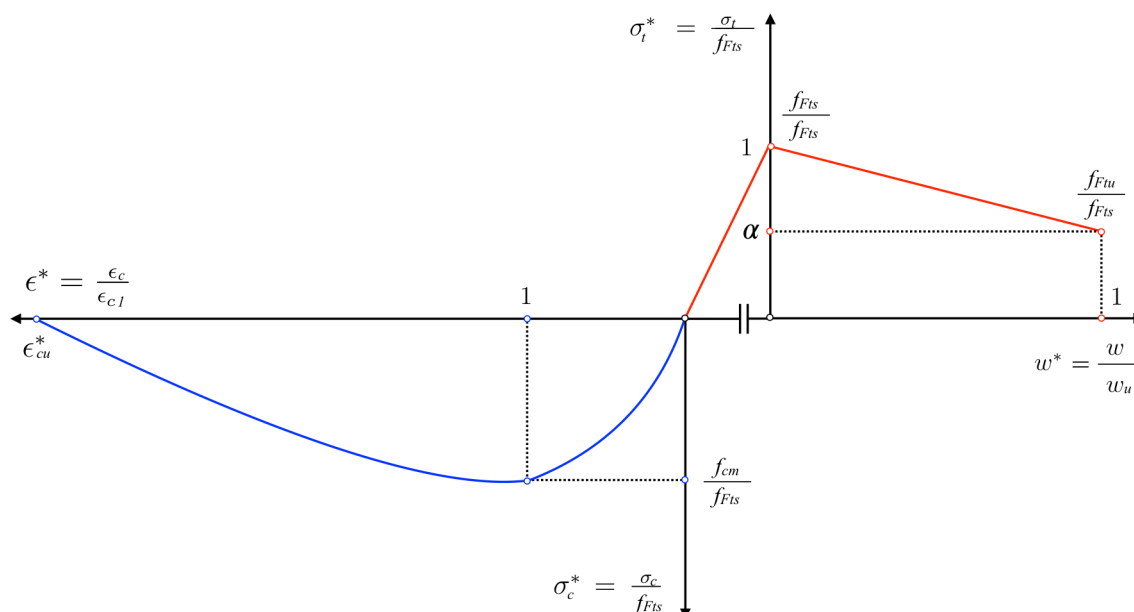


Figura 1: Modelo adimensional de comportamiento a flexotracción del HRFA.

Cómo se disipa la energía específica de fractura incide en el tamaño de la ZPF [4,5], y su evolución está vinculada en el campo de la fractura cohesiva con la longitud característica, que es un parámetro independiente del tamaño de la probeta.

La fractura por flexotracción en el HRFA es consecuencia de la combinación de modos de fallo de tracción y de compresión. En tracción, la fractura se puede localizar en superficies. En compresión, el daño es un proceso de microfisuración distribuido [6] que, si el confinamiento no es muy alto, localiza en un patrón de fisuras de tracción en las direcciones perpendiculares a la compresión [7]. De este modo, el resultado de la fractura por flexotracción depende del tamaño y de la forma de la probeta.

Esta comunicación presenta un modelo para el cálculo de la resistencia a flexotracción en HRFA basado en la Mecánica de la Fractura, en el que la zona solicitada a tracción se define por una ley de ablandamiento tensión-apertura de fisura [8], y la zona solicitada a compresión se describe por medio de una ley tensión-deformación [9]. Se utiliza la hipótesis de Navier en el ligamento de la probeta, así como la hipótesis de planicidad de las superficies durante el proceso de fractura [10]. De este modo, es posible relacionar la apertura de fisura con su profundidad y con el momento flector [11].

2. FUNDAMENTOS PARA ELABORAR EL MODELO PROPUESTO

2.1. Hipótesis iniciales

En un ensayo de flexión en tres puntos realizado sobre un elemento estructural de HRFA de sección rectangular, el

fallo por flexotracción se produce en el centro del elemento cuando el momento flector aplicado origina una apertura de fisura en la zona traccionada mayor que un valor crítico, o cuando da lugar a una deformación en la zona comprimida superior a un valor máximo.

El contenido de fibra de acero influye en la capacidad de rotación plástica de la sección, es decir, produce un aumento de su capacidad de absorción de energía y, por tanto, de su ductilidad. Esto da como resultado una disminución de la apertura de fisura en la zona traccionada, así como la formación de una rótula plástica en la zona comprimida. De este modo, la sección tendrá la capacidad de girar hasta alcanzar un valor límite de apertura de fisura a tracción o hasta agotarse la capacidad de deformación a compresión.

Así pues, la respuesta a flexotracción de un elemento estructural de HRFA se describe por las relaciones tensión-deformación en la zona comprimida y tensión-apertura de fisura en la zona traccionada, Fig. 1 [12].

2.2. Comportamiento del HRFA

En la zona fisurada, la localización de una fisura discreta se define mediante una ley constitutiva lineal tensión-apertura de fisura, $\sigma - w$ [8]. En esta ley se incluyen dos resistencias residuales post-fisuración: una para el estado límite de apertura de fisura de servicio, f_{Fts} , y otra para el estado límite de apertura de fisura última, f_{Ftu} . A su vez, f_{Fts} y f_{Ftu} se calculan a partir de las resistencias residuales a flexotracción para valores de apertura de fisura 0.5 mm y 2.5 mm, f_{R1} y f_{R3} , respectivamente (el subíndice k de la Fig. 1 indica valores característicos). Se define la energía de fractura del HRFA, $G_{F,f}$, como el área bajo la función de ablandamiento $\sigma - w$ mencionada:

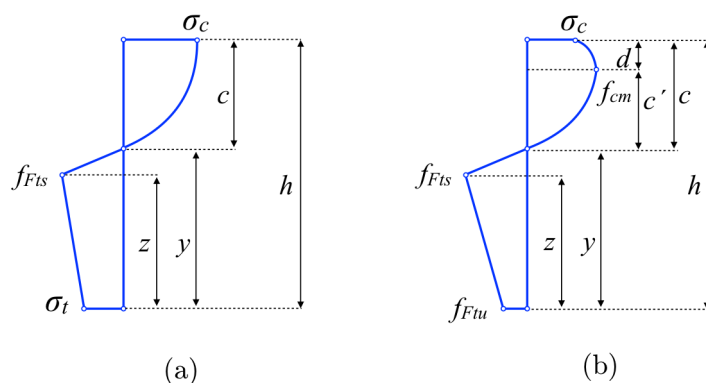


Figura 2: Evolución del comportamiento tensional de la sección de HRFA. (a) Situación para un valor de apertura en la boca de la fisura menor que w_u y con compresión en la fibra superior menor que f_{cm} , (b) Situación para un valor de apertura en la boca de la fisura igual a w_u y con ablandamiento en compresión.

$$G_{F,f} = \frac{f_{Fts} + f_{Ftu}}{2} w_u \quad (1)$$

donde w_u es el valor de apertura de fisura última que se admita en el diseño estructural. En la zona fisurada la ecuación de compatibilidad viene dada por la hipótesis de fisura plana. Esto significa que en un ensayo de flexión en tres puntos en elementos estructurales de HRFA la propagación de la fisura se produce cuando se llega a la tracción máxima, y que el ablandamiento es lineal.

2.3. Propagación de la fisura

La Fig. 2 muestra el perfil tensional en la sección rectangular de un elemento estructural de HRFA solicitada a flexotracción. Los parámetros geométricos que aparecen en ella se van a adimensionalizar dividiéndolos por el canto de la sección, h . La apertura de fisura también se muestra de manera adimensional dividiéndola por la apertura de fisura última, $w^* = w/w_u$. Las tensiones de compresión, σ_c , y tracción, σ_t , de las fibras superior e inferior se muestran de forma adimensional dividiéndolas por f_{Fts} , $\sigma_c^* = \sigma_c / f_{Fts}$, $\sigma_t^* = \sigma_t / f_{Fts}$.

Según sea el valor de la apertura de fisura de la fibra inferior del elemento estructural de HRFA, la propagación de la fisura se divide en dos escenarios, $w < w_u$ o $w > w_u$. En ambos casos puede ocurrir que en la fibra superior se alcance o se supere la resistencia a compresión. En los casos que estudiamos aquí, la resistencia a flexotracción se obtiene antes de que w supere w_u y no se llega a alcanzar la resistencia a compresión en la fibra superior (Fig. 2a).

2.4. Modelo de comportamiento a compresión para HRFA

Se va a utilizar el modelo propuesto por Ruiz *et al.* [9] (Fig. 1, curva azul), incluido en el borrador final del Anejo L de la nueva versión del Eurocódigo 2. Como ya se ha dicho, aquí sólo usamos la primera parte de la

curva, hasta llegar a la resistencia a compresión, que está definida por la siguiente expresión:

$$\frac{\sigma_c}{f_{cm}} = \frac{k \eta - \eta^2}{1 + (k-2) \eta} \quad (2)$$

donde f_{cm} es la resistencia media del hormigón con fibras, η es la deformación adimensionalizada con respecto a la deformación correspondiente a f_{cm} , ε_{c1} , que en este trabajo se toma como 0.0025, y k es:

$$k = 1.05 \varepsilon_{c1} E_{cm} / f_{cm} \quad (3)$$

siendo E_{cm} el módulo de elasticidad del material. Aquí tomamos la relación $E_{cm} / f_{cm} = 10^3$.

2.5. Ecuaciones para $w < w_u$ y $\varepsilon_c \leq \varepsilon_{c1}$

El equilibrio de fuerzas horizontales implica que:

$$\sigma_c^* = \frac{3 \gamma + \sigma_t^* \xi}{4 (1 - \gamma)} \quad (4)$$

donde $\gamma = y/h$, $\xi = z/h$. Asimismo, la hipótesis de Navier en la zona no fisurada se expresa como:

$$\frac{\varepsilon_c}{h-y} = \frac{\varepsilon_{ct}}{y-z} \quad \text{y} \quad \gamma = \frac{\alpha + \sigma_c^* \xi}{\sigma_c^*} \quad (5)$$

donde ε_c es la deformación en la fibra superior comprimida, ε_{ct} la deformación en la fibra inferior traccionada, y $\alpha = f_{Ftu} / f_{Fts}$.

La ley constitutiva en la zona fisurada es:

$$w(M, z) = w(\sigma_t) \quad (6)$$

El valor de la apertura de fisura en función del momento flector, M , y la longitud de la fisura, z , $w(M, z)$, se puede calcular definiendo $w(\sigma_t)$ por medio de una ley de ablandamiento [13]; de este modo, la Ec. 6 se puede expresar de la siguiente forma [14]:

$$\frac{24 M}{bh^2 E_c} z f(\xi) = \frac{f_{Fts} - \sigma_t}{f_{Fts} - f_{Ftu}} w_u \quad (7)$$

$$f(\xi) = 0.76 - 2.28 \xi + 3.87 \xi^2 - 2.04 \xi^3 + \frac{0.66}{(1-\xi)^2} \quad (8)$$

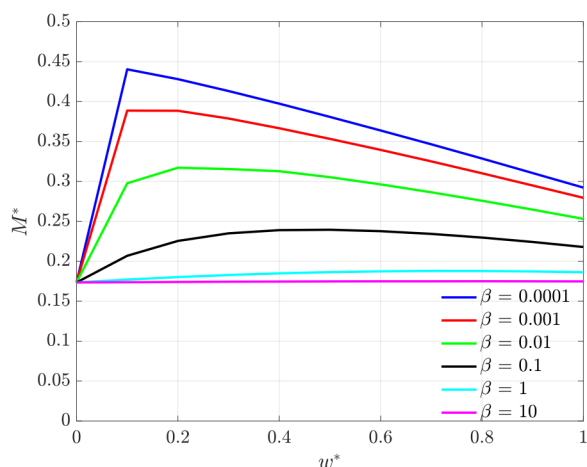


Figura 3: Influencia de $\beta_{H,f}$ en la relación M^*-w^* en HRFA para un valor $\alpha = 0.4$.

Definimos una longitud característica, $l_{ch,f}$, y un número de fragilidad, $\beta_{H,f}$, similar al de Hillerborg [15]:

$$l_{ch,f} = \frac{E_c G_{F,f}}{f_{Fts}^2 - f_{Ftu}^2} \quad (9)$$

$$\beta_{H,f} = \frac{h}{l_{ch,f}} \quad (10)$$

Teniendo en cuenta las Ec. 6-10, se puede expresar la tensión de tracción adimensional, σ_t^* , de la siguiente forma:

$$\sigma_t^* = 1 - 12 M^* \beta_{H,f} \xi f(\xi) \quad (11)$$

El momento flector de la sección, M , se halla imponiendo el equilibrio de los momentos generados por las tracciones y las compresiones, y resulta ser:

$$M^* = \frac{M}{bh^2 f_{Fts}} = \frac{5}{12} \sigma_c^* (1 - \gamma)^2 + \frac{1}{3} (\gamma - \xi)^2 + \left[\frac{\xi}{2} (\sigma_t^* + 1) \right] \left[\gamma - \frac{\xi(2 + \sigma_t^*)}{3(1 + \sigma_t^*)} \right] \quad (12)$$

La distribución de tensiones de tracción, el valor de la apertura de fisura y el momento flector para una determinada profundidad de fisura se calculan resolviendo el sistema formado por las Ecs. 4, 5, 11 y 12. Los resultados obtenidos son σ_c^* , σ_t^* y M^* , con $\beta_{H,f}$ como dato de entrada. ξ es un parámetro de control durante el proceso de fisuración, y para cada profundidad de fisura únicamente hay una ecuación de equilibrio.

La apertura de fisura adimensional, w^* , se calcula con la Ec. 13, siendo α el cociente f_{Ftu} / f_{Fts} . De este modo, w^* depende de $\beta_{H,f}$ y α , pudiendo alcanzar w^* un valor máximo igual a la unidad.

$$w^* = 12 M^* \beta_{H,f} \xi f(\xi) \left(\frac{1}{1 - \alpha} \right) \quad (13)$$

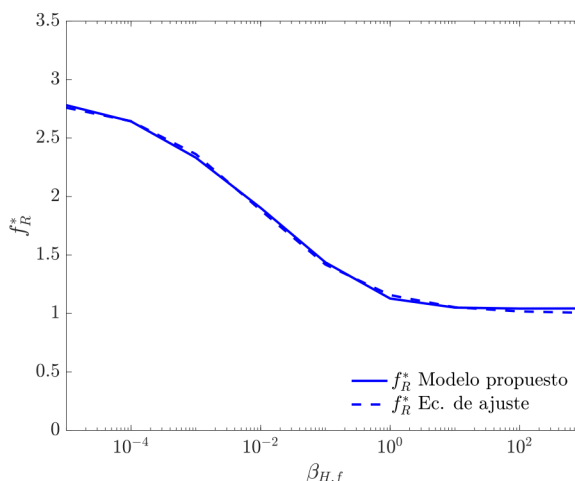


Figura 4: Comparación de la relación $f_R^* - \beta_{H,f}$ calculada mediante el modelo propuesto y la Ec. 17.

3. EFECTO DE ESCALA EN EL CÁLCULO DE LA RESISTENCIA A FLEXOTRACCIÓN DEL HRFA

La Ec. 14 proporciona el valor de la resistencia a flexotracción del HRFA, f_R :

$$f_R = \frac{6M_P}{bh^2} = 6 M_P^* f_{Fts} \quad (14)$$

siendo M_P el momento máximo alcanzado durante la fisuración (M_P^* es su valor adimensional).

La Fig. 3 representa la relación entre el momento flector adimensional, M^* , y el valor de apertura de fisura adimensional, w^* , para $\alpha = 0.4$. Se puede apreciar como valores pequeños de $\beta_{H,f}$ producen un aumento del valor máximo de carga (momento flector), lo cual está relacionado con un mayor desarrollo relativo de la zona de proceso de fractura. La Fig. 3 pone de manifiesto que, según se incrementa el valor de $\beta_{H,f}$, el momento flector también aumenta para cada valor de apertura de fisura adimensional.

La Fig. 4 representa el efecto de escala de la resistencia a flexotracción. El modelo se comporta como cohesivo, ya que la relación entre f_R^* ($= f_R / f_{Fts}$) y $\beta_{H,f}$ tiende a 3 para $\beta_{H,f} = 0$ (límite plástico en fisuras cohesivas) y tiende a 1 para $\beta_{H,f} = \infty$ (límite elástico lineal). Para estos materiales $\beta_{H,f}$ está, aproximadamente en el rango de 0.001-1, por lo que el valor de f_R^* está más próximo a la solución de límite plástico para fisuras cohesivas [13]. Además, el valor de f_R en HRFA es, aproximadamente, un 150-200% mayor que el de f_{Fts} [13]. Como se puede ver en la Fig. 4, el modelo ajusta muy bien al propuesto por Planas, Guinea y Elices [16], mediante la Ec. 15:

$$f_R^* = 1 + \frac{1}{0.5 + 4.3 \sqrt{\beta_{H,f}}} \quad (15)$$

4. CONCLUSIONES

Se presenta un modelo basado en conceptos de Mecánica de Fractura para el cálculo de la resistencia a flexotracción en elementos estructurales de HRFA. Se realiza un análisis a nivel de sección en las zona de compresión (mediante el modelo de compresión tensión-deformación del próximo Eurocódigo 2) y de tracción (usando la ley de ablandamiento tensión-apertura de fisura del Código Modelo 2010). La sección del elemento estructural se diseña con la relación momento flector-apertura de fisura. Los resultados obtenidos indican que la resistencia a flexotracción en HRFA depende del número de fragilidad, que relaciona el tamaño del elemento estructural con las características de ablandamiento tensional del material, exhibiéndose un claro efecto de escala. El modelo abarca el rango de valores alcanzados por el número de fragilidad del HRFA y puede ser usado para el diseño estructural de elementos de dicho material.

AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen al Ministerio de Ciencia e Innovación (España) la financiación de los proyectos PID2019-110928RB-C31 y RTC-2017-6736-3, y a la Junta de Comunidades de Castilla-La Mancha (España) la del proyecto SBPLY/19/180501/000220.

REFERENCIAS

- [1] Z. Bazant, Size effect in blunt fracture: Concrete, rock, metal. *Journal of Engineering Mechanics* (1984) 110(4): 518-535.
- [2] V. Li, E. Liang, Fracture processes in concrete and fiber-reinforced cementitious composites. *ASCE Journal of Engineering Mechanics* (1986) 122(6): 566-586.
- [3] S. Shah, S. Swartz, C. Ouyang, *Fracture mechanics of concrete: Applications of Fracture Mechanics to concrete, rock and other quasi-brittle materials*. Wiley, New York, 1995.
- [4] L. Saucedo, R. Yu, G. Ruiz, Fully-developed FPZ length in quasi-brittle materials. *International Journal of Fracture* (2012) 178: 97-112.
- [5] A. Carpinteri, B. Chiaia, K. Nemati, Complex fracture energy dissipation in concrete under different loading conditions. *Mechanics of Materials* (1997) 26: 93-108.
- [6] A. Pandolfi, S. Conti, M. Ortiz, A recursive-faulting model of distributed damage in confined brittle materials. *Journal of Mechanics and Physics of Solids* (2006) 54(9): 1972-2003.
- [7] J. R. del Viso, J. R. Carmona, G. Ruiz, Shape and size effects on the compressive strength of high-strength concrete. *Cement and Concrete Research* (2008) 38(3): 386-395.
- [8] fib Bulletins 65-66, Model Code 2010, Final Draft. International Federation for Structural Concrete, fib. Lausanne, Switzerland, 2012.
- [9] G. Ruiz, Á. De La Rosa, S. Wolf, E Poveda, Model for the compressive stress-strain relationship of steel fiber-reinforced concrete for non-linear structural analysis. *Hormigón y Acero* (2019) 69(S1): 75-80.
- [10] S. Gali, K. Subramaniam, Multi-linear stress-crack separation relationships for steel fiber reinforced concrete: Analytical framework and experimental evaluation. *Theoretical and Applied Fracture Mechanics* (2017) 93(S1): 33-43.
- [11] J. R. Carmona, G. Ruiz, Modelo analítico para el análisis de la flexión y la fisuración en secciones de hormigón armado como alternativa al diagrama de pivotes. *Hormigón y Acero* (2017) 68(282): 147-154.
- [12] B. Oh, D. Park, J. Kim, Y. Choi, Experimental and theoretical investigation on the postcracking inelastic behavior of synthetic fiber reinforced concrete beams. *Cement and Concrete Research* (2005) 35: 384-392.
- [13] J.R. Carmona, J. Rey-Rey, G. Ruiz, R. Cortés-Buitrago, Assessment of the modulus of rupture of fiber reinforced concrete based on the planar crack model (En revisión).
- [14] H. Tada, H. Paris, G. Irwin, *The stress analysis of cracks handbook*. Professional Engineering Publishing, 1973.
- [15] A. Hillerborg, M. Modéer, P. Petersson, Analysis of crack formation and crack growth in concrete by means of Fracture Mechanics and finite elements. *Cement and Concrete Research* (1976) 6(6): 773-781.
- [16] J. Planas, G. Guinea, M. Elices, Rupture modulus and fracture properties of concrete. 2th International Congress on Fracture Mechanics of Concrete Structures (FraMCoS-2) (1995) 95-110.

MADURACIÓN POR FATIGA EN UN MORTERO DE CAL HIDRÁULICA NATURAL

L. Garijo¹, A. De La Rosa¹, J.J. Ortega², G. Ruiz¹

¹ Grupo de Mecánica de Sólidos
ETSI Caminos, Canales y Puertos. Universidad de Castilla-La Mancha
Avda. Camilo José Cela s/n, 13071 Ciudad Real-España
*Persona de contacto: Lucia.Garijo@uclm.es

² Departamento de Ingeniería Geológica y Minera
ETSI Minas y Energía. Universidad Politécnica de Madrid
C/ Alenza, 4, 28003 Madrid, España

RESUMEN

En esta comunicación describimos el estudio llevado a cabo en un mortero de cal hidráulica natural solicitado a fatiga por compresión a tres frecuencias distintas (5 Hz, 0.5 Hz, 0.05 Hz), en un rango de valores de tensión máxima y mínima proporcionales a la resistencia a compresión cuasi-estática del material (20% a 85%). Ensayamos ocho probetas a cada frecuencia, y las vidas a fatiga medias de cada grupo, sin contar supervivientes, fueron de 62096, 3200 y 315 ciclos respectivamente, lo cual indica claramente que la respuesta del material es sensible a la frecuencia. Las probetas supervivientes, ensayadas en carga monótona, dieron un aumento de resistencia del 40% respecto a probetas no fatigadas. Seleccionamos muestras de material para hacer varios análisis post mortem, en concreto de las probetas que duraron 7897, 561 y 382 ciclos, de las frecuencias alta, media y baja respectivamente. El análisis consistió en microscopía electrónica de barrido, difracción por rayos X, termogravimetría y porosimetría por intrusión de mercurio. Las micrografías muestran la presencia de nuevas texturas superpuestas a las fisuras, las porosimetrías evidencian la modificación del volumen total de poros y del diámetro medio de los mismos, y tanto las difracciones como las termogravimetrías indican la presencia de nuevas fases hidratadas. Todo ello demuestra que las cargas cíclicas inducen una maduración química en el mortero de cal hidráulica natural.

PALABRAS CLAVE: Morteros de cal hidráulica natural, Fatiga a compresión, Maduración química, Técnicas experimentales de caracterización físico-químicas

ABSTRACT

In this communication, we describe the study on a natural hydraulic lime mortar applied to compression fatigue at three frequencies (5 Hz, 0.5 Hz, 0.05 Hz), in a range of maximum and minimum stress values proportional to the quasi-static compression strength of the material (20% to 85%). We tested eight specimens at each frequency, and the mean fatigue lives for each group, excluding runouts, were 62096, 3200, and 315 cycles, respectively, clearly indicating that the response of the material is frequency sensitive. The run-out specimens, tested in monotonic load, gave a strength increase of 40% compared to non-fatigued specimens. We selected material samples to perform various post-mortem analyses, taken from the specimens that endured 7897, 561, and 382 cycles, tested at high, medium, and low frequencies, respectively. The analyses consisted of scanning electron microscopy, mercury intrusion porosimetry, X-ray diffraction, and thermogravimetry. The micrographs reveal the presence of new textures superimposed on the cracks, the porosimetry plots show the modification of the porosity and the reduction of the pore diameter, and both the X-ray diffractions and the thermogravimetry graphs indicate the presence of new hydrated phases. All these pieces of evidence show that cyclic loads induce chemical maturing in natural hydraulic lime mortar.

KEYWORDS: Natural hydraulic lime mortar, Compression fatigue, Chemical maturation, Experimental techniques of physical-chemical characterization

1. INTRODUCCIÓN

Los morteros de cal hidráulica natural se emplean principalmente como juntas entre ladrillos o piedras de

muros de obra de fábrica. Son conocidos por sus óptimas propiedades mecánicas (bajas rigidez y resistencias en comparación con otros materiales como el mortero de cemento) para las intervenciones de restauración del

patrimonio civil y arquitectónico. Además, son ecoeficientes ya que absorben CO₂ durante la carbonatación y presentan mejor comportamiento frente a las sales en comparación con otros morteros de cal. Además, los morteros hidráulicos pueden endurecer bajo el agua a diferencia de los aéreos.

Recientemente, los autores de este trabajo han publicado un artículo sobre el comportamiento a fatiga de un mortero de cal hidráulica natural [1]. Se observó que este material es sensible a la frecuencia de sollicitación en fatiga; es decir que, a mayor frecuencia, mayor era el número de ciclos que resistía el material. Concretamente, la vida a fatiga aumentaba, de media, de 215 a 3200 y a 62100 ciclos cuando pasábamos de una frecuencia de 0.05 Hz a 0.5 Hz y a 5 Hz. Además, se estableció un límite de supervivencia de aproximadamente tres días. Así, las probetas que no rompieron pasados esos días, se consideraron supervivientes. Dichas probetas se ensayaron a compresión cuasi-estática tras ser fatigadas. Curiosamente se obtuvo, de media, una resistencia residual a compresión de un 40% mayor que la resistencia a compresión estática inicial del material. Para explicar este fenómeno se descartó que las probetas hubieran aumentado su resistencia por el paso del tiempo ya que la edad que tenían en el momento de los ensayos era muy alta, aproximadamente de dos años y medio, como para que ese efecto tuviera alguna influencia. Además, también se descartaron posibles heterogeneidades del material ya que las probetas se escogieron aleatoriamente y el coeficiente de variación de los ensayos estáticos iniciales fue menor al 10%. Nuestra hipótesis es que se produjo una maduración química inducida por la fatiga. Es decir, la presencia de agua interna disponible para la hidratación se habría movilizado como consecuencia de la fatiga que, a su vez, descubriría nuevas partículas de cal sin hidratar. Precisamente, por el contacto con el agua se hidratarían dando lugar a un aumento de la resistencia a compresión de las probetas. Para comprobar si esta hipótesis se cumplía, se realizaron ensayos de microscopía electrónica de barrido, difracción por rayos X, termogravimetría y porosimetría por intrusión de mercurio. El resto del artículo se estructura de modo que el procedimiento experimental se describe en el apartado 2, los resultados en el 3 y, finalmente, las conclusiones en el 4.

2. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

2.1. Fabricación del material

La descripción del material se detalla en el artículo de Zhang *et al.* [2]. Concretamente, se fabricó el mortero con una cal hidráulica natural NHL 3.5 y un árido calizo de machaqueo de 0/4 mm. Se escogió una relación agua/cal de 0.9 en volumen que proporcionaba una consistencia plástica y se curó durante alrededor de 2 años y 4 meses en cámara húmeda (HR 97% ± 0.5% y 20°C ± 0.5°). Las probetas se obtuvieron de las mitades

de los prismas de 160 mm × 40 mm × 40 mm utilizados previamente en el ensayo de flexión en tres puntos.

2.2. Procedimiento de ensayos

Primero, se ensayaron seis probetas a compresión cuasi-estática para caracterizar el material. Posteriormente, se establecieron las tensiones máxima y mínima a fatiga como el 85% y 20%, respectivamente, de la resistencia a compresión. De este modo se ensayaron ocho probetas a fatiga bajo tres frecuencias distintas (0.05 Hz, 0.5 Hz y 5 Hz); en total 24 probetas fueron fatigadas. El límite de supervivencia se estableció al cabo de aproximadamente tres días; esto es, alrededor de 10000, 100000 y 1000000 de ciclos para cada una de las frecuencias ensayadas. Las probetas supervivientes se volvieron a ensayar cuasi-estáticamente y la resistencia residual a compresión fue de un 40% mayor que la original.

Para entender este fenómeno, seleccionamos muestras de material extraídas de probetas para hacer varios análisis por medio de las técnicas descritas con anterioridad.

2.3. Descripción de los ensayos

La microscopía electrónica de barrido es una técnica por la que se aplica un haz de electrones sobre una superficie y mediante la interacción con la materia se obtiene una imagen de alta resolución [3].

La difracción de rayos X se basa en las interferencias ópticas a diversos ángulos que se producen al irradiar el material, las cuales dependen de las distancias interatómicas [4].

La termogravimetría consiste en el análisis térmico de una masa a lo largo del tiempo. Concretamente, se somete a una muestra de material a temperaturas crecientes midiendo la cantidad de muestra que se descompone [5].

La porosimetría por intrusión de mercurio consiste en aplicar presión para provocar la entrada de mercurio en los poros del material. Midiendo la cantidad de mercurio introducido se puede calcular el área y distribución de poros y porcentaje de porosidad [6].

3. RESULTADOS

3.1. Microscopía electrónica de barrido y difracción por rayos X

Se ha realizado una microscopía electrónica de barrido en una probeta que había sido fatigada a la frecuencia de 0.05 Hz. Se ha elegido la imagen que se sitúa sobre una fisura, Figura 1a. Analizando los espectros de difracción que nos da el equipo (Figura 1b y Tabla 1), observamos que el carbono, el calcio y el silicio se encuentran en proporciones predominantes, concretamente, 18.5%, 11.6%

y 7.6%, respectivamente. Esto nos podría dar indicios de que sobre la fisura se han formados nuevos compuestos como el carbonato cálcico, CaCO_3 ; formado probablemente por la carbonatación de la portlandita, $\text{Ca}(\text{OH})_2$, al reaccionar esta con el dióxido de carbono, CO_2 (Eq.1); así como de gel CSH, que se obtiene con la hidratación de la belita, C_2S (Eq. 2) [7-9]. Además, en las regiones donde se hacen los espectros 36 y 37 se observa más claramente cómo se ha producido un crecimiento de nuevas fases sobre la fisura previamente creada, Figura 1a. De acuerdo con el análisis espectral, las fases presentes son, principalmente, CaCO y gel CSH en menor cuantía. Precisamente, dichos compuestos podrían cerrar la fisura tras entrar en contacto con el agua libre del material que se habría movilizado por la acción de las cargas cíclicas.

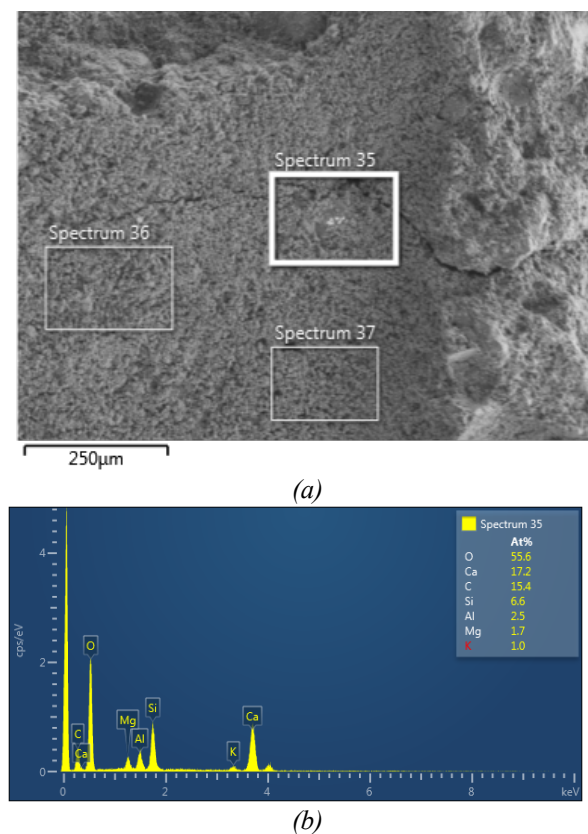
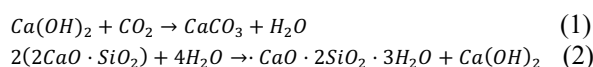


Figura 1. Microscopía electrónica de barrido en probeta ensayada a la frecuencia de 0.05 Hz. (a) Imagen de la superficie de probeta. (b) Espectro de difracción obtenido.

Tabla 1. Elementos obtenidos por medio de la difracción por rayos X (media de los porcentajes obtenidos en los espectros analizados).

C	Ca	Si	Al	Mg	F
18.5	11.6	7.6	2.3	2.1	1.0

La difracción de rayos X realizada sobre la misma muestra fatigada a la frecuencia de 0.05 Hz, nos indica

que se han formado calcita o CaCO_3 , dolomita o $\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$ y cuarzo bajo o SiO_2 , con correspondientes factores de escala de 1.009, 0.724 y 0.525. Estos resultados corroboran lo observado en las microscopías electrónicas de barrido, es decir, la formación de carbonatos tras la aplicación de las cargas cíclicas por la carbonatación de la portlandita (Eq. 1).

3.2. Termogravimetría

Se han realizado termogravimetrías en muestras ensayadas bajo las tres frecuencias de sollicitación. En la Figura 2a, se observan los principales compuestos del material que se descomponen: el gel de CSH a una temperatura de entre 50°C y 100°C [10], la portlandita entre 300°C y 500°C y el carbonato cálcico entre 650°C y 950°C [11]. Estos resultados confirman que el material posee compuestos, como el carbonato cálcico y el gel CSH, que se podrían haber formado por la carbonatación de la portlandita (CaCO_3) y la hidratación de la belita, C_2S (CSH). Dichos compuestos cerrarían las fisuras creadas por la maduración química inducida por la fatiga dando un aumento de resistencia.

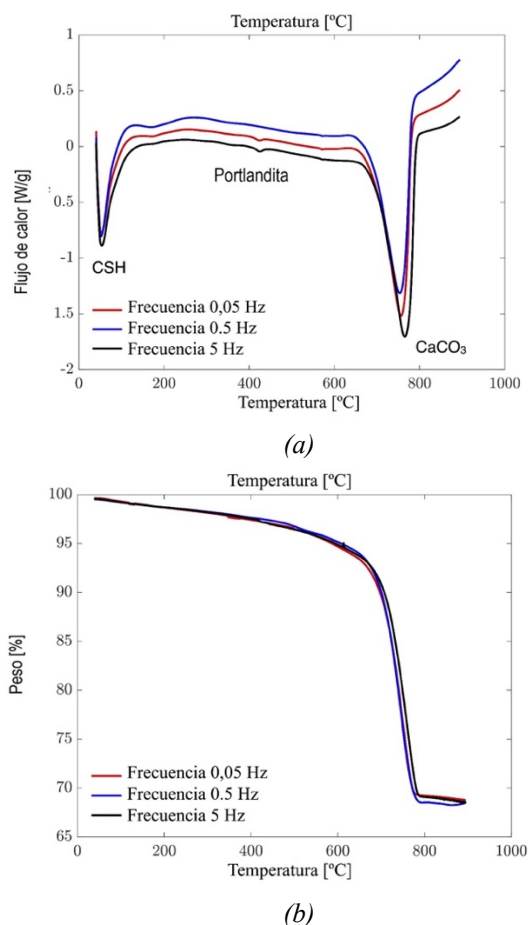


Figura 2. Resultados de termogravimetrías en tres muestras. (a) Flujo de calor versus temperatura. (b) Peso versus temperatura.

3.3. Porosimetría por intrusión de mercurio

La porosimetría por intrusión de mercurio se realizó en una probeta sin ensayar y en otra superviviente tras ser fatigada a la frecuencia de 0.5 Hz, Figura 3. Para el rango de poros entre 0.01 μm y 0.5 μm , las curvas de ambas probetas se superponen. Esto puede deberse a que la tensión superficial para dicho tamaño de poros sea muy elevada y el agua no pueda moverse. Sin embargo, para el rango de poros entre 1 μm y 2 μm , la probeta fatigada tiene menor cantidad de poros. Este hecho viene a justificar nuestra hipótesis; es decir, para ese rango de poros, el agua interna del material se habría movido por la acción de las cargas cíclicas, habría hidratado compuestos pulverulentos y los productos nuevos hidratados habrían cerrado los poros de ese tamaño. De este modo, queda justificada el aumento de resistencia a compresión tras los ensayos de fatiga.

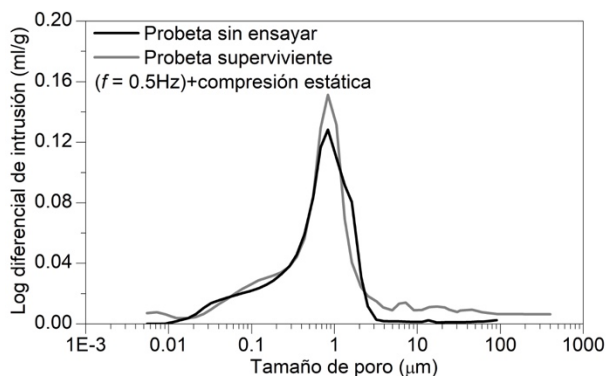


Figura 3. Resultados de la porosimetría por intrusión de mercurio en una probeta sin ensayar y en otra fatigada.

4. CONCLUSIONES

En este trabajo se explica el fenómeno de la maduración química inducida por la fatiga que se da en probetas de un mortero de cal hidráulica natural. Concretamente, se observó un aumento de resistencia de las probetas supervivientes y ensayadas a compresión tras la fatiga de alrededor del 40% con respecto a la resistencia cuasi-estática del material previo a la fatiga.

Con el fin de entender el fenómeno se realizaron varios ensayos post-mortem; concretamente, microscopía electrónica de barrido, difracción de rayos X, termogravimetrías y porosimetrías de mercurio. Los resultados muestran la formación de nuevos compuestos hidratados como el carbonato cálcico que se produciría por la carbonatación de la portlandita, así como gel de CSH que se obtendría tras la hidratación de la belita. Dichos compuestos habrían cerrado poros del material y habrían provocado un aumento de su resistencia a compresión.

AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen al Ministerio de Ciencia e Innovación la financiación de los proyectos PID2019-

110928RB-C31 y RTC-2017-6736-3, y a la Junta de Comunidades de Castilla-La Mancha la del proyecto SBPLY/19/180501/000220.

REFERENCIAS

- [1] L. Garijo, J.J. Ortega, G. Ruiz, Á. De La Rosa, X.X. Zhang, Effect of loading frequency on the fatigue life in compression of natural hydraulic lime mortars. *Theoretical and Applied Fracture Mechanics* (2022) 118: 103201.
- [2] X.X. Zhang, L. Garijo, G. Ruiz, J.J. Ortega, Loading-rate effect on the fracture response of natural hydraulic and aerial-lime mortars. *Journal of Materials in Civil Engineering* (2020) 32(9): 04020258.
- [3] Microscopio electrónico de barrido. Wikipedia. https://es.wikipedia.org/wiki/Microscopio_electr%C3%B3nico_de_barrido. Recuperado el 21/02/2022.
- [4] Difracción de Rayos X. Universidad de Alicante. <https://ssti.ua.es/es/instrumentacion-cientifica/unidad-de-rayos-x/difraccion-de-rayos-x.html>. Recuperado el 21/02/2022.
- [5] Análisis termogravimétrico. Wikipedia. https://es.wikipedia.org/wiki/An%C3%A1lisis_termogravim%C3%A9trico. Recuperado el 21/02/2022.
- [6] Porosimetría de mercurio. Instituto Nacional de Carbón, INCAR. <http://sitios.csic.es/web/incar-instituto-nacional-del-carbon/porosimetria-de-mercurio>. Recuperado el 21/02/2022.
- [7] J. Lanás, M. Arandigoyen, J.L. Álvarez, J.L. Pérez Bernal, M.A. Bello, Mechanical behavior of masonry repair mortars: aerial and hydraulic lime-based mixtures. 10th International Congress on Deterioration and Conservation of Stones Stockholm, 2004.
- [8] C. Rodríguez-Navarro, O. Cazalla, K. Elert, E. Sebastián, Liesegang pattern development in carbonating traditional lime mortars, *Proc. R. Soc. Math. Phys. Eng. Sci.* 458 (2002) 2261–2273.
- [9] L. Garijo, X.X. Zhang, G. Ruiz, J.J. Ortega, Age effect on the mechanical properties of natural hydraulic and aerial lime mortars. *Construction and Building Materials* (2020) 236: 117573.
- [10] J. Grilo, A. Santos Silva, P. Faria, A. Gameiro, R. Veiga, A. Velosa. Mechanical and mineralogical properties of natural hydraulic lime-metakaolin mortars in different curing conditions, *Constructions and Building Materials* 51 (2014) 287-294.
- [11] M.A. Oliveira, M. Azenha, P.B.Lourenço, A. Meneghini, E.T. Guimarães, F. Castro, D. Soares, Experimental analysis of the carbonation and humidity diffusion process in aerial lime mortar. *Construction and Building Materials* (2017) 148: 38-48.

MADURACIÓN Y AUMENTO DE RESISTENCIA EN HORMIGÓN POR EL EFECTO DE CARGAS CÍCLICAS

J. J. Ortega^{1*}, Á. de la Rosa², G. Ruiz², F. J. Rubiano³, Á. Castillo³

¹ ETSI Minas y Energía. Universidad Politécnica de Madrid.
C/ Alenza, 4, 28003 Madrid-España

² ETSI Caminos, Canales y Puertos. Universidad de Castilla-La Mancha.
Av. Camilo José Cela s/n, 13071 Ciudad Real-España

³ Instituto de Ciencias de la Construcción Eduardo Torroja.
C/ Serrano Galvache, 4, 28033 Madrid-España

* Persona de contacto: JoseJoaquin.Ortega@upm.es

RESUMEN

En este trabajo se estudia el comportamiento a fatiga en compresión de un hormigón de alta resistencia reforzado con fibras y el efecto de las cargas cíclicas en las propiedades del material de la probeta. Tras determinar la resistencia a compresión previa, $f_c = 77.6$ MPa, se realizaron ensayos de fatiga a cuatro niveles de tensión diferentes, con una tensión mínima fija de $0.05 f_c$ y tensiones máximas desde $0.70 f_c$ hasta $0.90 f_c$. Una parte de las probetas resultó superviviente a 10^5 o 10^6 ciclos, según el nivel de tensión. Estas probetas se ensayaron a continuación a compresión y la resistencia media obtenida fue $f_c^* = 95.4$ MPa. Para estudiar las causas de este notable incremento de resistencia se analizó la microestructura del material mediante porosimetría de mercurio. Los resultados muestran una reducción de la porosidad respecto a probetas sin ensayar a fatiga, lo que se relaciona con el crecimiento de nueva microestructura. Por tanto, las cargas cíclicas hacen posible un desarrollo adicional de la maduración del material debido a nuevas reacciones de hidratación por el movimiento del agua de los poros.

PALABRAS CLAVE: Hormigón reforzado con fibras, Fatiga, Incremento de resistencia, Maduración inducida, Porosidad

ABSTRACT

This work studies the behaviour under compressive fatigue of a high strength fibre-reinforced concrete and the effect of the cyclic loads on the material properties of the specimens. After determining the previous compressive strength, $f_c = 77.6$ MPa, fatigue tests were carried out at four different stress levels, with a fixed minimum stress of $0.05 f_c$ and maximum stresses from $0.70 f_c$ to $0.90 f_c$. A part of the specimens ended up as runouts at 10^5 or 10^6 cycles, depending on the stress level. These specimens were subsequently tested under compression and the obtained mean strength was $f_c^* = 95.3$ MPa. In order to study the causes of this noticeable strength increase, the microstructure of the material was analysed through mercury porosimetry. The results show a reduction of the porosity with respect to specimens not subjected to fatigue loads, which is related to the growth of new microstructure. Therefore, cyclic loads make possible an additional development of the material maturation due to the new hydration reactions owing to the movement of pore water.

KEYWORDS: Fibre-reinforced concrete, Fatigue, Strength increase, Induced maturation, Porosity

1. INTRODUCCIÓN

La aplicación de cargas repetitivas en una estructura se asocia con la generación de un daño en el material que se extiende de forma progresiva y que puede llevar al mismo hasta el fallo por fatiga. Esto se produce por acumulación de ciclos de tensiones que no superan su resistencia nominal.

Mientras que esto es cierto en la mayor parte de los materiales, la experiencia en la fatiga de hormigón [1] y otros materiales similares [2], es decir, aquellos en los que su fabricación consiste en ligar una matriz granular mediante un conglomerante hidráulico que reacciona con agua, demuestra que en ocasiones la resistencia aumenta en probetas que han sido sometidas primero a un determinado número de ciclos de carga [3–5]. Esto es así porque esas reacciones de hidratación se desarrollan

paulatinamente con el tiempo, con la consiguiente evolución de la resistencia del material. La aplicación cíclica de un determinado nivel de carga durante ese proceso puede llegar a afectar en determinados casos de forma positiva en vez de negativa.

En este trabajo se presenta un estudio para caracterizar el comportamiento de un hormigón reforzado con fibras frente a cargas de fatiga. Tras comprobar la proporción de casos en los que no se alcanza el fallo, se analiza la relación entre el cambio de resistencia y el efecto experimentado en la microestructura por la aplicación de esas cargas. Para ello se atiende al cambio en la porosidad del material, asociando que una matriz menos porosa es más resistente.

2. MATERIAL

El material estudiado consiste en un hormigón de alta resistencia autocompactante reforzado con fibras. Los áridos eran silíceos, con tamaño máximo de 12 mm para la grava y de 4 mm para la arena. La matriz contenía filler calizo y humo de sílice. El tipo de fibra empleada fue Dramix 4D 65/35BG de Bekaert y su proporción fue de 60 kg/m³.

Se fabricaron tres prismas de 420 mm de longitud y tres de 500 mm de longitud, todos ellos de 100 mm × 100 mm de sección. Con al menos cuatro meses de edad, los prismas se cortaron para obtener de cada uno de ellos cinco cubos de 80 mm de lado, teniendo un total de treinta cubos, que fueron las probetas utilizadas en los ensayos estáticos y de fatiga. Tanto los prismas primero como los cubos cortados de ellos se mantuvieron en una cámara húmeda a 20°C y con una humedad relativa de 97%.

3. MÉTODO EXPERIMENTAL

Los ensayos mecánicos realizados consistieron, por un lado, en una serie de seis ensayos a compresión monótona hasta la rotura, para obtener así la resistencia a compresión f_c del material para esa geometría y tamaño. Por otro lado, la caracterización del comportamiento a fatiga del hormigón se llevó a cabo mediante ensayos de carga cíclica en compresión a cuatro niveles de tensión máxima, siendo de $0.90 f_c$, $0.80 f_c$, $0.75 f_c$ y $0.70 f_c$, con un mismo nivel de tensión mínima de $0.05 f_c$. El número de ciclos que se estableció para considerar a las probetas supervivientes fue orientativamente de 10^5 para los niveles de tensión de $0.90 f_c$ y $0.80 f_c$ y de 10^6 para los otros dos niveles. Las probetas supervivientes se ensayaron seguidamente a compresión al detener su ensayo de fatiga, para obtener el valor de su resistencia. Por último, se realizó un ensayo final a compresión para conocer la evolución natural de la resistencia del material a lo largo del tiempo transcurrido durante los ensayos de fatiga.

Los ensayos de compresión se realizaron en control de posición a una velocidad de 0.1 mm/min mientras que los ensayos de fatiga se realizaron en control de carga a una frecuencia de 2 Hz. Ambos tipos de ensayos se realizaron en una máquina servo-hidráulica Instron 8805 con una célula de carga de 1000 kN de capacidad (Figura 1).

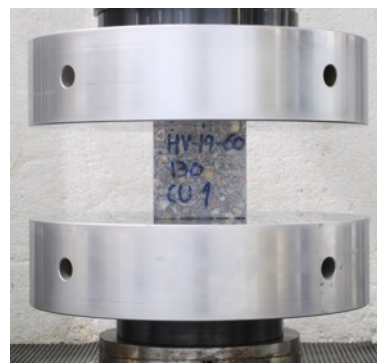


Figura 1. Ensayo de fatiga.

Los ensayos para el estudio de la microestructura del material consistieron, por su parte, en ensayos de porosimetría de mercurio. La porosimetría por intrusión de mercurio (MIP) es una técnica que caracteriza la porosidad de un material aplicando varios niveles de presión en una muestra del mismo sumergida en mercurio. La presión necesaria para que el mercurio penetre en los poros de la probeta es inversamente proporcional al tamaño de los poros y el volumen de mercurio utilizado determina el volumen de huecos de ese tamaño [6].

El objetivo era comparar la distribución de poros entre una probeta superviviente a fatiga con incremento de resistencia y una probeta sometida solamente a compresión monótona. Las muestras empleadas en la porosimetría se obtenían del centro de la probeta correspondiente una vez rotas a compresión para conocer el valor de su resistencia.

Se ha utilizado un equipo Micromeritics Autopore IV 9500, que llega a proporcionar presiones de más de 220 MPa y a identificar tamaños de poro de hasta 50 nm.

4. RESULTADOS

4.1. Resistencia a compresión

Los valores de resistencia a compresión de las seis primeras probetas se muestran en la Tabla 1, con un valor medio de 77.6 MPa. Como se observa, la dispersión de los resultados es muy pequeña, con una baja desviación típica, por lo que las propiedades del material son muy homogéneas de unas probetas a otras.

Tabla 1. Resistencia inicial a compresión.

Ensayo	Resistencia (MPa)
1	78.1
2	79.5
3	77.5
4	72.9
5	78.9
6	78.6
Media	77.6
Desviación	2.4

4.2. Resistencia a fatiga

El número de ciclos N alcanzado por las probetas ensayadas a fatiga se muestra en la Tabla 2. De estos resultados se puede destacar cómo el número de ciclos resistidos se incrementa a medida que se reduce el nivel de tensión máxima aplicada y, a excepción del caso de mayor nivel, en los demás se encuentran probetas supervivientes, con una proporción creciente frente a las probetas rotas cuanto menor es el nivel de tensión.

Tabla 2. Ciclos hasta el fallo o hasta el final del ensayo.

Ensayo	0.90 f_c	0.80 f_c	0.75 f_c	0.70 f_c
1	5723	461	1060600*	1027000*
2	3281	5185	1202000*	
3	1649	165000*	1213300*	
4	89	13539	1202000*	
5	2506	54145	26040	
6	1081	250000*	1036100*	
7	3279	168700*		
8	4780	25447		

* Probetas supervivientes

Estos datos se pueden representar en forma de curva $S-N$, es decir, relacionando el nivel de tensión S con el número de ciclos hasta la rotura N . Esto se muestra en la Figura 2, donde los resultados están en forma de $\log N$. El resultado de las probetas supervivientes se marca con una flecha. La curva $S-N$ seguida por este hormigón sería aquella que representara la tendencia mostrada por los valores obtenidos. En este caso, los resultados se han ajustado al modelo de Saucedo y otros [7]. Este modelo tiene en cuenta el carácter probabilista de la fatiga y está desarrollado a partir de la distribución de probabilidad de Weibull. El modelo tiende a la distribución de los ensayos estáticos o distribución inicial como el caso límite para $N = 1$ pero teniendo en cuenta la resistencia dinámica superior por el efecto de la frecuencia o velocidad de aplicación de la carga, en este caso, 2 Hz. Por ello, el modelo tiende a un valor superior a 1 para $\log N = 0$.

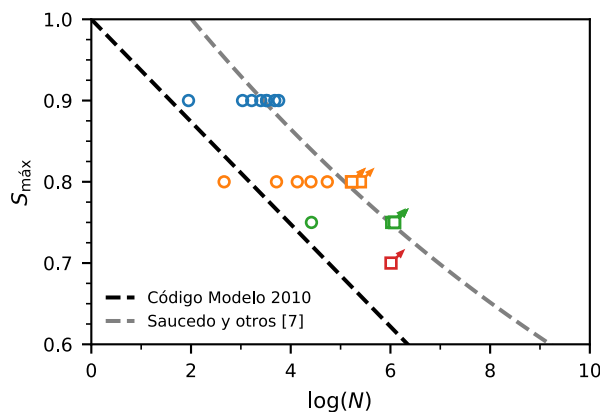


Figura 2. Ciclos hasta el fallo según el nivel de tensión. Las probetas supervivientes se marcan con una flecha.

En la Figura 2 el modelo se ha ajustado a los datos del nivel de tensión de $0.90 f_c$, en los que no hay datos incompletos por supervivientes, para una probabilidad de fallo del 50% como referencia del comportamiento medio del material. Hay que destacar que muchos puntos de los supervivientes del resto de niveles de carga están superpuestos por haberse interrumpido los ensayos en torno al mismo número de ciclos. De este modo, se comprueba que la mayoría de puntos quedan muy próximos a la tendencia media que predice el modelo. Adicionalmente, se incluye la previsión según la expresión del Código Modelo 2010 [8], observándose cómo queda muy del lado de la seguridad con respecto a los valores experimentales.

4.3. Resistencia de supervivientes

Como parte del procedimiento, las probetas supervivientes se ensayaban acto seguido a compresión para determinar su resistencia f_c^* . Los resultados se muestran en la Tabla 3. Como se ve en la comparación con los valores de la Tabla 1, los resultados de las probetas que han sido sometidas a carga cíclica presentan un incremento notable de resistencia con respecto al valor de f_c original, siendo el incremento medio de un 23%.

Tabla 3. Resistencia a compresión de supervivientes.

Ensayo	Resistencia (MPa)
0.80 f_c -3	93.0
0.80 f_c -6	94.4
0.80 f_c -7	93.1
0.75 f_c -1	95.8
0.75 f_c -2	99.2
0.75 f_c -3	98.4
0.75 f_c -4	94.7
0.75 f_c -6	96.1
0.70 f_c -1	94.0
Media	95.4
Desviación	2.2

4.4. Tamaños de poro

Como hipótesis para explicar este aumento de resistencia se plantea que la matriz de hormigón se refuerza mediante la creación de nueva microestructura resistente. El mecanismo que provocaría esto comenzaría con el movimiento del agua contenida en poros a través de la red de microfisuras creada por las cargas de fatiga. En su avance se produciría la hidratación de partículas de cemento presentes en la matriz que no habían reaccionado todavía. Este incremento de enlaces atómicos conllevaría, por tanto, un aumento de la resistencia posfatiga. El crecimiento de la red microestructural se desarrollaría en los huecos disponibles en la matriz del hormigón. De este modo, el estudio de la evolución de los tamaños de poro puede confirmar esta posibilidad.

Para ello se compara la distribución de poros de una probeta superviviente a fatiga y otra probeta sometida sólo a compresión estática. La probeta ensayada a fatiga seleccionada fue la última en ensayarse en el laboratorio y se correspondía con el ensayo 6 del nivel de tensión máxima de $0.75 f_c$, que resistió más de un millón de ciclos y cuya resistencia a compresión posterior resultó 96.1 MPa. Para poder realizar una comparación correcta, para el caso sin cargas cíclicas se empleó la última probeta cúbica disponible para ensayarla a compresión cuasiestática el mismo día que la probeta superviviente a fatiga anterior y que se había conservado en las mismas condiciones hasta ese momento. Esta última probeta dio una resistencia de 87.8 MPa. Este valor muestra que todavía se estaba produciendo un aumento de la resistencia debido al tiempo, con un aumento de un 13% en tres meses con respecto a la media inicial dada en la Tabla 1 pero que, aún así, seguía siendo inferior a la resistencia de las probetas supervivientes a fatiga.

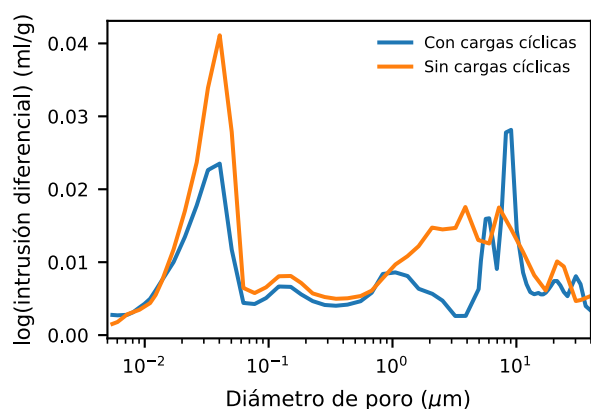


Figura 3. Distribución de poros.

La Figura 3 ofrece la distribución de poros de ambas probetas. Como se ve, las curvas muestran una serie de picos y valles. Los picos se corresponden con los tamaños de poro predominantes que suman una mayor cantidad de huecos. Hasta un tamaño de poro de 1 μm , los picos en

ambas probetas se distribuyen igual a lo largo del eje de diámetros de poro mientras que, a partir de ahí, siguen formas distintas.

La probeta sometida a cargas cíclicas tiene un pico que sobresale con respecto a la otra curva en esa zona, en el entorno de 10 μm , es decir, que tiene más huecos de ese tamaño que la probeta sin fatigar. Este tamaño de huecos, sin embargo, es ya del orden de la apertura de las fisuras que puedan tener las muestras utilizadas debido a la rotura de las probetas en los ensayos mecánicos y no serían características de la estructura interna del material. Por el contrario, las diferencias observadas para tamaños menores sí que están directamente relacionadas con la microestructura de la matriz del hormigón. Así, se puede observar una clara diferencia, especialmente en el pico en torno a 0.04 μm donde la probeta sometida a fatiga tiene mucho menos volumen de poros de este tamaño, teniendo en cuenta que el eje vertical es el logaritmo del volumen de mercurio inyectado por gramo de muestra. Lo mismo sucede en el intervalo de 1 μm a 5 μm , aunque aquí el resultado puede estar afectado también por la presencia de fisuras.

Se concluye, por tanto, que la aplicación de las cargas cíclicas es lo que determina la diferencia observada en el volumen de huecos del material y, por ello, estas cargas son la causa que promueve una maduración adicional del material. Este fenómeno puede detectarse cuando el fallo por fatiga no se produce pronto, dando tiempo al desarrollo de las reacciones químicas necesarias para el aumento de resistencia.

5. CONCLUSIONES

En este artículo se presenta el estudio sobre el efecto de la aplicación de cargas cíclicas o de fatiga en la resistencia del hormigón. Tras determinar la resistencia media a compresión de un determinado hormigón reforzado con fibras, se realizó una serie de ensayos de fatiga a diferentes niveles de tensión máxima con respecto a esa resistencia media. De los 23 ensayos de fatiga, la probeta resultó superviviente en nueve. Estas probetas se rompían en un ensayo de compresión cuasiestática nada más terminar su ensayo de fatiga. La resistencia media obtenida con estas probetas supervivientes a fatiga fue un 23% superior a la media obtenida inicialmente, previamente a los ensayos con carga cíclica.

Para determinar la causa del incremento de resistencia se estudió la microestructura del material mediante porosimetría de mercurio. Se descubrió cómo, efectivamente, la porosidad de una probeta sometida a fatiga resultó ser menor que la de una probeta que no había tenido ese tipo de cargas. Esto corrobora la hipótesis de que las cargas cíclicas, al facilitar el movimiento del agua interna y posibilitar así nuevas reacciones de hidratación, ayudan a que se genere un

aumento de la microestructura resistente de la matriz que va rellenando los huecos disponibles, reduciéndose de esta manera la cantidad de poros. De este modo, las cargas cíclicas inducen una maduración adicional o una aceleración de la maduración natural del hormigón.

AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen al Ministerio de Ciencia e Innovación la financiación a través de los proyectos PID2019-110928RB-C31 y RTC-2017-6736-3, y a la Junta de Comunidades de Castilla-La Mancha por el proyecto SBPLY/19/180501/000220.

REFERENCIAS

- [1] J. J. Ortega, G. Ruiz, E. Poveda, D. C. González, M. Tarifa, X. X. Zhang, R. C. Yu, M. Á. Vicente, Á. de la Rosa, L. Garijo. Size effect on the compressive fatigue of fibre-reinforced concrete. *Construction and Building Materials* (2022) 322: 126238.
- [2] L. Garijo, J. J. Ortega, G. Ruiz, Á. de la Rosa, X. X. Zhang. Effect of loading frequency on the fatigue life in compression of natural hydraulic lime mortars. *Theoretical and Applied Fracture Mechanics* (2022) 118: 103201.
- [3] S. E. D. F. Taher, T. M. Fawzy. Performance of very-high-strength concrete subjected to short-term repeated loading. *Magazine of Concrete Research* (2000) 52 (3): 219-223.
- [4] A. L. F. Taliercio, E. Gobbi. Effect of elevated triaxial cyclic and constant loads on the mechanical properties of plain concrete. *Magazine of Concrete Research* (1997) 49 (181): 353-365.
- [5] P. B. Cachim, J. A. Figueiras, P. A. A. Pereira. Fatigue behavior of fiber-reinforced concrete in compression. *Cement and Concrete Composites* (2002) 24 (2): 211-217.
- [6] A. Sidiq, R. J. Gravina, S. Setunge, F. Giustozzi. High-efficiency techniques and micro-structural parameters to evaluate concrete self-healing using X-ray tomography and Mercury Intrusion Porosimetry: A review. *Construction and Building Materials* (2020) 252: 119030.
- [7] L. Saucedo, R. C. Yu, A. Medeiros, X. X. Zhang, G. Ruiz. A probabilistic fatigue model based on the initial distribution to consider frequency effect in plain and fiber reinforced concrete. *International Journal of Fatigue* (2013) 48: 308-318.
- [8] FIB-Fédération Internationale du Béton. *FIB Model Code 2010. Final Draft. Volumes 1-2*. Boletín FIB 65-66. Lausana, Suiza, 2012.

**MECANISMOS DE ENDURECIMIENTO EN EL VIDRIO REFORZADO CON PLAQUETAS.
IMPLEMENTACIÓN NUMÉRICA DEL CRITERIO ACOPLADO: APROXIMACIÓN ASINTÓTICA DE
AJUSTE: 5th IBERIAN CONFERENCE ON STRUCTURAL INTEGRITY**

S. Jiménez-Alfaro¹, D. Leguillon¹

¹ Institut Jean Le Rond d'Alembert.
Sorbonne Université.

4, Place Jussieu, 75005, Paris, France

* Persona de contacto: sara.jimenez_alfaro@sorbonne-universite.fr

RESUMEN

La resistencia a la fractura del vidrio puede aumentarse introduciendo un segundo elemento de refuerzo, es decir, un constituyente secundario con alta rigidez, resistencia y/o ductilidad, implementado en forma de fibras, plaquetas o partículas. En estos materiales compuestos aparecen diferentes mecanismos de endurecimiento. Un ejemplo es el compuesto de plaquetas de vidrio de borosilicato/ Al_2O_3 , ampliamente utilizado en la industria por ser ecológico y de bajo coste. El objetivo de este trabajo es analizar la respuesta que aporta el Criterio Acoplado (CC) considerando este tipo de materiales. En el marco de la Mecánica de Fractura Finita, el CC une dos condiciones para que la nucleación de una grieta: una condición de energía y otra de tensión, en función de la tasa de liberación de energía crítica y de la resistencia del material. Para este estudio se aplica una aproximación asintótica denominada "Match Asymptotics" (MA), asumiendo que las dimensiones de la plaqueta son pequeñas en comparación con la probeta. Se confirma que la interfaz entre la matriz y la plaqueta es fuerte. Además, se supone que una grieta preexistente incide en la plaqueta. Se estudia la influencia de diferentes parámetros, como el tamaño de la plaqueta, diversas inclinaciones y posiciones de la grieta preexistente. Nuestro objetivo es determinar el mecanismo de fallo predominante entre un amplio abanico de posibilidades, como un desprendimiento de la interfaz entre la plaqueta y la matriz en el extremo, una desviación de la grieta preexistente inicial a lo largo de la interfaz, una penetración de la grieta en la plaqueta, o un salto de la grieta hacia la matriz, sin penetración en la plaqueta.

PALABRAS CLAVE: Mecánica de la fractura finita, Criterio Acoplado, Microescala, Mecanismos de daño

ABSTRACT

The fracture toughness of the glass can be increased introducing a reinforcing second element, i.e., a secondary constituent with high modulus, strength and/or ductility, implemented in the form of fibers, whiskers, platelets, or particulates. In such composites different toughening mechanisms appear. An example is the borosilicate glass/ Al_2O_3 platelet composite, widely used in the industry for being environmentally friendly and low-cost. The aim of this work is to analyze the answer brought by the Coupled Criterion (CC) considering this kind of materials. In the framework of Finite Fracture Mechanics, the CC joins two conditions for a crack to be nucleated: an energy and a stress condition, depending on the critical energy release rate and the strength of the material. For this study a Matched Asymptotic approach is applied, the platelet being small compared to the specimen. The interface between the matrix and the platelet is confirmed to be strong. Moreover, a preexisting crack is assumed to impinge the platelet. We study the influence of different parameters, such the size of the platelet, various inclinations and positions of the preexisting crack. Our objective is to determine the predominant failure mechanism among a wide range of possibilities, such as a debonding of the interface between the platelet and the matrix at the end of the platelet, a deviation of the initial preexisting crack along the interface, a penetration of the crack in the platelet, or a crack jump into the matrix, with no penetration in the platelet. The toughening influence of the platelet is then derived.

KEYWORDS: Finite Fracture mechanics, Coupled Criterion, Micro-scale, Toughening mechanisms

INTRODUCCIÓN

Los materiales cerámicos se utilizan ampliamente en la industria debido a sus innumerables ventajas: resistencia a la oxidación y a la corrosión, estabilidad a altas temperaturas, dureza y resistencia al desgaste. Sin embargo, el principal inconveniente de estos materiales es su baja tenacidad a la fractura, que está relacionada con el fallo frágil del componente. Por esta razón, se han desarrollado nuevas tecnologías para hacer frente al problema. Una de estas mejoras se basa en el refuerzo del material cerámico mediante la adición de un segundo constituyente, con mayor módulo de Young, resistencia y/o ductilidad, en forma de plaquetas, partículas o filamentos. Entre otros cerámicos, los primeros compuestos de vidrio se desarrollaron a finales de los años 60, según [1]. Aunque los procedimientos tecnológicos, esencialmente el prensado en caliente, son caros, el uso de estos compuestos se ha incrementado en los últimos 10 años debido al empleo de materiales reciclados. Un buen ejemplo es el compuesto de vidrio con plaquetas de alúmina borosilicato/ Al_2O_3 [2], ya que además el refuerzo se realiza con un material de bajo coste.

En este trabajo se analiza la mejora en las propiedades a fractura que se da en este tipo de materiales reforzados, desde el punto de vista del Criterio Acoplado (CC), aplicando la aproximación asintótica de ajuste, en la nomenclatura anglosajona, "Match Asymptotic" (MA). En primer lugar, en las secciones 1 y 2, se introducen el CC y la aproximación MA. A continuación, en la sección 3 se muestran los resultados considerando una única plaqueta perpendicular a una grieta preexistente bajo condiciones de carga en Modo I. Se estudian diferentes mecanismos de endurecimiento: penetración, salto, desviación y decohesión. En la sección 4 se comparan estos mecanismos con respecto al tamaño de la plaqueta. Finalmente, en la sección 5 se presentan las conclusiones obtenidas y estudios futuros.

EL CRITERIO ACOPLADO

Según el CC, la nucleación de grietas en materiales frágiles se produce cuando se cumplen simultáneamente dos condiciones necesarias (i) una condición de energía, basada en un balance energético, y (ii) una condición de tensión [3].

(i) El balance energético se obtiene considerando dos estados de la estructura cargada, antes y después de la aparición de la grieta. La variación de energía potencial $\Delta\Pi_p$ se compara con la energía de fractura para crear una nueva superficie de grieta, caracterizada por un valor crítico G_c . Suponiendo un dominio 2D, la formulación se referencia a una longitud de grieta δl , siendo

$$\Delta\Pi_p + G_c\delta l \geq 0. \quad (1)$$

Esto puede escribirse como una función de la denominada tasa de liberación de energía incremental

(IERR, por su nombre anglosajón), denotada como $G_{inc}(\delta l)$ en la formulación [4],

$$-\frac{\Delta\Pi_p}{\delta l} = G_{inc}(\delta l) \geq G_c. \quad (2)$$

(ii) La condición de tensión se basa en la tensión de rotura σ_c . La tensión de tracción, σ , debe ser mayor que σ_c a lo largo de toda la trayectoria presupuesta para la grieta. Por lo tanto,

$$\sigma(x) \geq \sigma_c, \text{ for } 0 \leq x \leq \delta l, \quad (3)$$

donde x es una coordenada a lo largo dicha trayectoria. Las dos inecuaciones son necesarias y conjuntamente suficientes para la nucleación de la grieta. Muestran que la fractura se produce de forma abrupta de 0 a δl . Esta forma incremental, en la que una grieta de tamaño finito nace instantáneamente, es el fundamento de la Mecánica de la Fractura Finita (FFM).

Es importante destacar que la formulación es ligeramente diferente cuando la grieta nace en un material heterogéneo. Por lo tanto, suponiendo una trayectoria de la grieta formada por dos segmentos, A y B, que pertenecen a dos dominios con diferentes propiedades del material (siendo cada uno de estos materiales isótropo y homogéneo), la inecuación del balance de energía (2) se expresa como

$$-\frac{\Delta\Pi_p}{\delta l^A + \delta l^B} = G_{inc}(\delta l^A, \delta l^B) \geq \frac{G_c^A \delta l^A + G_c^B \delta l^B}{\delta l^A + \delta l^B}. \quad (4)$$

donde δl^a y δl^b son las longitudes de cada segmento. Por otro lado, la condición de tensión se define como

$$\sigma^A(x) \geq \sigma_c^A, \text{ for } 0 \leq x \leq \delta l^A, \quad (5)$$

$$\sigma^B(x) \geq \sigma_c^B, \text{ for } \delta l^A \leq x \leq \delta l^A + \delta l^B. \quad (6)$$

En este caso la coordenada x ese inicia en el segmento A. Las propiedades a fractura $G_c^{A,B}$ y $\sigma_c^{A,B}$ se corresponden con el material asociado al dominio de cada segmento.

APROXIMACIÓN ASINTÓTICA DE AJUSTE

En los experimentos de [5] se ensayaron plaquetas de alúmina con forma hexagonal, en las que el eje mayor mide 5-25 μm y la relación axial es de 0.2. Así, para una probeta de mm, las dimensiones de la plaqueta de alúmina permiten considerarla como una pequeña perturbación. Por lo tanto, se aplica la aproximación MA, suponiendo que una probeta con una grieta preexistente sometida a un ensayo de flexión de 3 puntos es el dominio real Ω^ε , como se muestra en la figura 1.

De acuerdo con la aproximación MA, la solución real $\underline{U}^d(x_1, x_2)$ puede aproximarse por la llamada expansión externa, expresada como

$$\underline{U}^d(x_1, x_2) = \underline{U}^0(x_1, x_2) + \text{pequeña perturbacion}. \quad (7)$$

El término exterior $\underline{U}^0(x_1, x_2)$ corresponde a la solución del mismo problema elástico considerando el dominio exterior Ω^0 , es decir, suponiendo que la perturbación (la plaqueta) no está en la probeta. Esta aproximación es más precisa lejos de la ubicación de la plaqueta, que coincide además con la punta de la grieta preexistente. En este entorno el término exterior está definido por la expansión de Williams, en este caso para una grieta en Modo I, expresada en el sistema de coordenadas polares como

$$\underline{U}^0(r, \theta) = \underline{U}^0(0,0) + kr^\lambda \underline{u}(\theta), \quad (8)$$

donde k es el factor intensificación de tensiones, λ es el exponente de singularidad y $\underline{u}(\theta)$ es la autofunción.

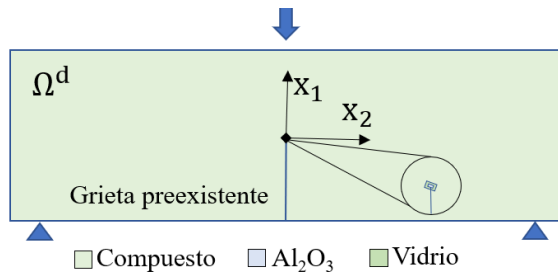


Figura 1. Esquema del problema real. En la punta de la grieta prescrita hay una plaqueta de alúmina inmersa en una matriz de vidrio.

Por otro lado, en el entorno de la perturbación la solución al problema real también se puede aproximar por la denominada expansión interna. Considerando la longitud de la plaqueta (d), tenemos que

$$\underline{U}^d(x_1, x_2) = \underline{U}^d(dy_1, \varepsilon y_2) = F_0(d)\underline{V}^0(y_1, y_2) + F_1(d)\underline{V}^1(y_1, y_2) + \dots \quad (9)$$

Puesto que $d \rightarrow 0$, este enfoque se define en el dominio interno Ω^{in} , véase la figura 2. Debe haber, por lo tanto, una región intermedia en la que tanto la expansión externa como la interna representen con precisión la solución al problema real, es decir, la solución en el entorno de la perturbación en el dominio externo debe coincidir con la solución lejos de la plaqueta en el dominio interno. Estas son las llamadas condiciones de ajuste (en la nomenclatura anglosajona “match conditions”). Considerando $\rho = \sqrt{y_1^2 + y_2^2}$, se obtiene que

$$F_0(d) = 1, \underline{V}^0(y_1, y_2) = \underline{U}^0(0,0) \text{ si } \rho \rightarrow \infty \quad (10)$$

$$F_1(d) = kd^\lambda, \underline{V}^1(y_1, y_2) = \rho^\lambda \underline{u}(\theta) \text{ si } \rho \rightarrow \infty \quad (11)$$

La función $\underline{V}^1(y_1, y_2)$ se resuelve numéricamente en este artículo. Es importante resaltar que esta solución no tiene una energía finita cuando $\rho \rightarrow \infty$, lo que significa que la solución no está correctamente determinada según el teorema de Lax-Milgram. Se puede seguir un procedimiento más preciso aplicando superposición. Sin embargo, no se han apreciado grandes diferencias en el

problema numérico entre la superposición y esta primera aproximación.

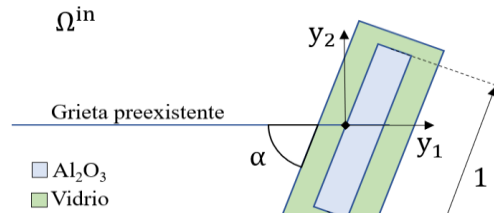


Figura 2. Esquema del dominio interior.

En este trabajo aproximamos la solución real en el entorno de la plaqueta mediante la solución del problema interno.

MECANISMOS DE ENDURECIMIENTO PARA $\alpha = 90^\circ$

Para el análisis realizado en estas secciones consideramos el compuesto de borosilicato con plaquetas de Al_2O_3 , cuyas propiedades mecánicas se indican en la tabla 1. La plaqueta de alúmina está embebida en la matriz de vidrio, cuyas dimensiones se establecen considerando la relación de volumen $V_p = 0.3$. Se considera una interfase fuerte [6] entre la alúmina y el vidrio.

Como un primer estudio consideramos que fuera de la matriz de vidrio las propiedades mecánicas siguen siendo las propiedades del vidrio. Esta simplificación nos permite estudiar por separado la mejora producida por los mecanismos de endurecimiento y el efecto del cambio en las propiedades mecánicas cuando se incluye el Al_2O_3 en el vidrio, como se muestra en la sección 4.1.

Tabla 1. Propiedades del material para vidrio y alúmina obtenidas de [5].

	E [GPa]	ν	σ_c [MPa]	K_c [MPa mm ^{1/2}]
Vidrio	63	0.22	280	22.14
Al_2O_3	402	0.23	400	130.3

En las siguientes secciones se aplica el CC para analizar la mejora en las propiedades a fractura, mediante la denominada tenacidad a la fractura aparente, equivalente a la tenacidad a la fractura del compuesto producida por los mecanismos de endurecimiento.

4.1. Mecanismos de endurecimiento: penetración

En este caso, consideramos que la grieta penetra en la plaqueta. A modo de ejemplo, en la figura 3 se aplica el CC para una plaqueta de alúmina de longitud $d = 25\mu\text{m}$. La curva azul representa la tensión de tracción adimensional, en este caso, $\sigma_2(y_1)/\sigma_c$. Por otro lado, la curva roja representa la tasa de liberación de energía incremental dividida por su valor crítico. Obsérvese que en $y_1 = 0.2$ cambian tanto la curva de energía como la

de tensión, ya que se alcanza el final de la plaqueta. En el punto de corte de ambas curvas se produce la nucleación de la grieta, estando dicho punto situado en el interior de la plaqueta de alúmina para este caso. Se ha observado que la longitud de nucleación cambia con d , siendo mayor cuando d es mayor. La curva verde está relacionada con la tasa de liberación de energía, G . En el punto de nucleación G es mayor que su valor crítico. Por tanto, según el criterio de Griffith, la grieta se propaga de forma inestable. En la figura 11(a) se muestra la deformada del mecanismo de penetración.

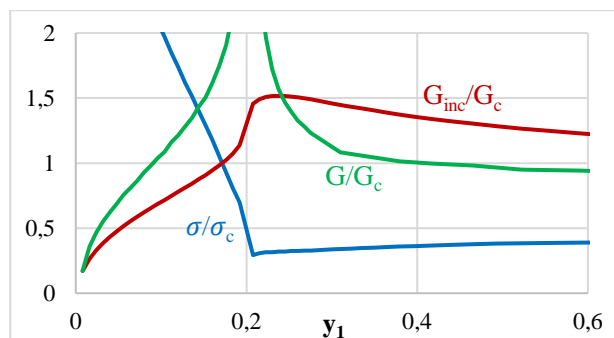


Figura 3. Análisis del CC para una plaqueta de tamaño $d=25\mu\text{m}$, considerando que la grieta penetra en la plaqueta de alúmina.

En el análisis anterior se supone que el material compuesto tiene las mismas propiedades mecánicas que su matriz, el vidrio. Sin embargo, teniendo en cuenta la regla de las mezclas, la forma cerrada de homogeneización más básica, el módulo de Young es mayor en el material compuesto. Por lo tanto, estimamos este valor como $E_c = \frac{E_{cu} + E_{cl}}{2}$, donde E_{cu} y E_{cl} representan respectivamente el límite superior [7] y el límite inferior [8], dados por

$$E_{cu} = E_{\text{vidrio}}(1 - V_p) + E_{\text{alúmina}}V_p, \quad (13)$$

$$E_{cl} = \frac{1}{\frac{(1-V_p)}{E_{\text{vidrio}}} + \frac{V_p}{E_{\text{alúmina}}}}. \quad (14)$$

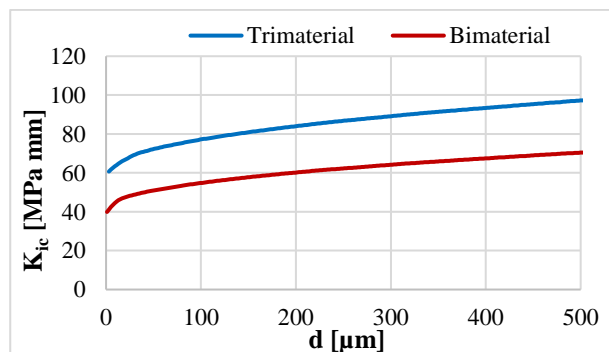


Figura 4. Comparación entre el caso bimaternal y trimaterial. Evolución de la tenacidad a la fractura aparente con respecto a la longitud de la plaqueta, d .

En la figura 4 se muestra el efecto del módulo de Young. La figura muestra la evolución de la tenacidad a la fractura aparente con respecto a la dimensión d de la plaqueta. La curva roja corresponde al caso anterior, en el que no se utilizó ninguna regla de homogeneización y se aplicaron las propiedades mecánicas del vidrio en el compuesto (caso bimaternal), mientras que en la curva azul se ha considerado el material homogeneizado (caso trimaterial). Se ha elegido un amplio rango de $d = 3 - 500\mu\text{m}$.

Se aprecia una mejora general de la tenacidad a la fractura aparente a lo largo de todo el rango de d . Este efecto se mencionó anteriormente en [5], en el que se realizaron algunos experimentos sobre el mismo material que se analiza en este trabajo. Nótese que una de las ventajas del CC es que es posible hacer un análisis por separado de cada posible mecanismo de endurecimiento, y además un estudio independiente de la mejora en el módulo de Young.

Es importante destacar que no se consideraron valores menores de d porque el punto de nucleación se ubicaría lejos de la matriz de vidrio, en el compuesto homogeneizado. Por otro lado, no se estudiaron valores más altos puesto que comprometerían la consideración de d como un parámetro pequeño en el enfoque MA, siendo la longitud de nucleación mucho menor para esos casos.

4.2. Mecanismos de endurecimiento: desviación

Otro posible mecanismo de endurecimiento viene dado por la desviación de la trayectoria de la grieta a través de la interfaz entre el vidrio y la alúmina. En este caso, estudiamos dos mecanismos diferentes, una desviación doble simétrica y una única desviación, esta última se representa en la figura 11(d).

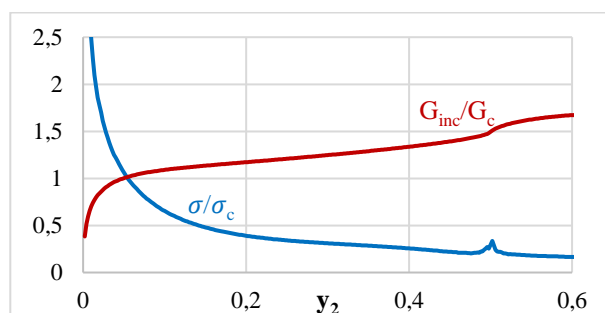


Figura 5. Análisis del CC para una plaqueta de tamaño $d=25\mu\text{m}$, considerando una desviación simétrica de la grieta a través de la interfaz plaqueta-matriz.

Nótese que la desviación doble simétrica no se observaría en los experimentos reales, ya que siempre se daría una asimetría en la trayectoria de la grieta debido a la presencia de defectos en el material. Además, como se mencionó anteriormente, la interfase entre el vidrio y la alúmina es fuerte, y por lo tanto las propiedades de fractura de σ_c y G_c consideradas son las del vidrio a lo largo de la trayectoria de la grieta prescrita.

En las figuras 5 y 6 se aplica el CC tanto a la desviación simétrica como a la desviación individual, para una dimensión de la plaqueta $d = 25\mu\text{m}$. En ambos casos el punto de nucleación se da antes de $y_2 = 0.5$, el final de la interfase alúmina-vidrio.

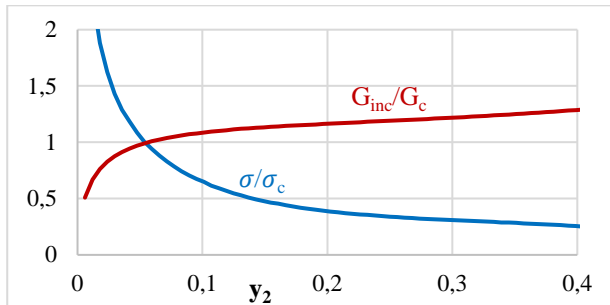


Figura 6. Análisis del CC para una plaqueta de tamaño $d=25\mu\text{m}$, considerando una única desviación de la grieta a través de la interfaz plaqueta-matriz.

4.3. Mecanismos de endurecimiento: decohesión

También se puede estudiar una decohesión dada en la interfase lateral entre el vidrio y la alúmina, véase la figura 11(b). En la figura 7 se muestra el análisis del CC para $d = 25 \mu\text{m}$. Nótese que se produce un cambio en la evolución de las curvas en $y_1 = 0.2$, el final de la plaqueta. Como en el caso anterior, las propiedades de fractura de σ_c y G_c son las del vidrio.

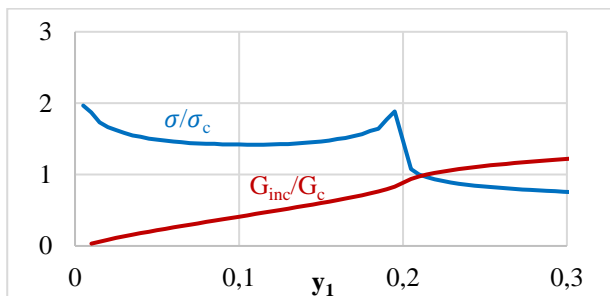


Figura 7. Análisis del CC para una plaqueta de tamaño $d=25\mu\text{m}$, considerando una decohesión en la interfaz alúmina-vidrio.

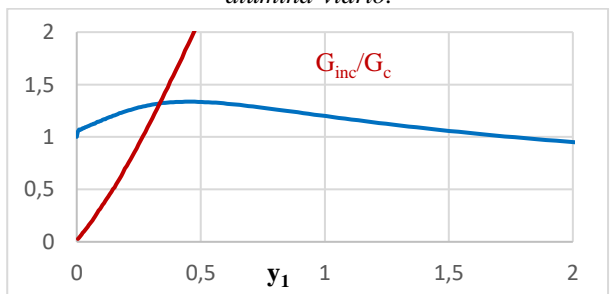


Figura 8. Análisis del CC para una plaqueta de tamaño $d=25\mu\text{m}$, considerando un salto de la grieta a la matriz de vidrio.

4.4. Mecanismo de endurecimiento: salto

Por último, consideramos que la grieta salta a través de la matriz de vidrio, véase la figura 11(c). En la figura 8

se muestra el análisis del CC. La nucleación se rige por el punto mínimo en la distribución de la tensión de tracción.

COMPARACIÓN ENTRE MECANISMOS

En esta sección comparamos los diferentes mecanismos presentados anteriormente. Para ello, en las figuras 9 y 10 se muestra la tenacidad a la fractura aparente con respecto a la longitud d de la plaqueta. Se han utilizado diferentes rangos en cada figura para representar correctamente las diferencias.

En principio, en la figura 9 se puede observar que para valores pequeños de d la penetración es el mecanismo predominante. Cabe destacar que en un caso muy extremo $d \rightarrow 0\mu\text{m}$ este problema se reduciría a la propagación de una grieta en Modo I en un material isótropo (el vidrio). Además, se observa que cuando d tiende a 0 el valor de la tenacidad a la fractura aparente tiende a la tenacidad a la fractura del vidrio.

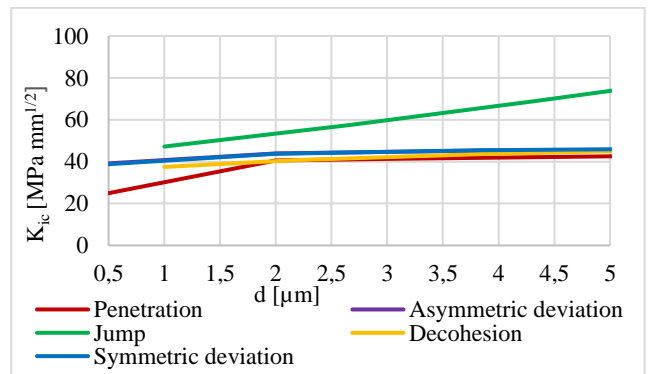


Figura 9. Comparación entre los mecanismos de endurecimiento. Rango $d = 1 - 5 \mu\text{m}$.

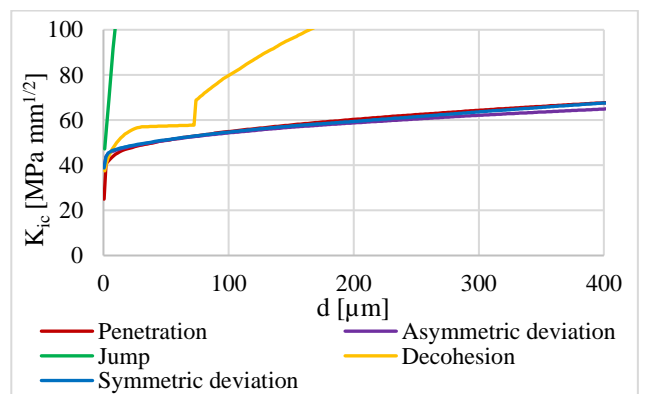


Figura 10. Comparación entre los mecanismos de endurecimiento. Rango $d = 1 - 400 \mu\text{m}$.

En la figura 10 se puede observar que para valores mayores de la longitud d es la desviación (en esta comparación estamos considerando la desviación única a través de uno de los lados de la interfaz vidrio-alúmina) la que predomina. Este resultado coincide con las conclusiones experimentales dadas en [5]. Nótese que en la decohesión hay un salto en la tenacidad a la fractura aparente dado en $d \approx 70\mu\text{m}$. La razón es el cambio en el punto de nucleación. Al aumentar d se reduce la longitud

de nucleación. Para valores inferiores de d la nucleación de la grieta se producía en la matriz de vidrio, mientras que para $d \approx 70\mu\text{m}$ la nueva grieta nace en la interfase alúmina-vidrio. Es importante destacar que la tenacidad a la fractura aparente aumenta en todos los casos analizados.

Finalmente, en la figura 11 se muestran las deformadas correspondientes a los diferentes mecanismos de endurecimiento. Dichas graficas son obtenidas a partir de la solución numérica de la aproximación MA siguiendo el Método de los Elementos Finitos, utilizando el software FEniCS y por último el software Paraview para obtener las imágenes.

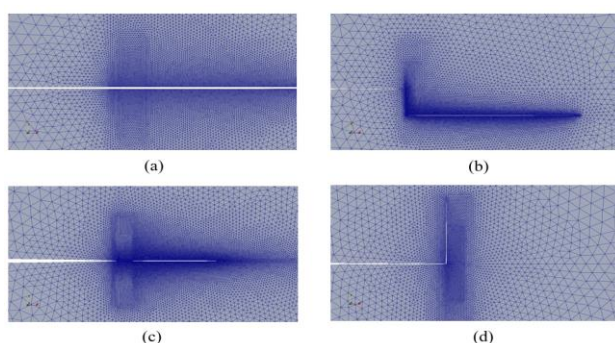


Figura 11. Diferentes deformadas de los mecanismos de endurecimiento. En (a) la penetración, en (b) la decohesión, en (c) el salto de la grieta y finalmente en (d) la desviación.

CONCLUSIONES Y ESTUDIOS FUTUROS

Desde el punto de vista del CC, hemos estudiado el efecto de varios mecanismos de endurecimiento en un material compuesto de vidrio reforzado con plaquetas de alúmina. Se ha aplicado el enfoque MA para determinar la solución elástica en el entorno de la plaqueta. Cada mecanismo se ha estudiado por separado, aunque se ha realizado una comparación final para determinar el predominante en función de la dimensión de la plaqueta. Además, también se ha analizado el efecto del aumento del módulo de Young para el mecanismo de penetración. Como conclusión general el mecanismo predominante dado en el problema es la desviación de la grieta a través de la interfase alúmina-vidrio. Sin embargo, cuando la dimensión de la plaqueta tiende a cero el mecanismo predominante pasa a ser la penetración de la grieta en la plaqueta de alúmina. Además, se observa un claro aumento de la tenacidad a la fractura aparente en todos los casos estudiados en este trabajo.

Se proponen algunos estudios futuros. En primer lugar, se puede estudiar la influencia de la relación de volumen, y compararla con los resultados experimentales que aparecen en la literatura. Un punto importante que no se ha mencionado anteriormente es la influencia de las tensiones residuales que aparecen en la matriz de vidrio tras el enfriamiento producido durante el proceso de fabricación [5]. Por otro lado, en este trabajo nos hemos centrado en una plaqueta perpendicular a la grieta preexistente. Sin embargo, se puede considerar un ángulo

($\alpha = 45^\circ, 0^\circ$). De hecho, en [1] se indica que el ángulo más común que se da en este tipo de materiales es $\alpha \approx 0^\circ$, es decir, cuando la plaqueta es paralela a la grieta preexistente.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecer la financiación recibida del programa de investigación e innovación Horizonte 2020 de la Unión Europea bajo el acuerdo de subvención Marie Skłodowska-Curie n° 861061- NEWFRAC.



REFERENCIAS

- [1] Bernardo, E., Castellan, R., and Hreglich, S. Al_2O_3 -platelet reinforced glass matrix composites from a mixture of wastes. *Journal of materials science* (2007) 42(8): 2706-2711.
- [2] Boccaccini, A. R., and Trusty, P. A. Toughening and strengthening of glass by Al_2O_3 platelets. *Journal of materials science letters* (1996) 15(1): 60-63.
- [3] Jiménez-Alfaro, S., and Leguillon, D. Finite Fracture Mechanics at the micro-scale. Application to bending tests of micro cantilever beams. *Engineering Fracture Mechanics* (2021) 258, 108012.
- [4] Leguillon, D. Strength or toughness? A criterion for crack onset at a notch. *European Journal of Mechanics-A/Solids* (2002) 21(1): 61-72.
- [5] Kotoul, M., Pokluda, J., Šandera, P., Dlouhý, I., Chlup, Z., and Boccaccini, A. R. Toughening effects quantification in glass matrix composite reinforced by alumina platelets. *Acta materialia* (2008) 56(12): 2908-2918.
- [6] Winn, A. J., Boccaccini, A. R., Imam, N., & Trusty, P. A. Examination of microhardness indentation-induced subsurface damage in alumina platelet reinforced borosilicate glass using confocal scanning laser microscopy. *Journal of Microscopy* (1997) 186(1): 35-40.
- [7] Voigt, W. Ueber die Beziehung zwischen den beiden Elasticitätsconstanten isotroper Körper. *Annalen der physik* (1889) 274(12): 573-587.
- [8] Reus, A. Berechnung der Fließgrenze von Mischkristallen auf Grund der Plastizitätsbedingungen für Einkristall. *Z. Angew. Math. Mech.* (1929) 9(1): 49

**FRACTURA DE MATERIALES
METÁLICOS**

FRACTESUS: FRACTURE MECHANICS TESTING OF IRRADIATED RPV STEELS BY MEANS OF SUB-SIZED SPECIMENS

M. Sánchez*, S. Cicero, B. Arroyo

University of Cantabria, LADICIM (Laboratory of Materials Science and Engineering), Spain.

* E-mail: sanchezmam@unican.es

RESUMEN

El proyecto FRACTESUS (programa H2020, convocatoria Euratom) está alineado con los objetivos de transición energética hacia un sistema más eficiente y sostenible establecidos por la Unión Europea, en los cuales la energía nuclear juega un papel importante en la descarbonización del sector industrial. En este sentido, el proyecto aborda un aspecto fundamental para la seguridad y operabilidad del sector nuclear: la integridad estructural de los materiales de vasija.

El objetivo del proyecto es demostrar la aplicabilidad de probetas mini-CT para la caracterización a fractura de aceros de vasija. La aceptación de esta metodología por las autoridades reguladoras y su posterior implementación permitirá, entre otras cosas, extender los programas de vigilancia y por consiguiente la vida útil de las centrales nucleares.

El presente trabajo muestra la estructura general del proyecto FRACTESUS y sus principales avances hasta ahora, incluyendo los primeros resultados de la campaña experimental. La tenacidad a fractura fue obtenida mediante probetas mini-CT de acero no irradiado, y los resultados fueron analizados posteriormente mediante la metodología de la curva maestra.

PALABRAS CLAVE: FRACTESUS, probetas en miniatura, tenacidad a fractura, curva maestra, acero de vasija.

ABSTRACT

The FRACTESUS project (H2020 program, Euratom call) is in accordance with the energy transition objectives towards a more efficient and sustainable system set by the European Union, with nuclear energy playing an important role in the decarbonization of the industrial sector. In this sense, the project addresses a fundamental aspect for the safety and operability of the nuclear sector, which is the structural integrity of reactor pressure vessel materials.

The project aims to demonstrate the applicability of miniaturized compact tension (Mini-CT) specimens to determine the fracture behaviour of reactor pressure vessel steels. The acceptance of this methodology by the regulatory authorities and its subsequent implementation will allow, among other things, to extend the surveillance programs and consequently the lifespan of the nuclear power plants.

This work shows the general structure of the FRACTESUS project and its main advances until now, including the first results of the testing campaign. The fracture toughness was obtained using Mini-CT specimens with non-irradiated steels, with the results being subsequently analyzed using the master curve approach.

KEYWORDS: FRACTESUS, miniature compact tension, fracture toughness, Master Curve, reactor pressure vessel steel.

1. INTRODUCCIÓN

La mayoría de las centrales nucleares en funcionamiento en Europa se encuentran en la segunda mitad de su vida útil y necesitan cumplir con mayores niveles de seguridad, tal y como se define en la Directiva de Seguridad Nuclear. La vasija del reactor es uno de los componentes más grandes y difíciles de reemplazar del reactor nuclear, quedando excluido su fallo bajo escenarios normales o accidentales por diseño. Además, es la principal barrera contra la liberación de material radiactivo al medio ambiente. Por todo ello, asegurar la integridad estructural de la vasija es de crucial importancia para la operación segura de las centrales nucleares [1]. Como resultado, desde los orígenes de las plantas nucleares se establecieron programas de vigilancia para controlar periódicamente la tenacidad del acero de vasija, usando generalmente probetas Charpy ($10 \times 10 \times 55 \text{ mm}^3$) ubicadas en una cápsula de vigilancia dentro de la propia vasija. Por razones históricas, el ensayo de impacto Charpy es el más común dentro de la industria nuclear, por lo que la tenacidad a fractura se calcula de manera indirecta. Además, para muchos reactores actualmente en operación las cantidades de material disponible en las capsulas de vigilancia puede no ser suficiente para la continuación de los programas de vigilancia y por lo tanto para el funcionamiento a largo plazo de dichas centrales nucleares.

En este contexto, el proyecto FRACTESUS propone un enfoque innovador para utilizar probetas de fractura miniatura obtenidas de probetas Charpy que permitan medir directamente la resistencia a la fractura, reduciendo así el material necesario en las pruebas de vigilancia. FRACTESUS [2] comenzó su andadura el pasado octubre de 2020, tras su aprobación dentro del programa EURATOM 2019-2020, sección NFRP-04: Innovación para los reactores de segunda y tercera generación. FRACTESUS, que cuenta con financiación para 48 meses, se encuentra alineado con los objetivos perseguidos por el programa marco europeo H2020, como es la mejora continua de la seguridad nuclear, la seguridad física y la protección contra la radiación, y la contribución a la descarbonización a largo plazo del sistema energético europeo de forma segura y eficiente. Además, FRACTESUS también se une a las tres prioridades de H2020: "Ciencia excelente", "Liderazgo industrial" y "Retos de la sociedad".

La probeta de referencia seleccionada por el consorcio es la probeta de tensión compacta en miniatura (puede encontrarse abreviada como mini-CT, 0.16 CT o MCT) ($10 \times 10 \times 4 \text{ mm}^3$), que permite mecanizar hasta ocho probetas a partir de una sola probeta Charpy rota. El objetivo final radica en la determinación de la temperatura de transición (T_0), a partir de esta geometría, que ya ha sido aplicada en trabajos previos [3,4]. Además, se contempla el uso de otras probetas miniatura (Figura 1), como es el caso de probetas Small Punch (SPT) [5,6], cuya geometría tiene dimensiones aún más reducidas ($10 \times 10 \times 0.5 \text{ mm}^3$) y permite mecanizar más de

35 muestras a partir de una sola probeta Charpy rota tras su ensayo.

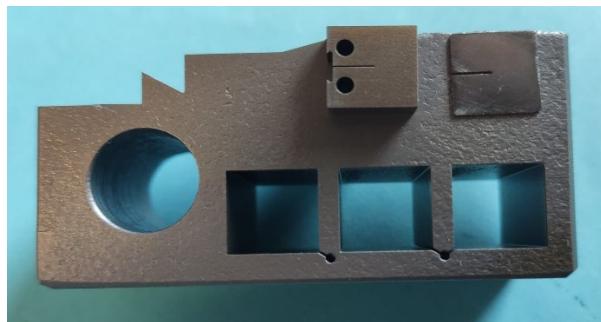


Figura 1. Probetas Mini-C(T) (izda.) y Small Punch (dcha.) obtenidas a partir de una probeta C(T) convencional IT.

De este modo, el proyecto comparará los resultados obtenidos mediante probetas MCT, y SPT en su caso, con las bases de datos de ensayo realizados con probetas normalizadas de fractura. Este enfoque de caracterización miniaturizada trae una serie de beneficios tales como: la evaluación directa de la tenacidad a la fractura en lugar de un enfoque semi-empírico basado en mediciones de Charpy; la capacidad de caracterizar las propiedades locales de un material heterogéneo; el incremento significativo de la base de datos de vigilancia, proporcionando una mayor confianza en los datos.

Por otra parte, el proyecto FRACTESUS también beneficiará a Gen III + y a los futuros sistemas nucleares. Los materiales estructurales de los futuros sistemas nucleares y, en particular, los de Gen IV y los sistemas de fusión, deberán hacer frente a duras condiciones de irradiación. Los programas de calificación suponen una limitación importante en el despliegue de nuevos materiales y tecnologías. Estos programas de calificación deben realizarse en máquinas de irradiación dedicadas (reactores de prueba de materiales o dispositivos de irradiación basados en aceleradores, por ejemplo, MINERVA, MYRRHA, DONES) y ser completamente representativos de las condiciones operativas definidas. El espacio de irradiación en estos dispositivos es generalmente limitado, por lo que los programas de calificación pueden también beneficiarse del proyecto FRACTESUS.

Con todo esto, el proyecto FRACTESUS tiene como objetivo demostrar la aplicabilidad y la fiabilidad, ante las autoridades y reguladores nucleares, del uso de probetas MCT para caracterizar el comportamiento a fractura de material de vasija irradiado. En los siguientes apartados se presentará una breve descripción del proyecto y se presentarán los principales avances del proyecto hasta la fecha.

2. DESCRIPCIÓN DEL PROYECTO

22 organizaciones de Europa (19), Japón (1), USA (1) y Canadá (1) participan en FRACTESUS, como se presenta en la Tabla 1. Para estructurar el proyecto, el trabajo se desglosa en seis paquetes de trabajo (WPs), cuyo esquema de trabajo viene descrito por el diagrama mostrado en la Figura 2.

Un importante paso es la aceptación de los datos derivados de muestras en miniatura dentro de los procedimientos o normativas que actúen como garantía de las propiedades del material que arrojan los ensayos. Para ello, el WP1 (liderado por NNL) tiene como objetivo identificar y recoger las diversas preocupaciones de las autoridades reguladoras con respecto a la utilización de probetas MCT en los programas de vigilancia de los reactores. De igual manera, se han de identificar posibles limitaciones en las actuales normativas.

VTT lidera el WP2, que está a cargo de la selección de materiales y la fabricación de las probetas [7]. Los aceros seleccionados en el proyecto cumplen una serie de requisitos como la disponibilidad de una amplia base de datos de material caracterizado en condiciones de referencia e irradiado (normalmente más de 400 datos disponibles), una base de datos sea abierta, un material sensible a la irradiación y con una alta disponibilidad. Por otro lado, la geometría de probeta MCT, siendo las dimensiones estándar las mostradas en la Figura 3, cabe destacar que algunos socios usarán dimensiones ligeramente superiores.

Tabla 1. Lista de participantes del proyecto FRACTESUS.

Participante	Acrónimo	País
1	SCK CEN	Bélgica
2	NRI	República Checa
3	VTT	Finlandia
4	CEA	Francia
5	IRSN	Francia
6	FRA-G	Alemania
7	HZDR	Alemania
8	KIT	Alemania
9	BZN	Hungría
10	MTA EK	Hungría
11	KTU	Lituania
12	NRG	Holanda
13	STUBA	Eslovaquia
14	CIEMAT	España
15	UC	España
16	PSI	Suiza
17	NNL	Reino Unido

18	UoB	Reino Unido
19	CCFE	Reino Unido
20	CRIEPI	Japón
21	ORNL	Estados Unidos
22	CNL	Canadá

La coordinación de la campaña experimental se desarrolla dentro del WP3, liderado por HZDR. En ella se realizarán ensayos de mecánica de fractura con probetas MCT de material irradiados y no irradiados a diferentes temperaturas, para posteriormente realizar un análisis fractográfico de las superficies de fractura. Asimismo, el WP3 será complementado con otros ensayos basados en probetas miniaturizadas, como son el SPT o la microdureza.

La actividad de modelado (WP4) se realizará como apoyo a los ensayos, y es liderada por CEA. En este paquete de trabajo de modelización numérica, el objetivo final es proporcionar una estrategia de modelización sólida para la interpretación de los datos experimentales y recomendaciones/limitaciones en apoyo del uso de las probetas MCT para evaluar la tenacidad a la fractura de los aceros de vasija.

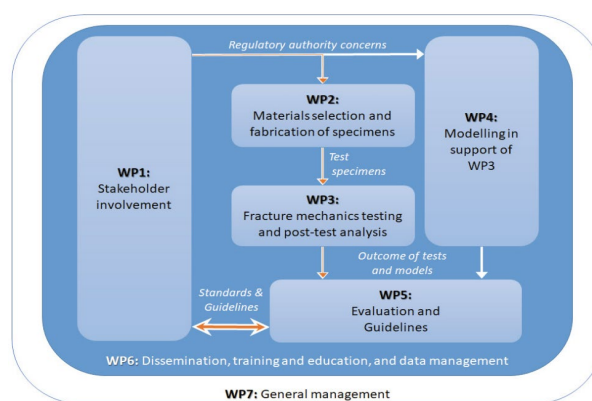


Figura 2. Organización del Proyecto FRACTESUS, con los diferentes WP involucrados.

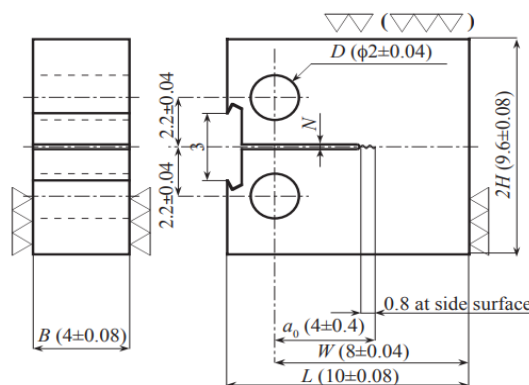


Figura 3. Geometría de probeta Mini-C(T), 0.16T, propuesta para el proyecto.

Todos los resultados (ensayo y simulaciones) serán posteriormente resumidos, discutidos y evaluados por el WP5, actividad liderada por FRA-G. Se realizará una detallada comparativa entre los resultados arrojados por las MCT y las probetas de tamaño estándar, con el objetivo de desarrollar unas directrices de buenas prácticas, que puedan ser en el futuro incluidas en las actuales códigos o normas. Dentro de esta actividad se busca también crear sinergias con otro proyectos nacionales o internacionales en desarrollo.

Siempre hay que tener en cuenta que el proyecto solo es posible gracias al contribuyente de la UE y, por lo tanto, es necesario maximizar el beneficio del proyecto para toda Europa. En este sentido, el proyecto está planificando las actividades de comunicación y difusión (WP6, liderado por la Universidad de Cantabria) para llegar al público en general mediante la difusión en acceso abierto. Además de ello, el WP6 será el encargado, junto al WP1 y el WP7 de la gestión de los datos experimentales generados durante el proyecto, así como la exposición pública de los mismos y de las publicaciones generadas en repositorios abiertos.

Finalmente, la gestión global del proyecto está liderada por SCK CEN, a través de WP7.

3. SELECCIÓN DEL MATERIAL

Uno de puntos clave del proyecto durante los primeros meses del mismo ha sido la selección del material para la obtención de probetas MCT y su caracterización con geometrías convencionales. En la Tabla 2 se recogen los 14 aceros que serán estudiados en el proyecto, siendo todos ellos de gran relevancia para la industria de la energía nuclear. Además de cumplir los criterios anteriormente expuestos en el WP2, los aceros fueron seleccionados con el fin de abarcar el mayor rango de variabilidad posible dentro de la aplicación descrita. Con este fin se buscaron aceros con diferente composición química, poniendo énfasis en las cantidades de Cu, P, Ni o Mn, método de fabricación (F, forjado o S, soldado) y tratamiento/envejecimiento del acero, ya sea de carácter térmico o por irradiación neutrónica. Además, la matriz de aceros preparada cubre un amplio espectro de temperaturas de referencia (T₀), que va desde -134°C hasta +8°C, pudiendo ser incluso mayores para materiales irradiados.

Tabla 2. Lista de materiales estudiados junto con las principales propiedades buscadas.

Material	Tipo	Cu (%)	P (%)	Ni (%)	Mn (%)	Fluencia neutrónica [E19 n/cm ²]	T ₀ (°C)
15Kh2MFAA	F	0.05	0.01	0.1	0.49	0	-104
15Kh2MFAA	F	0.05	0.01	0.1	0.49	I ₁ = 20 (E>0.5MV) (at 270°C)	TBD
15Kh2MFAA	F	0.05	0.01	0.1	0.49	I ₁ A (Annealed at 470°C)	TBD

						I ₁ A I ₂ = 20 (E > 0.5MeV) (at 270°C)	
15Kh2MFAA	F	0.05	0.01	0.1	0.49		TBD
A533B (JRQ)	F	0.14	0.018	0.83	1.39	0	-71
A533B LUS (JSPS)	F	0.24	0.028	0.43	1.52	0	+8
ANP-4	F	0.05	0.006	0.84	0.85	4 (at 280°C-286°C)	-78
SA 533 B1 (MVE)	F	0.041	0.005	0.632	1.42	0	-119
SA508 Cl.3	F	0.04	0.008	0.93	1.37	0	-43
10KhMFT	S	0.11	0.047	0.14	1.16	IA	-11.6
10KhMFT	S	0.11	0.047	0.14	1.16	1.6 (I) (at 270°C)	74.4
73W	S	0.31	0.005	0.6	1.55	0	-64
73W	S	0.31	0.005	0.6	1.55	1.5 (E>1MeV) (at -288°C)	34
ANP-5	S	0.22	0.015	1.11	1.14	0	-38

4. PROGRAMA EXPERIMENTAL

Una gran parte del proyecto, casi 2 años, será dedicado a ensayo de fractura con probetas MCT en condiciones tanto irradiadas como no irradiadas, con la única diferencia que éstas últimas deben ser llevadas a cabo en celdas calientes. La caracterización a fractura de los aceros del proyecto en el régimen de transición va a determinarse mediante la metodología de la curva maestra, cuyas principales directrices se recogen en la ASTM E1921 [8].

El primer paso en la campaña experimental es detectar posibles problemas o inconsistencias derivadas del ensayo de probetas miniaturizadas. En este sentido se están llevando a cabo ejercicios de Round Robin (RR), donde un mismo material es ensayado por diferentes laboratorios con fines comparativos. La Tabla 3 presenta la matriz de ensayos preparada para el RR de material no irradiado. La cantidad nominal de ensayos a realizar por cada material y laboratorio es 16, lo que permite la determinación de T₀ con suficiente precisión, para lo que se emplearán los métodos de temperatura única o multi-temperatura recogidos en ASTM E1921. Como ejemplo de lo anterior, la Figura 4 se muestra el montaje experimental utilizado por la Universidad de Cantabria (UC).

Tabla 3. Matriz de ensayos preparada para el RR de material no irradiado.

RR No.	Material	T ₀ (°C)	Testing participant				
			1	2	3	4	5
1	15Kh2MFAA	-104	SCK CEN	CRIEPI	HZDR	VTT	
2	A533B (JRQ)	-71	NRI	CRIEPI	PSI	CCFE	MTA-EK

3	73W	-64	SCK CEN	CIEMAT	HZDR	VTT	UoB
4	SA508 CL3	-43	SCK CEN	CIEMAT	KIT	NRG	UoB
5	ANP-5	-38	SCK CEN	FRA-G	HZDR	CCFE	UC
6	A533B LUS (JSPS)	+8	SCK CEN	CRIEPI	UC		

De igual manera, se realizará un RR con material irradiado en el que participarán 7 laboratorios, en este caso únicamente se utilizara el acero 73W. Complementario al ejercicio del RR, algunos laboratorios participantes realizarán ensayos adicionales. En total, se estima la realización de 656 ensayos de tenacidad a la fractura con MCT en FRACTESUS. Estas experiencias, junto con las investigaciones de apoyo, proporcionarán validación para las técnicas de ensayo miniatura y experiencia con la que elaborar una manual de directrices para la determinación de la temperatura de referencia mediante probetas miniatura.

Los primeros resultados obtenidos hasta el momento a partir de probetas MCT en condiciones no irradiadas, sobre los materiales del RR, muestran unas T_0 entre 10-15 grados superiores a las obtenidos mediante probetas con dimensiones estándar.



Figura 4. Montaje para ensayos de fractura con MCT utilizado en las instalaciones de la UC

5. ESTADO DEL PROYECTO

El proyecto comenzó en octubre de 2020. Desde su inicio se han celebrado cuatro reuniones virtuales con los líderes de los WP, y múltiples reuniones virtuales de distintos para discutir apartados técnicos del proyecto. Los logros hasta el momento (marzo de 2022) han sido:

- Las vías de divulgación ya están disponibles: página web pública y perfiles en ResearchGate, Twitter y LinkedIn y Facebook.
- La hoja de ruta del proyecto ha sido trazada con el plan de gestión de datos (Data Management Plan [9]).
- Se han descrito los protocolos de ensayo, así como los formatos para publicación de datos (Testing protocol and reportig formats) [10].
- Ha sido finalizada la selección de los aceros del proyecto y la matriz de ensayos [7].
- Los ensayos en probetas MCT no irradiadas han comenzado, obtenido los primeros resultados de la temperatura de referencia.
- Ha sido publicado un artículo en una revista indexada en JCR [6], así como se ha divulgado el proyecto en conferencias nacionales [11] internacionales [12].

CONCLUSIONES

Las probetas miniatura ofrecen una amplia gama de posibilidades y ventajas para la caracterización en fractura de aceros de vasija: multiplicación de datos experimentales, la (re)utilización de probetas ya ensayadas (Charpy), reducción del volumen de material irradiado para su manejo, posibilidad de medir la tenacidad local para detectar heterogeneidades, etc.

A pesar de ello, el uso de probetas MCT, encuentra aún una serie de obstáculos para su aceptación por parte de los organismos reguladores. Sin embargo, el objetivo del proyecto FRACTESUS, desarrollado por un consorcio de 22 socios europeos e internacionales, es demostrar las capacidades y la solidez de estas técnicas de caracterización; comenzó en octubre de 2020 y se extenderá durante los siguientes 48 meses. Su fin último es abordar las diversas preocupaciones de las autoridades reguladoras para poder introducir estas probetas miniatura en los códigos y normativas, y por lo tanto en los programas de vigilancia.

Con los resultados obtenidos hasta el momento sobre material no irradiado, la temperatura de referencia obtenida a partir de probetas MCT se mostró entre 10 y 15 grados superiores a las obtenida mediante probetas con dimensiones estándar.

AGRADECIMIENTOS

Este proyecto ha recibido financiación del programa de investigación y formación de Euratom 2020-2024, bajo el acuerdo de subvención N° 900014. También se reconoce la significativa contribución de los miembros del proyecto FRACTESUS.

REFERENCIAS

- [1] V. N. Shah, P.E. MacDonald. Aging and Life Extension of Major Light Water Reactor Components, 1st ed. Elsevier Science, Amsterdam, Netherlands (1993).
- [2] M. Lambrecht. Fracture mechanics testing of irradiated RPV steels by means of sub-sized specimens, Proposal Acronym: FRACTESUS, Euratom work programme 2019-2020, Topic Identifier: NFRP-04: Innovation for Generation II and III reactors, Types of Action: Innovation actions (2019).
- [3] M. Yamamoto, A. Kimura, K. Onizawa, K. Yoshimoto, T. Ogawa, Y. Mabuchi, H.W. Viehrig, N. Miura, N. Soneda. A round robin program of Master Curve evaluation using miniature C(T) specimens - 3rd report: Comparison of T₀ under various selections of temperature conditions, Proceedings of ASME PVP2014-28898, Anaheim, California, USA, (2014).
- [4] W. Server, M. Sokolov, M. Yamamoto, R. Carter. Inter-Laboratory Results and Analyses of Mini-C(T) Specimen Testing of an Irradiated Linde 80 Weld Metal, Proceedings of ASME PVP2018-84950 (2018).
- [5] EN 10371:2021, Annex E, “Metalic materials - Small punch test method”, European standards ICS 77.040.10, (2021).
- [6] E. Altstadt, F. Bergner, M. Houska. Use of the small punch test for the estimation of ductile-to-brittle transition temperature shift of irradiated steels. Nuclear materials and energy 26, 100918 (2021).
- [7] Pentti Arffman. Test matrix of FRACTESUS. FRACTESUS Consortium (grant number 900014), Deliverable D2.1, WP2, VTT/PR N°3 (2021).
- [8] ASTM E1921 – 21. Standard Test Method for Determination of Reference Temperature, T₀, for Ferritic Steels in the Transition Range. ASTM International, Subcommittee E08.07 (2021).
- [9] S. Cicero, B. Arroyo. Data Management Plan (DMP) – 1st version. FRACTESUS Consortium (grant number 900014), Deliverable D6.8, WP6, UC/PR N°15 (2021).
- [10] S. Cicero, B. Arroyo, M. Sánchez, G. Díaz. Testing protocols and reporting formats. FRACTESUS Consortium (grant number 900014), Deliverable D6.9, WP6, UC/PR N°15 (2021).
- [11] B. Arroyo, S. Cicero, M. Lambrecht, H. Swan, P. Arffman, E. Altstadt, T. Petit, F. Obermeier. Caracterización en fractura de aceros de vasija mediante probetas mini-ct y small punch. Primeros pasos del proyecto europeo fractesus. Revista Española de Mecánica de la Fractura. Volumen 2, 2021.
- [12] S. Cicero, M. Lambrecht, H. Swan, P. Arffman, E. Altstadt, T. Petit, F. Obermeier, B. Arroyo, J.A. Álvarez, R. Lacalle. Fracture mechanics testing of irradiated RPV steels by means of sub-sized specimens: FRACTESUS project. Procedia Structural Integrity 28, pp. 61-66 (2020).

ANÁLISIS DE LA FRAGILIZACIÓN DE UN ACERO INOXIDABLE DÚPLEX EN CONTACTO CON HIDRÓGENO MEDIANTE ENSAYOS DE TRACCIÓN CON PROBETAS LISAS Y ENTALLADAS

V. Arniella*, J. Belzunce y C. Rodríguez

Grupo de investigación SIMUMECAMAT,
Escuela Politécnica de Ingeniería. Universidad de Oviedo.
Campus Universitario, 33203 Gijón, España

*arniellavictor@uniovi.es

RESUMEN

En los últimos años, dentro del contexto internacional de concienciación medioambiental, el hidrógeno ha destacado como un nuevo vector energético. A raíz de esto, existe una creciente necesidad de desarrollo de nuevos aceros que, en ambientes ricos en hidrógeno, puedan garantizar la seguridad y fiabilidad necesaria a lo largo de toda la vida útil. En este contexto, se evaluó la influencia del hidrógeno en la resistencia a tracción, utilizando probetas lisas y entalladas, de un acero inoxidable dúplex a través de ensayos realizados bajo carga electroquímica de hidrógeno *in-situ*, determinándose los índices de fragilización correspondientes. También se evaluó la influencia de la densidad de corriente aplicada (contenido de hidrógeno) y de la velocidad de ensayo en la fragilización por hidrógeno de este acero. Por último, se analizaron los micromecanismos de fallo operativos en cada uno de los casos analizados mediante microscopía electrónica de barrido (SEM). Los resultados de estos ensayos mostraron una mayor fragilización cuanto menor es la velocidad de ensayo y mayor la densidad de corriente aplicada, con cambios claros en los micromecanismos de fallo operativos.

ABSTRACT

In recent years, within the global context of environmental awareness, hydrogen has emerged as a new energy source. As a result, there is a strong need for the development of new steels that, in hydrogen-rich environments, guarantee the necessary safety and reliability throughout their service life. In this context, the influence of hydrogen on the tensile strength of a duplex stainless steel was evaluated using smooth and notched tensile specimens tested under *in-situ* electrochemical hydrogen charging and the corresponding embrittlement indexes were determined. The influence of the applied current density (hydrogen content) and the displacement rate on the hydrogen embrittlement of this steel were also evaluated. Finally, the operating failure micromechanisms in each case were analysed by scanning electron microscopy (SEM). Greater embrittlement was observed when tests were carried out at lower displacement rates and under higher electrochemical current densities, with clear changes in the observed failure micromechanisms.

PALABRAS CLAVE: Fragilización por hidrógeno, acero inoxidable dúplex, carga electroquímica, tracción entallada, micromecanismos de fallo.

KEYWORDS: Hydrogen embrittlement, duplex stainless steel, electrochemical charge, notched tensile test, failure micromechanisms.

1. INTRODUCCIÓN

Dentro de un contexto de concienciación medioambiental, las fuentes de energía renovables (eólica, solar, hidroeléctrica o geotérmica) son sin duda la mejor opción, aunque el suministro de energía discontinuo que las caracteriza exige disponer de sistemas de almacenamiento energético apropiados. A este respecto, el hidrógeno surge como la alternativa más atractiva, ya que puede obtenerse por electrolisis del agua utilizando energías renovables (hidrógeno verde) y además, en su uso energético no produce emisiones de CO₂ [1]. Por esta razón, en los últimos años el estudio de

nuevos materiales capaces de almacenar y transportar de forma segura y económica hidrógeno a alta presión ha cobrado especial importancia [2].

Los efectos del hidrógeno en los materiales metálicos son bien conocidos desde hace años [3]. El daño que produce el hidrógeno en estos materiales se conoce como fragilización por hidrógeno (Hydrogen Embrittlement, HE) y esencialmente consiste en la entrada de átomos de hidrógeno en la estructura cristalina de los metales y su difusión y acumulación en detalles concretos de la

microestructura del material, como juntas de grano u otras intercaras internas, reduciendo la resistencia cohesiva de dichas intercaras y promoviendo su rotura bajo una carga mecánica inferior a la que sería necesaria en ausencia de hidrógeno [4]. El hidrógeno puede introducirse en el metal por vía electroquímica (fenómenos de corrosión, protección catódica, etc.) o mediante la exposición directa al hidrógeno en estado gaseoso a alta presión. Por otro lado, la fragilización por hidrógeno es especialmente notable en presencia de concentradores de tensión (entallas, grietas) y da lugar a fuertes disminuciones de la tenacidad a la fractura y aumentos muy altos de la velocidad de crecimiento de grietas por fatiga. [5,6].

A pesar de que el fenómeno HE es bien conocido, el mecanismo concreto que lo justifica en cada caso particular es todavía hoy día objeto de debate. De cualquier modo, diferentes mecanismos están plenamente aceptados por la comunidad científica. Entre ellos los más conocidos son los siguientes: plasticidad localizada inducida por hidrógeno (HELP) [7], descohesión inducida por hidrógeno (HEDE) [8] y adsorción de hidrógeno inducida por la emisión de dislocaciones (AIDE) [9].

Los aceros inoxidable austeníticos y las aleaciones de aluminio son conocidos por su gran resistencia al HE. Sin embargo, debido a su bajo límite elástico y su coste, no pueden ser considerados una buena opción en muchas aplicaciones [10]. En este sentido, los aceros inoxidable dúplex (Duplex Stainless Steels, DSS) son una buena alternativa a los aceros austeníticos. Los aceros dúplex tienen un límite elástico que al menos dobla el de la mayoría de los aceros austeníticos y poseen además una gran resistencia a la corrosión, por lo que son ampliamente utilizados en la industria petrolera, marina y nuclear [11].

Sin embargo, estas propiedades no les eximen de ser afectados por la fragilización por hidrógeno, que se traduce en pérdidas significativas en la ductilidad y en la tenacidad a la fractura [12]. Por esta razón, su comportamiento en ambientes de hidrógeno a alta presión debe ser aún objeto de más estudios. En este contexto, el objetivo de este trabajo fue estudiar la fragilización por hidrógeno de un acero inoxidable dúplex 2205 a través de ensayos de tracción realizados bajo carga electroquímica de hidrógeno *in-situ*, utilizando tanto probetas lisas como entalladas, a diferentes velocidades de ensayo y bajo distintas densidades de corriente (cantidad de hidrógeno introducida).

2. MATERIALES Y MÉTODOS

2.1. Material

El material empleado en este estudio fue un acero inoxidable dúplex 2205, cuya composición química se muestra en la tabla 1. Se utilizó una chapa de acero de 10

mm de espesor laminada en caliente, posteriormente recocida a 1080°C y, finalmente, enfriada primero al aire y luego con agua.

Tabla 1. Composición química del acero dúplex inoxidable 2205 (% en peso)

%C	%Mn	%Si	%P	%S	%Cr	%Ni
0.025	1.375	0.372	0.018	0.001	22.675	5.425
%Mo	%N	%Nb	%V	%Ti	%Al	%Cu
3.482	0.165	0.016	0.133	0.027	0.007	0.167

2.2. Ensayos de tracción

Se utilizaron probetas de tracción de sección circular, tanto convencionales como con entalla circunferencial, cuya geometría y dimensiones se presentan en la figura 1. La dirección longitudinal de las probetas fue siempre paralela a la dirección transversal a la laminación (T). El factor concentrador de tensión de la probeta entallada era $k_t = 4.3$ [13].

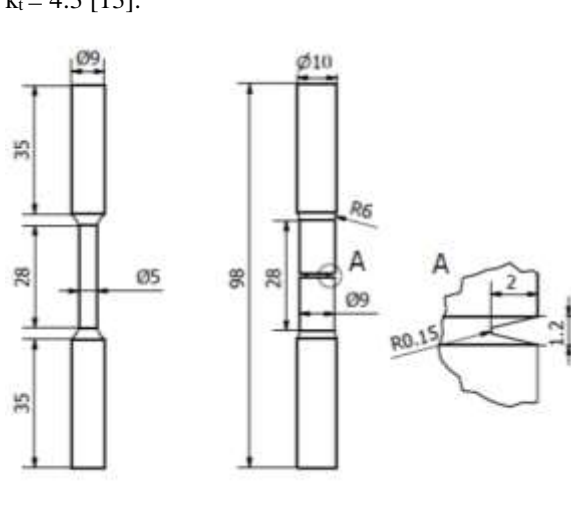


Figura 1. Geometría y dimensiones de las probetas de tracción lisa y entallada (en mm)

En la figura 2 se puede observar un esquema del dispositivo empleado para llevar a cabo los ensayos de tracción con carga electroquímica de hidrógeno *in-situ*. Se utilizó un electrolito acuoso ácido 1M H₂SO₄ con 0.25 g/l de As₂O₃. El óxido de arsénico es un veneno que dificulta la recombinación de los átomos de hidrógeno para formar la molécula H₂, facilitando de este modo la entrada de hidrógeno atómico en la probeta, que actúa como cátodo en el montaje que se expone en la figura 2. En ningún caso se utilizó un periodo de pre carga de hidrógeno previo al ensayo mecánico propiamente dicho.

Estos ensayos se llevaron a cabo utilizando una velocidad de 0.4 mm/min en el caso de las probetas sin hidrógeno y a 0.01 y 0.002 mm/min con las probetas ensayadas bajo carga electroquímica de hidrógeno, con objeto de dar tiempo para la entrada y difusión del hidrógeno en la probeta y facilitar la actuación del mecanismo fragilizador. Además, se utilizaron tres densidades de corriente diferentes (0.5, 0.1 y 0.01 mA/cm²) con el objetivo de estudiar la influencia de este parámetro en la fragilización.

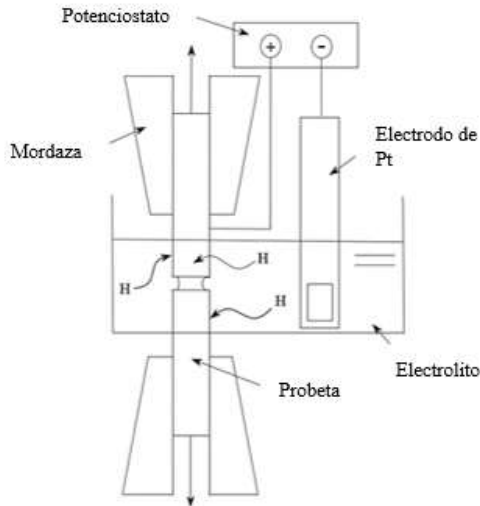


Figura 2. Esquema del ensayo de tracción con carga electroquímica de hidrógeno in-situ.

La fragilización por hidrógeno se cuantificó a través del índice de fragilización (IF), que se define mediante la expresión (1) (el IF varía entre 0, no hay fragilización, hasta 100%, para la fragilización máxima).

$$IF [\%] = \frac{X - X_H}{X} 100 \quad (1)$$

dónde X y X_H son, respectivamente, la propiedad mecánica que estamos evaluando sin hidrógeno y con hidrógeno. En este estudio se evaluó el IF en función de la resistencia a tracción, σ_u, el alargamiento, A, y la estricción, Z, en el caso de las probetas lisas y de la resistencia nominal, σ_N, (carga máxima entre la sección neta en la zona de la entalla) en el caso de las probetas entalladas.

2.3. Microestructura y superficie de fractura

La microestructura del acero se observó mediante microscopía óptica mientras que las superficies de fractura de las probetas ensayadas fueron observadas utilizando un microscopio electrónico de barrido (SEM JEOL-JSM5600) bajo un voltaje de 20 kV. En el caso del estudio microestructural, la muestra sufrió una preparación metalográfica convencional y finalmente, para diferenciar las dos fases presentes en el acero, la superficie se atacó electroquímicamente utilizando un reactivo compuesto por 56 g KOH disuelto en 100 ml de agua bajo un voltaje de 2 voltios durante 3 segundos.

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

3.1. Microestructura del acero dúplex 2205

En la figura 3 se muestra la microestructura del acero inoxidable dúplex 2205. Se puede observar la composición bifásica del acero, con un porcentaje de ambas fases próximo al 50/50. Ambas fases adoptan una

distribución bandeada orientada en la dirección de laminación (L) y apiladas en la dirección del espesor (dirección S). La ferrita es la fase continua que toma un color más oscuro, mientras que la austenita, con una tonalidad más clara, es el constituyente discontinuo.

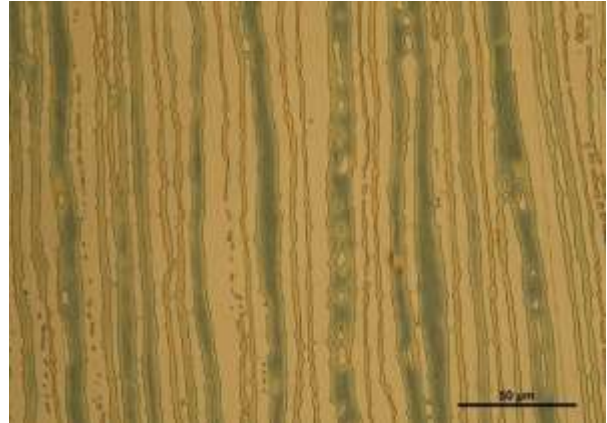


Figura 3. Microestructura del acero dúplex 2205 (plano L-S)

3.2. Ensayos de tracción

3.2.1. Probetas entalladas

Los resultados obtenidos con las probetas de tracción entalladas se recogen en la tabla 2. Se puede observar que a medida que aumenta la densidad de corriente aplicada el índice de fragilización también aumenta, hasta llegar a un valor del 31% para la densidad de corriente de mayor valor (0.5 mA/cm²). Además, para una misma densidad de corriente, se observa también, que el índice de fragilización aumenta al disminuir la velocidad de desplazamiento, lo que sin duda se debe a la mayor duración del ensayo y con ello, del tiempo disponible para la difusión y acumulación del hidrógeno en la región de proceso situada delante de la entalla. El mismo efecto se observó también en relación con la profundidad fragilizada, como se comentará posteriormente.

Tabla 2. Ensayos de tracción con probetas entalladas.

	Velocidad (mm/min) (Duración)	σ _N (MPa)	IF _{σN} (%)	Profundidad fragilizada (mm)
Al aire	0.4 (7 min)	1392	---	---
0.01 (mA/cm ²)	0.01 (4.8 h)	1229	12	0.36
	0.002 (21.5 h)	1106	21	0.38
0.1 (mA/cm ²)	0.01 (4.2 h)	1142	18	0.49
	0.002 (20.8 h)	1084	22	0.53
0.5 (mA/cm ²)	0.01 (3 h)	959	31	0.69

$$IF_{\sigma N} = 100 (\sigma_{N(\text{aire})} - \sigma_{N(H)}) / \sigma_{N(\text{aire})}$$

3.2.1.1. Análisis de las superficies de fractura

La figura 4 recoge las superficies de fractura de las probetas de tracción entalladas.

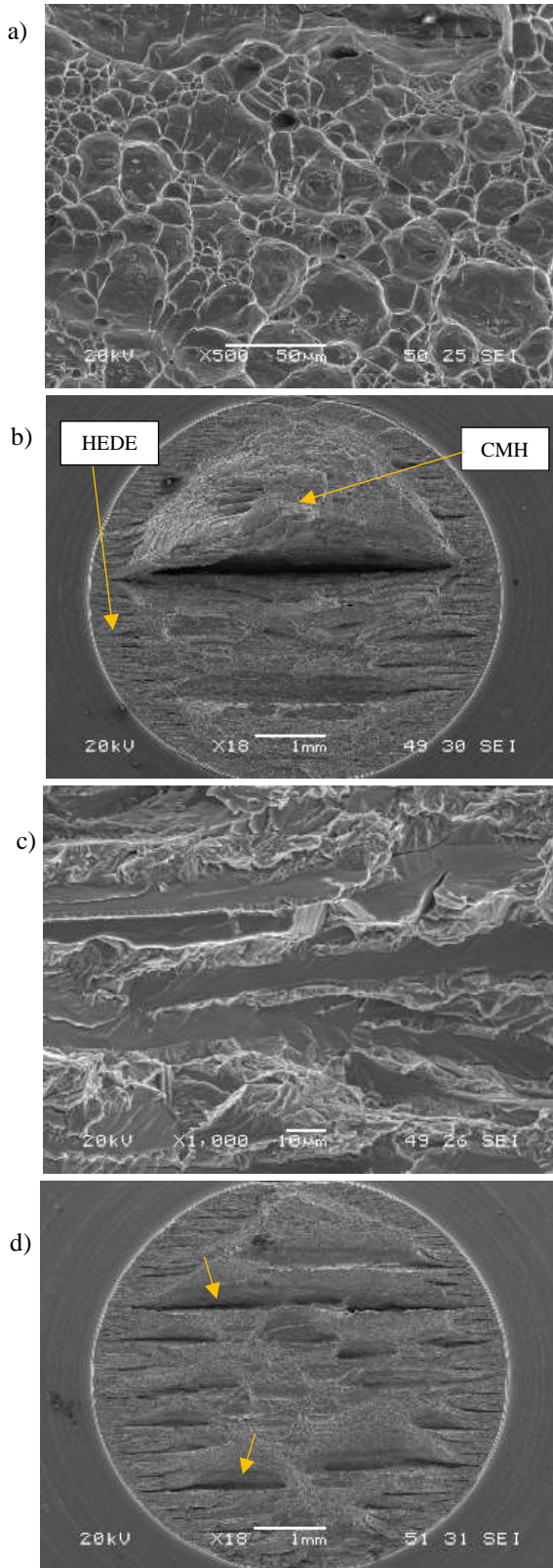


Figura 4. Micromecanismos de fractura en probetas entalladas; (a) ensayo al aire, (b, c, y d) ensayos bajo carga de hidrógeno in-situ

El mecanismo de fallo observado en los ensayos al aire fue totalmente dúctil, caracterizado por la nucleación, crecimiento y coalescencia de microhuecos (CMH), tal y como se puede observar en la figura 4 (a).

En las probetas ensayadas bajo carga electroquímica de hidrógeno *in-situ*, se observaron siempre dos zonas diferenciadas. Una, ocupando la parte central de la probeta, con una rotura dúctil (CMH). La otra, de carácter frágil, se sitúa en la parte externa, ocupando la región perimétrica situada delante de la entalla, y en la que se observó el mecanismo fragilizador HEDE, que se caracteriza por la descohesión de intercaras microestructurales específicas del material estudiado, figura 4 (b).

Observada esta última zona bajo un mayor número de aumentos (x1000), es posible diferenciar la fractura de las bandas de ferrita y austenita, como se recoge en la figura 4 (c). La sección de rotura corresponde a la orientación LS (probetas de tracción transversales) por lo que coincide con la orientación de la microestructura de la figura 3. De este modo se deduce que las bandas más planas de la figura 4 (c) corresponden a la ferrita y las regiones más rugosas a la austenita.

Por último, en la figura 4 (d) se aprecia la vista general de una probeta ensayada bajo la mayor densidad de corriente (0.5 mA/cm²). En ella se hacen notar no sólo la mayor profundidad de la zona perimétrica fragilizada, sino también la presencia en dicha zona de grietas horizontales muy profundas, que sin duda corresponden a separaciones de las intercaras entre bandas ferrita-austenita, zonas en las que tienen lugar fuertes acumulaciones de hidrógeno.

En todos estos ensayos, la rotura de las probetas se inicia en la región situada delante de la entalla, donde las tensiones locales normal e hidrostática son máximas. Por lo tanto, la entrada de hidrógeno tiene lugar mientras el acero está siendo sometido a altos niveles de deformación plástica en el frente de la entalla. Además, debe tenerse en cuenta que el coeficiente de difusión del hidrógeno es 5 órdenes de magnitud mayor en la ferrita que en la austenita [14], mientras que la solubilidad es 3 órdenes de magnitud mayor en la austenita. En este escenario, el hidrógeno entrará con una cierta rapidez difundándose a lo largo de las bandas de ferrita y acumulándose en las intercaras ferrita-austenita, mientras que en el tiempo de duración del ensayo apenas habrá logrado entrar en el interior de la fase austenita.

Señalar que también se pudo observar una relación directa entre el índice de fragilización obtenido a partir de la resistencia de las probetas entalladas, σ_N , y la profundidad de la zona perimetral fragilizada, lo que se refleja de forma gráfica en la figura 5.

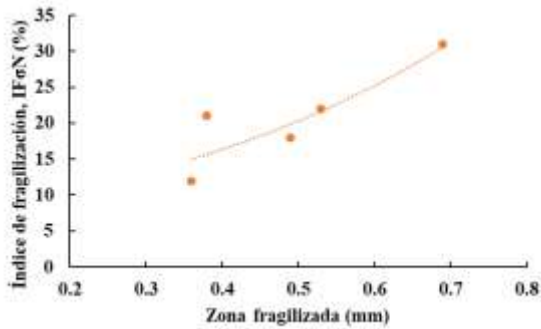


Figura 5. Variación del índice de fragilización con la profundidad de la zona fragilizada.

3.2.2. Probetas lisas

Las curvas tensión-deformación obtenidas tras el ensayo de probetas de tracción convencionales se muestran en la figura 6 mientras que en la tabla 3 se recogen los principales parámetros de tracción. Todos estos ensayos se realizaron utilizando una única velocidad de desplazamiento de 0.01 mm/min, variando únicamente la densidad de corriente empleada.

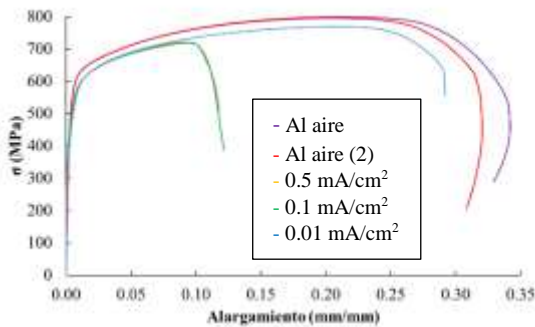


Figura 6. Curvas tensión-deformación con probetas lisas

Tabla 3. Parámetros de tracción e IF respecto a la resistencia a tracción, el alargamiento y la estricción

	Velocidad [mm/min] (duración)	σ_{ys} [MPa]	σ_u [MPa] ($IF_{\sigma u}$)	A [%] (IF_A)	Z [%] (IF_Z)
Al aire	0.4 (26 min)	533	797	33.1	56.5
0.01 (mA/cm ²)	0.01 (15.8 h)	466	770 3%	31.6 4%	49.7 12%
0.1 (mA/cm ²)	0.01 (8 h)	494	719 10%	14.1 57%	6.7 88%
0.5 (mA/cm ²)	0.01 (8 h)	470	721 10%	16.7 50%	4.2 93%

⁽¹⁾ $IF_{\sigma u} = 100 (\sigma_u (\text{aire}) - \sigma_u (\text{H})) / \sigma_u (\text{aire})$

⁽²⁾ $IF_A = 100 (A(\text{aire}) - A(\text{H})) / A(\text{aire})$

⁽³⁾ $IF_Z = 100 (Z(\text{aire}) - Z(\text{H})) / Z(\text{aire})$

Las curvas tensión-deformación a tracción se modifican muy poco con la entrada de hidrógeno, el límite elástico y la mayor parte de la curva de comportamiento apenas se alteran, siendo el efecto principal, el acortamiento de la curva y la rotura de la probeta bajo una deformación

menor. En la tabla 3 podemos observar que la carga de hidrógeno afecta poco al límite elástico y a la resistencia a tracción (los índices de fragilización en relación con esta última propiedad son inferiores al 10%), pero sin embargo, tanto el alargamiento como la estricción se ven ampliamente afectados, con índices de fragilización máximos de 57.4 y 93% respectivamente.

3.2.2.1. Análisis de las superficies de fractura

Como se refleja en la figura 7, en esta serie de ensayos se han observado micromecanismos de fallo similares a los ya comentados en relación con las probetas de tracción entalladas.

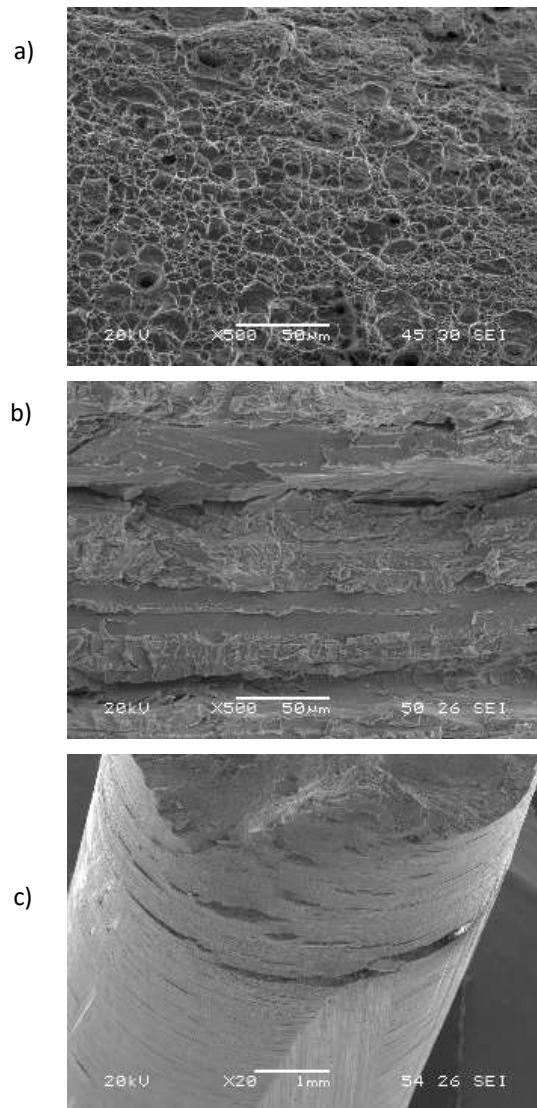


Figura 7. Micromecanismos de fractura en probetas lisas; (a) ensayo al aire, y (b, c) ensayos bajo carga de hidrógeno in-situ

El mecanismo de fallo característico de las probetas ensayadas al aire (Figura 7.a) fue siempre totalmente dúctil, caracterizado por la coalescencia de microhuecos (CMH), mientras que en el caso de las probetas cargadas electroquímicamente con hidrógeno in-situ (Figuras 7.b y 7.c), se observó siempre la presencia de dos zonas con mecanismos de fallo diferentes, dúctil (CMH) en el

centro y frágil (HEDE) en la región más periférica en la que había difundido el hidrógeno. Como se observa en la figura 7.b), en esta última región se apreciaba claramente la entrada del hidrógeno a través de las bandas de ferrita, para dar lugar a facies de rotura planas, frente a regiones más rugosas que sin duda corresponden a la austenita. Un último aspecto que resulta interesante destacar es la presencia de grietas en el fuste de la probeta, figura 7 (c), que sin duda se deben a acumulaciones de hidrógeno en las intercaras entre las bandas de ferrita y austenita.

4. CONCLUSIONES

Los índices de fragilización medidos sobre probetas de tracción tanto lisas como entalladas aumentan con la actividad de hidrógeno del medio hidrogenado (mayor densidad de corriente) y con el descenso de la velocidad de desplazamiento aplicada en el ensayo (mayor tiempo para la difusión de hidrógeno en el ensayo).

Los gráficos tensión-deformación obtenidos utilizando probetas de tracción convencionales apenas se ven modificados con la entrada de hidrógeno, siendo los parámetros relacionados con la ductilidad (alargamiento y estricción) los que sufren la mayor disminución.

Tanto las probetas de tracción lisas como las entalladas mostraron un mecanismo de fallo 100% dúctil (CMH) en los ensayos realizados al aire, mientras que las ensayadas bajo carga electroquímica de hidrógeno *in-situ* mostraron siempre la existencia de dos regiones diferenciadas, una zona periférica caracterizada por un mecanismo frágil, HEDE y una zona central dúctil, en la que actúa el mecanismo CMH.

La presencia de un concentrador de tensión (entalla en este caso) incrementa significativamente los índices de fragilización ligados a la resistencia, ya que el hidrógeno se acumula en la región de proceso situada delante de la entalla, propiciando la descohesión interna que desencadena el mecanismo fragilizador tipo HEDE.

Por último, como el coeficiente de difusión del hidrógeno es mucho mayor en la ferrita que en la austenita, éste entrará con una cierta rapidez a lo largo de las bandas de ferrita y se acumulará en las intercaras ferrita-austenita, dando así lugar a la aparición de grietas que se localizan en las intercaras entre las bandas citadas.

AGRADECIMIENTOS

Al Ministerio de Economía y Competitividad por la financiación recibida en el marco del proyecto RTI2018-096070-B-C31 y de la ayuda FPI PRE2019-088533 concedida a V. Arniella. También a los Servicios Científico-Técnicos de la Universidad de Oviedo por el uso del MEB Jeol-JSM5600.

REFERENCIAS

[1] Hydrogen Roadmap Europe Report, 2019.

[2] A. Martin, M.F. Agnoletti, E. Brangier, Users in the design of Hydrogen Energy Systems: A systematic review, *Int. J. Hydrogen Energy*. 45 (2020) 11889–11900.

[3] J.P. Hirth, Effects of Hydrogen on the Properties of Iron and Steel, *Metall. Mater. Trans.* 11 (1980).

[4] R. Singh, V. Singh, A. Arora, D.K. Mahajan, In-situ investigations of hydrogen influenced crack initiation and propagation under tensile and low cycle fatigue loadings in RPV steel, *J. Nucl. Mater.* 529 (2020) 151912..

[5] B.N. Popov, J. Lee, M.B. Djukic, *Hydrogen Permeation and Hydrogen-Induced Cracking*, Third Edit, Elsevier Inc., 2018.

[6] M. Wang, Determination of the critical hydrogen concentration for delayed fracture of high strength steel by constant load test and numerical calculation, *Corros. Sci.* 48 (2006) 2189–2202.

[7] H. Birnbaum, Hydrogen-enhanced localized plasticity--a mechanism for hydrogen-related fracture, *Mater. Sci. Eng. A*. 176 (1994) 191–202.

[8] Z. Tarzimoghadam, M. Rohwerder, S. V. Merzlikin, A. Bashir, L. Yedra, S. Eswara, Acta Materialia Multi-scale and spatially resolved hydrogen mapping in a Ni e Nb model alloy reveals the role of the d phase in hydrogen embrittlement of alloy 718, *Acta Mater.* 109 (2016) 69–81.

[9] S.P. Lynch, Environmentally assisted cracking: Overview of evidence for and adsorption-induced localised-slip process, *Acta Metall.* 36 (1988) 2639–2661.

[10] J. Yamabe, T. Awane, S. Matsuoka, Investigation of hydrogen transport behavior of various low-alloy steels with high-pressure hydrogen gas, *Int. J. Hydrogen Energy*. 40 (2015) 11075–11086..

[11] R. Silverstein, O. Sobol, T. Boellinghaus, W. Unger, D. Eliezer, Hydrogen behavior in SAF 2205 duplex stainless steel, *J. Alloys Compd.* 695 (2017) 2689–2695.

[12] A.M. Elhoud, N.C. Renton, W.F. Deans, Hydrogen embrittlement of super duplex stainless steel in acid solution, *Int. J. Hydrogen Energy*. 35 (2010) 6455–6464.

[13] A. Zafra, L.B. Peral, J. Belzunce, C. Rodríguez, Effect of hydrogen on the tensile properties of 42CrMo4 steel quenched and tempered at different temperatures, *Int. J. Hydrogen Energy*. 43 (2018) 9068–9082.

[14] V. Olden, A. Saai, L. Jemblie, R. Johnsen, FE simulation of hydrogen diffusion in duplex stainless steel, *Int. J. Hydrogen Energy*. 39 (2014) 1156–1163.

INFLUENCE OF POROUS DAMAGE ON FATIGUE CRACK GROWTH

ER, Sérgio^{1*}; FV, Ventura¹; DM, Neto¹

¹ Centre for Mechanical Engineering, Materials and Processes (CEMMPRE).

Department of Mechanical Engineering, University of Coimbra.

R. Luis Reis dos Santos 290, 3030-194 Coimbra

Persona de contacto: edmundosergio@uc.pt

RESUMEN

La fatiga es el resultado de la aparición de varios mecanismos de daño y sus interacciones. Por lo tanto, comprender cada mecanismo y las interacciones entre estos es crucial para modelar el proceso de crecimiento de grieta por fatiga (FCG). En este trabajo se considera que la deformación plástica cíclica, en el vértice de la grieta, es la fuerza impulsora del FCG. Se utiliza un modelo de daño GTN para tener en cuenta la degradación del material debido a la acumulación de porosidad. En el caso del aluminio 2024-T351, los resultados muestran una aproximación de las predicciones numéricas a los datos experimentales al introducir el daño poroso. Se discuten las razones detrás de esta aproximación, mostrándose que el daño poroso influye directamente en el cierre de grieta y en los resultados da/dN .

PALABRAS CLAVE: Crecimiento de Fendas por Fatiga, Fatiga, Deformación Plástica, Daño Porosos

ABSTRACT

Fatigue results from the occurrence of several damage mechanisms and their interactions. Therefore, the understanding of each mechanism and how it affects the others is crucial to model the fatigue crack growth (FCG) process. In this work the cyclic plastic strain, at the crack tip, is considered to be the FCG driving force. The GTN damage model is used to account for the material degradation due to the accumulation of porosity. For the 2024-T351 aluminium alloy, the results show an approximation of the numeric predictions to the experimental data by introducing porous damage. The reasons behind this approximation are discussed, being shown that porous damage directly influences crack closure and the da/dN results.

KEYWORDS: Fatigue Crack Growth, Plastic Strain, Porous Damage

1. INTRODUCTION

Fatigue is one of the main failure causes in mechanical operating devices. It is usually related with the occurrence of defects, which may evolve into cracks. These defects are inevitable in several material processing methods, such as welding, casting [1] and additive manufacturing [2]. Being hard to obtain defect-free components, the damage tolerance approach has become a common way to deal with the fatigue phenomenon in industry. However, this approach requires the ability to predict the fatigue crack growth (FCG) rate, which has been mainly achieved through the stress intensity factor range (ΔK). This parameter is generally used to obtain correlations with experimental results, originating the so-called $da/dN-\Delta K$ curves. In fact, the parameter ΔK is involved in several useful crack growth laws, probably the most famous being Paris' law [3]. However, this parameter proved to be constrained to the Small-Scale Yielding (SSY) condition [4] and unable to characterise various fatigue phenomena. Indeed, ΔK fails to predict the effect of stress ratio, variable amplitude loading and the odd behaviour observed in short cracks [5]. These limitations urged the introduction of non-linear crack-tip parameters [6–8]. Furthermore, several models enclosing crack closure and considering the plastic strain, at the crack tip, as fatigue

driving force provided FCG predictions in good agreement with experimental results. Initially using the plastic CTOD [9–12] and then the cyclic plastic strain itself [13][14], in a node release numeric model. This approach shown to effectively quantify the effects of ΔK [13], maximum and minimum loads [15], stress ratio, variable amplitude load patterns [16] and overloads [17]. Despite the promising results several limitations were found. Accordingly, in some cases the stress ratio effect was lower than expected [17] and the slopes of the numerical $da/dN-\Delta K$ curves were lower than the experimental ones [13,14]. These limitations indicate the need of additional mechanisms to fully characterize FCG.

A step towards solving this issue was the application of the GTN damage model, introducing porous damage effect in the existing node release model [18]. While the cyclic plastic strain at the crack tip remained as FCG driving force, porous damage shown to influence the stress state and plastic strain at the crack tip, as well as crack closure itself [19]. This was a demonstration of the interdependency of mechanisms that characterizes the fatigue phenomenon. From this perspective the main objective of this work is to provide a clear picture of the interactions between crack tip plastic strain, porous damage and crack closure. These interactions are

supposed to be reflected in the $da/dN-\Delta K$ results, which are compared to experimentally obtained ones.

2. NUMERICAL MODEL

All the numerical simulations employed in this study were conducted with the in-house finite element code DD3Imp [20][21]. An updated Lagrangian scheme is used to describe the evolution of the deformation process. The mechanical model assumes the elastic strains to be negligibly small with respect to unity and considers large elastoplastic strains and rotations.

2.1. Elasto-Plastic behaviour

The elasto-plastic behaviour of the 2024-T351 aluminium alloy is described through a phenomenological law. The isotropic elastic behaviour is modelled with Hooke's law, where the Young modulus is affected by porosity:

$$E = (1 - f) \cdot E_0 \quad (1)$$

where E_0 is the void free material Young modulus and f the porosity. The yielding of the void free matrix is controlled by the von Mises criterion, where the equivalent stress is given by

$$\bar{\sigma} = \sqrt{\frac{3}{2} \boldsymbol{\sigma}' : \boldsymbol{\sigma}'}, \quad (2)$$

where $\boldsymbol{\sigma}'$ is the deviatoric stress tensor. The evolution of the yield surface is described by the combination of Swift and Lemaitre-Chaboche hardening laws, given by

$$\sigma_y = k \left(\left(\frac{Y_0}{k} \right)^{\frac{1}{n}} + \bar{\varepsilon}^p \right)^n \quad (3)$$

$$\dot{\mathbf{X}} = C_x \left[\frac{X_{\text{sat}}}{\bar{\sigma}} (\boldsymbol{\sigma}' - \mathbf{X}) \right] \dot{\bar{\varepsilon}}^p \text{ with } \dot{\mathbf{X}}(0) = 0, \quad (4)$$

In the case of the Swift law: Y_0 , k , and n are the material parameters and $\bar{\varepsilon}^p$ is the equivalent plastic strain. In the case of Armstrong-Frederick: \mathbf{X} is the back stress tensor, X_{sat} and C_x are material parameters and $\dot{\bar{\varepsilon}}^p$ is the equivalent plastic strain rate. The material parameters are listed in Table 1 [21].

Table 1. Elastic properties and Swift and Lemaitre-Chaboche laws parameters obtained for the 2024-T351 aluminium alloy.

Material	E (GPa)	ν (-)	Y_0 (MPa)	k (MPa)	n (-)	X_{sat} (MPa)	C_x (-)
AA2024-T351	72.26	0.29	288.96	389.0	0.056	111.84	138.80

2.3. GTN damage model

The GTN model was based on the Gurson's yield surface [22], which considers materials to contain either cylindrical or spherical voids. The matrix is assumed free

of voids and obeys the pressure insensitive von Mises yield criterion, equation (2). The initial yield surface was modified by Tvergaard [23] resulting in:

$$\phi = \left(\frac{\bar{\sigma}^2}{\sigma_y} \right)^2 + 2q_1 f \cosh \left(q_2 \frac{\text{tr } \boldsymbol{\sigma}}{2\sigma_y} \right) - 1 - q_3 f^2 \quad (5)$$

where f is the void volume fraction, $\text{tr } \boldsymbol{\sigma}$ the trace of the stress tensor, while q_1 , q_2 and q_3 the Tvergaard void interaction parameters. This yield surface becomes pressure sensitive by considering a flow rule [24]:

$$\dot{\boldsymbol{\varepsilon}}^p = \dot{\gamma} \frac{\partial \phi}{\partial \boldsymbol{\sigma}} = \dot{\gamma} \boldsymbol{\sigma}' + \frac{1}{3} \dot{\gamma} f \sigma_y \sinh \left(\frac{3p}{2\sigma_y} \right) \mathbf{I} \quad (6)$$

where $\dot{\gamma}$ is the plastic multiplier, p the hydrostatic-pressure and \mathbf{I} the identity matrix [25]. The evolution of porosity, \dot{f} , is given by

$$\dot{f} = (f - f^2) \dot{\gamma} \sigma_y \sinh \left(\frac{3p}{2\sigma_y} \right) + \frac{f_N}{s_N \sqrt{2\pi}} \exp \left[-\frac{1}{2} \left(\frac{\bar{\varepsilon}^n - \varepsilon_N}{s_N} \right)^2 \right] \dot{\bar{\varepsilon}}^p \quad (7)$$

where the GTN's nucleation law follows the Chu and Needleman [26] statistical model considering a Gaussian distribution with a mean plastic strain, ε_N , a standard deviation, s_N , and a maximum nucleation amplitude, f_N . The parameters for the GTN damage model were obtained from literature [27] and are listed in Table 2. Note that void coalescence is not modelled.

Table 2. GTN parameters adopted in the numerical model.

Material	f_0	q_1	q_2	q_3	f_N	ε_N	s_N
AA2024-T351	0.007	1.5	1	2.25	0.032	0.152	0.341

2.4. Geometry, mesh and loading case

A CT specimen, in accordance with the ASTM [28], is considered in Mode I [29]. Only the upper part of the specimen was modelled, to reduce computational cost, taking advantage of the existing symmetry. The constant amplitude cyclic load ranging between $F_{\text{min}}=41.67$ N/mm and $F_{\text{max}}=416.7$ N/mm results in a stress ratio, $R=0.1$. The CT specimen was discretized with 7287, 4-node, 2D plane strain finite elements and 7459 nodes. The region surrounding the crack path is meshed with elements of 8 μm , which allow to accurately evaluate the strong gradients of stresses and strains at this zone [30]. To reduce the computation cost, the outer region was coarser meshed. The experimental results were obtained in CT specimens with a thickness of 12 mm, therefore only plane strain conditions were applied.

2.5. Crack Propagation Strategy

A node release strategy [13] is used to model the FCG process. Accordingly, the crack advances 8 μm when the

plastic strain at the tip node reaches a critical value, ϵ_c^p , which is supposed to be a material property. The plastic strain is measured at the Gauss points and averaged at the node containing the crack tip. The FCG rate is obtained from the ratio between the crack increment (8 μm , which is the element size) and the number of load cycles, ΔN , required to reach the release criterion:

$$\frac{da}{dN} = \frac{8}{\Delta N} \quad (8)$$

A total plastic strain (TPS) approach was followed, which means that the plastic strain, and porosity, accumulated in the previous load cycles, at a certain node are not reset when propagation occurs. The FCG rate is assumed constant between crack increments as the crack propagation rate is usually relatively low ($<1 \mu\text{m}/\text{cycle}$). The numerical analysis of the crack growth is simplified by considering different sizes, a_0 , for the initial straight crack. This allows to evaluate relatively wide ranges of ΔK with the same loading case. Moreover, the ΔK parameter is here strictly used to ease result comparison, ceasing the SSY requirement. FCG is only evaluated after some crack propagation which are required to stabilize the cyclic plastic deformation and the crack closure level. Finally, the contact between the flanks of the crack is modelled considering a rigid plane surface aligned with the crack symmetry plane.

3. RESULTS

Figure 1 presents the da/dN - ΔK curves predicted by the models with and without GTN. Both axes are displayed in *log-log* scales. The analysed initial crack sizes result in a ΔK variation between 7.86 and 15.5 $\text{MPa}\cdot\text{m}^{0.5}$, which covers a significative part of the experimental data. The upper part of the experimental data refers to a regime close to ductile fracture. In this regime, the numerical data provides very high propagation rates, which cannot be analysed with the adopted mesh. The calibration provided a critical cumulative plastic strain for the model with GTN of 270% and for the version without GTN of 180%. The lines, presented in the right corner, indicate that the slope of the curve with GTN induces a much better approximation to the experimental results. As expected, for higher ΔK values the GTN model provides higher FCG rates, in comparison to the version without porous damage, allowing results in very good agreement with the experimental ones. This occurs because the introduction of porosity influences the stress-strain equilibrium, inducing higher levels of plastic strain. On the other hand, for the smaller initial crack size, the higher FCG rate is attained with the model without GTN, indicating an effect of the referred interrelation between mechanisms at the crack tip.

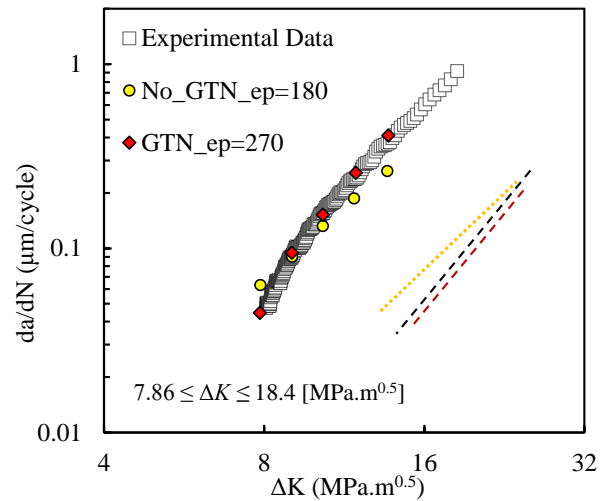


Figure 1. Comparison between experimental and numerical da/dN - ΔK curves, with and without GTN.

To understand the obtained FCG rate, the plastic strain accumulation was studied, for $a_0=11.5$ and 16.5 mm, with and without GTN. The results are presented in terms of the pseudo-time (Figure 2 and Figure 3). Accordingly, the previous node release occurs at $t-t_0=0\text{s}$, plastic strain then accumulates, due to the load cycles, until another propagation occurs. Since the da/dN has a transient behaviour, thus the study falls on propagations on the stable da/dN zone. The ΔK level, corresponding to the crack size, at each propagation, is also shown in the figures. Remnants of the previous and following propagations are presented to highlight the cyclic behaviour of the plastic strain accumulation. The first studied propagation refers to $a_0=11.5$ mm, where da/dN is higher without GTN, and is presented in Figure 2. The critical plastic strain is achieved faster without GTN explaining the da/dN obtained for this ΔK (Figure 1).

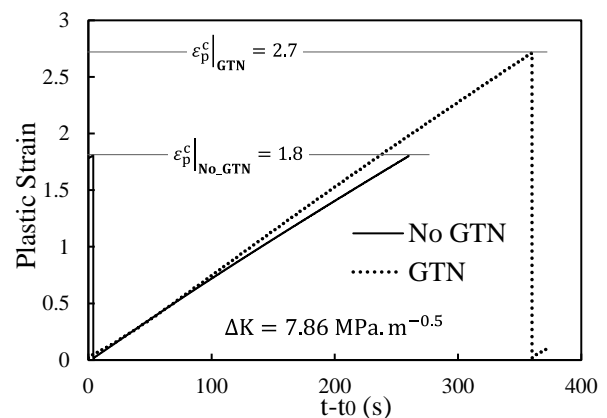


Figure 2. Plastic strain accumulation vs the load cycles that compose a single propagation, for $a_0=11.5$ mm.

Similar results, to the ones discussed before, are presented in Figure 3. However, here it refers to $a_0=16.5$ mm, an initial crack size where da/dN is higher with

GTN. Contrarily to the smaller initial crack size, the plastic strain accumulation is faster with the model with GTN, once again explaining the results obtained in Figure 1. Note that the effect of the porosity inclusion is such that the critical plastic strain for the model with GTN, is achieved faster than one in the version without GTN. The inversion on the behaviour of the plastic strain accumulation evidences the effect of additional mechanisms at the crack tip.

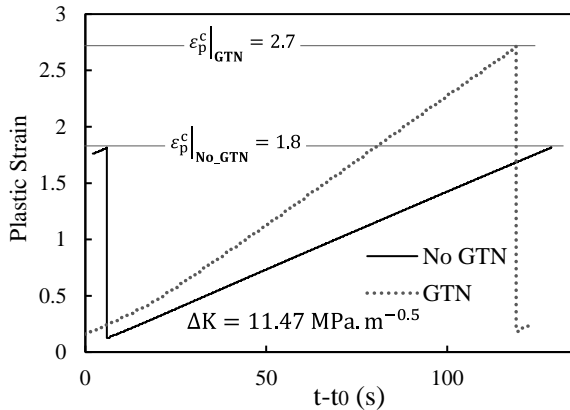


Figure 3. Plastic strain evolution for $a_0=16.5$ mm in the models with and without GTN.

The first mechanism analysed to explain the inversion on the plastic strain accumulation was crack closure. It is evaluated through the load cycles that compose the previously studied propagations, given by:

$$U^* = \frac{F_{open} - F_{min}}{F_{max} - F_{min}} \quad (9)$$

where F_{open} is the crack opening load, F_{min} is the minimum load and F_{max} is the maximum load. The U^* parameter quantifies the fraction of load cycle during which the crack is closed. Crack closure is presented versus the fraction of the load cycles required to achieve the critical plastic strain. This allows comparison between results referring to different crack sizes. Figure 4 presents the crack closure evolution, with and without GTN, for $a_0=11.5$ mm, at $\Delta K=7.86$ MPa.m^{0.5}. Considering the model without GTN, the crack closure is higher in the first load cycle (after the previous propagation) and decays rapidly due to strain ratcheting, vanishing after some load cycles. On the other hand, in the model with GTN, crack closure maintains a relatively high level, protecting the material since it reduces the effective intensity of the stress state acting at the crack tip. The higher crack closure level on the model with GTN is explained by the higher plastic strains achieved in this version of the model, which stimulates Plastic Induced Crack Closure. Additionally, the inclusion of porosity increases the volume of the deformed material at the crack flanks increasing the contact between them. This indicates that crack closure is to blame for the FCG rate obtained for this ΔK level.

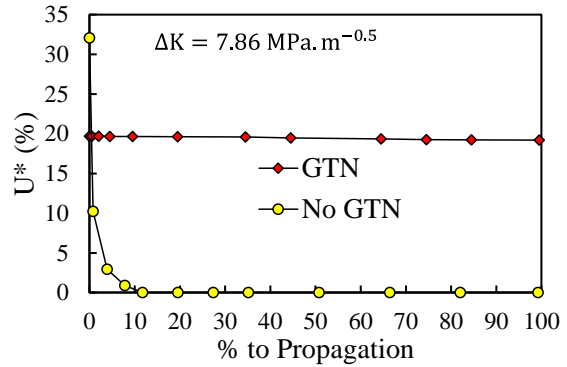


Figure 4. Crack closure evolution, through the load cycles that compose a propagation, for $a_0=11.5$ mm.

The crack closure evolution was also studied for $a_0=16.5$ mm, with the results being presented in Figure 5. Once again crack closure has a peak in the first loading cycle, decaying rapidly in the version without GTN. However, in this case crack closure is always higher in the model with GTN, due to the same reasons discussed above. Besides, it also presents an initial peak, decaying with the accumulation of load cycles but, in this version, it never ceases, keeping a level even higher than the one verified for $\Delta K=7.86$ MPa.m^{0.5}. For some reason, for higher ΔK levels crack closure is not able to fully protect the material, despite its high level. Thus, another mechanism should interfere in FCG for ΔK values above 10.36 MPa.m^{0.5}.

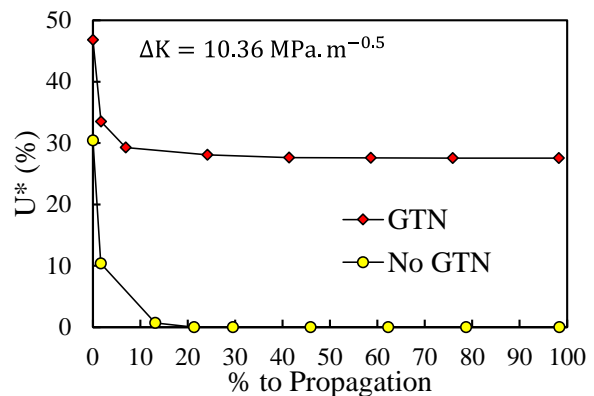


Figure 5. Crack closure evolution, through the load cycles that compose a propagation, for $a_0=16.5$ mm.

The evolution of the porosity during a single propagation is presented in Figure 6 for the of initial crack length. Results show a higher porosity level for the higher initial crack size, as expected, due to the also harsher stress state achieved for $\Delta K=10.36$ MPa.m^{0.5}. Note that there is a discharge of plastic strain after each propagation, as the crack tip moves further to a less plastically deformed zone. However, for $a_0=16.5$ mm, once the crack advances to the following node it finds a more strained zone in comparison with the case $a_0=11.5$ mm. This explains the higher plastic strain and porosity at the first load cycle for $a_0=16.5$ mm. Besides, porosity presents

distinct evolutions for both ΔK levels. Accordingly, for $\Delta K=7.86 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{0.5}$ porosity rises quickly and eventually saturates. On the other hand, for $a_0=16.5 \text{ mm}$ porosity gradually increases throughout all the propagation reaching higher levels. Thus, porous damage may explain the attained da/dN results. Accordingly, the higher porosity, achieved at $a_0=16.5 \text{ mm}$, induces such harsh stress and strain states that counterbalance the protective effect of crack closure, generating higher plastic strain accumulation rates. These results show that stress triaxiality influences and is influenced by porosity, proving that FCG is only explained considering the effect of each mechanism as a whole and not in isolation. Finally, note that porosity presents an oscillating behaviour, which is more relevant for the higher initial crack sizes. This occurs because on the unloading stage, stress state is majorly compressive, causing a collapse of the micro-voids. Due to entropy law, porous damage is of irreversible character, thus, during the loading phase the micro-voids reopen.

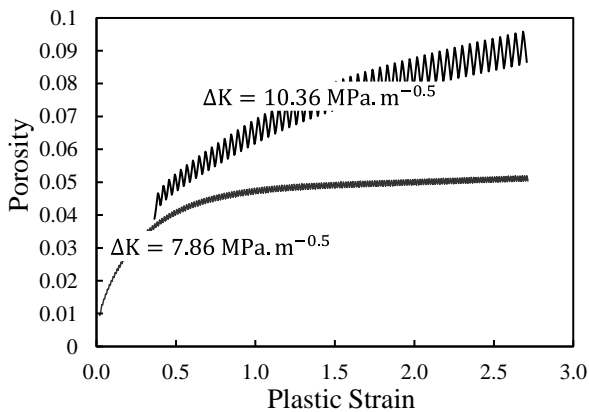


Figure 6. Porosity evolution at the crack tip due to the plastic strain accumulation for the two studied initial crack sizes.

4. CONCLUSION

In this work fatigue crack growth is studied with a node release numerical model considering the cyclic plastic strain at the crack tip to be the fatigue driving force. Porous damage is included through the introduction of the GTN damage model, which allows a much better approximation to the experimental results. The causes of this success were analysed and show to be related with the different mechanisms that act at the crack tip. Indeed, FCG is deeply influenced by the relations between porosity, plastic strain, crack closure and stress state, which controls the stress triaxiality at the crack tip. Moreover, to explain the attained results it is crucial to understand how these mechanisms relate with each other analysing them as a whole and not in isolation.

ACKNOWLEDGEMENTS

This research was funded by Portuguese Foundation for Science and Technology (FCT) under the project with reference PTDC/EME-EME/31657/2017 and by UIDB/00285/2020.

REFERENCES

- [1] Campbell, J., Invisible macrodefects in castings, J. Phys. IV Fr. 03 (1993) C7-861-C7-872.
- [2] H. Masuo, Y. Tanaka, S. Morokoshi, H. Yagura, T. Uchida, Y. Yamamoto, Y. Murakami, Influence of defects, surface roughness and HIP on the fatigue strength of Ti-6Al-4V manufactured by additive manufacturing, Int. J. Fatigue. 117 (2018) 163–179.
- [3] P. Paris, F. Erdogan, A critical analysis of crack propagation laws, J. Basic Eng., Trans. ASME. 85 (1963) 528–533.
- [4] C.T. Sun, Z.-H. Jin, Chapter 7 - Elastic-Plastic Fracture Criteria, in: C.T. Sun, Z.-H.B.T.-F.M. Jin (Eds.), Academic Press, Boston, 2012: pp. 171–187.
- [5] A.P. Kfoury, Limitations On The Use Of The Stress Intensity Factor, K, As A Fracture Parameter In The Fatigue Propagation Of Short Cracks, Fatigue & Fract. Eng. Mater. & Struct. 20 (1997) 1687–1698.
- [6] J. Tong, L.G. Zhao, B. Lin, Ratchetting strain as a driving force for fatigue crack growth, Int. J. Fatigue. 46 (2013) 49–57.
- [7] H.-B. Park, K.-M. Kim, B.-W. Lee, Plastic zone size in fatigue cracking, Int. J. Press. Vessel. Pip. 68 (1996) 279–285.
- [8] B. Ould Chikh, A. Imad, M. Benguediab, Influence of the cyclic plastic zone size on the propagation of the fatigue crack in case of 12NC6 steel, Comput. Mater. Sci. 43 (2008) 1010–1017.
- [9] F. V Antunes, R. Branco, P.A. Prates, L. Borrego, Fatigue crack growth modelling based on CTOD for the 7050-T6 alloy, Fatigue Fract. Eng. Mater. Struct. 40 (2017) 1309–1320.
- [10] F. V Antunes, S. Serrano, R. Branco, P. Prates, Fatigue crack growth in the 2050-T8 aluminium alloy, Int. J. Fatigue. 115 (2018) 79–88.
- [11] F. V Antunes, M.S.C. Ferreira, R. Branco, P. Prates, C. Gardin, C. Sarrazin-Baudoux, Fatigue crack growth versus plastic CTOD in the 304L stainless steel, Eng. Fract. Mech. 214 (2019) 487–503.

- [12] P. Prates, A. Marques, M. Borges, R. Branco, F. V Antunes, Numerical Study on the Variability of Plastic CTOD, *Materials (Basel)*. 13 (2020) 1276.
- [13] M. Borges, D.M. Neto, F. V Antunes, Numerical simulation of fatigue crack growth based on accumulated plastic strain, *Theor. Appl. Fract. Mech.* 108 (2020) 102676.
- [14] F.F. Ferreira, D.M. Neto, J.S. Jesus, P.A. Prates, F. V Antunes, Numerical Prediction of the Fatigue Crack Growth Rate in SLM Ti-6Al-4V Based on Crack Tip Plastic Strain, *Metals (Basel)*. 10 (2020).
- [15] M.F. Borges, D.M. Neto, F. V Antunes, Revisiting Classical Issues of Fatigue Crack Growth Using a Non-Linear Approach., *Mater. (Basel, Switzerland)*. 13 (2020).
- [16] R.S. D.M. Neto, M.F. Borges, F.V. Antunes, Numerical analysis of Super Block 2020 loading sequence, *Eng. Fract. Mech.* (2020).
- [17] D.M. Neto, M.F. Borges, F. V Antunes, J. Jesus, Mechanisms of fatigue crack growth in Ti-6Al-4V alloy subjected to single overloads, *Theor. Appl. Fract. Mech.* 114 (2021) 103024.
- [18] E.R. Sérgio, F. V Antunes, M.F. Borges, D.M. Neto, FCG modelling considering the combined effects of cyclic plastic deformation and growth of micro-voids, *Materials (Basel)*. (2021) 1–18.
- [19] E.R. Sérgio, F. V Antunes, D.M. Neto, M.F. Borges, Study on the Influence of the Gurson–Tvergaard–Needleman Damage Model on the Fatigue Crack Growth Rate, *Metals (Basel)*. 11 (2021).
- [20] L.F. Menezes, C. Teodosiu, Three-dimensional numerical simulation of the deep-drawing process using solid finite elements, *J. Mater. Process. Technol.* 97 (2000) 100–106.
- [21] M.C. Oliveira, J.L. Alves, L.F. Menezes, Algorithms and Strategies for Treatment of Large Deformation Frictional Contact in the Numerical Simulation of Deep Drawing Process, *Arch. Comput. Methods Eng.* 15 (2008) 113–162.
- [22] A.L. Gurson, Continuum Theory of Ductile Rupture by Void Nucleation and Growth: Part I—Yield Criteria and Flow Rules for Porous Ductile Media, *J. Eng. Mater. Technol.* 99 (1977) 2–15.
- [23] V. Tvergaard, Influence of voids on shear band instabilities under plane strain conditions, *Int. J. Fract.* 17 (1981) 389–407.
- [24] J. Brito, Ductile fracture prediction using a coupled damage model, in: 2018.
- [25] L. Malcher, Continuum Modelling and Numerical Simulation of Damage for Ductile Materials, *Fac. Eng. Univ. Do Porto*. (2012).
- [26] C.C. Chu, A. Needleman, Void Nucleation Effects in Biaxially Stretched Sheets, *J. Eng. Mater. Technol.* 102 (1980) 249–256.
- [27] D. Chen, Y. Li, X. Yang, W. Jiang, L. Guan, Efficient parameters identification of a modified GTN model of ductile fracture using machine learning, *Eng. Fract. Mech.* 245 (2021) 107535.
- [28] ASTM E 647-15: Standard test method for measurement of fatigue crack growth rates. Philadelphia: American Society for Testing and Materials (2015) ASTM.
- [29] M. Borges, P. Lopez-Crespo, F. V Antunes, B. Moreno, P. Prates, D. Camas, D.M. Neto, Fatigue crack propagation analysis in 2024-T351 aluminium alloy using nonlinear parameters, *Int. J. Fatigue*. 153 (2021) 106478.
- [30] F. V Antunes, D. Camas, L. Correia, R. Branco, Finite element meshes for optimal modelling of plasticity induced crack closure, *Eng. Fract. Mech.* 142 (2015) 184–200.

FATIGUE DAMAGE ASSESSMENT AND DETECTION IN NOTCHED COMPONENTS BASED ON PHENOMENOLOGICAL MODELS AND OPERATIONAL MODAL ANALYSIS

N. García-Fernández¹, A. Álvarez-Vázquez¹, M. Muñoz-Calvente¹, F. Pelayo¹, M. L. Aenlle¹

¹ Departamento de Construcción e Ingeniería de Fabricación
Escuela Politécnica de Ingeniería de Gijón, Universidad de Oviedo
Campus de Viesques, 33206, Asturias, España
* Persona de contacto: garciafnatalia@uniovi.es

RESUMEN

El cálculo del daño acumulado por fatiga en estructuras en servicio, como herramienta para la predicción del fallo en componentes estructurales, así como del cálculo de la vida remanente, constituye uno de los retos en el análisis de la integridad estructural. Otro enfoque del problema consiste en utilizar técnicas de detección de daño basadas en Análisis Modal Operacional (OMA), mediante la comparación de los parámetros modales (frecuencias naturales, modos de vibración, etc.) correspondientes a dos estados diferentes de la estructura (dañado y no dañado). Ambos métodos son dos enfoques alternativos para la detección y predicción del fallo de estructuras en servicio. Sin embargo, no es sencillo establecer una relación directa entre el daño acumulado por fatiga, la posición del daño y la variación correspondiente de cada uno de los parámetros modales de la estructura. En este trabajo se han realizado ensayos de fatiga en una viga de acero S275, con sección cuadrada de 25mm de lado, en la que se han mecanizado distintos concentradores de tensiones. A partir de los resultados de los ensayos se ha realizado un ajuste del campo S-N y se han determinado las curvas de probabilidad de fallo. Por otro lado, se han aplicado técnicas de detección de daño utilizando las frecuencias naturales estimadas mediante análisis modal operacional. Finalmente, se han determinado las probabilidades de fallo por fatiga asociadas a cambios de frecuencias naturales del 2%, 3% y 5%, para los tres primeros modos de vibración de la viga.

PALABRAS CLAVE: Fatiga; Predicción de daño; Análisis Modal Operacional; Modelos analíticos; Acero S275.

ABSTRACT

The calculation of accumulated fatigue damage and the remaining fatigue life of in-service-structures, as tools for the prediction of failure, being nowadays one of the main challenges in structural integrity analysis. Alternatively, Operational Modal Analysis (OMA) can be used to detect damage comparing the modal parameters (e.g., natural frequencies, mode shapes, etc.) corresponding to both damaged and undamaged states of the structural component. Both approaches are, indeed, two different techniques to predict and detect the fatigue failure of structures in service. Nevertheless, the derivation of relations between the accumulated fatigue damage and the corresponding changes in the modal parameters of the structural component is not straightforward. In this work, an experimental fatigue campaign has been performed on a S275 steel beam, with square section of 25 mm, involving different kind of stress concentrators. On the one hand, the analytical definition of the S-N curves has been derived based on a probabilistic approach. On the other hand, damage detection techniques have been applied based on changes in the natural frequencies estimated with operational modal analysis. As a result, the probabilities of fatigue failure corresponding to a reduction in the natural frequencies of 2 %, 3 % and 5 % are obtained for the first three vibration modes.

KEYWORDS: Fatigue; Damage Prediction; Operational Modal Analysis; Analytical Models; Steel 275.

INTRODUCCIÓN

El fenómeno de daño por fatiga representa una de las causas más comunes de fallo en estructuras y componentes industriales, habiéndose dedicado innumerables esfuerzos en su estudio y análisis durante los últimos dos siglos. Cuando un componente metálico se somete a una carga cíclica, el fallo por fatiga consiste

en la nucleación de una o varias grietas que se propagan hasta que se produce la rotura final [1-3].

Dentro de los distintos enfoques para prevenir el fallo por fatiga de estructuras en servicio, destacan dos de ellas por su interés práctico:

1. Estimación de la acumulación de daño por fatiga. El desarrollo de campañas

experimentales a fatiga con probetas estandarizadas (CT, *dogbone*, *open-hole*, etc.) sometidas a cargas dinámicas de amplitud constante permite determinar el denominado campo S-N (o alternativamente el campo ϵ -N), que son definidos analíticamente con modelos deterministas (lineal, bi-lineal, etc.) o probabilistas (Pascual and Meeker [4], Castillo-Canteli [5], etc.). Las tensiones en cada punto de la estructura, junto con el campo S-N, permiten estimar el daño acumulado por fatiga utilizando un determinado criterio de fallo (regla de Miner [6], modelos probabilísticos, etc.), así como la vida remanente a fatiga.

2. Monitorización y detección de daño mediante análisis modal operacional (OMA). La monitorización de la salud estructural (*Structural Health Monitoring - SHM*) basada en análisis modal consiste en comparar los parámetros modales (frecuencias naturales, modos de vibración, índices de amortiguamiento, curvaturas de los modos, etc.) para detectar, localizar y cuantificar el daño estructural [7,8]. Los parámetros modales obtenidos en el estado sano, o estado de referencia, se comparan con los estimados a partir de mediciones experimentales posteriores.

Ambos enfoques han sido tradicionalmente abordados de forma independiente entre sí, por lo que el número de estudios que realicen análisis comparativos entre ambas metodologías es muy escaso. Además, en el caso de la monitorización basada en análisis modal, la evolución de los parámetros modales ha sido fundamentalmente tratada desde un punto de vista determinista, si bien el interés práctico se sitúa en la definición de probabilidades de fallo que suministren información fiable para el mantenimiento y vigilancia de estructuras en servicio.

Por este motivo, el objetivo de este trabajo es presentar un estudio experimental en el que se estime en tiempo real la evolución del daño a fatiga mediante modelos probabilísticos y se relacione con la variación de los parámetros modales. En este trabajo se han utilizado las variaciones de las frecuencias naturales correspondientes a los tres primeros modos.

La organización del artículo se estructura de la siguiente forma. En primer lugar, se realiza una breve descripción del caso de estudio, indicando la geometría, el material y las condiciones de ensayo empleadas. En segundo lugar, se explican ambas metodologías propuestas para la estimación y detección del daño por fatiga. Finalmente, se realiza un análisis comparativo entre los resultados proporcionados por las dos metodologías y se calculan las probabilidades de fallo asociadas a la caída de las frecuencias naturales de vibración en los tres primeros modos.

CASO DE ESTUDIO

En este trabajo se va a analizar una barra de acero de construcción S275, en el estado suministrado por el fabricante (sin mecanizado), con la intención de reproducir el material en bruto que va a ser utilizado en aplicaciones reales. A esta barra se le mecanizan tres concentradores de tensión distintos, de acuerdo con las dimensiones y detalles geométricos indicados en la Figura 1. Esta probeta es sometida a un ensayo de fatiga convencional de tracción en una máquina AMSLER Walter + Bai, con célula de carga de 500 kN, y con un ciclo de carga $R = 0.1$, tal como se puede ver en la Figura 2.

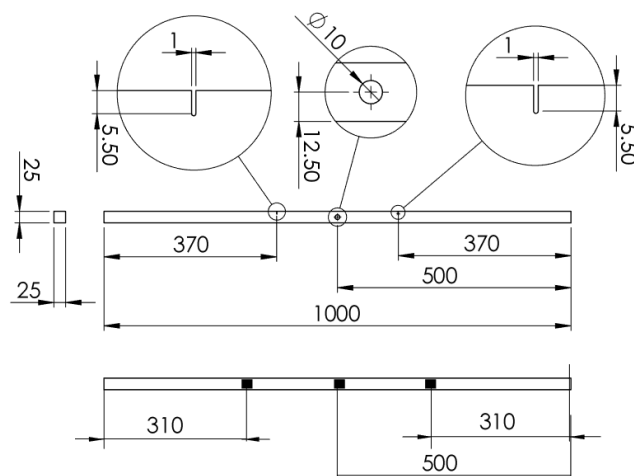


Figura 1. Dimensiones (unidades en mm) de la probeta a utilizar en el estudio, con vistas de detalle en los concentradores de tensión y de los acelerómetros.



Figura 2. Setup experimental para el ensayo de fatiga con acelerómetros.

Durante el ensayo se realiza el análisis modal operacional (OMA) de la probeta de forma periódica con el objetivo de conocer los parámetros modales de la estructura en distintos instantes de tiempo. Para ello se utilizan tres acelerómetros uniaxiales de la marca Brüel & Kjaer del tipo 4508 B, con sensibilidades de 100 mV/g, distribuidos equiespaciadamente en el espacio de la

probeta libre entre las mordazas, tal como se indica en la Figura 1. El equipo de adquisición utilizado es el cDAQ-9174 de National Instruments y una frecuencia de muestreo utilizada de 3200 Hz. Durante las mediciones se golpea la probeta con impactos continuos, de forma aleatoria en tiempo y en espacio, en la dirección de medición de los acelerómetros. La duración de las mediciones es aproximadamente de 3 minutos.

ESTIMACION DE DAÑO POR FATIGA

Como paso previo a la estimación del daño por fatiga se debe de definir el campo S-N a partir de la campaña experimental. En este trabajo se propone el modelo probabilístico de Castillo – Canteli [5] para su definición, según el cual la probabilidad de fallo por fatiga viene dada por la siguiente expresión:

$$p = 1 - \exp \left[- \left(\frac{(\log N - B)(\log \Delta \sigma - C) - \lambda}{\delta} \right)^\beta \right],$$

$(\log N - B)(\log \Delta \sigma - C) > \lambda;$

(1)

donde δ , β y λ son los parámetros de localización, forma y escala, respectivamente, de la distribución de Weibull, tal que $\delta, \beta > 0$, y siendo B y C las asíntotas vertical y horizontal del modelo, respectivamente; es decir, B representa el valor límite por debajo del cual no se producirían fallos a fatiga y C se corresponde con el límite de endurencia.

A partir de los resultados experimentales obtenidos a fatiga, incluidos en la Tabla 1, y mediante el uso del software ProFatigue [9], se obtiene la siguiente definición analítica del campo S-N:

$$p = 1 - \exp \left[- \left(\frac{(\log N - 5.07)(\log \Delta \sigma - 5.65) - 0.56}{1.21} \right)^{6.01} \right],$$

(2)

cuya representación gráfica del ajuste y de los resultados experimentales se muestra en la Figura 3, para tres curvas percentiles de iso-probabilidad de fallo de valores $p = \{0.05, 0.5, 0.95\}$.

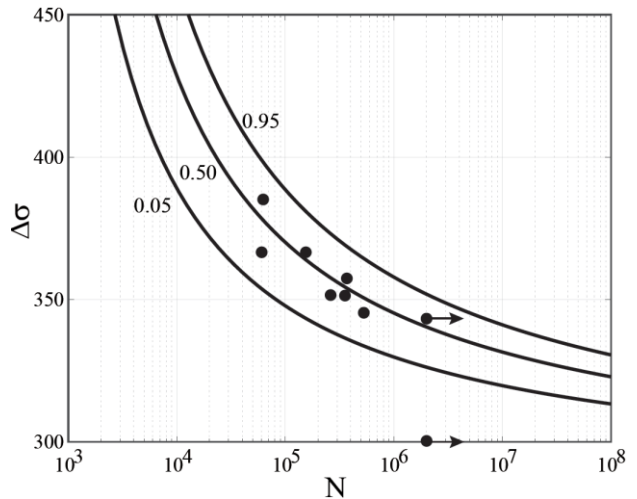


Figura 3. Resultados experimentales de fatiga para acero S275 y las curvas percentiles de probabilidad de fallo (0.05 – 0.95) de acuerdo al modelo de Castillo-Canteli.

Tabla 1. Resultados experimentales de fatiga (R = 0.1).

ID	$\Delta\sigma_{FEM}$ [MPa]	N [Ciclos]
1	385.110	62450
2	300.330	2×10^6 (Runout)
3	366.570	60450
4	343.260	2×10^6 (Runout)
5	366.570	154430
6	357.390	368610
7	351.360	354380
8	345.330	527950
9	351.540	261220

En este sentido, cabe señalar que para la estimación de las tensiones producidas en la probeta en cada uno de los ensayos a fatiga se ha desarrollado un modelo de elementos finitos (FEM) en Abaqus/CAE [10] (Fig. 4) que incluya el comportamiento elasto-plástico del acero S275, obtenido en un ensayo de caracterización mecánica a tracción monótonico de acuerdo a la norma ASTM E8/E8M-9 para materiales metálicos [11], cuyos resultados se ilustran en la Figura 5.

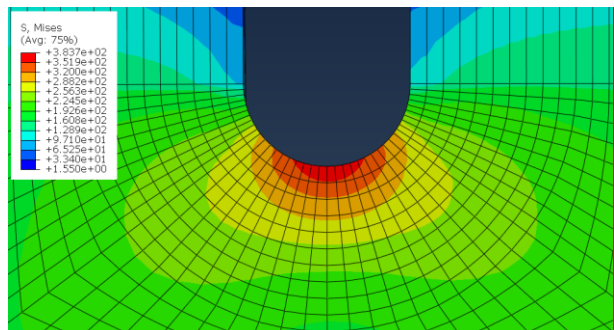


Figura 4. Modelo FEM en Abaqus/CAE de una de las entallas en U.

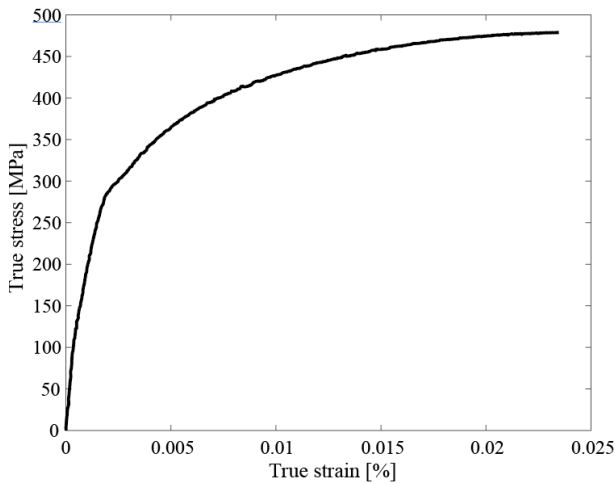


Figura 5. Resultados experimentales tensión verdadera vs. deformación verdadera para ensayo de tracción monotónico.

EVOLUCIÓN DE LOS PARÁMETROS MODALES

A partir de las aceleraciones medidas durante los ensayos se estiman las frecuencias naturales de los 3 primeros modos. Para ello se utiliza el software Artemis Modal y en concreto la técnica de descomposición en el dominio de la frecuencia (EFDD).

Para cada probeta (se realizaron mediciones para las probetas 2,3,4,5 y 6) se calcula la variación de cada una de las tres frecuencias naturales en los instantes medidos mediante la ecuación:

$$\|\Delta f_n^i\| = \left\| \frac{f_n^i - f_{n,0}^i}{f_{n,0}^i} \right\| \times 100, \quad (i = 1, 2, 3) \quad (3)$$

donde $f_{n,0}^i$ representa la frecuencia natural de vibración del modo i -ésimo para el instante inicial ($N = 0$).

En la Figura 6 se puede ver la evolución de las frecuencias naturales de vibración con los ciclos de fatiga para cada uno de los tres primeros modos, indicándose el nivel de carga correspondiente en cada una de las cinco probetas ensayadas ($\Delta\sigma_i$, donde el subíndice i se corresponde con la ID de cada probeta en la Tabla 1).

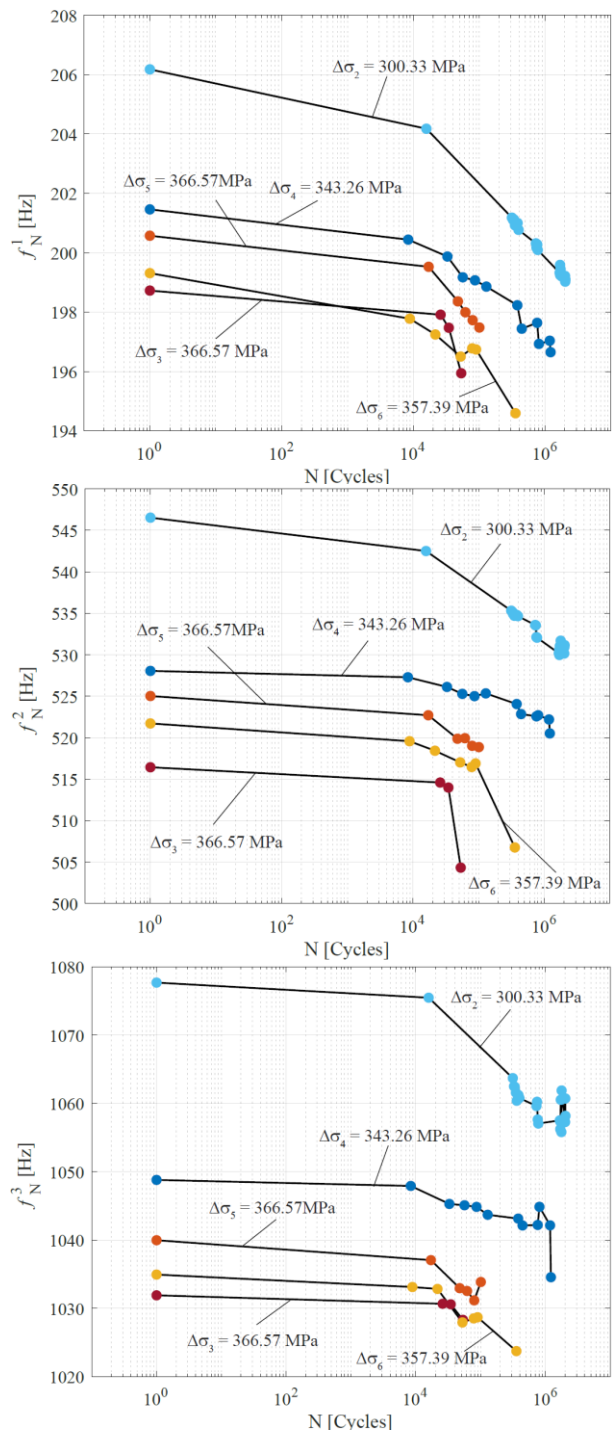


Figura 6. Evolución de las frecuencias naturales de vibración de los tres primeros modos de vibración (modo 1: superior, modo 2: intermedia, modo 3: inferior) de la probeta para distintos niveles de carga.

COMPARATIVA ENTRE LA ESTIMACIÓN DE DAÑO POR FATIGA Y LA EVOLUCIÓN DE LOS PARÁMETROS MODALES

En la Figura 7 se pueden ver las funciones de distribución (cdf) obtenidas para la variable N (número de ciclos), obtenidas directamente a partir de la Ec. (2), evaluando la expresión para cada uno de los niveles de carga ($\Delta\sigma$)

ensayados. Sobre estas curvas se han situado los puntos de fallo de las probetas analizadas, así como los instantes en los cuales se realiza análisis modal operacional. Mediante el código de colores descrito en la barra vertical se pretende ilustrar la evolución de la probabilidad de fallo de la probeta con el decremento de la frecuencia natural $\|\Delta f_n^i\|$, de acuerdo a la Ec. (3).

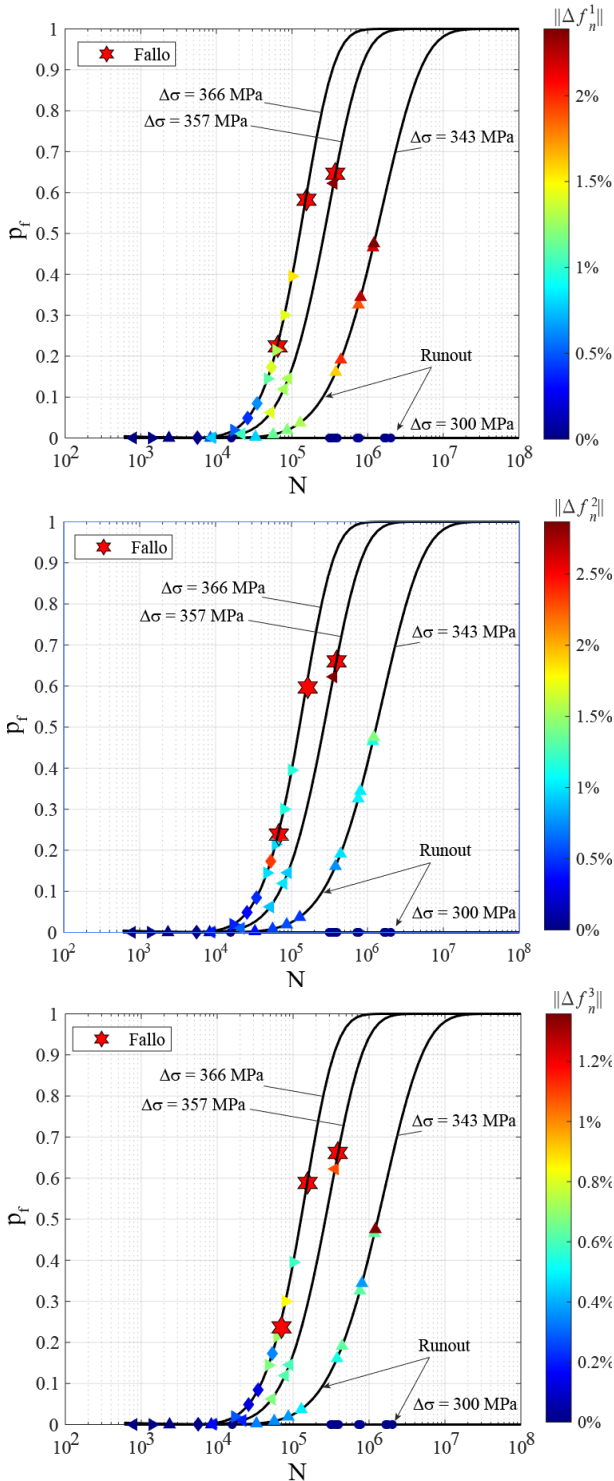


Figura 7. Funciones de distribución (Ec. (2)) y decremento de la frecuencia para el modo 1 (superior), modo 2 (intermedia) y modo 3 (inferior).

Con el fin de facilitar la interpretación de los resultados se representa gráficamente la caída en frecuencia frente a la probabilidad de fallo en los instantes en los cuales se realizó el OMA (Figura 8). Dichos puntos se ajustaron utilizando curvas potenciales y se extrapolaron hasta los puntos de rotura (o hasta el punto de finalización del ensayo en el caso de los runout).

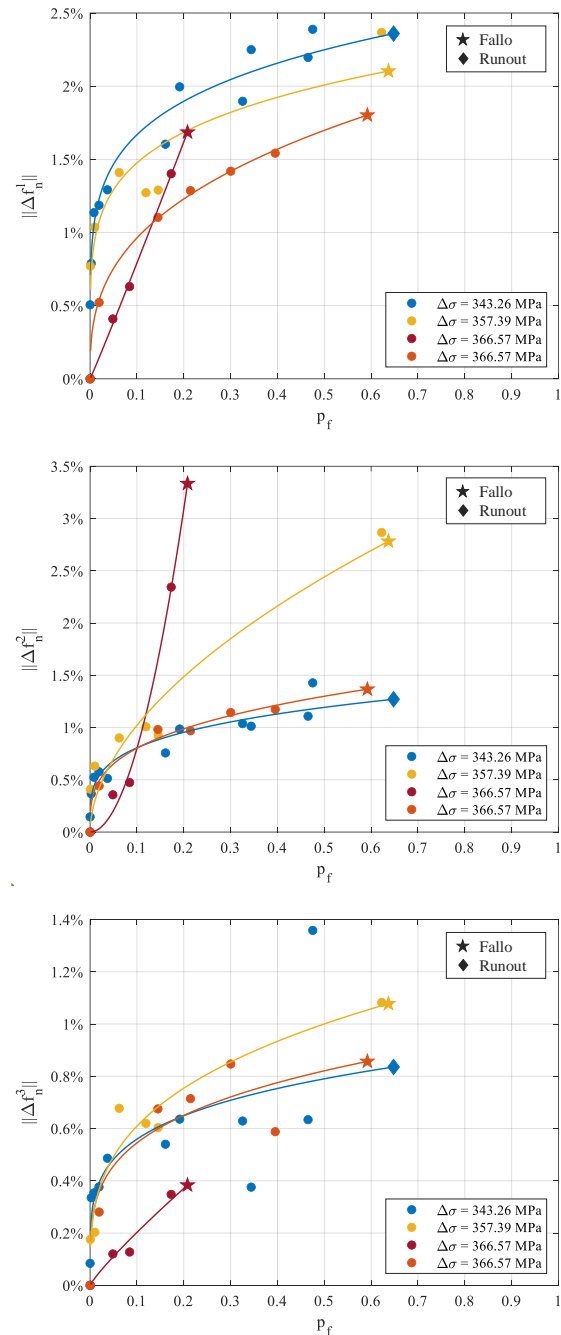


Figura 8. $\|\Delta f_n^i\|$ frente probabilidad de fallo.

Para el modo 1, se puede observar que una caída en la frecuencia natural del 2% representa una probabilidad de fallo entre el 26.6% y el 50.0%. Dichas caídas solo se alcanzaron en dos de los cuatro ensayos estudiados.

En el caso del modo 2 caídas de frecuencia del 2.5% suponen, para lo ensayos realizados, probabilidades de fallo entre el 18.0% y el 52.3%, mientras que una caída del 2% se corresponde con probabilidades de fallo del 16.0% al 34.9%. En uno de los ensayos realizados se alcanza una caída del 3% lo que supone una probabilidad de fallo del 19.7%.

Para el modo 3, solo se alcanza una caída de frecuencia del 1% para uno de los ensayos y supone una probabilidad de fallo del 50.2%. En este tipo de probetas, y en los ensayos realizados, las variaciones observadas en la frecuencia natural del modo 3 son más pequeñas que en el resto de los modos. Esto se debe a que la localización del daño, es decir, de las entallas, se sitúa próxima a los puntos donde la deformada del modo 3 es cero.

No se registran caídas en las frecuencias naturales iguales o superiores al 5% en ninguno de los ensayos.

CONCLUSIONES

Las principales conclusiones que se pueden extraer de este trabajo son:

- Se han realizado ensayos de fatiga en barras de acero y se ha medido la variación de las frecuencias naturales durante los mismos.
- Se han ajustado los resultados de fatiga mediante un modelo probabilístico del campo S-N.
- Se ha observado que el modo 3 es poco sensible al daño que se produce en las entallas debido a que su posición está cercana a los nodos del modo.
- En los casos estudiados cambios en la frecuencia del 1% llevan asociadas probabilidades de fallo entre el 0.6% y el 12.6% para el modo 1, entre el 9.7% y el 24.2% para el modo 2 y del 50.1% para el modo 3.
- Para los ensayos con cambios en las frecuencias del 2% las probabilidades de fallo se sitúan en entre el 26.6% y el 48.9% para el modo 1 y entre el 16.1% y el 24.2% para el modo 2.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecer al Ministerio de Ciencia e Innovación el apoyo económico para el proyecto “Monitorización y cálculo a fatiga en tiempo real de estructuras civiles e industriales” (MCI-20-PID2019-105593GB-I00/AEI/10.13039/501100011033).

REFERENCIAS

[1] Suresh, S. *Fatigue of Materials*. Cambridge University Press, 2ª edición, 1998.

- [2] Bolotin, V. V. *Mechanics of Fatigue*. CRC Press, Mechanical Engineering Series, Boca Raton, 1999.
- [3] Schijve, J. *Fatigue of Structures and Materials*. Springer, 2009.
- [4] Pascual, F. G.; Meeker, W., Q. Estimating fatigue curves with the random fatigue-limit model. *Technometrics*, 3:191–201, 1999.
- [5] Castillo, E.; Fernández-Canteli, A. *A Unified Statistical Methodology for Modelling Fatigue Damage*. Springer, 2009.
- [6] Miner, M. A. Cumulative damage in fatigue. *J. Appl. Mech.*, 12:A159–A164, 1945.
- [7] E. P. Carden and P. Fanning, “Vibration based condition monitoring: A review,” *Structural Health Monitoring*, 2004, doi: 10.1177/1475921704047500.
- [8] A. Rytter and P. H. P. Kirkegaard, “Vibration based inspection of civil engineering structures,” Aalborg University, 1994.
- [9] Fernández-Canteli, A.; Przybilla, C.; Nogal, M.; López-Aenlle, M.; Castillo, E. ProFatigue: a software program for probabilistic assessment of experimental fatigue data sets. *Procedia Engineering*, 74: 236 – 241, 2014.
- [10] Abaqus User’s Manual, Dassault Systemes Simulia Corp., Providence, Rhode Island, USA, 2020.
- [11] ASTM E8/E8M-09. Standard test methods for tension testing of metallic materials. ASTM International, West Conshohocken, PA, 2009.

COMBINATION OF MICROSCALE HOLE-DRILLING AND DIGITAL IMAGE CORRELATION FOR LOCAL MEASUREMENT OF RESIDUAL STRESSES IN METALLIC SAMPLES

A. Dorronsoro^{1,2}, J.R. Páez^{1,2}, J. Navarrete^{1,2}, A. Pan^{1,2}, E. Castaño^{1,2}, J.M. Sánchez^{1,2}, J.M. Martínez-Esnaola^{1,2}, J. Alkorta^{1,2}

¹ CEIT-BRTA, Paseo Manuel Lardizabal 15, 20018, Donostia.

² Universidad de Navarra, Tecnun, Paseo Manuel Lardizabal 13, 20018, Donostia

* Persona de contacto: adlarbide@ceit.es

RESUMEN

La distribución de tensiones residuales puede tener una gran influencia en el comportamiento de los materiales ante fatiga o fractura. En este artículo, describimos un método para medir tensiones residuales de manera local, basado en correlación digital de imágenes (DIC). Para ello, se utilizan imágenes obtenidas en un microscopio electrónico de barrido (SEM), antes y después de mecanizar una hendidura con un haz de iones focalizado (FIB). En este trabajo utilizamos un algoritmo de DIC basado en el análisis de Fourier que puede llegar a resoluciones subpíxel. Los desplazamientos medidos mediante DIC se combinan con simulaciones de elementos finitos para calcular las tensiones liberadas en el mecanizado de la hendidura. En este trabajo se han medido tensiones residuales en una muestra de metal duro sometida a diferentes tratamientos superficiales con láser, y se han comparado satisfactoriamente con los valores obtenidos mediante difracción de rayos X.

PALABRAS CLAVE: correlación digital de imágenes, micromecanizado, tensiones residuales, elementos finitos

ABSTRACT

In many practical situations, the distribution of residual stresses can have a paramount influence on the fatigue and fracture response of materials. In this paper, we describe a method for the local measurement of residual stresses. It consists of Digital Image Correlation (DIC) of Scanning Electron Microscope (SEM) images of a surface, before and after milling a slit using a Focused Ion Beam (FIB). The DIC algorithm used in this work is based on Fourier analysis, which can reach sub-pixel resolution. In order to calculate the internal stresses released during the milling process, the displacements detected with the DIC algorithm are fitted to Finite Element Method (FEM) simulations. Residual stresses measured by this method on a hard metal sample subjected to different laser surface treatments are successfully compared with X-ray diffraction measurements.

KEYWORDS: Digital Image Correlation (DIC), microscale milling, residual stresses, Finite Element Method (FEM)

INTRODUCTION

Residual stresses can play a determinant role on the mechanical performance of engineering components. They arise from local differences in, for example, thermal expansion coefficient, stiffness or yield stress between the different phases present in the material. The presence of these stresses can cause crack initiation or damage accumulation, which will often have a detrimental effect on the performance of the system. On the other hand, an appropriate introduction of these stresses can improve some properties, such as fatigue resistance (compressive residual stresses can cause crack closure or retardation of fatigue crack propagation) or extension of the working validity range. Examples of this are shot-peening of metallic components or pre-stressed concrete, which can stand some tensile stress thanks to deliberately originated compressive internal stresses.

Due to the relevance of residual stresses, various measurement methods exist, valid for different length scales [1]. For macro-scale stresses, hole-drilling or crack compliance methods are widely used. They rely on monitoring distortions on the sample caused by stress relaxation via digital image correlation (DIC) methods, while or after mechanically removing part of the material. These measurements are destructive (or at least somewhat damaging). Diffraction methods are non-destructive, and they enable the measurement of stresses in smaller scales. They detect changes in lattice parameters by obtaining diffraction patterns. Depending on the probe (X-rays of different energies, neutrons), the spatial resolution and accuracy can vary considerably.

In this work, conventional (not synchrotron-generated) X-ray diffraction methods have been used to calculate the residual stresses of a hard metal. The measurement area is of the order of 1 mm² or larger, the probed depth of the order of 10 μm, and the stress accuracy of the order of 50 MPa.

Hole-drilling approaches have been adapted to micro-scale measurements. The fundamental concept is the same, but the required equipment needs to be suited for smaller scale measurements: instead of conventional cameras, scanning electron microscopes (SEMs) are used, and the machining is carried out using a focused ion beam (FIB). The SEM images are then analysed using a digital image correlation (DIC) algorithm. These techniques are called FIB-DIC [2]. In this paper, an alternative to the standard DIC method is introduced, namely Fourier-based DIC. DIC algorithms measure displacements in the image, so simulations using the finite element method (FEM) have been performed to obtain a residual stress value from the displacement measurements.

The structure of the paper is as follows. First, a general overview of DIC algorithms will be given, focusing mainly on the difference between conventional DIC methods and the one proposed in this paper. To complete the description of the measurement method, the necessary FEM simulations will be explained. Lastly, in order to evaluate the performance of the proposed technique, the residual stresses measured on a hard metal will be compared to X-ray diffraction results.

FOURIER-BASED DIC

The key difference between the DIC approach in this paper and the standard correlation method is the use of Fourier analysis. Feature-based correlation methods obtain displacement values by calculating the correlation between the two images for different shifts in position, and find the maximum overlap. For images with multiple features (different objects, lighting patterns, etc.) this method works correctly, because the more features that need to be matched, the more obvious the point of maximum correlation will be. On the other hand, pictures that do not have many easily recognisable areas will be harder to adjust using this approach. Additionally, if the features in the image present certain periodicity, finding an exact match becomes increasingly difficult.

In order to solve these two potential problems, a coating layer can be applied to the surface. This coating layer should form a randomly distributed arrangement of features (dots of different sizes) that offer high contrast. An example of a gold nanoparticle speckle pattern for SEM imaging is given in [3]. The size of the applied pattern limits the resolution capability of the algorithm. Furthermore, the stiffness of the coating itself can have an influence on the measurement.

SEM images of a surface are subject to these imaging problems, since many microstructural features (such as grain boundaries, precipitates) can be periodic, homogeneous in size or just not frequent enough to guarantee good correlation measurement.

Fourier-based digital image correlation [4] relies on a completely different approach to find the relative displacement between images. If $I_1(x, y)$ and $I_2(x, y)$ represent the pixel intensity values for two images that are identical with the exception of a coordinate shift, so that $I_2(x, y) = I_1(x - x_0, y - y_0)$, the relation between their Fourier transforms is the following:

$$F_2(\xi, \eta) = e^{-i(\xi x_0 + \eta y_0)} F_1(\xi, \eta) \quad (1)$$

Which is known as the Fourier shift theorem. From equation (1), the relation presented in equation (2) is trivial to obtain:

$$\frac{F_1(\xi, \eta) F_2^*(\xi, \eta)}{|F_1(\xi, \eta) F_2(\xi, \eta)|} = e^{i(\xi x_0 + \eta y_0)} \quad (2)$$

The inverse Fourier transform of the expression in equation (2) is a Dirac's delta $\delta(x - x_0, y - y_0)$. This distribution has a value of 0 at every point except at its origin, (x_0, y_0) , where it is infinitely intense. Real images are finite and contain a certain degree of noise, so a finite peak is expected at the position corresponding to the displacement.

A Fourier-based DIC algorithm can therefore be carried out by performing these operations: Fourier transform of both images, the product and division operations described in equation (2), calculating its inverse Fourier transform and finding the peak of the resulting distribution. Other exploration-based algorithms repeat their calculations with various shift values in order to find the maximum correlation, which might require more operations for larger displacements. With this approach, the computational steps are independent of the magnitude of the displacement.

The algorithm used in this paper also uses an edge enhancer operation: pixel intensity gradients are calculated in the vertical and horizontal directions and saved as the real and imaginary part of a G complex image, as follows:

$$G(x, y) = \nabla_x I(x, y) + i \nabla_y I(x, y) \quad (3)$$

Instead of the pixel intensities of the image, the correlation between $G_1(x, y)$ and $G_2(x, y)$ is calculated, as explained in [5].

An example of the vertical gradient of a reference image is shown in figures 1 and 2.



Figure 1: 'Retina' image from scikit-image's library.

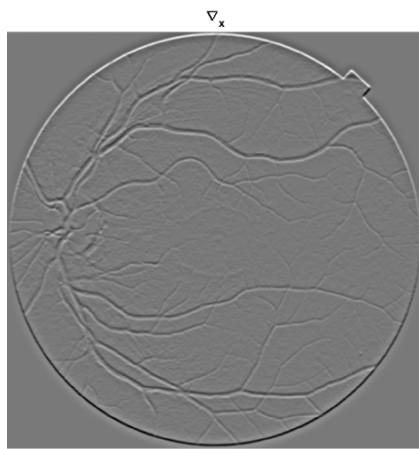


Figure 2: Vertical gradient of figure 1.

By storing both gradient maps as the real and imaginary part of the image, more detailed edge information is available to perform the correlation calculation. Since gradient operations are sensitive to image noise, a pre-processing step is taken to reduce the noise.

FEM SIMULATIONS

FEM simulations have been carried out, that reproduce the deformations within a system with internal stresses after a milling process. The software employed is ABAQUS, a commercial FEM-based simulation tool developed by Dassault Systèmes.

A slit with triangular cross-section has been introduced in an otherwise perfect cubic system. The slit's longest direction was 100 times smaller than the side of the cube, to ensure that the boundaries would not affect the evolution near the slit.

The aspect ratios of the triangular slit with length l , width w and depth d were $l/w = 50$ and $l/d = 10$.

An initial state of homogeneous biaxial compressive stress was imposed on the system, and it was allowed to relax. The material was purely linear elastic. This linear elastic nature of the unloading is expected to hold for various materials, not only hard metals.

Figure 3 shows the displacement map in the direction perpendicular to the slit. These values were extracted, and were used to estimate the magnitude of the residual stresses by performing a fitting with the displacements measured with the DIC algorithm. The value of the material's Young's modulus is required to do this fitting.

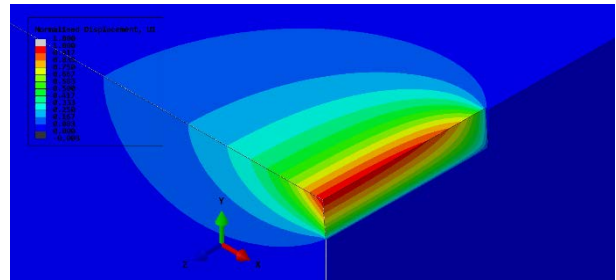


Figure 3: FEM-simulated displacement profile for a purely elastic system with compressive residual stresses. Displacement are shown in the direction perpendicular to the slit, where the unloading is maximum.

VERIFICATION

Hard metal sample

X-ray diffraction measurements were performed on a hard metal sample (90% WC in weight, 10% Co in weight), with an estimated Young's modulus of $E = 584$ GPa.

Two 3mm×3mm regions have been modified by etching a laser-induced periodic surface structure (LIPSS) on them. One of the patterns has been done using a more energetic laser beam than the other (2 W, as opposed to 1 W), but with a shorter pulses. In total, the accumulated energy of both patterning routines was equivalent. The LIPSS treatment caused internal stresses to relax. Therefore, three different measurements of residual stresses were available for comparison.

FIB calibration

The geometry of the slit is crucial for the displacement fitting procedure to yield good results. The FIB system allows the selection of the milling shape (length, width and depth), but the depth measurement does not take the material at hand into account. The target geometry was $50\mu\text{m} \times 1\mu\text{m} \times 5\mu\text{m}$, the same aspect ratios as the FEM simulation.

A first analysis of the milling depth was performed, with the aim of matching the geometries as closely as possible.

For two different ion beam currents (3 nA and 7 nA), various slits were milled by maintaining the same surface shape (50 $\mu\text{m} \times 1 \mu\text{m}$ rectangle) and varying the milling time from 2 to 32 minutes, in powers of 2. Afterwards, the depths were measured in situ, by machining a cross section of all the slits, as can be seen in figure 4.

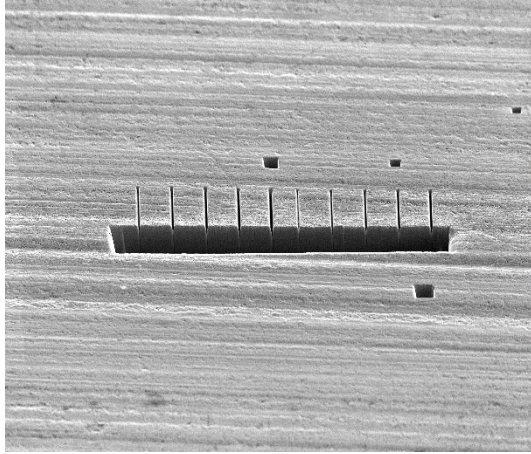


Figure 4: Milled slits for depth calibration. Additional square slits were milled at the beginning of each batch, to ensure stability of the FIB system.

In figure 5, measured depth values are shown. A milling current of 3 nA was chosen for the FIB-DIC slits, and a milling time of 3 minutes and 40 seconds.

Milling Depth Study

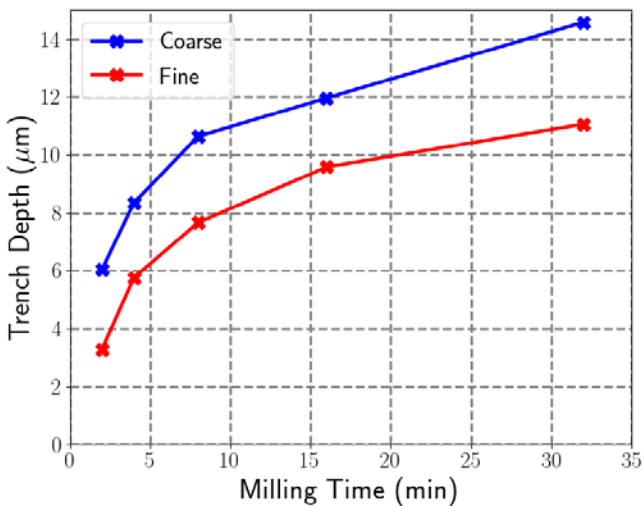


Figure 5: Measured slit depths for 7 nA (coarse) and 3 nA (fine) milling currents, compared with the FIB system's estimated depth value.

Slit milling and SEM images

50 $\mu\text{m} \times 1 \mu\text{m} \times 5 \mu\text{m}$ slits were milled in three regions (not patterned, and the two different LIPSS-etched areas), using a milling current of 3 nA.

The DIC algorithm requires images of the same area, before and after milling. The milling process is performed with a tilted sample stage (52° in our equipment), and it requires some stage movement to focus the beam before the process. Consequently, the position of the stage has to be adjusted to match the same area. Since manually fitting the exact same area is virtually impossible, the DIC algorithm performs an adjusting step to get a finer match of the images.

Figures 6 (before milling) and 7 (with the slit) show two examples of the SEM images captured for this work. The displacement map calculated by the DIC algorithm is also included in figure 7, as a shade where red represents downward displacement and blue means upward displacement.

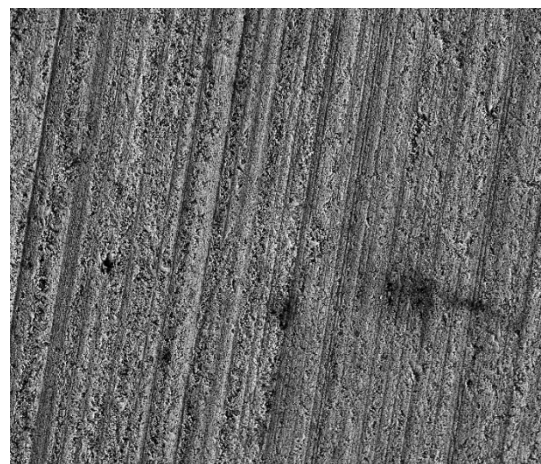


Figure 6: SEM image of the surface before milling, in a region without LIPSS patterns.



Figure 7: SEM image of the region in figure 6, after milling. The shading represents the intensity of the displacements detected by the FIB algorithm.

Figure 8 shows a SEM image of the area patterned with the more powerful laser pulses (2 W), also combined with the displacement map. The LIPSS pattern is quite noticeable, and it introduces considerable noise in the displacement map.

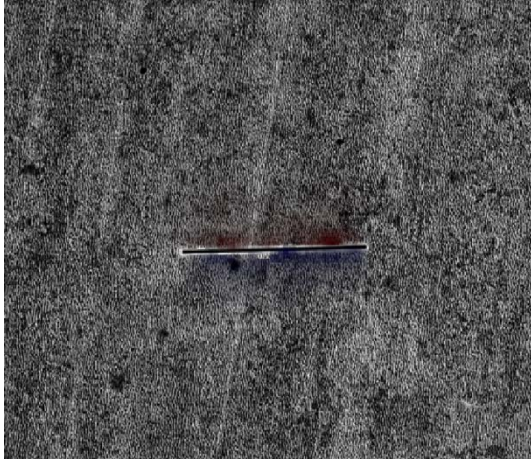


Figure 8: SEM image of the LIPSS patterned area with laser pulses of 2 W, after milling. The displacement map is also shown.

SEM images had a resolution of 4096×3773 pixels, and a horizontal field width (HFW) of 149 μm, so every pixel represented an area of approximately 36×36 nm².

After the global image adjusting step that corrected the possible mismatch caused by the stage movement in between captures, the image was sliced in multiple smaller regions, called regions of interest (ROI). These ROIs were 64×64 square pixels.

The shift of each region was then calculated using the DIC algorithm, to construct a displacement map (see figures 7 and 8). These displacement maps can be influenced by sample drift, caused by build-up of electrical charge during the imaging. This factor can be reduced by choosing faster scan times (which increases noise) and averaging many images (to make up of the introduced noise), but it unfortunately can not be completely avoided. In the DIC algorithm, the influence of sample drift is estimated and corrected.

RESULTS AND DISCUSSION

In the following figures (9, 10 and 11), the fitting of FEM deformation profiles to the DIC-calculated values is shown. The finesse of the technique is noticeable: the maximum detected displacements were of about 40 nm, while the length of each pixel is of the order of 36 nm. The deformations quickly decay, almost completely vanishing at distances of about 40 μm from the surface of the slit.

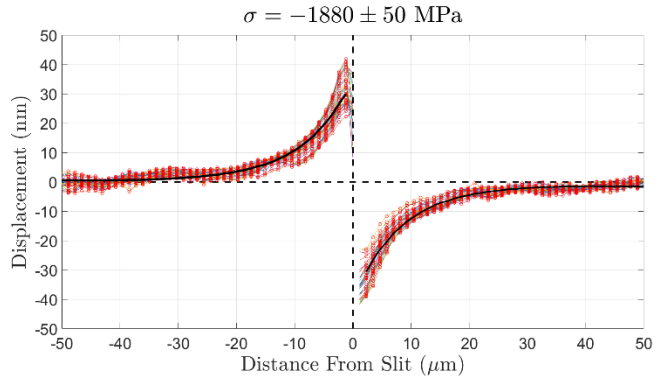


Figure 9: Fitting of DIC-measured displacements to FEM data, for the untreated region of the sample.

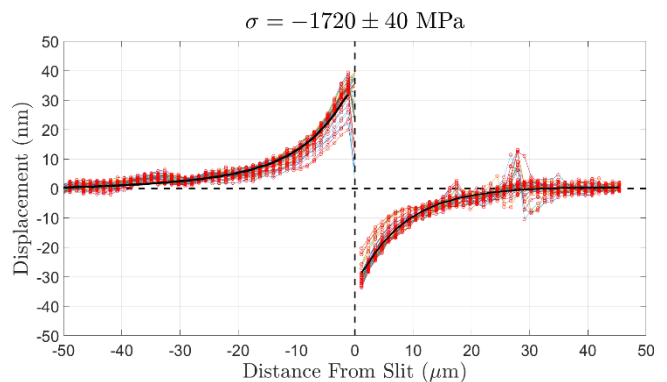


Figure 10: Fitting of DIC-measured displacements to FEM data, for the region patterned using 1 W pulses.

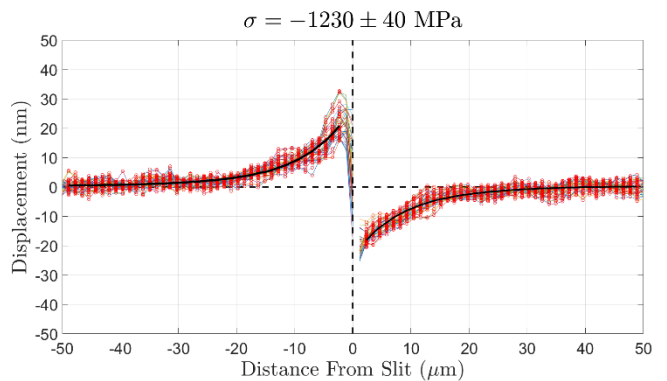


Figure 11: Fitting of DIC-measured displacements to FEM data, for the region patterned using 2 W pulses.

In table 1, numerical values for measured residual stresses are shown, and their respective errors. The results from two of the regions (the one without any LIPSS patterning, and the one etched with the least intense pulses) match perfectly, whereas the calculated residual stress for the third region is lower using the DIC technique.

Table 1. Residual stress values, measured by X-Ray diffraction and the Fourier-based FIB-DIC technique.

Region	X-Ray Measured Stress (MPa)	FIB-DIC Measured Stress (MPa)
Unpatterned	-1940±150	-1880±50
LIPSS 1W	-1700±130	-1720±40
LIPSS 2W	-1570±130	-1230±40

A possible explanation for the mismatch is the depth resolution of the technique. The slits were 5 μm deep, which means that the stress measurement was representative of at most 5 microns. X-ray diffraction, on the other hand, has a higher penetration depth. The LIPSS pattern might have produced a higher relaxation at the surface, where the FIB-DIC technique is estimated to be more sensitive. Another potential factor might have been the fine pattern observable in figure 8. The displacement field values were much noisier in this region than they were in the other two, and they might have influenced the results. Some de-noising pre-processing steps have been tried out in order to correct the effect, with no noticeable improvement.

ACKNOWLEDGEMENTS

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

REFERENCES

- [1] Withers, P. J., & Bhadeshia, H. K. D. H. (2001). Residual stress. Part 1—measurement techniques. *Materials science and Technology*, 17(4), 355-365.
- [2] Lord, J., Cox, D., Ratzke, A., Sebastiani, M., Korsunsky, A., Salvati & Bemporad, E. (2018). A good practice guide for measuring residual stresses using FIB-DIC.
- [3] Kammers, A. D., & Daly, S. (2013). Self-assembled nanoparticle surface patterning for improved digital image correlation in a scanning electron microscope. *Experimental Mechanics*, 53(8), 1333-1341.
- [4] Reddy, B. S., & Chatterji, B. N. (1996). An FFT-based technique for translation, rotation, and scale-invariant image registration. *IEEE transactions on image processing*, 5(8), 1266-1271.
- [5] Tzimiropoulos, G., Argyriou, V., Zafeiriou, S., & Stathaki, T. (2010). Robust FFT-based scale-invariant image registration with image gradients. *IEEE transactions on pattern analysis and machine intelligence*, 32(10), 1899-1906.

FORMING LIMIT CURVE PREDICTION WITH NEURAL NETWORK FOR NON-PROPORTIONAL LOADINGS

B. Erice^{1,2}, F.J. Gómez^{3,*}

¹Department of Mechanics and Industrial Production, Mondragon Unibertsitatea, Loramendi 4, 20500 Mondragón

²IKERBASQUE, Basque Foundation for Science, Bilbao

³Advanced Material Simulation, Elcano 14, Bilbao

* Contact person: Javier.gomez@amsimulation.com

ABSTRACT

Obtaining the forming limit strains for proportional loading paths of sheet metals allows predicting the onset of necking during metal forming processes. These limit strains are arranged in the major and minor principal strain space generating the so-called Forming Limit Curves (FLC). These have been successfully applied for several decades to assess the forming operations in automotive and aerospace industry. The FLC depends on the particular material's plasticity behaviour, i.e. yield function and work hardening, and on the stress or strain state. These diagrams are typically determined experimentally, numerically by finite element analysis or analytically, employing necking models based on bifurcation theory, such as the Marciniak-Kuczynski model. The dependence of the FLC with the loading path introduces an infinite number of possibilities to reach a particular state strain. Neural Networks (NN) provide an extremely efficient approach to consider and predict this non-proportional loading dependence. The Marciniak-Kuczynski model has been formulated and used in the present work to numerically determine the limit strains corresponding to non-proportional loadings for a particular steel. A database of virtual tests has been generated, considering four degrees of freedom to test and train the NN. Several NN architectures, modifying the number of hidden layers, number of neurons, and activation functions have been tested. The final output is an optimum neural network that predict in real time the FLC diagram for a non-proportional path with four degrees of freedom for a particular steel.

KEYWORDS: Forming Limit Curve, Neural Network, metal forming, bifurcation criterion, MK model.

1. INTRODUCTION

Sheet metal formability is defined as the ability of metal to achieve the desired shape by deformation. The limit of deformation of materials without necking or fracture are defined by Forming Limit Curves (FLC), common tools used in automotive and aeronautical industry. FLC can be represented as a curve of the major strain (ϵ_I) at the onset of localized necking for all values of the minor strain (ϵ_{II}).

The FLC depends on the particular material's plasticity behaviour, i.e. yield function and work hardening, and on the stress or strain state. These diagrams are typically determined experimentally, numerically by finite element analysis or analytically, employing necking models based on bifurcation theory, such as the Marciniak-Kuczynski model. The dependence of the FLC with the loading path introduces an infinite number of possibilities to reach a particular state strain.

The Artificial intelligence and data-driven models where are the innovations of Machine Learning and Deep Learning are explored, are powerful alternatives and

complements to physical modelling. Therefore, building a Neural Network (NN) as a surrogate model to predict the non-proportional loading dependence of the FLC diagrams can be an extremely computationally efficient approach. The prediction of forming limits with neural networks has been proposed by different authors [1], [2] to estimate the instant of failure of aluminium sheets as a function of process parameters, and strain history [3]. This paper proposes a similar procedure to predict the FLCs corresponding to non-proportional loadings for the AA2008-T4 in [4].

2. M-K NECKING MODEL

The M-K model [5] is based in an analytical framework formulated in plane stress conditions that is able to predict the necking of a sheet with an initial thickness of t_0^A by inserting a defect in the form of a groove with a reduced thickness t_0^B . The groove normal \mathbf{n} is oriented at an angle ψ_0 with respect to the principal axis \mathbf{e}_I . The model's single parameter is the ratio between the initial thicknesses of zones B and A respectively, $f_0 = t_0^B/t_0^A$.

The plasticity of the sheet material is a key component of the M-K analysis. In this case, based on the AA2008-T4 characterisation reported in [4], a Logan-Hosford yield function for planar isotropy of the form,

$$f[\boldsymbol{\sigma}, p] = \bar{\sigma}[\boldsymbol{\sigma}] - \sigma_Y[p] \quad (1)$$

defined by the equivalent stress,

$$\bar{\sigma}[\boldsymbol{\sigma}] = \left\{ \frac{1}{(1 + \bar{r})} \{ \sigma_I^a + \sigma_{II}^a + \bar{r}(\sigma_{II}^a - \sigma_I^a) \} \right\}^{1/a} \quad (2)$$

where $\bar{r}=0.58$ is the averaged r-value and $\sigma_I \geq \sigma_{II}$ are the principal stresses was employed to perform the analysis. A Swift law, $\sigma_Y[p] = A(p_0 + p)^n$, where p is the equivalent plastic strain with calibrated values of $A=539$ MPa, $p_0=0.001$ and $n=0.264$ was used to model the isotropic work hardening. An associative flow rule,

$$d\boldsymbol{\varepsilon} = dp \frac{\partial \bar{\sigma}}{\partial \boldsymbol{\sigma}} \quad (3)$$

is assumed.

The stress tensor in the global coordinate frame, where the rolling, transverse and normal directions ($\mathbf{e}_1, \mathbf{e}_2, \mathbf{e}_3$), coincide with the principal axes ($\mathbf{e}_I, \mathbf{e}_{II}, \mathbf{e}_{III}$), is defined by

$$\boldsymbol{\sigma} = \sigma_{11} \mathbf{e}_1 \otimes \mathbf{e}_1 + \sigma_{22} \mathbf{e}_2 \otimes \mathbf{e}_2 + 2\sigma_{12} (\mathbf{e}_1 \otimes \mathbf{e}_2)^S \quad (4)$$

while in the groove frame ($\mathbf{n}, \mathbf{t}, \mathbf{z}$) as illustrated in *Figure 1*, is

$$\hat{\boldsymbol{\sigma}} = \sigma_{nn} \mathbf{n} \otimes \mathbf{n} + \sigma_{tt} \mathbf{t} \otimes \mathbf{t} + 2\sigma_{nt} (\mathbf{n} \otimes \mathbf{t})^S \quad (5)$$

The former can be translated into the groove frame with, $\hat{\boldsymbol{\sigma}} = \mathbf{R}^T \cdot \boldsymbol{\sigma} \cdot \mathbf{R}$, being \mathbf{R} the two-dimensional rotation tensor that depends on the current groove orientation ψ .

The model is based under the assumption that the sheet is loaded with a certain stress state, the equivalent plastic strain inside the defect p^B will grow significantly faster than that, p^A , outside of it. The stress state is in this case characterised by the principal stress ratio $\alpha = \sigma_{22}^A / \sigma_{11}^A$, or equivalently by the strain ratio,

$$\beta[\alpha] = \frac{d\varepsilon_{22}^A}{d\varepsilon_{11}^A} = \frac{\alpha^{a-1} - \bar{r}(1 - \alpha)^{a-1}}{1 + \bar{r}(1 - \alpha)^{a-1}} \quad (6)$$

Either stress or strain states can be imposed to obtain the desired loading in zone A. Let us assume that the sheet is loaded incrementally with $d\varepsilon_I^A$ for a particular strain state β (or $\alpha = \beta^{-1}[\alpha]$) such that the plastic strain tensor is,

$$d\boldsymbol{\varepsilon}^A = d\varepsilon_{11}^A (\mathbf{e}_1 \otimes \mathbf{e}_1 + \beta \mathbf{e}_2 \otimes \mathbf{e}_2) \quad (7)$$

The equivalent plastic strain increment dp^A is calculated through the flow rule and the resulting applied stress tensor $\boldsymbol{\sigma}^A$ is obtained enforcing the yield condition.

In this case, the force equilibrium and compatibility condition along the t direction between zones A and B must be fulfilled as:

$$\hat{\boldsymbol{\sigma}}^B \cdot \mathbf{n} = (\hat{\boldsymbol{\sigma}}^A \cdot \mathbf{n})/f \quad (8)$$

$$d\varepsilon_{tt}^B = d\varepsilon_{tt}^A \quad (9)$$

where f is the current imperfection factor,

$$f = \frac{t^B}{t^A} = f_0 \exp[\varepsilon_{33}^B - \varepsilon_{33}^A] \quad (10)$$

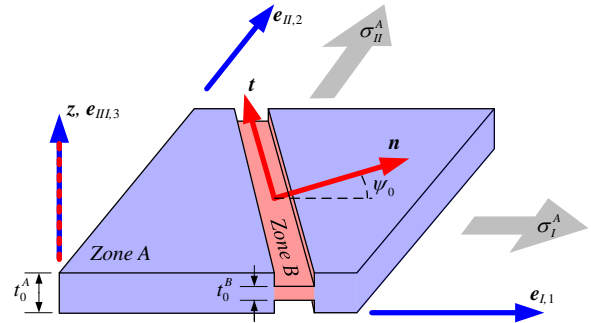


Figure 1. Illustration of the geometrical imperfection and geometrical features of the M-K model.

Solving eqs. (8) and (9) and making use of the flow rule allows calculating the stress and strain increment tensors $\boldsymbol{\sigma}^B$ and $d\boldsymbol{\varepsilon}^B$ as well as the equivalent plastic strain increment dp^B inside the imperfection. The limit strain corresponding to the necking ε_I^{A*} for that particular β will occur when $dp^B/dp^A \geq 10$. The system of equations was solved with the same numerical approach as that used in [6].

On the left-hand side of the FLC, i.e. $\beta = [-0.5, 0)$, the limit strain was taken as the minimum of those computed for initial groove orientations from $\psi_0 = [0, \frac{\pi}{2}]$, whereas for the right-hand side, this is $\beta = [0, 1]$ a fixed orientation of $\psi_0 = 0$ was assumed. The current groove orientation evolved with increasing plastic strain as,

$$\tan[\psi + d\psi] = \tan[\psi] \frac{1 + d\varepsilon_{11}^A}{1 + d\varepsilon_{22}^A} \quad (11)$$

The initial imperfection factor was adjusted to $f_0 = 0.983$ as shown in *Figure 2*. The model tended to underestimate the limit strains on the left-hand side of the FLC, but very close agreement was observed for the right-hand side.

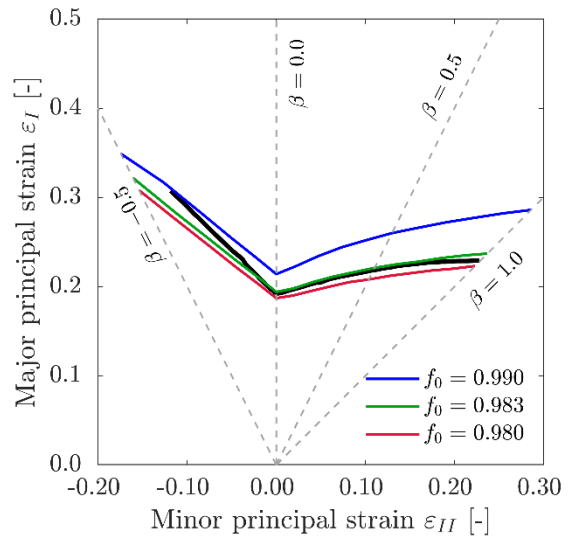


Figure 2. AA2008-T4 FLC predictions of proportional loadings for different imperfection factors compared with the experimental data in [4].

The two-stage linear non-proportional loading paths were generated as in [3] schematically depicted in Figure 3. In the first stage (1), the sheet is proportionally prestrained with at a polar angle,

$$\phi_1 = \text{atan} \left[\frac{1}{\beta^{(1)}} \right] \quad (12)$$

and a radius,

$$r_1 = \sqrt{(\varepsilon_I^{A(1)})^2 + (\varepsilon_{II}^{A(1)})^2} \quad (13)$$

that must fall within the limits of the proportional FLC. For the second stage (2), the polar angle ϕ_2 was imposed and r_2 was calculated from the limit strain analysis with the M-K model. For all three inputs, i.e. ϕ_1, r_1, ϕ_2 , 32 values were chosen randomly following uniform probability distributions that were limited to the ranges $[\pi/4, 2\pi/3]$ for the polar angles and $[0, r_{FLC}]$ for the first stage radius, generating a total of $32 \times 32 \times 32 = 32768$ cases. The M-K model for proportional and non-proportional loadings was solved numerically implementing its equations in a Matlab script. The input and output data was saved to train and validate the NN.

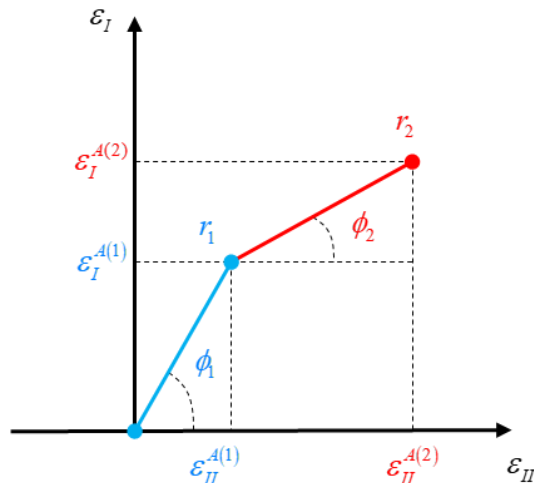


Figure 3. Two steps scheme of non-proportional loading.

3. NEURAL NETWORK

A surrogate model with the same input and output as that of the physical problem has been proposed and constructed. The most important advantage of this model versus the M-K analysis run in a Matlab script is the inference time, the data driven model can predict the final limit strain in real time. The input variables of the surrogate model are the variables ϕ_1, r_1 , and ϕ_2 and the final output is $r_2 = f[\phi_1, r_1, \phi_2]$. The surrogate model consists of a computationally-efficient regression NN constructed combining dense layers. Input data has been normalized previously to the NN.

The hyperparameters of the neural network are the number of the hidden layers, the neurons per layer and the activation function. The optimum hyperparameters values were automatically obtained using the Python Keras-Tuner library. Keras-Tuner is a hyperparameter optimization framework that simplifies the optimum search., considering that the dimensionality of the model should be kept as small as possible. The code is able to perform an iteration loop evaluating a certain number of combinations and determining the best in terms of validation accuracy. The “Randomsearch” algorithm, which was selected for this task, had a limited the number of hidden layers, between 2 and 8, a number of neurons per layer, between 8 and 512, and two types of activation function per layer, ReLU and sigmoid. The results of the optimisation are schematically depicted in Figure 4.

Once the architecture’s optimum parameters were defined the training of the NN was done minimising a mean squared error loss function with the backpropagation method that allowed computing the weight matrices and the bias of the NN. The Adam algorithm was used to perform this second optimization. Training was performed over 1000 epochs. The virtual dataset created with the M-K model was divided into training and validation considering a 0.2 ratio to evaluate the model performance.

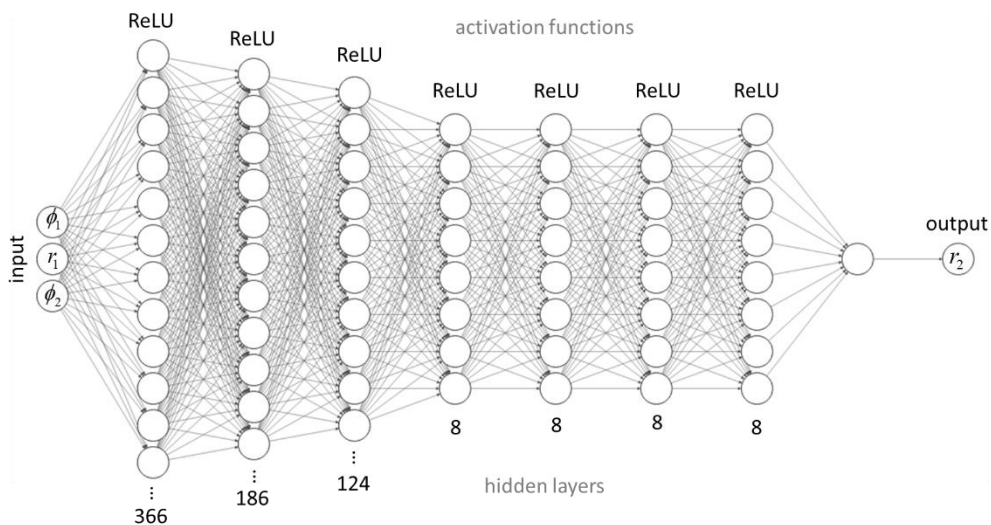


Figure 4. Schematic illustration of the Neural Network Architecture employed for the data-driven model.

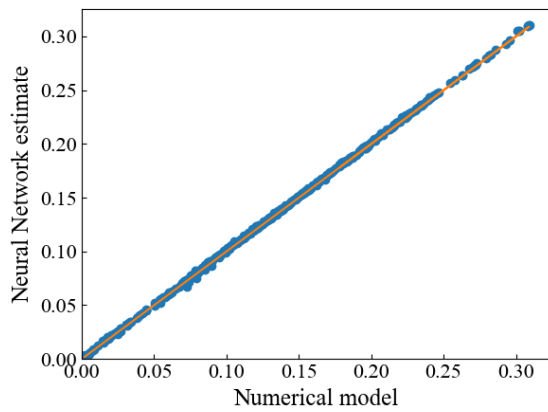


Figure 5. Comparison of NN results with numerical simulation of the M-K model.

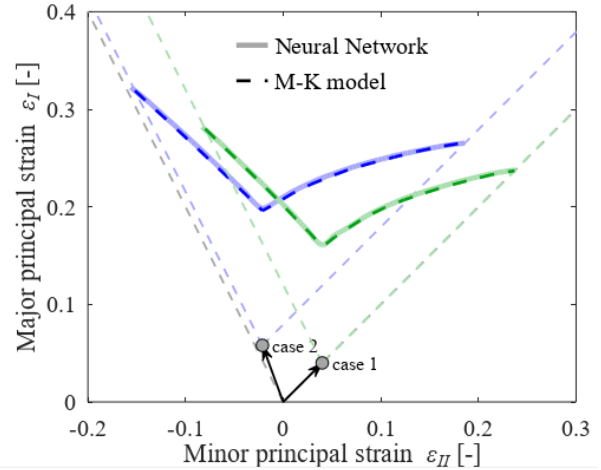


Figure 6. NN and M-K model FLC predictions for non-proportional loading cases 1 and 2 with pre-strains of 4% and 5% respectively.

Such performance can be visualized in Figure 5 where the predictions of the NN are compared with the original M-K numerical model taking 500 random values showing an excellent agreement. The NN was also validated comparing the FLC predictions for two non-proportional loading cases:

- case ①. 4% pre-straining under equi-biaxial tension (EQT) conditions, $\beta = 1.0$.
- case ②. 5% pre-straining under uniaxial tension (UT) conditions, $\beta = -\bar{r}/(1 + \bar{r})$.

The data driven model is able to predict the exact same limits strains as the M-K analysis as it can be seen in Figure 6.

4. RESULTS

The FLCs obtained from the trained and validated NN model for the same cases as those described in the

previous section, this is, UT and EQT for pre-strains of 5%, 12% and 18%, and 4% and 7% respectively were analysed and compared against the experimental data reported in [4]. These results are shown in Figure 7(a) for case ① and Figure 7(b) for case ②.

The model follows qualitative, and in some cases, quantitative trends observed experimentally when pre-straining under UT and EQT. In both cases, the model predicted and experimental FLCs for lower pre-strains seemed to be in agreement, at least at the same level as that seen in the proportional loading case. However, for larger pre-strains, the model was unable to properly capture the experimentally-observed necking on the left-hand side ($\beta < 0$) of the FLCs. The right-side branch ($\beta \geq 0$) tendencies of the experimental FLCs was well captured nonetheless.

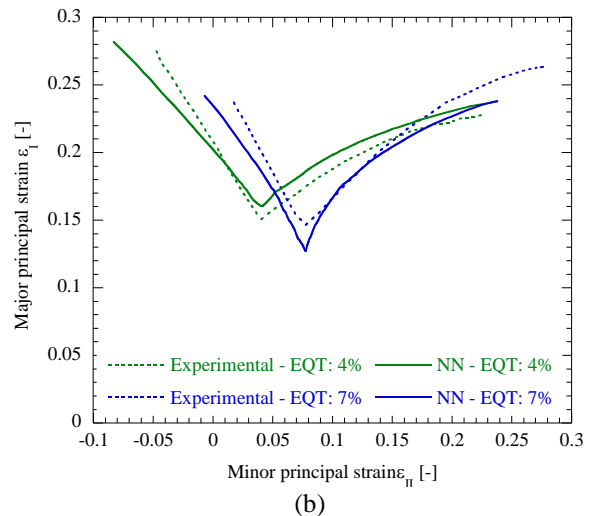
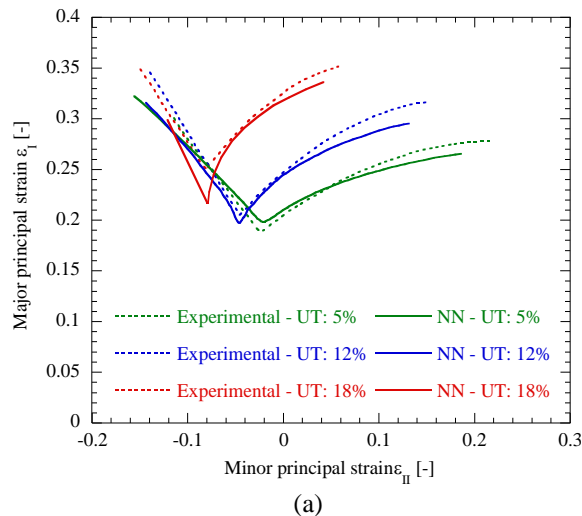


Figure 7. Numerical and experimental [4] AA2008-T4 FLCs for non-proportional loading cases 1 (a) and 2 (b) at several pre-strains.

5. CONCLUSIONS

Material Science with Artificial Intelligence techniques have been combined to predict the forming limits. This combination offers an efficient and powerful methodology that could save both time and cost for industry-oriented applications.

The numerical framework for the resolution of the analytical M-K model has been developed. An M-K model that combines swift hardening with the Logan-Hosford yield criterion to describe the plastic response of AA2008-T4 has been used to generate a large database of more than 30,000 limit strains for bi-linear non-proportional loading cases to train a NN model. The model's hyperparameters have been automatically optimised using a Keras-tuner framework.

The NN and M-K AA2008-T4 FLC predictions for two non-proportional loading cases, uniaxial and equi-biaxial tension, have been compared showing virtually identical results. Finally, the NN FLCs results for several pre-strains of the same two cases have been compared against the experimental results reported in [4]. The FLCs for lower pre-strains have shown similar agreement as that observed in the proportional loading case, whereas for larger pre-strains the left-hand side of the curves is not able to predict the experimental response.

ACKNOWLEDGEMENTS

The authors wish to express their gratitude to the European Union's H2020 research and innovation program for their financial support under the LightCoce project (No 814632).

REFERENCES

- [1] K. Elangovan, C. Sathiya Narayanan, and R. Narayanasamy, "Modelling of forming limit diagram of perforated commercial pure aluminium sheets using artificial neural network," *Computational Materials Science*, vol. 47, no. 4, pp. 1072–1078, Feb. 2010,
- [2] N. Kotkunde, A. D. Deole, and A. K. Gupta, "Prediction of Forming Limit Diagram for Ti-6Al-4V Alloy Using Artificial Neural Network," *Procedia Materials Science*, vol. 6, pp. 341–346, Jan. 2014,
- [3] C. Bonatti and D. Mohr, "Neural network model predicting forming limits for Bi-linear strain paths," *International Journal of Plasticity*, vol. 137, p. 102886, Feb. 2021,
- [4] A. Graf and W. Hosford, "Effect of Changing Strain Paths on Forming Limit Diagrams of Al 2008-T4," *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 24, no. 11, pp. 2503–2512, 1993,
- [5] Z. Marciniak and K. Kuczyński, "Limit strains in the processes of stretch-forming sheet metal," *International Journal of Mechanical Sciences*, vol. 9, no. 9, pp. 609–620, Sep. 1967,
- [6] M. C. Butuc, J. J. Gracio, and A. Barata da Rocha, "A theoretical study on forming limit diagrams prediction," *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 142, no. 3, pp. 714–724, Dec. 2003,

MICRODAÑO INTERCOLONIAL GENERADO POR EL TREFILADO EN ACEROS PERLÍTICOS: EFECTO SOBRE LA FRACTURA ANISÓTROPA

Jesús Toribio, Javier Ayaso, Rocío Rodríguez, Iván Balboa

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

RESUMEN

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

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

ABSTRACT

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

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

1. INTRODUCCIÓN

Los aceros perlíticos eutectoides trefilados de muy alta resistencia se utilizan en forma de alambre o cable en la ingeniería civil como los principales componentes de las estructuras de hormigón pretensado. Comercialmente se conocen como alambres de acero de pretensado [1,2] y pueden considerarse así materiales de alto rendimiento [2-4] con una resistencia extremadamente alta, tan sólo limitada por la aparición de fractura por clivaje.

Desde el punto de vista del comportamiento mecánico del material, el proceso de trefilado genera un aumento del límite elástico y de la resistencia a tracción del acero por medio de un mecanismo de endurecimiento por deformación. Numerosas investigaciones han estudiado la evolución microestructural de los aceros perlíticos durante el trefilado y su relación con la resistencia y la ductilidad [5-9].

Además del principal objetivo de aumentar la resistencia inducida por el estirado en frío, afloran algunos efectos secundarios. En primer lugar, la anisotropía aparece después del trefilado en materia de cedencia y plasticidad (*comportamiento plástico anisótropo*), descrito en la Ref. [10].

El carácter anisótropo también se ha vinculado con la fatiga y la fractura (*comportamiento anisótropo en fatiga y fractura*), como se describe en [11,12] con el resultado de propagación de fractura de modo mixto y anisotropía resistente.

En cuanto a la fractografía asociada al comportamiento anisótropo mencionado, Toribio y Ayaso [13] han descrito un tipo especial de *clivaje orientado y alargado* en los aceros más fuertemente trefilados y se ha utilizado el concepto de *fractura por exfoliación* [14] así como la idea de grietas por deslaminación [15].

El comportamiento anisótropo surge también cuando los alambres de acero perlítico progresivamente trefilados trabajan en un ambiente agresivo, un problema típico de los aceros comerciales de pretensado en servicio. Así pues, existe un *comportamiento anisótropo relativo a la fisuración por corrosión bajo tensión (FCBT)*, como se analiza en [16-17].

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

Los párrafos anteriores describen la evidencia científica de manifestaciones anisótropas en alambres de acero perlítico trefilados, es decir, en microestructuras perlíticas orientadas.

Los estudios clásicos en aceros perlíticos (más convencionales) producidos en caliente sin ningún procedimiento de trabajo en frío, es decir, conteniendo microestructuras perlíticas orientadas al azar, se pueden encontrar en las referencias clásicas [18-19] sobre la relación (típica de la ciencia e ingeniería de materiales) entre la microestructura y la resistencia (o propiedades mecánicas en general). Dichos análisis se asemejan a otros estudios en diferentes aceros con microestructuras ferríticas, bainíticas, martensíticas o bifásicas en los que aparecen muchas relaciones entre microestructura y comportamiento macroscópico [20-21].

En este trabajo se analiza el microdaño intercolonial que aparece en los alambres de acero perlítico durante el procedimiento trefilado en frío, así como su influencia sobre los principales micromecanismos de fisuración.

2. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

2.1. Materiales

Se utilizó un acero perlítico perteneciente a una cadena real de trefilado, formada por siete pasos de trefilado. Se estudió desde el redondo laminado en caliente inicial (no trefilado) hasta el alambre de pretensado comercial final (fuertemente trefilado en siete pasos).

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

La composición química de la familia de acero E se muestra en la Tabla 1.

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

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

En este trabajo se utilizaron los siguientes alambres: la barra laminada en caliente inicial (no trefilada) y alambres del segundo, cuarto, sexto y séptimo paso de trefilado (E0, E2, E4, E6 y E7 respectivamente).

La Tabla 2 incluye el diámetro correspondiente (D), la deformación plástica acumulada al final de cada etapa del proceso de trefilado (ϵ_{cum}^p), el módulo de Young (E), el límite elástico (σ_Y) y la resistencia a tracción (σ_R) para cada alambre en estudio. La Figura 1 muestra las curvas tensión verdadera *versus* deformación verdadera ($\sigma-\epsilon$) para todos los alambres de acero.

Tabla 2. Dimensiones y propiedades mecánicas de los aceros analizados.

Acero	D (mm)	ϵ_{cum}^p	E (GPa)	σ_Y (GPa)	σ_R (GPa)
E0	11.03	0.00	199	0.72	1.23
E2	8.95	0.42	194	0.91	1.36
E4	7.49	0.78	196	1.02	1.50
E6	6.26	1.13	200	1.16	1.62
E7	5.04	1.57	208	1,49	1,83

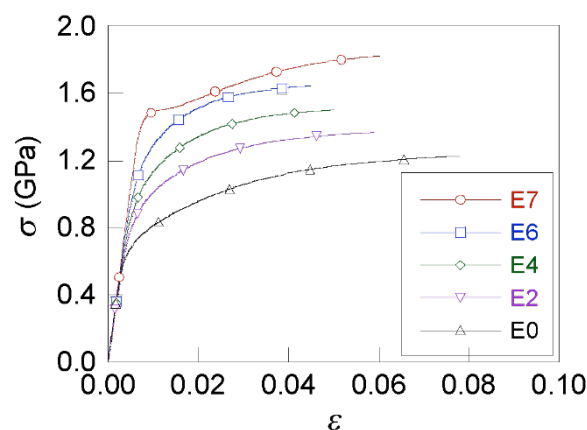


Figura 1. Curvas tensión verdadera versus deformación verdadera ($\sigma-\epsilon$) para los alambres de acero de la familia E.

2.2. Métodos

El análisis metalográfico (o materialográfico) se realizó después de cortes longitudinales en los alambres pertenecientes a las diferentes etapas de la cadena de trefilado seleccionadas, como se indica en la Figura 2 (izquierda). En consecuencia, las micrografías del presente trabajo siempre estarán orientadas con su lado vertical siguiendo la dirección del trefilado (o el eje longitudinal del alambre).

Las secciones obtenidas de los cortes longitudinales han sido rigurosamente preparadas para lograr la correcta observación metalográfica en el microscopio electrónico de barrido (MEB). Para la realización de las micrografías del estudio, estos cortes han sido embebidos en una resina fenólica, templada térmicamente mediante un conjunto de compresión en caliente, tal y como se muestra en la Figura 2 (derecha).

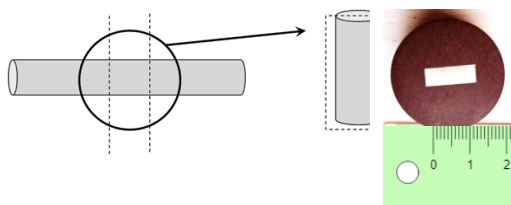


Figura 2. Preparación de muestras: corte longitudinal (izquierda); montado en resina (derecha).

El siguiente paso es la ejecución de la preparación mecánica, esmerilado y pulido de las muestras, para conseguir una superficie especular sobre la que se pueda realizar un ataque químico que revele la microestructura del acero correspondiente. Posteriormente se realizó el ataque químico antes mencionado con ácido nítrico (HNO_3) al 3% de solución en etanol comercial puro. Una vez obtenidas las muestras, éstas fueron analizadas con el microscopio electrónico de barrido (MEB).

3. EVOLUCIÓN MICROESTRUCTURAL EN EL ACERO DURANTE EL TREFILADO

La evolución microestructural jerárquica de los aceros perlíticos durante el trefilado (en los dos niveles de colonias y láminas perlíticas) fue estudiada por Toribio y Ovejero [6-9] mostrando las siguientes tendencias: esbeltización de colonias [6], disminución del espaciado interlaminar [7] y orientación en la dirección del trefilado (eje del alambre) tanto de colonias como de láminas [8,9].

La Figura 3 muestra los dos niveles microestructurales (colonias de perlita y láminas de $\text{Fe}/\text{Fe}_3\text{C}$) en las etapas inicial y final de la evolución microestructural después del trefilado, es decir, las dos micrografías corresponden a una barra laminada en caliente (izquierda; orientado al azar ya que no está trefilado en absoluto) y un alambre de acero perlítico muy trefilado o acero de pretensado comercial (derecha; marcadamente orientado en la dirección del estirado después del fuerte trefilado).

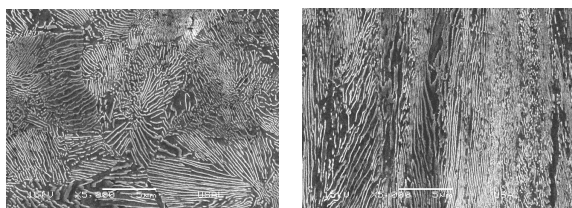


Figura 3. Sección metalográfica longitudinal de un acero débil- (izquierda) y fuertemente trefilado (derecha).

4. DAÑO INTERCOLONIAL Y CONSECUENCIAS SOBRE FISURACIÓN Y FRACTURA

4.1. Microdaño intercolonial

Como se explicó en la sección anterior con respecto a la colonia de perlita o primer nivel microestructural, Toribio y Ovejero [8] demostraron que dichas colonias se orientan progresivamente durante la fabricación mediante endurecimiento por deformación, de modo que rotan durante el proceso de trefilado pesado con posibilidad de cierto microdaño como consecuencia de la constricción lateral impuesta por las hileras de trefilado y deformaciones plásticas muy severas. Esta sección analiza este tipo de microdaño relacionado con los límites de las colonias, es decir, el microdaño intercolonial. Se han encontrado tres tipos de daño, todos afectando a dos o más colonias perlíticas, a saber: (i) *desgarro intercolonial*; (ii) *desgarro multicolonial*; (iii) *micro-descolonización*.

El primer tipo (i) de microdaño intercolonial, es decir, el *desgarro intercolonial* tiene lugar en cualquier grado de trefilado por desgarro local inducido por la fricción (por lo tanto, una especie de desgarro local inducido por el estiramiento) en el límite entre dos colonias perlíticas adyacentes que, por lo tanto, están en estrecho contacto durante el trefilado y la rotación de las propias colonias. Este desgarro intercolonial es una especie de daño muy localizado (o microdaño) representado en la Figura 4(a) para un acero perlítico ligeramente trefilado y en la Figura 4(b) para un acero perlítico muy trefilado después de seis pasadas a través de las hileras de trefilado.

El segundo tipo (ii) de microdaño intercolonial, es decir, el *desgarro multicolonial* se produce también en el límite entre colonias (como el desgarro intercolonial tipo I), pero en este caso el microdaño no está tan localizado en una sola línea de límite entre colonias (una fisura en la sección de la micrografía), sino extendida en volumen (en área, en las secciones que representan las micrografías) y afectando a un conjunto de diferentes colonias vecinas en dicho volumen (o área en la sección metalográfica). Aparece sobre todo en colonias perlíticas conteniendo láminas de ferrita/cementita marcadamente orientadas en la propia dirección de trefilado (ver Figura 5), bien en aceros ligeramente trefilados [Fig. 5(a)] o en aceros fuertemente endurecidos en frío [Fig. 5(b)].

Nuevamente, se puede observar que este microdaño (una especie de fisura múltiple, es decir, una microfisura) gira y se orienta principalmente en la dirección del estirado a medida que aumenta el grado de trefilado y se orientan las colonias perlíticas [8]. En los aceros perlíticos ligeramente estirados hay una única microfisura perpendicular a la dirección de trefilado o eje del alambre (véanse las flechas blancas en la vista ampliada de la Figura 6 con gran aumento (x5000)), pero en el acero perlítico fuertemente estirado casi todas las microfisuras están orientadas según el eje del alambre o dirección de trefilado.

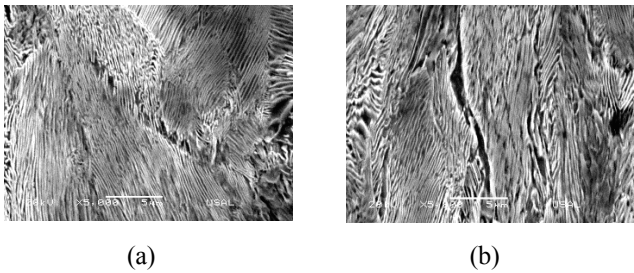


Figura 4. Desgarro intercolonial en el límite de dos colonias de perlita adyacentes: (a) en un acero perlítico débilmente trefilado después de dos etapas, (b) en un acero perlítico fuertemente trefilado después de seis etapas.

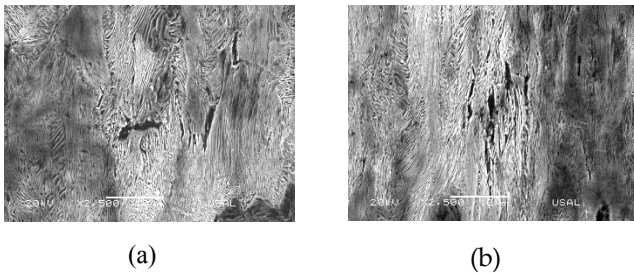


Figura 5. Desgarro multicolonial de varias colonias de perlita vecinas: (a) en un acero perlítico débilmente trefilado después de dos etapas, (b) en un acero perlítico fuertemente trefilado después de seis etapas.

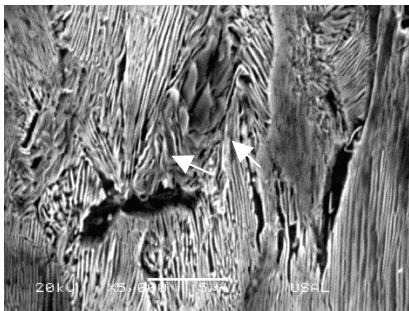


Figura 6. Vista ampliada del desgarro multicolonial de varias colonias de perlita vecinas en un acero perlítico débilmente trefilado después de dos pasos de estirado.

El tercer tipo (iii) de microdaño intercolonial, es decir, la *microdescolonización* aparece en el límite entre dos colonias adyacentes (como el desgarro intercolonial tipo I, pero el mecanismo de formación es justo el contrario. Mientras que el primero (Figura 4) es causado por una fuerte compresión local, la fricción y el desgarro causado por el material que pasa a través de las hileras de trefilado, el segundo (Figura 7) es causado por alguna tensión local durante el trefilado del material, por tanto provocando la separación física entre dos unidades micro-estructurales similares, las colonias de perlita, es decir, dando como resultado la descolonización. Es un daño muy localizado asociado con las etapas finales del trefilado (es decir, para los aceros más estirados) y se extiende en un área muy pequeña que requiere un aumento muy alto.

Desde el punto de vista de la mecánica de fractura, se trata de una *microfisura real*, generalmente orientada cuasi paralelamente al eje del alambre o dirección de trefilado. La Figura 7 muestra que, además de las dos colonias adyacentes cuyos límites están orientados según dicha dirección (junto con el propio microdaño en forma de microdescolonización), las láminas de ferrita/cementita dentro de las colonias también están completamente orientadas en dicha forma.

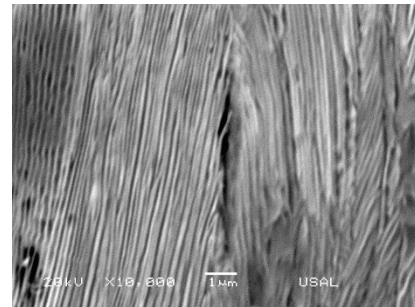


Figura 7. Micro-descolonización en un acero perlítico fuertemente estirado (después de seis etapas de estirado).

4.2. Micromecanismos de fisuración

Con respecto a los mecanismos de fisuración en el acero perlítico trefilado, los tres tipos de microdaño intercolonial representan diferentes clases de microfisuras (o incluso grupos de microfisuras) más o menos orientadas en relación con el eje del alambre o DD (cuanto mayor sea el grado de trefilado, más orientados estarán los eventos de microdaño en relación con la DD) que podrían afectar a los micromecanismos de fisuración y, por lo tanto, al propio comportamiento macroscópico de fatiga y fractura de los aceros perlíticos progresivamente trefilados descritos en este trabajo. Con el fin de analizar los diferentes roles de los tipos de microdaño intercolonial en los mecanismos de fisuración, se estudiarán los tres principales mecanismos de fisuración en la mecánica de fractura, a saber: (i) fatiga o fisuración subcrítica en aire, (ii) fisuración crítica (fractura) en aire, (iii) fisuración asistida por el ambiente.

En referencia a la fisuración subcrítica por fatiga (i), se observó en trabajos previos sobre este tipo de aceros que las fisuras de fatiga son transcoloniales y translaminares [11], es decir, avanzan atravesando las colonias de perlita y rompiendo las láminas de ferrita/cementita, por lo que el límite de la colonia no representa un problema crítico en el agrietamiento por fatiga, siendo los elementos clave:

- (1) la lámina en materia de orientación, controlando el tamaño y el ángulo de las microdeflexiones en el camino de la grieta de fatiga.
- (2) el espaciado interlaminar que condiciona la distancia libre para el movimiento de dislocaciones en la fase ferrítica.

En el tema de fractura/fisuración crítica (ii), se vio previamente [22, 23] que el comportamiento del acero perlítico trefilado se vuelve progresivamente anisótropo a medida que aumenta el grado de trefilado, con la desviación de la trayectoria de fisuración/fractura y modo mixto de propagación, siendo el ángulo de deflexión también una función ascendente del grado de trefilado.

La Figura 8 muestra los gráficos de carga-desplazamiento ($F-u$) en un ensayo de fractura en muestras pre-fisuradas de un alambre de acero perlítico débil y fuertemente trefilado. El primero es casi lineal hasta la fractura final, mientras que el segundo exhibe una carga F_Y asociada con una inestabilidad local o *pop-in*, después de lo cual la carga sigue aumentando de manera no lineal hasta la fractura final F_{max} . La Figura 9 muestra la superficie de fractura y el perfil de fisuración/fractura para los aceros perlíticos débil y fuertemente trefilados, donde se observa un perfil de fisuración escalonada (*anisotropía resistente*). El *pop-in* podría ser causado por cualquier microdaño intercolonial, pero probablemente la microdescolonización podría ser el origen del fenómeno. Además, las pequeñas grietas producidas por el desgarro intercolonial podrían producir la deflexión de grietas y las múltiples grietas generadas por desgarro multicolonial podrían contribuir a la fase de enlace de las micro grietas en dicha área de daño difuso en forma de múltiples grietas generadas durante el trefilado en cualquier límite de colonia de perlita, creando así el perfil de agrietamiento escalonado de la Figura 9.

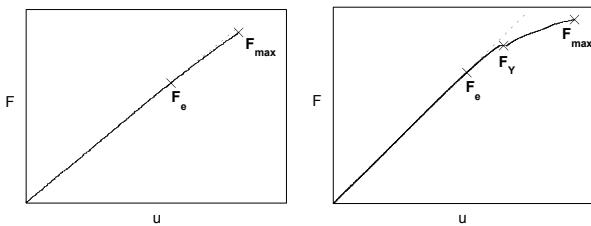


Figura 8. Diagrama de carga-desplazamiento ($F-u$): barra de acero perlítico débilmente trefilado (izquierda) y alambre de acero fuertemente trefilado (derecha).

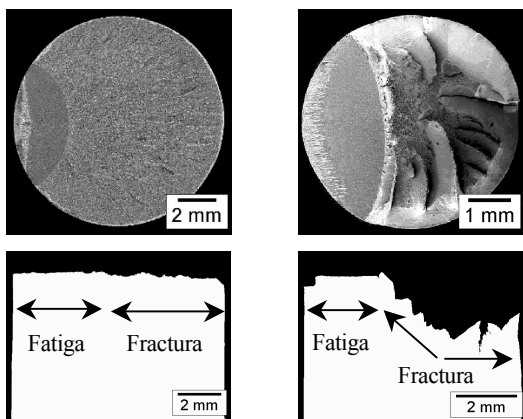


Figura 9. Superficie de fractura (arriba) y perfil de fractura (abajo) para una barra de acero perlítico débilmente trefilado (izquierda) y para un alambre de acero fuertemente trefilado (derecha).

Con respecto a la fisuración asistida por el ambiente de aceros perlíticos progresivamente trefilados, se observó que la aparición de la denominada pseudocolonia perlítica [24], cf. Figura 10 es responsable de la desviación de la trayectoria de la grieta en ambientes agresivos [25]. Es una especie de colonia perlítica alargada y orientada dentro de la cual las láminas no están correctamente orientadas y luego se curvan y exhiben un espacio interlaminar local anómalo (extremadamente alto), lo que convierte a la pseudocolonia en un eslabón más débil o precursor de fractura preferencial que promueve la desviación de la trayectoria de la grieta (con fractura anisótropa).

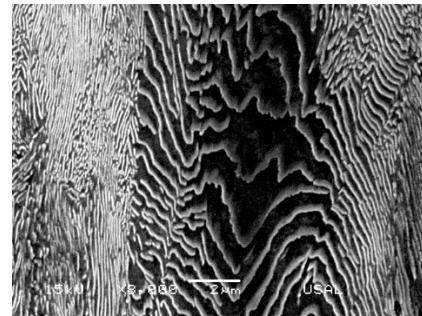


Figura 10. Pseudocolonia perlítica en un acero perlítico muy trefilado.

5. CONCLUSIONES

La evolución microestructural jerárquica de los aceros perlíticos durante el trefilado (a los dos niveles de colonias y láminas perlíticas) muestra las siguientes tendencias: afinamiento/adelgazamiento/estilización de las colonias, disminución del espacio interlaminar y orientación en la dirección del trefilado (eje del alambre) tanto de las colonias como de las láminas.

Además de los cambios mencionados, el trefilado produce una serie de daños a nivel microestructural en los aceros perlíticos trefilados que se detectaron en tres formas: (i) *desgarro intercolonial*, (ii) *desgarro multicolonial*, (iii) *microdescolonización*, las tres contribuyendo a diferentes mecanismos de fisuración en los aceros trefilados.

La *microdescolonización* podría ser responsable del fenómeno de *pop-in* en el caso de fractura/fisuración de aceros perlíticos fuertemente trefilados, mientras que el *desgarro intercolonial* podría contribuir a la deflexión de la fisura y el *desgarro multicolonial* en la fase final de vinculación de microfisuras, produciendo por tanto un camino de fisuración (*perfil*) escalonado.

Agradecimientos

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

REFERENCIAS

- [1] J. Toribio. On the intrinsic character of the stress-strain curve of a prestressing steel. *J. Testing Eval.* (1992) 20:357-362.
- [2] J. Toribio. Cold drawn eutectoid pearlitic steel wires as high-performance materials in structural engineering. *Struct. Integrity Health Monitoring* (2006) 2:239-247.
- [3] J. Gil-Sevillano. Cleavage-limited maximum strength of work-hardened B.C.C. polycrystals. *Acta Metall* (1986) 34:1473-1485.
- [4] Ch. Borchers, R. Kirchheim. Cold-drawn pearlitic steel wires. *Progress Mater. Sci.* (2016) 82:405-444.
- [5] J. D. Embury, R. M. Fisher. The structure and properties of drawn pearlite. *Acta Metall* (1966) 14:147-159.
- [6] J. Toribio, E. Ovejero. Microstructure evolution in a pearlitic steel subjected to progressive plastic deformation. *Mater. Sci. Eng.* (1997) A234-236:579-582.
- [7] J. Toribio, E. Ovejero. Effect of cumulative cold drawing on the pearlite interlamellar spacing in eutectoid steel. *Scripta Mater* (1998) 39:323-328.
- [8] J. Toribio, E. Ovejero. Microstructure orientation in a pearlitic steel subjected to progressive plastic deformation. *J. Mater. Sci. Lett.* (1998) 17:1037-1040.
- [9] J. Toribio, E. Ovejero. Effect of cold drawing on microstructure and corrosion performance of high-strength steel. *Mech. Time-Dependent Mater.* (1998) 1:307-319.
- [10] J. Toribio, B. González, J.C. Matos, V. Kharin. Evaluation by sharp indentation of anisotropic plastic behaviour in progressively drawn pearlitic steel. *ISIJ Int.* (2011) 51:843-848.
- [11] J. Toribio, M. Toledano. Fatigue and fracture performance of cold drawn wires for prestressed concrete. *Constr. Build. Mater.* (2000) 14:47-53.
- [12] J. Toribio, J. C. Matos, B. González. A macro- and micro-approach to the anisotropic fatigue behaviour of hot-rolled and cold-drawn pearlitic steel. *Eng. Fract. Mech.* (2014) 123:70-76.
- [13] J. Toribio, F. J. Ayaso. Investigation of the type of cleavage related to anisotropic fracture in heavily drawn steels. *J. Mater. Sci. Lett.* (2002) 21:1509-1512.
- [14] J. Toribio, F. J. Ayaso. Image analysis of exfoliation fracture in cold drawn steel. *Mater. Sci. Eng.* (2004) A387-389:438-441.
- [15] M. Tanaka, H. Saito, M. Yasumaru, K. Higashida. Nature of delamination cracks in pearlitic steels. *Scripta Mater.* (2016) 112:32-36.
- [16] J. Toribio, A.M. Lancha. Anisotropic stress corrosion cracking behaviour of prestressing steel. *Mater. Corrosion* (1998) 49:34-38.
- [17] J. Toribio, E. Ovejero. Micromechanics of stress corrosion cracking in progressively drawn steels. *Int. J. Fracture* (1998) 90: L21-L26.
- [18] D. A. Porter, K. E. Easterling, G. D. W Smith. Dynamic studies of the tensile deformation and fracture of pearlite. *Acta Metall.* (1978) 26:1405-1422.
- [19] J. M. Hyzak, I.M. Bernstein. The role of microstructure on the strength and toughness of fully pearlitic steels. *Metall. Trans.* (1976) 7A: 1217-1224.
- [20] N. Saeidi, A. Ekrami. Comparison of mechanical properties of martensite/ferrite and bainite/ferrite dual phase 4340 steels. *Mater. Sci. Eng.* (2009) A523:125-129.
- [21] E. Bassini, A. Sivo, D. Ugues. Assessment of the hardening behavior and tensile properties of a cold-rolled bainitic-ferritic steel. *Materials* (2021) 14:6662.
- [22] J. Toribio, B. González, J. C. Matos, F. J. Ayaso. Anisotropic fracture behaviour of progressively drawn pearlitic steel. *Key Eng. Mater.* (2011) 452-453:1-4.
- [23] J. Toribio, B. González, J. C. Matos. Strength anisotropy and mixed mode fracture in heavily drawn pearlitic steel. *Fatigue & Fracture Eng. Mater. Struct.* (2013) 36:1178-1186.
- [24] J. Toribio. Identification of a new microstructural unit in cold drawn pearlitic steel: The Pearlitic Pseudocolony. *Procedia Struct. Integrity* (2020) 26:360-367.
- [25] J. Toribio. Unconventional pearlitic pseudocolonies affecting macro-, micro- and nano-structural integrity of cold-drawn pearlitic steel wires: *Resembling van Gogh, Bernini, Mantegna and Picasso*. *Procedia Struct. Integrity* (2020) 28:2404-2409.

MICRODAÑO TRANSLAMINAR GENERADO POR EL TREFILADO EN ACEROS PERLÍTICOS: EFECTO SOBRE LA FRACTURA ANISÓTROPA

Jesús Toribio, Javier Ayaso, Rocío Rodríguez, Iván Balboa

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

RESUMEN

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

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

ABSTRACT

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

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

1. INTRODUCCIÓN

El acero perlítico eutectoide trefilado es un material de muy alta resistencia [1-4] basado en su peculiar microestructura [5-9] que evoluciona al trefilar [10-29], afectando así tanto a sus propiedades elastoplásticas [30-44] como a su comportamiento en fatiga y fractura en aire [45-61] o en ambientes agresivos [62-71] que promueven la fisuración por corrosión bajo tensión (FCT) mediante disolución anódica localizada (DAL), fisuración asistida por hidrógeno (FAH) o, en general, fragilización por hidrógeno (FH), con clara evidencia de anisotropía en aceros fuertemente trefilados en los que la microestructura perlítica se encuentra orientada según el eje del alambre o dirección de trefilado.

En el caso de microestructuras perlíticas no orientadas [72-77], el análisis del comportamiento de los aceros perlíticos se asemeja a otros estudios en distintos aceros

con microestructuras ferríticas, bainíticas, martensíticas o bifásicas en los que aparecen muchas relaciones entre microestructura y propiedades [78-94].

En este trabajo se analiza el microdaño translaminar que aparece en los alambres de acero perlítico durante el procedimiento trefilado en frío, así como su influencia sobre los principales micromecanismos de fisuración.

2. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

2.1. Materiales utilizados

Se utilizó un acero perlítico perteneciente a una cadena real de trefilado, formada por siete pasos o estadios. Se estudió desde el redondo laminado en caliente inicial (no trefilado) hasta el alambre de pretensado comercial final (muy trefilado en siete pasos).

Los materiales empleados han sido alambres de acero perlítico correspondientes a procesos reales de trefilado. Se han estudiado 5 tipos o familias de acero perlítico (A, B, C, D, E) que pertenecen a distintas coladas y a distintos procesos de trefilado. El acero tipo A pasa a través de 6 hileras de trefilar mientras que el resto de los aceros (B, C, D, E) pertenecen a un proceso de trefilado con 7 hileras. La composición química de cada acero se da en la Tabla 1, y la Tabla 2 incluye los diámetros de los alambres y la deformación plástica acumulada ϵ^p_{acum} durante el proceso de trefilado para cada tipo de acero.

Tabla 1. Composición química de los aceros estudiados.

a	C	Mn	Si	P	S	Al	Cr	V
A	0.80	0.69	0.23	0.01	0.01	0.004	0.27	0.06
B	0.79	0.70	0.23	0.01	0.01	0.003	0.27	0.08
C	0.79	0.67	0.20	0.01	0.01	0.003	0.19	0.05
D	0.80	0.62	0.22	0.01	0.01	0.003	0.16	0.06
E	0.79	0.68	0.21	0.01	0.01	0.003	0.22	0.06

Tabla 2. Diámetros finales y deformación plástica acumulada en los alambres de acero perlítico trefilado.

Acero	A	B	C	D	E
\varnothing (mm)	6,98	7,00	5,03	3,97	5,04
ϵ^p_{acum}	1,10	1,10	1,46	1,54	1,57

En cuanto a la respuesta mecánica de los aceros gracias al proceso de trefilado, ésta se traduce en un incremento progresivo del límite elástico σ_Y y de la resistencia a tracción σ_R conforme aumenta la deformación plástica acumulada durante el trefilado (Fig. 1).

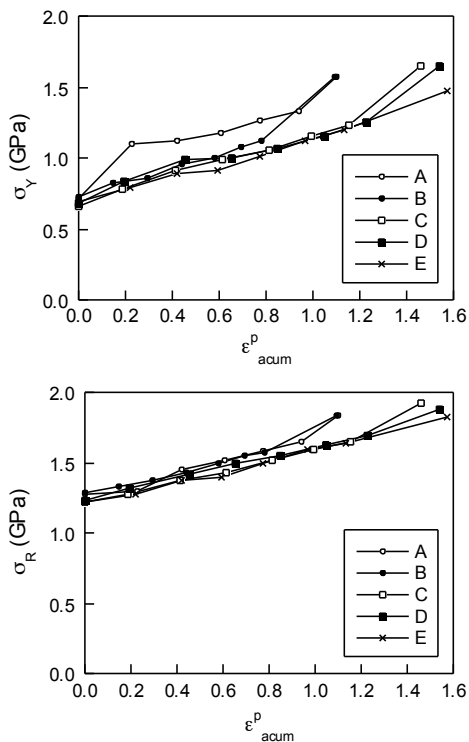


Fig. 1. Evolución del límite elástico σ_Y y la resistencia a tracción σ_R con el trefilado.

2.2. Observación microestructural

Para la observación metalográfica de los aceros se ha procedido a extraer unas muestras de los alambres (procedentes de cada uno de los pasos de trefilado) mediante cortes transversales al eje: pequeñas muestras cilíndricas de 1 cm. de altura y con un diámetro que se corresponde con el de cada alambre en particular. A continuación cada una de las muestras extraídas fue cortada longitudinalmente por un plano diametral.

Las probetas metálicas se han embutido en una resina tipo fenólica endurecida térmicamente, a continuación se ha realizado la preparación mecánica (esmerilado y pulido). Estas operaciones se han llevado a cabo en una pulidora automática mediante diversos paños de esmerilado y de pulido empleando diamante (embutido en el paño para desbaste, o bien en forma pulverizada para el pulido fino) como agente abrasivo.

Finalmente, y con el objetivo de poder visualizar y distinguir la microestructura del material en el microscopio electrónico de barrido, se han atacado químicamente las superficies de las secciones longitudinales de las muestras mediante una disolución al 4% de nital en etanol comercial puro durante unos 5 segundos. Gracias al ataque químico realizado sobre la superficie de las muestras se produce una distinta reacción de las láminas de cementita (que no son atacadas por el nital) y de ferrita (que sí son atacadas por el nital) que conforman la perlita, siendo así posible su observación y estudio mediante técnicas de microscopía electrónica de barrido, que es la técnica más adecuada para poder distinguir con claridad suficiente la microestructura de la perlita: láminas de cementita (apariencia clara) y láminas de ferrita (apariencia oscura).

3. EVOLUCIÓN MICROESTRUCTURAL EN EL ACERO DURANTE EL TREFILADO

La evolución microestructural en los aceros perlíticos durante el trefilado (en los dos niveles de colonias y láminas perlíticas) fue estudiada por Toribio y Ovejero [11-14] mostrando las siguientes tendencias: esbeltización de colonias [11], disminución del espaciado interlaminar [12] y orientación en la dirección del trefilado (eje del alambre) tanto de colonias como de láminas perlíticas [13,14], como se muestra en la Fig. 2.

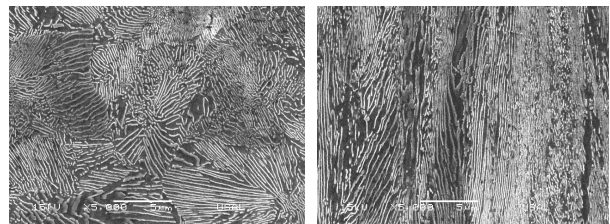


Fig. 2. Sección metalográfica longitudinal de un acero débil- (izquierda) y fuertemente trefilado (derecha).

4. MICRODAÑO TRANSLAMINAR Y EFECTO SOBRE FISURACIÓN Y FRACTURA

Además de la tendencia general de orientación (con aumento de la densidad de empaquetamiento) inducida por el trefilado, aparecen excepciones en los aceros más fuertemente trefilados. El hecho más destacado es la presencia en ciertas zonas de tales aceros de una unidad microestructural *especial (no convencional)*, la así denominada *pseudocolonia perlítica* [95,96].

La Fig. 3 ofrece una vista ampliada (x8000) de una pseudocolonia perlítica como la descrita en el párrafo anterior, mostrando evidencia de láminas de cementita que no están propiamente orientadas según el eje de trefilado (permanecen transversales a dicha dirección). También se observa una clara curvatura de las láminas de cementita y un espaciado interlaminar anómalo (muy alto en comparación con la media), e incluso evidencia de fractura local de láminas específicas de cementita. Estas características microestructurales convierten a la pseudocolonia perlítica en una región del material con mínima resistencia a la fisuración por esfuerzo cortante de sus láminas, promoviendo la deflexión del camino global de fractura y el comportamiento anisótropo.

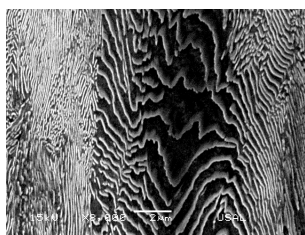


Fig. 3. Vista ampliada (x8000) de una *pseudocolonia perlítica* en un acero perlítico fuertemente trefilado. El lado vertical de la foto es paralelo al eje del alambre o dirección de trefilado, mientras que el lado horizontal corresponde a la dirección radial en los alambres.

A una escala de análisis inferior a las colonias –y a las pseudocolonias– se observa también daño inducido por el trefilado en la propia estructura laminar de Fe y Fe₃C, lo cual representa un daño *dentro de* las propias colonias de perlita (i.e., *daño intracolonia*). Dentro de este tipo de daño, se ha observado un *daño intracolonia localizado* que se caracteriza por la presencia de bandas de intensa deformación cortante, deformación la cual llega no solo a deformar plásticamente las láminas de cementita que atraviesa, sino que llega a romperlas, tal y como se refleja en la Fig. 4 (izqda), en la cual se refleja una colonia de perlita que muestra un daño microestructural causado por una tensión o deformación cortante. La muestra se corresponde con un alambre de acero que ha pasado por dos hileras de trefilar. Para aceros con un nivel de trefilado mayor, se ha encontrado este mismo defecto pero con mayor extensión, dado que el daño producido por estas bandas de intensa deformación plástica se acentúa al pasar el alambre por sucesivas hileras de trefilar.

A modo de ejemplo considérese el caso de la Fig. 4 (dcha), en la cual se muestra la microestructura de un alambre que ha pasado por cuatro hileras de trefilar y se observa una microfisura, que atraviesa la práctica totalidad de la colonia de perlita en la que se encuentra ubicada, y está orientada en la propia dirección de trefilado o eje del alambre.

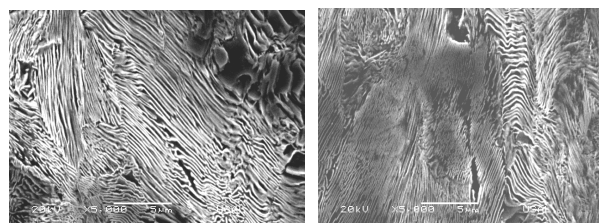


Fig. 4. Colonia de perlita con *microdaño translaminar por deformación cortante*: aceros D2 y D4.

Las consecuencias de este *microdaño translaminar por deformación cortante* en la perlita sobre el camino de fisuración/fractura se reflejan en una ruta de fractura preferente atravesando la zona dañada (orientada en dirección cuasi-paralela al eje del alambre o dirección de trefilado), y por tanto una deflexión de unos 90° en el camino de fractura, originando escalones/paredes de propagación, tal como se muestra en las Figs. 5 y 6 que incluyen mapa (planta) y perfil (alzado) de fractura en probetas con entalla en V a 30° y 90° respectivamente, fracturadas bajo sollicitación global de tracción axial.

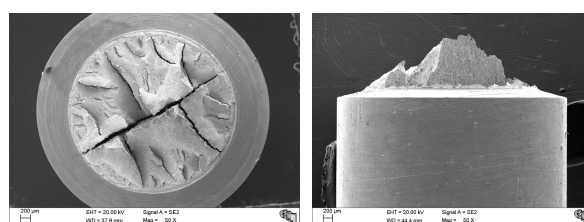


Fig. 5. Mapa y perfil de fractura en una muestra con entalla en V (30°) de un acero fuertemente trefilado E7.

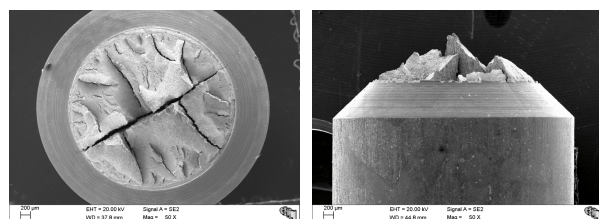


Fig. 6. Mapa y perfil de fractura en una muestra con entalla en V (90°) de un acero fuertemente trefilado E7.

5. CONCLUSIONES

Además de la orientación microestructural general con el trefilado (en los niveles de colonias perlíticas y láminas de ferrita/cementita), dicho proceso de estirado en frío produce *microdaño intracolonia translaminar por deformación cortante* de la perlita, generando de este modo un *comportamiento anisótropo en fractura con deflexión del camino de fisuración*.

REFERENCIAS

1. Toribio, J. On the intrinsic character of the stress-strain curve of a prestressing steel. *J. Testing Eval.* **1992**, *20*, 357-362.
2. Toribio, J. Cold drawn eutectoid pearlitic steel wires as high performance materials in structural engineering. *Struct. Integrity Health Monitoring* **2006**, *2*, 239-247.
3. Gil-Sevillano, J. Cleavage-limited maximum strength of work-hardened B.C.C. polycrystals. *Acta Metall.* **1986**, *34*, 1473-1485.
4. Borchers, Ch., Kirchheim, R. Cold-drawn pearlitic steel wires. *Progress Mater. Sci.* **2016**, *82*, 405-444.
5. Embury, J.D., Fisher, R.M. The structure and properties of drawn pearlite. *Acta Metall.* **1966**, *14*, 147-159.
6. Langford, G. Deformation of pearlite. *Metall. Trans.* **1977**, *8A*, 861-875.
7. Ridley, N. A review of the data on the interlamellar spacing of pearlite. *Metall. Trans.* **1984**, *15A*, 1019-1036.
8. Lewandowski, J.J., Thompson, A.W. Effects of the prior austenite grain size on the ductility of fully pearlitic eutectoid steel. *Metall. Trans.* **1986**, *17A*, 461-472.
9. Nam, W.J., Bae, C.M. Void initiation and microstructural changes during wire drawing of pearlitic steels. *Mater. Sci. Eng.* **1995**, *A203*, 278-285.
10. Read, H.G., Reynolds, W.T., Jr., Hono, K., Tarui, T. AFPM and TEM studies of drawn pearlitic wire. *Scripta Mater.* **1997**, *37*, 1221-1230.
11. Toribio, J., Ovejero, E. Microstructure evolution in a pearlitic steel subjected to progressive plastic deformation. *Mater. Sci. Eng.* **1997**, *A234-236*, 579-582.
12. Toribio, J., Ovejero, E. Effect of cumulative cold drawing on the pearlite interlamellar spacing in eutectoid steel. *Scripta Mater.* **1998**, *39*, 323-328.
13. Toribio, J., Ovejero, E. Microstructure orientation in a pearlitic steel subjected to progressive plastic deformation. *J. Mater. Sci. Lett.* **1998**, *17*, 1037-1040.
14. Toribio, J., Ovejero, E. Effect of cold drawing on microstructure and corrosion performance of high-strength steel. *Mech. Time-Dependent Mater.* **1998**, *1*, 307-319.
15. Languillaume, J., Kapelski, G., Baudelet, B. Cementite dissolution in heavily cold drawn pearlitic steel wires. *Acta Mater.* **1997**, *45*, 1201-1212.
16. Choi, H.C., Park, K.T. The effect of carbon content on the Hall-Petch parameter in the cold drawn hypereutectoid steels. *Scripta Mater.* **1996**, *34*, 857-862.
17. Nam, W.J., Bae, C.M., Oh, S.J., Kwon, S.J. Effect of interlamellar spacing on cementite dissolution during wire drawing of pearlitic steel wires. *Scripta Mater.* **2000**, *42*, 457-463.
18. Nam, W.J., Bae, C.M., Lee, C.S. Effect of carbon content on the Hall-Petch parameter in cold drawn pearlitic steel wires. *J. Mater. Sci.* **2002**, *37*, 2243-2249.
19. Zelin, M. Microstructure evolution in pearlitic steels during wire drawing. *Acta Mater.* **2002**, *50*, 4431-4447.
20. Toribio, J. Relationship between microstructure and strength in eutectoid steels. *Mater. Sci. Eng.* **2004**, *A387-389*, 227-230.
21. Tarui, T., Maruyama, N., Takahashi, J., Nishida, S., Tashiro, H. Microstructure control and strengthening of high-carbon Steel wires. *Nippon Steel Tech. Rep.* **2005**, *91*, 56-61.
22. Shiota, Y., Tomota, Y., Moriai, A., Kamiyama, T. Structure and mechanical behavior of heavily drawn pearlite and martensite in a high carbon steel. *Met. Mater. Int.* **2005**, *11*, 371-376.
23. Song, H.R., Kang, E.G., Bae, C.M., Lee, C.Y., Lee, D.L., Nam, W.J. The effect of a Cr addition and transformation temperature on the mechanical properties of cold drawn hyper-eutectoid steel wires. *Met. Mater. Int.* **2006**, *12*, 239-243.
24. Takahashi, J., Tarui, T., Kawakami, K. Three-dimensional atom probe analysis of heavily drawn steel wires by probing perpendicular to the pearlitic lamellae. *Ultramicroscopy* **2009**, *109*, 193-199.
25. Zhang, X., Godfrey, A., Huang, X., Hansen, N., Liu, Q. Microstructure and strengthening mechanisms in cold-drawn pearlitic steel wire. *Acta Mater.* **2011**, *59*, 3422-3430.
26. Li, Y.J., Choi, P., Borchers, C., Chen, Y.Z., Goto, S., Raabe, D., Kirchheim, R. Atom probe tomography characterization of heavily cold drawn pearlitic steel wire. *Ultramicroscopy* **2011**, *111*, 628-632.
27. Li, Y.J., Choi, P., Goto, S., Borchers, C., Raabe, D., Kirchheim, R. Evolution of strength and microstructure during annealing of heavily cold-drawn 6.3 GPa hypereutectoid pearlitic steel wire. *Acta Mater.* **2012**, *60*, 4005-4016.
28. Takahashi, J., Kosaka, M., Kawakami, K., Tarui, T. Change in carbon state by low-temperature aging in heavily drawn pearlitic steel wires. *Acta Mater.* **2012**, *60*, 387-395.
29. Joung, S.W., Kang, U.G., Hong, S.P., Kim, Y.W., Nam, W.J. Aging behavior and delamination in cold drawn and post-deformation annealed hyper-eutectoid steel wires. *Mater. Sci. Eng.* **2013**, *A586*, 171-177.
30. Toribio, J., González, B., Matos, J.C. Microstructure and mechanical properties in progressively drawn pearlitic steel. *Mater. Trans.* **2014**, *55*, 93-98.
31. Zhao, T.Z., Zhang, S.H., Zhang, G.L., Song, H.W., Cheng, M. Hardening and softening mechanisms of pearlitic steel wire under torsion. *Mater. Des.* **2014**, *59*, 397-405.
32. Rastegari, H., Kermanpur, A., Najafizadeh, A. Effect of initial microstructure on the work hardening behavior of plain eutectoid steel. *Mater. Sci. Eng.* **2015**, *A632*, 103-109.
33. Zhao, T.Z., Zhang, G.L., Zhang, S.H., Zhang, L.Y. Fracture characteristics of fully pearlitic steel wire in tension and torsión. *J. Iron & Steel Res. Int.* **2016**, *23*, 1206-1212.
34. Zhao, T.Z., Zhang, G.L., Zhang, S.H., Zhang, L.Y. Influence of lamellar direction in pearlitic steel wire on mechanical properties and microstructure evolution. *J. Iron & Steel Res. Int.* **2016**, *23*, 1290-1296.

35. Sakamoto, M., Teshima, T., Nakamura, K. Wire rod for high tensile strength steel cords. *Nippon Steel Tech. Rep.* **2019**, 122, 129–136.
36. Stodolny, J., Golaszewski, A., Lotarewicz, A. Fragmentation rate of cementite lamellas in nanopearlite. *JOM* **2019**, 71, 3298-3304.
37. Zhou, L., Fang, F., Wang, L., Hu, X., Xie, Z., Jiang, J. Torsion performance of pearlitic steel wires: effects of morphology and crystallinity of cementite. *Mater. Sci. Eng.* **2019**, A743, 425–435.
38. Yan, W., Chen, W., Li, J. Quality control of high carbon steel for steel wires. *Materials* **2019**, 12, 846.
39. Lu, X. Correlation between microstructural evolution and mechanical properties of 2000 MPa cold-drawn pearlitic steel wires during galvanizing simulated annealing. *Metals* **2019**, 9, 326.
40. Jung, J.Y., An, K.S., Park, P.Y., Nam, W.J. Correlation between microstructures and ductility parameters of cold drawn hyper-eutectoid steel wires with different drawing strains and post-deformation annealing conditions. *Metals* **2021**, 11, 178.
41. Roh, Y.H., Cho, D., Choi, H.C., Yang, Z., Lee, Y. Process condition diagram predicting onset of microdefects and fracture in cold bar drawing. *Metals* **2021**, 11, 479.
42. Barik, R.K., Ghosh, A., Sk, M.D., Biswal, S., Dutta, A., Chakrabarti, D. Bridging microstructure and crystallography with the micromechanics of cleavage fracture in a lamellar pearlitic steel. *Acta Mater.* **2021**, 214, 116988.
43. Zhou, L., Fang, F., Kumagai, M., Pickering, E., Zhang, X. A modified pearlite microstructure to overcome the strength-plasticity trade-off of heavily drawn pearlitic wire. *Scripta Mater.* **2022**, 206, 114236.
44. Toribio, J., González, B., Matos, J.C., Kharin, V. Evaluation by sharp indentation of anisotropic plastic behaviour in progressively drawn pearlitic steel. *ISIJ Int.* **2011**, 51, 843-848.
45. Toribio, J., Toledano, M. Fatigue and fracture performance of cold drawn wires for prestressed concrete. *Constr. Build. Mater.* **2000**, 14, 47-53.
46. Toribio, J., Matos, J.C., González, B. A macro- and micro-approach to the anisotropic fatigue behaviour of hot-rolled and cold-drawn pearlitic steel. *Eng. Fract. Mech.* **2014**, 123, 70–76.
47. Toribio, J., Ayaso, F.J., González, B., Matos, J.C., Vergara, D., Lorenzo, M. Tensile fracture behavior of progressively-drawn pearlitic steels. *Metals* **2016**, 6, 114.
48. Toribio, J., Ayaso, F.J. Fracture Performance of progressively drawn pearlitic steel under triaxial stress states. *Mater. Sci.* **2001**, 37, 707-717.
49. Toribio, J., Ayaso, F.J. Micromechanics of fracture in notched samples of heavily drawn steel. *Int. J. Fracture* **2002**, 115, L29-L34
50. Toribio, J., Ayaso, F.J. Anisotropic fracture behaviour of cold drawn steel: a materials science approach. *Mater. Sci. Eng.* **2003**, A343, 265-272.
51. Toribio, J. Structural integrity of progressively cold-drawn pearlitic steels: *From Raffaello Sanzio to Vincent van Gogh. Procedia Struct. Integrity* **2017**, 3, 3-10.
52. Toribio, J., Ovejero, E., Toledano, M. Microstructural bases of anisotropic fracture behaviour of heavily drawn steel. *Int. J. Fracture* **1997**, 87, L83-L88.
53. Toribio, J. Microstructure-based modelling of fracture in progressively drawn pearlitic steels. *Eng. Fracture Mech.* **2004**, 71, 769-777.
54. Toribio, J., González, B., Matos, J.C., Ayaso, F.J. Anisotropic fracture behaviour of progressively drawn pearlitic steel. *Key Eng. Mater.* **2011**, 452-453, 1-4.
55. Toribio, J., González, B., Matos, J.C. Strength anisotropy and mixed mode fracture in heavily drawn pearlitic steel. *Fatigue & Fracture Eng. Mater. Struct.* **2013**, 36, 1178-1186.
56. He, Y., Xiang, S., Shi, W., Liu, J., Ji, X., Yu, W. Effect of microstructure evolution on anisotropic fracture behaviors of cold drawing pearlitic steels. *Mater. Sci. Eng.* **2017**, A683, 153-163.
57. Toribio, J., Ayaso, F.J. Investigation of the type of cleavage related to anisotropic fracture in heavily drawn steels. *J. Mater. Sci. Lett.* **2002**, 21, 1509-1512.
58. Toribio, J., Ayaso, F.J. Image analysis of exfoliation fracture in cold drawn steel. *Mater. Sci. Eng* **2004**, A387-389, 438-441.
59. Tanaka, M., Saito, H., Yasumaru, M., Higashida, K. Nature of delamination cracks in pearlitic steels. *Scripta Mater.* **2016**, 112, 32-36.
60. Bae, C.M., Nam, W.J., Lee, C.S. Effect of interlamellar spacing on the delamination of pearlitic steel wires. *Scripta Mater.* **1996**, 35, 641-646.
61. Joung, S., Nam, W. Effects of alloying elements, Si and Cr, on aging and delamination behaviors in cold-drawn and subsequently annealed hyper-eutectoid steel wires. *Met. Mater. Int.* **2019**, 25, 34–44.
62. Toribio, J., Lancha, A.M. Anisotropic stress corrosion cracking behaviour of prestressing steel. *Mater. Corrosion* **1998**, 49, 34-38.
63. Toribio, J., Ovejero, E. Micromechanics of stress corrosion cracking in progressively drawn steels. *Int. J. Fracture* **1998**, 90, L21-L26.+
64. Toribio, J., Ovejero, E. Micromechanics of hydrogen assisted cracking in progressively drawn steels. *Scripta Mater.* **1999**, 40, 943-948.
65. Toribio, J., Ovejero, E., 2001. Microstructure-based modeling of localized anodic dissolution in pearlitic steels. *Mater. Sci. Eng.* **2001**, A319-321, 308-311.
66. Toribio, J., Ovejero, E., 2001. Microstructure-based modeling of hydrogen assisted cracking in pearlitic steels. *Mater. Sci. Eng.* **2001**, A319-321, 540-543.
67. Toribio, J. Stress corrosion cracking of progressively cold-drawn pearlitic steels: *From Tintoretto to Picasso. Procedia Struct. Integrity* **2017**, 5, 1439-1445.
68. Toribio, J. Hydrogen effects on progressively cold-drawn pearlitic steels: *Between Donatello and Michelangelo. Procedia Struct. Integrity* **2017**, 5, 1446-1453.

69. Toribio, J. HELP versus HEDE in progressively cold-drawn pearlitic steels: *Between Donatello and Michelangelo. Eng. Failure Anal.* **2018**, *94*, 157–164.
70. Toribio, J. Crack path deflection in cold-drawn pearlitic steel as a consequence of microstructural anisotropy generated by manufacturing: *Resembling Picasso, Larionov and Goncharova. Procedia Struct. Integrity* **2019**, *16*, 281–286.
71. Toribio, J. Anisotropy of hydrogen embrittlement in cold drawn pearlitic steel: *A Tribute to Mantegna. Procedia Struct. Integrity* **2020**, *28*, 2438–2443.
72. Porter, D.A., Easterling, K.E., Smith, G.D.W. Dynamic studies of the tensile deformation and fracture of pearlite. *Acta Metall.* **1978**, *26*, 1405–1422.
73. Hyzak, J.M., Bernstein, I.M. The role of microstructure on the strength and toughness of fully pearlitic steels. *Metall. Trans.* **1976**, *7A*, 1217–1224.
74. Park, Y.J., Bernstein, I.M. The process of crack initiation and effective grain size for cleavage fracture in pearlitic eutectoid steel. *Metall. Trans.* **1979**, *10A*, 1653–1664.
75. Alexander, D. J., Bernstein, I.M. The cleavage plane of pearlite. *Metall. Trans.* **1982**, *13A*, 1865–1868.
76. Dollar, M., Bernstein, I.M., Thompson, A.W. Influence of deformation substructure on flow and fracture of fully pearlitic steel. *Acta Metall.* **1988**, *36*, 311–320.
77. Khiratkar, V.N., Mishra, K., Srinivasulu, P., Singh, A. Effect of inter-lamellar spacing and test temperature on the Charpy impact energy of extremely fine pearlite. *Mater. Sci. Eng.* **2019**, *A754*, 622–627.
78. Saeidi, N., Ekrami, A. Comparison of mechanical properties of martensite/ferrite and bainite/ferrite dual phase 4340 steels. *Mater. Sci. Eng.* **2009**, *A523*, 125–129.
79. Saeidi, N., Ekrami, A. Impact properties of tempered bainite–ferrite dual phase steels. *Mater. Sci. Eng.* **2010**, *A527*, 5575–5581.
80. Bakhtiari, R., Ekrami, A. The effect of bainite morphology on the mechanical properties of a high bainite dual phase (HBDP) steel. *Mater. Sci. Eng.* **2009**, *A525*, 159–165.
81. Xie, B.S., Cai, Q.W., Yu, W., Cao, J.M., Yang, Y.F. Effect of tempering temperature on resistance to deformation behavior for low carbon bainitic YP960 steels. *Mater. Sci. Eng.* **2014**, *A618*, 586–595.
82. Hug, E., Martinez, M., Chottin, J. Temperature and stress state influence on void evolution in a high-strength dual-phase steel. *Mater. Sci. Eng.* **2015**, *A626*, 286–295.
83. Goto, S., Kami, C., Kawamura, S. Effect of alloying elements and hot-rolling conditions on microstructure of bainitic ferrite/ martensite dual phase steel with high toughness. *Mater. Sci. Eng.* **2015**, *A648*, 436–442.
84. Ishikawa, N., Yasuda, K., Sueyoshi, H., Endo, S., Ikeda, H., Morikawa, T., Higashida, K. Microscopic deformation and strain hardening analysis of ferrite–Bainite dual-phase steels using micro-grid method. *Acta Mater.* **2015**, *97*, 257–268.
85. Guo, H., Gao, G., Gui, X., Misra, R.D.K., Bai, B. Structure-property relation in a quenched-partitioned low alloy steel involving bainite transformation. *Mater. Sci. Eng.* **2016**, *A667*, 224–231.
86. Zhao, Z.P., Qiao, G.Y., Tang, L., Zhu, H.W., Liao, B., Xiao, F.R. Fatigue properties of X80 pipeline steels with ferrite/bainite dualphase micro-structure. *Mater. Sci. Eng.* **2016**, *A657*, 96–103.
87. Wang, K., Tan, Z., Gao, G., Gao, B., Gui, X., Misra, R.D.K., Bai, B. Microstructure-property relationship in bainitic steel: The effect of austempering. *Mater. Sci. Eng.* **2016**, *A675*, 120–127.
88. Varshney, A., Sangal, S., Kundu, S., Mondal, K. Super strong and highly ductile low alloy multi-phase steels consisting of bainite, ferrite and retained austenite. *Mater. Des.* **2016**, *95*, 75–88.
89. Ashrafi, H., Shamanian, M., Emadi, R., Saeidi, N. A novel and simple technique for development of dual phase steels with excellent ductility. *Mater. Sci. Eng.* **2017**, *A680*, 197–202.
90. Soares, G.C., Gonzalez, B.M., Santos, L.D.A. Strain hardening behavior and microstructural evolution during plastic deformation of dual phase , non-grain oriented electrical and AISI 304 steels. *Mater. Sci. Eng.* **2017**, *A684*, 577–585.
91. Saeidi, N., Karimi, M., Toroghinejad, M.R. Development of a new dual phase steel with laminated microstructural morphology. *Mater. Chem. Phys.* **2017**, *192*, 1–7.
92. Zhang, Z., Cao, J., Zhong, Z., Zhou, X., Chen, W., Yang, Y. Tensile deformation behavior of high strength anti-seismic steel with multi-phase micro-structure. *J. Iron & Steel Res. Int.* **2017**, *24*, 111–120.
93. Tian, C., Ponge, D., Christiansen, L., Kirchlechner, C. On the mechanical heterogeneity in dual phase steel grades: Activation of slip systems and deformation of martensite in DP800. *Acta Mater.* **2020**, *183*, 274–284.
94. Bassini, E., Sivo, A., Ugues, D. Assessment of the hardening behavior and tensile properties of a cold-rolled bainitic–ferritic steel. *Materials* **2021**, *14*, 6662.
95. Toribio, J. Identification of a new microstructural unit in cold drawn pearlitic steel: *The Pearlitic Pseudocolony. Procedia Struct. Integrity* **2020**, *26*, 360–367.
96. Toribio, J. Unconventional pearlitic pseudocolonies affecting macro-, micro- and nano-structural integrity of cold-drawn pearlitic steel wires: *Resembling van Gogh, Bernini, Mantegna and Picasso. Procedia Struct. Integrity* **2020**, *28*, 2404–2409.

**FRACTURA DE MATERIALES
POLIMÉRICOS Y COMPUESTOS**

EFFECTO DEL DAÑO MECÁNICO EN EL COMPORTAMIENTO A FRACTURA DE PROPULSANTES SÓLIDOS DE MATERIAL COMPUESTO

M. Martínez^{1*}, R. López², J. Rodríguez¹, A. Salazar¹

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 Departamento de Optoelectrónica y Misilística Campus “La Marañosa”, Instituto Nacional de Técnica Aeroespacial (INTA) Ctra. M301 km 10.5, 28330 San Martín de la Vega-España

* Persona de contacto: mario.martinez@urjc.es

RESUMEN

En este trabajo se ha estudiado el efecto del daño mecánico en el comportamiento a fractura de un propulsante sólido de matriz de PoliButadiénica CarboxiTerminal (CTPB). Previo al ensayo de fractura, se ha introducido daño mecánico cargando a tracción hasta niveles de deformación del 15%, 25% y del 35% a 500 mm/min (10^{-1} s^{-1}). El análisis de los ensayos de fractura se ha realizado a través de la aproximación de la Mecánica de la Fractura Viscoelástica. Los resultados obtenidos mostraron una importante influencia del daño en las curvas de resistencia en función de la integral J viscoelástica, pero no fue observado en las curvas representadas en función de la pseudo apertura de la punta de la grieta (CTOD). El mecanismo de deformación y rotura fue el desgarro dúctil de la matriz elastomérica independientemente del daño mecánico introducido, observándose superficies de fractura más rugosas para mayores niveles de daño.

PALABRAS CLAVE: propulsores, daño mecánico, fractura, viscoelasticidad.

ABSTRACT

In this work, the effect of mechanical damage (prestrain) on the fracture behaviour of Polybutadiene Carboxiterminal (CTPB) matrix solid propellant has been studied. Prior to the fracture test, mechanical damage has been introduced by tensile loading up to strain levels of 15%, 25% and 35% at 500 mm/min (10^{-1} s^{-1}). The analysis of the fracture tests has been carried out through the Viscoelastic Fracture Mechanics approach. The results obtained showed an important influence of the damage on the resistance curves as a function of the viscoelastic J-integral, but not so as a function of the pseudo crack tip opening displacement (CTOD). The mechanism of deformation and failure was the ductile tearing of the elastomeric matrix, regardless of the mechanical damage introduced, and resulting in rougher fracture surfaces for the increasing prestrain levels.

KEYWORDS: propellants, damage, fracture, viscoelasticity.

1. INTRODUCCIÓN

Los propulsores sólidos de material compuesto son materiales energéticos formados por una matriz elastomérica altamente cargada con partículas cerámicas oxidantes (70-90%wt) y otros aditivos como plastificantes, combustibles y modificadores. Los propulsores son los responsables de la producción de energía y de gases para impulsar vehículos y proyectiles de uso civil o militar [1], siendo esencial garantizar su integridad estructural para que la funcionalidad del motor cohete no se vea comprometida. La presencia de daño, en forma de defectos y/o grietas, puede alterar la superficie

de quemado, con consecuencias catastróficas para la integridad del proyectil causando una combustión incontrolada [2].

La acumulación de daño en estos materiales puede producirse durante la fabricación, por un mal diseño del propulsante sólido, así como por distintos tipos de sollicitaciones debidas a: vibraciones durante el transporte aéreo, marítimo o terrestre, cambios de temperatura o de presión y las necesarias rotaciones periódicas a las que son sometidas para minimizar los agrietamientos generados por la gravedad durante su almacenamiento. Por lo tanto, para garantizar un uso

seguro del propulsante es importante conocer la naturaleza del daño mecánico, así como de los factores que puedan influir en posibles extensiones de vida.

Los principales mecanismos de daño en propulsores sólidos de material compuesto son: la decohesión partícula-matriz (proceso conocido como *dewetting*), la iniciación y crecimiento de microgrietas en la matriz, al igual que en las intercaras matriz-partículas, y, finalmente, la rotura frágil de las partículas. Los dos primeros procesos ocurren por encima de la temperatura de la transición vítrea de la matriz elastomérica, mientras que el último sucede a muy bajas temperaturas. Todos estos mecanismos producen, claramente, una respuesta mecánica macroscópica no lineal unida a la respuesta viscoelástica unida al comportamiento viscoelástico de la matriz elastomérica.

La capacidad resistente de los propulsores sólidos puede determinarse mediante ensayos mecánicos convencionales. Los criterios tensionales deben apoyarse en modelos constitutivos precisos capaces de predecir el comportamiento mecánico de un material altamente heterogéneo. Durante los últimos 50 años, son muchos los trabajos que han contribuido a determinar las ecuaciones constitutivas de los propulsores sólidos y modelizar la respuesta mecánica en función de la evolución del daño. Park y Schapery [3] desarrollaron un modelo para describir la respuesta elástica y viscosa del propulsante dañado. Ha y Schapery [4] ampliaron el modelo para abordar estados tensionales tridimensionales. Por su parte, Swanson y Christensen [5] desarrollaron un modelo constitutivo introduciendo una función de ablandamiento para describir la disminución de rigidez en función de la deformación aplicada. Finalmente, Xu et al [6] presentaron una ley constitutiva macroscópica no lineal en tres dimensiones que modela la evolución del daño por decohesión partícula-matriz, teniendo en consideración la formación y el crecimiento de huecos en la matriz elastomérica.

La modelización del daño puede realizarse a escala mesoscópica, lo que conlleva una representación explícita de la microestructura, o bien siguiendo la evolución de propiedades macroscópicas asumiendo la hipótesis de medio continuo. La primera requiere de simulaciones numéricas complejas mientras que en la segunda pueden utilizarse modelos analíticos que permitan seguir la evolución de una propiedad particular en función del daño introducido [7-8]. En este sentido, existen trabajos que han analizado la evolución del módulo elástico de propulsores sólidos con el nivel de daño mecánico [9]. En todo caso, no hay en la literatura científica trabajos que analicen el efecto del daño en los parámetros de fractura. Por ello, este trabajo tiene como objetivo principal la determinación de la evolución de los parámetros de fractura, obtenidos según la Mecánica de la Fractura Viscoelástica, en un propulsante sólido de material compuesto con daño introducido mecánicamente mediante precargas hasta niveles de

deformación asociados a tensiones superiores a la tensión de cedencia.

2. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

2.1. Materiales

En este trabajo se ha empleado un propulsante sólido de material compuesto proveniente del motor de aceleración de un cohete. La matriz de este propulsante es de polibutadieno carboxiterminal (CTPB), por sus siglas en inglés) y está cargada con: $54.2 \pm 1.0\%$ wt de partículas oxidantes de perclorato amónico, $16.0 \pm 0.7\%$ wt de combustible de aluminio y $3.6 \pm 0.3\%$ wt de plastificante. El tamaño de las partículas de perclorato amónico presenta una distribución normal centrada en $120 \mu\text{m}$ [10].

2.2. Daño mecánico

Para estudiar los efectos que producen el nivel de daño en el comportamiento a fractura de los propulsores sólidos, las probetas empleadas en los ensayos de relajación y de fractura han sido sometidas previamente a tres niveles de deformación superiores al valor de cedencia, con valores de 15%, 25% y 35%. Se tomó como referencia la caracterización a tracción sobre el material virgen realizado por los mismos autores del presente manuscrito [11]. Esta predeformación fue introducida en los 45 min. previos a la realización del correspondiente ensayo en una máquina universal de ensayos mecánicos Instron 5967 con una célula de carga de $\pm 500 \text{ N}$ aplicando una velocidad de deformación a tracción de 10^{-1} s^{-1} . La Figura 1 muestra las curvas tensión (S) – deformación (e) ingenieriles correspondientes al proceso de introducción del daño sobre las probetas de ensayo. Es evidente el carácter viscoelástico, a través de la parte inicial de la descarga, así como la energía disipada durante el ciclo de carga-descarga.

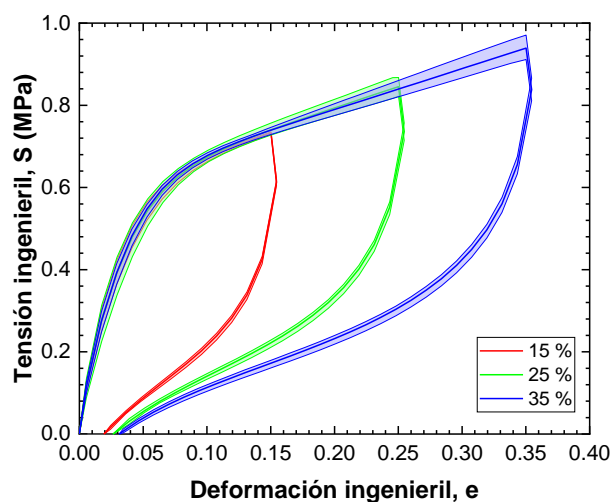


Figura 1. Curvas tensión vs deformación ingenieriles para la introducción de daño en las probetas.

2.3. Ensayos de relajación

Se han realizado ensayos de relajación en probetas paralelepípedicas de dimensiones 10x10x45 mm³ y en la configuración de tracción en la máquina universal de ensayos previamente mencionada. La deformación impuesta ha sido de un 3% durante 30 min. con una velocidad en la rampa de carga de 50 mm/min a temperatura ambiente. Se realizaron dos ensayos por cada nivel de daño.

Las curvas de relajación obtenidas se han ajustado a una serie de Prony de cuarto orden siguiendo el método propuesto por Xu et al. [12]. Los datos correspondientes a las probetas vírgenes se han obtenido del trabajo realizado por Martínez et al. [11]. Los ensayos de relajación han sido empleados para poder aplicar la Mecánica de la Fractura Viscoelástica y determinar los parámetros de fractura [13].

2.4. Ensayos de fractura

Se empleó la configuración SENT (*Single Edge Nocth Tension*) para la caracterización a fractura partiendo de paralelepípedos de dimensiones 12.5x25x70 mm³. Los ensayos de fractura se realizaron en la máquina universal de ensayos previamente mencionada, a una velocidad de desplazamiento de 5 mm/min y a temperatura ambiente. La grieta afilada se introdujo mediante deslizamiento de cuchilla produciendo una grieta inicial, a_0 , de 9.1 mm. Se ensayaron tres probetas por condición. Los ensayos de fractura fueron grabados utilizando un equipo de captura de imágenes VIC-2D para la posterior medida del crecimiento de grieta y del CTOD (*Crack Tip Opening Displacement*).

Siguiendo la metodología de la Mecánica de la Fractura Viscoelástica, se han determinado las curvas de resistencia $J_v - R$ y $\delta^e - R$, donde J_v es la integral J viscoelástica y δ^e el pseudo CTOD definido a través del principio de correspondencia, ambos propuestos por Schapery [13] y descritos en [11]. Para el cálculo de J_v se ha empleado la expresión (1) donde se divide la integral J viscoelástica en sus componentes elástica lineal, $J_{v,el}$, y no lineal, $J_{v,nl}$.

$$J_v = J_{v,el} + J_{v,nl} \quad (1)$$

Dichas componentes se pueden expresar en condiciones de tensión plana como:

$$J_v = \frac{K_I^2}{E} + \frac{\eta_{nl} U_{nl}}{B(W - a_0)} \quad (2)$$

donde K_I es el factor de intensidad de tensiones en modo I, E el módulo elástico, η_{nl} es un factor de constricción dependiente de la geometría y material, U_{nl} es la energía bajo la curva fuerza vs pseudo desplazamiento del ensayo de fractura, B es el espesor de la probeta y W la anchura. El factor de constricción utilizado para esta configuración fue de $\eta_{nl} = 0.76$, determinado para

probetas sin daño previo por Martínez et al. [11]. Las curvas $J_v - R$ fueron ajustados a una ley potencial:

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

con C_1 y C_2 como constantes del material y, además, $C_2 \leq 1$.

La iniciación de la propagación de la grieta se determinó por medios ópticos con el fin de establecer los valores críticos de la integral J viscoelástica, $J_{v,c}$, y del pseudo CTOD crítico, δ_c^e .

Finalmente, las superficies de fractura de los ensayos fueron analizadas mediante microscopía electrónica de barrido con el microscopio Hitachi S3400 con el fin de determinar los mecanismos de deformación y rotura en el material con daño mecánico.

3. RESULTADOS

3.1. Funciones de relajación

Las curvas ajustadas del módulo de relajación, $E(t)$, de los ensayos de relajación para cada uno de los niveles de daño (predeformaciones de 0%, 15%, 25% y 35%) se muestran en la Figura 2. Se puede observar que, en general, las funciones de relajación presentan valores de $E(t)$ menores cuanto mayor es el nivel de daño introducido. Sin embargo, las curvas de relajación asociadas a un nivel de daño correspondiente a una predeformación del 25% fue idéntica a las obtenidas en probetas con un nivel de daño del 35%. Resulta destacable que la introducción de daño mecánico no modifica la forma de la curva de relajación, sea cual sea el nivel de afectación.

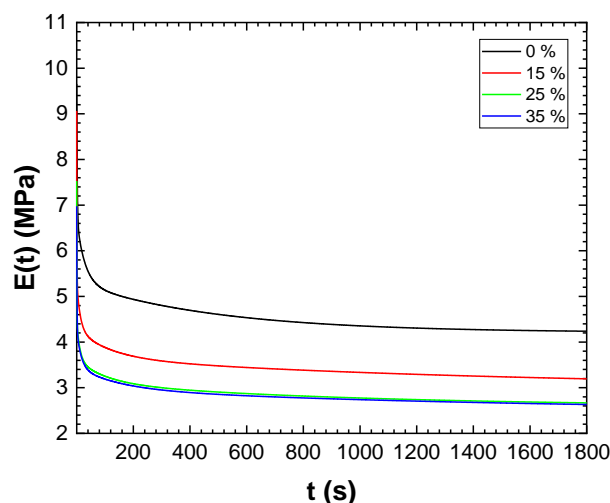


Figura 2. Curvas de relajación ajustadas para los diferentes niveles de daño.

En la Tabla 1 se recogen los parámetros más representativos de la serie de Prony empleados en los ajustes de las curvas de la Figura 2, el módulo instantáneo, E_0 , y el módulo en el infinito, E_∞ , para los

niveles de daño asociados a predeformaciones de 0%, 15%, 25% y 35%, respectivamente.

Tabla 1. Parámetros del ajuste a la serie de Prony para los niveles de daño de 0%, 15%, 25% y 35%.

	Nivel de daño			
	0%	15%	25%	35%
E_0 (MPa)	9.7	9.1	7.5	7.0
E_∞ (MPa)	4.2	3.0	2.6	2.45

3.2. Caracterización a fractura

Las curvas medias del tipo fuerza vs desplazamiento en los ensayos de fractura se muestran en la Figura 3. Las curvas con trazo continuo se corresponden con los datos en bruto, mientras que en trazo discontinuo se representan las curvas fuerza vs pseudo-desplazamiento. La banda sombreada indica la dispersión de los ensayos. Como puede apreciarse, la rigidez y la fuerza máxima de las curvas fuerza vs desplazamiento (o pseudo-desplazamiento) disminuye con el mayor grado de daño mecánico. Curiosamente, en las curvas fuerza vs pseudo-desplazamiento, se observa una diferencia evidente en la rigidez de las probetas con un nivel de daño del 25% y la de las probetas con un nivel de daño del 35%, diferencia no observada en los resultados correspondientes a los ensayos de relajación (Figura 2 y Tabla 1).

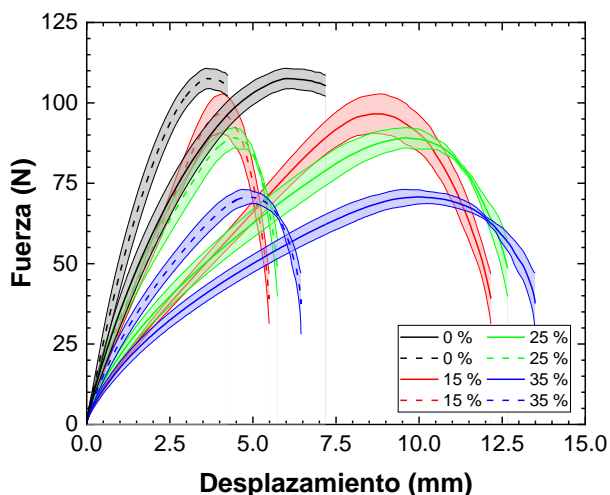


Figura 3. Curvas de fuerza vs desplazamiento de los ensayos de fractura para probetas sometidas a niveles de daño de 0%, 15%, 25% y 35%. Curvas originales en trazo continuo y curvas con desplazamiento viscoelástico corregido en trazo discontinuo. La banda muestra la dispersión de los ensayos.

Las curvas de resistencia $J_v - R$ obtenidas de los ensayos de fractura se muestran en la Figura 4. La aplicación de un daño mecánico previo resulta en una disminución de la energía necesaria para producir el crecimiento de la grieta. A pesar de que para los niveles de daño

intermedios (15 y 25%) no se aprecian diferencias entre ellos, se distingue que, para el mayor nivel de daño aplicado (35%), se produce la mayor reducción de energía de fractura.

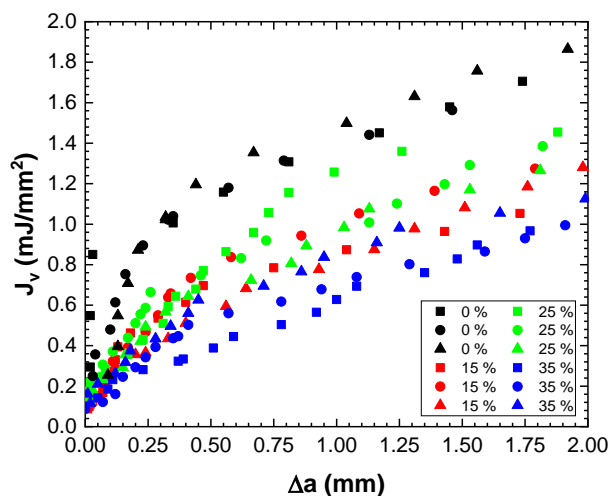


Figura 4. Curvas de resistencia $J_v - R$.

Tabla 2. Parámetros característicos de las curvas de resistencia $J_v - R$.

Daño (%)	Enrom.	Propagación estable		
	$2m\sigma_y$ (MPa)	$J_{v,c}$ (mJ/mm ²)	C_1	C_2
0	5.0 ± 1.0	1.1 ± 0.2	1.4 ± 0.1	0.3 ± 0.1
15	2.1 ± 0.3	0.5 ± 0.2	0.9 ± 0.1	0.5 ± 0.1
25	1.5 ± 0.4	0.6 ± 0.1	1.1 ± 0.1	0.5 ± 0.1
35	1.1 ± 0.2	0.4 ± 0.1	0.5 ± 0.1	0.5 ± 0.1

Los parámetros característicos, obtenidos de las curvas de resistencia de la Figura 4, se resumen en la Tabla 2. En relación con la recta de enromamiento, la pendiente obtenida, muestra una tendencia decreciente a medida que aumenta el daño inducido, probablemente debido a la reducción de la tensión de cedencia, σ_y , y también de la constricción, m , con el nivel de daño. Esta situación se traduce en un menor enromamiento y, por tanto, en un menor crecimiento aparente de grieta, Δa_c , previo al crecimiento físico de la misma (Tabla 3). Por su parte, el valor crítico de la integral J viscoelástica, $J_{v,c}$, muestra valores inferiores para las probetas dañadas por comparación con las vírgenes, pero, en ningún caso se aprecia una tendencia relacionada con el nivel de daño inducido. Siguiendo con la propagación estable de la grieta, la constante C_1 presenta una tendencia decreciente a medida que aumenta el nivel de daño y la constante C_2 aumenta con la introducción de daño, pero con valores idénticos para los diferentes niveles de daño.

Curiosamente, las curvas de resistencia $\delta^e - R$ (Figura 5) Son independientes del nivel de daño, por lo que parece que el pseudo CTOD no representa una variable

discriminatoria al evaluar el efecto del daño mecánico en los propulsores sólidos.

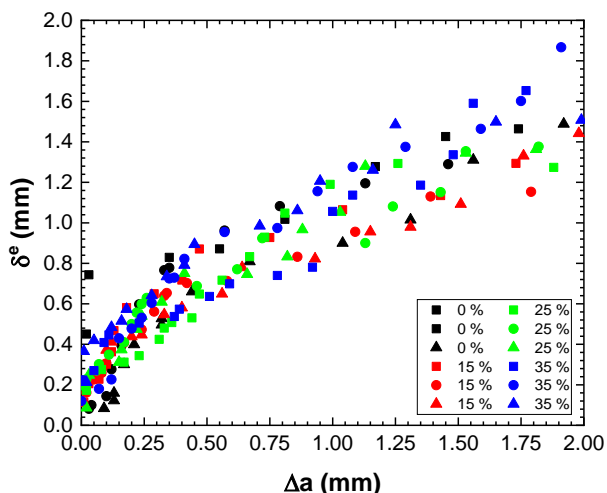


Figura 5. Curvas de resistencia $\delta^e - R$.

En la Tabla 3 se recogen los parámetros de fractura característicos de las curvas $\delta^e - R$. Tanto la longitud de grieta aparente máxima antes del inicio de su crecimiento físico, Δa_c , como el pseudo CTOD crítico, δ_c^e , son capaces de discriminar la presencia, o no, de daño, pero estas variables no parecen estar afectadas por el nivel de daño introducido sobre la probeta.

Tabla 3. Parámetros de fractura de las curvas $\delta^e - R$.

Daño (%)	Δa_c (mm)	δ_c^e (mm)
0	0.5 ± 0.3	0.8 ± 0.3
15	0.3 ± 0.1	0.6 ± 0.1
25	0.3 ± 0.1	0.53 ± 0.02
35	0.33 ± 0.05	0.7 ± 0.1

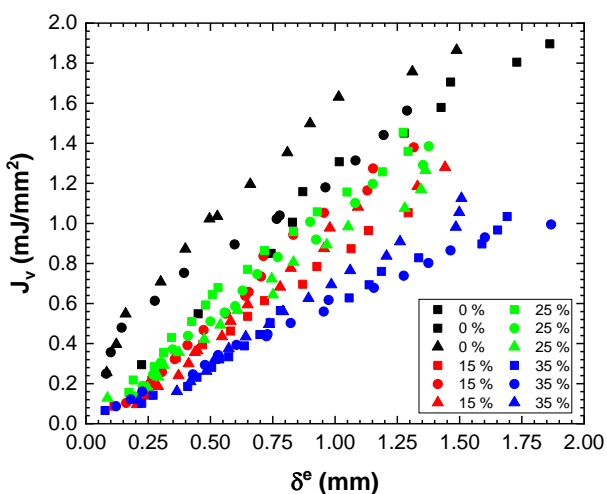


Figura 6. Relación entre J_v y δ^e para los niveles de afectación de 0%, 15%, 25% y 35 %.

En la Figura 6 se muestra la relación entre J_v y δ^e , la cual viene regida por:

$$J_v = m\sigma_y\delta^e \quad (4)$$

La pendiente de esta relación lineal, para cada nivel de daño, se recoge en la Tabla 4 junto con el coeficiente R^2 , cuyo valor cercano a la unidad prueba la relación lineal existente entre las variables J_v y δ^e . La pendiente $m\sigma_y$ se ve afectada únicamente para valores de daño de 35%, provocando una disminución de la pendiente.

Tabla 4. Parámetros de fractura de la relación $J_v - \delta^e$.

Daño (%)	$m\sigma_y$ (mJ/mm ³)	R^2
0	1.0 ± 0.1	0.985 ± 0.008
15	1.1 ± 0.1	0.989 ± 0.003
25	1.0 ± 0.1	0.988 ± 0.001
35	0.6 ± 0.1	0.989 ± 0.005

3.3. Análisis fractográfico

Las superficies de fractura obtenidas de los ensayos de fractura para niveles de daño de 0%, 15%, 25% y 35% se muestran en la Figura 7. Cuanto mayor es el nivel de daño, mayor presencia de grietas y *dewetting* se encuentra en las superficies de fractura, lo que da lugar a superficies más rugosas. Esta situación se debe a que la propagación de la grieta se ve favorecida por la presencia de una mayor cantidad de concentradores de tensiones creados tras la separación de la intercara matriz-partícula. En la Figura 7 se han señalado algunos de estos defectos (grietas y *dewetting*) producidos por la predeformación aplicada.

4. CONCLUSIONES

En este trabajo se ha estudiado el efecto del daño mecánico en los parámetros de fractura obtenidos siguiendo las directrices de la Mecánica de la Fractura Viscoelástica de propulsores sólidos de material compuesto con matriz CTPB. El daño mecánico se introdujo en las probetas previas al ensayo de fractura cargando en tracción a una velocidad de deformación de 10^{-1} s^{-1} hasta niveles de deformación del 15%, 25% y 35%.

Los ensayos de relajación, δ^e previos a los ensayos de fractura, evidenciaron valores menores de la función de relajación con el aumento del nivel de daño, aunque apenas se observaron diferencias entre los valores de dicha función asociados a los niveles de daño del 25% y del 35%. Respecto a los parámetros de fractura, las curvas de resistencia $J_v - R$ del material con daño mecánico se encontraron por debajo de las curvas correspondientes al material sin daño, obteniendo los valores más bajos para las probetas con el mayor nivel de daño introducido, es decir, del 35%. No obstante, las curvas $J_v - R$ de las probetas con niveles de daño del

15% y del 25% fueron indistinguibles. En relación con las curvas de resistencia en función del CTOD, éstas no se vieron influenciadas por el nivel de daño, aunque sí se observó una relación lineal entre J_v y el pseudo CTOD. Por último, el mecanismo de deformación y rotura fue el desgarro dúctil de la matriz elastomérica independientemente del nivel de daño introducido, aunque sí se han podido apreciar superficies de fractura más rugosas, y con mayor cantidad de defectos, cuanto mayor es el nivel de daño previo.

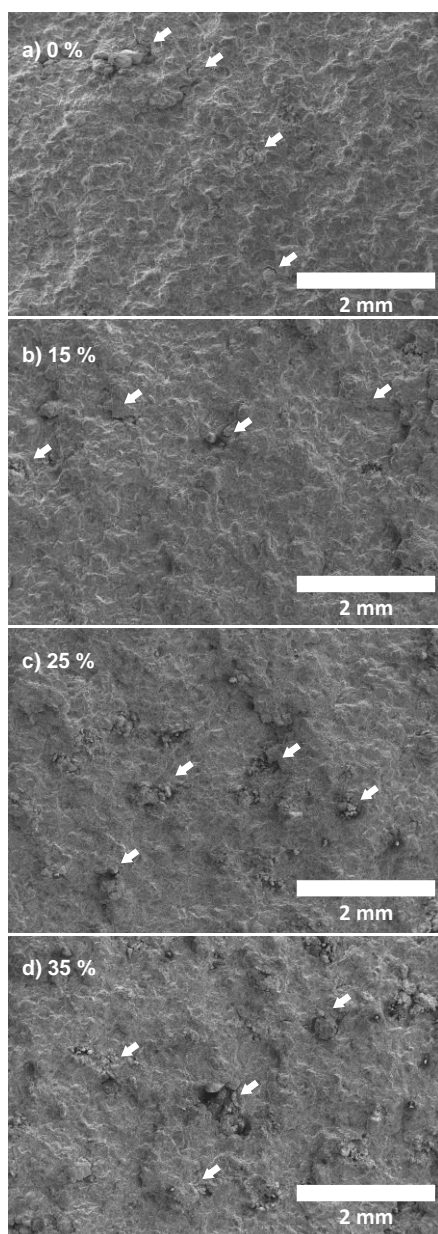


Figura 7. Superficies de fractura de las probetas rotas obtenidas de los ensayos de fractura correspondientes a a) probetas sin daño, y con niveles de daño de b) 15%, c) 25% y d) 35%.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean expresar su agradecimiento en primer lugar, al Instituto Nacional de Técnica Aeroespacial

(INTA) por el acceso a los materiales y sus instalaciones para el desarrollo de este trabajo, y, en segundo lugar, al Ministerio de Ciencia, Innovación y Universidades por la financiación a través del proyecto PID2019-108968RB-I00.

REFERENCIAS

- [1] D. Kumari, R. Balakshe, S. Banerjee, H. Singh, Energetic plasticizers for gun and rocket propellants, Review Journal of Chemistry (2012) 2 [3]: 240-262.
- [2] B.N. Rao, Fracture of solid rocket propellant grains, Eng. Fract. Mech. (1992) 43 [3]: 455-459.
- [3] S.W. Park, R.A. Schapery, A viscoelastic constitutive model for particulate composites with growing damage. Int. J. Solids Struct. (1997) 34: 931-947.
- [4] K. Ha, R.A. Schapery, A three-dimensional viscoelastic constitutive model for particulate composites with growing damage and its experimental validation. Int. J. Solids Struct. (1998) 35: 3497-3517.
- [5] S.R. Swanson, L.W. Christensen, A constitutive formulation for high-elongation propellants. J. Spacecraft Rockets (1983) 20: 559-566.
- [6] F. Xu, N. Aravas, P. Sofronis, Constitutive modelling of solid propellant materials with evolving microstructural damage. J. Mech. Phys. Solids (2008) 56: 2050-2073.
- [7] S. Murakami, Continuum damage mechanics, Springer, Dordrecht (2012).
- [8] R. Cornish, D. Porter, P. Church, P. Goudl, T. Andrews, B. Proud, D. Drodge, C. Siviour, Comparison of Porter-Gould constitutive model with compression test data for HTPB/sugar. AIP Conf Proc (2007) 955: 777-780.
- [9] R.L. Boddy, J.P. Gould, A.P. Jardine, D.M. Williamson, Damage in polymer bonded energetic composites: Effect of loading rate, J. Dyn. Behav. Mater. (2016) 2: 157-165.
- [10] R. López, Fatiga de propulsantes sólidos de material compuesto, Tesis doctoral (2018).
- [11] Evaluation of the structural integrity of solid rocket propellant by means of the viscoelastic fracture mechanics approach at low and medium strain rates, Theor. Appl. Fract. Mech. (2022) 118: 103237.
- [12] J. Xu, Y. Ju, B. Han, C. Zhou, J. Zheng, Research on relaxation modulus of viscoelastic materials under unsteady temperature states based on TTSP, Mech. Time-Dependent Mater. (2013) 17: 543-556.
- [13] R.A. Schapery, Correspondence principles and a generalized J integral for large deformation and fracture analysis of viscoelastic media, Int. J. Fract. (1984) 25: 195-223.

INFRARED THERMOGRAPHY AND DEGRADATION PROCESS FOR OPEN-HOLE CFRP COMPOSITE LAMINATES UNDER FATIGUE

José Vicente Calvo¹, Antonio R. Quiñonero², Norberto Feito², María Henar Miguélez¹, Eugenio Giner²

¹ Departamento de Ingeniería Mecánica.
Universidad Carlos III de Madrid.
Avda. Universidad 30, 28911 Leganés-España

² Instituto de Ingeniería Mecánica y Biomecánica-I2MB, Departamento de Ingeniería Mecánica y de Materiales.
Universitat Politècnica de València.
Camino de Vera s/n, 46022 Valencia-España
* Persona de contacto: jocalvoo@ing.uc3m.es

RESUMEN

La utilización de materiales compuestos como los polímeros reforzados con fibras de carbono (CFRP) es algo común hoy en día en la industria aeronáutica. Para obtener un mejor comportamiento estructural, estos materiales se combinan con metales, como el titanio (Ti). Sin embargo, para la utilización en estructuras aeroespaciales de los apilados CFRP/Ti es necesario realizar procesos de mecanizado, lo que introduce daños en el material. Se ha investigado el comportamiento a fatiga del material CFRP tanto con un taladrado de calidad como con brocas desgastadas, así como la influencia de la secuencia del taladrado en apilados Ti/CFRP y CFRP/Ti. Durante los ensayos, se han empleado técnicas no destructivas, como la termografía infrarroja. Esto permite distinguir tres etapas por las que pasa el material, siendo la primera un 5% de la vida a fatiga, donde predomina el daño por agrietamiento de la matriz y un calentamiento rápido. Una segunda etapa, que representa el 80% de la vida a fatiga, caracterizado por un aumento lento de la temperatura. Y finalmente una última etapa que representa el 15% de la vida a fatiga caracterizada por un aumento exponencial de la temperatura y la rotura de fibras.

PALABRAS CLAVE: CFRP, fatiga, termografía, apilados

ABSTRACT

The use of composite materials such as Carbon Fiber Reinforced Polymers (CFRP) is common nowadays in the aeronautical industry. To improve the structural behaviour, these materials are combined with metals, such as titanium (Ti). However, to use CFRP/Ti stacks in aerospace structures it is necessary to subject them to machining processes, which introduce damage to the material. In this work, the fatigue behaviour of the CFRP material has been investigated both with a good quality drilling and with a worn drill, as well as the influence of the drilling sequence when machining Ti/CFRP and CFRP/Ti stacks. During the tests, non-destructive techniques have been used, such as infrared thermography. This makes it possible to observe three different stages of the material, the first being 5% of the fatigue life, where damage due to the matrix cracking and rapid heating dominate. A second stage, which represents 80% of the fatigue life, is characterized by a slow increase in temperature. And finally, the last stage represents 15% of the fatigue life and it is characterized by an exponential increase in temperature and the rupture of fibres.

KEYWORDS: CFRP, fatigue, thermography, stacks

1. INTRODUCCIÓN

Los polímeros reforzados con fibras de carbono (CFRP) tienen un amplio rango de aplicación en la industria. Debido a su alta rigidez y resistencia específicas se emplean habitualmente en estructuras aeroespaciales [1]. Resulta de gran importancia en la industria evaluar los diseños con laminados compuestos considerando diferentes defectos y daños que se puedan introducir en el material. Además, el uso de estos materiales en grandes estructuras requiere la realización de uniones mecánicas empleando remaches o pernos. El método más

común para realizar estos mecanizados es mediante el taladrado mecánico con broca [2,3]. Sin embargo, esta operación es compleja debido al carácter abrasivo de las fibras, que puede introducir daños durante el taladrado, siendo la delaminación uno de los defectos introducidos más comunes [4,5]. Estos daños pueden afectar a la vida en servicio del componente [6,7].

En la industria aeroespacial es común combinar estos laminados de CFRP con aleaciones metálicas, para mejorar las propiedades del conjunto. Las combinaciones más comunes se realizan con aluminio (Al) [8,9] y titanio

(Ti) [10,11], siendo los apilados CFRP/Ti los que muestran mayores problemas a la hora de ser taladrados simultáneamente debido sus diferentes propiedades frente al mecanizado [12]. Durante el taladrado de estos apilados, se puede emplear el titanio como un soporte auxiliar para reducir los daños por delaminación inducidos en el CFRP por el taladrado [13]. Sin embargo, la calidad del agujero se ve afectada por más factores, como la fricción de la broca con el Ti, que produce virutas a altas temperaturas que permanecen en el interior del CFRP generando daños en las paredes internas del agujero [14-16]. Por tanto, cuando la secuencia de perforación es CFRP→Ti, aunque se reduzca el daño por delaminación, las virutas de alta temperatura producen quemaduras en el interior del orificio, en especial en la región de la interfaz CFRP/Ti, por lo que es necesario controlar el tamaño y eliminación de estas. Por otro lado, si la secuencia de perforación es Ti→CFRP se producirán quemaduras debido al calor de corte generado en el proceso de taladrado del Ti, generando daños térmicos en la pared del orificio, especialmente en la interfaz Ti/CFRP, así como defectos por delaminación a la salida del debido a la falta de soporte [17,18].

Las técnicas no destructivas son las herramientas más comunes y efectivas que se utilizan para obtener información de la evolución del daño durante los ensayos. Para el caso de polímeros laminados, algunas de las técnicas más extendidas son ultrasonidos C-scan [18], radiografía por rayos X [20], emisión acústica [21], termografía infrarroja (IRT) [22] y correlación digital de imagen (DIC) [23]. Estas técnicas permiten desarrollar y validar los modelos de progresión de daño para predecir el daño que aparece previo al fallo [24]. En este trabajo se ha empleado la técnica IRT para los ensayos de fatiga.

Diversos artículos en la actualidad tratan el tema de aplicar termografía para caracterizar la vida en servicio. M. Naderi et al [25] ya empleó la técnica de termografía en materiales compuestos para caracterizar la degradación de las propiedades a fatiga, basándose en la curva de enfriamiento. L. Zhang et al [26] desarrolló un método rápido basado en el calentamiento inicial en un ensayo a fatiga para estimar la vida en servicio en aluminio. Unos años después M. Liakat et al [27] demostró la posibilidad de estimar la vida restante de servicio a fatiga en materiales compuestos. También Yin Li et al [28] estudió mediante termografía las diferentes etapas en la vida a fatiga de un laminado compuesto CFRP tras un impacto, comprobando que se distinguen 3 fases diferenciadas.

En este trabajo se ha aplicado la termografía en laminados compuestos CFRP sometidos a mecanizados tanto con brocas nuevas, brocas desgastadas, o en apilados con Ti, con el objetivo de predecir la vida en servicio restante. También se ha estimado la extensión de las diferentes fases térmicas de la vida a fatiga en los laminados mecanizados en apilado CFRP/Ti.

2. BASE TEÓRICA

El daño a fatiga se puede considerar un proceso disipativo acompañado de una transformación de energía. En este trabajo se ha seguido el razonamiento presentado por Zhang et al [26], para el que si un volumen (V) es sometido a cargas cíclicas de energía mecánica (W), esta energía se debe disipar en forma de calor (Q) o almacenar como energía interna de deformación (U), llegando a la primera ley de la termodinámica (ecuación 1):

$$W = Q + U \tag{1}$$

La energía disipada en forma de calor se disipa de tres formas diferentes (ecuación 2), conducción, convección y radiación:

$$Q = \frac{1}{f} \cdot \left(\int_{A_{cd}} \lambda \cdot \text{grad} \vec{T} \cdot \vec{n} \cdot dA_{cd} + \int_{A_{cv}} \alpha \cdot (T - T_0) \cdot dA_{cv} + \int_{A_{ir}} e \cdot \beta \cdot (T^4 - T_0^4) \cdot dA_{ir} \right) \tag{2}$$

siendo λ la conductividad del material, α el coeficiente de convección, e la emisividad, β la constante de Stefan-Boltzmann, f la frecuencia, T la temperatura de la probeta, T_0 la temperatura ambiente y A_{cd} , A_{cv} y A_{ir} , las superficies de conducción, convección y radiación. La evolución de la temperatura en un ensayo de fatiga se puede dividir en tres etapas [28,29]. La primera fase se caracteriza por un incremento rápido de la temperatura, seguido de una segunda fase, donde la temperatura se estabiliza y aumenta de forma moderada. Finalmente, una tercera fase donde se produce de nuevo un incremento de la temperatura pronunciado (figura 1).

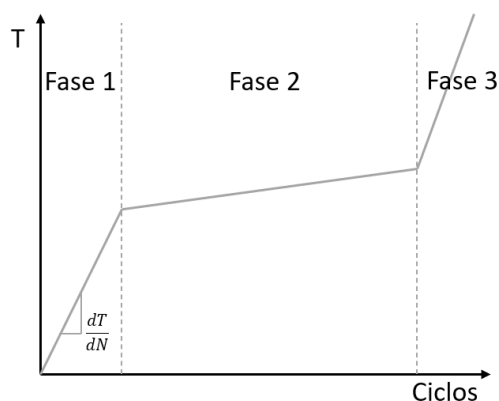


Figura 1. Evolución de la temperatura en un ensayo a fatiga.

En ese caso, suponiendo que la temperatura de las mandíbulas de la máquina y la probeta parten de la misma temperatura ambiente, y que toda la transmisión de calor dependerá del gradiente de temperatura, en el instante inicial se puede despreciar la disipación de energía por calor.

Por tanto, casi toda la energía mecánica es transformada en variación de energía interna. Esta energía interna se

puede dividir en dos términos: U_t , causada por el aumento de la temperatura, y U_s , causado por cambios en la microestructura del material (ecuación 3):

$$U = U_t + U_s = \frac{1}{f} \cdot \left(\rho \cdot c \cdot \frac{dT}{dt} \right) \cdot V + U_s \quad (3)$$

donde ρ es la densidad y c el calor específico. De nuevo, al tratarse de los instantes iniciales del ensayo, la contribución de la energía almacenada U_s puede despreciarse ya que la microestructura del material cambia ligeramente en el comienzo de la prueba. Por lo que definiendo la energía mecánica a partir de la energía de deformación por unidad de volumen se llega a:

$$W = \left(\oint \sigma_{ij} d\varepsilon_{ij} \right) \cdot V = \frac{1}{f} \left(\rho \cdot c \cdot \frac{dT}{dt} \right) \cdot V \quad (4)$$

donde σ_{ij} y ε_{ij} son las componentes del tensor de tensiones y deformaciones, respectivamente. Por tanto, la energía mecánica total en el proceso de fatiga (W_f) se asume constante, dependiente de la temperatura y el material. Feltner et al [30] considera que para vidas a fatiga mayores a $5 \cdot 10^4$ ciclos la energía mecánica por ciclo es constante:

$$W_f = N_f \cdot W \quad (5)$$

Siendo N_f la vida a fatiga. Al combinarse con la ecuación (4) y considerando $N = t \cdot f$, $\theta = (dT/dt) / f = dT/dN$ queda como:

$$N_f = \frac{W_f}{\frac{1}{f} \left(\rho \cdot c \cdot \frac{dT}{dt} \right) \cdot V} \rightarrow N_f \cdot \theta = C \quad (6)$$

donde C es un parámetro dependiente del material y la temperatura. De esta forma, se puede estimar la vida a fatiga a partir de la pendiente inicial de la temperatura.

3. METODOLOGÍA EXPERIMENTAL

Para los ensayos se ha empleado probetas fabricadas con 54 láminas preimpregnadas de fibra de carbono. Es un laminado simétrico con láminas orientadas a 0° , 90° y $\pm 45^\circ$ representativo del empleado en la industria aeroespacial. Las dimensiones de las probetas son de 150x25mm como se puede ver en la figura 2, con un espesor de 9.7mm.

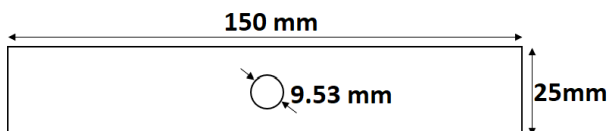


Figura 2. Dimensiones de las probetas.

Las probetas se han mecanizado para introducir un concentrador de tensiones centrado en la pieza de diámetro nominal de 9.53mm. El mecanizado se ha realizado con brocas de diferentes calidades, obteniendo probetas con un concentrador de tensiones de mejor calidad y otras con un mecanizado con más defectos.

También se ha mecanizado probetas de CFRP apiladas con una lámina de Ti de mismas dimensiones y espesor. El mecanizado se ha realizado en las dos direcciones de perforación posibles, tanto apilando el compuesto en la parte superior como con el laminado compuesto en la parte inferior como se puede ver en la figura 3.

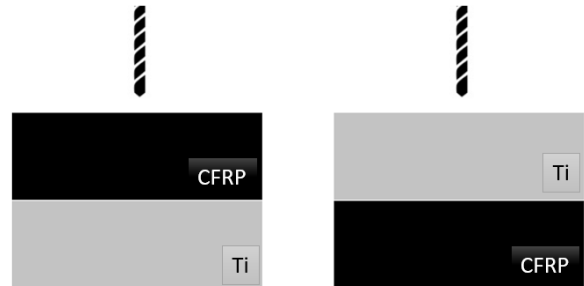


Figura 3. Mecanizado de los apilados CFRP/Ti y Ti/CFRP.

Para los ensayos se empleó una máquina de ensayos hidráulica INSTRON 8801 con una célula de carga de 100kN. El ensayo de fatiga se ha realizado a 2Hz alternando entre una carga máxima de 60kN y una mínima de 0kN (R=0). Se estableció un límite de ciclos en dos millones. El ensayo se realizó a temperatura ambiente. Para la obtención de los datos termográficos de la superficie de la probeta durante el ensayo se empleó la cámara termográfica infrarroja IR Testo 882 mostrada en la figura 4a.

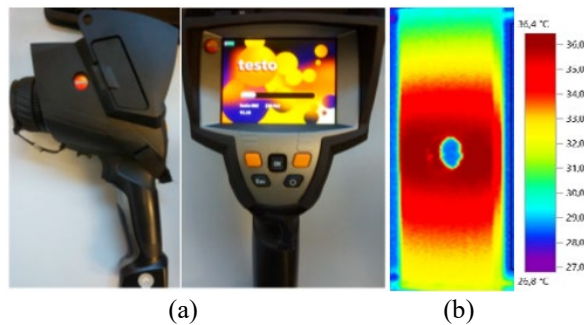


Figura 4. (a) Cámara termográfica Testo 882 y (b) ejemplo de imagen térmica de una probeta.

Posteriormente al ensayo, se emplea el programa informático de Testo, IRSoft. De esta forma se obtiene la evolución de la temperatura a lo largo del ensayo en toda la superficie de la probeta, pudiendo obtener el valor máximo que alcanza la temperatura en la probeta (figura 4b).

4. RESULTADOS

En primer lugar, se ha realizado el ensayo de tres probetas (lote denominado A) con el concentrador de tensiones mecanizado con brocas de buena calidad. Se ha medido la evolución de la temperatura máxima de la probeta a lo largo del ensayo. A esta temperatura se le ha descontado la temperatura ambiente. Se puede observar los resultados obtenidos en la gráfica de la figura 5. Para aplicar la ecuación 6 se ha obtenido el punto en el que se

produce el cambio de pendiente para determinar el final de la fase 1 y obtener así la pendiente inicial de la curva temperatura-ciclos. Los resultados se muestran en la tabla 1. Con estos datos, se ha obtenido un valor medio de la vida a fatiga de las muestras de $N_f = 86,989$ ciclos y una pendiente media de $\theta = 0.0011^\circ\text{C}/\text{ciclos}$. Aplicando la ecuación 6 se obtiene un parámetro $C = 95.237^\circ\text{C}$.

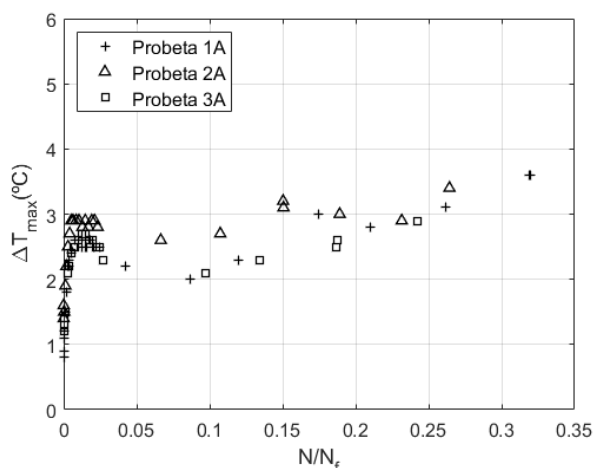


Figura 5. Evolución del incremento de temperatura de las probetas A.

Tabla 1. Resultados de las probetas A.

Probeta	Fase 1	N_f (Ciclos)	θ ($^\circ\text{C}/\text{ciclos}$)
P1A	1.83%	82,831	0.0011
P2A	1.47%	95,822	0.0010
P3A	1.49%	82,313	0.0012

A continuación, se ha ensayado otras tres probetas (lote B) con diferentes calidades de taladrado (figura 6). Se ha observado una reducción de la vida a fatiga media de hasta el 64% por realizar una perforación con una broca desgastada. Se ha obtenido la pendiente de la fase 1 de estas probetas y se ha calculado, con el valor del parámetro C obtenido con el lote A, su vida a fatiga estimada (N_f^*) con un error de hasta un 10%. Los resultados se muestran en la tabla 2.

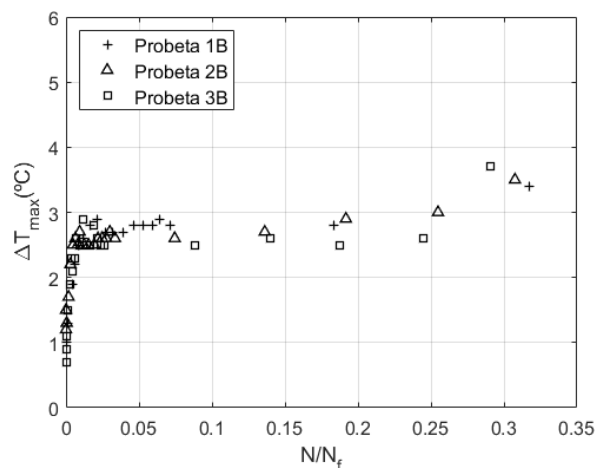


Figura 6. Evolución del incremento de temperatura de las probetas B.

Tabla 2. Resultados de las probetas B.

	Fase 1	N_f (Ciclos)	θ ($^\circ\text{C}/\text{ciclos}$)	N_f^* (Ciclos)	Error
P1B	2.11%	31,406	0.0031	30,722	-2.2%
P2B	1.54%	66,248	0.0013	73,259	10.6%
P3B	1.90%	85,311	0.0011	86 579	1.5%

Finalmente se han ensayado las probetas obtenidas por el taladrado con el apilado de CFRP/Ti. Las dos probetas del lote C corresponden al apilado Ti→CFRP y las dos probetas del lote D al CFRP→Ti. Se observa de nuevo una reducción de la vida a fatiga media del 64%, llegando a reducirse al 84% en la probeta 1D. Esto se debe a que durante el proceso de perforación la broca se quebró, introduciendo mayores daños a las paredes del orificio. Se ha obtenido el porcentaje que representa cada una de las fases en este caso, observando que la fase uno representa apenas el 3% inicial de la vida a fatiga, y la fase 3 aproximadamente el 15% final, en línea con lo visto en la bibliografía, como se puede ver en la figura 7. También se ha calculado la vida a fatiga estimada (N_f^*) con el parámetro C obtenido de las probetas A, obteniendo un valor dentro del orden de magnitud esperado (tabla 3).

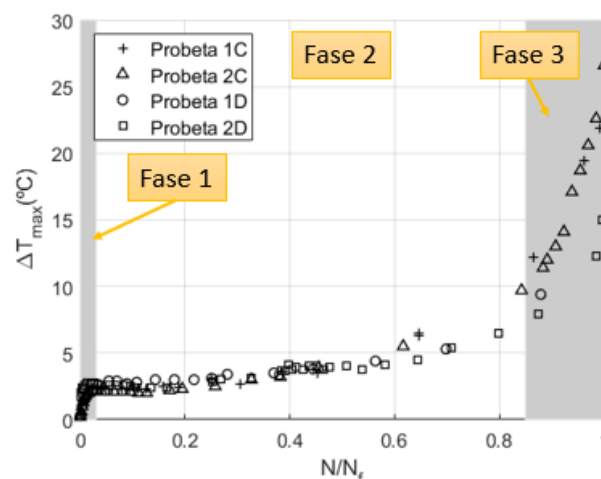


Figura 7. Evolución del incremento de temperatura de las probetas C y D.

Tabla 3. Resultados de las probetas C y D.

	Fase 1	Fase 3	θ ($^\circ\text{C}/\text{ciclos}$)
P1C	2.34%	86.50%	0.0027
P2C	1.62%	84.23%	0.0025
P1D	2.13%	69.82%	0.0060
P2D	1.37%	87.48%	0.0019
	N_f (Ciclos)	N_f^* (Ciclos)	Error
P1C	32,157	35,273	9.7%
P2C	31,744	27,211	-14.3%
P1D	14,161	15,873	12.1%
P2D	37,397	50,125	34.0%

Por último, también se ha detenido estos ensayos para dejar enfriar la probeta y reanudar el ensayo. De esa

forma se pueden obtener unas nuevas pendientes con las que estimar la vida a fatiga de probetas. Los tres ensayos se detuvieron a diferentes números de ciclos para ver la influencia que tiene en la pendiente de la fase I que la vida restante a fatiga sea menor. Los porcentajes de la N_f a los que se detuvieron los ensayos son 37%, 84% y 96%. Una vez retomado el ensayo se ha continuado hasta el fallo. En la figura 8 se puede observar las diferentes pendientes para la fase I en función de la vida a fatiga restante. De nuevo, se ha estimado la vida a fatiga restante (N_f^*) con las nuevas pendientes obtenidas y el parámetro C y se ha obtenido los resultados mostrados en la tabla 4.

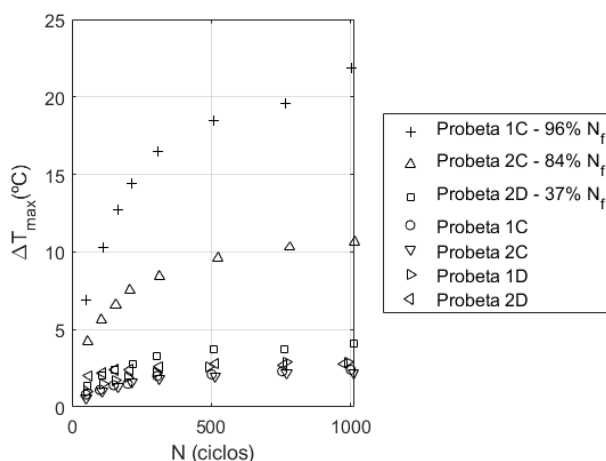


Figura 8. Evolución inicial de la temperatura para la fase I en probetas tras reanudar el ensayo.

Tabla 4. Resultados de las probetas tras reanudar los ensayos.

	$N_f^{restante}$ (Ciclos)	Θ (°C/ciclos)	N_f^* (Ciclos)	Erro r
P1C 96%	1,235	0.0632	1,507	22%
P2C 84%	4,965	0.0222	4,290	-14%
P3D 36%	23,562	0.0049	19,436	18%

5. CONCLUSIONES

De los resultados obtenidos se ha observado que emplear una broca desgastada para el mecanizado puede reducir considerablemente la vida en servicio del material compuesto hasta un 64%.

La perforación de apilados CFRP/Ti introduce daños que reducen considerablemente la vida a fatiga, igualando al uso de herramientas desgastadas. Además, la complejidad de taladrar los dos materiales combinados puede acabar generando defectos inesperados, como los causados por la rotura de una broca, lo que puede llevar a reducciones de la vida en servicio de hasta el 84%.

En los laminados compuestos CFRP la primera fase de evolución térmica representa menos del 5% de la vida en servicio, tanto para probetas mecanizadas de CFRP como para mecanizadas CFRP/Ti.

Obteniendo la pendiente inicial de la fase I se puede realizar estimaciones de la vida restante de la probeta, obteniendo resultados razonablemente aproximados en orden de magnitud, aunque es conveniente realizar una campaña de ensayos más amplia para confirmar las tendencias aquí presentadas.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecer la financiación recibida a través del programa FEDER, del Ministerio de Ciencia e Innovación y la Agencia Estatal de Investigación por el proyecto PID2020-118480RB-C21 y C22, PDC2021-121368-C21 y C22, y la ayuda predoctoral PRE2018-086277. También a la Generalitat Valenciana por el programa PROMETEO/2021/046 y el proyecto GV/2021/156.

REFERENCIAS

- [1] J.P. Davim, P. Reis. Drilling carbon fiber reinforced plastics manufactured by autoclave - experimental and statistical study. Mater. Des. (2003) 24: 315-324.
- [2] R. Vinayagamorthy. A review on the machining of fiber-reinforced polymeric laminates. J. Reinf. Plast. Compos. (2018) 37: 49-59.
- [3] N. Geier, J.P. Davim, T. Szalay. Advanced cutting tools and technologies for drilling carbon fibre reinforced polymer (CFRP) composites: A review. Compos. Part Appl. Sci. Manuf. (2019) 125: 105552.
- [4] N. Feito, J. Díaz-Álvarez, A. Díaz-Álvarez, J.H. Cantero, M.H. Miguélez. Experimental analysis of the influence of drill point angle and wear on the drilling of woven CFRPs. Materials (Basel) (2014) 7.
- [5] T.J. Grilo, R.M.F. Paulo, C.R.M. Silva, J.P Davim. Experimental delamination analyses of CFRPs using different drill geometries. Compos. Part B Eng. (2013) 45: 1344-1350.
- [6] B. Fiedler, K. Schulte. Reliability and Life Prediction of Composite Structures. Compos. Sci. Technol. (2006) 66: 615.
- [7] G. Seon, A. Makeev, Y. Nikishkov, E. Lee. Effects of defects on interlaminar tensile fatigue behavior of carbon/epoxy composites. Compos. Sci. Technol. (2013) 89: 194-201.
- [8] A. Pramanik, A.K. Basak, Y. Dong, P.K. Sarker, M.S. Uddin, G. Littlefair, A.R. Dixit, S. Chattopadhyay. Joining of carbon fibre reinforced polymer (CFRP) composites and aluminium alloys

- a review. *Compos. Part A: Appl. Sci. Manuf.* (2017) 101: 1–29.
- [9] D. Kim, A. Beal, P. Kwon. Effect of tool wear on hole quality in drilling of carbon fiber reinforced plastic-titanium alloy stacks using tungsten carbide and polycrystalline diamond tools. *ASME J. Manuf. Sci. Eng.* (2016) 138: 031006.
- [10] O. Pecat, E. Brinksmeier. Low damage drilling of CFRP/titanium compound materials for fastening. *Procedia CIRP* (2014) 13: 1–7.
- [11] J. Xu, A. Mkaddem, M.E. Mansori. Recent advances in drilling hybrid FRP/Ti composite: a state-of-the-art review. *Compos. Struct.* (2016) 135(1): 316–38.
- [12] O. Isbilir, E. Ghassemieh. Comparative study of tool life and hole quality in drilling of CFRP/titanium stack using coated carbide drill. *Mach. Sci. Technol.* (2013) 17(3): 380–409.
- [13] A. Faraz, D. Biermann, K. Weinert. Cutting edge rounding: an innovative tool wear criterion in drilling CFRP composite laminates. *Int. J. Mach. Tool Manuf.* (2009) 49: 1185–96.
- [14] M. Ramulu, T. Branson, D. Kim. A study on the drilling of composite and titanium stacks. *Compos. Struct.* (2001) 54(1): 67–77.
- [15] R. Melentiev, P.C. Priarone, M. Robiglio. Effects of tool geometry and process parameters on delamination in CFRP drilling: an overview. *Procedia CIRP* (2016) 45: 31–4.
- [16] E. Brinksmeier, R. Janssen. Drilling of multi-layer composite materials consisting of carbon fiber reinforced plastics (CFRP), titanium and aluminum alloys. *Ann CIRP* (2002) 51(1): 87–90.
- [17] Q. An, J. Dang, J. Li, C. Wang, M. Chen. Investigation on the cutting responses of CFRP/Ti stacks: With special emphasis on the effects of drilling sequences. *Compos. Struct.* (2020) 253: 112794.
- [18] Q. An, B. Zhong, X. Wang, H. Zhang, X. Sun, M. Chen. Effects of drilling strategies for CFRP/Ti stacks on static mechanical property and fatigue behavior of open-hole CFRP laminates. *Journal of Manufacturing Processes* (2021) 64: 409-420.
- [19] S. Senck, M. Scheerer, V. Revol, B. Plank, C. Hanneschläger, C. Gusenbauer, J. Kastner. Microcrack characterization in loaded CFRP laminates using quantitative two- and three-dimensional X-ray dark-field imaging. *Compos. Part A Appl. Sci. Manuf.* (2018) 115: 206–214.
- [20] S.C. Garcea, Y. Wang, P.J. Withers. X-ray computed tomography of polymer composites. *Compos. Sci. Technol.* (2018) 156: 305–319.
- [21] V. Arumugam, K. Saravanakumar, C. Santulli. Damage characterization of stiffened glass-epoxy laminates under tensile loading with acoustic emission monitoring. *Compos. Part B Eng.* (2018) 147: 22–32.
- [22] N. Feito, J.V. Calvo, R. Belda, E. Giner. An experimental and numerical investigation to characterize an aerospace composite material with open-hole using non-destructive techniques. *Sensors (Switzerland)*, 20 (2020), pp. 1-18
- [23] J.V. Calvo, N. Feito, M.H. Miguélez, E. Giner, Modeling the delamination failure under compressive loads in CFRP laminates based on digital image correlation analysis, *Composite Structures*, Volume 287, 2022, 115265.
- [24] L. Vergani, C. Colombo, F. Libonati. A review of thermographic techniques for damage investigation in composites. *Frat. ed Integrita Strutt.* (2014) 8: 1–12.
- [25] M. Naderi, A. Kahirdeh, M.M. Khonsari, Dissipated thermal energy and damage evolution of Glass/Epoxy using infrared thermography and acoustic emission. *Composites Part B: Engineering* (2012) 43(3): 1613-1620.
- [26] L. Zhang, X.S. Liu, S.H. Wu, Z.Q. Ma, H.Y. Fang, Rapid determination of fatigue life based on temperature evolution. *International Journal of Fatigue* (2013) 54: 1-6.
- [27] M. Liakat, M.M. Khonsari, Analysis and life prediction of a composite laminate under cyclic loading. *Composites Part B: Engineering* (2016) 84: 98-108,
- [28] Y. Li, R. Zhang, L. Li, P. Bao, W. Zhang, Z. Yang, G. Tian, A. Ming. Temperature variation and damage characteristic of impacted CFRP laminate using infrared thermography: Experimental investigation. *International Journal of Fatigue* (2018) 112: 130-137.
- [29] G. La Rosa, A. Risitano. Thermographic methodology for rapid determination of the fatigue limit of materials and mechanical components. *Int J Fatigue* (2000) 22: 65–73.
- [30] C.E. Feltner, J.D. Morrow. Microplastic strain hysteresis energy as a criterion for fatigue fracture. *J. Basic Eng.* (1961) 83: 15–22.

EVALUACIÓN DE LA INTEGRIDAD ESTRUCTURAL DE POLÍMEROS PROCESADOS POR TÉCNICAS DE FABRICACIÓN ADITIVA MEDIANTE DIAGRAMAS DE RESISTENCIA RESIDUAL

A.J. Cano, A. Salazar, J. Rodríguez

Grupo de Durabilidad e Integridad Mecánica de Materiales Estructurales.
Escuela Superior de Ciencias Experimentales y Tecnología. Universidad Rey Juan Carlos.
C/ Tulipán s/n, 28933 Móstoles-España
* Persona de contacto: alberto.cano@urjc.es

RESUMEN

Motivado por el papel cada vez más relevante que tienen los polímeros en aplicaciones estructurales donde soportan diferentes solicitaciones mecánicas, este estudio tiene como objetivo el análisis de la integridad estructural de polímeros a través de diagramas de resistencia residual basados en los modelos tipo Kitagawa-Takahashi y El Haddad. Los polímeros analizados han sido tanto los termoplásticos PLA, PETG y PA-12 como una resina termoestable procesados mediante diferentes técnicas de fabricación aditiva, FDM, SLS y DLP, así como con fabricación convencional. Para la obtención de los diagramas de resistencia residual se han realizado ensayos mecánicos en probetas lisas y en probetas con grietas de diferente longitud, así como ensayos de fractura. Del análisis de los resultados, se ha obtenido una predicción mediante el ajuste a un modelo semi-empírico que describa la integridad estructural en las zonas de grietas microestructuralmente cortas, de grietas largas y de grietas físicamente cortas.

PALABRAS CLAVE: resistencia residual, integridad estructural, polímeros procesados por fabricación aditiva, Kitagawa-Takahashi, El Haddad.

ABSTRACT

Motivated by the increasingly important role that polymers have in structural applications, this study aims to analyse the structural integrity of polymers through residual strength diagrams based on Kitagawa-Takahashi-type models and El Haddad. The polymers analysed have been thermoplastics, PLA, PETG and PA-12, as well as a thermosetting resin processed through different additive manufacturing techniques, FDM, SLS and DLP, and with conventional manufacturing.

To obtain the residual resistance diagrams, mechanical tests have been carried out on smooth specimens and on specimens with cracks of different lengths, as well as fracture tests. From the analysis of the results, a prediction has been obtained by fitting a semi-empirical model that describes the structural integrity in the areas of microstructurally short cracks, long cracks and physically short cracks.

KEYWORDS: residual strength, structural integrity, additive manufacturing polymers, Kitagawa-Takahashi, El Haddad.

1. INTRODUCCIÓN

La tolerancia al daño es la filosofía de trabajo de la Mecánica de la Fractura, disciplina que nació para abordar la resistencia residual de componentes fisurados. Inicialmente proyectada para ser aplicada a sólidos con grietas de cualquier tamaño, en los años sesenta se comprobó que no era aplicable a grietas microestructuralmente cortas [1], pues éstas no cumplen las leyes de la Mecánica del Medio Continuo [2], ni tampoco a grietas físicamente cortas, definidas en metales como aquellas cuyo tamaño es comparable a la zona de deformación plástica generada en la punta de la grieta en los que es aplicable la Mecánica de la Fractura

Elástica y Lineal (MFEL), es decir, inferiores a 1 ó 2 mm [2].

El problema de las grietas físicamente cortas es un problema acuciante y vigente en el análisis del comportamiento a fatiga puesto que su comportamiento no puede ser descrito con criterios basados en el campo de tensiones o de deformaciones ni con la aproximación de la Mecánica de la Fractura [3]. Los diagramas de Kitagawa-Takahashi [3] con la aproximación de El Haddad [4] son representaciones en escala doblemente logarítmica de la amplitud de tensión, $\Delta\sigma$, frente a la longitud de grieta, a , que producirán el fallo a fatiga. Su construcción se realiza a partir del límite de fatiga, $\Delta\sigma_f$, y

el umbral de oscilación del factor de intensidad de tensiones, ΔK_{th} . Basados en esta descripción, estos diagramas pueden extenderse al caso estático en lo que es conocido como diagramas de resistencia residual, los cuales son considerados como modificaciones del diagrama Kitagawa-Takahashi en los que el fallo por fatiga ocurre para $\frac{1}{2}$ ciclo [5-6]. En este caso se representa la resistencia máxima, σ , frente al tamaño del defecto y se construye a partir de la resistencia mecánica obtenida a partir de probetas lisas, σ_T , y la tenacidad de fractura, K_{IC} , obtenidas a partir de probetas agrietadas (Figura 1). Análogamente, el diagrama residual obtenido se puede dividir en tres zonas: ① región en la que el tamaño de los defectos es microestructuralmente corto y, por tanto, la resistencia mecánica no se ve afectada; ② la región de grietas largas descrita por la Mecánica de la Fractura; y una zona de transición, ③, en la que el comportamiento es no lineal, descrito por una ecuación semi-empírica análoga a la de El Haddad [5-6]:

$$\frac{\sigma}{\sigma_T} = \sqrt{\frac{l_0^s}{a + l_0^s}} \quad (1)$$

siendo l_0^s una longitud característica definida como la longitud de defecto que no modifica la resistencia mecánica del sólido. Esta longitud característica se denomina distancia crítica en la teoría de distancias críticas [7].

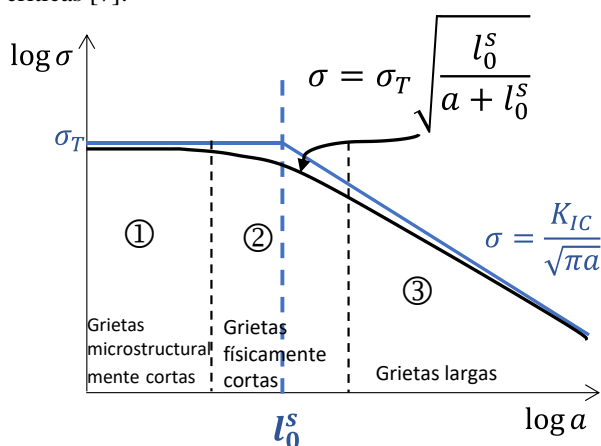


Figura 1. Diagrama de resistencia residual.

No duda cabe que los polímeros están ganando un papel cada vez más relevante en aplicaciones estructurales de distintos sectores tecnológicos, intensificado más aún con el asentamiento de las técnicas de fabricación aditiva. Por ello, el objetivo de este trabajo es evaluar la integridad estructural a través de los diagramas de resistencia residual de materiales poliméricos termoplásticos y termoestables procesados por técnicas de fabricación aditiva.

2. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

2.1. Materiales

Los materiales objeto de estudio han sido una resina termoestable fotocurable de grado comercial, y 3 polímeros termoplásticos: el ácido poliláctico (PLA), el poliéster de glicol (PETG) y la poliamida 12 (PA-12).

La resina termoestable con denominación comercial *Monocure 3D Clear Rapid*, fue fabricada mediante la técnica de procesamiento por luz digital (*Digital Light Projector, DLP*) utilizando un equipo *Creality LD-006* con un tiempo de curado de 6 s, una altura de capa de 50 μm y un post-procesado de 2 etapas: limpieza con isopropanol y post-curado de 3 minutos con luz UV.

En el caso del PLA y del PETG se ha utilizado la técnica de modelado por deposición de material fundido (*Fused Deposition Modelling, FDM*). El equipo utilizado fue el *BCN3D Sigma R19* con una altura de capa de 0.2 mm y una velocidad de impresión de 45 mm/min. En el caso del PLA la temperatura de extrusión fue de 205 °C y la del soporte de impresión de 50 °C mientras que en el PETG esas temperaturas han sido de 240 °C y 90 °C respectivamente. En ambos casos la orientación de deposición del filamento ha sido paralela a la dirección de aplicación de la carga en los ensayos, 0°.

Finalmente, para el procesado de la PA-12 se ha utilizado la técnica de fabricación aditiva de Sinterizado Selectivo por Láser (*Selective Laser Sintering, SLS*) y además también se ha llevado a cabo el estudio en muestras procesadas por la técnica convencional de moldeo por inyección (MI).

Para las probetas de PA-12 procesadas por SLS se utilizó un equipo EOS Formiga P-100 LS con láser de CO₂ con una potencia de 25 W utilizando como polvo de partida el PA2200 de la familia EOS. Durante el procesado, la temperatura de la cámara fue de 135.5 °C y la temperatura de la cama de polvo de 171.5 °C. Las probetas se fabricaron con un espesor de capa de 0.2 mm con dos orientaciones diferentes, una de ellas contenida en el plano de fusión, 0°, y la otra perpendicular al mismo, 90°. En el caso de las probetas fabricadas mediante MI, el material de partida fue PA-12 Evonik Vestamid en forma de pellets. La temperatura del molde fue de 60°C y el material se inyectó con una velocidad de 6-8 mm/s, con una presión de 10 MPa y con un tiempo de llenado de 2.1 s. En el molde se aplicó una fuerza de cierre de 1500 kN durante 6.5 s.

2.2. Caracterización mecánica

La caracterización mecánica se realizó en probetas tipo halterio, con dimensiones de 33x6x4 mm³ para SLS PA-12, 60x10x4 mm³ para MI PA-12 y 50x12x6 mm³ para la resina termoestable, PLA y PETG.

La rugosidad superficial ha sido medida en dirección 0° y 90° mediante un rugosímetro de contacto *Mitutoyo SJ-301* con un detector con radio de punta de 60 µm y un ángulo de punta de 60°.

La introducción de grietas se ha llevado a cabo mediante la técnica de *pressing* en PA-12 tanto SLS como MI, en el PLA, y en el PETG, mientras que en la resina se utilizó la técnica de deslizamiento de cuchilla (*razor sliding*) debido al rápido crecimiento de grieta. En ambas técnicas se ha empleado una cuchilla con un espesor de 0.3 mm y un radio de punta de 5.3 µm. El procedimiento para *pressing* ha sido el posicionamiento de la cuchilla en la posición previamente marcada y su introducción a baja velocidad en la probeta, mientras que en el *sliding* la cuchilla fue posicionada sobre la posición marcada en la probeta y deslizada hasta obtener el tamaño de grieta estimado. Las grietas introducidas han sido de 0.2, 0.3, 0.5, 1, 2, 2.5 y 3 mm de longitud nominal con 3 probetas por condición y material.

Los ensayos han sido realizados a 21 °C siguiendo las directrices de la norma ASTM D638 en una máquina electromecánica de ensayos universal *MTS Alliance RF/100* equipada con una célula de carga de ± 5 kN, una velocidad de desplazamiento de puente de 5 mm/min y con un extensómetro de contacto *MTS 634.12F-54* utilizado para medir la deformación axial.

La medición final de la grieta se realizó sobre la superficie de fractura mediante métodos ópticos con una lupa *MOTIC SMZ-168TL*.

3. RESULTADOS

La Tabla 1 muestra las medidas de rugosidad obtenidas. Éstas dan como resultado que la superficie más lisa y, por tanto, con el tamaño de defecto más pequeño se obtiene en las probetas de PA-12 fabricada mediante MI, siendo el siguiente valor el obtenido en la resina MONOCURE 3D y la rugosidad más alta la obtenida en ambas orientaciones de la PA-12 fabricada por SLS, mientras que el PLA y el PETG, ambos fabricados mediante FDM han mostrado valores intermedios.

Tabla 1. Rugosidad media R_a y la media de las distancias máximas pico-valle, R_z , para la MONOCURE 3D, PLA, PETG, MI PA-12 y SLS PA-12.

Material	R_a (µm)	R_z (µm)
MONOCURE 3D	0.1 ± 0.01	12 ± 2
PLA	1.6 ± 0.4	26 ± 8
PETG	2.4 ± 0.1	56 ± 4
SLS PA-12 0°	12 ± 1	69 ± 8
SLS PA-12 90°	12 ± 4	60 ± 20
MI PA-12	0.4 ± 0.2	3 ± 2

De los ensayos de tracción llevados a cabo en probetas sin grietas se ha obtenido la tensión máxima y

deformación a rotura de cada material, presentados en la Tabla 2 [8]. La tensión máxima (σ_T) más alta ha sido la del PLA, seguida de las obtenidas en PETG, en SLS PA-12 0° y 90°, en MI PA-12, siendo la menor la de la resina termoestable MONOCURE 3D. En relación a la deformación a rotura (ϵ_R), se ha obtenido el mayor valor para el PETG, llegando a deformaciones del 200%. Los siguientes valores, en orden decreciente y bastante lejanos a este son los de la MI PA-12, SLS PA-12 0° y 90°, MONOCURE 3D y, finalmente, la del PLA.

Tabla 2. Tensión máxima, σ_T , y deformación a rotura, ϵ_R , obtenidas en los ensayos de tracción de probetas lisas para la MONOCURE 3D, PLA, PETG, MI PA-12 y SLS PA-12.

Material	σ_T (MPa)	ϵ_T (%)
MONOCURE 3D	36 ± 1	8 ± 2
PLA	65 ± 1.5	2 ± 0.5
PETG	48 ± 1	200
SLS PA-12 0°	47 ± 1	27 ± 2
SLS PA-12 90°	44 ± 2	10 ± 4
MI PA-12	41 ± 1	64 ± 4

Las Figuras 2.a, 2.b y 2.c muestran los registros fuerza-desplazamiento representativos obtenidos de los ensayos de tracción llevados a cabo en probetas lisas y en probetas con grietas de diferentes longitudes para la resina MONOCURE 3D, la PA-12 SLS 0° y la PA-12 MI, respectivamente. La presencia de variaciones en la rigidez que se observa en las figuras se debe a pequeñas variaciones dimensionales entre las probetas ensayadas. Se observa como la fuerza a rotura decrece cuando el tamaño de grieta aumenta, alcanzando además un menor desplazamiento. Además, en el material MONOCURE 3D (Figura 2.a) se observa como la presencia de grietas afecta en gran medida a la capacidad resistente del mismo, mientras que en el caso de la PA-12 fabricada por SLS con orientación 0° (Figura 2.b) y la PA-12 fabricada mediante moldeo por inyección (Figura 2.c) sufren una caída más escalonada de la capacidad resistente al aumentar la longitud de grieta. Además, la capacidad resistente disminuye con grietas superiores a 0.7 mm y 1 mm para la PA-12 SLS 0° y PA-12 IM, respectivamente, mientras que, para grietas de menor longitud, la capacidad resistente se mantiene, pero sí se produce una disminución de ductilidad.

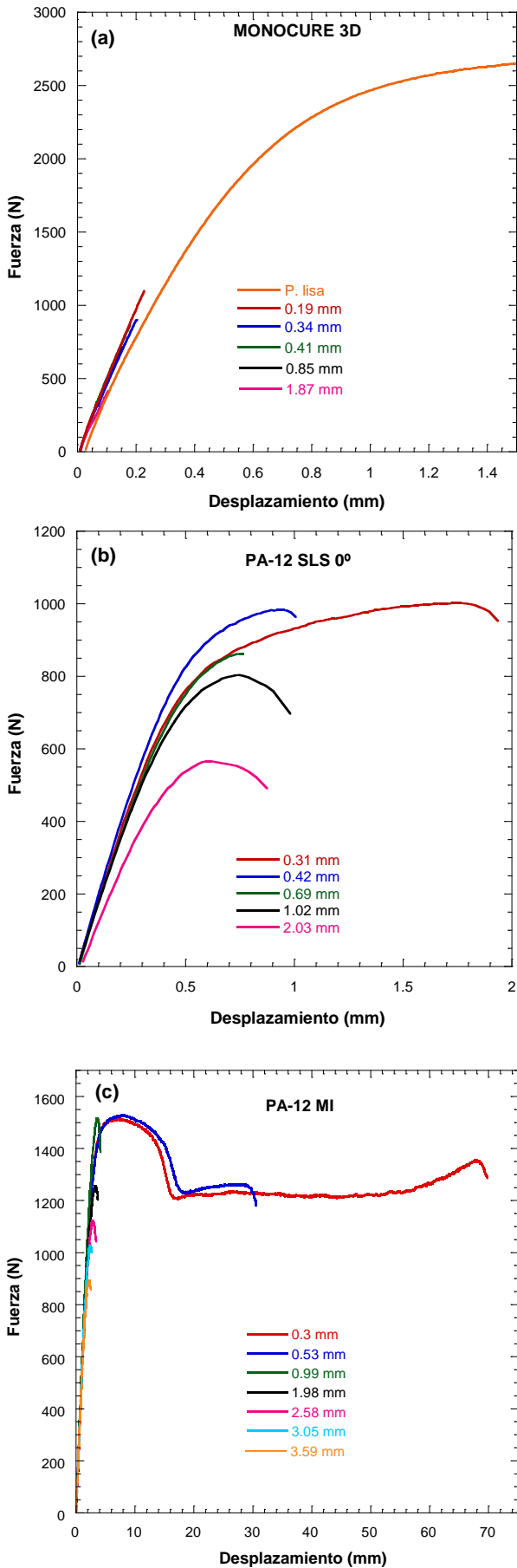


Figura 2. Registros fuerza-desplazamiento obtenidos en ensayos de tracción realizados en probetas lisas y con grietas de diferente longitud en (a) MONOCURE 3D, (b) PA-12 SLS 0° y (c) PA-12 MI.

4. DISCUSIÓN

Los resultados experimentales obtenidos se pueden combinar en un diagrama de resistencia residual, representando la tensión máxima obtenida frente a la longitud de grieta. La Figura 3 muestra estos diagramas para todos los materiales ensayados, incluyendo el ajuste de los datos experimentales a la ecuación 1, y cuyos parámetros σ_T y l_0^S obtenidos se muestran en la Tabla 3.

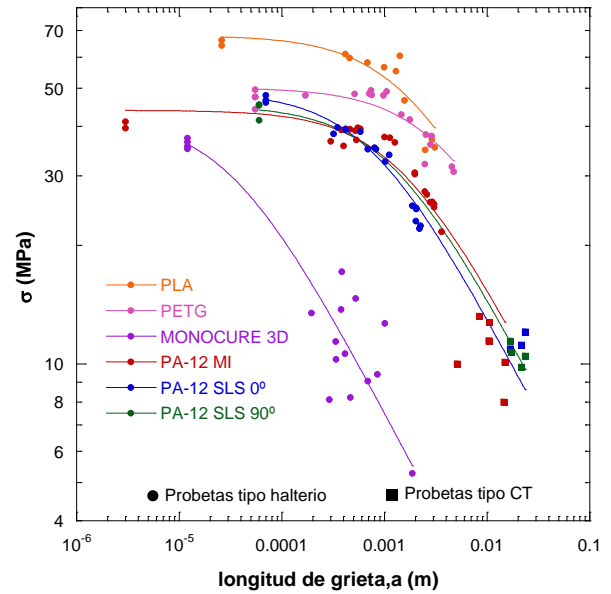


Figura 3. Diagrama de resistencia residual de la resina MONOCURE 3D, y los polímeros termoplásticos PLA, PETG, PA-12 SLS 0°, PA-12 SLS 90° y PA-12 MI.

Para ubicar los puntos correspondientes en las probetas sin grieta, se ha elegido la rugosidad superficial (R_z de la Tabla 1) como tamaño de defecto inicial. Además, se han incluido los resultados de los ensayos de fractura, presentados en anteriores congresos del GEF, llevados a cabo en probetas CT en PA-12 MI, PA-12 SLS 0° y PA-12 SLS 90° [8,9].

Tabla 3. Tensión máxima, σ_T , longitud característica, l_0^S , y tenacidad de fractura calculada como $\sigma_T \sqrt{\pi l_0^S}$ [7] obtenidos a partir de los ajustes de la ecuación 1 de cada material. Se incluye el valor de K_{IC} obtenido en ensayos experimentales en probetas CT [8,9].

Material	σ_T (MPa)	l_0^S (mm)	$\sigma_T \sqrt{\pi l_0^S}$ (MPa \sqrt{m})	K_{IC} (MPa \sqrt{m})
MONOCURE 3D	42 ± 3	0.032 ± 0.008	0.4	0.5 ± 0.03
PLA	68 ± 3	1.6 ± 0.4	4.8	4.8 ± 0.5
PETG	50 ± 1	3.5 ± 0.7	5.2	5.6 ± 1.5

SLS PA-12 0°	49 ± 1	0.75 ± 0.08	2.4	3.2 ± 0.2
SLS PA-12 90°	45 ± 1	1.1 ± 0.2	2.6	2.9 ± 0.2
MI PA-12	44 ± 2	1.4 ± 0.2	2.9	3.1 ± 0.4

En primer lugar, se observa que los valores de la resistencia a tracción y de la tenacidad de fractura resultantes del ajuste a la ecuación 1 son similares a los valores medidos experimentalmente (Tablas 2 y 3). Esto indica que el modelo (ecuación 1) reproduce adecuadamente el comportamiento en las regiones de grietas microestructuralmente cortas y largas, pero además aporta información en la región de grietas físicamente cortas donde los métodos de caracterización están peor definidos.

En toda esta descripción, la longitud característica l_0^S juega un papel principal. Como se observa en la Tabla 3, los materiales inminente frágiles como la resina presentan valores de l_0^S del orden de micras, siendo por tanto, muy sensibles a la presencia de defecto. Por el contrario, los termoplásticos más dúctiles como el PETG tienen mucha más capacidad de soportar la presencia de defectos sin que se reduzca su resistencia, lo que se manifiesta en valores de l_0^S sustancialmente más elevados.

La interpretación física más evidente está relacionada con el tamaño de defecto que produce una disminución significativa de la capacidad resistiva del componente. Aunque se ha intentado en numerosas ocasiones relacionar l_0^S con características microestructurales, el éxito ha sido relativo ya que parece que otros factores, entre ellos la geometría, puede afectar a lo.

A partir de los parámetros de ajuste mostrados en la Tabla 3, se ha obtenido el diagrama de resistencia residual normalizado, representando la resistencia normalizada, σ/σ_T , frente al tamaño de grieta normalizado, a/l_0^S . Este diagrama se muestra en la Figura 4, donde se puede observar que los resultados de los diferentes materiales ensayados quedan agrupados a la relación mostrada en la ecuación 1.

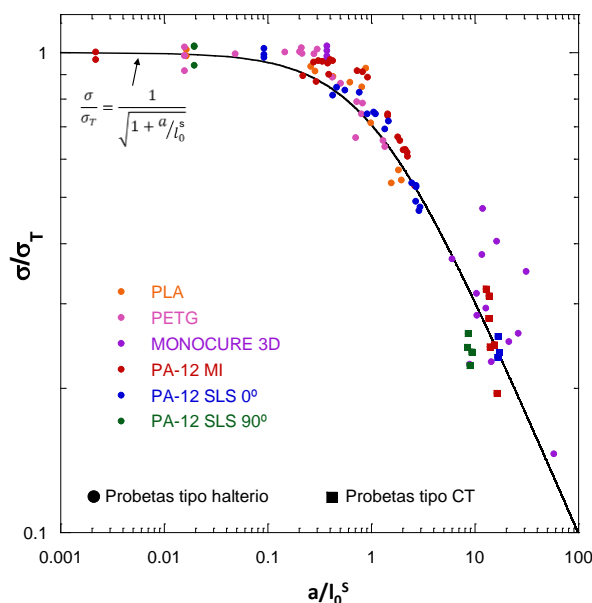


Figura 4. Diagrama de resistencia residual normalizado según la tensión de cedencia de cada material y de su longitud característica, l_0^S , de MONOCURE 3D, PLA, PETG, PA-12 SLS 0°, PA-12 SLS 90° y PA-12 MI. Se incluyen los datos obtenidos en ensayos de fractura llevados a cabo en probetas CT

5. CONCLUSIONES

En este trabajo se ha estudiado la integridad estructural de la resina termoestable MONOCURE 3D y de los polímeros termoplásticos PLA y PETG fabricados por FDM y de la PA-12 fabricada mediante SLS y por moldeo por inyección a través de los diagramas de resistencia residual. El modelo semi-empírico basado en el de El Haddad ha permitido analizar el comportamiento en las regiones de grietas microestructuralmente cortas y largas y aportar información sobre la región de grietas físicamente cortas. Los parámetros resultantes del ajuste de los datos experimentales coinciden con los valores de los parámetros medidos experimentalmente y el valor de la longitud característica ha permitido clasificar los distintos materiales poliméricos atendiendo a su sensibilidad a la presencia de defectos.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecer a la Agencia Estatal de Investigación (AEI) la financiación a través de los proyectos DPI2016-80389-C2-1-R y PID2019-108968RB-I00.

REFERENCIAS

- [1] R.A. Smith, Short fatigue cracks. Fatigue mechanics: advances in quantitative measurement of physical damage, ASTM STP (1983).

- [2] R.I. Stephens, A. Fatemi, R.R. Stephens, H.O. Fuchs, *Metal Fatigue in Engineering* (2nd ed), New York, Wiley, 2001.
- [3] H. Kitagawa, S. Takahashi, Applicability of fracture mechanics to very small cracks or the cracks in the early stage. Proceedings of second international conference on mechanical behaviour of materials. Metals Park: American Society for Metals; 1976. p. 627–31.
- [4] M. El Haddad M, T. Topper, K. Smith, Prediction of non-propagating cracks. *Eng. Fract. Mech.* (1979) 11:573–84.
- [5] M. Ciavarella, F. Monno, On the possible generalizations of the Kitagawa-Takahashi diagram and of the El Haddad equation to finite life, *Int. J. Fatigue* (2006) 28 [12]: 1826–1837.
- [6] K. Sadananda, S. Sarkar, Modified Kitagawa diagram and transition from crack nucleation to crack propagation. *Metallurgical and Materials Transition A* (2013) 44A:1175-1189.
- [7] D. Taylor, *The theory of critical distances. A new perspective in Fracture Mechanics*. (1st ed), Oxford, Elsevier, 2007.
- [8] A.J. Cano, A. Salazar and J. Rodríguez, "Effect of temperature on the fracture behavior of polyamide 12 and glass-filled polyamide 12 processed by selective laser sintering," *Engineering Fracture Mechanics*, vol. 203, pp. 66-80, 2018.
- [9] A.J. Cano, "Fatigue behaviour of Polyamide 12 processed by Selective Laser Sintering", Tesis doctoral, 2021, Universidad Rey Juan Carlos.

ENSAYO MINIATURA DE PUNZONADO PARA FLUENCIA-RECUPERACIÓN (SPCRT): ESTUDIO EXPERIMENTAL EN POLÍMEROS Y ASPECTOS ESPECÍFICOS DE SU PUESTA A PUNTO

J. Calaf-Chica^{1*}, P.M. Bravo Díez¹, M. Preciado Calzada¹

¹ Grupo en Ciencia e Ingeniería de Materiales (Grupo CIMa).
Escuela Politécnica Superior (Campus Vena). Universidad de Burgos.
Av. Cantabria s/n, 09006 Burgos-España

* Persona de contacto: jcalaf@ubu.es

RESUMEN

El ensayo miniatura de punzonado para fluencia-recuperación (SPCRT) aplica una metodología para la estimación de una propiedad característica de los polímeros y biomateriales: la viscoelasticidad. Se trata de un ensayo que permite estimar los coeficientes del módulo relativo α_i y tiempo de relajación τ_i de un modelo viscoelástico basado en series de Prony equivalente al que se obtendría de un ensayo de fluencia-recuperación a tracción o compresión. Ello permite estimar propiedades inherentes a materiales poliméricos con un mínimo de material, pero el estudio experimental desarrollado hasta la actualidad se encuentra limitado al PVC.

El objetivo de este trabajo se centró en un estudio de la influencia de distintos parámetros de configuración del utillaje en el resultado del ensayo SPCRT y sumar, a los ensayos ya realizados y publicados sobre PVC, una batería de ensayos para otros materiales poliméricos (Polietileno PE APM 500, Delrin® POM-C, Nylon PA6 y Teflón® PTFE). En relación con el análisis de la configuración del ensayo, se evaluó la influencia del par de apriete de las matrices sobre la probeta y el espesor de ésta en las constantes de las series de Prony estimadas.

PALABRAS CLAVE: SPT, SPCRT, viscoelasticidad, series de Prony

ABSTRACT

The Small Punch Creep-Recovery Test (SPCRT) applies a methodology for the estimation of a characteristic property of polymers and biomaterials: their viscoelasticity. This miniature test allows estimating the relative moduli α_i and relaxation times τ_i of a viscoelastic model based on Prony series equivalent to that obtained from a tensile or compression creep-recovery test. This allows estimating properties inherent to polymeric materials with a minimum of material, but the most recent experimental tests are limited to PVC.

The aim of this investigation was focused on: a study of the influence of different set-up parameters on the result of the SPCRT test; and experimental tests for other polymeric materials (Polyethylene PE HMW 500, Delrin® POM-C, Nylon PA6 y Teflon® PTFE). Related to the analysis of the SPCRT set-up, this study evaluated the influence of the tightening torque of upper and lower dies on the specimen and the specimen thickness on the estimated coefficients of the Prony series.

KEYWORDS: SPT, SPCRT, viscoelasticity, Prony series

INTRODUCCIÓN

El ensayo miniatura de punzonado (SPT) lleva siendo abordado por la comunidad científica desde hace ya cerca de cuatro décadas desde que Manahan *et al.* lo desarrollaran en 1981 [1]. Un ensayo inicialmente diseñado para abordar la pérdida de ductilidad de aceros en entornos de alta radiación nuclear ha derivado en un ensayo transversal con múltiples aplicaciones para la estimación de distintas propiedades mecánicas: módulo de elasticidad, límite elástico, resistencia a la tracción, tenacidad a fractura, *creep*, temperatura de transición dúctil-frágil, fatiga, etc [2-4]. Los trabajos publicados hasta ahora abordan su uso en distintas aleaciones

metálicas (aceros, aluminios, titanios, bronce, superaleaciones, etc.) y se han acometido varias incursiones en el mundo de los polímeros.

La aplicación del SPT en polímeros se inició por parte de Kurtz *et al.* en 1997 [5], con la publicación de un trabajo que pretendía hallar una ecuación de correlación con la que estimar el módulo de elasticidad del polietileno de ultra-alto peso molecular (UHMWPE). De este trabajo es interesante destacar que al llevar a cabo ensayos cíclicos de SPT se observaba una elevada fluencia viscosa. Tras este primer acercamiento a los polímeros, a lo largo de los años se han ido publicando distintos trabajos que han abordado la caracterización de propiedades mecánicas

inherentes al ensayo uniaxial de tracción para una amplia selección de materiales poliméricos (PMMA, PEEK, PCU, PVC, PP, PET, EVOH, etc.) [6-7].

En 2021, Calaf-Chica *et al.* publicaron un trabajo que buscaba extender la transversalidad del ensayo SPT hacia una nueva propiedad mecánica propia de los materiales poliméricos: la viscoelasticidad [8]. Para ello, se realizaron simulaciones sistemáticas basadas en el Método de los Elementos Finitos (MEF) con materiales hipotéticos que tenían propiedades elásticas y plásticas idénticas (módulo de Young, coeficiente de Poisson y límite elástico), y distintas propiedades viscoelásticas. Para la definición de las propiedades viscosas, se hizo uso de un modelo basado en series de Prony, en el que la viscoelasticidad viene definida por los módulos relativos α_i y los tiempos de relajación τ_i . Estos coeficientes controlan la evolución del módulo de cortadura (G) y de compresibilidad (K) a lo largo del tiempo. La ecuación (1) muestra la serie de Prony para el módulo elástico (E):

$$E(t) = E_0 \left[1 - \sum_{i=1}^N \alpha_i \left(1 - e^{-\frac{t}{\tau_i}} \right) \right] \quad (1)$$

donde E_0 es el módulo elástico inicial.

Esta adaptación del ensayo SPT para la caracterización de la viscoelasticidad, bautizada como ensayo miniatura de punzonado para fluencia-recuperación (SPCRT), tiene la misma configuración (geometría de utillaje y probetas) que un ensayo SPT. La principal diferencia radica en la secuencia de aplicación de cargas y desplazamientos del punzón, donde el proceso seguido en el ensayo SPCRT es el siguiente (ver figura 1):

1. Avance del punzón hasta un desplazamiento de 0.10 mm.
2. Se mantiene la carga alcanzada en el desplazamiento indicado en (1) durante un tiempo t .
3. Se retira la carga con control de desplazamiento.
4. Se registra la recuperación (desplazamiento) de la probeta sin carga.

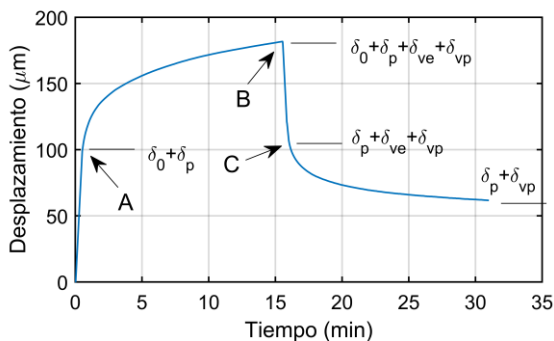


Figura 1. Curva desplazamiento-tiempo (ensayo SPCRT).

La figura 1 muestra que durante el proceso de fluencia inicial (curva AB), se producen fenómenos tanto viscoelásticos como viscoplásticos. Es tras la descarga (curva BC) y durante la fase de recuperación (a partir de C) donde tan solo se observan fenómenos viscoelásticos.

Del ensayo SPCRT se obtiene una curva de rigidez k dependiente del tiempo (ecuación (2)):

$$k(t) = \frac{P_B}{\delta_B - \delta(t)} \quad (2)$$

Aplicando una regresión por mínimos cuadrados en base a una serie de Prony para la curva experimental basada en la ecuación (2), pueden estimarse los parámetros α_i y τ_i (parámetros del modelo viscoelástico del material), siempre que el tiempo utilizado para la fase de descarga (tramo BC) esté órdenes de magnitud por debajo de los tiempos de relajación τ_i estimados.

El ensayo SPCRT ha tenido hasta ahora una limitada verificación experimental, centrada en un único material polimérico: el PVC. La investigación que se presenta en este artículo busca extender este trabajo experimental a una mayor selección de polímeros con la que reforzar las conclusiones obtenidas de las simulaciones MEF efectuadas hasta ahora.

METODOLOGÍA

Se llevaron a cabo ensayos compresión-recuperación y SPCRT en cuatro polímeros: APM 500, POM-C, PA6 y PTFE suministrados en barra de 10 mm de diámetro. Las probetas de compresión-recuperación se cortaron para lograr alturas de entre 9.5 y 10.5 mm con tolerancias 0.010 mm entre caras. Las probetas SPCRT se cortaron con distintos espesores y tolerancias de 0.010 mm en espesor. Las probetas de compresión se utilizaron tanto para los ensayos compresión-recuperación como para la realización de ensayos de compresión con los que estimar las curvas tensión-deformación ingenieril y el módulo de elasticidad E y límite elástico σ_y de cada material.

Para los ensayos compresión-recuperación se procedió con la siguiente secuencia de ensayo:

1. Avance del cabezal hasta alcanzar una determinada carga de ensayo P_0 .
2. Se mantiene la carga P_0 durante 15 minutos.
3. Se retira la carga y se registra la recuperación (desplazamiento) de la probeta sin carga durante 15 minutos.

Para cada material se realizaron ensayos a distintas cargas P_0 para mostrar la influencia de ésta en la recuperación viscoelástica del material. La tabla 1 reúne los distintos valores elegidos para esta carga de fluencia P_0 . Se eligieron cinco valores que cubrieran todo el régimen elástico, calculado en base a un offset del 0.5%, salvo en el caso del POM C que incluyó una sexta carga por encima de ese límite. La decisión de utilizar este offset se basó en la no linealidad que la viscoelasticidad introducía en la fase elástica del ensayo de compresión.

El ensayo compresión-recuperación registraba una curva deformación-tiempo semejante a la de la figura 1, salvo por el hecho de que la deformación era posteriormente adimensionalizada con la altura inicial de cada probeta y,

las cargas de fluencia eran divididas por el área inicial de la sección para obtener la tensión de fluencia. Posteriormente se aplicaba la ecuación (3), que es similar a la (2), para la obtención del módulo elástico dependiente del tiempo en el tramo de recuperación de la curva, y se adimensionalizaba la ecuación (3) con respecto a la rigidez inicial $\sigma_B/(\varepsilon_B - \varepsilon_C)$ (ver ecuación (4)).

$$E(t) = \frac{\sigma_B}{\varepsilon_B - \varepsilon(t)} \quad (3)$$

$$E_r(t) = \frac{\varepsilon_B - \varepsilon_C}{\varepsilon_B - \varepsilon(t)} \quad (4)$$

Tabla 1. Cargas de fluencia de los ensayos de compresión-recuperación

Material	P_0 (N)					
POM C	1000	2000	3000	4000	5000	6000
PA 6	500	1000	1500	2000	2500	-
APM500	250	500	750	1000	1250	-
PTFE	150	300	450	600	750	-

Como ya se comentó en la introducción, los tiempos de descarga (tramo BC de la figura 1) debían ser lo más breves posibles. Esto se debe a que, durante la descarga, se iniciaban los procesos de recuperación viscoelástica. Si las τ_i 's deducidas eran parecidas a los tiempos de descarga, una parte importante de la recuperación viscoelástica quedaría contenida en la propia fase de descarga.

Para el caso de materiales con τ_i 's pequeñas, podría recurrirse a un estudio analítico que predijera el comportamiento viscoelástico durante la fase de descarga, evitando así la mencionada necesidad de brevedad en esta fase del ensayo. Para ello se recurrió al modelo físico en el que se basa la respuesta viscoelástica bajo series de Prony: el modelo de Maxwell-Wiechert. Para el desarrollo del modelo se implementaron dos ramas Maxwell, ya que con la mencionada configuración pueden conformarse respuestas viscoelásticas lo suficientemente complejas como para imitar con fidelidad la respuesta de los polímeros a evaluar (ver figura 3).

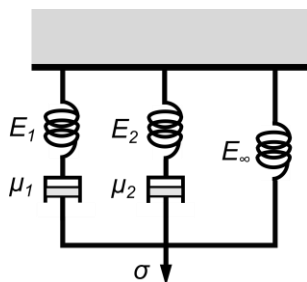


Figura 3. Modelo de Maxwell-Wiechert con 2 ramas Maxwell

Los coeficientes de este modelo de muelles y amortiguadores representan al mismo modelo viscoelástico que se obtiene del uso de las series de Prony. En concreto, el comportamiento viscoelástico de un material vendría representado, en el caso del modelo analítico de Maxwell-Wiechert, por tres rigideces (E_∞ ,

E_1 , y E_2) y dos viscosidades dinámicas (μ_1 y μ_2), y en el caso de la serie de Prony, por una rigidez inicial (módulo elástico E), dos módulos relativos α_i y dos tiempos de relajación τ_i . El número de coeficientes sería el mismo.

La ecuación (5) muestra la ecuación diferencial que rige la respuesta en deformación $\varepsilon(t)$ del modelo Maxwell-Wiechert ante una tensión $\sigma(t)$.

$$\left(\frac{\mu_1 \mu_2 E}{E_1 E_2}\right) \frac{d^2 \varepsilon}{dt^2} + \left(\mu_1 + \mu_2 + \frac{\mu_1 E_\infty}{E_1} + \frac{\mu_2 E_\infty}{E_2}\right) \frac{d\varepsilon}{dt} + E_\infty \varepsilon = \left(\frac{\mu_1 \mu_2}{E_1 E_2}\right) \frac{d^2 \sigma}{dt^2} + \left(\frac{\mu_1}{E_1} + \frac{\mu_2}{E_2}\right) \frac{d\sigma}{dt} + \sigma \quad (5)$$

donde $E = E_\infty + E_1 + E_2$.

Debido a la complejidad de esta ecuación diferencial, se optó por resolverla por métodos numéricos. En concreto se desarrolló un algoritmo en Python en base al método Runge-Kutta-Fehlberg (RKF), que aplica un método de Runge-Kutta de cuarto y quinto orden con el objetivo de estimar un error de aproximación. El algoritmo permitía lanzar cualquier tipo de tensión dependiente del tiempo, dando como respuesta la deformación a lo largo del tiempo para el modelo de Maxwell-Wiechert de la figura 3. Con ello, se aplicó en el algoritmo la misma secuencia de carga de los ensayos experimentales compresión-recuperación y SPCRT. Esto permitía tener en cuenta la recuperación viscoelástica que se produce durante la fase de descarga de los ensayos, pudiendo estimar de forma correcta las constantes del modelo Maxwell-Wiechert de cada material para cada carga de fluencia. Con las constantes Maxwell-Wiechert ya estimadas, se lanzaba de nuevo el algoritmo con una fase de descarga (tramo BC) de tiempo despreciable, que permitía obtener una fase de recuperación viscoelástica con la que poder estimar de forma correcta las constantes de la serie de Prony equivalente en base a una regresión por mínimos cuadrados de la salida del algoritmo. Se llevaron a cabo ensayos con dos probetas de PA6 para cargas de fluencia de 500 N y tiempos de descarga distintos (22 s y 1 min 34 s), para demostrar la capacidad del algoritmo a la hora de tener en cuenta las deformaciones viscoelásticas producidas durante la fase de descarga del ensayo.

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

La figura 4 muestra las curvas tensión-deformación ingenieril para los materiales poliméricos y la tabla 2 reúne la estimación de los valores del módulo elástico E y el límite elástico σ_y . A partir de estas curvas se definieron las cargas de fluencia P_0 que se aplicaron en los ensayos compresión-recuperación (ver tabla 1).

Tabla 2. Módulos y límites elásticos estimados de los ensayos de compresión

Material	POM C	PA 6	APM500	PTFE
E (MPa±%)	3160±4	1285±2	802±10	399±10
σ_y (MPa±%)	57.7±4.6	28.1±1.7	14.4±4.7	9.0±4.7

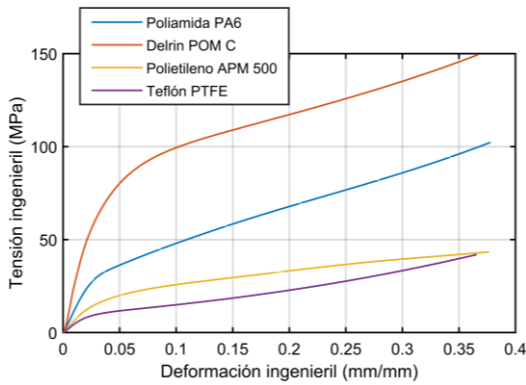


Figura 4. Ensayos de compresión

La figura 5 muestra la evolución de la deformación a lo largo del tiempo de los ensayos compresión-recuperación del AP6 con carga de fluencia de 500 N y distintos tiempos de descarga. Aplicando la ecuación (4) a ambas curvas, se obtiene la evolución del módulo relativo E_r (ver figura 6). Se observa que el ensayo con mayor tiempo de descarga muestra, aparentemente, menor viscoelasticidad. En realidad, lo que acontece es que, en ambos casos, parte de la recuperación viscoelástica acontece durante la propia descarga. Las curvas punteadas de la figura 6 muestran la aplicación del algoritmo que simula el modelo de Maxwell-Wiechert para estimar las propiedades viscoelásticas teniendo en cuenta los periodos de descarga, y representan la recuperación viscoelástica que se observaría para tiempos de descarga despreciables. La similitud de ambas curvas demuestra que el algoritmo simula correctamente la viscoelasticidad que se pierde durante la fase de descarga.

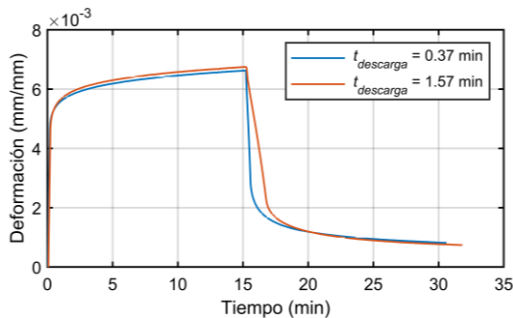


Figura 5. Ensayos compresión-recuperación (PA6)

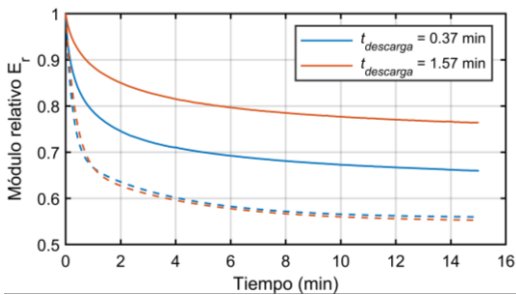


Figura 6. Recuperación viscoelástica (ensayos compresión-recuperación PA6)

Las figuras 7 a 10 muestran la evolución de la deformación a lo largo del ensayo compresión-recuperación para cada material y carga de fluencia P_0 .

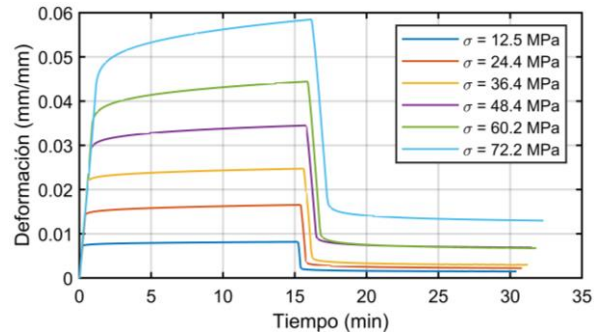


Figura 7. Ensayos compresión-recuperación (POM C)

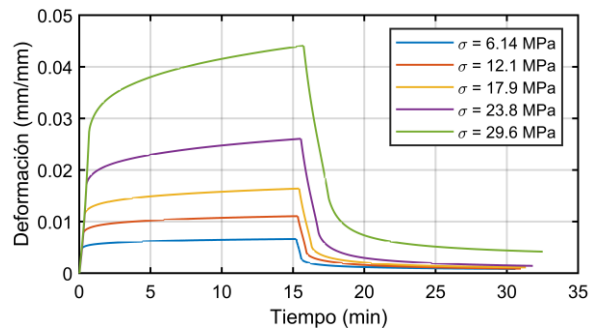


Figura 8. Ensayos compresión-recuperación (PA6)

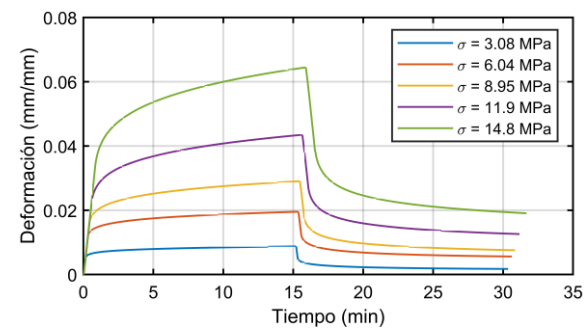


Figura 9. Ensayos compresión-recuperación (APM500)

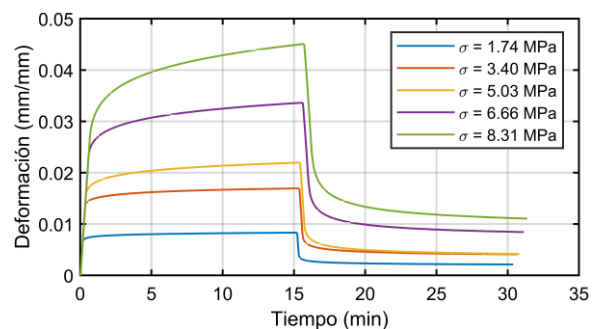


Figura 10. Ensayos compresión-recuperación (PTFE)

La figura 11 muestra las curvas de desplazamiento del punzón a lo largo del tiempo para los ensayos SP CRT. En todas estas curvas, se aplicó la ecuación (4) al tramo de recuperación, con la peculiaridad de que para el caso del SP CRT se obtenía una rigidez relativa $k_r(t)$ a partir de los desplazamientos del punzón δ en lugar de las

deformaciones ε . Tras esto, se aplicaba el algoritmo del modelo de Maxwell-Wiechert para tener en cuenta la recuperación producida durante la descarga, y se obtenía la curva del módulo de rigidez relativa en función del tiempo. Con esta curva, se estimaban por regresión de mínimos cuadrados los coeficientes de las series de Prony para cada caso. Las figuras 12 a 15 muestran las mencionadas series para los ensayos de compresión-recuperación y los SPCRTs.

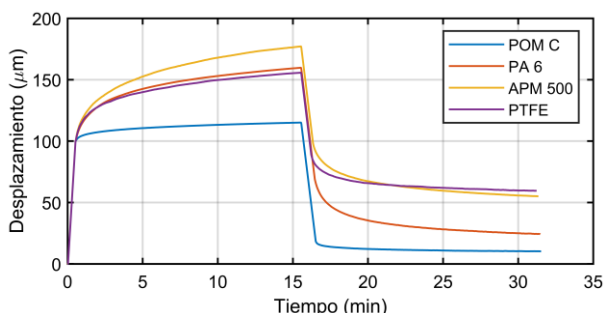


Figura 11. Ensayos SPCRT

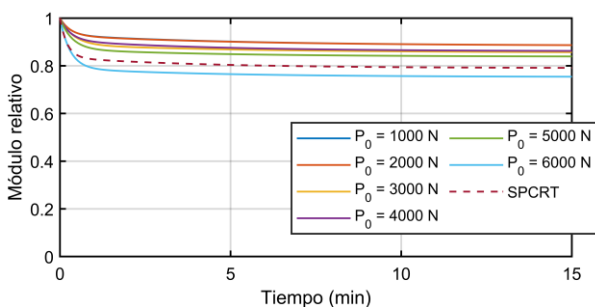


Figura 12. Curvas de recuperación viscoelástica (POM C)

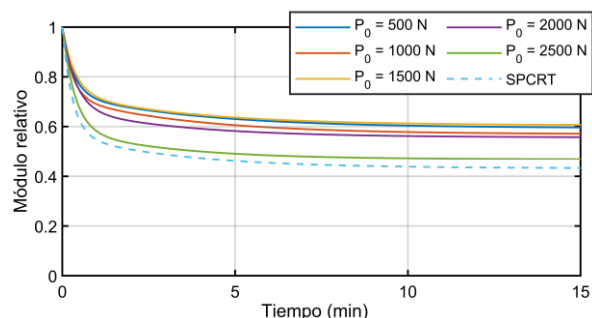


Figura 13. Curvas de recuperación viscoelástica (PA 6)

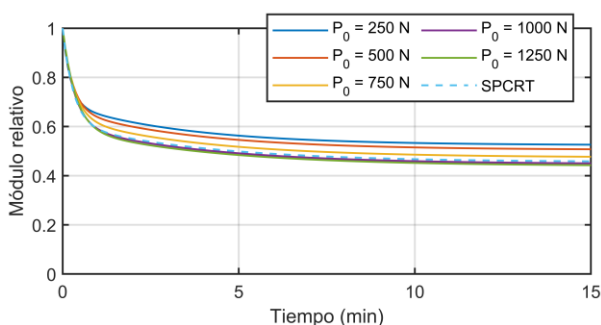


Figura 14. Curvas de recuperación viscoelástica (APM 500)

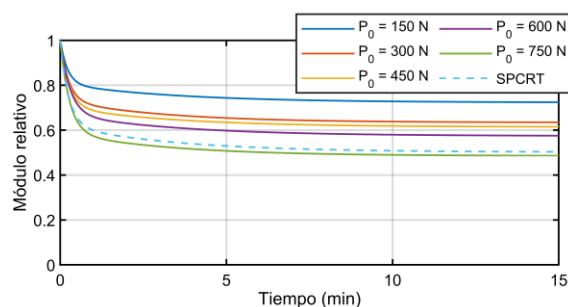


Figura 15. Curvas de recuperación viscoelástica (PTFE)

Las curvas de recuperación viscoelástica mostraron que todos los materiales poliméricos evaluados tenían una dependencia de la capacidad viscoelástica con el nivel de carga de fluencia P_0 previamente impuesto, a razón de un aumento paulatino de la capacidad viscoelástica con el incremento de la carga previa de fluencia. El ensayo SPCRT reproducía los resultados de los casos de mayor carga. Debe puntualizarse que esos casos correspondían con valores de carga próximos al límite elástico de cada material. Con ello, se dedujo que el SPCRT era capaz de estimar las propiedades viscoelásticas (coeficientes de series de Prony y de modelos de Maxwell-Wiechert) para casos de carga próximos a la transición elasto-plástica del material. La tabla 3 reúne los coeficientes estimados de las series de Prony de los ensayos compresión-recuperación y SPCRT.

Tabla 3. Coeficientes estimados de las series de Prony

Material	P_0 (N)	α_1	α_2	τ_1 (min)	τ_2 (min)
POM C	1000	0.071	0.288	0.045	5.328
	2000	0.073	0.306	0.043	5.393
	3000	0.111	0.391	0.034	5.424
	4000	0.093	0.309	0.046	5.424
	5000	0.130	0.351	0.032	4.646
	6000	0.210	0.295	0.037	4.457
	SPCRT	0.165	0.209	0.045	4.237
PA 6	500	0.269	0.314	0.137	3.772
	1000	0.282	0.281	0.149	3.557
	1500	0.264	0.357	0.131	3.511
	2000	0.326	0.378	0.118	3.310
	2500	0.409	0.358	0.123	2.956
	SPCRT	0.431	0.286	0.137	3.305
APM500	250	0.310	0.223	0.166	3.448
	500	0.331	0.276	0.164	3.582
	750	0.362	0.314	0.164	3.766
	1000	0.393	0.330	0.160	3.886
	1250	0.404	0.356	0.157	3.996
	SPCRT	0.388	0.304	0.157	3.914
PTFE	150	0.193	0.216	0.084	3.554
	300	0.267	0.245	0.099	3.145
	450	0.296	0.259	0.090	3.399
	600	0.326	0.290	0.100	3.477
	750	0.409	0.275	0.106	3.245
	SPCRT	0.377	0.251	0.121	3.384

Junto a este estudio, se llevó a cabo un análisis de la influencia de determinados parámetros del ensayo SPCRT en la estimación de las curvas de recuperación viscoelástica. La figura 16 muestra la evolución del

módulo relativo $k_r(t)$ en ensayos SPCRT para PA6 con tres espesores de probeta: 0.576, 0.679 y 0.810 mm. Se observó que el espesor de la probeta no influía en la estimación del módulo relativo $k_r(t)$. Esto podría deberse a que el desplazamiento del punzón en la fase de recuperación depende del desplazamiento de descarga. A menor rigidez inicial, menor será la recuperación en valor absoluto. Esto se traslada a que, desde un punto de vista relativo, la recuperación viscoelástica es siempre la misma para un mismo material y mismas condiciones de tensión de fluencia. La tensión de fluencia no variaría significativamente debido a que, a mayor espesor y rigidez, y ante un mismo desplazamiento de punzón (0.1 mm en el SPCRT), se produce mayor indentación plástica, lo que provoca que la flexión elástica de la probeta sea menor para los mayores espesores.

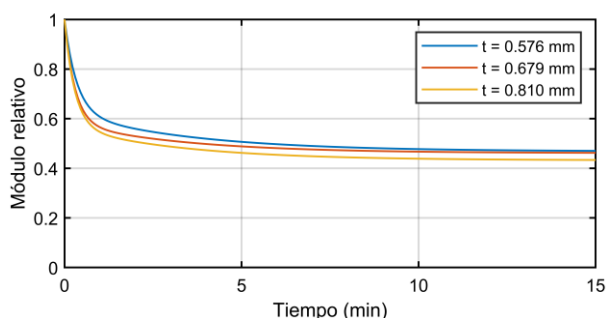


Figura 16. Curvas de recuperación viscoelástica (ensayos SPCRT en PA6 con distintos espesores de probeta)

La figura 17 muestra las curvas de recuperación viscoelástica estimadas con ensayos SPCRT para PA6 y mismas dimensiones de probeta, pero con distinto apriete de las matrices de sujeción. Se observó que conforme se incrementaba el apriete se estimaba un aumento paulatino de la viscoelasticidad con una zona estable entre 10 y 12 Nm, para luego observarse, de nuevo, un aumento repentino de la estimación de viscoelasticidad. El caso de bajo apriete se explica por la falta de sujeción de la probeta, que motiva el resbalamiento de ésta entre las matrices durante el ensayo. Para los aprietes por encima de 12 Nm, se genera una excesiva compresión de la probeta que, sumada a la carga de ensayo, adelanta el comportamiento plástico, siendo decisivo en la respuesta del material. Existe un rango de aprietes intermedios que muestran respuestas semejantes y estables. Es dentro de este rango donde deben efectuarse los ensayos SPCRT.

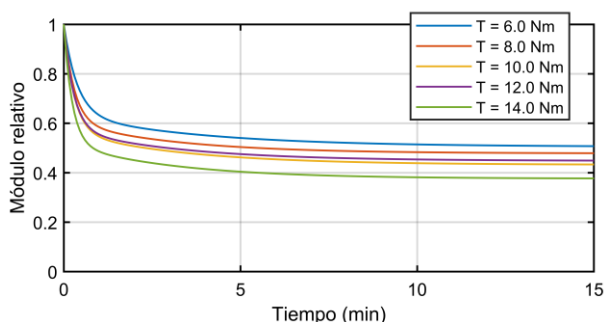


Figura 17. Curvas de recuperación viscoelástica (ensayos SPCRT en PA6 y distintos aprietes de probeta)

CONCLUSIONES

Este trabajo ha derivado en las siguientes conclusiones:

- Se ha demostrado la viabilidad del ensayo SPCRT para la estimación de propiedades viscoelásticas para valores de carga de fluencia cercanos al límite elástico del material.
- Se ha diseñado un método para poder estimar la viscoelasticidad producida durante las fases de descarga de un ensayo fluencia-recuperación basado en el modelo analítico de Maxwell-Wiechert.
- Se ha observado que el espesor de probeta en el ensayo SPCRT no tiene influencia significativa en la estimación de propiedades viscoelásticas.
- Debido a los bajos límites elásticos de algunos polímeros, y al posible resbalamiento de la probeta en el contacto con las matrices, para realizar un ensayo SPCRT debe antes llevarse a cabo un estudio para definir el apriete óptimo matrices-probeta.

REFERENCIAS

- M.P. Manahan et al. The development of a miniaturized disk bend test for the determination of postirradiation mechanical properties. *J Nucl Mat* (1981) 104:1545-1550.
- J. Calaf-Chica et al. Improved correlation for elastic modulus prediction of metallic materials in the Small Punch Test. *Int J Mech Sc* (2017) 134:112-122.
- E. Altstadt et al. On the estimation of ultimate tensile stress from small punch testing. *Int J Mech Sc* (2018) 136:85-93.
- R. Hurst et al. Determination of fracture toughness from the small punch test using circular notched specimens. *Theor & App Fract Mech* (2019) 103:102238.
- S.M. Kurtz et al. Validation of a small punch testing technique to characterize the mechanical behavior of ultra-high-molecular-weight polyethylene. *Biomaterials* (1997) 18:1659-1663.
- M.L. Maspocho et al. Ductile-brittle transition behaviour of PLA/o-MMT films during the physical aging process. *Exp Polymer Letters* (2015) 9:185-195.
- Y. Koga et al. Application of small punch test to lifetime prediction of plasticized polyvinyl chloride wire. *Polymer Deg & Stab* (2020) 171:109013.
- J. Calaf-Chica et al. Viscoelasticity and the Small Punch Creep Recovery Test: numerical analysis and experimental tests on the applicability for polyvinyl chloride (PVC). *Mech of Mat* (2021) 161:104016.

PLA/PCL ecoblends: Effect of PCL addition on the toughness of PLA.

N. León^{1,*}, O.O. Santana^{1,*}, M. Hortòs², S. Espino², M. Ll. MasPOCH

¹ Centre Català del Plàstic (CCP), Departament de Ciència i Enginyeria de Materials, Universitat Politècnica de Catalunya, BARCELONATECH, Avda. Eduard Maristany 16, 08019 Barcelona, Spain.

² Ercros S.A., Av. Diagonal 595, 08014 Barcelona, España.

* Persona de contacto: noel.leon@upc.edu

RESUMEN

El comportamiento a fractura de una "Ecoblend" de Poli(Ácido Láctico) (PLA) con Poli(Caprolactona) (PCL) adecuadamente compatibilizada ha sido estudiado y comparado con el PLA base. El estudio se llevó a cabo sobre probetas de tipo SENB obtenidas a partir de barras prismáticas (4x10 mm) producidas mediante moldeo por inyección. Para asegurar condiciones ideales de fisura aguda y reproducibilidad de resultados, tras el entallado mecánico se agudizó mediante ablación por láser pulsante en femtosegundos (femtoláser). Aplicando la teoría de mecánica de la fractura elástico lineal, el factor provisional de intensificación de tensiones (K_Q) y el trabajo específico de fractura (w_f) (parámetro alternativo a la resistencia al impacto estandarizada) fueron determinados siguiendo la metodología de monoentalla ($a/w=0.45$) con 5 réplicas a velocidades de sollicitación moderadamente altas ($1 \text{ m}\cdot\text{s}^{-1}$, impacto instrumentado en configuración Charpy). La fase PCL promueve un incremento en 1,5 veces en K_Q y de 7 veces en w_f . Las evidencias fractográficas revela que la deformación y la cavitación de la fase PCL promueven el alivio de la triaxialidad local, lo que puede causar un aumento de la tensión hidrostática local necesaria para iniciar las crazes y su posterior ruptura en condiciones de impacto. A a bajas velocidades de sollicitación (ensayos de tracción), este proceso de cavitación/fibrilación suprime los fenómenos de crazing de la matriz de PLA favoreciendo su cedencia y deformación plástica.

PALABRAS CLAVE: PLA, PLA/PCL, ecoblends, LEFM, fractura.

ABSTRACT

The fracture behaviour of an "Ecoblend" of Poly(Lactic Acid) (PLA) with Poly(ϵ -Caprolactone) (PCL) suitably compatibilized has been studied and compared with the base PLA. The study was carried out on SENB-type specimens obtained from prismatic bars (4x10 mm) produced by injection molding. To ensure ideal conditions for acute cracking and reproducibility of results, after mechanical notching, it was sharpened by pulsed laser ablation in femtoseconds (femtolaser). Applying the linear elastic fracture mechanics (LEFM) theory, the provisional stress intensity factor (K_Q) and the specific work of fracture (w_f) (i.e., an alternative parameter to the standardised impact resistance) were determined following the single notch methodology ($a/w=0.45$) with at least 5 repetitions, using moderately high sollicitation rates ($1 \text{ m}\cdot\text{s}^{-1}$, impact instrumented in Charpy configuration). PCL promotes a one-and-a-half-fold stress intensification factor needed to initiate crack propagation and a 7-time increase of energy consumed during the process. Fractographic evidence reveals that the PCL phase deformation and cavitation promote relief of the local triaxiality which can cause an increase of the local hydrostatic stress needed to initiate the crazes and its subsequent rupture in impact conditions. At low loading rates (tensile tests conditions) this cavitation/fibrillation process suppresses the crazing of PLA matrix favouring its extensive yielding and plastic shearing.

KEYWORDS: PLA, PLA/PCL, ecoblends, LEFM, fracture behaviour.

1. INTRODUCTION

Poly (lactic acid) (*PLA*) is an interesting and promising bio-based and biodegradable polymer that can be an excellent alternative to petrochemical-based polymers. The applications where *PLA* can be used are vast. From common uses like plastic films and bottles to more complex like biodegradable medical devices.

Certain properties that have restricted its application include low toughness, high gas permeability, reduced

temperature resistance and a relatively high cost. In this regard, an important limitation, at least for many marketable applications, is its brittleness. To overcome the inherent brittleness of neat *PLA*, blending with softer polymers has been shown to be one of the most efficient ways to do it.

Yet, unfortunately, the *PLA* blends created present an absence of thermodynamic miscibility with most existing polymers [1]. So, to achieve *PLA*-based blends with good final properties, compatibilization between the blend

components is necessary to be performed. This can be done through the formation of block copolymers and grafting during polymer blending [2].

Various research studies show that the toughness of *PLA* can be improved by blending it with poly (ϵ -caprolactone) *PCL* [3-8] if good adhesion between both phases is achieved. In a recent work [9] conducted by our group, three *PLA*-based blends using different increasing *PLC* contents (1x, 2x and 3x relative to *PLA*) with and without an ester-acid based polymeric compatibilizer were produced. According to the morphological analysis and instrumented falling weight impact tests the optimal *PLA/PCL* blend composition was the one with 2x content of *PCL*.

The purpose of this communication is to characterize in deepness the mechanical and fracture behaviour of the optimized *PLA/PCL* blend at moderately high loading rates ($1 \text{ m}\cdot\text{s}^{-1}$).

2. EXPERIMENTAL PROCEDURE

2.1 Materials

The materials used in this study were a *PLA* ErcrosBio® LL712 (Ercros S.A., Spain) and a *PLA*-ErcrosBio®/*PCL* blend previously prepared using a *PCL* CAPA® 6500 (Ingevity, USA) added in a relative proportion of 2x concerning *PLA*. As a compatibilizer, it was used an ester-acidic-based copolymer in a proportion of 2y concerning the *PCL* content in the blend. The details about this compatibilizer and blend composition cannot be provided due to a confidentiality agreement with ERCROS S.A.

2.2 Specimen manufacture

Multipurpose ISO 3167 type 1A test specimens were manufactured using an injection moulding machine Engel Victory 500/100 (GmbH, Germany). Prior to processing, *PLA* and blend were dried at $80 \text{ }^\circ\text{C}$ for 4h using a dehumidifier hopper (DSN506HE, Piovan S.p.A., Italy) with a dew point of $-40 \text{ }^\circ\text{C}$. It is worth mentioning that all tests involved in this study were performed after at least 1 week of the specimen manufacturing, when the thermodynamic conditions of typical physical ageing of *PLA* material were equilibrated.

2.3 Tensile properties

They were determined following the ISO 527-2 standard using an universal testing machine Sun 2500 (Galdabini, Italy) equipped with a 1-kN load cell using a crosshead speed of $10 \text{ mm}\cdot\text{min}^{-1}$. All tests were carried out at room temperature on at least five valid test specimens. The Young's modulus (E), yield strength (σ_y), strain at yield (ϵ_y), cold drawing stress (σ_{cold}), and strain at break (ϵ_b) mean values were obtained.

2.4 Impact fracture behaviour

From the central portion of ISO 3167 type 1A specimens, prismatic bars with nominal dimensions of $4 \times 10 \times 52 \text{ mm}^3$ were cut to meet the dimensional requirements of the single edge notched bend (*SENB*) according to ISO 13586 standard.

Using a manual notching machine (ZwickRoell, GmbH & Co. KG, Ulm, Germany), the *SENB* specimens were V pre-notched in a length to width ratio of 0.45 and a root radius of 0.125 mm. Subsequently, the pre-notches were sharpened through a femtosecond pulsed laser (femtolaser) wich pulses provide rapid thermal ablation (i.e., transforms the material from solid to vapour/plasma) avoiding thermal damage and plastic deformation at the notch tip radius providing a higher quality and close to ideal fissure [10].

Following ISO 17280 standard, the provisional fracture toughness (K_Q) at moderately high loading rates was determined using an instrumented Charpy impact pendulum (CEAST Dartvis, Instron, USA) with an equivalent mass of 3,655 kg an a nominal impact energy of 1,95 J in order to preserve the quasistatic conditions. From reaction force (F_r) vs specimen contact time (t), K_Q was evaluated using equation (1):

$$K_Q = \frac{P_Q}{BW^{1/2}} f \quad (1)$$

Where P_Q is the maximum F_r registered (after a validation procedure according to the standard). B and W are the specimen thickness and width, respectively. f is a geometric polynomial factor depending on the sharpened notch length (a) to W ratio.

In impact fracture testing, the presence of dynamic effects (inertial loads and vibrations on the test system) produce forces that do not correspond with the forces at the instrumented impact tip of the hammer. In this study, a mechanical damping technique was implemented using a small rubber strip (0.5 mm in thickness) placed in the specimen's portion where the hammer hit. For each specimen tested a fresh strip was used. In this way, the load registered in the load sensor attached to the hammer is the same as the load supported by the specimen and the test can be analyzed as a quasi-static case [11].

In order to obtain a fracture energetic parameter, the impact specific work of fracture (w_f) (i.e., an alternative parameter to the standardized impact resistance) was calculated. In this case, a series of specimens were tested without the damping pad. The total energy consumed (U_{break}) was calculated from Fr vs. t traces and w_f was obtained as follows:

$$w_f = U_{break}/S_L \quad (2)$$

Being S_L the ligament section of the specimen.

2.5 Morphological and fractographic studies.

The study was carried out by combining optical microscopy (OM) and Scanning Electron Microscopy (SEM) (JSM-7001F, JEOL Ltd, Tokyo, Japan) at an acceleration voltage of 2 kV. Previous the analysis was carried out, a thin layer of platinum-palladium at a ratio of 80/20 by weight was deposited on the specimens to be observed.

Two types of fracture surfaces were observed. For the inspection of phases distributions, an untested cryogenic fractured specimen was used. Fractographic analysis was performed on tested broken surfaces. All observations correspond to views perpendicular to the melt flow direction in the mould cavity.

3. RESULTS AND DISCUSSION

3.1 Morphological analysis

It is well known that in blends of immiscible polymers, compatibilized or not, the dispersion and distribution of the phases induced during processing conditions the final performance of the material, and in the rupture stage, the crack propagation features. That is why it is relevant to inspect the morphological characteristics that have been induced during the preparation of the specimens.

Figure 1 shows an image obtained by optical microscopy (OM) of a cryogenically fractured surface of the blend. Three different regions can be clearly observed: an elliptical central region (a), an intermediate region that circumscribes the former (b), and one located in the external faces of the specimen (c).

This can be associated with the generation of a morphological gradient as a consequence of the flow pattern formed during the filling of the mould cavity throughout the specimen manufacturing process. SEM observations (figure 2) on cryogenically fractured surfaces confirm that depending on the position in the specimen thickness, the dispersed phase (associated with PCL) presents different morphologies related to different levels of shear deformation at which the melt is subjected during its advance in the cavity.

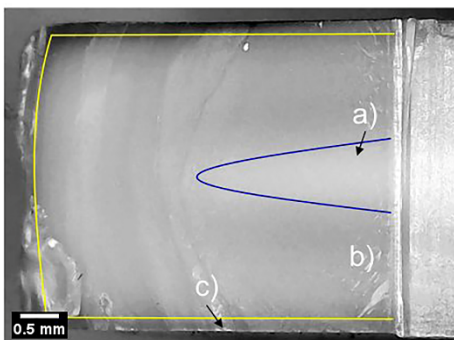


Figure 1. Optical microscopy view of the cryogenic fracture surface.

In figure 2a, it can be seen that at the external faces of the specimen (skin layer, figure 1, region c) a stratified or layered feature is observed. This is due to that in this region the layer of material takes contact with the cold surface of the mould, freezing and avoiding any brake up/relaxation of the dispersed phase, showing a fiber-like morphology with a high aspect ratio. Successive layers away from this zone will be subjected to lower shearing causing a morphology transition from layers with lower aspect ratio (figure 2b) to a drop-island one (figure 2c), where the shearing deformation has a lower degree.

3.2 Tensile properties

Figure 3 shows representative engineering stress-strain curves for both tested materials. In the blend, a yield point (σ_y) is observed where a geometric softening by necking formation starts. Afterwards, there is a stable neck propagation (cold drawing) where the tensile

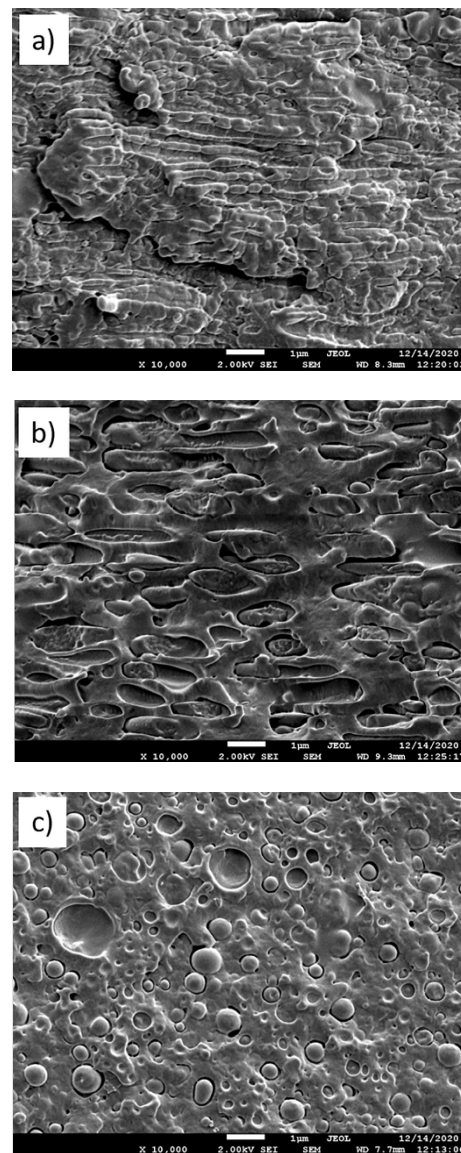


Figure 2. SEM observations of regions a), b) and c) in figure 1.

deformation progressed at a constant stress level (σ_{cold}) until the specimen's rupture.

PLA also showed a yield point at maximum load (σ_y) but, in this case, after this point is reached, a drop in load is accompanied by the break of the specimen in a brittle manner. This was due to the formation of multiple crazes that avoid the propagation of a stable neck [12]. During testing, it was observed that multiple crazing appears at about 0.8 times the σ_y -value observed.

It is worth remembering that the craze formation involves a local yielding of the material, but due to hydrostatic conditions (dictated by the entanglement density of the polymer and its free volume), which avoid an extensive shear yielding lead to the microvoiding structure of craze to be formed.

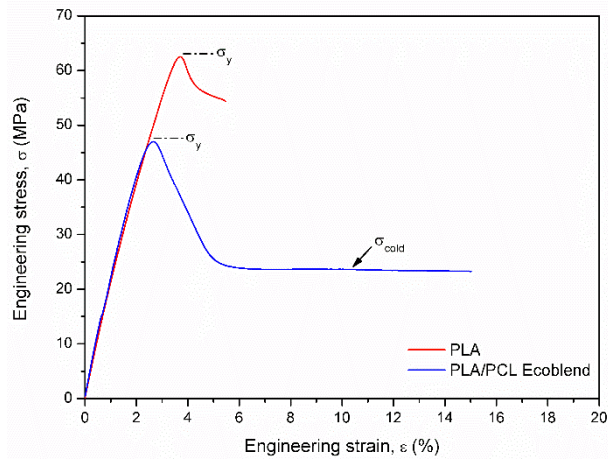


Figure 3. Uniaxial engineering stress-strain curves.

Table 1 collects the main mechanical parameters obtained. It is evident that the addition of PCL in the % weight selected and suitable compatibilized doesn't affect the Young's modulus, but produce a decrease of about 25% on the σ_y coinciding roughly with the value where multiple crazing in PLA was observed. Additionally, even the high standard deviation obtained for the blends, a clear increase on ϵ_b (about 165%) is observed.

Table 1. Tensile mechanical properties obtained at 10 mm/min.

Mechanical property	PLA	PLA/PCL Ecoblend
E (GPa)	2.2 ± 0.01	2.5 ± 0.2
σ_y (MPa)	62.2 ± 0.2	46.7 ± 0.4
ϵ_y (%)	3.80 ± 0.05	2.7 ± 0.1
σ_{cold}	----	22.3 ± 0.3
ϵ_b (%)	5.5 ± 0.1	96.0 ± 40.0

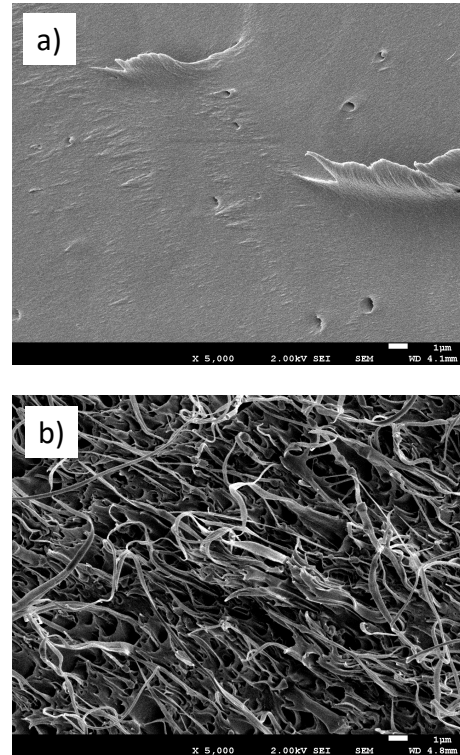


Figure 4. SEM observations of fracture surfaces of the central region after tensile testing of a) PLA and b) Blend specimens.

Figure 4 shows the fracture surfaces (in the central region) of both materials after tensile testing. As can be seen, while in the PLA the generated surface is practically smooth, with little evidence of plastic tearing, in the blend is observed a high degree of tearing together with evidence of fibrillation and even cavitation of the PCL phase. This suggests that it is precisely this cavitation that causes a relief of local triaxiality of the PLA phase at the moment of its yielding, avoiding the generation of crazes and therefore giving rise to an extensive shear yielding of the matrix.

3.3 Fracture behaviour

Figure 5 shows representative reaction force (F_r) vs specimen contact time (t) curves for both materials tested. Dotted curves in figure 5 correspond to tests with an elastomeric layer settled. Independently of the impact mode (with and without damping pad), the force value at fracture initiation remains almost the same, but the fracture time is increased when the elastomeric layer is used.

In these conditions, calculating a fracture energy parameter (G_Q , provisional energy release rate) would deliver an overestimated value. Instead, w_f was evaluated with the procedure explained in Section 2.3.

In table 2 the fracture parameters (K_Q and w_f) obtained are presented. Even those parameters are not in the plane strain condition, they can be used for comparative purposes. As can be seen, the blend shows an increase of

about 65% in K_Q and about 580% in the specific work of fracture in these stress state conditions.

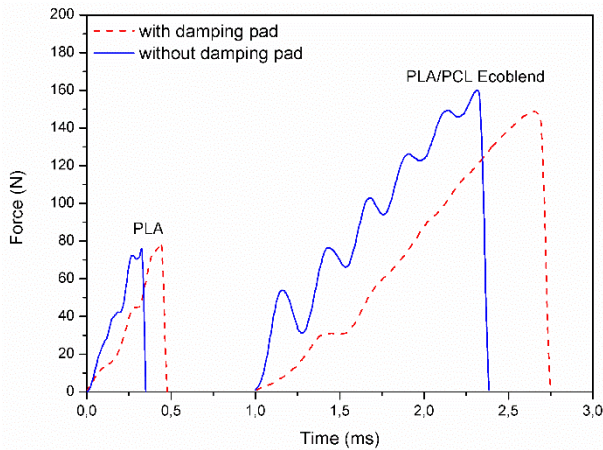


Figure 5. Representative force vs specimen contact time curves at 1 m.s⁻¹) for tested materials.

Table 2. Fracture parameters obtained at moderately high loading rates.

Fracture parameter	PLA	PLA/PCL Ecoblend
K_Q (MPa.m ^{1/2})	1.9 ± 0.2	3.2 ± 0.1
w_f (kJ/m ²)	0.8 ± 0.1	5.5 ± 0.6

These trends can be related to the events involved during crack propagation. Evidences which are shown in the SEM micrographs of figure 6. For both materials the crack propagates by crazing generation and three distinctive propagation zones could be appreciated: Slow start of crack propagation through the stable rupture of crazes formed (zone 1), the transition from stable to unstable crazing propagation in several planes with the formation of the typical “river pattern” (zone 2), and propagation by the consecutive generation of crazes and decohesion of their fibrils from the region of the active zone of the crazes which altogether forms the also typical “hackle pattern”.

It can be seen that the zones of slow propagation (zone 1) and stable-unstable crazing transition (zone 2) are more extensive in the PLA/PCL blend. It is also interesting that these zones are replicated towards the final part of the ligament.

In the PLA/PCL blend, regions 1 and 2 are characterized by high cavitation of the dispersed phase and sequential fibrillation of the PLA matrix, related to the decohesion of the fibrils in the active zone of the crazes and therefore with a slowdown in their formation (figure 7a). In the case of PLA, sequential fibrillation is less observable (figure 7b).

As previously mentioned, the cavitation process favors the relief of local triaxiality. Then, to initiate the craze formation and subsequent rupture, a higher local hydrostatic stress must be applied which also makes the

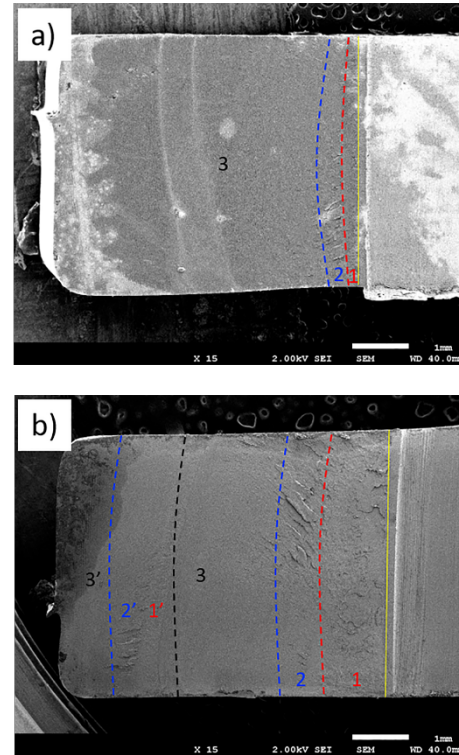


Figure 6. Fracture surfaces showing propagation zones generated during the fracture process: a) PLA, b) Blend.

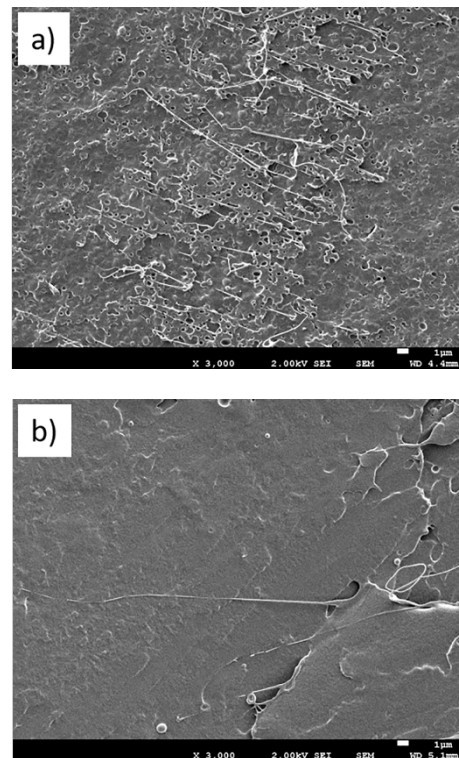


Figure 7. Specific features on the crazing process for propagation zones 1 and 2: a) PLA/PCL, b) PLA.

fracture toughness (in terms of stress intensification to begin the fracture process) to be greater for the blend (table 2).

Additionally, given the extension of stable zones, replication of fractured regions and the cavitation events involved, makes the energy dissipation greater, delivering an approximate 7x increase for w_f (table 2).

4. CONCLUSIONS

The incorporation of 2x of *PCL* content relative to *PLA* content (as major constituent) promotes an increase of 165% in elongation at break and a reduction of yielding strength of about 25 % without affecting the Young's Modulus.

At moderately high loading rates (impact conditions), *PCL* promotes a 1,5 times increase of stress intensification factor needed to initiate crack propagation, and a 7-time increase of energy consumed during the process.

Fractographic evidences reveals that the *PCL* phase deformation and cavitation promotes a relief of the local triaxiality which can cause an increase of the local hydrostatic stress needed to initiate the crazes and its subsequent rupture in impact conditions. At low loading rates (tensile tests conditions) this cavitation/fibrillation process suppresses the crazing of *PLA* matrix favouring its extensive yielding and plastic shearing.

ACKNOWLEDGEMENTS

The authors would like to thank the Ministry of Science, Innovation and Universities of Spain for the funding received to the project: ECOBLEND^SUP ref PID2019-106518RB-I00.

REFERENCES

- [1] Z. Jian-Bing, L. Kun-Ang, D. An-Ke. Compatibilization strategies in poly (lactic acid) – based blends. *RSC Adv* (2015) 5: 32546-32565. <https://doi.org/10.1039/c5ra01655j>.
- [2] X. Zhao, H. Hu, X. Wang, X. Yu, W. Zhou, S. Peng. Super tough poly (lactic acid) blends: a comprehensive review. *RSC Adv* (2020) 10: 13316-13368. <https://doi.org/DORAO1801E>.
- [3] A. Ujcic, I. Fortelny, S. Krejcikova, E. Pavlova, J. Hodan, M. Slouf. Effects of thermal treatment and nucleating agents on crystallinity, toughness, and stiffness of PLA/PCL blends. *Express Polym Lett* (2022) 16: 221-233. <https://doi.org/10.3144/expresspolymlett.2022.18>.
- [4] I. Fortelny, A. Ujcic, L. Fambri, M. Slouf. Phase structure, compatibility and toughness of PLA/PCL blends: A review. *Front Mater* (2019) 6: 206. <https://doi.org/10.3389/fmats.2019.00206>.
- [5] M. Delgado-Aguilar, R. Puig, Ll. Sazdovski, P. Fullana-i-Palmer. Polylactic Acid/Polycaprolactone blends: On the path to circular economy, substituting single-use commodity plastics products. *Materials* (2020) 13: 2655. <https://doi.org/10.3390/ma13112655>.
- [6] T. Takayama, M. Todo, H. Tsuji. Effect of annealing on the mechanical properties of PLA/PCL and PLA/PCL/LTI polymer blends. *J Mech Behav Biomed Mater* (2011) 4: 255-260. <https://doi.org/10.1016/j.jmbbm.2010.10.003>.
- [7] A.K. Matta, R. Umamaheswara Rao, K.N.S Suman, V. Rambabu. Preparation and characterization of biodegradable PLA/PCL polymeric blends. *Procedia Mater Sci* (2014) 6: 1266-1270. <https://doi.org/10.1016/j.mspro.2014.07.201>.
- [8] H. Zhao, G. Zhao. Mechanical and thermal properties of conventional and microcellular injection molded poly (lactic acid)/poly (ϵ -caprolactone) blends. *J Mech Behav Biomed Mater* (2016) 53: 59-67. <https://doi.org/10.1016/j.jmbbm.2015.08.002>.
- [9] N. León, T. Abt, M. Hórtos, S. Espino, O.O. Santana, M. Ll. MasPOCH. Impact behaviour of PLA/PCL bioblends. 37 Congreso del Grupo Español de Fractura – 1st Virtual Iberian Conference on Structural Integrity (2020) 182-187.
- [10] N. León, A.B. Martínez, P. Castejón, D. Arencón, P.P. Martínez. The fracture testing of ductile polymer films: Effect of specimen notching. *Polym Test* (2017) 63: 180-193. <http://dx.doi.org/10.1016/j.polymertesting.2017.05.022>.
- [11] N. León, A.B. Martínez, M. MasPOCH. Notch effect on the linear elastic fracture mechanics values of a polysulfone thermoplastic polymer. *Theor Appl Fract Mech* (2021) 114: 102995. <https://doi.org/10.1016/j.tafmec.2021.102995>.
- [12] J. Cailloux, O.O. Santana, E. Franco-Urquiza, J.J. Bou, F. Carrasco, M. Ll. MasPOCH. Sheets of branched poly(lactic acid) obtained by one-step reactive extrusion-calendering process: physical aging and fracture behavior. *J. Mater. Sci.* (2014) 49: 4093-4107. <https://doi.org/10.1007/s10853-014-8101-y>.

EFFECTO DEL ÓXIDO DE GRAFENO EN EL COMPORTAMIENTO MECÁNICO DE COMPUESTOS DE MATRIZ EPOXI

M. Sánchez*, S. Cicero, J. Bustamante

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

* E-mail: sanchezmam@unican.es

RESUMEN

Este artículo analiza el efecto del óxido de grafeno sobre el comportamiento mecánico de los compuestos de matriz epoxi resultantes. Se han considerado seis contenidos diferentes de óxido de grafeno (0%, 0.05%, 0.1%, 0.25%, 0.5%, 1% en peso) en la investigación. Las propiedades mecánicas que se analizan son las derivadas del ensayo de tracción (módulo de Young, límite elástico, resistencia a la tracción y deformación bajo carga máxima) y las relacionadas con el comportamiento a fractura debida tanto a defectos tipo fisura como tipo entalla (tenacidad a fractura y tenacidad aparente a fractura, respectivamente). Los resultados revelan que la adición de óxido de grafeno para obtener un compuesto de matriz epoxi puede aumentar el módulo de Young en comparación con el epoxi puro, pero reduce el resto de las propiedades que se analizan.

PALABRAS CLAVE: Óxido de grafeno; Epoxi; comportamiento a fractura; fisura; entalla.

ABSTRACT

This paper analyses the effect of graphene oxide on the mechanical behaviour of the resulting epoxy-matrix composites. Six different contents of graphene oxide have been considered (0% wt. %, 0.05 wt. %, 0.1 wt. %, 0.25 wt. %, 0.5 wt. %, 1 wt. %) in the research. The mechanical properties being analysed are those derived from the tensile test (Young's modulus, yield stress, ultimate tensile strength and strain under maximum load) and those related to the fracture behaviour in both cracked and notched conditions (fracture toughness and apparent fracture toughness, respectively). The results reveal that the addition of graphene oxide to obtain an epoxy-matrix composite may increase Young's modulus when compared to the pristine epoxy, but reduces the rest of the properties being analysed.

KEYWORDS: Graphene oxide; Epoxy; fracture behaviour; crack; notch.

1. INTRODUCCIÓN

Las resinas epoxi se usan ampliamente en aplicaciones de ingeniería debido a su fuerte adhesión y excelentes propiedades mecánicas generales, alta resistencia química y térmica, etc. Sin embargo, la alta densidad de reticulación del epoxi reduce intrínsecamente la tenacidad y la resistencia al impacto, lo que a menudo resulta en un comportamiento altamente frágil [1]. Por lo tanto, mejorar la tenacidad de las matrices epoxi es un avance significativo en el campo de la ciencia e ingeniería de materiales. En este sentido, las nanopartículas se han postulado como una prometedora tecnología capaz de generar nuevos nanocompuestos de epoxi con capacidades mecánicas mejoradas. En concreto, hay un gran interés por las nanopartículas de carbono (ej., nanotubos de carbono, óxido de grafeno (GO)), cuya gran superficie específica, baja densidad y excepcionales propiedades mecánicas, convierten a estos derivados del grafeno en candidatos ideales para mejorar el rendimiento del epoxi [2].

Sin embargo, para lograr una mejora significativa del nanocompuesto de Epoxi/carbono, es necesario una dispersión uniforme de las nanopartículas de carbono en la matriz y una fuerte unión interfacial entre la matriz y la nanopartícula. Una unión interfacial débil limita la transferencia de carga de la matriz epoxi a los nanorefuerzos. Por lo tanto, una unión interfacial fuerte y la dispersión homogénea de las nanopartículas juegan un papel fundamental para maximizar las propiedades mecánicas del nanocompuesto [3].

En la literatura, se pueden encontrar diversos estudios validando el uso de GO para la mejora de propiedades mecánicas del epoxi. En [4] se determinó que para un contenido de 0.5 % de GO, el módulo elástico, la tensión de rotura y la deformación bajo carga máxima aumentaban un 19%, un 10% y un 23% respectivamente frente al epoxi puro. En [5] se observó un contenido óptimo de GO de 0.5%, para el cual se mejoraba el epoxi puro en un 14% de módulo elástico, un 13% de tensión de rotura y un 63% la tenacidad a fractura. En general, la bibliografía proporciona ejemplos (pueden verse más en [6–8]) en los que las propiedades mecánicas de los

materiales mejoran significativamente al agregar pequeñas cantidades de GO. Sin embargo, en [9] se mostró una notable reducción de las propiedades mecánicas con la adición de 1.5% de GO, la tensión de rotura se reducía un 22% respecto al epoxi puro, la deformación baja carga máxima un 23% y el módulo elástico un 4%. Además, los autores del presente trabajo reportaron de igual manera resultados negativos cuando añadieron GO a poliamida 6 [10].

Con todo esto, esta investigación intenta analizar los efectos de diferentes concentraciones (0.05, 0.1, 0.25, 0.5 y 1% en peso) de GO sobre las propiedades a tracción de una matriz epoxi. Posteriormente, se evalúa el comportamiento a fractura del nanocompuesto conteniendo tanto grietas como entallas con diferentes radios. La sección 2 describe los materiales utilizados y los métodos realizados para realizar este trabajo. La sección 3 recoge los resultados obtenidos y su correspondiente discusión. Finalmente, la Sección 4 presenta las principales conclusiones.

2. MATERIALES Y MÉTODOS

2.1. Materiales

La matriz de epoxi utilizada en este estudio está formada por una resina comercial convencional de baja viscosidad mezclada con un agente de curado. La densidad de la mezcla es de 1.12 g/ml, la viscosidad de 250 MPa·s a 25° C y temperatura de transición vítrea de 111°C.

El compuesto Epoxi/GO fue fabricado por la empresa Applynano (España). La dispersión del GO en la resina epoxi se consiguió con un proceso de alto cizallamiento durante 2.5h a 5000 rpm, seguido de un proceso de mezclado convencional durante 5h a 5500 rpm. Una vez obtenida la dispersión, se incorporó el agente de curado y se mezcló mediante un procedimiento convencional durante 5 min (proporción de mezcla de 100/17 peso/peso). La mezcla se vertió en diferentes moldes de silicona y se sometió a vacío durante 20 min para eliminar las burbujas existentes. Después, la mezcla se curó en el horno a 60° durante 6h y se post-curó a 120° durante 10h. Finalmente, se obtuvo una placa rectangular endurecida Epoxi/GO. Siguiendo este procedimiento, se prepararon cinco nanocompuestos con distintas concentraciones de GO: 0.05, 0.1, 0.25, 0.5 y 1 % en peso. Además, se prepararon dos placas de epoxi puro con fines de comparación. Por lo tanto, en este trabajo se emplearon un total de doce placas, dos por concentración.

2.2. Métodos

Con el objetivo de analizar el efecto que produce la adición de GO en las propiedades mecánicas de epoxi, se realizaron tanto ensayos de tracción como de fractura. Los ensayos de tracción se realizaron según la norma ASTM D638 [11], utilizando una máquina servo hidráulica Instron, a una velocidad continua de 5 mm/min

y a temperatura ambiente. Se prepararon un total de 18 probetas de tracción, tres por concentración, con las dimensiones que se muestran en la Figura 1. Durante el ensayo se realizó un registro continuo tanto de la carga aplicada como del alargamiento, cuyas medidas fueron tomadas mediante un extensómetro con una base de medida de 12.5 mm.

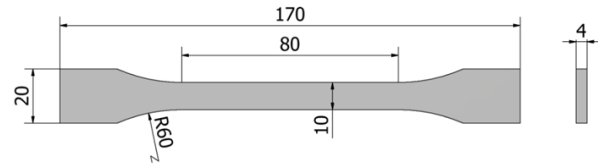


Figura 1. Geometría de las probetas de tracción. Dimensiones en mm.

La caracterización a fractura se llevó a cabo siguiendo la norma ASTM D6068 [12], usando una máquina electromecánica Zwick Roell, a una velocidad de 1 mm/min y a temperatura ambiente. El programa experimental contó con un total de 136 probetas tipo SENB (del inglés, *Single Edge Notch Bending*), incluyendo las 6 concentraciones estudiadas y 5 radios de entalla distintos (0, 0.25, 0.5, 1, 2 mm), la Figura 2 muestra la geometría de la probeta. Las entallas se obtuvieron mediante mecanizado, mientras que los defectos tipo fisura (radio igual a 0 mm) se introdujeron deslizando una cuchilla de afeitar en una entalla en V previamente generada.

Los valores de resistencia a fractura se calcularon inicialmente siguiendo hipótesis elástico lineales con la norma ASTM D5045 [13]. En este caso la tenacidad aparente a fractura (K_{mat}^N) puede ser derivada a partir de la conocida solución analítica para probetas SENB (ecuación (1)), cuyo factor geométrico ($f(a/w)$) se calcula mediante la ecuación (2).

$$K_{mat}^N = \left(\frac{P_{max} S}{B W^{3/2}} \right) f \left(\frac{a}{w} \right) \quad (1)$$

$$f \left(\frac{a}{w} \right) = 3 \left(\frac{a}{w} \right)^{1/2} \frac{1.99 - \left(\frac{a}{w} \right) \left(1 - \frac{a}{w} \right) \left(2.15 - 3.93 \left(\frac{a}{w} \right) + 2.7 \left(\frac{a}{w} \right)^2 \right)}{2 \left(1 + 2 \left(\frac{a}{w} \right) \right) \left(1 - \frac{a}{w} \right)^{3/2}} \quad (2)$$

Siendo S la distancia entre los dos apoyos, P_{max} la carga máxima, B el espesor del espécimen, W el ancho del espécimen y a la longitud de la grieta.

Sin embargo, en algunos casos el criterio de linealidad exigido por la ASTM D5045 ($P_{max}/P_Q < 1.1$) no se cumplía (ej., para los radios de entalla de 2 mm). En este segundo escenario los valores de tenacidad aparente a fractura se calcularon utilizando la norma ASTM D6068. Asumiendo que no hubo propagación estable de la grieta antes de la fractura final, se calculó inicialmente la J crítica (J_{mat}^N) mediante la ecuación (3). Posteriormente se expresó en términos de factor de intensidad de tensiones con la ecuación (4).

$$J_{mat}^N = \frac{\eta \cdot U}{B(W - a)} \quad (3)$$

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

Donde η es igual a 2 para probetas SENB, U es la energía de fractura total determinada a partir del área bajo la curva carga-desplazamiento, E es el módulo de Young y ν es el coeficiente de Poisson. Cabe destacar que en este trabajo no se determinó ν experimentalmente, tomándose un valor de 0.35 de acuerdo con la literatura [14].

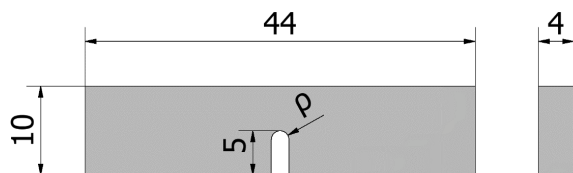


Figura 2. Geometría de las probetas SENB. Dimensiones en mm. ρ , radio de entalla.

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

La Tabla 1 recoge los resultados medios de las propiedades de tracción junto a sus desviaciones estándar, mientras que la Figura 3 muestra una curva tensión-deformación para cada concentración. Se puede observar como la adición de GO no muestra ningún efecto positivo en las propiedades a tracción del material. Sólo en el caso del módulo de Young los valores resultantes tienden a aumentar ligeramente al añadir la nanopartícula. En términos generales, incluso para concentraciones pequeñas, el nanocompuesto resultante se vuelve más rígido, menos resistente y menos dúctil, no observando ninguna tendencia clara con el aumento en contenido de GO.

Tabla 1. Parámetros de tracción del nanocompuesto Epoxi/GO (media y desviación estándar): E , módulo de elasticidad; $\sigma_{0.2}$, límite elástico convencional al 0.2%; σ_u , resistencia última; ϵ_u , deformación bajo carga máxima.

Material	E (MPa)	$\sigma_{0.2}$ (MPa)	σ_u (MPa)	ϵ_u (%)
Epoxi puro	2885.5 ± 166.9	51.2 ± 5.0	76.4 ± 2.4	5.1 ± 1.4
0.05 %	3719.7 ± 895.9	37.3 ± 5.2	37.3 ± 5.2	1.0 ± 0.1
0.1 %	3411.9 ± 219.8	33.0 ± 1.9	27.0 ± 3.6	1.1 ± 0.1
0.25 %	2949.0 ± 278.7	50.4 ± 0.9	52.5 ± 3.4	2.2 ± 0.6
0.5 %	3105.7 ± 583.4	28.6 ± 9.4	28.6 ± 9.4	0.9 ± 0.3
1 %	2812.8 ± 282.9	43.9 ± 5.9	43.9 ± 5.9	1.6 ± 0.2

En la Tabla 2 se muestran los resultados tanto de carga de rotura como de tenacidad aparente a fractura, mientras que la Figura 4 compara curvas carga-desplazamiento para un radio 0.5 mm y distintas concentraciones. Se

observa una clara disminución de la K_{mat}^N con la adición de GO, resultado que por otra parte concuerda con las pérdidas tanto de resistencia y ductilidad observadas en los ensayos de tracción, dado que la tenacidad a fractura es un compromiso entre ambas propiedades. En este caso, el aumento de la concentración de GO tiende a reducir la capacidad de carga y a su vez la tenacidad a fractura del material. Los resultados también revelan como la tenacidad aparente a fractura aumenta a medida que el radio de entalla es mayor, demostrando así un claro efecto entalla en todos los materiales.

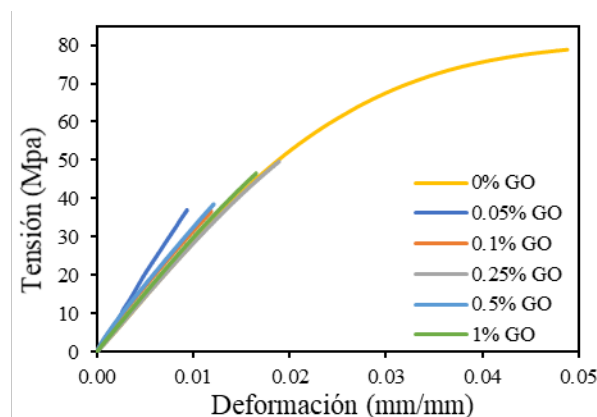


Figura 3. Ejemplos de curvas tensión-deformación por concentración.

Tabla 2. Resultados experimentales obtenidos de las probetas SENB.

Material	ρ (mm)	Carga máxima (N)	K_{mat}^N (Mpa·m ^{0.5})
Epoxi puro	0.00	46.89	1.36
	0.25	176.99	4.22
	0.50	198.04	4.96
	1.00	263.21	8.65
	2.00	279.23	9.94
0.05 %	0.00	54.11	1.57
	0.25	104.03	2.78
	0.50	87.34	3.97
	1.00	147.62	6.93
	2.00	201.43	9.28
0.1 %	0.00	41.83	1.13
	0.25	122.56	3.01
	0.50	133.21	3.70
	1.00	134.82	6.42
	2.00	169.09	7.59
0.25 %	0.00	43.58	1.15
	0.25	106.85	2.96

	0.50	100.39	3.03
	1.00	148.01	3.93
	2.00	165.30	6.73
	0.00	51.91	1.27
	0.25	92.10	2.43
0.5 %	0.50	124.17	3.58
	1.00	126.54	3.47
	2.00	168.16	6.55
	0.00	46.39	1.22
	0.25	81.68	2.17
1 %	0.50	88.11	2.52
	1.00	125.81	3.62
	2.00	146.77	3.98

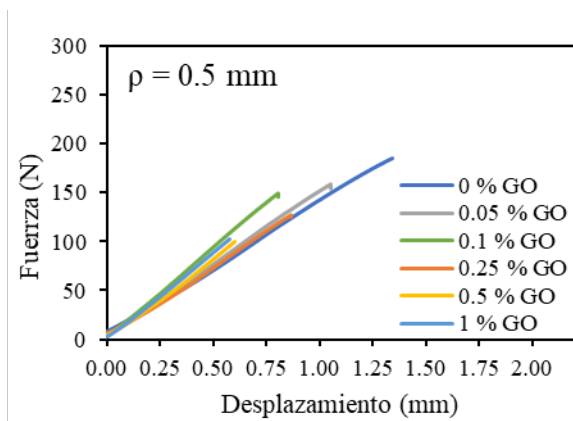


Figura 4. Curvas carga-desplazamiento por concentración para el radio de entalla 0.5 mm.

Con el objetivo de justificar los resultados obtenidos en los ensayos de fractura, se realizó un análisis microestructural de las superficies de fractura mediante un microscopio SEM. La Figura 5 muestra las superficies de fractura para una concentración de 0.25% de GO y dos radios de entalla distintos. Se puede observar claramente un cambio en la microestructura del material entre la probeta fisurada y la entalla roma. Las imágenes muestran una evolución en las superficies de fractura: siendo plana y lisa en la Figura 5a, comportamiento propio de fracturas frágiles, hacia una superficie rugosa en la Figura 5b, propio de procesos más dúctiles. Este comportamiento provocado por el aumento del radio de entalla se traduce tanto en un aumento en la capacidad de carga como en la tenacidad aparente a fractura del material, lo que se conoce como el efecto entalla.

Para explicar el efecto que produce la adición de GO a la matriz de epoxi, la Figura 6 compara dos superficies de fractura con mismo radio de entalla y distinta concentración de GO. No se puede apreciar ningún cambio microestructural significativo entre la resina epoxi pura (Figura 6a) y el nanocompuesto con 0.5% de

GO (Figura 6b). Esto indica el nulo efecto el GO para mejorar el comportamiento a fractura del material, ya que cambios notables en la resistencia a fractura del material deben ir acompañados de cambios en los micromecanismos de fractura [15,16].

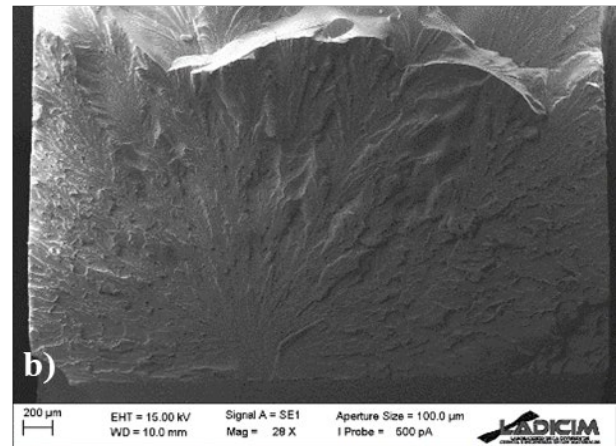
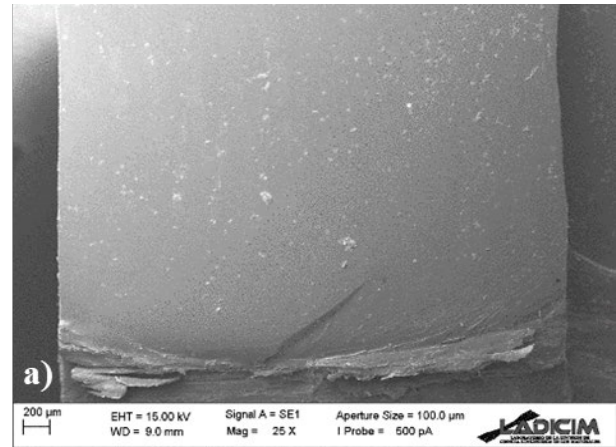


Figura 5. Micromecanismos de fractura observadas en probetas con un 0.25% de GO: a) $\rho = 0$ mm; b) $\rho = 1$ mm.

4. CONCLUSIONES

Este trabajo analiza el comportamiento mecánico de un nanocompuesto de Epoxi/GO. En este sentido, se realizaron ensayos de tracción y fractura con varias concentraciones de GO (0, 0.05, 0.1, 0.25, 0.5, y 1% en peso) y radios de entalla (0, 0.25, 0.5, 1.0 y 2.0 mm). Se obtuvieron las siguientes conclusiones:

- El refuerzo de la matriz de epoxi con óxido de grafeno empeora tanto las propiedades mecánicas a tracción, salvo el módulo elástico (que mejora ligeramente), como la tenacidad a fractura del material,
- A mayor cantidad de refuerzo presente en el compuesto, se obtienen unas peores propiedades mecánicas del material.
- Se observa cómo con la adición de óxido de grafeno se produce una clara fragilización del material.

- Todos los resultados obtenidos experimentalmente en los diferentes ensayos concuerdan con lo observado en el estudio de las superficies de rotura. Una mayor proporción de refuerzo de GO no repercute en cambios en los micromecanismos de fractura.

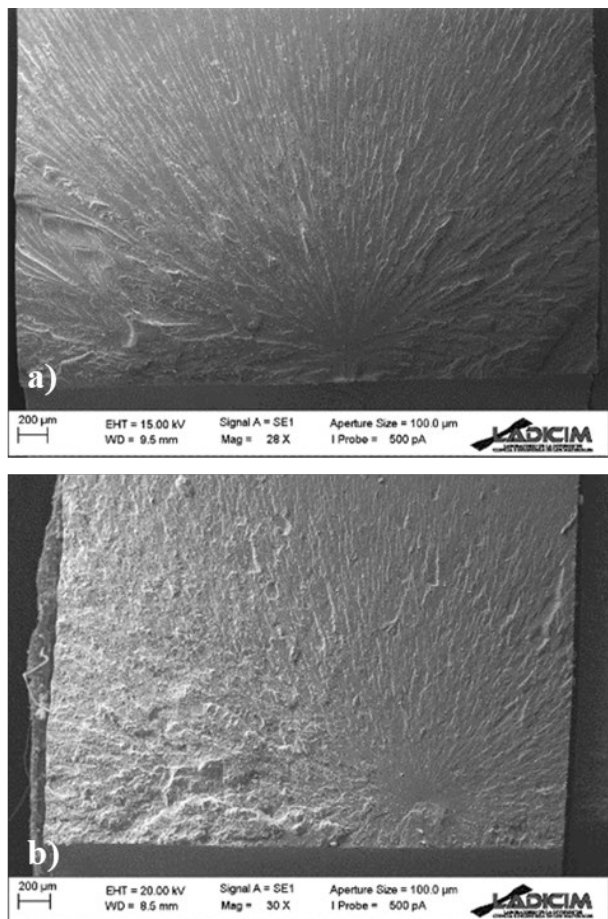


Figura 6. Micromecanismos de fractura observados en probetas con $\rho = 0.5$ mm para concentraciones de: a) Epoxi puro, b) 0.5 % GO.

AGRADECIMIENTOS

Esta publicación es parte del proyecto de I+D+i PGC2018-095400-B-I00, financiado/a por MCIN/AEI/10.13039/501100011033/ y FEDER “Una manera de hacer Europa”

REFERENCIAS

[1] Liu S, Chevali VS, Xu Z, Hui D, Wang H. A review of extending performance of epoxy resins using carbon nanomaterials. *Compos Part B Eng* 2018;136:197–214. <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2017.08.020>.

[2] Domun N, Hadavinia H, Zhang T, Sainsbury T, Liaghat GH, Vahid S. Improving the fracture toughness and the strength of epoxy using nanomaterials-a review of the current status. *Nanoscale* 2015;7:10294–329. <https://doi.org/10.1039/c5nr01354b>.

[3] Bao C, Guo Y, Song L, Kan Y, Qian X, Hu Y. In situ preparation of functionalized graphene oxide/epoxy

nanocomposites with effective reinforcements. *J Mater Chem* 2011;21:13290. <https://doi.org/10.1039/c1jm11434d>.

[4] Li Z, Young RJ, Wang R, Yang F, Hao L, Jiao W, et al. The role of functional groups on graphene oxide in epoxy nanocomposites. *Polymer (Guildf)* 2013;54:5821–9. <https://doi.org/10.1016/j.polymer.2013.08.026>.

[5] Bortz DR, Heras EG, Martin-Gullon I. Impressive fatigue life and fracture toughness improvements in graphene oxide/epoxy composites. *Macromolecules* 2012;45:238–45. <https://doi.org/10.1021/ma201563k>.

[6] Prusty RK, Rathore DK, Sahoo S, Parida V, Ray BC. Mechanical behaviour of graphene oxide embedded epoxy nanocomposite at sub- and above- zero temperature environments. *Compos Commun* 2017;3:47–50. <https://doi.org/10.1016/j.coco.2017.02.003>.

[7] Abdullah SI, Ansari MNM. Mechanical properties of graphene oxide (GO)/epoxy composites. *HBRC J* 2015;11:151–6. <https://doi.org/10.1016/j.hbrj.2014.06.001>.

[8] Wang X, Jin J, Song M. An investigation of the mechanism of graphene toughening epoxy. *Carbon N Y* 2013;65:324–33. <https://doi.org/10.1016/j.carbon.2013.08.032>.

[9] Adarmanabadi SR, Jafari M, Farrash SMH, Heidari M. Effect of nano clay, nano-graphene oxide and carbon nanotubes on the mechanical and tribological properties of crosslinked epoxy nanocomposite. *PLoS One* 2021;16:1–15. <https://doi.org/10.1371/journal.pone.0259401>.

[10] Cicero S, Parra JL, Arroyo B, Procopio I. Graphene oxide does not seem to improve the fracture properties of injection molded PA6. *Procedia Struct Integr* 2020;28:67–73. <https://doi.org/10.1016/j.prostr.2020.10.009>.

[11] ASTM International. ASTM D638-14, Standard Test Method for Tensile Properties of Plastics. vol. 08.01. West Conshohocken, PA: ASTM International; 2014. <https://doi.org/10.1520/D0638-14>.

[12] ASTM International. ASTM D6068-10(2018), Standard Test Method for Determining J-R Curves of Plastic Materials. vol. 08.03. West Conshohocken, PA: ASTM International; 2010. <https://doi.org/10.1520/D6068-10R18>.

[13] ASTM International. ASTM D5045-14, Standard Test Methods for Plane-Strain Fracture Toughness and Strain Energy Release Rate of Plastic Materials. vol. 08.02. West Conshohocken, PA: ASTM International; 2014. <https://doi.org/10.1520/D5045-14>.

[14] Shi Z, Li X-F, Bai H, Xu W-W, Yang S-Y, Lu Y, et al. Influence of microstructural features on thermal expansion coefficient in graphene/epoxy composites. *Heliyon* 2016;2:e00094. <https://doi.org/10.1016/j.heliyon.2016.e00094>.

[15] Cicero S, Madrazo V, Carrascal I, Cicero R. Analysis of notch effect in fracture micromechanisms. *Am. Soc. Mech. Eng. Press. Vessel. Pip. Div. PVP*, vol. 6, American Society of Mechanical Engineers; 2012, p. 847–56. <https://doi.org/10.1115/PVP2012-78008>.

[16] Cicero S, Martínez-Mata V, Alonso-Estebanez A, Castanon-Jano L, Arroyo B. Analysis of Notch Effect in 3D-Printed ABS Fracture Specimens Containing U-Notches. *Materials (Basel)* 2020;13:4716. <https://doi.org/10.3390/ma13214716>.

PROPIEDADES ANISOTRÓPICAS DEPENDIENTES DE LA VELOCIDAD DE DEFORMACIÓN EN COMPONENTES POLIMÉRICOS OBTENIDOS MEDIANTE FABRICACIÓN ADITIVA

M. Lorenzo-Bañuelos¹, W. Verbeeten¹

¹ Grupo de Integridad Estructural.

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

* Persona de contacto: mlbanuelos@ubu.es

RESUMEN

El prototipado rápido mediante la técnica de fabricación aditiva por extrusión de materiales (ME-AM), también conocida como fabricación de filamentos fundidos o modelado por deposición fundida, es un proceso de fabricación que ha ganado un interés cada vez mayor tanto en la industria como en las comunidades académicas. Se pueden obtener componentes con geometrías complejas y con buenas propiedades mecánicas empleando ME-AM, si se seleccionan los parámetros de procesado adecuados. Las técnicas de fabricación aditiva se emplean cada vez más para una gran variedad de campos y componentes, incluidos los componentes de ingeniería. Conocer cómo el proceso influye en las propiedades mecánicas, es fundamental para poder diseñar productos de forma adecuada y segura. El proceso ME-AM es intrínsecamente heterogéneo. Dependiendo de los parámetros de procesado seleccionados, se generan perfiles de enfriamiento localmente diferentes y se introduce más o menos orientación de las cadenas poliméricas. Esto conduce a propiedades mecánicas anisotrópicas. En este estudio, se cuantifican y comparan las propiedades mecánicas viscoelásticas, dependientes de la velocidad de deformación, de probetas de tracción de ácido poliláctico (PLA) y acrilonitrilo butadieno-estireno (ABS) fabricadas mediante ME-AM. Los resultados experimentales, de las probetas de tracción obtenidas con diferentes parámetros de procesado ME-AM, se han analizado empleando el modelo de flujo de Ree-Eyring (modificación del modelo de Eyring). El material ABS ha manifestado un comportamiento termorreológicamente simple, mientras que el PLA ha mostrado un comportamiento termorreológicamente complejo. Además, sugieren que el PLA procesado con ME-AM muestra una constante de velocidad de Eyring dependiente de la deformación, mientras que el ABS manifiesta un volumen de activación dependiente de la deformación.

PALABRAS CLAVE: Fabricación aditiva, propiedades mecánicas, Eyring, parámetros de procesado, polímeros.

ABSTRACT

Rapid prototyping using the Material Extrusion Additive Manufacturing (ME-AM) technique, also known as fused filament fabrication or fused deposition modelling, is a manufacturing process that has gained increasing interest in both industry and in academic communities. Components with complex geometries and good mechanical properties can be obtained using ME-AM, if the appropriate processing parameters are selected. Additive manufacturing techniques are increasingly being used for a wide variety of fields and components, including engineering components. Knowing how the process influences the mechanical properties is essential to be able to design products properly and safely. The ME-AM process is inherently heterogeneous. Depending on the selected processing parameters, locally different cooling profiles are generated and more or less orientation of the polymer chains is introduced. This leads to anisotropic mechanical properties. In this study, the viscoelastic mechanical properties, dependent on the deformation rate, of polylactic acid (PLA) and acrylonitrile butadiene-styrene (ABS) tensile specimens manufactured using ME-AM are quantified and compared. The experimental results of the tensile specimens obtained with different ME-AM processing parameters have been analyzed using the Ree-Eyring flow model (modification of the Eyring model). ABS material has shown a thermoreologically simple behavior, while PLA has shown a thermoreologically complex behavior. Furthermore, results suggest that PLA processed with ME-AM shows a strain-dependent Eyring rate constant, while ABS exhibits a strain-dependent activation volume.

KEYWORDS: Additive manufacturing, mechanical properties, Eyring, processing parameters, polymers.

1. INTRODUCCIÓN

La técnica de fabricación aditiva por deposición de material extruido “*material extrusion additive manufacturing*” (ME-AM), también conocida como

fabricación de filamentos fundidos o modelado por deposición fundida, es un proceso de fabricación que ha ganado un interés cada vez mayor tanto en la industria como en la comunidad académica. Se emplea cada vez más para una gran variedad de campos y componentes

(médico e ingeniería), ya que pueden obtener geometrías complejas, de forma rápida y con buenas propiedades mecánicas, si se seleccionan los parámetros de procesamiento adecuados. ME-AM es probablemente la forma de fabricación más empleada en materiales poliméricos [1]. Básicamente consiste en el calentamiento de un filamento de un material determinado, posteriormente se hace pasar a través de una boquilla calibrada y calefactada de un extrusor, y se deposita de manera controlada en estado fundido capa por capa antes de su enfriamiento y solidificación sobre una mesa de trabajo.

La variación de parámetros de procesamiento ME-AM generará diferentes distribuciones de propiedades mecánicas en un componente. En consecuencia, se han encontrado resultados dispersos en la literatura. Estos van desde valores muy bajos para tensiones de fluencia [2-5], hasta valores similares o cercanos a los componentes de moldeo por inyección y moldeo por compresión [2,3,6-8], e incluso propiedades mejoradas con respecto a componentes producidos con procesos convencionales de fabricación de polímeros [6,5,9].

La viscoelasticidad en polímeros se manifiesta mediante el comportamiento de la tensión-deformación intrínseco inicial hasta el límite de fluencia [10,11] y la dependencia de la velocidad de deformación con la tensión de fluencia [12-17]. Previamente, se ha demostrado que la dependencia de la velocidad de deformación con la tensión, a corto plazo tiene una relación directa con el comportamiento a largo plazo, como en creep y en fatiga [18-22]. Por lo tanto, esta es información crucial para predecir cuantitativamente el desempeño de fallas de los productos ME-AM mediante modelado y simulaciones.

Pocos autores han medido el efecto de la velocidad de deformación sobre propiedades mecánicas de productos ME-AM. Uno de los primeros en medir esta dependencia fue Rodríguez et al. [23] en ABS ME-AM. Recientemente, y más de una década después, por Vairis et al. [24], también con ABS ME-AM. Sin embargo, estos últimos autores aplicaron un rango de velocidad de deformación bastante estrecho y, además no relacionaron sus resultados con ecuaciones de velocidad de Eyring o Ree-Eyring [12,13]. Varios investigadores han demostrado que el modelo de flujo de tipo Eyring [12,13,15] describe con precisión la dependencia viscoelástica de la velocidad de deformación de las moléculas poliméricas, incorporándola en modelos constitutivos precisos para materiales poliméricos [25-28]. Bustillos et al. [29,30] y Song et al. [6] son los únicos que han medido la sensibilidad de la velocidad de deformación para componentes ME-AM fabricados en PLA, pero para un rango pequeño y sin utilizar el modelo de Eyring.

El objetivo de esta investigación es realizar el estudio de la cinética de fluencia para dos materiales poliméricos, ABS y PLA, obtenidos mediante fabricación aditiva ME-AM en función de los parámetros de procesamiento. Para ello

se ha analizado la dependencia de la tensión de fluencia con el logaritmo de la velocidad de deformación obtenida del ensayo de tracción uniaxial empleando los modelos de flujo de Eyring y Ree-Eyring, para un rango de velocidades de deformación más amplio.

2. MATERIAL

Los materiales empleados en esta investigación han sido los polímeros ABS y PLA procesados mediante ME-AM: ABS por ser un material muy empleado en el sector industrial y PLA por destacar en aplicaciones del sector médico por ser biodegradable y biocompatible. Se han obtenido probetas de tracción según IBA ISO 527-2 [31] mediante ME-AM en equipos de código abierto RepRap Sirius Moebyus Machine y 350pro GmbH con los parámetros de procesamiento de tablas las 1 y 2.

Tabla 1. Parámetros de fabricación ME-AM para ABS

Parámetros ME-AM ABS	Valor
Diámetro de la boquilla del extrusor [mm]	0,4
Ancho de extrusión [mm]	0,3
Altura de capa [mm]	0,2
Porcentaje de relleno	100%
Solapamiento del contorno [mm]	80%
Temperatura de extrusión [°C]	230
Temperatura de la cama T _b [°C]	100
Ángulo de orientación de relleno α _{or} [°]	0° y 90°
Velocidad de deposición v _p [mm/s]	5, 20, 35

Tabla 2. Parámetros de fabricación ME-AM para PLA

Parámetros ME-AM PLA	Valor
Diámetro de la boquilla del extrusor [mm]	0,4
Ancho de extrusión [mm]	0,3
Altura de capa [mm]	0,2
Porcentaje de relleno	100%
Solapamiento del contorno [mm]	80%
Temperatura de extrusión [°C]	200
Temperatura de la cama T _b [°C]	50
Ángulo de orientación de relleno α _{or} [°]	0° a 90°
Velocidad de deposición v _p [mm/s]	9 y 35

El filamento de ABS empleado ha sido Smart Materials 3D con diámetro nominal de 1,75mm y peso específico de 1,04 g/cm³. Por su parte, el PLA empleado ha sido en filamento natural Orbi-Tech con diámetro nominal de 1,75 mm y peso específico: 1,25g/cm³.

3. METODOLOGÍA

Se ha realizado un amplio programa experimental, ensayando a temperatura ambiente y a diferentes

velocidades, probetas de tracción de ambos materiales (ABS y PLA) obtenidas mediante ME-AM. Estas probetas se han obtenido variando parámetros de procesamiento ME-AM. Entre los parámetros de procesamiento más representativos está la velocidad de procesamiento o de deposición v_p (mm/s) y las diferentes orientaciones de relleno α_{or} (°). Para estudiar el efecto de los parámetros de procesamiento ME-AM sobre el comportamiento mecánico y la cinética de fluencia, se han medido las densidades aparentes de las probetas de tracción [32,33].

En el caso del ABS el programa experimental se ha realizado ensayando, al menos 3 réplicas/ensayo, a 5 velocidades $\dot{\epsilon} = 10^{-5}, 10^{-4}, 10^{-3}, 10^{-2}$ y $9 \cdot 10^{-2}$ 1/s y $T_b=100^\circ C$, variando $v_p=5, 20$ y 35 mm/s para $\alpha_{or}=0^\circ$, y variando $\alpha_{or}=0^\circ$ y 90° para $v_p=35$ mm/s. Por su parte, el programa experimental de PLA se ha realizado ensayando al menos 3 réplicas/ensayo a 5 velocidades $\dot{\epsilon} = 10^{-5}, 10^{-4}, 10^{-3}, 10^{-2}$ y $9 \cdot 10^{-2}$ 1/s y $T_b=50^\circ C$, variando $v_p=9$ y 35 mm/s, $\alpha_{or}=0^\circ$ y 90° .

Todos los ensayos de tracción se han realizado en una máquina universal de ensayos MTS-Criterion C43.104 10 kN. El estudio de la cinética de fluencia se ha realizado mediante el modelo de flujo de Eyring y Ree-Eyring [12,13] según las expresiones (1) y (2).

$$\sigma_y(\dot{\epsilon}) = \frac{\sqrt{3} \cdot k \cdot T}{V^*} \cdot \sinh^{-1} \left[\frac{\sqrt{3} \cdot \dot{\epsilon}}{\dot{\gamma}_0} \right] \quad (1)$$

$$\sigma_y = \sigma_{y,\alpha}(\dot{\epsilon}) + \sigma_{y,\beta}(\dot{\epsilon}) = \frac{\sqrt{3} \cdot k \cdot T}{V_\alpha^*} \cdot \sinh^{-1} \left[\frac{\sqrt{3} \cdot \dot{\epsilon}}{\dot{\gamma}_{0,\alpha}} \right] + \frac{\sqrt{3} \cdot k \cdot T}{V_\beta^*} \cdot \sinh^{-1} \left[\frac{\sqrt{3} \cdot \dot{\epsilon}}{\dot{\gamma}_{0,\beta}} \right] \quad (2)$$

Dónde, $\dot{\epsilon}$ es la velocidad de deformación uniaxial, $\dot{\gamma}_0$ es una constante de velocidad, ΔU es la energía de activación, R es la constante universal de los gases (8,314472 J/mol K), T la temperatura absoluta en K, σ_y es la tensión de fluencia, V^* es el volumen de activación y k es la constante de Boltzman ($1,38054 \cdot 10^{23}$ J/K).

4. ANÁLISIS Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS

4.1. ABS ME-AM

En la figura 1 se muestran los resultados de los ensayos realizados a diferentes velocidades de deformación, para ABS procesado mediante ME-AM a una velocidad $v_p=35$ mm/s y $\alpha_{or}=0^\circ$. En general se ha observado que el ABS muestra una dependencia de la tensión de fluencia con el logaritmo de la velocidad de deformación, mediante un proceso molecular (α) el cual se ajusta y describe mediante el modelo de flujo de Eyring según la ecuación (1). Esto se aprecia en la figura 2 para ($v_p=35$ mm/s) y en

la figura 3 para todas las velocidades de procesamiento (v_p) analizadas con $\alpha_{or}=0^\circ$. Además, para un $\alpha=0^\circ$ y a diferentes velocidades de procesamiento, se ha observado que el volumen de activación (V^*) es menor a la velocidad $v_p=35$ mm/s, lo cual se traduce en una mayor dependencia de σ_y con la deformación al presentar mayor pendiente la recta $[\log \dot{\epsilon} - \sigma_y]$. Concretamente, como se muestra en la figura 3, se ha observado que la constante del modelo de Eyring, V^* es dependiente la deformación (ϵ) [32].

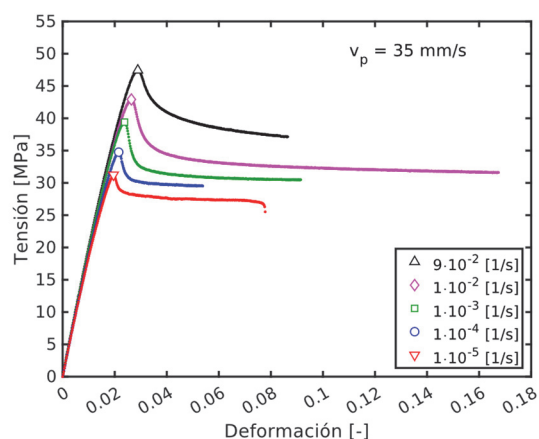


Figura 1. Resultados ABS ME-AM, $\alpha_{or}=0^\circ$ y $v_p=35$ mm/s a diferentes velocidades de deformación.

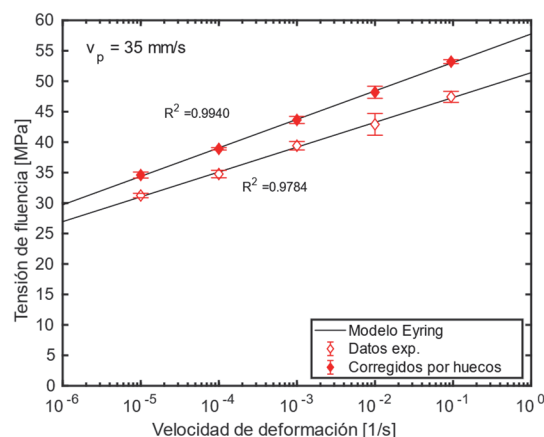


Figura 2. Ajuste Eyring ABS ME-AM, $\alpha_{or}=0^\circ$ con y sin corrección de volumen por huecos.

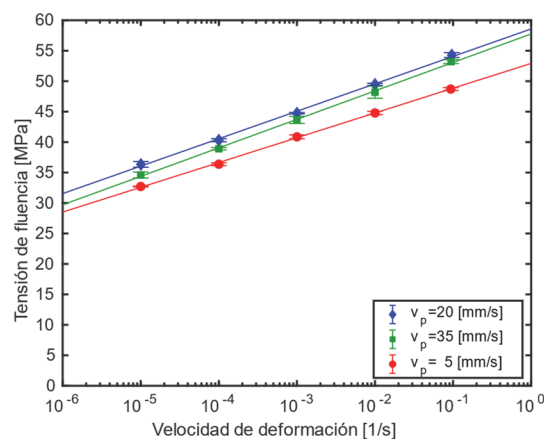


Figura 3. Ajuste Eyring PLA ME-AM, para las diferentes velocidades de procesamiento (v_p).

Por su parte, en la figura 4 a) se muestra la superficie de fractura de ABS ME-AM con sus líneas blancas debido al agrietamiento por tensión 4b).

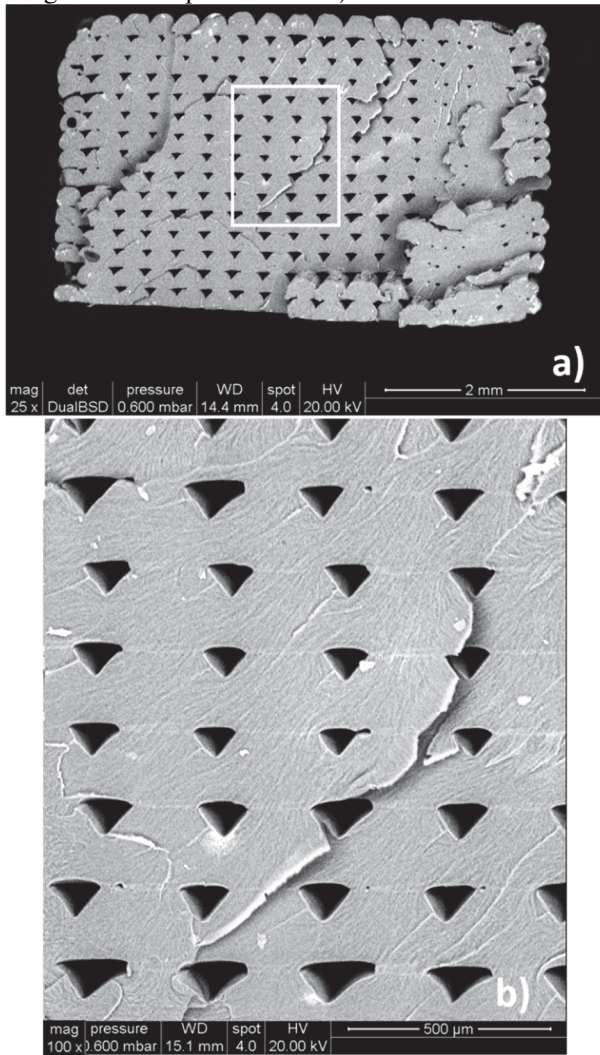


Figura 4. Fractura SEM ABS ME-AM.

4.2. PLA ME-AM

En la figura 5 se muestran los resultados de los ensayos realizados a diferentes velocidades de deformación, para la orientación $\alpha_{or}=60^\circ$ para PLA procesado mediante ME-AM. En general se ha observado que éste describe una dependencia de la tensión de fluencia con el logaritmo de la velocidad de deformación, mediante dos procesos moleculares (α y β) los cuales se ajustan y describen mediante el modelo de flujo de Ree-Eyring (modificación del modelo de Eyring) según la ecuación (2). Esto se aprecia en la figura 6 para $\alpha_{or}=60^\circ$ y en la figura 7 para todas las orientaciones (α_{or}) analizadas, donde para $\dot{\epsilon} \leq 10^{-3}$ 1/s, se observa el proceso molecular α , y para $\dot{\epsilon} \geq 10^{-3}$ 1/s, se observa combinación de α y β . Por su parte, se ha encontrado para PLA ME-AM, que la constante $\dot{\gamma}_0$ presenta dependencia con la deformación. Esta interpretación física se observa en la figura 7 mediante el desplazamiento de la recta $\log \dot{\epsilon} - \sigma_y$ a lo largo del eje de σ_y (offset) para las diferentes

orientaciones (α_{or}). Es decir, intersección de la recta con el eje de σ_y para los diferentes parámetros de procesamiento (α_{or}). Respecto al comportamiento de las probetas de PLA-ME-AM, en general se ha sido semidúctil, mientras los resultados de este material, procesado mediante moldeado por compresión es frágil [33]. El grado de ductilidad se ha asociado al introducido por el proceso de fabricación ME-AM, siendo mayor en orientaciones $\alpha_{or} = 60^\circ$ de que en $\alpha_{or} = 0^\circ, 30^\circ$ y 90° . En las figuras 8 y 9 se muestra la superficie de fractura para $\alpha_{or} = 60^\circ$ y 90° .

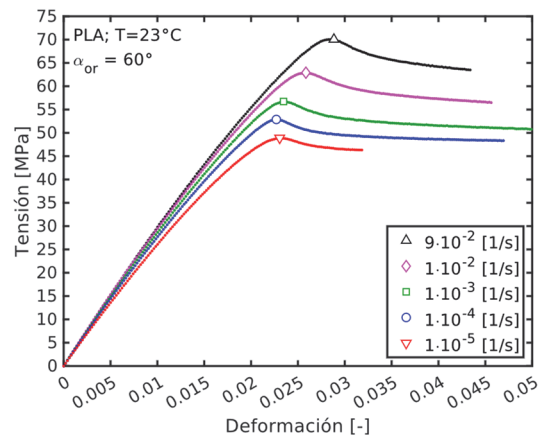


Figura 5. Resultados PLA ME-AM, $\alpha_{or}=60^\circ$ a diferentes velocidades de deformación.

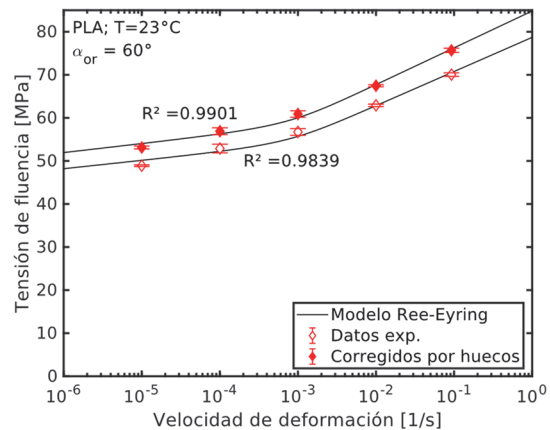


Figura 6. Ajuste Ree-Eyring para PLA ME-AM, $\alpha_{or}=60^\circ$ y $v_p=35\text{mm/s}$ con y sin corrección de volumen.

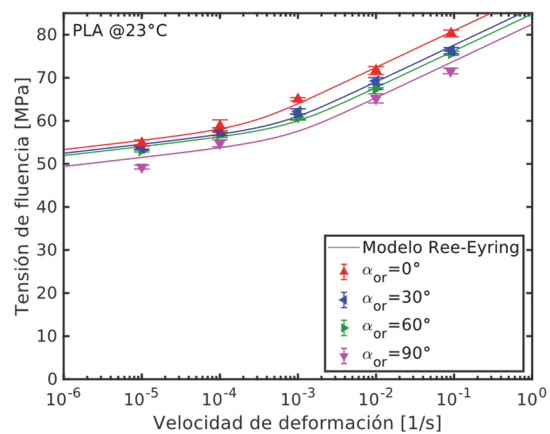


Figura 7. Ajuste Ree-Eyring para PLA ME-AM, para las diferentes orientaciones de relleno (α_{or}).

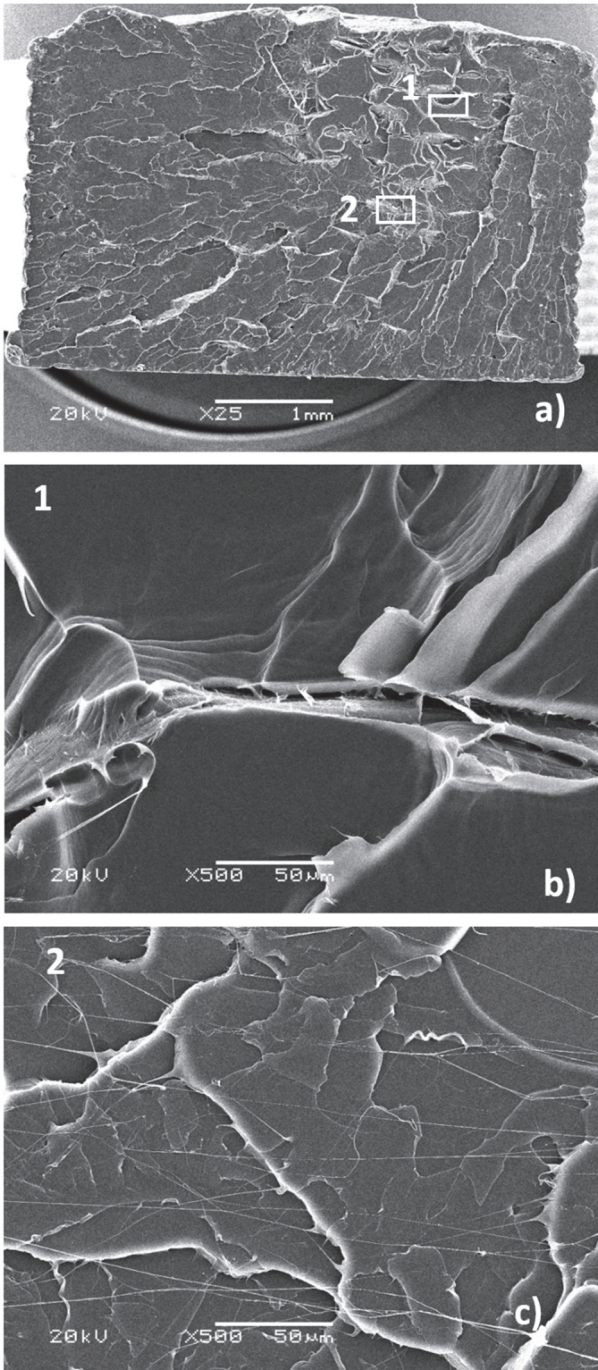


Figura 8. a) SEM PLA ME-AM, para $\alpha_{or} = 60^\circ$, b) zona plastificada y c) microfibrillas.

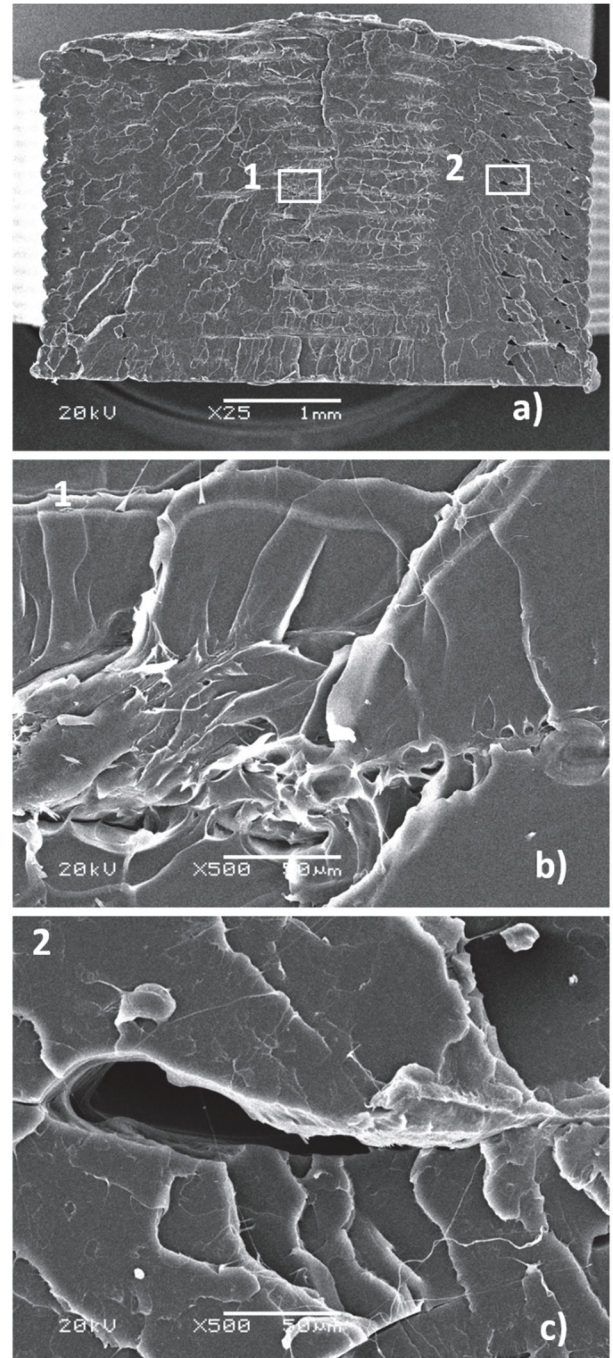


Figura 9. a) SEM PLA ME-AM, para $\alpha_{or} = 90^\circ$, b) zona plastificada y c) zona más frágil.

5. CONCLUSIONES

En la presente investigación se han obtenido las siguientes conclusiones:

- Se ha investigado la cinética de fluencia de dos materiales poliméricos diferentes ABS y PLA obtenidos mediante fabricación aditiva ME-AM en función de los parámetros de procesado para un rango amplio de velocidades de deformación.
- Al variar la orientación de relleno y las velocidades de procesado, se han logrado efectos de anisotropía.

- En el ABS esta dependencia, se muestra mediante el volumen de activación (V^*), obtenida mediante el modelo de flujo de Eyring al variar el parámetro velocidad de procesado (v_p), para una orientación de relleno ($\alpha_{or}=0^\circ$).

- En el PLA, esta dependencia con la velocidad de deformación no se ha observado variando la velocidad de procesado (v_p), para una orientación de relleno ($\alpha_{or}=0^\circ$). Sin embargo, si se ha encontrado una dependencia mediante el constante de velocidad ($\dot{\gamma}_0$) al variar la orientación de relleno para ($v_p=35$ mm/s).

• Los resultados experimentales han sugerido que el PLA muestra una constante de velocidad de Eyring dependiente de la deformación, mientras que el ABS procesado con ME-AM manifiesta un volumen de activación dependiente de la deformación.

REFERENCIAS

- [1] ISO/ASTM 52900:2015 Additive manufacturing - General principles – Terminology (2015)
- [2] B. Tymrak, M. Kreiger, J. Pearce. Mechanical properties of components fabricated with open-source 3-D printers under realistic environmental conditions *Mater. Des.*, 58 (2014), pp. 242-246, <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2014.02.038>
- [3] M. Spoerk, F. Arbeiter, H. Cajner, J. Sapkota, C. Holzer. Parametric optimization of intra- and inter-layer strengths in parts produced by extrusion-based additive manufacturing of poly (lactid acid) *J. Appl. Polym. Sci.*, 134 (41) (2017), p. 45401, <https://doi.org/10.1002/app.45401>
- [4] M. Afrose, S. Masood, P. Iovenitti, M. Nikzad, I. Sbarski. Effects of part build orientations on fatigue behaviour of FDM-processed PLA material *Prog. Addit. Manuf.*, 1 (1-2) (2016), pp. 21-28, <https://doi.org/10.1007/s40964-015-0002-3>
- [5] J. Chacón, M. Caminero, E. García-Plaza, P. Núñez. Additive manufacturing of PLA structures using fused deposition modelling: Effect of process parameters on mechanical properties and their optimal selection *Mater. Des.*, 124 (2017), pp. 143-157, <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2017.03.065>
- [6] Y. Song, Y. Li, W. Song, K. Yee, K.-Y. Lee, V. Tagarielli. Measurements of the mechanical response of unidirectional 3D-printed PLA *Mater. Des.*, 123 (2017), pp. 154-164, <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2017.03.051>
- [7] B. Wittbrodt, J. Pearce. The effects of PLA color on material properties of 3-D printed components *Addit. Manuf.*, 8 (2015), pp. 110-116, <https://doi.org/10.1016/j.addma.2015.09.006>
- [8] A. Lanzotti, M. Grasso, G. Staiano, M. Martorelli. The impact of process parameters on mechanical properties of parts fabricated in PLA with an open-source 3-D printer *Rapid Prototyp. J.*, 21 (5) (2015), pp. 604-617, <https://doi.org/10.1108/RPJ-09-2014-0135>
- [9] F. Arbeiter, M. Spoerk, J. Wiener, A. Gosch, G. Pinter. Fracture mechanical characterization and lifetime estimation of near-homogeneous components produced by fused filament fabrication *Polym. Test.*, 66 (2018), pp. 105-113, <https://doi.org/10.1016/j.polymertesting.2018.01.002>
- [10] T. Tervoort, E. Klompen, L. Govaert. A multi-mode approach to finite, three-dimensional, nonlinear viscoelastic behavior of polymer glasses *J. Rheol.*, 40 (5) (1996), pp. 779-797, <https://doi.org/10.1122/1.550755>
- [11] L. van Breemen, E. Klompen, L. Govaert, H. Meijer. Extending the EGP constitutive model for polymer glasses to multiple relaxation times *J. Mech. Phys. Solids*, 59 (10) (2011), pp. 2191-2207, <https://doi.org/10.1016/j.jmps.2011.05.001>
- [12] H. Eyring. Viscosity, Plasticity, and Diffusion as Examples of Absolute Reaction Rates *J. Chem. Phys.*, 4 (4) (1936), pp. 283-291, <https://doi.org/10.1063/1.1749836>
- [13] T. Ree, H. Eyring. Theory of Non-Newtonian Flow. I. Solid Plastic System *J. Appl. Phys.*, 26 (7) (1955), pp. 793-800, <https://doi.org/10.1063/1.1722098>
- [14] R. Haward, G. Thackray. The Use of a Mathematical Model to Describe Isothermal Stress-Strain Curves in Glassy Thermoplastics *Proc. Royal Soc. London, Series A: Math., Phys. Eng. Sci.*, 302(1968), pp. 453-472, <https://doi.org/10.1098/rspa.1968.0029>
- [15] C. Bauwens-Crowet, J. Bauwens, G. Homès. Tensile yield-stress behavior of glassy polymers *J. Polym. Sci. Part A-2: Polym. Phys.*, 7 (4) (1969), pp. 735-742, <https://doi.org/10.1002/pol.1969.160070411>
- [16] E. Klompen, L. Govaert. Nonlinear Viscoelastic Behaviour of Thermorheologically Complex Materials *Mech. Time-Dep. Mater.*, 3 (1) (1999), pp. 49-69, <https://doi.org/10.1023/A:1009853024441>
- [17] L. van Breemen, T. Engels, E. Klompen, D. Senden, L. Govaert. Rate- and Temperature-Dependent Strain Softening in Solid Polymers *J. Polym. Sci. Part B: Polym. Phys.*, 50 (24) (2012), pp. 1757-1771, <https://doi.org/10.1002/polb.23199>
- [18] E. Klompen, T. Engels, L. van Breemen, P. Schreurs, L. Govaert, H. Meijer. Quantitative Prediction of Long-Term Failure of Polycarbonate Macromolecules, 38 (16) (2005), pp. 7009-7017, <https://doi.org/10.1021/ma0504973>
- [19] R. Janssen, D. de Kanter, L. Govaert, H. Meijer. Fatigue Life Predictions for Glassy Polymers: A Constitutive Approach *Macromolecules*, 41 (7) (2008), pp. 2520-2530, <https://doi.org/10.1021/ma071273i>
- [20] H. Visser, T. Bor, M. Wolters, T. Engels, L. Govaert. Lifetime Assessment of Load-Bearing Polymer Glasses: An Analytical Framework for Ductile Failure *Mater. Eng.*, 295 (7) (2010), pp. 637-651, <https://doi.org/10.1002/mame.200900369>
- [21] T. Engels, S. Söntjens, T. Smit, L. Govaert. Time-dependent failure of amorphous polylactides in static loading conditions *J. Mater. Sci. -Mater. Med.*, 21 (1) (2010), pp. 89-97, <https://doi.org/10.1007/s10856-009-3851-9>
- [22] M. Kanters, K. Remerie, L. Govaert. A new protocol for accelerated screening of long-term plasticity-controlled failure of polyethylene pipe grades *Polym. Eng. Sci.*, 56 (6) (2016), pp. 676-688, <https://doi.org/10.1002/pen.24294>
- [23] J. Rodriguez, J. Thomas, J. Renaud. Mechanical behavior of acrylonitrile butadiene styrene (ABS) fused deposition materials. Experimental investigation *Rapid Prototyp. J.*, 7 (3) (2001), pp. 148-158, <https://doi.org/10.1108/13552540110395547>
- [24] A. Vairis, M. Petousis, N. Vidakis, K. Savvakis. On the Strain Rate Sensitivity of Abs and Abs Plus Fused Deposition Modeling Parts *J. Mater. Eng. Perf.*, 25 (9) (2016), pp. 3558-3565, <https://doi.org/10.1007/s11665-016-2198-x>
- [25] M. Boyce, D. Parks, A. Argon. Large inelastic deformation of glassy polymers. part I: rate dependent constitutive model *Mech. Mater.*, 7 (1) (1988), pp. 15-33, [https://doi.org/10.1016/0167-6636\(88\)90003-8](https://doi.org/10.1016/0167-6636(88)90003-8)
- [26] P. Wu, E. van der Giessen. On improved network models for rubber elasticity and their applications to orientation hardening in glassy polymers *J. Mech. Phys. Solids*, 41 (3) (1993), pp. 427-456, [https://doi.org/10.1016/0022-5096\(93\)90043-F](https://doi.org/10.1016/0022-5096(93)90043-F)
- [27] C. Buckley, D. Jones. Glass-rubber constitutive model for amorphous polymers near the glass transition *Polymer*, 36 (17) (1995), pp. 3301-3312, [https://doi.org/10.1016/0032-3861\(95\)99429-X](https://doi.org/10.1016/0032-3861(95)99429-X)
- [28] E. Klompen, T. Engels, L. Govaert, H. Meijer. Modeling of the Postyield Response of Glassy Polymers: Influence of Thermomechanical History *Macromolecules*, 38 (16) (2005), pp. 6997-7008, <https://doi.org/10.1021/ma050498v>
- [29] B. Schrauwen, R. Janssen, L. Govaert, H. Meijer. Intrinsic deformation behavior of semicrystalline polymers *Macromolecules*, 37 (16) (2004), pp. 6069-6078, <https://doi.org/10.1021/ma035279t>
- [30] J. Bustillos, D. Montero, P. Nautiyal, A. Loganathan, B. Boesl, A. Agarwal. Integration of Graphene in Poly(Lactic) Acid by 3D Printing to Develop Creep and Wear-Resistant Hierarchical Nanocomposites *Polym. Compos.*, 39 (11) (2018), pp. 3877-3888, <https://doi.org/10.1002/pc.24422>
- [31] ISO 527-2:2012 Plastics — Determination of tensile properties — Part 2: Test conditions for moulding and extrusion plastics
- [32] Verbeeten, W.M.H.; Arnold-Bik, R.J.; Lorenzo-Bañuelos, M. Print Velocity Effects on Strain-Rate Sensitivity of Acrylonitrile-Butadiene-Styrene Using Material Extrusion Additive Manufacturing. *Polymers* 2021, 13, 149. <https://doi.org/10.3390/polym13010149>
- [33] Wilco M.H. Verbeeten, Miriam Lorenzo-Bañuelos, Pablo J. Arribas-Subiñas. Anisotropic rate-dependent mechanical behavior of Poly (Lactic Acid) processed by Material Extrusion Additive Manufacturing, *Additive Manufacturing*, 31, (2020), 100968, <https://doi.org/10.1016/j.addma.2019.100968>

**FRACTURA DE MATERIALES
FUNCIONALES Y FABRICACIÓN ADITIVA**

ESTUDIO DEL FALLO A COMPRESIÓN EN ESTRUCTURAS TRIPLEMENTE PERIÓDICAS CON MÍNIMA SUPERFICIE OBTENIDAS POR FABRICACIÓN ADITIVA

R. Belda^{1*}, R. Megías¹, M. Marco², A. Vercher-Martínez¹, E. Giner¹

¹Instituto de Ingeniería Mecánica y Biomecánica (I2MB), Dpto. de Ingeniería Mecánica y de Materiales, Universitat Politècnica de València, España

²Departamento de Ingeniería Mecánica, Universidad Carlos III de Madrid, Leganés, Madrid, España

* Persona de contacto: ribelgon@upv.es

RESUMEN

Las estructuras triplemente periódicas con mínima superficie cuentan con una geometría porosa reticular y han ganado importancia en los últimos años. Esto se debe a sus ventajas respecto a otras estructuras, como la disminución de concentradores de tensión respecto a estructuras reticulares formadas por barras. Por otro lado, la fabricación aditiva permite generar estructuras con geometrías complejas en poco tiempo y a bajo coste, como es el caso de la impresión 3D con ácido poliláctico. Esto posibilita la evaluación de diseños previamente a su fabricación con el material establecido para el diseño final, como es el caso de implantes metálicos utilizados en biomedicina. Para facilitar la selección de tipologías TPMS en función de la aplicación en la que se pretenda utilizar, se presenta en este trabajo un estudio experimental y numérico del fallo a compresión de distintas configuraciones TPMS de tipo placa o sólido. Se proporcionan parámetros elásticos y de fallo para utilizar en simulaciones numéricas, obtenidos por calibración inversa para las configuraciones TPMS analizadas. Los resultados indican que la carga de fallo es proporcional a la rigidez aparente. Además, se observa que las configuraciones tipo placa cuentan con una mayor rigidez y carga de fallo que las configuraciones tipo sólido.

PALABRAS CLAVE: Estructuras triplemente periódicas con mínima superficie; fallo a compresión; fabricación aditiva; PLA; elementos finitos.

ABSTRACT

Triply Periodic Minimal Surface (TPMS) structures have a porous network geometry and they have gained importance in the last years. This is due to their advantages in comparison with reticular structures made of rods, which present greater stress concentrators. Additive manufacturing technologies, such as 3D printing using polylactic acid, permit the generation of complex geometries reducing time and costs. This makes it possible to evaluate designs prior to manufacturing using the material defined in the final configuration, i.e. in metallic implants used in biomedicine. To gain insight into the selection of TPMS configurations as a function of the application, in this work we present an experimental and numerical study of the compression failure of TPMS designs. We also provide elastic and failure parameters to be used in finite element simulations, which were estimated through inverse calibration of the numerical models for the TPMS configurations. Results indicate that failure load is proportional to the apparent stiffness. Moreover, it is observed that sheet configurations present a higher stiffness and failure load than solid type configurations.

KEYWORDS: Triply Periodic Minimal Surface structures; compression failure; additive manufacturing; PLA; finite elements.

INTRODUCCIÓN

La industria requiere soluciones estructurales de altas prestaciones mecánicas (alta rigidez y resistencia), minimizando el peso para aplicaciones en ingeniería biomédica, automovilística o aeroespacial. En ese contexto, las estructuras celulares abiertas, con distribución periódica o aleatoria han ganado interés en los últimos años. Dentro de las estructuras celulares

abiertas periódicas, destacan las de organización reticular y las estructuras TPMS [1-4], teniendo las últimas ventajas sobre las primeras por la disminución de concentradores de tensiones [4,5].

Las estructuras TPMS, generadas a partir de funciones implícitas permiten una gran versatilidad en el diseño de nuevas geometrías. En función de la expresión utilizada para generar la estructura TPMS, se distinguen entre

estructuras tipo ‘sheet’ y tipo ‘solid’ [1], que presentan diferencias en su geometría. En las estructuras porosas, la morfometría condiciona la respuesta mecánica [6,7]. Por lo tanto, resulta relevante explorar relaciones entre las características geométricas de una estructura TPMS y su respuesta mecánica. Los avances en los sistemas de adquisición de imagen, como por ejemplo la micro-tomografía computarizada (micro-CT) han permitido caracterizar la morfometría de estructuras celulares [7,8].

Por otro lado, la fabricación aditiva permite obtener de forma rápida, económica y con una gran precisión probetas con geometrías complejas. Su uso para numerosas aplicaciones se ha extendido en los últimos años y ello ha resultado en estudios experimentales [7,9,10] y numéricos [2,3,7,10] sobre el comportamiento mecánico de estructuras porosas. Una de las mayores ventajas que supone la fabricación aditiva es que es sencillo fabricar probetas según la necesidad.

Los primeros estudios [11,12] proporcionaron descripciones de los mecanismos de deformación en estructuras celulares, así como expresiones analíticas entre características geométricas y respuesta mecánica. Más recientemente, se han desarrollado estudios sobre el comportamiento a fatiga y propiedades de fallo estático para estructuras porosas [9]. Otros autores han estudiado numéricamente la influencia de defectos de fabricación en la impresión 3D en la respuesta mecánica [3].

En este trabajo, se caracteriza el fallo a compresión de estructuras TPMS obtenidas por fabricación aditiva, utilizando ensayos experimentales y modelos numéricos que los reproducen. Los modelos desarrollados se utilizan como herramientas numéricas para estimar parámetros elásticos y de fallo para las estructuras estudiadas. Los resultados obtenidos permiten elegir la estructura TPMS óptima en función de la rigidez y resistencia objetivo de la aplicación.

MATERIALES Y MÉTODOS

En la Figura 1 se muestra la metodología experimental y numérica que se ha seguido para desarrollar este trabajo, en el que se estudia el comportamiento mecánico bajo cargas de compresión de estructuras TPMS obtenidas mediante fabricación aditiva utilizando ácido poliláctico (PLA).

2.1. Estructuras TPMS analizadas.

Las unidades elementales representativas de las estructuras TPMS analizadas en este trabajo se muestran en la Figura 2. Se trata de 4 tipologías (Giroide (G), Diamond (D), Fisher-Koch (FK) e I-graph-Wrapped Package (I-WP), generadas siguiendo las ecuaciones para redes tipo ‘solid’ o ‘sheet’ [1]. Todas las estructuras analizadas tienen una fracción en volumen de material del 30 %, por lo que las variaciones en la respuesta

mecánica se deberán a las diferencias geométricas entre tipologías.

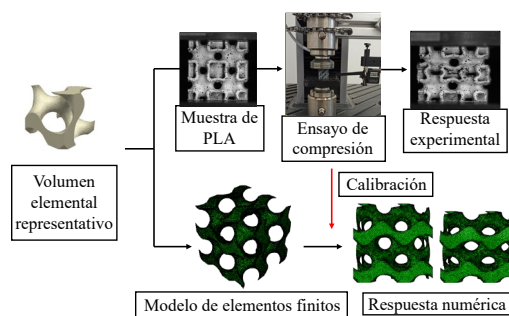


Figura 1. Esquema de la metodología utilizada para caracterizar experimental y numéricamente la respuesta a compresión de cada estructura TPMS.

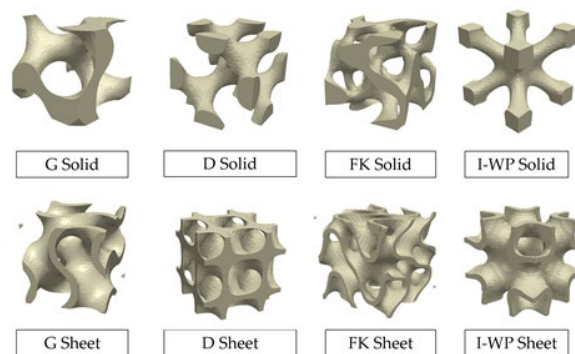


Figura 2. Volumen elemental representativo de las tipologías TPMS analizadas.

2.2. Fabricación por impresión 3D.

Las probetas utilizadas para realizar este estudio se han fabricado mediante impresión 3D a partir de la geometría superficial, siendo las dimensiones para todas ellas de 20x20x20 mm. Se fabricaron 3 muestras de cada tipología TPMS para su ensayo a compresión. La impresora 3D utilizada para la fabricación de las probetas es la Ultimaker S3 (Ultimaker, Utrecht, Netherlands) y el material utilizado es el ácido poliláctico (PLA). Este material es uno de los polímeros más utilizados en este tipo de fabricación, ya que es biodegradable y puede producirse a partir del ácido láctico, fermentado a partir de vegetales como el maíz. Se ha utilizado el software Ultimaker Cura 4.8.0 (Ultimaker, Utrecht, Netherlands) para definir los parámetros de impresión (velocidad de impresión = 40 mm/s, altura de capa = 0.1 mm, porcentaje de relleno = 100 %, tipo de material = PLA, extrusor AA de 0.4 mm).

2.3. Caracterización experimental.

Se han llevado a cabo ensayos experimentales de compresión cuasiestática con control de desplazamientos a una velocidad de 1 mm/min. Los ensayos se han realizado en una máquina electromecánica (MTS

Criterion C42, MTS Systems, USA) con una célula de carga de 5 kN y platos de compresión de aluminio (MTS ref.: FYA502A). Además, se ha utilizado un deflectómetro de contacto (MTS ref.:632.06H-20) para medir los desplazamientos entre los platos de compresión. Tal y como se muestra en la Figura 3, el deflectómetro está fijado al plato superior mediante un utillaje. De los ensayos a compresión realizados, se obtienen los siguientes parámetros: módulo de elasticidad aparente a compresión (E_{app}), límite de fluencia ($\sigma_{y,app}$, $\epsilon_{y,app}$) utilizando el criterio de 0.2 % de deformaciones, y el punto con carga máxima ($\sigma_{f,app}$, $\epsilon_{f,app}$).

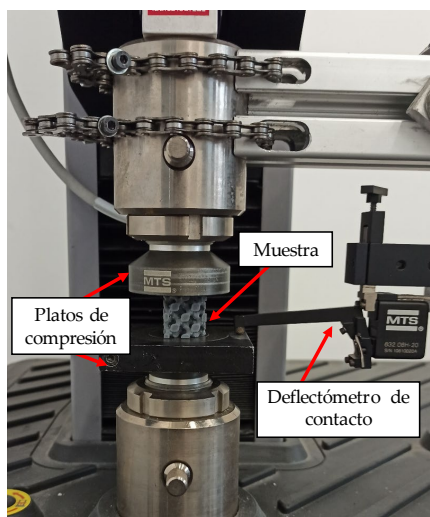


Figura 3. Esquema de la configuración experimental utilizada para realizar los ensayos de compresión.

2.4. Caracterización numérica.

Por otro lado, se han desarrollado modelos de elementos finitos para cada una de las configuraciones de estructuras TPMS, con el objetivo de utilizarlos como herramienta para estimar las propiedades elásticas y de fallo.

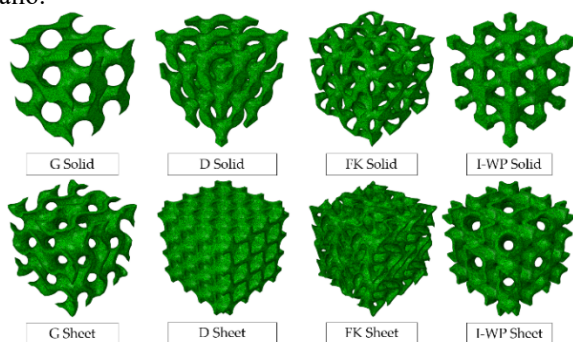


Figura 4. Modelos de elementos finitos desarrollados para cada probeta analizada.

El punto de partida para la generación de los modelos numéricos es el volumen representativo de cada una de las tipologías de las estructuras TPMS (Figura 2). Esta celda unidad se ha copiado 2 veces en dirección horizontal y 2 veces en dirección vertical, por lo que la

geometría de los modelos numéricos es la que se muestra en la Figura 4.

Se ha utilizado el software Abaqus (Simulia, Rhode Island, United States) para generar los modelos de elementos finitos que reproducen los ensayos experimentales. Dichos modelos pueden usarse como una herramienta numérica para estimar propiedades elásticas y de fallo. Se han utilizado elementos tetraedros cuadráticos (código C3D10 en Abaqus), eligiendo el tamaño de elemento tras un estudio de sensibilidad de malla. Los modelos de elementos finitos tienen entre 700.000 y 2.000.000 nodos y entre 400.000 y 1.000.000 elementos, en función de la densidad de cada una de las estructuras TPMS.

Las propiedades elásticas y de fallo de las estructuras TPMS se obtienen de forma inversa: se utiliza la respuesta de los ensayos experimentales y los modelos de elementos finitos que reproducen los ensayos. Para realizar el estudio de la zona no lineal de la respuesta a compresión se va a utilizar el modelo de fallo de degradación de las propiedades elásticas. Este modelo de fallo se define en función de la deformación equivalente, definida en la ecuación (1):

$$\epsilon_{eq} = \sqrt{\frac{2}{3}} \epsilon_{ij} \epsilon_{ij} \quad (1)$$

En régimen cuasiestático, la expresión isotropa que define la elasticidad en el marco de la mecánica del daño continuo se expresa por la ecuación (2).

$$\sigma = (1 - D) C \epsilon \quad (2)$$

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 intacto. Se ha supuesto que la variable de daño D evoluciona siguiendo la ecuación (3) [6,13].

$$D = \begin{cases} 0 & \epsilon_{eq} \leq \epsilon_y \\ 0.95 \left(\frac{\epsilon_{eq}}{\epsilon_f} \right)^2 & \epsilon_y < \epsilon_{eq} < \epsilon_f \\ 0.95 & \epsilon_{eq} \geq \epsilon_f \end{cases} \quad (3)$$

donde ϵ_y representa la deformación de inicio de fallo y ϵ_f hace referencia a la deformación de fallo completo y se corresponde con una degradación de la rigidez de un 95 %.

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

3.1. Resultados experimentales a compresión.

En la Figura 5, se muestran los resultados de la respuesta a compresión registrada en el ensayo de las estructuras TPMS analizadas. Se observa una zona inicial no lineal que representa el acomodamiento de las muestras al

inicio del ensayo. Dicha región no se tendrá en cuenta en la reproducción numérica de los ensayos.

La Tabla 1, recoge los parámetros característicos de la respuesta experimental para los 3 ensayos realizados por tipo de muestra, en forma de valores medios y desviaciones típicas. Los resultados obtenidos indican que las configuraciones tipo ‘sheet’ presentan mayor módulo de elasticidad aparente a compresión y carga de fallo que las configuraciones tipo ‘solid’.

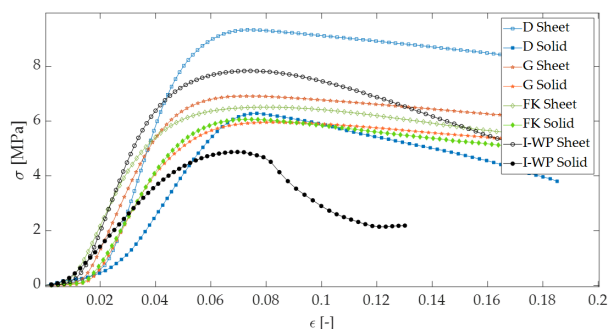
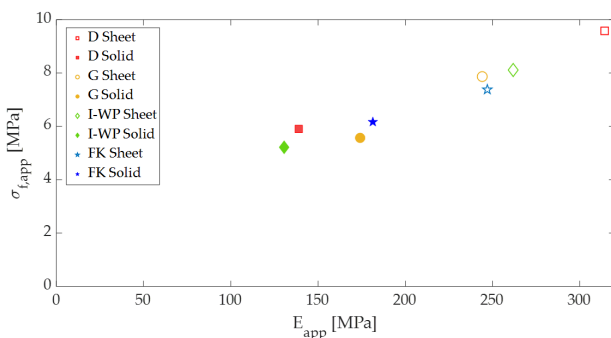


Figura 5. Respuesta experimental a compresión registrada para las estructuras TPMS analizadas.

Por otro lado, las deformaciones de inicio de fallo $\epsilon_{y,app}$ presentan valores en torno al 3 %, siendo el valor máximo de 4.1 % para la configuración D Solid. Las deformaciones en la carga máxima $\epsilon_{f,app}$ presentan valores similares para las configuraciones estudiadas, de aproximadamente un 5.5 %.



La Figura 6, muestra la relación entre el módulo de elasticidad aparente a compresión E_{app} y la carga de fallo a compresión $\sigma_{f,app}$. Se observa una correlación lineal entre ambas variables que indica que las configuraciones más rígidas soportan mayores cargas antes de su fallo a compresión. Dicho comportamiento ha sido reportado en otros estudios sobre estructuras reticulares [2] y porosas [6,7]. La relación lineal obtenida permite estimar la carga de fallo a partir de un ensayo o simulación lineal mediante el que se calcule la rigidez a compresión,

evitando el ensayo destructivo de las probetas y simplificando los modelos numéricos necesarios.

Tabla 1. Resumen de parámetros aparentes estimados para las estructuras TPMS, incluyendo valores medios y desviaciones típicas.

	E_{app} [MPa]	$\epsilon_{y,app}$ [-]	$\sigma_{y,app}$ [MPa]	$\epsilon_{f,app}$ [-]	$\sigma_{f,app}$ [MPa]
D Sheet	314.28 ± 29.02	0.027 ± 2e ⁻⁴	7.98 ± 0.79	0.051 ± 0.004	9.58 ± 0.76
D Solid	138.93 ± 0.97	0.041 ± 6e ⁻⁴	5.44 ± 0.052	0.054 ± 4.8e ⁻⁴	5.90 ± 3.3e ⁻⁴
G Sheet	244.11 ± 36.37	0.030 ± 0.002	6.79 ± 1.47	0.053 ± 0.004	7.87 ± 1.29
G Solid	174.12 ± 10.22	0.026 ± 0.001	4.13 ± 0.21	0.065 ± 5e ⁻⁴	5.57 ± 0.29
I-WP Sheet	261.83 ± 11.62	0.027 ± 2e ⁻⁴	6.52 ± 0.33	0.059 ± 0.002	8.11 ± 0.41
I-WP Solid	130.55 ± 13.59	0.036 ± 0.001	4.38 ± 0.30	0.055 ± 0.004	5.22 ± 0.26
FK Sheet	247.00 ± 45.87	0.025 ± 4e ⁻⁴	5.65 ± 1.06	0.067 ± 0.002	7.38 ± 1.18
FK Solid	181.39 ± 7.38	0.030 ± 0.001	5.03 ± 0.25	0.058 ± 0.002	6.17 ± 0.21

En la Figura 6, se observan claramente las diferencias en el comportamiento a compresión entre estructuras TPMS tipo ‘sheet’ y ‘solid’. El primer grupo, presenta mayor rigidez a compresión y carga de fallo. Por lo tanto, dicha distinción sirve de ayuda para elegir la estructura en función de los requisitos de la aplicación en la que se usen estas estructuras. Entre las estructuras analizadas, la D Sheet es la que mayor módulo de elasticidad aparente a compresión y carga de fallo presenta, mientras que la más flexible y menos resistente es la I-WP Solid, con valores similares a D Solid.

3.2. Reproducción numérica de la respuesta experimental.

En la Figura 7, se presenta la comparación entre la respuesta experimental y las simulaciones por elementos finitos. Se puede observar cómo los modelos de elementos finitos desarrollados reproducen con buena precisión la respuesta experimental de los ensayos a compresión.

La calibración numérica realizada ha permitido predecir la carga de fallo experimental. No obstante, algunos modelos, como FK Solid, G Sheet o I-WP Sheet

presentan mayores discrepancias entre el inicio de la fluencia y la carga máxima.

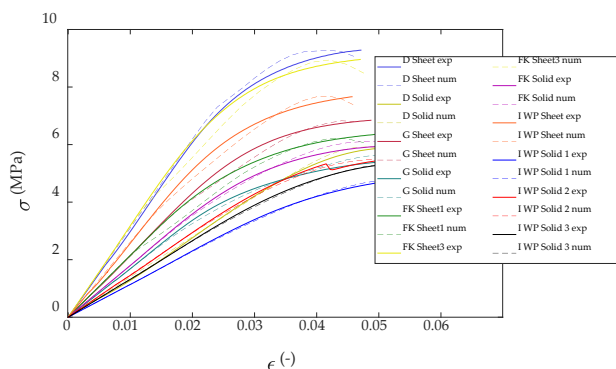


Figura 7. Comparación de la respuesta numérica y la experimental para las estructuras TPMS analizadas.

La Tabla 2, resume los parámetros elásticos y de fallo estimados por calibración inversa. Se ha estimado un módulo de Young E para el PLA como material homogéneo con un valor medio de 2241 MPa para las TPMS estudiadas. El inicio de fallo se produce a una deformación ϵ_y del 2.4 %, mientras que el fallo completo (suponiendo una reducción del 95 % del módulo de Young inicial) se ha estimado que ocurre a un 11 % de deformación.

Tabla 2. Resumen de parámetros elásticos y de fallo estimados para las estructuras TPMS utilizando los resultados experimentales y los modelos que los reproducen, incluyendo valores medios y desviaciones típicas.

	E [MPa]	ϵ_y [-]	ϵ_f [-]
Parámetros calibrados	2241 ± 289	0.024 ± 0.011	0.11 ± 0.022

En la Figura 8, se comparan las deformadas obtenidas en las simulaciones, representando las deformaciones principales máximas, y las experimentales. Es importante notar que en los ensayos a compresión se llevó a las muestras a un nivel de deformaciones notablemente mayor que en las simulaciones, en las que se modeló la compresión únicamente hasta la carga máxima.

En general, las simulaciones reproducen con una buena precisión las regiones de fallo de los ensayos. Por ejemplo, para las muestras D Sheet, G Solid o FK Solid, las regiones de fallo coinciden entre simulaciones y ensayos. En el caso de la muestra I-WP Solid, el modelo predice la fractura de los brazos inclinados de la muestra. El fallo en los puntos de unión entre brazos inclinados ocurrió en etapas finales de rotura, no modelada numéricamente en este trabajo.

Los modelos de elementos finitos desarrollados reproducen con buena precisión la respuesta a compresión experimental, prediciendo la carga de fallo. No obstante, para algunas tipologías estudiadas se

observa una menor precisión en la reproducción de la respuesta desde el límite elástico hasta la carga máxima, ver Figura 7.

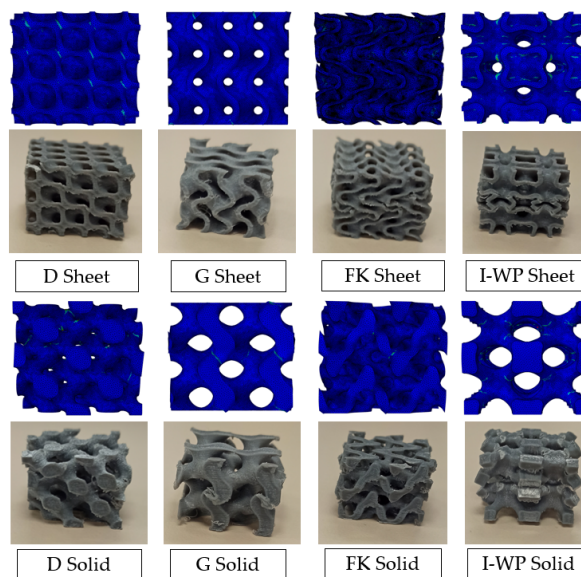


Figura 8. Comparación de las deformadas de fallo a compresión experimental y las predicciones de los modelos de elementos finitos para las estructuras TPMS analizadas.

Dichas diferencias pueden deberse a la ley de daño D asumida en el estudio, que fue propuesta para modelar el daño en tejido óseo trabecular [13] o a la variable considerada en el modelo de fallo. El análisis de los resultados de las simulaciones de elementos finitos parece indicar que la deformación principal máxima refleja con una mayor precisión la aparición de daño, en comparación con la deformación equivalente.

CONCLUSIONES

En este trabajo, se ha estudiado la respuesta a compresión de 8 estructuras TPMS, obtenidas por fabricación aditiva, mediante ensayos experimentales y modelos de elementos finitos que los reproducen. Los resultados indican que un criterio de fallo basado en la deformación equivalente ϵ_{eq} permite reproducir con buena precisión la respuesta de los ensayos.

Se ha detectado que las configuraciones tipo ‘sheet’ presentan mayor módulo de elasticidad aparente a compresión y carga de fallo que las configuraciones tipo ‘solid’. Entre las estructuras TPMS analizadas, la D Sheet presenta la mayor rigidez (314 MPa) y carga de fallo a compresión (9.58 MPa).

El modelo de fallo utilizado para reproducir la respuesta a compresión mediante elementos finitos indica que el daño comienza a una deformación media ϵ_y de un 2.4 %, mientras que el fallo completo sucede a un 11 % de deformación.

Por último, se ha observado cómo, en las tipologías tipo ‘solid’ en las que las deformaciones a flexión dominan el comportamiento a compresión (D Solid y I-WP Solid, formadas por barras inclinadas) resultan las más flexibles y las de menor carga de fallo a compresión.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecer la financiación recibida desde el Ministerio de Ciencia e Innovación, en el contexto de los proyectos PID2020-118480RB-C21 y -C22, PID2020-118920RB-I00, PID2020-112628RA-I00, PDC2021-121368-C21 y -C22, y a la Generalitat Valenciana, en el contexto del Programa PROMETEO 2021/046 y del Plan FDGENT 2018 GVA.

REFERENCIAS

- [1] O. Al-Ketan, R.K.A. Al-Rub, MSLattice: A free software for generating uniform and graded lattices based on triply periodic minimal surfaces. *Mat Design Process Comm* (2020) e205.
- [2] M. Marco, R. Belda, M.H. Miguélez, E. Giner, Numerical analysis of mechanical behaviour of lattice and porous structures. *Compos Struct* (2021) 261:113292.
- [3] I. Echeta, B. Dutton, R.K. Leach, S. Piano, Finite element modelling of defects in additively manufactured strut-based lattice structures. *Additive Manufacturing* (2021) 47: 102301.
- [4] M. Zhong, W. Zhou, H. Xi, Y. Liang, Z. Wu, Double-level energy absorption of 3D printed TPMS cellular structures via wall thickness gradient design. *Materials* (2021) 14(21):6262
- [5] A. Yáñez, A. Cuadrado, O. Martel, H. Alfonso, D. Monopoli, Gyroid porous titanium structures: A versatile solution to be used as scaffolds in bone defect reconstruction. *Mater Des* (2018) 140:21-29.
- [6] R. Belda, M. Palomar, J.L. Peris-Serra, A. Vercher-Martínez, E. Giner, Compression failure characterization of cancellous bone combining experimental testing, digital image correlation and finite element modeling. *Int J Mech Sci* (2020) 165:105213.
- [7] R. Belda, M. Palomar, M. Marco, A. Vercher-Martínez, E. Giner, Open cell polyurethane foam compression failure characterization and its relationship to morphometry. *Mater Sci Eng C* (2021) 120:111754.
- [8] S. Gómez, M.D. Vlad, J. López, M. Navarro, E. Fernández, Characterization and three-dimensional reconstruction of synthetic bone model foams. *Mater Sci Eng C* (2013) 33(6):3329-35.
- [9] L. Marsavina, D.M. Constantinescu, E. Linul, T. Voiconi, D.A. Apostol, Shear and mode II fracture of PUR foams. *Eng Fail Anal* (2015) 58: 465-76.
- [10] J. Tkac, S. Samborski, K. Monkova, H. Debski, Analysis of mechanical properties of a lattice structure produced with the additive technology. *Compos Struct* (2020) 242:112138.
- [11] L.J. Gibson, M.F. Ashby, G.S. Schajer, C.I. Robertson, The mechanics of two-dimensional cellular materials. *Proc R Soc A Math Phys Eng Sci* (1982) 382: 25-42.
- [12] L.J. Gibson, M.F. Ashby, The mechanics of three-dimensional cellular materials. *Proc R Soc A Math Phys Eng Sci* (1982) 382: 43-59.
- [13] R. Hambli. Micro-CT finite element model and experimental validation of trabecular bone damage and fracture. *Bone* (2013) 56, 363-74.

GRAPHENE OXIDE AS AN ADDITIVE TO ENHANCE THE PERFORMANCE OF CEMENT MORTARS

L. Djenaoucine¹, Á. Picazo², M.Á. de la Rubia¹, J.C. Gálvez^{1*}, A. Moragues¹

¹ Departamento de Ingeniería Civil: Construcción, E.T.S. de Ingenieros de Caminos, Canales y Puertos. Universidad Politécnica de Madrid. C/ Profesor Aranguren, s/n, 28040, Madrid, España.

² Departamento de Tecnología de la Edificación, E.T.S de Edificación. Universidad Politécnica de Madrid. Avda. Juan de Herrera, 6, 28040, Madrid, España.

* Persona de contacto: Jaime.galvez@upm.es

RESUMEN

La incorporación de nanomateriales en el campo de la ingeniería civil ha supuesto una importante mejora de las propiedades mecánicas y el rendimiento de los materiales cementicios. El óxido de grafeno (GO) ha demostrado ser un material que mejora la microestructura de los compuestos con cemento mejorando sus propiedades mecánicas, su durabilidad y otras capacidades multifuncionales. El presente trabajo tiene como objetivo combinar nanopartículas de GO con mortero de cemento Portland ordinario (OPC), analizando las posibles mejoras en sus propiedades mecánicas, de durabilidad y optimizando la dosificación de GO. Para ello, se emplearon diferentes contenidos de GO (0,0005%, 0,005%, 0,05%), junto con el uso de superplastificante. Los resultados revelaron que se produjeron mejoras significativas en las propiedades mecánicas y de durabilidad. La resistencia a compresión y flexión de las mezclas con 0,0005% y 0,05% de GO han mostrado un mejor comportamiento en comparación con el resto de las mezclas. El uso de GO en las dosificaciones de los morteros ha mostrado una mejora significativa en los ensayos de penetración de cloruros. A través de las pruebas de análisis termogravimétrico (TGA), se encontró que el GO mejoró la reacción de hidratación, lo que propició una mejora de las propiedades mecánicas.

PALABRAS CLAVE: Óxido de grafeno, Material compuesto cementicio, Propiedades mecánicas, Durabilidad

ABSTRACT

The incorporation of nanomaterials into the field of civil engineering has led to a significant improvement in the mechanical properties and performance of cement-based materials. Graphene oxide (GO) has been shown to be a material of high interest that improves the microstructure of cementitious composites by increasing their mechanical properties, durability and other multifunctional performances. The present work aims to combine GO nanoparticles with ordinary Portland cement (OPC) mortar, assessing potential improvements on their mechanical properties, durability and optimising the dosage of GO. With the incorporation of various GO contents (0.0005%, 0.005%, 0.05%), with the use of superplasticizer. Results revealed that significant improvements in both side mechanical and durability properties were provided. The compressive and the flexural strength of the mixes with 0.0005% and 0.05% respectively have shown better behaviour compared with the rest of the mixes. The use of GO in the dosages of the mortars has shown a significant improvement in the chloride penetration profile tests. Through thermogravimetric analysis testing (TGA), it was found that GO improved the hydration reaction, resulting in enhanced mechanical properties.

KEYWORDS: Graphene oxide, Cement-based composite material, Mechanical properties, Durability

INTRODUCCIÓN

Cementitious materials are one of the most common building materials used. Because of its inexpensive cost and the wide range of raw materials from which it can be synthesized, are used for many infrastructures, such as buildings, bridges, dams, and tunnels. However, due to the widespread use of cement-based materials, their mechanical properties and long-term durability are impacted due to their natural irregularity, large porosity, and numerous cracks after loading [1]. To overcome the

inherent drawbacks of cement-based materials, researchers propose to modify the properties of cement-based materials by incorporating nanomaterials, which may be the most reliable choice. The current state of science and technology indicates that micro and nano technology is playing an increasingly important role in improving mechanical properties and long-term durability [2]. In a broad sense, nanomaterials, due to their small size effect and unique surface effect, have different properties such as thermal conductivity, electrical conductivity, optical properties, and magnetic

properties. This allows them to have a broad range of applications in a variety of domains, including environment and organic chemistry [3, 4], and coming to the construction materials field. In the construction materials field, several specific nanomaterials have been exploited as an agent for reinforcing cement-based materials, such as nano-silica (Nano-SiO₂) [5], nano-alumina (Nano-Al₂O₃) [6], carbon nanotubes [7], and recently, graphene oxide (GO) [8]. Numerous investigations have revealed that GO can be used as an ideal reinforcement material for reinforcing cement composites due to its high surface area, unique structure, excellent mechanical toughness, and oxygen-rich groups [8–11], Lv *et al.* [12] reported that adding 0.03% GO by weight of cement in cement mortars can regulate the formation of regular and dense flower-like crystals of hydration products, herewith increasing the flexural, compressive, and tensile strengths by 60.7%, 38.9%, and 78.6%, respectively. According to Pan *et al.* [13], the introduction of 0.05 wt% GO can increase the GO cement composite compressive strength by 33% and the flexural strength by 59%, respectively. Mokhtar *et al.* [14] reported that the use of 0.02 wt% GO nanoplatelets increased the compressive strength by about 13%, and the addition of 0.03 wt% GO increased the splitting tensile strength by 41% to cement pastes. However, the more considerable surface energy of GO absorbs more free water in the cement paste and cement mortar, resulting in a reduction in the fluidity of cement-based materials [15]. Although GO has proven to be a leading potential for improving cement-based materials. The dispersion of GO in cementitious materials is still a topic that needs to be considered. Many studies have shown that strong aggregation of GO occurs in the presence of Ca²⁺ in the cement paste [16] and the environment alkalinity [17], which are the key factors for GO agglomeration. Some studies have investigated ways to improve GO dispersion in cement-based materials to address this issue. Some researchers have experimented with polycarboxylate superplasticizers (SP) [18] as a "protective shell" to avoid direct contact between the functional oxygen groups of GO and Ca²⁺ [19]. While others [20] preferred to use physical methods for its effectiveness such as ultrasonic way to enhance the dispersion of GO. In this paper, the effects of various dosages of GO on the mechanical properties including electrical resistivity, flexural and compressive strength of GO cement composite were systematically studied by preparing GO cement mortars by water / cement ratio of 0.35, using a superplasticizer to maintain the same flowability. Moreover, to get a sense of the service life of graphene oxide embedded cement mortar, durability tests such as chloride diffusion was performed.

MATERIALS

The materials used were: GO solution dispersed in water at the concentration of 2 mg/ml, ordinary Portland cement (OPC) type I 52.5R, tap water from the urban supply of Madrid, sand was CEN-NOMRSAND for all

cases, a polycarboxylate superplasticizer has been used in cement-based materials for workability purposes. The chemical composition of these materials is shown in Table 1 and 2.

Table 1. Chemical composition of cement powder.

Element	%
SiO ₂	20.7
Al ₂ O ₃	5.10
Fe ₂ O ₃	3.22
CaO	62.10
MgO	1.47
SO ₃	3.60
K ₂ O	1.07
Na ₂ O	0.12
TiO ₂	0.25
MnO	0.10
Others	2.13

Table 2. Elemental analysis of GO.

GO Element	%
Oxygen	33-38
Carbon	58-63
Nitrogen	0-2
Sulfur	1-2

EXPERIMENTAL PROGRAMME

3.1. Preparation and testing of cement mortars

As shown in Table 3, four mixtures of cement mortar with GO were prepared. The dosage of GO and SP are expressed by the mass percentage of cement. Firstly, the volume of the GO solution corresponding to the weight of the dose was pipetted into a pipette and then poured into the water. The solution was stirred with a magnetic stirrer for 5 minutes at a rotational speed of 800 rpm. The SP is mixed for another minute with the solution of GO and water. Lastly, when the solution is ready, and according to the mixing ratio, the weighed cement and prepared solution (water, GO and SP) is poured into the mixer container within 10 seconds and the mixtures were prepared in an automatic mixer. Firstly, the prepared solution cement is mixed 30s at a low rate, then, with another 30s at low speed, the sand was added regularly, this was followed by mixing at a high rate for 30s, then 90s rest, finally mixing for 30s at a high rate again. The fresh mixes were cast into cylindrical and prismatic moulds and compacted. Finally, prismatic specimens were placed in the curing chamber immediately after casting, while cylindrical specimens were placed in the curing chamber 24 hours after demoulding.

Table 3. Mortar mix proportions.

Name	Cement (g)	w/c	Sand (g)	GO (wt%)	SP (wt %)
MGS0	450	0.35	1350	-	2.0
MGS0005	450	0.35	1350	0.0005	2.0
MGS005	450	0.35	1350	0.005	2.0
MGS05	450	0.35	1350	0.05	2.3

w/c water / cement ratio.

3.2. Testing procedures for the cement mortar

To study the hydration reaction of cement mortar, the mortar samples were ground and subjected to quantitative thermogravimetric analysis (DTG). The samples were heated from 25 °C to 1100 °C at a heating rate of 10 °C/min using the LABSYS Evo instrument. Thermogravimetric-differential scanning calorimetry curves (TG-DSC) were recorded and the weight losses of the samples were calculated. Different hydrates in the cement mortar corresponded to different decomposition weight losses, so that the degree of cement hydration could be qualitatively evaluated.

Mechanical characterization tests were performed, including, flexural strength, and compressive strength. Prismatic specimens were subjected to electrical resistivity testing by generating an electric field passing through the specimen. According to UNE-83988-1, the resistivity tests evaluated the evolution of the microstructure closure. The flexural strength was determined using a three-point bending test after 2, 7, 28, and 90 days, at a loading rate of 40-60 N/s. Then, the specimens continue to be used for the compressive test at a rate of 50±10 N/s. Mechanical characterization was done according to UNE-EN 196-1.

Chloride diffusion tests were performed in order to assess the total chloride content in mortar. After 28 days of curing in a humid chamber and 35 days of exposure to the NaCl solution (165 g NaCl per litre) cylindrical specimens were used for this test, after 35 days of immersion, ten slides were extracted from each sample and collected as a powder at a depth of 1 mm. Then, the powder was dried at 105±5 °C for 24h and finally placed in a desiccator to prevent re-wetting of the powder until testing, analysis was performed on powder using a Metrohm measurement tool machine

RESULTS

4.1. Hydration process of cement mortar

Figure 1 shows the graph of DTG versus the temperature of MGS05 (0.05% GO) and the reference specimen. This shows that two specimens exhibited three zones of weight loss, labelled T1, T2, and T3. The dehydration of C-S-H gels and ettringite caused the first weight loss, T1, which occurred between 140 °C and 430 °C (water bound in the C-S-H gel). The second weight loss, T2, is observed between 430 °C and 515 °C and is referred to

as the dihydroxylation of calcium hydroxide Ca(OH)₂, another hydration product. The final weight loss, T3, occurs (515 °C-1100 °C) [21]. These values were calculated based on the data obtained from the tests performed on the samples. (The objective is to compare weight losses of the different samples in the same temperature range).

Table 4 summarizes the corresponding weight losses for all stages T1, T2, and T3 for the two mortar specimens. These values were calculated based on the test data shown in Figure 1. Based on the weight loss T1 in the first stage, it was found that GO leads to a slight effect on the C-S-H gel produced by cement hydration. Cement mortar MGS05 (0.05% GO) exhibited an approximately 1.15% increased weight loss in the first stage compared with that of the control cement samples MGS0, while the rate of increase was 30.03%. However, the second stage T2 quantitative analysis indicate that GO had no significant effect on the CH content generated during cement hydration. Which may be due to insufficient water in the system for the cement to react with. This may be being evidence of the GO absorbing more water to lubricate their surface. Hence, it can be concluded, based on the thermogravimetric data showed, that GO had no obvious promoting effect on cement hydration.

Table 4: Weight loss of cement mortar at 28 days.

Mortar Samples	Weight loss (%)		
	T1	T2	T3
MGS0	2.68	1.67	1.23
MGS05	3.83	1.72	1.28

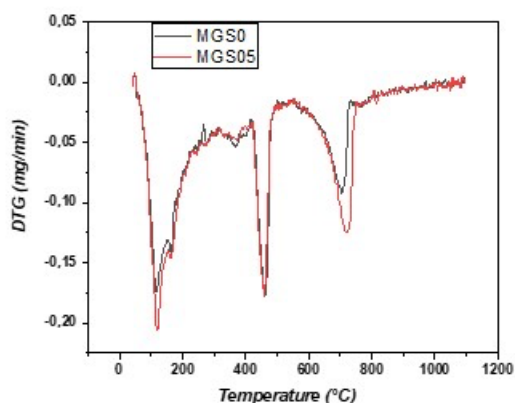


Figure 1. DTG analysis for cement mortar.

4.2. Influence of GO addition on the mechanical strength

The influence of GO addition on the compressive strength and flexural strength of the cement mortar at different ages are shown in Figure 2. From Figure 2, it can be seen that the addition of a certain amount of GO can improve slightly the strength of the cement mortars compared with the control specimens (MGS0), especially the flexural strength. The dosage 0.05% of OG (MGS05), increases the flexural strength by 12.26, 23.57 and 22.23% and the compressive strength by 1.42%, 4.28% and 5.31% at 7, 28 and 90 days of age, respectively,

compared with the control specimens MGS0. While the specimen MGS0005, with a low content of GO (0.0005%), shows the best compressive resistance, showing 7.79% higher compressive strength at 28 days than the control sample MGS0.

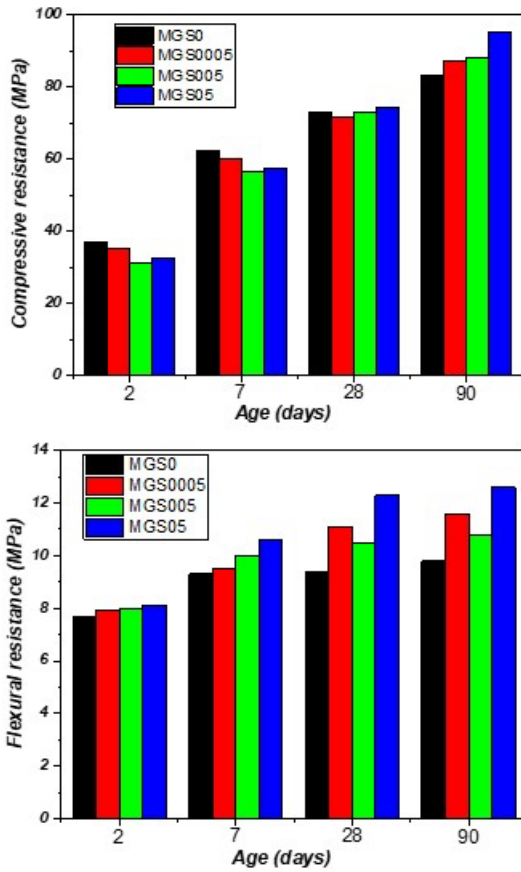


Figure 2. Compression and flexural strength of mortar with various dosages of GO.

From the results, it can be concluding that the addition of GO has a more obvious effect on flexural strength than on the compressive strength. This is probably due to the low degree of cement hydration in the specimens with GO, since GO absorbed a certain amount of mixing water due to its hydrophilic nature and high specific surface area, and thus less water was available for the cement to react with. This effect may become significant, where the compressive strength development from 7 to 28, can be explained, that the water absorbed by GO is gradually released from GO and is available for hydration. Several possible reasons for the mechanical enhancement include the promotion of hydration and the formation of strong interfacial forces between functional groups of GO and hydration products [13, 22]. The hydration products are mainly responsible for the strength of the cement composite [23], and as the previous results show, the addition of GO causes a slight increase in the hydration products, which perhaps be the reason.

4.3. Influence of GO addition on the electrical resistivity

Electrical resistivity is the measure of resistance caused by the movement of ions through the mortar. The results of electrical resistivity for all specimens are shown in Figure 3. The electrical resistivity values for the control specimens were 37.06, 62.49, 83.22, and 107.91 Ohm.m at the curing ages of 2, 7, 28, and 90 days. These values can be seen in Figure 3. Electrical resistivity of all specimens containing GO was lower than the control specimens at the early ages of 2 and 7 days. However, an enhancement in electrical resistivity was observed for all specimens containing GO from 14 days onwards. Moreover, the maximum electrical resistivity was found with MGS05 (0.05% GO) compared with the control specimens, with improvements of 12.52% and 13.65% at 28 and 90 days, respectively. The increase in electrical resistivity with ascending hydration age owes to the C-S-H gel formation resulting in the densification of the cementitious microstructure by pore structure refinement and hence the structure refinement causes the blockage of pathways responsible for ionic conduction in the cement mortar [24].

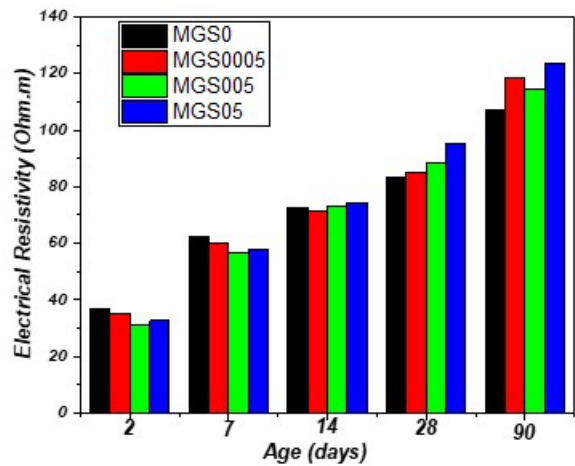


Figure 3. Evolution of electrical resistivity.

4.4. Chloride Penetration Testing

Chloride penetration data were collected at a range of depths for different mortar mixtures. Specimens were subjected to an aggressive (165 g NaCl per litre) chloride environment after 35 days in controlled curing conditions, for comparison. The total chloride content for all samples is shown in Figure 4. From the results, it can be concluded that the addition of GO to the cement mortar reduces chloride penetration, as it had the lowest chloride coefficient. Specimen MGS05 mix exhibits the lowest chloride penetration depth among the other mixes. Mohamed [25] stated that this lower level can be associated with the structure of the GO layers and the interconnected complex structure, which are similar to spongy structures allowing it to trap chloride ions in this structure, limiting their penetration into the cement matrix. Being such a strong barrier against any aggressive elements attack, it could be concluded that by

incorporating graphene oxide into a cement matrix, the penetration of destructive molecules such as chlorides could be hindered, which could improve the durability of cement materials and extend its service life.

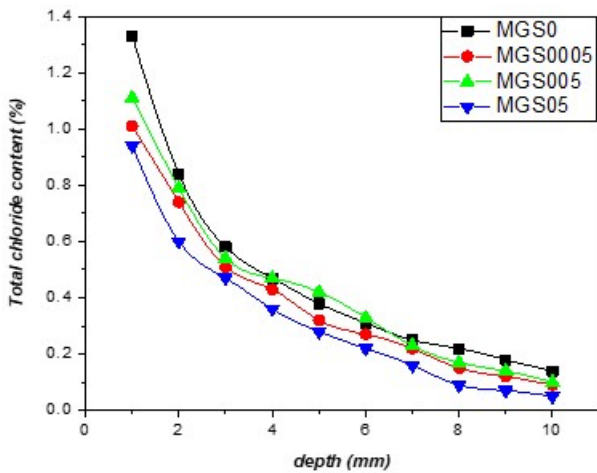


Figure 4. Chloride profiles after 35 days submerged in chloride solution.

The experimental results of electrical resistance were put in relation to the effective diffusion coefficient (Effective diffusion coefficient calculated from total chloride content as a function of depth), which is used to predict the lifetime in an aggressive environment with chlorides. From Figure 5, it can be seen that high values of electrical resistivity result in low values of effective diffusion of chlorides, which is related to microstructure closure and lower pore.

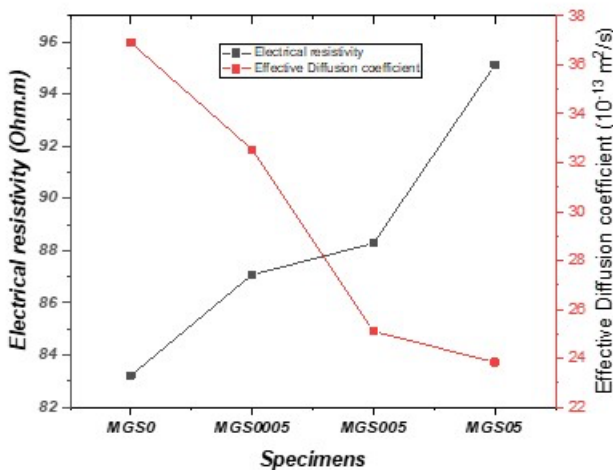


Figure 5. Electrical resistivity and effective diffusion coefficient.

CONCLUSIONS

- At a standard curing age of 28 days, the compressive strength of the specimens (MGS0005) with a GO content of 0.0005% is 7.79% higher than that of the reference specimens (MGS0). The flexural strength of the specimens (MGS05) with a content of 0.05% GO is 23.57% higher than that of the control

specimens (MGS0). These results show that an appropriate dosage of GO can significantly improve the mechanical properties of cement-based materials.

- According to the DTG results, specimen MGS05 (0.05% GO) exhibited an increase of 1.15% of C-S-H gel produced by cement hydration than the control specimens at 28 days.
- It can be concluded that the addition of GO resulted in a high electrical resistivity as well as the lowest chloride diffusion coefficients may obtain a remarkable extension in service life.

ACKNOWLEDGEMENTS

The authors gratefully acknowledge the financial support provided by Ministry of Science and Innovation of Spain by means of the Research Fund Project PID2019-108978RB-C31. They also offer their gratitude to Sika SAU for supporting the Enterprise University Chair “Cátedra Sika-UPM”.

REFERENCES

- M.S. Hemalatha, M. Santhanam, Characterizing supplementary cementing materials in blended mortars, *Constr. Build. Mater.* 191 (2018) 440–459. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2018.09.208>.
- L. Raki, J. Beaudoin, R. Alizadeh, J. Makar, T. Sato, Cement and concrete nanoscience and nanotechnology, *Materials (Basel)*. 3 (2010) 918–942. <https://doi.org/10.3390/ma3020918>.
- J. Li, M. Yao, Y. Shao, D. Yao, The application of bio-nanotechnology in tumor diagnosis and treatment: A view, *Nanotechnol. Rev.* 7 (2018) 257–266. <https://doi.org/10.1515/ntrev-2018-0011>.
- C. Liu, X. Huang, Y.Y. Wu, X. Deng, Z. Zheng, The effect of graphene oxide on the mechanical properties, impermeability and corrosion resistance of cement mortar containing mineral admixtures, *Constr. Build. Mater.* 288 (2021) 123059. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2021.123059>.
- L.P. Singh, S.R. Karade, S.K. Bhattacharyya, M.M. Yousuf, S. Ahalawat, Beneficial role of nanosilica in cement based materials - A review, *Constr. Build. Mater.* 47 (2013) 1069–1077. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2013.05.052>.
- Z. Li, H. Wang, S. He, Y. Lu, M. Wang, Investigations on the preparation and mechanical properties of the nano-alumina reinforced cement composite, *Mater. Lett.* 60 (2006) 356–359. <https://doi.org/10.1016/j.matlet.2005.08.061>.
- S. Chuah, Z. Pan, J.G. Sanjayan, C.M. Wang, W.H. Duan, Nano reinforced cement and concrete composites and new perspective from graphene oxide, *Constr. Build. Mater.* 73 (2014) 113–124. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2014.09.040>.
- A. Hanif, Reinforcing cementitious composites with graphene oxide for enhanced mechanical performance: Prospects and challenges, Elsevier

- Inc., 2019. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-817854-6.00028-3>.
- [9] L. Lu, P. Zhao, Z. Lu, A short discussion on how to effectively use graphene oxide to reinforce cementitious composites, *Constr. Build. Mater.* 189 (2018) 33–41. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2018.08.170>.
- [10] S.C. Devi, R.A. Khan, Effect of graphene oxide on mechanical and durability performance of concrete, *J. Build. Eng.* 27 (2020) 101007. <https://doi.org/10.1016/j.jobeb.2019.101007>.
- [11] S.J. Lee, S.H. Jeong, D.U. Kim, J.P. Won, Graphene oxide as an additive to enhance the strength of cementitious composites, *Compos. Struct.* 242 (2020) 112154. <https://doi.org/10.1016/j.compstruct.2020.112154>.
- [12] S. Lv, Y. Ma, C. Qiu, T. Sun, J. Liu, Q. Zhou, Effect of graphene oxide nanosheets of microstructure and mechanical properties of cement composites, *Constr. Build. Mater.* 49 (2013) 121–127. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2013.08.022>.
- [13] Z. Pan, L. He, L. Qiu, A.H. Korayem, G. Li, J.W. Zhu, F. Collins, D. Li, W.H. Duan, M.C. Wang, Mechanical properties and microstructure of a graphene oxide-cement composite, *Cem. Concr. Compos.* 58 (2015) 140–147. <https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2015.02.001>.
- [14] M.M. Mokhtar, S.A. Abo-El-Enein, M.Y. Hassaan, M.S. Morsy, M.H. Khalil, Mechanical performance, pore structure and micro-structural characteristics of graphene oxide nano platelets reinforced cement, *Constr. Build. Mater.* 138 (2017) 333–339. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2017.02.021>.
- [15] Q. Wang, J. Wang, C.X. Lu, X.Y. Cui, S.Y. Li, X. Wang, Rheological behavior of fresh cement pastes with a graphene oxide additive, *Xinxing Tan Cailiao/New Carbon Mater.* 31 (2016) 574–584. [https://doi.org/10.1016/S1872-5805\(16\)60033-1](https://doi.org/10.1016/S1872-5805(16)60033-1).
- [16] G. Xu, S. Du, J. He, X. Shi, The role of admixed graphene oxide in a cement hydration system, *Carbon N. Y.* 148 (2019) 141–150. <https://doi.org/10.1016/j.carbon.2019.03.072>.
- [17] S. Chuah, W. Li, S.J. Chen, J.G. Sanjayan, W.H. Duan, Investigation on dispersion of graphene oxide in cement composite using different surfactant treatments, *Constr. Build. Mater.* 161 (2018) 519–527. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2017.11.154>.
- [18] W. Qin, Q. Guodong, Z. Dafu, W. Yue, Z. Haiyu, Influence of the molecular structure of a polycarboxylate superplasticiser on the dispersion of graphene oxide in cement pore solutions and cement-based composites, *Constr. Build. Mater.* 272 (2021) 121969. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2020.12196>.
- [19] L. Zhao, X. Guo, C. Ge, Q. Li, L. Guo, X. Shu, J. Liu, Investigation of the effectiveness of PC@GO on the reinforcement for cement composites, *Constr. Build. Mater.* 113 (2016) 470–478. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2016.03.090>.
- [20] Y. Gao, H.W. Jing, S.J. Chen, M.R. Du, W.Q. Chen, W.H. Duan, Influence of ultrasonication on the dispersion and enhancing effect of graphene oxide-carbon nanotube hybrid nanoreinforcement in cementitious composite, *Compos. Part B Eng.* 164 (2019) 45–53. <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2018.11.066>.
- [21] L. Alarcon-Ruiz, G. Platret, E. Massieu, A. Ehrlicher, The use of thermal analysis in assessing the effect of temperature on a cement paste, *Cem. Concr. Res.* 35 (2005) 609–613. <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2004.06.015>.
- [22] X. Li, C. Li, Y. Liu, S.J. Chen, C.M. Wang, J.G. Sanjayan, W.H. Duan, Improvement of mechanical properties by incorporating graphene oxide into cement mortar, *Mech. Adv. Mater. Struct.* 25 (2018) 1313–1322. <https://doi.org/10.1080/15376494.2016.1218226>.
- [23] D. Fan, S. Yang, Mechanical properties of C-S-H globules and interfaces by molecular dynamics simulation, *Constr. Build. Mater.* 176 (2018) 573–582. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2018.05.085>.
- [24] R. Kaur, N.C. Kothiyal, Comparative effects of sterically stabilized functionalized carbon nanotubes and graphene oxide as reinforcing agent on physico-mechanical properties and electrical resistivity of cement nanocomposites, *Constr. Build. Mater.* 202 (2019) 121–138. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2018.12.220>.
- [25] A. Mohammed, J.G. Sanjayan, W.H. Duan, A. Nazari, Incorporating graphene oxide in cement composites: A study of transport properties, *Constr. Build. Mater.* 84 (2015) 341–347. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2015.01.083>.

EFFECTO DEL POSTPROCESADO MEDIANTE HIP A 850°C / 200MPa EN EL COMPORTAMIENTO A FATIGA DE LA ALEACIÓN Ti-6Al-4V FABRICADA MEDIANTE SLM

J. M. Alegre¹, R. García², A. Díaz¹, I. I. Cuesta¹

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

² HIP Innovation Center, Hiperbaric S.L., C. Condado de Treviño, 6, 09001, Burgos, Spain

* E-mail: jalegre@ubu.es

RESUMEN

Hot Isostatic Pressing (HIP) es una técnica de postprocesado termomecánico ampliamente utilizada en piezas fabricadas mediante Selective Laser Melting (SLM) para densificar el material y reducir los defectos internos intrínsecos que se originan durante la fabricación, como porosidad o la falta de fusión, los cuales tienen un gran impacto en la resistencia a fatiga del material. En este trabajo se presenta el efecto de un ciclo HIP, realizado a una presión de 200 MPa y una temperatura de 850°C durante 2 horas, sobre el comportamiento a fatiga de una aleación Ti-6Al-4V fabricada por SLM. Se ha efectuado un análisis defectológico y microestructural de las diferentes situaciones analizadas (SLM *as-built*, SLM+HIP, material de referencia) con el objetivo de estudiar la relación de los defectos y la microestructura con la vida en fatiga. Los resultados muestran que el presente proceso de HIP permite una muy buena densificación del material, y permite obtener una microestructura con mínimos efectos de engrosamiento de la fase α , lo cual se traduce en unas buenas propiedades de fatiga comparables a las del material de referencia.

ABSTRACT

Hot Isostatic Pressing (HIP) is a thermo-mechanical post-processing technique widely used to reduce the internal defects characteristic of additive manufacturing techniques (lack-of-fusion or entrapped-gas-pores), which have a great impact on the fatigue properties of the material. In this work, the effect of a HIP-cycle at a pressure of 200 MPa and a temperature of 850°C for 2 hours, on the fatigue behaviour of a Ti-6Al-4V alloy manufactured by SLM is presented. Microstructural and fractographic analysis for the different conditions (SLM *as-built*, SLM+HIP, reference material) have been carried out in order to study the effect of defects and microstructure features on the fatigue life. The results indicate that the present HIP process allows a very good densification of the material and exhibiting a microstructure with minimal alpha-phase coarsening effects, obtaining good fatigue properties comparable to the reference material ones.

PALABRAS CLAVE: Ti-6Al-4V, Hot isostatic pressing, Selective Laser Melting, Fatigue behaviour, microestructura

1. INTRODUCCION

La fusión selectiva por láser (SLM) es una de las técnicas de fabricación aditiva (AM) más ampliamente utilizada para componentes de alta responsabilidad en sectores como el aeroespacial, biomédico o automoción, debido a su gran versatilidad para conseguir geometrías complejas y a la posibilidad de trabajar con materiales de alto valor añadido como las aleaciones de Ti-6Al-4V. Sin embargo, uno de los principales problemas de las técnicas de AM es la presencia de defectos internos, falta de fusión o poros, que son la principal causa de iniciación de grietas por fatiga en estos componentes [1]. Los parámetros de fabricación utilizados durante el proceso de SLM tienen una gran influencia en la porosidad interna originada en el material, en su microestructura y las propiedades mecánicas del

producto fabricado [2]. En la literatura se pueden encontrar varios estudios centrados en la optimización de los parámetros de fabricación para la reducción de estos defectos internos y mejora de la microestructura [3,4], y aunque se consigue una importante reducción de la porosidad, es casi imposible evitar por completo la presencia de defectos en todo el volumen fabricado. Por este motivo, la técnica SLM aplicada a componentes críticos lleva asociada una etapa de post-procesamiento centrada en la densificación del material y en la reducción del número o tamaño de estos defectos internos.

En este sentido, el prensado isostático en caliente o *Hot Isostatic Pressing* (HIP) es una técnica de postprocesado termomecánico ampliamente utilizada para eliminar o reducir los defectos internos del proceso de SLM y como consecuencia mejorar las propiedades

mecánicas y de fatiga de los componentes fabricados. Los parámetros más importantes de un ciclo HIP son la presión, la temperatura y el tiempo de permanencia, junto con las velocidades de calentamiento y enfriamiento. La presión es aplicada por un gas inerte, generalmente argón, para evitar la oxidación.

El ciclo HIP estándar para la aleación de Ti-6Al-4V fabricadas por SLM consiste en un calentamiento hasta 900-920°C y una presión de 100-120 MPa, seguido normalmente de un enfriamiento en el horno [5-9].

El beneficio inmediato del HIP es un sellado de los defectos de fusión de gran tamaño presentes en el material después del SLM. Sin embargo, es necesario tener en cuenta los cambios microestructurales durante los procesos, tanto de SLM como de HIP, dado que tienen un efecto significativo en las propiedades mecánicas del material fabricado [2].

La aleación de Ti-6Al-4V Grado 5 es una aleación bifásica, formada por una fase α con estructura cristalina hexagonal compacta (hcp) y una fase β con estructura cúbica centrada en el cuerpo (bcc), como se esquematiza en la Figura 1.

Durante el proceso de SLM, la fusión del polvo metálico para formar el material fundido requiere el calentamiento por encima de la temperatura β -transus, lo que da lugar a un cambio de fase del material a la fase β . Durante la solidificación del material fundido, se produce la formación de una macroestructura compuesta por granos β , tanto equiaxiales como columnares. Estos granos originales están alineados en la dirección de fabricación, correspondiente a la dirección del máximo gradiente térmico que se produce durante el proceso. Durante el enfriamiento, cuando la temperatura cae por debajo de la temperatura β -transus ($T_{\beta} = 980^{\circ}\text{C}$), se produce la transformación de fase β en fase α dentro de la región $\alpha+\beta$. Para ratios de enfriamiento bajos, se obtiene una microestructura laminar de fase α , en forma de láminas largas y gruesas, tipo *basketweave* o Widmanstätten. Por otra parte, ante un enfriamiento más rápido, las láminas de α comienzan a ser cada vez más cortas y finas dando lugar a una estructura martensítica α' dentro de los granos β originales [10].

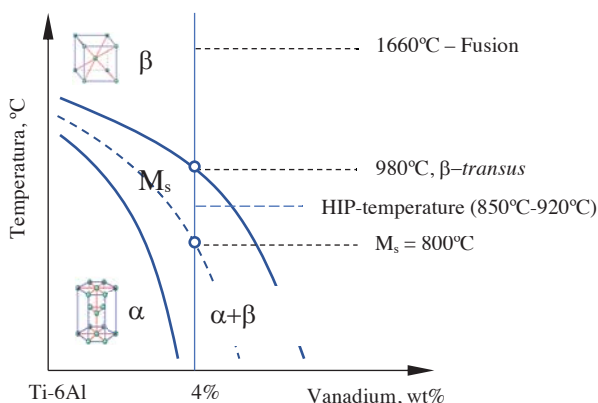


Figura 1. Diagrama binario de la aleación Ti-6Al-4V

En general, la técnica SLM viene acompañada de un enfriamiento más lento que otras técnicas de FA como el Laser Metal Deposition (LMD), y desarrolla típicamente una morfología tipo *basketwave* compuesta por láminas de fase α entrelazadas que crecen en el interior de los granos β iniciales. Dependiendo de la secuencia o parámetros de fabricación también puede generar estructura martensítica. La técnica LMD conlleva velocidades de enfriamiento más rápidas y desarrollan una estructura de martensita acicular α' .

Durante el proceso de HIP la microestructura $\alpha+\beta$ experimenta cambios que afectan a las propiedades mecánicas del material. El proceso HIP se efectúa a una temperatura superior a la temperatura de inicio de la transformación martensítica ($M_s = 800^{\circ}\text{C}$) y por debajo de la temperatura β -transus ($T_{\beta} = 980^{\circ}\text{C}$). La temperatura y tiempo de permanencia durante el HIP tienen una gran influencia en el espesor final de las láminas de fase α , las cuales experimentan engrosamientos que dependen principalmente de la temperatura máxima alcanzada durante el proceso [3]. Después de un tratamiento de HIP a $920^{\circ}\text{C} / 2 \text{ h}$, el espesor de las láminas de α puede crecer desde 1.0-1.2 μm hasta más del doble después del HIP [11].

El tipo de microestructura (bimodal, laminar, equiaxial) tiene una gran influencia en el comportamiento a fatiga de este material. En el trabajo de Wu *et al.* [12], se comparan resultados de varios autores y se concluye que la resistencia a fatiga disminuye en el orden de la microestructura bimodal, laminar y equiaxial.

Pero no solo el tipo de microestructura controla el comportamiento a fatiga del material, sino también el propio espesor de las láminas de α en la estructura laminar (o el tamaño de α en la estructura equiaxial). Según se recoge por Leyends [2], la reducción de la anchura de las láminas de 10 a 0,5 μm en las microestructuras laminares aumenta la resistencia a la fatiga de 480 a 675 MPa. Del mismo modo, la reducción del tamaño de α desde 12 a 2 μm en microestructuras equiaxiales aumenta la resistencia a la fatiga de 560 a 720 MPa.

Leuders *et al.* [6] han demostrado que el crecimiento de la grieta por fatiga y el valor umbral de las curvas da/dN disminuyen a partir de diferentes muestras tratadas térmicamente a 1050°C , HIPeadas a 920°C y tratadas térmicamente a 800°C respectivamente, atribuyendo las variaciones observadas al diferente engrosamiento microestructural causado por las altas temperaturas.

A modo de resumen simplificado, en la tabla 1 se recoge la relación entre las características microestructurales y las propiedades mecánicas más importantes [2]. Dado que la fase de iniciación es primordial en la vida en fatiga, es deseable mantener una microestructura fina después del proceso de HIP. Esto ha motivado la necesidad de estudiar tratamientos de HIP a presiones más altas y temperaturas más bajas junto con un enfriamiento rápido para limitar ese engrosamiento microestructural y mejorar el comportamiento a fatiga.

Tabla 1. Influencia de la microestructura en las propiedades mecánicas del Ti-6Al-4V [2].

Fine	Coarse	Property	Lamellar	Equiaxed
+ ↑	- ↓	Strength	+ ↑	- ↓
- ↓	+ ↑	Ductility	- ↓	+ ↑
+ ↑	- ↓	Fatigue crack initiation	- ↓	+ ↑
- ↓	+ ↑	Fatigue crack propagation	+ ↑	- ↓
- ↓	+ ↑	Fracture toughness	+ ↑	- ↓

Por tanto, las propiedades mecánicas del Ti-6Al-4V fabricado por SLM están condicionadas tanto por la presencia de defectos internos como por los cambios microestructurales originados durante los tratamientos termo-mecánicos. Cuando la presencia de defectos es significativa (como es el caso del material en la condición *as-built*) la resistencia a la fatiga está condicionada por el tamaño de estos defectos que se convierten en los iniciadores de la fatiga. Sin embargo, cuando el material es tratado mediante procesos termo-mecánicos como el HIP, se consigue una reducción o eliminación de estos defectos internos y a partir de ese momento, la resistencia a la fatiga del material empieza a estar condicionada por los aspectos microestructurales. Por lo tanto, es importante asegurar que el proceso HIP consiga una microestructura que permita obtener las mejores propiedades de fatiga posibles.

En este trabajo se estudia el comportamiento a fatiga de una aleación Ti-6Al-4V Grado 5 fabricada por SLM y sometida a un tratamiento HIP a 850°C y 200MPa durante 2h. Se analizan los aspectos microestructurales, antes y después del proceso HIP, así como su relación con los mecanismos de iniciación de las fisuras por fatiga.

2. MATERIALES Y METODOS

El material utilizado en esta investigación es una aleación de Ti-6Al-4V Grado 5. Las probetas fueron fabricadas en un equipo EOS M280, en una atmósfera protectora de argón. El polvo utilizado fue EOS-Titanium-Ti64, con un diámetro medio de partícula de 38.18 μm según la norma ISO-13320. Para la fabricación se utilizaron los parámetros típicos de SLM para la aleación Ti-6Al-4V, con una potencia del láser de 400W, una velocidad de barrido de 150 mm/s, un espaciado de 120 μm y un espesor de capa de 60 μm.

El programa experimental para el estudio de fatiga incluye tres tipos de lotes para su estudio: (1) un lote de probetas correspondientes al material fabricado mediante SLM en la condición *as-built*, (2) un lote de probetas SLM sometidas a un postratamiento de HIP, y (3) un lote de material de referencia obtenido a partir de

barra laminada de 30 mm de diámetro, en la condición de revenido a una temperatura de 750°C durante 90 minutos según la ASTM B348-13.

Todas las probetas SLM fueron mecanizadas después de su fabricación y postratamiento HIP correspondiente. Las dimensiones finales de las probetas utilizadas se presentan en la Figura 2. Los ensayos de fatiga fueron realizados en una maquina MTS-810, con un ratio de tensiones R=0.1 y una frecuencia de ensayo de 15Hz.

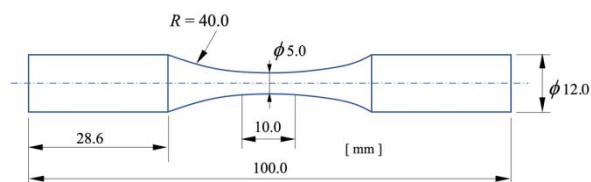


Figura 2. Dimensiones de las probetas de fatiga (mm).

El tratamiento HIP fue realizado en el Centro de Innovación HIP de la empresa Hiperbaric (España). El ciclo HIP aplicado consiste en un tratamiento termo-mecánico a una temperatura de 850°C y a una presión de 200 MPa durante 120 minutos, en atmosfera protectora de Argón. La velocidad de calentamiento fue de 10-15°C/min, y la velocidad de enfriamiento se llevó a cabo mediante una tecnología de enfriamiento rápido (*fast-cooling*), que disminuye rápidamente la temperatura de 850°C a 300°C.

En la Figura 3 se muestra el ciclo completo de HIP medido dentro de la vasija. La velocidad media de enfriamiento entre una temperatura de 850°C y 600°C fue de -138°C/min (superior a un enfriamiento por aire). Posteriormente, desde una temperatura de 600°C hasta 400°C la velocidad media de enfriamiento fue de aproximadamente -67°C/min (similar al enfriamiento por aire).

En cuanto a los análisis metalográficos para revelar la microestructura se utilizó el reactivo Kroll (100 mL agua destilada, 2 mL HF & 4 mL HNO₃) sobre probetas previamente pulidas.

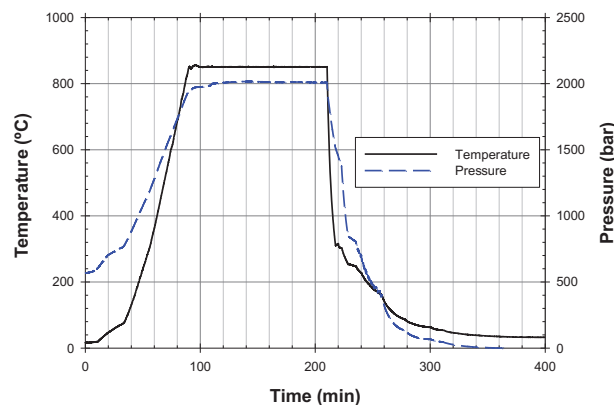


Figura 3. Registro del ciclo de HIP aplicado.

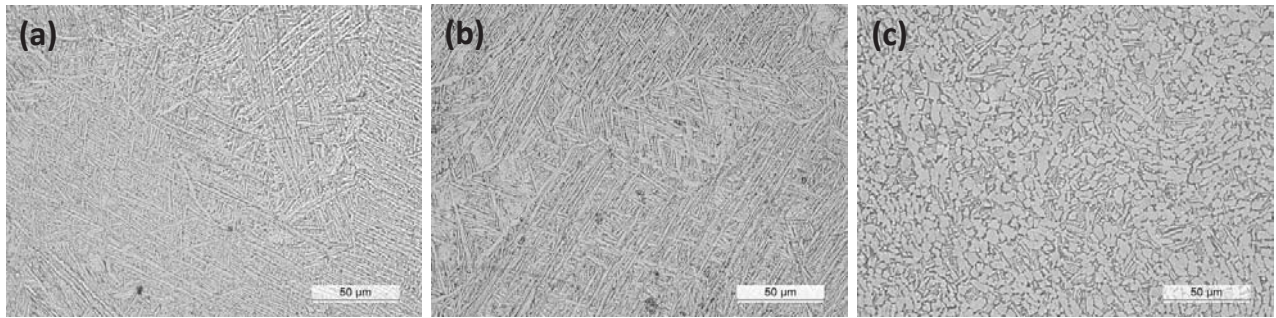


Figura 4. Microestructura de (a) SLM *as-built*, (b) SLM+HIP a 200MPa / 850°C / 2 h, (c) Material de referencia.

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

3.1. Microestructura

La microestructura de las diferentes situaciones analizadas en el presente estudio aparece recogida en la Figura 4. Para el material SLM *as-built* (Figura 4.a), la microestructura está formada por láminas de fase α formando un patrón tipo *basketwave*. El espesor medio de las láminas para el material SLM *as-built* es de 0.95 μm .

Para el material SLM sometido al tratamiento de HIP, 850°C / 200MPa / 2h / *fast-cooling*, la microestructura apenas ha sufrido cambios significativos (Figura 4.b), continuando un patrón tipo *basketwave* con un espesor medio de la fase α de 1.12 μm , lo cual puede asumirse como inalterado frente al material SLM *as-built*. Esto es atribuible a la moderada temperatura alcanzada durante el proceso (850°C) así como a la reducción del tiempo de permanencia a dicha temperatura como consecuencia del enfriamiento rápido una vez finalizado el tiempo de mantenimiento de la presión. Esta microestructura después del HIP es muy similar a la reportada por Vrancken *et al* para un tratamiento térmico a 850°C seguido de un enfriamiento al aire, en un Ti6Al4V fabricado mediante SLM [13].

Para el material de referencia, se observa en la Figura 4.c) una microestructura de granos equiaxiales α , con un tamaño medio de 5.92 μm y bordes de grano de fase β . También se aprecia la presencia de algunos granos bimodales ($\alpha+\beta$). Esta microestructura da como resultado una buena combinación de propiedades, incluyendo una buena ductilidad, fatiga, tenacidad y resistencia a la propagación de la fisura.

3.2. Comportamiento a fatiga

Los resultados de los ensayos de fatiga para las tres situaciones analizadas aparecen recogidos en la Figura 5. Los ensayos fueron realizados en ciclos con R=0.1, a una frecuencia de 15Hz. Como era de esperar, el comportamiento a fatiga del material SLM *as-built* es sensiblemente inferior que el comportamiento a fatiga de las probetas procesadas por SLM+HIP y que el material de referencia.

Con el objetivo de identificar el mecanismo de iniciación de la fatiga en cada caso, se ha realizado un análisis de la superficie de fractura.

Para el material SLM en condiciones *as-built*, la iniciación de la fisura se produce en todos los casos a partir de defectos internos (falta de fusión o poros de gas). En la Figura 6 a) y b) se presenta un ejemplo típico de esta defectología interna. Los defectos son de tamaño y forma irregulares, con tamaños máximos de hasta 200 μm . El valor medio del parámetro $\sqrt{\text{area}}$ (raíz del área proyectada del defecto), definido por Murakami [14] como característico del tamaño y forma del defecto, es de 80 μm . La posición de los defectos no sigue un patrón definido, pero todos los fallos se han iniciado a partir de defectos internos o cerca de la superficie. El límite de fatiga estimado es 275 MPa.

Por el contrario, en las muestras de SLM tratadas con HIP el mecanismo de iniciación de la fisura se basa en características microestructurales, sin que se detecten fallos por defectos internos como la falta de fusión o los poros. Esto sugiere que se consigue una buena densificación del material utilizando el actual ciclo HIP a 850°C / 200 MPa / 2h, y que puede considerarse como eficaz para la eliminación/reducción de defectos internos en este material procesado por SLM. La eliminación de los defectos de fusión manteniendo el tamaño de la fase α consigue aumentar el límite de fatiga del material hasta 370 MPa. En general, las probetas sometidas al proceso HIP presentan un comportamiento a fatiga ligeramente inferior al del material de referencia, aunque presentan una mayor dispersión en la vida a fatiga.

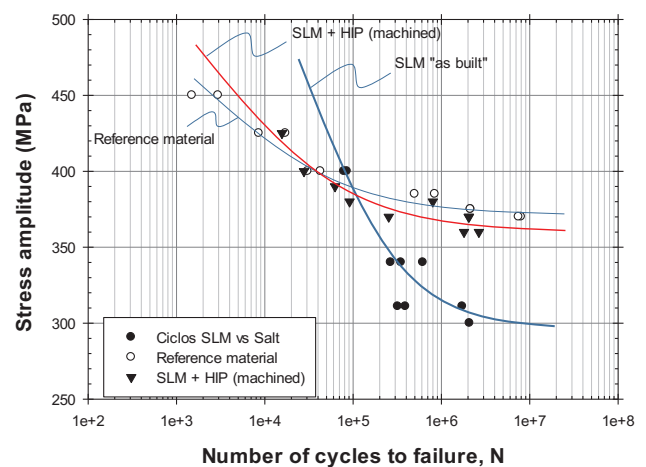


Figura 5. Resultados de los ensayos de fatiga para las tres condiciones estudiadas en este trabajo.

El mecanismo de iniciación de la fisura en estas probetas presenta un patrón característico como el presentado en Figura 6 (c), (d) y (e), formado por un conjunto de facetas planas en el lugar de iniciación. El tamaño y forma de las facetas coinciden con los correspondientes a las láminas de α , y presentan un aspecto de cuasi-clivaje. Estas láminas α fracturadas o facetas aparecen separadas por otras roturas de láminas de α , pero con un aspecto de rotura más dúctil.

Numerosos autores han estudiado las condiciones necesarias para la formación de una faceta en la fase α de la aleación Ti6Al4V, como consecuencia de los reducidos planos de deslizamiento y de la anisotropía propia de la red hcp [15–18]. Una teoría bastante aceptada es propuesta por Bache [18], la cual está esquematizada en la Figura 7.a). Se argumenta que un grano blando es aquel orientado favorablemente para el deslizamiento (planos prismático o piramidal), y un grano fuerte aquel que tiene su plano basal perpendicular al eje de la carga. El grano blando (1) convenientemente orientado genera un apilamiento de dislocaciones en el límite con el grano fuerte vecino (2) el cual tiene su plano basal perpendicular a la carga. El apilamiento genera la combinación necesaria de tensiones de cizallamiento y de tracción en el plano basal del grano fuerte, en combinación con la tensión principal aplicada, induce la formación de las facetas.

La faceta creada generaría una fuerte concentración de tensiones en la zona que induciría la rotura en forma

dúctil de los granos blandos adyacentes o, dependiendo de su orientación, a través del borde de grano dúctil (fase β)[19,20].

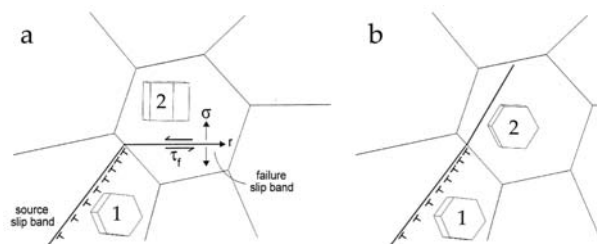


Figura 7. Mecanismo de formación de una faceta en la estructura α (hcp)[16,18].

En determinados casos no existe la presencia de un grano fuerte adyacente al grano blando, como se esquematiza en la Figura 7.b). El mecanismo de formación de la faceta propuesto por Everaerts [16] en este caso, implica de nuevo un origen del apilamiento de dislocaciones en el grano (1) pero que debido a la presencia de un grano débil vecino (2) provoca la formación de la faceta en el propio grano (1) y luego puede propagar la grieta de forma dúctil en el grano (2). Este tipo de mecanismo presentaría facetas inclinadas respecto al eje de tracción, lo cual es observado en el mecanismo del material de referencia, el cual presenta una microestructura equiaxial. Estas facetas se forman en la fase en una dirección plana o con cierta inclinación con respecto a la tensión axial aplicada, como se muestra en la Figura 6 (f), (g) y (h), lo cual indica que la

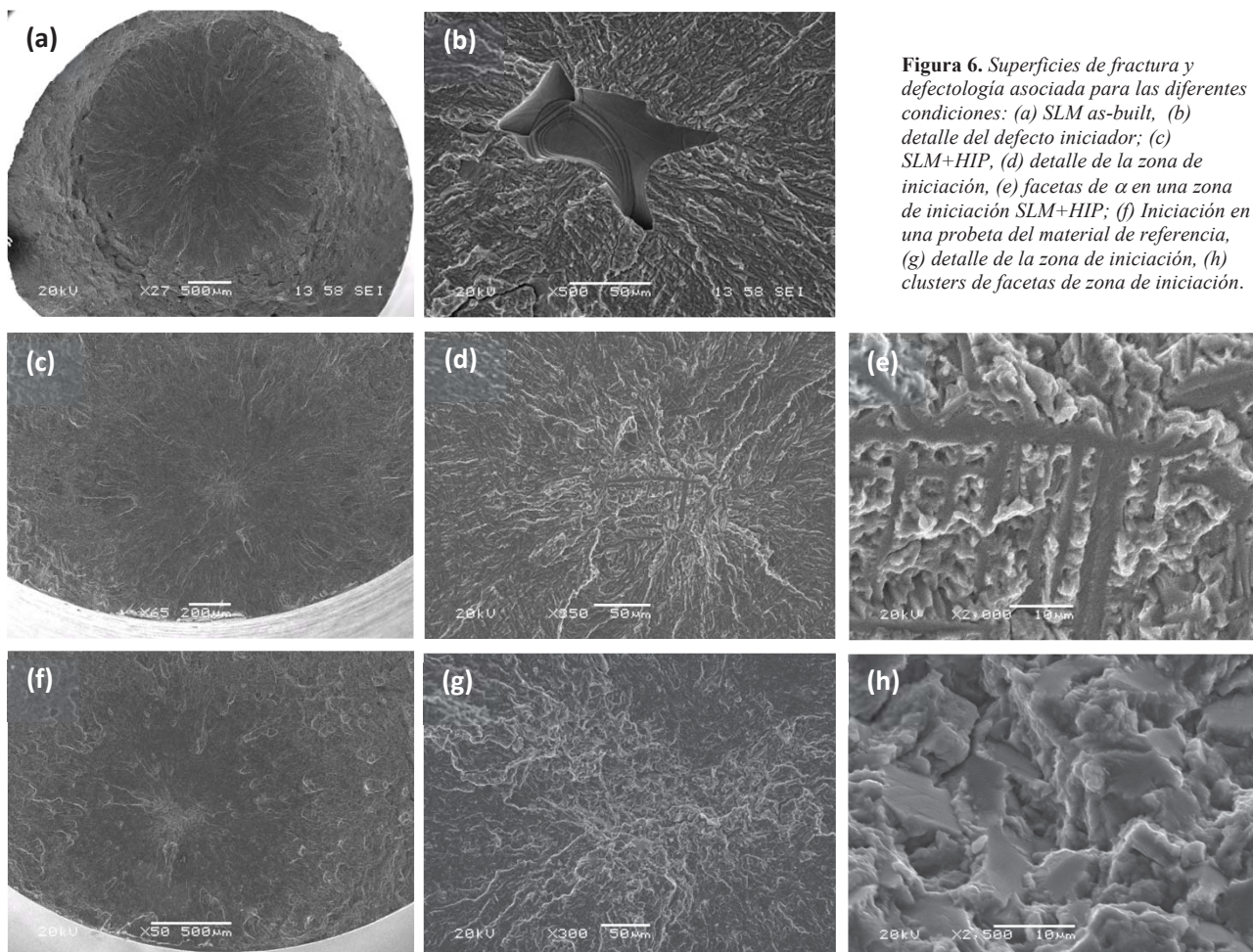


Figura 6. Superficies de fractura y defectología asociada para las diferentes condiciones: (a) SLM as-built, (b) detalle del defecto iniciador; (c) SLM+HIP, (d) detalle de la zona de iniciación, (e) facetas de α en una zona de iniciación SLM+HIP; (f) Iniciación en una probeta del material de referencia, (g) detalle de la zona de iniciación, (h) clusters de facetas de zona de iniciación.

conjunción de ambos mecanismos puede ser también factible dependiendo de las orientaciones de la fase α .

En cuanto a la posición de iniciación para el SLM+HIP y material de referencia, se observa sistemáticamente que para un número de ciclos $>10^6$ la iniciación se produce en el interior de la probeta, de acuerdo con resultados previos de otros autores [19].

Para que el área dañada adquiera un tamaño mínimo que supere el umbral de propagación (ΔK_{th}) será necesario que se generen un grupo de facetas (cluster), y cuyo conjunto adquiera un tamaño suficiente para formar una fisura que inicie su propagación controlada por el factor de intensidad de tensiones K.

4. CONCLUSIONES

En el presente trabajo se ha presentado el efecto de un postratamiento de HIP a $850^\circ/200\text{MPa}/2\text{h}$ en la vida en fatiga de una aleación Ti6Al4V fabricada mediante SLM. La anchura de las láminas de fase α después del HIP no ha experimentado un engrosamiento significativo, y los mecanismos de iniciación muestran que se ha conseguido una buena densificación del material. Estos mecanismos de iniciación están asociados a la formación de facetas, de acuerdo con estudios previos en este material.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecer la financiación recibida a través del proyecto de la JCyL referencia BU-002-P20, cofinanciada con fondos FEDER.

REFERENCIAS

[1] Y.N. Hu, S.C. Wu, P.J. Withers, J. Zhang, H.Y.X. Bao, Y.N. Fu, G.Z. Kang, The effect of manufacturing defects on the fatigue life of selective laser melted Ti-6Al-4V structures, *Mater. Des.* 192 (2020). <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2020.108708>.

[2] C. Leyens, M. Peters, *Titanium and titanium alloys. Fundamentals and Applications*, Wiley-VCH, 2003. https://doi.org/10.1007/978-3-319-69743-7_7.

[3] G. Kasperovich, J. Hausmann, Improvement of fatigue resistance and ductility of TiAl6V4 processed by selective laser melting, *J. Mater. Process. Technol.* 220 (2015) 202–214. <https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2015.01.025>.

[4] W. Xu, E.W. Lui, A. Pateras, M. Qian, M. Brandt, In situ tailoring microstructure in additively manufactured Ti-6Al-4V for superior mechanical performance, *Acta Mater.* 125 (2017) 390–400. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2016.12.027>.

[5] C. Qiu, N.J.E. Adkins, M.M. Attallah, Microstructure and tensile properties of selectively laser-melted and of HIPed laser-melted Ti-6Al-4V, *Mater. Sci. Eng. A.* 578 (2013) 230–239. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2013.04.099>.

[6] S. Leuders, M. Thöne, A. Riemer, T. Niendorf, T. Tröster, H.A. Richard, H.J. Maier, On the mechanical behaviour of titanium alloy TiAl6V4 manufactured by selective laser melting: Fatigue resistance and crack growth performance, *Int. J. Fatigue.* 48 (2013) 300–307.

<https://doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2012.11.011>.

[7] M. Roudnicka, K. Mertova, D. Vojtech, Influence of hot isostatic pressing on mechanical response of as-built SLM titanium alloy, *IOP Conf. Ser. Mater. Sci. Eng.* 629 (2019). <https://doi.org/10.1088/1757-899X/629/1/012034>.

[8] P. Jamshidi, M. Aristizabal, W. Kong, V. Villapun, S.C. Cox, L.M. Grover, M.M. Attallah, Selective Laser Melting of Ti-6Al-4V: The Impact of Post-processing on the Tensile, Fatigue and Biological Properties for Medical Implant Applications, *Mater. (Basel, Switzerland)*. 13 (2020) 2813. <https://doi.org/10.3390/ma13122813>.

[9] H. Yu, F. Li, Z. Wang, X. Zeng, Fatigue performances of selective laser melted Ti-6Al-4V alloy: Influence of surface finishing, hot isostatic pressing and heat treatments, *Int. J. Fatigue.* 120 (2019) 175–183. <https://doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2018.11.019>.

[10] S. Gorsse, C. Hutchinson, M. Gouné, R. Banerjee, Additive manufacturing of metals: a brief review of the characteristic microstructures and properties of steels, Ti-6Al-4V and high-entropy alloys, *Sci. Technol. Adv. Mater.* 18 (2017). <https://doi.org/10.1080/14686996.2017.1361305>.

[11] F. Cao, T. Zhang, M.A. Ryder, D.A. Lados, A Review of the Fatigue Properties of Additively Manufactured Ti-6Al-4V, *Jom.* 70 (2018) 349–357. <https://doi.org/10.1007/s11837-017-2728-5>.

[12] G.Q. Wu, C.L. Shi, W. Sha, A.X. Sha, H.R. Jiang, Effect of microstructure on the fatigue properties of Ti-6Al-4V titanium alloys, *Mater. Des.* 46 (2013) 668–674. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2012.10.059>.

[13] B. Vrancken, L. Thijs, J.P. Kruth, J. Van Humbeeck, Heat treatment of Ti6Al4V produced by Selective Laser Melting: Microstructure and mechanical properties, *J. Alloys Compd.* 541 (2012) 177–185. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2012.07.022>.

[14] Y. Murakami, S. Beretta, Small Defects and Inhomogeneities in Fatigue Strength: Experiments, Models and Statistical Implications, *Extremes.* 2 (1999) 123–147. <https://link.springer.com/content/pdf/10.1023/A:1009976418553.pdf>.

[15] F.P.E. Dunne, D. Rugg, On the mechanisms of fatigue facet nucleation in titanium alloys, *Fatigue Fract. Eng. Mater. Struct.* 31 (2008) 949–958. <https://doi.org/10.1111/j.1460-2695.2008.01284.x>.

[16] J. Everaerts, Fatigue Crack Initiation and Facet Formation in Ti-6Al-4V Wires, (2017). <https://lirias.kuleuven.be/handle/123456789/570022>.

[17] D.F. Neal, P.A. Blenkinsop, Internal fatigue origins in α - β titanium alloys, *Acta Metall.* 24 (1976) 59–63. [https://doi.org/10.1016/0001-6160\(76\)90147-4](https://doi.org/10.1016/0001-6160(76)90147-4).

[18] M.R. Bache, Processing titanium alloys for optimum fatigue performance, *Int. J. Fatigue.* 21 (1999) 105–111. [https://doi.org/10.1016/s0142-1123\(99\)00061-4](https://doi.org/10.1016/s0142-1123(99)00061-4).

[19] J. Günther, D. Krewerth, T. Lippmann, S. Leuders, T. Tröster, A. Weidner, H. Biermann, T. Niendorf, Fatigue life of additively manufactured Ti-6Al-4V in the very high cycle fatigue regime, *Int. J. Fatigue.* 94 (2017) 236–245. <https://doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2016.05.018>.

[20] Y. Furuya, E. Takeuchi, Gigacycle fatigue properties of Ti-6Al-4V alloy under tensile mean stress, *Mater. Sci. Eng. A.* 598 (2014) 135–140. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2014.01.019>.

RESISTENCIA A FATIGA DE LA ALEACIÓN SCALMALLOY FABRICADA MEDIANTE SLM

S. Aguado-Montero*, J. Vázquez, C. Navarro, J. Domínguez

Departamento de Ingeniería Mecánica y Fabricación.
Escuela Técnica Superior de Ingenieros. Universidad de Sevilla.
Camino de los descubrimientos s/n, 41092 Sevilla-España
* Persona de contacto: saguado@us.es

RESUMEN

En el presente trabajo se estudia experimentalmente la resistencia a fatiga de unas probetas de Scalmalloy obtenidas mediante fabricación aditiva SLM (Selective Laser Melting). Se analizan casos de fatiga con y sin entalla, aplicando diferentes tratamientos superficiales como sand blasting, shot peening, acabado isotrópico, pulido y combinaciones entre ellos. Para comprender el comportamiento a fatiga de este material, se analiza el acabado superficial de las probetas, así como las tensiones residuales presentes en las mismas. Por otro lado, se observan las superficies de fractura mediante microscopía electrónica con objeto de describir el mecanismo de fallo presente en cada muestra. Se aprecia una clara separación entre dos tipos de fallo diferentes: la rotura por una grieta que nace en la superficie, que se produce para valores elevados de carga aplicada, y el fallo por una grieta que se inicia en un defecto interno, asociado a valores inferiores de tensión aplicada.

PALABRAS CLAVE: Fatiga, SLM, Scalmalloy, Shot Peening

ABSTRACT

In the present work we analyze experimentally the fatigue strength of Scalmalloy, manufactured via SLM (Selective Laser Melting). Notched and unnotched cases are considered and different surface treatments are applied, such as sand blasting, shot peening, isotropic superfinishing, polishing and combinations among them. In order to understand the fatigue behavior of this material, we characterize the specimen's surface finish and residual stresses. Additionally, fracture surfaces are observed with scanning electron microscopy (SEM) to provide some insight on the failure mechanism. We observed two main different failure mechanisms depending on the surface treatment and stress level applied to the specimen.

KEYWORDS: Fatigue, SLM, Scalmalloy, Shot Peening

1 INTRODUCCIÓN

El Scalmalloy® es una aleación de aluminio con un alto contenido en Sc y Zr. Estos aleantes se encuentran en concentraciones muy por encima del equilibrio por lo que, si se procesara este material mediante una tecnología tradicional, se produciría una precipitación masiva y descontrolada de compuestos que difícilmente resultaría en una mejoría de las propiedades mecánicas del producto final. No obstante, la presente aleación ofrece una interesante sinergia con las tecnologías de fabricación aditiva, ya que los rápidos enfriamientos que en ella se producen permiten mantener el material fuera del equilibrio, conservando una importante cantidad de soluto en solución sólida. En estas condiciones, la pieza es susceptible de recibir un

posterior tratamiento de endurecimiento por precipitación [1-3].

Las probetas empleadas en el presente estudio han sido fabricadas mediante la tecnología de fabricación aditiva SLM, en la empresa AnyShape, y todas ellas recibieron un tratamiento térmico de envejecimiento consistente en mantener las probetas a 320°C durante 4 h. Estas probetas se distribuyeron en grupos, cada uno de los cuales recibió un tratamiento superficial diferente: sand blasting, shot peening, acabado isotrópico (superfinishing), pulido y combinaciones entre ellos. Tras caracterizar la resistencia estática de los distintos grupos mediante ensayos de tracción, se cuantificó la rugosidad superficial tras los diferentes tratamientos y se estudió la

existencia de posibles tensiones residuales en las probetas. Una vez caracterizadas las muestras, éstas fueron ensayadas a fatiga. Se prestó especial atención a los distintos tipos de superficie de fractura detectados, que son analizados más adelante en el texto.

2 METODOLOGÍA

2.1 Geometría de las probetas

Se emplearon cuatro geometrías distintas para los análisis realizados, mostradas en la Fig. 1. El primer bloque de probetas, con geometría cilíndrica (Φ 6 mm), se utilizó para los ensayos de tracción. El segundo bloque de probetas, de radio continuo (Φ_{min} 6 mm), se empleó para los ensayos de fatiga sin entalla. El tercer bloque, similar al anterior, incluía una entalla circular (R 1.5 mm) de manera tal que la sección neta presentaba un diámetro Φ_{neto} 6 mm, por lo que fue destinado a los ensayos de fatiga entallada. Por último, se utilizó un cuarto bloque de probetas prismáticas de sección rectangular (10x20x80 mm) para realizar medidas de rugosidad y tensiones residuales.

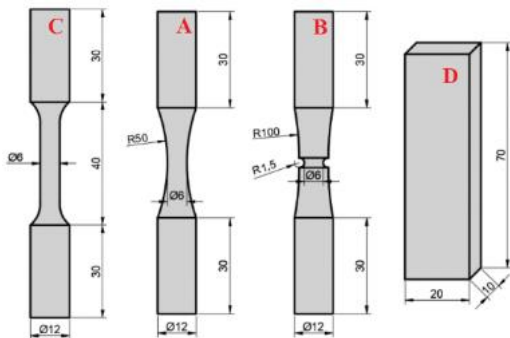


Fig. 1. Esquema de las diferentes probetas diseñadas para los ensayos. Las probetas entalladas presentan una concentración de tensiones de 1.7 en la sección neta.

2.2 Tratamientos superficiales

Todas las probetas recibieron un tratamiento de sand blasting. Posteriormente, se definieron los distintos grupos de probetas y algunos de ellos recibieron los tratamientos de shot peening y acabado isotrópico en la empresa Curtiss-Wright. Finalmente, algunas probetas recibieron un tratamiento de pulido, que fue aplicado manualmente en un torno hasta conseguir un acabado superficial de $R_a = 0.06 \mu m$. La medida del diámetro mediante un proyector de perfiles antes y después de aplicar el pulido permitió determinar que se había eliminado una

cantidad de material de aproximadamente $80 \mu m$ de espesor.

2.3 Resistencia a tracción

Los ensayos de tracción se realizaron con control de desplazamiento, incrementando la carga de manera tal que la velocidad de separación de las mordazas fuera de $0.5 mm/min$. Se establecieron grupos de tres probetas para cada combinación de tratamientos superficiales.

2.4 Acabado superficial

El acabado superficial se caracterizó mediante un rugosímetro Mitutoyo SurfTest 500/501. Se tomaron 10 medidas para cada tratamiento superficial, empleando las probetas de geometría prismática descritas en apartados anteriores.

2.5 Tensiones residuales

Las tensiones residuales se estimaron mediante la técnica del agujero ciego [4] sobre las probetas de geometría prismática, tomando 4 medidas para cada combinación de tratamientos.

2.6 Ensayos de fatiga

Los ensayos de fatiga se llevaron a cabo en una máquina de resonancia RUMUL, a una frecuencia aproximada de 110 Hz y con tensión media nula ($R = -1$). Los ensayos que alcanzaron una vida de 10^8 ciclos fueron considerados como ‘vida infinita’. Las probetas de fatiga sin entalla se agruparon en bloques de 12 especímenes por combinación de tratamientos, mientras que las probetas entalladas se agruparon en bloques de 8.

2.7 Estudio de las superficies de fractura

Las superficies de fractura se analizaron mediante microscopía electrónica en un equipo FEI Teneo.

3 RESULTADOS

3.1 Resistencia a tracción

Los resultados de los ensayos de tracción se recogen en la Fig. 2, en la que se incluyen las magnitudes más importantes que de dichos ensayos se deducen. No se aprecian diferencias significativas entre los distintos grupos de probetas, por lo que se concluye que los tratamientos superficiales empleados no modifican la resistencia estática de las muestras.

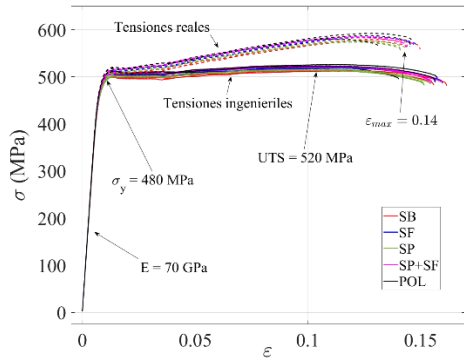


Fig. 2. Resultados de ensayos de tracción.

3.2 Acabado superficial

La Fig. 3 recoge las medidas de rugosímetro (R_a y R_z) para las distintas combinaciones de tratamientos superficiales. La rugosidad superficial es muy alta en las probetas que no han recibido tratamiento alguno. Este acabado mejora ligeramente al aplicar los tratamientos de sand blasting y acabado isotrópico, respectivamente. El tratamiento de shot peening no parece tener efecto alguno sobre la rugosidad superficial producida por el sand blasting previo.

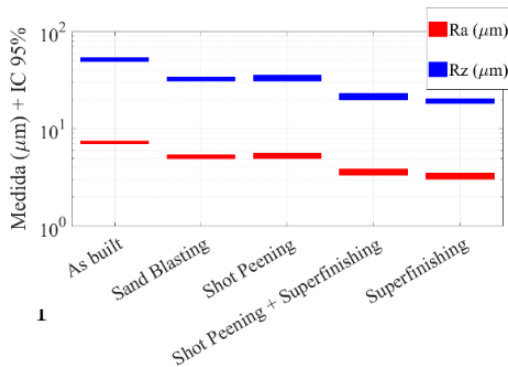


Fig. 3. Medidas de rugosidad.

3.3 Tensiones residuales

Las estimaciones de tensiones residuales de cada combinación de tratamientos se muestran en la Fig. 4. Se aprecia que las probetas que han recibido exclusivamente el tratamiento térmico, denotadas por AB (as built), no presentan tensiones residuales significativas. Después de aplicar el tratamiento de sand blasting (SB), sí aparecen tensiones residuales de compresión de hasta 100 MPa, que además no se ven modificadas por la posterior aplicación del tratamiento de acabado isotrópico o superfinishing (SF). Es interesante notar que las probetas que recibieron el tratamiento de sand blasting seguido de un pulido no contienen apenas tensiones residuales, por lo que se concluye que este último tratamiento ha retirado

completamente la capa de material que había sido afectada por el tratamiento anterior. Por último, se observa que las máximas tensiones residuales de compresión aparecen tras el tratamiento de shot peening (SP), tomando valores de hasta 250 MPa. Nuevamente se aprecia que aplicar un posterior tratamiento de acabado isotrópico o superfinishing (SPSF) no tiene efecto alguno sobre las tensiones residuales, que toman valores idénticos a los que se obtienen tras el shot peening.

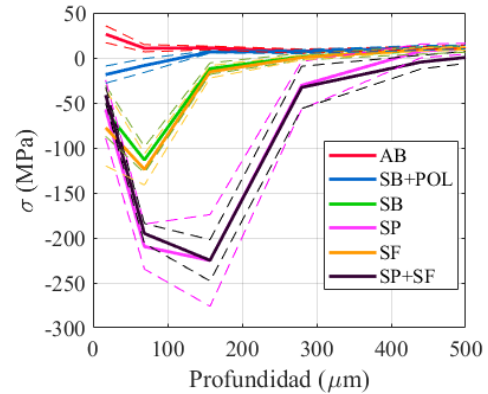


Fig. 4. Estimaciones de tensiones residuales.

3.4 Ensayos de fatiga

Los resultados de los ensayos de fatiga se muestran en la Fig. 5, que contiene las curvas S-N de las probetas sin entalla y con entalla. En todos los grupos de probetas, exceptuando las muestras sin entalla que recibieron el tratamiento de shot peening (SP y SPSF), las curvas S-N presentan dos tramos con pendientes notablemente diferenciadas. El nivel de tensión en el que se produjo la transición de una pendiente a otra es diferente para cada bloque de probetas, por lo que depende del tratamiento superficial aplicado.

En el caso de las probetas sin entalla que no recibieron shot peening (SB, SF y POL), no se observan diferencias importantes en el primer tramo de sus respectivas curvas S-N, para valores elevados de carga aplicada, pero sí apreciamos algunas divergencias entre sus respectivos segundos tramos, cuando la carga aplicada es menor. En esta situación, el tratamiento de acabado isotrópico logró mejorar ligeramente la resistencia a fatiga de las muestras. Sorprendentemente, las probetas que recibieron el tratamiento de pulido tuvieron un peor desempeño que las que no lo recibieron, aun teniendo un acabado superficial sustancialmente mejor.

En aquellas probetas sin entalla que sí recibieron shot peening (SP y SPSF), observamos un único

tramo en las curvas S-N que, además, son indistinguibles entre sí, por lo que el tratamiento de acabado isotrópico o superfinishing no parece tener efecto alguno en las muestras que previamente habían recibido shot peening. En los ensayos en que la carga aplicada fue superior a aproximadamente 200 MPa, puede apreciarse que el tratamiento de shot peening logró una importante mejoría en la resistencia a fatiga de las probetas sin entalla. Sin embargo, conforme nos acercamos al régimen de muy alto número de ciclos, los resultados de todos los bloques de probetas parecen converger a valores similares, por lo que los tratamientos de pulido, acabado isotrópico y shot peening tendrían muy poco efecto en esta situación.

En el caso de las probetas entalladas, todos los bloques presentaron dos tramos con pendientes muy diferenciadas. Nuevamente, observamos que el tratamiento de acabado isotrópico no tuvo efectos apreciables sobre la resistencia a fatiga de las muestras, mientras que el shot peening sí aumentó en todos los casos la vida a fatiga.

3.5 Estudio de las superficies de fractura

El análisis mediante microscopía electrónica de todas las superficies de fractura resultantes de los ensayos de fatiga permite aportar información importante acerca del tipo de fallo de los distintos grupos de probetas, sometidos a diferentes combinaciones de tratamientos superficiales. Se detectaron 3 tipologías de fallo diferentes.

El primer tipo de fallo consiste en la iniciación de una grieta desde un defecto interno. La Fig. 6 muestra dos ejemplos de este modo de fallo, que está asociado a ensayos de probetas no pulidas en los que la carga aplicada era baja. El nivel de tensión por debajo del cual se produjo este modo de fallo depende del tratamiento recibido por las muestras. La Fig. 5 muestra mediante símbolos huecos todos aquellos especímenes que sufrieron este tipo de fallo.

El segundo tipo de fallo consiste en la iniciación de una o más grietas en la superficie de la muestra, como se aprecia en la Fig. 7. Este mecanismo está asociado a todas las probetas no pulidas sometidas a elevados niveles de tensión.

El tercer tipo de fallo detectado está asociado a las probetas pulidas. En estas muestras, la

retirada de aproximadamente 80 μm de material provocó que los defectos internos presentes en el material a una cierta profundidad se acercaran a la superficie. En algunos casos, como los que se muestran en la Fig. 8, se aprecia que el defecto es casi tangente a la superficie. Esto podría explicar el hecho de que las probetas pulidas presenten la menor resistencia a fatiga de todos los bloques de probetas no entalladas.

4 CONCLUSIONES

El tratamiento de pulido tuvo tres efectos sobre las probetas: mejoró sustancialmente el acabado superficial, eliminó las tensiones residuales que resultaron del tratamiento previo de sand blasting y acercó los defectos internos a la superficie. La conjunción de estos tres efectos tuvo como consecuencia un descenso global de la resistencia a fatiga del material. Además, el tipo de fallo resultante fue distinto al de todas las demás probetas del estudio.

-El tratamiento de shot peening tuvo como efecto principal la aparición de importantes tensiones residuales de compresión cerca de la superficie de las muestras, superiores a las generadas por el tratamiento previo de sand blasting. El acabado superficial (R_a y R_z) no se vio afectado apreciablemente. Gracias a estas tensiones residuales, se observó en la mayoría de los casos un incremento de la resistencia a fatiga del material. En aquellos casos en que el fallo se produjo por un defecto interno, el efecto de estas tensiones residuales podría haber sido mucho menor, lo que explicaría que, en las probetas sin entalla, las curvas tiendan a converger en el régimen de muy alto número de ciclos, donde el modo de fallo interno es predominante.

-El tratamiento de acabado isotrópico o superfinishing tuvo como único efecto una mejora del acabado superficial. Desde el punto de vista de la fatiga, su efecto fue muy limitado.

-En aquellos bloques de probetas cuya curva S-N presenta dos tramos con pendientes diferenciadas, la transición entre los tipos de fallo 1 y 2 (superficial e interno) podría estar relacionada con el cambio de pendiente. Esto no aplica a las probetas pulidas, que responden al modo de fallo 3 (defecto muy cercano a la superficie).

5 BIBLIOGRAFÍA

[1] Li, R., Wang, M., Yuan, T., Song, B., Chen, C., Zhou, K., & Cao, P. (2017). Selective laser melting of a novel Sc and Zr modified Al-6.2 Mg alloy: Processing, microstructure, and properties. *Powder Technology*, 319, 117-128.

[2] Jäggle, E. A., Sheng, Z., Wu, L., Lu, L., Risse, J., Weisheit, A., & Raabe, D. (2016). Precipitation reactions in age-hardenable alloys during laser additive manufacturing. *Jom*, 68(3), 943-949.

[3] Spierings, A. B., Dawson, K., Kern, K., Palm, F., & Wegener, K. (2017). SLM-processed Sc-and Zr-modified Al-Mg alloy: Mechanical properties and microstructural effects of heat treatment. *Materials Science and Engineering: A*, 701, 264-273.

[4] Schajer, G. S. (1981). Application of finite element calculations to residual stress measurements.

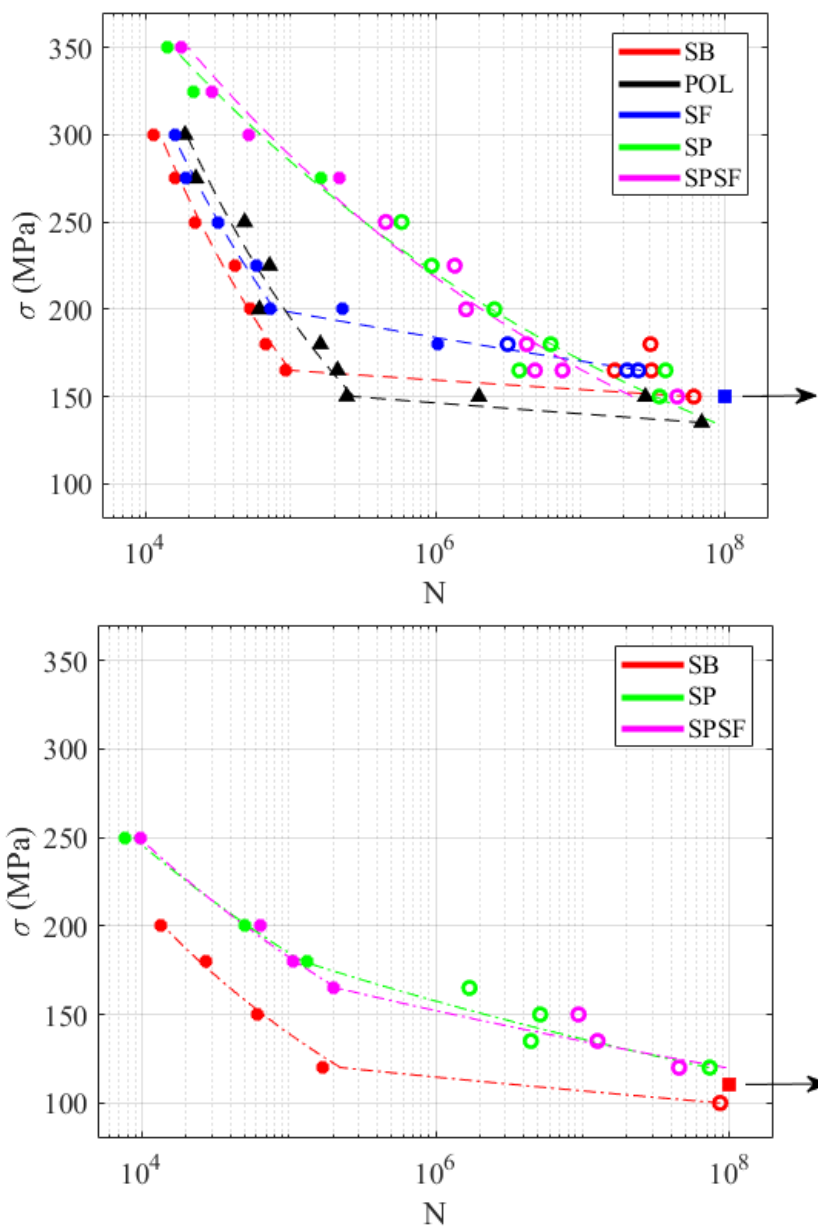


Fig. 5. Resultados de fatiga en probetas sin entalla y con entalla, respectivamente. Iconos circulares sólidos: grietas iniciadas en la superficie. Iconos circulares huecos: fallos por defectos internos. Iconos triangulares: fallos por defectos internos muy próximos a la superficie en probetas pulidas

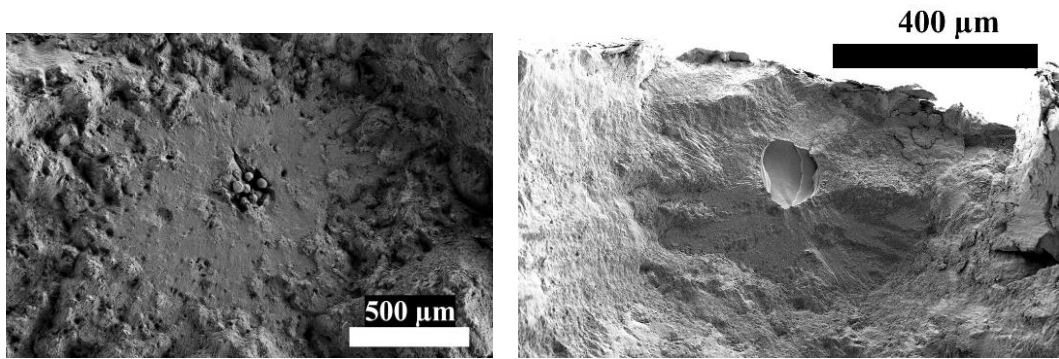


Fig. 6. Ejemplos de superficie de fractura de tipo 1, correspondiente al fallo por defecto interno. Izquierda: SP, 165 MPa, $4e6$ ciclos. Derecha: SP, 250 MPa, $6e5$ ciclos.

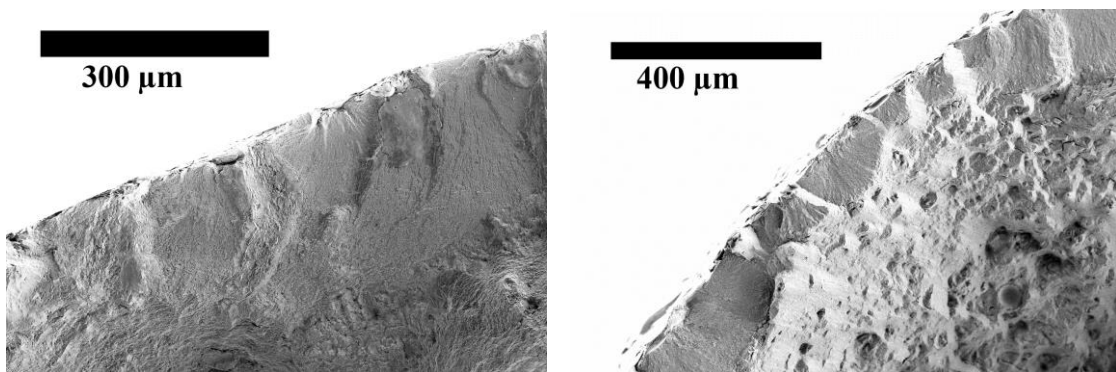


Fig. 7. Ejemplos de superficie de fractura de tipo 2, correspondiente al fallo por grieta superficial. Izquierda: SPSF, 300 MPa, $5e4$ ciclos. Derecha: SP, 350 MPa, 14000 ciclos.

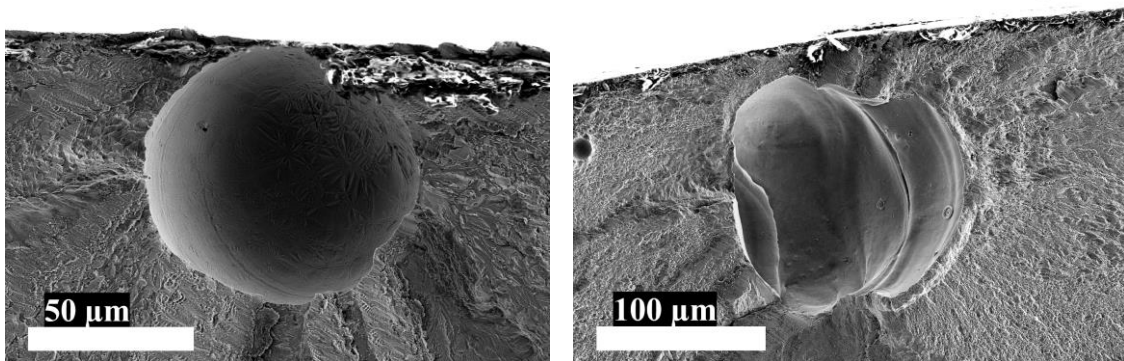


Fig. 8. Ejemplos de superficie de fractura de tipo 3, correspondiente al fallo por defecto interno muy próximo a la superficie, en probetas pulidas. Izquierda: POL, 200 MPa, $6e4$ ciclos. Derecha: POL, 165 MPa, $2e5$ ciclos.

FATIGUE CRACK PROPAGATION OF LPBF MARAGING STEEL WITH DIFFERENT DEPOSITION ORIENTATIONS

R. F. Fernandes^{1*}, J.S. Jesus^{1,2}, L. Borrego^{1,3}, J. M. Ferreira¹, J. D. M. Costa¹

¹ University of Coimbra, CEMMPRE, Department of Mechanical Engineering.
Rua Luís Reis Santos, 3030-788, Coimbra, Portugal

² Department of Mechanical Engineering, Lisbon Polytechnic – ISEL.
R. Conselheiro Emídio Navarro 1, 1959-007 Lisboa, Portugal

³ Department of Mechanical Engineering, Coimbra Polytechnic – ISEC.
Rua Pedro Nunes, Quinta da Nora, 3030-199, Coimbra, Portugal

* Contact Person: ruifvfernandes@gmail.com

RESUMEN

Los aceros maraging se utilizan actualmente en varias aplicaciones, a saber, en las industrias de moldes. La determinación de la resistencia a la propagación de grietas por fatiga en el acero maraging 18Ni300, para el régimen de París, es una cuestión vital para la seguridad de componentes. El objetivo principal de este trabajo es analizar la influencia del ángulo del plano de deposición en el crecimiento de grietas por fatiga en muestras de acero maraging producidas por “Laser Powder Bed Fusion” (LPBF). Se obtuvo el parámetro de cierre de fisuras, así como el análisis metalográfico, dureza y fractografía. El principal logro de este trabajo fue que el ángulo del plano de deposición no mostró una influencia notable en el comportamiento del crecimiento de la fisura por fatiga para los ensayos de fatiga realizados al aire libre.

PALABRAS CLAVE: Acero Maraging, Fusión por láser, Crecimiento de grietas por fatiga.

ABSTRACT

Maraging Steels are currently used in several applications, namely in the molds industries. The determination of fatigue crack propagation resistance in 18Ni300 maraging steel, for the Paris regime, is a vital issue for safety-relevant components. The main objective of this work is to analyse the influence of deposition plane angle on fatigue crack growth in maraging steel samples produced by Laser Powder Bed Fusion (LPBF). The crack closure parameter was obtained, as well as the metallographic, hardness and fractography analysis. The main achievement of this work was that the deposition plane angle did not reveal a notable influence in the fatigue crack growth behaviour for the fatigue tests performed in air.

KEYWORDS: Maraging steel, Laser Powder Bed Fusion, Fatigue Crack Growth.

INTRODUCTION

Additive manufacturing is a developed process that allows the production of complex shapes by continuous adding the material layer by layer based on a 3D CAD data. The Laser Powder Bed Fusion (LPBF) is a specific process within additive manufacturing that enables the use of metallic powders that are melted by using a laser beam responsible to melting the successive layers of the material [1]. This turns possible the production of lighter components, when compared to conventional manufacturing, which is useful for industries that are responsible to create new and improved structures, such as automotive, aerospace and molds industries[2].

Maraging Steels are also used in these type of industries, owing to its suitable properties as high strength, high toughness, resistance to crack propagations and good

weldability [3,4]. In the case of the molds industry, tooling inserts could have cooling channels and structures with high complex shape that justifies the use of LPBF process [5].

On the other hand, the LPBF process is characterized by introducing some defects in the printed materials as residual stresses, porosity and lack of fusion and roughness surfaces, which may have an impact in the component lifespan [6].

With LPBF process and considering the shape of the components it is possible to simplify their production resulting in different building orientations that are affected by the characteristic anisotropic behavior of the LPBF components linked to their microstructure, layers orientation and defects distribution [7].

However, the defects from the LPBF process and the demanding load conditions that such components are subjected to, implies the evaluation of fatigue crack growth behavior of the different building orientations. When the material is requested in the as built conditions, fatigue typically starts from the rough surface or defects presents in the surface region [8].

To understand all these aspects, some studies have been done in the maraging steel produced by LPBF. Regarding to the internal defects, Santos et al. [9] concluded that they have an impact in the mechanical behavior of the maraging steel.

In case of building orientation, Solberg et al.[10] have concluded that the vertical specimens have longer fatigue life when compared to the horizontal ones. On other hand, Becker et al. [11] compared the crack growth rates in as built conditions and the horizontal samples presented a higher crack growth. However, Damon et al. [12] analyzed the fatigue strength of the different orientations and observed that the crack initiation phase has a negative impact in the lifespan of horizontal samples, since that grains orientation are parallel to mode I crack growth. Besides that, Croccolo et al. [13] did not noticed any impact of the building direction on the fatigue strength.

The objective of this work was to study the fatigue crack growth (FCGR) of maraging steel components produced by LPBF process with different building orientations.

MATERIALS AND PROCEDURE

CT (compact tension) specimens were produced by Laser powder bed fusion (LPBF) process using a high-power laser to fuse steel powder particles layer by layer by Lasercusing®. The "Renishaw" equipment model "AM 400" was used with the following parameters: Laser power: 400 W, Scan Speed: 0.85 m/s, laser diameter: 0.04 mm, deposited layer: 30 μm, 100 μm of hatch spacing and 25% of overlapping. The steel powder particles (40 μm of diameter) were of maraging steel 18Ni300 with the chemical composition presented in Table 1.

Table 1. Chemical composition of maraging steel 18Ni300 [% weight].

C	Ni	Co	Mo	Ti	Al	Cr	P	Si	Mn	Fe
0.01	18.2	9.0	5.0	0.6	0.05	0.3	0.01	0.1	0.04	Bal

CT samples were produced with three different deposition plane angles of layers: β=0°, β=45° and β=90° as is illustrated in Figure 1 (a), 1 (b) and 1 (c), respectively.

The geometry and dimensions of specimens were defined according to ASTM E647 and are shown in figure 2. All specimens were submitted to a polishing process (Rz =

0.6 ± 0.06 μm) in the lateral faces, to improve crack observation.

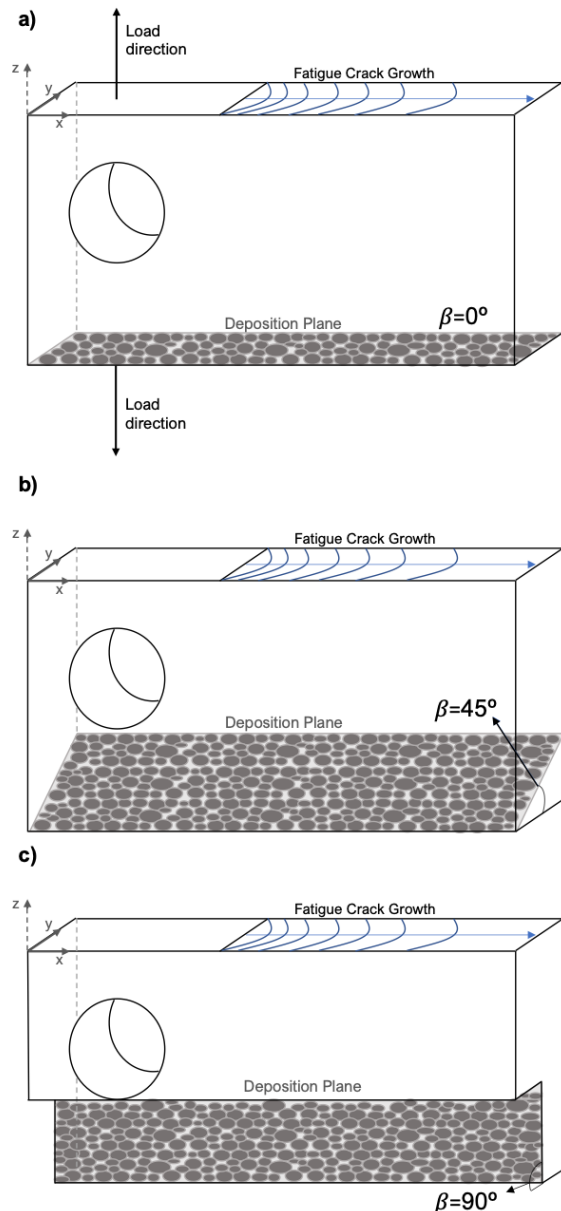


Figure 1. Disposition planes used in LPBF process. (a) β=0°, (b) β=45° and (c) β=90°.

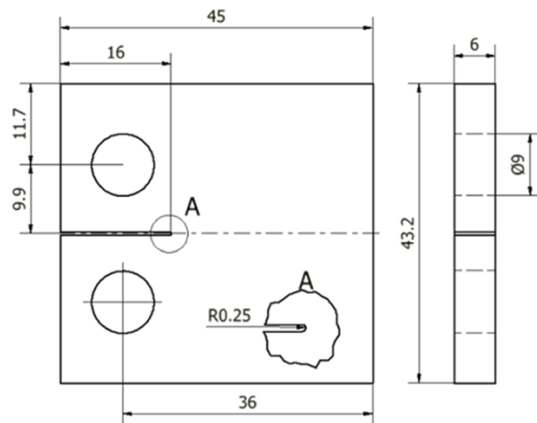


Figure 2. Geometry and dimensions of the specimens (mm).

Following the ASTM E647 recommendations, the FCGR tests were done in mode I loading ($R=0.05$) through the optical measurement of crack length using a travelling microscope (45X) in increments of 0.2 mm.

All tests were carried out at room temperature using a 10 kN capacity Instron EletroPuls E10000 equipment, under load control in constant amplitude ($\Delta P=2350N$) in a sinusoidal wave with 15 Hz of frequency always in the Paris regime.

Crack growth rates were determined by the incremental polynomial method using five consecutive points. The results were plotted as da/dN versus ΔK curves.

The crack closure decreases the driving force for crack growth leading to a crack rate slowdown. The crack closure can be expressed using the U parameter which can be calculated by the following equation:

$$U = \frac{P_{\max} - P_{op}}{P_{\max} - P_{\min}} \quad (1)$$

The crack-opening load (P_{op}) was estimated through the correlation coefficient maximization. The point where the correlation coefficient achieves the maximum value defines the P_{op} and this point represents the slope modification on the load-displacement data. The load-displacement data were registered through digital image correlation (DIC).

The microstructures of LPBF samples were analyzed according to the standard ASTM E407-99 metallographic practice, performing a chemical attack with Picral (picric acid solution 4% in ethyl alcohol) for 2 minutes.

After this procedure, the microstructures of the samples were observed using a Leica DM4000 M LED optical microscopy. The microstructural analysis was done in the surface of xy plane of samples (see Figure 1).

RESULTS AND DISCUSSION

The microstructures of the different deposition planes are shown in Figure 3. Figure 3 (a) presents a representative microstructure of the deposition plane $\beta=90^\circ$, Figure (b) shows the microstructure obtained for the deposition plane, $\beta=45^\circ$ and Figure 3 (c) shows the microstructure acquired for the deposition plane $\beta = 45^\circ$.

As can be seen, Figure 3 (a) shows fine martensitic needles positioned inside of the red zones, while Figure 3 (b) shows a lower amount of fine martensitic needles when compared with Figure 3 (a). Regarding this, Figure 3 (c) does not show these microstructures. These facts lead to a different hardness for the different deposition planes: 315.3 HV1 for $\beta=0^\circ$, 350.3 HV1 for $\beta=45^\circ$ and 373.3 HV1 for $\beta=90^\circ$.

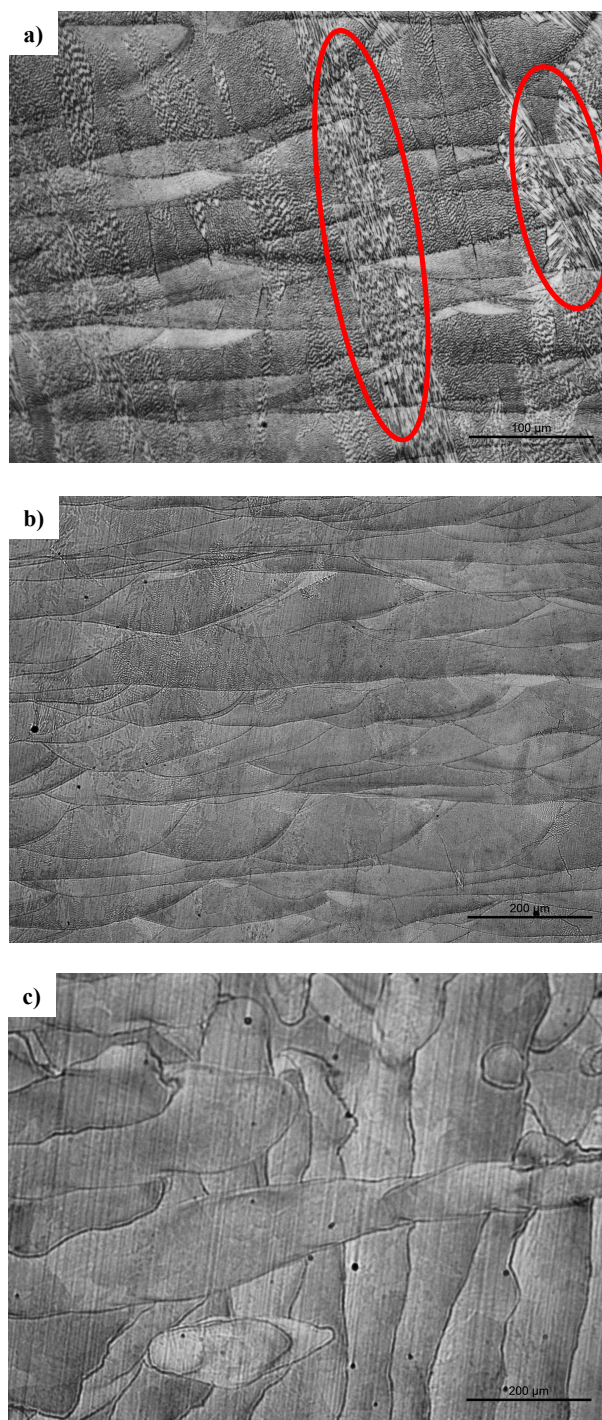


Figure 3. Metallographic images. (a) Microstructure for deposition plane $\beta=90^\circ$, (b) Microstructure for deposition plane, $\beta=45^\circ$, (c) Microstructure for deposition plane, $\beta=0^\circ$.

Figure 4 presents the da/dN curves at the Paris regime and for each deposition plane. The analysis of this figure allows to conclude that for Paris regime the deposition plane angle relative to the crack growth plane did not play significant influence in the fatigue crack growth speed once all curves are in a narrow confidence band with a low error $T\Delta K=1.155$. This result can be

explained by the same crack closure level (induced by plasticity) verified for each deposition plane angle, $U = 0.815$ for $\beta = 0^\circ$, $U = 0.8445$ for $\beta = 45^\circ$ and $U = 0.817$ for $\beta = 90^\circ$.

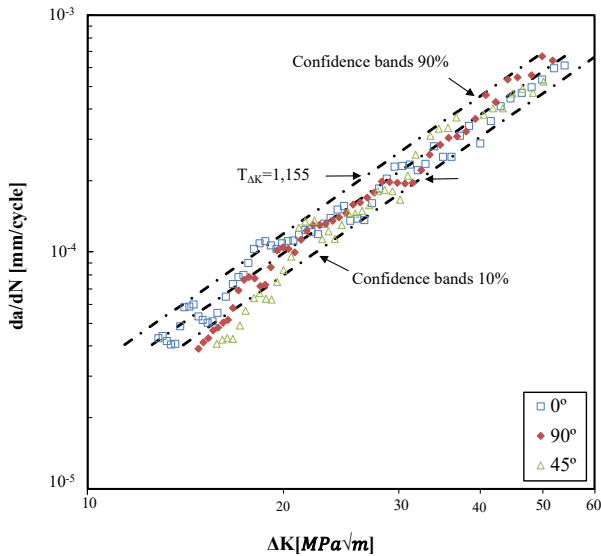


Figure 4. da/dN curves for $\beta=0^\circ$, $\beta=45^\circ$ and $\beta=90^\circ$.

CONCLUSIONS

A systematic study was carried out regarding the effect of the deposition plane angle on the fatigue crack growth behaviour of 18Ni300 maraging steel, for the Paris regime. The main conclusions drawn were the following:

- The metallographic observation indicated that the deposition plane angle influences the martensite amount created during the LPBF process. This microstructural anisotropy also promoted a different hardness values depending on the deposition angle;
- Moreover, the different structures evidence it wasn't observed significant impact in the FCGR speed, because all showed a quite similar crack closure level induced by plasticity.

ACKNOWLEDGEMENTS

This research was sponsored by the project no. 028789, financed by the European Regional Development Fund (FEDER), through the Portugal 2020 program (PT2020), under the Regional Operational Program of the Center (CENTRO-01-0145-FEDER-028789). This research is also sponsored by FEDER funds through the program COMPETE, Programa Operacional Factores de Competitividade, and by national funds through FCT, Fundação para a Ciência e a Tecnologia, under project UIDB/00285/2020, and by the project POCI-01-0247-FEDER-042536, financed by European Funds, through program COMPETE2020, under the Eureka smart label S0129-AddDies.

REFERENCES

- [1] A. Mostafaei, C. Zhao, Y. He, S. Reza Ghiaasiaan, B. Shi, S. Shao, Defects and anomalies in powder bed fusion metal additive manufacturing. *Curr Opin Solid State Mater Sci* (2022) 26: 100974.
- [2] H. Fayazfar, M. Salarian, A. Rogalsky, D. Sarker, P. Russo, V. Paserin, A critical review of powder-based additive manufacturing of ferrous alloys: Process parameters, microstructure and mechanical properties. *Mater Des* (2018) 144: 98–128.
- [3] K. Kempen, E. Yasa, L. Thijs, J. Kruth, J. Van Humbeeck, Microstructure and mechanical properties of Selective Laser Melted 18Ni-300 steel. *Phys Procedia* (2011) 12: 255–63.
- [4] H. M. Zhu, J. W. Zhang, J. P. Hu, M. N. Ouyang & C. J. Qiu, Effects of aging time on the microstructure and mechanical properties of laser-cladded 18Ni300 maraging steel. *Mater Sci* (2021) 56: 8835–47.
- [5] C. Tan, D. Wang, W. Ma, Y. Chen, S. Chen, Y. Yang, K. Zhou, Design and additive manufacturing of novel conformal cooling molds. *Mater Des* (2020) 196:109147.
- [6] C. Zitelli, P. Folgarait, A. Di Schino, Laser powder bed fusion of stainless steel grades: A review. *Metals* (2019) 9: 731.
- [7] S. A. R. Shamsdini, H. Pirgazi, M. H. Ghoncheh, M. Sanjari, B. S. Amirkhiz, L. Kestens, M. Mohammadi, A relationship between the build and texture orientation in tensile loading of the additively manufactured maraging steels. *Addit Manuf* (2021) 41:101954.
- [8] K. Solberg, F. Berto, Notch-defect interaction in additively manufactured Inconel 718. *Int J Fatigue* (2019) 122: 35–45.
- [9] L. M. Santos, J. S. Jesus, J. M. Ferreira, J. D. Costa, C. Capela, Fracture Toughness of Conventional Steel Parts with 18Ni300 Steel Implants Built by Selective Laser Melting. *Appl Sci* (2018) 8:1879.
- [10] K. Solberg, E. W. Hovig, K. Sørby, F. Berto, Directional fatigue behaviour of maraging steel grade 300 produced by laser powder bed fusion. *Int J Fatigue* (2021) 149: 106229.
- [11] T. H. Becker, D. Dimitrov, The achievable mechanical properties of SLM produced

Maraging Steel 300 components. Rapid
Prototype Journal (2016) 22: 487–494.

- [12] J. Damon, T. Hanemann, S. Dietrich, G. Graf, K. Lang, Orientation dependent fatigue performance and mechanisms of selective laser melted maraging steel X3NiCoMoTi18-9-5. Int J Fatigue (2019) 127: 395–402.
- [13] D. Croccolo, M. Agostinis, S. Fini, G. Olmi, F. Robusto, S.C. Kostić, S. Morača, N. Bogojević, Sensitivity of direct metal laser sintering Maraging steel fatigue strength to build orientation and allowance for machining. Fatigue Fract Eng Mater Struct (2019) 42:374–386.

Influence of fatigue testing frequency on fracture and crack propagation rate in additive manufactured metals using the extended finite element method

M. Awd*, F. Walther

Chair of Materials Test Engineering (WPT)
TU Dortmund University
D-44227, Dortmund, Germany

* Corresponding author: mustafa.awd@tu-dortmund.de

ABSTRACT

Due to advancements in machine systems and scanning methods, the usage of selective laser melted materials has risen in industrial applications, leading to almost full-density products. However, the creation of microstructure and porosity during the melting process results in inconsistency in the mechanical behavior of the components under cyclic loading. This research examines the influence of fatigue testing frequency on fracture and crack propagation rate in additive manufactured metals, using micro-computed tomography (μ -CT) to analyze three-dimensional defects and their sequential behavior under quasi-static, high-cycle fatigue (HCF), and very high-cycle fatigue (VHCF) conditions for AlSi10Mg and Ti-6Al-4V alloys. In addition to microstructural analysis of the influence of defects on fatigue failure, fatigue crack propagation under cyclic loading is simulated using the extended finite element method from internal porosity. This enables the calculation of fatigue crack propagation rates at 20 Hz and 20 kHz. The analysis indicated that there is a distinct difference in damage processes in HCF and VHCF, with the effect of frequency and porosity determining the damage mechanisms as well as crack propagation rate in both regimes.

KEYWORDS: selective laser melting, microstructure, porosity, very high-cycle fatigue, crack propagation

INTRODUCTION

The influence of fatigue testing frequency on fatigue damage and crack propagation rate is established in literature. The effects of environment and load frequency (0.4 to 58 Hz) on the crack propagation law for macro fatigue crack growth in 7075-T6 clad and 2024-T3 Alclad aluminum were investigated. The crack propagation rate decreased with increasing loading frequency [1]. This was confirmed for 2024-T3 aluminum and SM-50 steel for loading frequencies of 0.017 Hz to 140 Hz. Furthermore, a decrease in striation spacing was found for increasing testing frequency [2]. The same effect was observed for Ti-8Al-1Mo-1V at frequencies of 0.5 to 30 Hz, but it was not attributed to loading frequency but an effect of environmental hydrogen at the crack tip, the influence of which is dependent on the frequency [3]. For the high strength aluminum alloy 7150 this effect was also observed and linked to a change from intergranular to transgranular crack growth with decreasing frequency, dependent on the grain boundary diffusion of atomic hydrogen at the crack tip [4]. This was also confirmed for the aluminum alloy AlZnMgCu1.5 [5]. This effect was inspected more closely for the aluminum alloy E319, leading to the same results. The increase in fatigue crack growth rates is induced by hydrogen reaching the crack tip, which is related to environmental water exposure, which in turn is

higher at lower testing frequencies [6]. On the other hand, it was reported that there is no change in the crack initiation mechanism for E319 [7] in contrast to small crack propagation [6]. The dependency of crack propagation rate on the loading frequency was confirmed in titanium and explained the effect by variations of the strain range at the crack tip based on material viscoplasticity [8]. This effect was investigated in the high cycle fatigue regime for Ti-6Al-4V, showing that a higher testing frequency leads to higher fatigue strength, which is predominantly occurred at lower stress levels and disappears at stress ratios above 0.8. The effect is believed to be dependent on multiple factors, such as strain rate effects, dislocation motion, and diminished active primary slip systems [9]. Ti-6Al-4V was investigated in gigacycle fatigue regime at different heat treatments and a frequency of up to 20 kHz. It was shown that an effect of frequency was barely noticeable for smooth specimens. Surface fractures occur in all specimens, and a higher frequency tends to result in higher fatigue strength [10].

This paper will investigate the influence of fatigue testing frequency on crack propagation rate by the extended finite element method (XFEM).

MATERIALS AND METHODS

For AlSi10Mg and Ti-6Al-4V specimens, the manufacturing of cylindrical tensile and fatigue specimens was carried out using modified SLM 250 HL and SLM500HL systems. During manufacturing, an inert argon gas atmosphere prevented oxidation of the melt tracks. Using an optimized scanning strategy and parameters ensured high-quality parts with a relative density of more than 99.5% for both alloys. Low-frequency tests were carried out for AlSi10Mg and Ti-6Al-4V at 20 and 5 Hz on Instron 8872 (10 kN) and Schenck PC63M (45 kN), respectively. Specimens were scanned in Nikon X TH 160 X-ray microcomputed tomography (μ -CT) in the gauge length volume with 160 kV. High-frequency tests were carried out on Shimadzu USF-2000A with the application of pressurized dry air and pulse:pause ratio 1:1 to control deformation-induced high-strain rate cyclic deformation temperature. Further details on specimen geometries and experimental setups can be found in [11, 12].

The XFEM was used to inversely calculate the crack propagation rate at low and ultrasonic frequencies. Only linear elastic properties are considered in a linear elastic fracture mechanics (LEFM) framework. XFEM can cope with the discontinuous displacement field at the crack surface and the singularity near the crack tip. It's developed on the basis of the general finite element method (GFEM) and takes advantage of the partition of unity methods (PUM) to add an enrichment function [13]. The enrichment function is made up of two parts, the asymptotic functions near the crack tip to cope with the singularity and a discontinuous function to express the displacement change at the crack surface [14]. After adding enrichment functions, the XFEM displacement vector function can be expressed as

$$\vec{u} = \sum_{I=1}^N N_I(x)[\vec{u}_I + H(x)\vec{a}_I + \sum_{\alpha=1}^4 F_{\alpha}(x)\vec{b}_I^{\alpha}] \quad (1)$$

$H(x)$ is the jump enrichment function following the Heaviside distribution. \vec{a}_I is a nodal enriched degree of freedom (DOF) for jump discontinuity [13]. The jump function is applied on nodes with circles and the crack tip function is applied on nodes with squares. The blue element is the crack tip element, the yellow elements are enriched elements, and the pink elements are blending elements containing both enriched nodes and normal nodes, Figure 1.

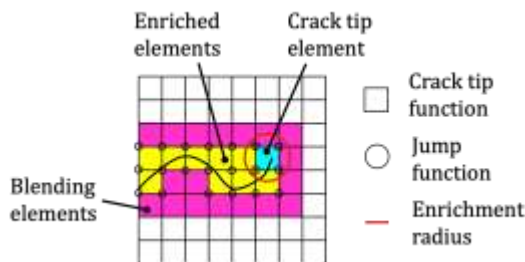


Figure 1. 2D mesh showing enriched nodes and radius for XFEM model [13].

Before scanning, a calibration step is carried out to reduce shading inaccuracies, which allows for a more accurate capturing of pore morphology. Raw data from microcomputed tomography (μ -CT) scans are processed in VGStudio Max 2.2 in order to show the 3D defect distribution inside the material. The surface of the specimens, as well as the inside surfaces of the pores, have been extracted and processed using a Python-based CAD program. In order to make the model possible to investigate using XFEM, numerous simplifications and reduction filters have been applied to it [15], Figure 2.

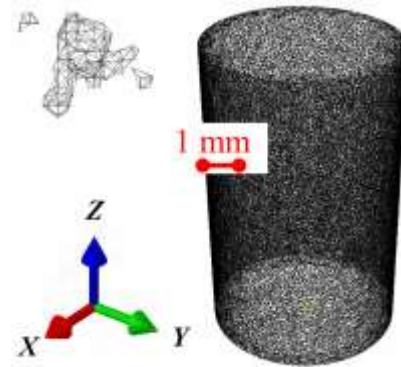


Figure 2. STL representation of a μ -CT model.

From the point of view of energy, the crack extends when adequate energy can be applied against the resistance of the material. G is defined to measure the energy needed for growing the crack [16]

$$G = -\frac{d\Pi}{dA} \quad (2)$$

A is the area of the crack and Π is the total potential energy [16]. It indicates how fast the energy is released when the crack propagates. The connection between ΔG and da/dN follows the Paris law in the middle region if $\Delta G_{th} < \Delta G < G_{pl}$ as shown [17]

$$\frac{da}{dN} = c_3(\Delta G)^{c_4} \quad (3)$$

In our finite element model, the elements are tetrahedral and each element has four nodes. Calculation of the intersection point's coordinates is introduced below.

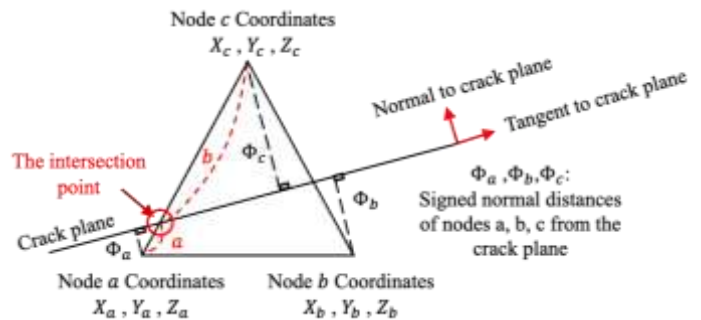


Figure 3. Schematic diagram to calculate the coordinates of the intersection points

As shown in Figure 3, the PHILSM values of nodes a , b and c are Φ_a , Φ_b and Φ_c . Therefore, $a/b = |\Phi_a/\Phi_c|$. a and b are the distances between the intersection point and node a and node c respectively. Therefore, the coordinates of the intersection point can be expressed as

$$\begin{aligned} X &= X_a + (X_c - X_a) \cdot |\Phi_a/(\Phi_a - \Phi_c)| \\ Y &= Y_a + (Y_c - Y_a) \cdot |\Phi_a/(\Phi_a - \Phi_c)| \\ Z &= Z_a + (Z_c - Z_a) \cdot |\Phi_a/(\Phi_a - \Phi_c)| \end{aligned} \quad (4)$$

It has to be noted that only when the signs of the two points' PHILSM values are opposite, there exists the intersection point. If two PHILSM values are both positive or negative, it indicates that the two points are on the same side. As shown in Figure 4, the shaded region represents a triangle crack section.

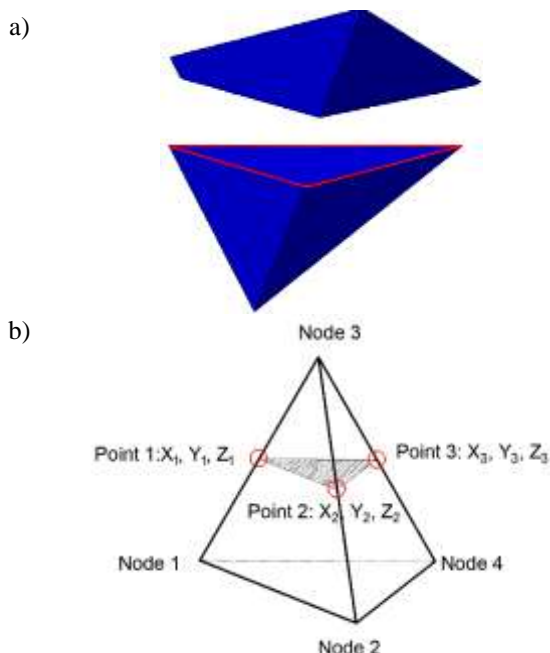


Figure 4. Crack area of a triangle crack section.

By using the points' coordinates (Point 1, Point 2 and Point 3), the triangle's sides a , b and c can be calculated:

$$\begin{aligned} a &= \sqrt{(X_1 - X_2)^2 + (Y_1 - Y_2)^2 + (Z_1 - Z_2)^2} \\ b &= \sqrt{(X_2 - X_3)^2 + (Y_2 - Y_3)^2 + (Z_2 - Z_3)^2} \\ c &= \sqrt{(X_1 - X_3)^2 + (Y_1 - Y_3)^2 + (Z_1 - Z_3)^2} \\ s &= \frac{a + b + c}{2} \end{aligned} \quad (5)$$

The crack area can be calculated based on Heron's formula [18]

$$A = \sqrt{s \cdot (s - a) \cdot (s - b) \cdot (s - c)} \quad (6)$$

Function *myareaTri* written by Python language is used to calculate the triangle area; the input values are the coordinate values of the triangle's three vertices. To

calculate the area for a quadrilateral crack section is shown below in Figure 5.

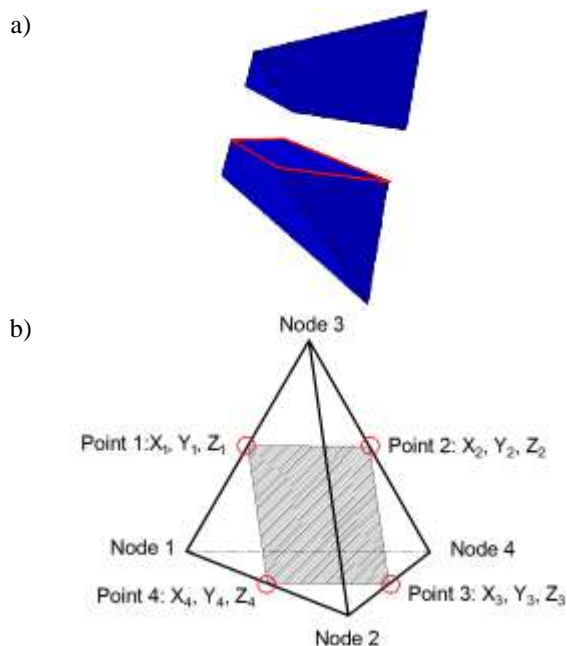


Figure 5. Crack area of a quadrilateral crack section.

The sides and diagonals of the quadrilateral crack section are a, b, c, d, e and f .

$$\begin{aligned} a &= \sqrt{(X_1 - X_2)^2 + (Y_1 - Y_2)^2 + (Z_1 - Z_2)^2} \\ b &= \sqrt{(X_2 - X_3)^2 + (Y_2 - Y_3)^2 + (Z_2 - Z_3)^2} \\ c &= \sqrt{(X_3 - X_4)^2 + (Y_3 - Y_4)^2 + (Z_3 - Z_4)^2} \\ d &= \sqrt{(X_1 - X_4)^2 + (Y_1 - Y_4)^2 + (Z_1 - Z_4)^2} \\ e &= \sqrt{(X_1 - X_3)^2 + (Y_1 - Y_3)^2 + (Z_1 - Z_3)^2} \\ f &= \sqrt{(X_2 - X_4)^2 + (Y_2 - Y_4)^2 + (Z_2 - Z_4)^2} \end{aligned} \quad (7)$$

$$\begin{aligned} s_1 &= \frac{a + b + e}{2} \\ s_2 &= \frac{a + d + f}{2} \\ s_3 &= \frac{c + d + e}{2} \\ s_4 &= \frac{b + c + f}{2} \end{aligned}$$

Four triangles are formed and their areas can be calculated using the Python function *myareaQuad*.

$$\begin{aligned} A_1 &= \sqrt{s_1 \cdot (s_1 - a) \cdot (s_1 - b) \cdot (s_1 - e)} \\ A_2 &= \sqrt{s_2 \cdot (s_2 - a) \cdot (s_2 - d) \cdot (s_2 - f)} \\ A_3 &= \sqrt{s_3 \cdot (s_3 - c) \cdot (s_3 - d) \cdot (s_3 - e)} \\ A_4 &= \sqrt{s_4 \cdot (s_4 - b) \cdot (s_4 - c) \cdot (s_4 - f)} \end{aligned} \quad (8)$$

$$A = (A_1 + A_2 + A_3 + A_4)/2$$

The input values are the coordinates of the quadrilateral's four vertices. XFEM can be applied to simulate the fatigue crack propagation along an arbitrary path. The criterion is a fracture-based surface behavior based on the virtual crack closure technique (VCCT). VCCT is based on the principle of LEFM; therefore, it requires an initial crack in the model. The crack nucleation is governed by the specified damage initiation criterion. After the crack is nucleated in the static step, the crack can propagate in the following direct cyclic step. If the stress or strain values meet the specified damage initiation criterion, the degradation begins. In Abaqus [19], the fatigue crack onset and growth are determined by ΔG value at the crack tip and ΔG is calculated by VCCT. For example, in a two-dimensional model, for stabilized cycle N , the crack length is a_N . G_{thresh} is the threshold energy release rate and G_{pl} is the energy release rate upper limit. If $G_{max} < G_{thresh}$, the crack will not grow. If $G_{max} > G_{pl}$, the increment no. of cycles (ΔN) is 1.

RESULTS AND DISCUSSION

The tensile strength of AlSi10Mg was 451.1 MPa, which is more than that of the cast counterpart [20], while the tensile strength of Ti-6Al-4V with the employed parameters was 1280.6 MPa, which is higher than that of the wire+arc additively made counterpart [12]. Mode I fracture without ductility occurs as a consequence of strain localization at the melt tracks, which coalesce to form nuclei that propagate over the interface. Further details on the quasi-static and cyclic deformation behavior of these specimens can be found in [15]. Figure 6 shows the influence of loading amplitude on crack area growth at 20 kHz. After the simulation, the Python script is applied to extract the crack area and the cycle number for each specified frame. The cracks propagate slowly at the initial stage and da/dN gradually increases and the growth speed accelerates. At the end of the curves, it can be found that the slope is extremely high because the energy release rate has exceeded the upper limit G_{pl} and the curve begins to follow the fatigue crack growth curve in region III, instead of the Paris law in region II. One advantage of XFEM is that it is independent of mesh refinement. The equivalent strain damage initiation criterion is effective to form the initial crack according to calculating the strain values to find out the weakest location. Because the cross-sectional area near the pore is the smallest, the initial crack is formed near the pore. Because the maximum energy release rate is much smaller than the critical energy release rate, the crack will only initiate instead of growing. The crack propagation curves of AlSi10Mg consist of three distinctive damage phases in comparison to the two phases of Ti-6Al-4V. Furthermore, it can be observed that the crack area growth is stable and slow until more than 90% of specimen's life in case of Ti-6Al-4V according to Figure 6.

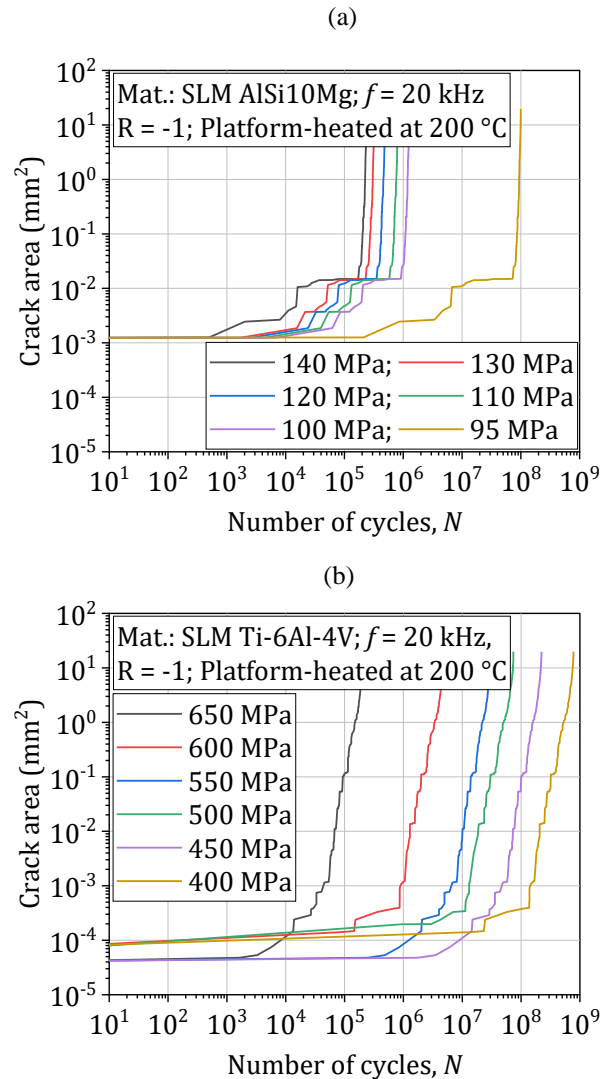


Figure 6. Influence of loading amplitude on crack area growth at 20 kHz: a) AlSi10Mg; b) Ti-6Al-4V.

The resulting fatigue lifetime from the simulation agrees quite well with the experimental data in [15, 20]. Therefore, when we compare the crack propagation coefficient of the simulations taking place at low frequency against the ones taking place at an ultrasonic frequency, we find out that the crack propagation rate is lower at ultrasonic frequencies in both alloys. Additionally, a dependence of the crack propagation coefficient on the stress amplitude level at low and ultrasonic testing frequencies is observed. Specifically, in AlSi10Mg, the relationship between loading amplitude and crack propagation coefficient is linear for both frequency scales except for 95 MPa stress amplitude at 20 Hz, which has a significant drop in value below 100 MPa. On the other hand, the relationship in Ti-6Al-4V is nonlinear, which can be attributed to the influence of microstructure hierarchy in this alloy that influences the crack propagation rate since it has to overcome the obstacles of binary phase microstructure within the prior β grains. Among the possible causes of the strain rate effects is the dislocation motion, decreased active

primary slip systems at high frequencies in HCP and BCC materials, and therefore their sensitivity to high-frequency vibrational frequencies [9].

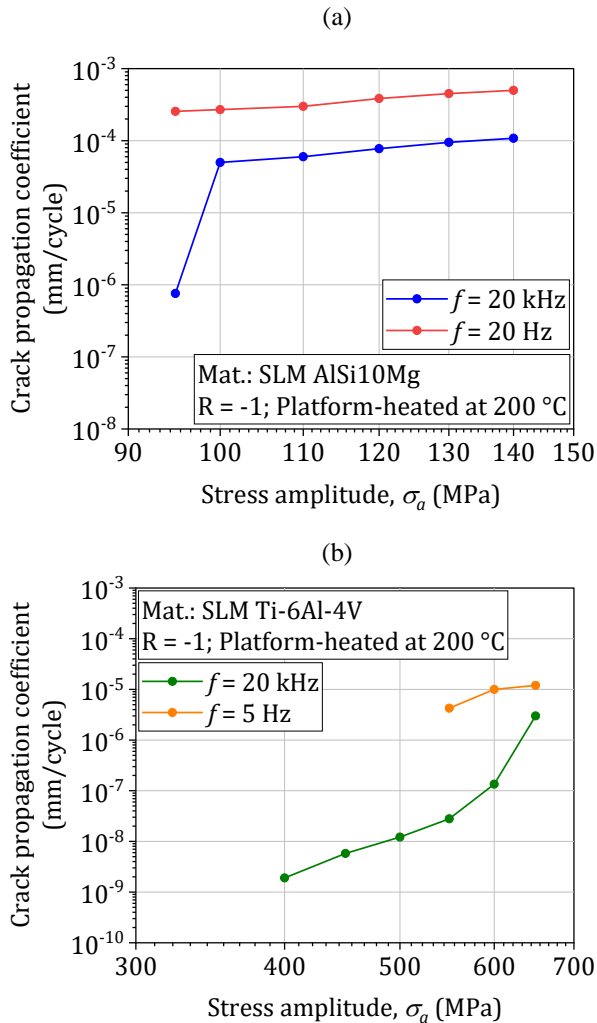


Figure 7. Influence of testing frequency on crack propagation coefficient: a) AlSi10Mg; b) Ti-6Al-4V.

CONCLUSIONS AND OUTLOOK

The inverse crack propagation rate was calculated using the XFEM at low and ultrasonic frequencies, and the results were presented in this paper. In addition to the enrichment function, it is built on the foundation of the general finite element method (GFEM). In a linear elastic fracture mechanics framework, only linear elastic characteristics of the alloys are taken into consideration. The XFEM may be used to model the propagation of a fatigue fracture along any route of the crack chosen path. It is necessary to consider fracture-based surface behavior, which is achieved via the use of the virtual crack closure approach (VCCT). Specimens were scanned in the X-ray microcomputed tomography in the gauge length volume. High-frequency tests were carried out on Shimadzu USF-2000A with the use of pressurized dry air, which was applied to the specimen gauge volume. An extraction and post-processing of tessellated

surfaces based on Python language have been used to extract and process the surface of the specimens as well as the interior surfaces of the pores. Stress localization at the melt tracks results in crack nuclei propagating across the interface, resulting in mode I fracture without ductility. This kind of fracture happens as a result of the melt tracks coalescing to create nuclei that propagate over the interface of the melt pools. In contrast to the two damage phases of Ti-6Al-4V, the crack propagation curves of AlSi10Mg have three unique damage phases, which are distinguished from one another. When testing at low and ultrasonic testing frequencies, it has been discovered that the fracture propagation coefficient is dependent on the stress amplitude level. In all frequency scales except 20 Hz, the relationship between loading amplitude and fracture coefficient is linear, with the exception of 95 MPa stress amplitude at 20 Hz. When it comes to Ti-6Al-4V, the connection is nonlinear, which may be traced to the impact of the microstructure hierarchy in this alloy. Crack propagation coefficients are reduced in both alloys when ultrasonic frequencies are used. The influence of frequency will be studied in a future investigation using a strain-rate sensitive elastoplastic model.

ACKNOWLEDGEMENTS

The authors thank the German Research Foundation (Deutsche Forschungsgemeinschaft, DFG) for its financial support within the research project "Mechanism-based understanding of functional grading focused on fatigue behavior of additively processed Ti-6Al-4V and Al-12Si alloys" (WA 1672/25-1, project no. 336368661). The authors further thank Fraunhofer IAPT, Hamburg, for the provision of samples in the framework of excellent scientific collaboration.

REFERENCES

- Hartman, A., Schijve, J.: The effects of environment and load frequency on the crack propagation law for macro fatigue crack growth in aluminium alloys. *Engineering Fracture Mechanics*. 1, 615–631 (1970). [https://doi.org/10.1016/0013-7944\(70\)90003-2](https://doi.org/10.1016/0013-7944(70)90003-2).
- Takeo, Y., Kiyoshi, S.: The effect of frequency on fatigue crack propagation rate and striation spacing in 2024-T3 aluminium alloy and SM-50 steel. *Engineering Fracture Mechanics*. 8, 81–88 (1976). [https://doi.org/10.1016/0013-7944\(76\)90078-3](https://doi.org/10.1016/0013-7944(76)90078-3).
- Meyn, D.A.: An analysis of frequency and amplitude effects on corrosion fatigue crack propagation in Ti-8Al-1Mo-1V. *Metallurgical Transactions*. 2, 853–865 (1971). <https://doi.org/10.1007/BF02662746>.
- Gingell, A.D.B., King, J.E.: The effect of frequency and microstructure on corrosion fatigue crack propagation in high strength aluminium

- alloys. *Acta Materialia*. 45, 3855–3870 (1997).
[https://doi.org/10.1016/S1359-6454\(97\)00033-5](https://doi.org/10.1016/S1359-6454(97)00033-5).
5. Mayer, H., Papakyriacou, M., Pippan, R., Stanzl-Tschegg, S.: Influence of loading frequency on the high cycle fatigue properties of AlZnMgCu1.5 aluminium alloy. *Materials Science and Engineering: A*. 314, 48–54 (2001).
[https://doi.org/10.1016/S0921-5093\(00\)01913-4](https://doi.org/10.1016/S0921-5093(00)01913-4).
 6. Zhu, X., Jones, J.W., Allison, J.E.: Effect of frequency, environment, and temperature on fatigue behavior of E319 cast-aluminum alloy: Small-crack propagation. *Metallurgical and Materials Transactions A*. 39, 2666–2680 (2008).
<https://doi.org/10.1007/s11661-008-9630-2>.
 7. Zhu, X., Jones, J.W., Allison, J.E.: Effect of frequency, environment, and temperature on fatigue behavior of E319 cast aluminum alloy: Stress-controlled fatigue life response. *Metallurgical and Materials Transactions A*. 39, 2681–2688 (2008). <https://doi.org/10.1007/s11661-008-9631-1>.
 8. Takezono, S., Satoh, M.: Effect of stress frequency on fatigue crack propagation in titanium. *Journal of Engineering Materials and Technology*. 104, 257–261 (1982). <https://doi.org/10.1115/1.3225073>.
 9. Morrissey, R., McDowell, D.L., Nicholas, T.: Frequency and stress ratio effects in high cycle fatigue of Ti-6Al-4V. *International Journal of Fatigue*. 21, 679–685 (1999).
[https://doi.org/10.1016/S0142-1123\(99\)00030-4](https://doi.org/10.1016/S0142-1123(99)00030-4).
 10. Takeuchi, E., Furuya, Y., Nagashima, N., Matsuoka, S.: The effect of frequency on the giga-cycle fatigue properties of a Ti-6Al-4V alloy. *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures*. 31, 599–605 (2008).
<https://doi.org/10.1111/j.1460-2695.2008.01257.x>.
 11. Awd, M., Siddique, S., Hajavifard, R., Walther, F.: Comparative study of defect-based and plastic damage-based approaches for fatigue lifetime calculation of selective laser melted AlSi12. In: Abdel Wahab, M. (ed.) *Proceedings of the 7th International Conference on Fracture Fatigue and Wear*. pp. 297–313. Springer Singapore (2019).
https://doi.org/10.1007/978-981-13-0411-8_27.
 12. Awd, M., Johannsen, J., Chan, T., Merghany, M., Emmelmann, C., Walther, F.: Improvement of fatigue strength in lightweight selective laser melted alloys by in situ and ex situ composition and heat treatment. In: *The Minerals, Metals & Materials Society (ed.) TMS 2020 149th Annual Meeting & Exhibition Supplemental Proceedings*. pp. 115–126. Springer International Publishing, Cham (2020). https://doi.org/10.1007/978-3-030-36296-6_11.
 13. Belytschko, T., Black, T.: Elastic crack growth in finite elements with minimal remeshing. *International Journal for Numerical Methods in Engineering*. 45, 601–620 (1999).
[https://doi.org/10.1002/\(SICI\)1097-0207\(19990620\)45:5%3C601::AID-NME598%3E3.0.CO;2-S](https://doi.org/10.1002/(SICI)1097-0207(19990620)45:5%3C601::AID-NME598%3E3.0.CO;2-S).
 14. Bouhala, L., Shao, Q., Koutsawa, Y., Younes, A., Núñez, P., Makradi, A., Belouettar, S.: An XFEM crack-tip enrichment for a crack terminating at a bi-material interface. *Engineering Fracture Mechanics*. 102, 51–64 (2013).
<https://doi.org/10.1016/j.engfracmech.2013.02.023>.
 15. Awd, M., Labanie, M.F., Moehring, K., Fatemi, A., Walther, F.: Towards deterministic computation of internal stresses in additively manufactured materials under fatigue loading: Part I. *Materials*. 13, 2318 (2020).
<https://doi.org/10.3390/ma13102318>.
 16. Anderson, T.L.: *Fracture mechanics: Fundamentals and applications*. CRC Press/Taylor & Francis, Boca Raton (2017).
 17. Cotterell, B., Rice, J.R.: Slightly curved or kinked cracks. *International Journal of Fracture*. 16, 155–169 (1980). <https://doi.org/10.1007/BF00012619>.
 18. Dunham, W.: *Journey through genius: The great theorems of mathematics*. Penguin Books, New York (1991).
 19. Smith, M.: *Abaqus/Standard User's Manual, Version 6.9*. Dassault Systèmes Simulia Corp, United States (2009).
 20. Awd, M., Siddique, S., Johannsen, J., Emmelmann, C., Walther, F.: Very high-cycle fatigue properties and microstructural damage mechanisms of selective laser melted AlSi10Mg alloy. *International Journal of Fatigue*. 124, 55–69 (2019).
<https://doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2019.02.040>.

DESIGN OF ADDITIVELY MANUFACTURED COMPONENTS BASED ON LOCALLY REPRESENTATIVE MATERIAL FATIGUE PROPERTIES

S. Blasón¹; M. Chaudry¹; A. Elorriaga^{1,2}; M. Madia¹; I. Llavori²; K. Hilgenberg¹

¹ Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung (BAM), Unter den Eichen 87, 12205 Berlin, Germany

² Mondragon University, Loramendi 4. 20500 Arrasate, Spain

* Contact person: sergio.blason-gonzalez@bam.de

RESUMEN

La tecnología de fabricación aditiva (AM) continúa progresando y permitiendo alcanzar diseños cada vez más complejos y optimizados. La industria química es uno de los sectores donde componentes AM han adquirido un gran interés. La falta hasta la fecha de una directiva europea que regule la inspección, certificación y aceptación de equipos sometidos a presión hace necesario progresar en esta línea. El objetivo que se persigue en este trabajo es el de desarrollar una metodología de diseño sobre componentes fabricados aditivamente basada en la estimación de vida a fatiga de las zonas más susceptibles de sufrir dicho tipo de fallo. El estudio comprende diversas facetas de análisis, simulaciones numéricas, análisis de la microestructura del material y una extensa campaña experimental. La evaluación de la integridad estructural se realiza aplicando mecánica de fractura. La historia térmica a lo largo del proceso de fabricación determina la microestructura del componente en cada región y, por ende, influye en las propiedades mecánicas en cada una. Se presentan los resultados preliminares de un proyecto de investigación en curso dirigido a la caracterización de propiedades mecánicas en recipientes de presión producidos por fusión láser en lecho de polvo (L-PBF, por sus siglas en inglés) de acero inoxidable 316L. Se detallan los resultados preliminares en términos de velocidad de crecimiento de grietas por fatiga (FCGR), y se comparan los resultados de probetas extraídas de diferentes regiones de los depósitos.

PALABRAS CLAVE: Fabricación Aditiva; acero 316L; Mecánica de Fractura; predicción vida a fatiga; Fit4AM

ABSTRACT

Additive manufacturing (AM) technology continues to make progress and allows for reaching increasingly complex and optimised designs. The chemical industry is one of the sectors where AM components have acquired relevance. There is a lack of any European directive in order to regulate the inspection, certification as well as acceptance of additively manufactured (AM) equipment subjected to pressure loads, so progression in this line becomes necessary. This work aimed to develop a design methodology for AM components based on the estimation of fatigue lifetime on those regions with a higher risk of failure. Diverse facets are involved in this study, including numerical simulations, microstructure analysis and an extensive experimental campaign. The fatigue assessment is performed based on fracture mechanics. The microstructure characteristics are dependent on the thermal history along the manufacturing process for each region and, accordingly, the mechanical properties are likewise influenced. Preliminary results of an ongoing research project for characterizing the mechanical properties in demonstrator pressure vessels produced by laser powder bed fusion (L-PBF) on stainless steel 316L are presented. The preliminary findings obtained in terms of fatigue crack growth rate (FCGR) and are detailed. Results from specimens extracted from different regions of the vessel are compared.

KEYWORDS: Additive Manufacturing; steel 316L; Fracture Mechanics; fatigue lifetime prediction; Fit4AM

1. INTRODUCCIÓN

El diseño de componentes fabricados mediante técnicas aditivas ha supuesto un hito en términos de optimización de material, favoreciendo la flexibilización y la eficiencia tanto en el desarrollo y producción de piezas frente a las técnicas de manufactura tradicionales. Muchas limitaciones del pasado son ahora soslayables, lo que permite alcanzar geometrías más complejas, reducir la necesidad de ensamblajes, así como recurrir a tamaños

menores de componentes que antaño, sin la tecnología AM, posiblemente podían resultar irrealizables con un presupuesto asequible. Asimismo, la AM ha experimentado grandes avances en las últimas dos décadas de tal forma que las piezas fabricadas ya no solo se reducen a prototipos sino también a componentes funcionales.

La fabricación aditiva permite la creación de piezas mediante la adición de capas de reducido espesor. De

entre las distintas técnicas AM, destaca el proceso de fusión láser de lecho de polvo (L-PBF) empleado en la fabricación de metales, en que los espesores suelen oscilar entre 20 y 60 micras. El material en forma de polvo, inicialmente depositado sobre una bandeja precalentada, es aislado en una cámara de gas inerte. Cada capa se forma por la fusión de las partículas de polvo metálico mediante la fuente de calor (un láser en el caso de L-PBF) que realiza un barrido sobre la capa de polvo reproduciendo la forma de sección transversal deseada. El proceso se repite hasta completar la forma final del diseño asistido por ordenador (CAD) implementado.

Los ciclos térmicos que se suceden en cada formación de capa condicionan las características microestructurales del material y la presencia de tensiones residuales al final del proceso de fabricación. A su vez, las características geométricas de la pieza a fabricar dan lugar a variaciones en términos tanto de aportación energética como de disipación de calor durante la fabricación y, por ende, a la falta de homogeneidades en las historias térmicas según la región de la pieza construida. Además, los parámetros de proceso empleados afectan también a la presencia de defectos internos en el material, una característica inherente a este tipo de fabricación. La energía suministrada a cada unidad volumétrica de material, relacionada principalmente con la estrategia de fabricación definida (potencia del láser, y la velocidad, la distancia entre pasadas y el espesor de cada capa), influyen sobre las propiedades mecánicas del material que, asimismo, variarán según el área del componente [1]. Cabe reseñar, además, que los componentes AM presentan la singularidad adicional de que las propiedades mecánicas medibles sobre probetas de laboratorio fabricadas separadamente pueden no ser representativas del comportamiento original asociada a la pieza funcional como consecuencia de efectos geométricos y de tamaño, junto con las historias térmicas y la rugosidad superficial, entre otros motivos [2].

El diseño de componentes fabricados aditivamente constituye un área de conocimiento aún con grandes posibilidades de desarrollo en términos de integridad estructural. La inmensa cantidad de posibilidades disponibles a la hora de fabricar piezas AM dificulta la estandarización tanto del propio proceso de fabricación como de las necesarias comprobaciones de resistencia de componentes cuya integridad sea un requisito irrenunciable durante su servicio. Las peculiaridades de los componentes AM promueven la necesidad de desarrollar métodos de evaluación basados en la caracterización de las propiedades mecánicas de diferentes localizaciones (“zonificación”), a la par que la introducción de técnicas estadísticas que permitan contemplar la amplia dispersión de resultados característicos de este tipo de microestructuras [3].

El Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung (BAM) se ha constituido recientemente como *Centro de*

Competencia de Fabricación Aditiva. El BAM atesora amplia experiencia interdisciplinaria, conocimientos y una infraestructura con instalaciones de última generación que lo dotan de destrezas en diferentes áreas relacionadas con AM, desde los materiales de base y las tecnologías de fabricación aditiva hasta el ensayo de los componentes impresos. En este sentido, el objetivo principal de la institución es el de acelerar el desarrollo y la puesta en servicio de componentes de fabricación aditiva de forma segura en sectores industriales relevantes, como el aeroespacial y la industria química.

En este contexto, el trabajo que aquí se presenta muestra los resultados preliminares del proyecto de investigación Fit4AM, actualmente en ejecución, que persigue desarrollar un concepto de diseño de componentes fabricados mediante la tecnología L-PBF basado en la estimación de vida a fatiga de las regiones locales más solicitadas y, por tanto, susceptibles de sufrir daño, basado en la aplicación de mecánica de fractura.

2. METODOLOGÍA

El concepto de diseño para componentes AM desarrollado en el marco de este trabajo distingue las siguientes fases:

1. Identificación de las áreas de componente más solicitadas mecánicamente por medio de FEM.
2. Construcción de probetas representativas de las zonas de riesgo identificadas, basado en gradientes térmicos locales.
3. Caracterización de propiedades: curvas de velocidad de crecimiento de grietas (FCGR) y fatiga de alto número de ciclos (HCF).
4. Predicción de vida a fatiga bajo ciertas sollicitaciones basado en los tamaños máximos de defectos permitidos.

La Figura 1 representa esquemáticamente las fases previamente identificadas. De esta forma, se requieren facetas de estudio distintas en el desarrollo de la metodología según se describen en los subapartados siguientes.

2.1 Simulación Numérica

Se requiere de modelos de simulación numérica que, primero, ayuden a definir las regiones más solicitadas del material. En una fase posterior, las simulaciones permitirán, además, el diseño de probetas representativas del material en áreas localizadas, que han de servir como modelo del comportamiento bajo ciertas condiciones de fabricación. Esto último soslayando la necesidad de fabricación del componente completo, con los beneficios que ello supone.

El reto principal de estas simulaciones es el de reproducir adecuadamente la historia de temperatura local en ciertas regiones y transferir esas mismas propiedades a muestras

representativas de idéntico material. Los resultados de las simulaciones se cotejan con la monitorización *in situ* realizada con cámara termográfica infrarroja durante el proceso de fabricación, tal como se explica en [4].

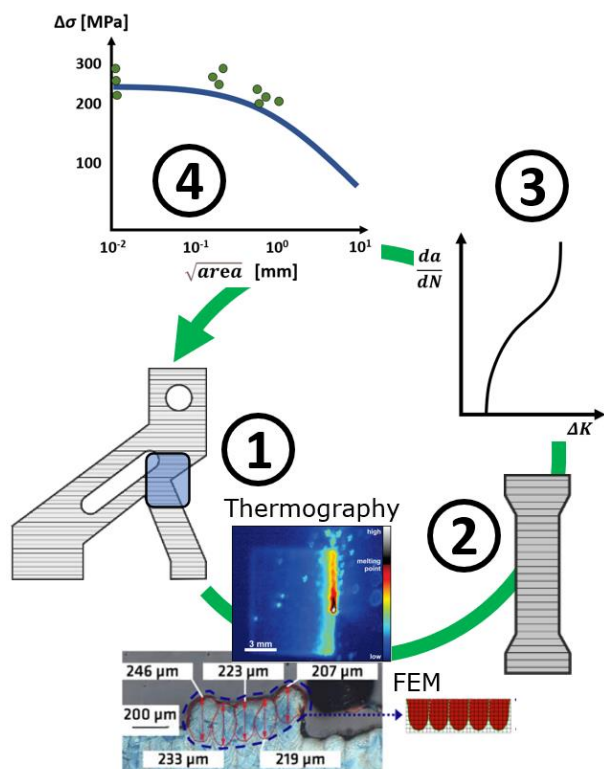


Figura 1. Esquema de la metodología de diseño basada en las propiedades mecánicas de localizaciones de alto riesgo de daño estructural.

Este ámbito del proyecto queda fuera del propósito de este artículo. Para ampliar detalles al respecto el lector puede consultar [5].

2.2 Caracterización Experimental

En paralelo a los cálculos numéricos, se precisa también de una adecuada caracterización experimental del comportamiento del material, evaluando las propiedades mecánicas y parámetros basados en Mecánica de Fractura sobre diferentes regiones del componente objetivo. Las mismas propiedades se miden sobre las probetas representativas del material (ver Sección 2.1). Se ejecutarán ensayos de velocidad de crecimiento de grietas (FCGR) y fatiga de alto número de ciclos (HCF) sobre probetas lisas extraídas del componente objeto de estudio.

Aunque son numerosos los factores a tener en cuenta al analizar el comportamiento de los materiales aditivamente fabricados [6], las tensiones residuales juegan un papel clave dado que sus efectos pueden asimilarse a cambios en el valor medio de la carga aplicada. Ello afectará a la respuesta frente a fatiga, tanto en términos de resistencia como de velocidad de

propagación [7]. Por ello, se prevé la caracterización a través de probetas extraídas del componente objeto de estudio bajo dos condiciones: con un tratamiento térmico estándar (5h – 560°C) y tras recocido (1h – 900°C) para aliviar las tensiones residuales.

Aunque esta fase experimental se encuentra en un estado relativamente incipiente, será la que se documente con mayor detalle en los siguientes apartados, con el foco en los resultados de FCGR sobre probetas sometidas a tratamiento térmico estándar.

2.3 Predicción de vida a fatiga

Se realizarán estimaciones de vida a fatiga del componente analizado en base a las observaciones de los mecanismos de fallo estudiados, con un enfoque que permitirá evaluar a su vez la influencia de propagación de grietas cortas, donde la Mecánica de Fractura elástico-plástica y la acumulación de efectos de cierre deben ser considerados, así como la variabilidad de los efectos geométricos achacable a la presencia de defectos internos del material, los efectos de tensiones residuales, y también la modelización de la interacción de múltiples grietas.

Se tomará como referencia el procedimiento IBESS [8], desarrollado originalmente para la determinación de la vida y la resistencia a la fatiga en uniones soldaduras, se extenderá al cálculo de vida útil sobre muestras fabricadas aditivamente.

2.4 Validación de la propuesta

En la última etapa del proyecto se comprobará la fiabilidad del conjunto de análisis y evaluaciones completadas para describir y predecir el rendimiento del material bajo cargas de fatiga. A este fin se compararán los resultados de caracterización del comportamiento a fatiga del componente frente al mismo tipo de mediciones obtenidas sobre muestras representativas del material (ver sección 2.1). Se analizará la transferibilidad de los resultados y se elaborará una completa guía de diseño para extrapolar la metodología de diseño propuesta a otras casuísticas semejantes.

3. COMPONENTE OBJETO DE ESTUDIO

El desarrollo de la metodología de diseño planteada en el apartado anterior requiere tomar un componente funcional como referencia para así poder testear la viabilidad del procedimiento propuesto. Para ello se ha generado un arquetipo de depósito a presión que presenta ciertas peculiaridades geométricas (variaciones de espesor e inclinación) para propiciar gradientes térmicos severos diferentes. La Figura 2 muestra su diseño general. En la parte izquierda de la figura se muestra una fotografía de uno de los componentes sujetos a estudio, junto con una serie de *probetas testigo* para evaluar las diferencias en la respuesta del material según la

influencia de las distintas acumulaciones térmicas. A la derecha se muestra una representación de la sección transversal del depósito, donde se puede apreciar una pared exterior fina separada por una cámara de la estructura interna. Dicha estructura interna se puede desglosar en 3 regiones principales: una parte cilíndrica, cuya parte inferior es más gruesa que la superior; y una parte cónica inclinada 45° respecto al plano horizontal.

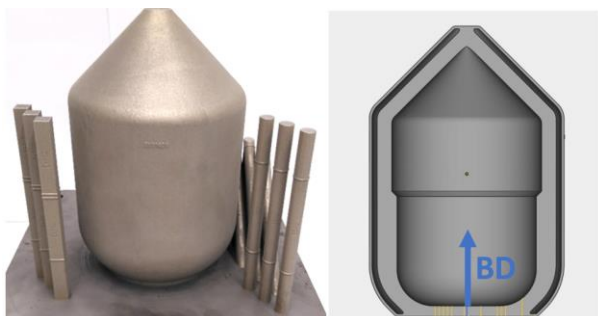


Figura 2. Componente funcional elegido como referente para el desarrollo de la propuesta de diseño. A la izquierda, fotografía del depósito fabricado; a la derecha, sección transversal. BD: dirección de fabricación

Los depósitos utilizados en este estudio han sido fabricados con acero austenítico 316L mediante el proceso L-PBF. La dirección de fabricación es la vertical según se remarca en la Figura 2. Para acotar espacio, se han obviado ciertos detalles relacionados con los parámetros y la estrategia del proceso de fabricación, la composición química y valores de resistencia a tracción del material, junto con algunas peculiaridades relacionadas con el procedimiento de medición de tensiones residuales. Puede consultarse dicha información en [9] y [10].

4. DISEÑO EXPERIMENTAL

A la hora de programar la extracción de probetas del componente funcional para analizar la respuesta localizada del material debe considerarse la conocida interdependencia entre las propiedades mecánicas y la posición evaluada. En el componente funcional empleado como referencia en este trabajo se identifican 3 regiones claramente diferenciadas, bien en términos de espesor o de inclinación de las paredes del depósito en relación a la dirección de fabricación, tal como se ilustra en la Figura 3.

Se persigue la caracterización FCGR y HCF. La incertidumbre inicial sobre posibles diferencias en el rendimiento del material obliga a proyectar el ensayo del mayor número de regiones posibles a fin de detectar posibles disparidades. El comportamiento anisotrópico del LPBF316L es comúnmente atribuido a numerosos factores como la interfaz entre capas de polvo fusionadas, así como también al tamaño, la forma y la relación de aspecto del grano, en combinación con el efecto Hall-

Petch. Sin embargo, en un estudio previo sobre el mismo material aquí analizado, [10], se ha comprobado que las curvas de tensión-deformación para las principales direcciones de carga (0°, 45°, 90°) son casi idénticas. En este sentido, la textura cristalográfica se ha demostrado como el factor que más contribuye a la anisotropía del LPBF316L [10].

4.1 Distribución de probetas

La geometría del componente funcional provoca que la única dirección viable para mecanizar las probetas sea la longitudinal en la parte cilíndrica, y la coincidente con la generatriz en la parte cónica. De esta manera, el plano de grieta en el caso de las probetas FCGR y la sección susceptible de fallo en las probetas HCF será paralelo al de las capas de polvo en el caso de las extraídas de la parte cilíndrica. En las cónicas se orientan con un ángulo de 45° respecto a la dirección de fabricación. A su vez, en los ensayos de propagación sobre el volumen cilíndrico se define la dirección radial como la de interés en el caso de la trayectoria de la grieta. En la región cónica el plano de propagación de cada probeta coincide con la perpendicular a la generatriz en cada caso.

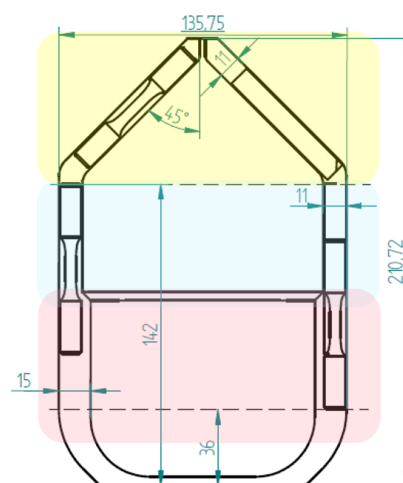


Figura 3. Identificación de las 3 regiones principales de estudio, junto con sendas posiciones de las probetas extraídas sobre el componente funcional de referencia.

Predefinidas las particularidades descritas en el párrafo precedente, se trata entonces de maximizar el volumen de cada probeta, que estará condicionado por la geometría del componente. Se plantean 3 grupos de probetas con las siguientes referencias: *Lower*, extraídas de la parte cilíndrica inferior, más gruesa; *Upper*, procedentes de la parte cilíndrica superior, de menor espesor; *Cone*, relativas a la techumbre del componente. Por cada grupo, se mecanizan el mismo número de probetas para ensayos de propagación y de alto número de ciclos. La posición de cada una se hace para lograr una distribución homogénea en la dirección circunferencial. Las limitaciones de volumen en la región cónica impiden disponer del mismo número de probetas que en las secciones cilíndricas. Un

total de 58 probetas son mecanizadas. La Tabla 1 resume el número de probetas de cada tipo. A cada probeta se le etiqueta con una posición angular concreta, lo que permitirá distinguir posibles desemejanzas al comparar los resultados entre diferentes localizaciones.

Tabla 1. Número de probetas mecanizadas

	Lower	Upper	Cone
FCGR	12	12	5
HCF	12	12	5

4.2 Geometrías y configuración de ensayos

Los ensayos de propagación de grietas por fatiga en Modo I se han realizado recurriendo a probetas de flexión en 3 puntos, SEN B3, con 3 mm de espesor (B) 10 mm de anchura (W). Con el fin de minimizar propagaciones asimétricas de grieta, se recurrió a entalla Chevron, con un ángulo de 150°, producida a través de descarga eléctrica (EDM). La monitorización del tamaño de grieta se realiza mediante la técnica de caída de potencial en corriente continua (DCPD), incluyendo la compensación de los efectos de temperatura en la resistividad del material.

La relación de cargas se mantiene constante, $R = 0,1$. La misma R se emplea durante la fase de pregrietamiento, que se realiza reduciendo paulatinamente la carga en 5 etapas con $\Delta F = \text{constante}$, siempre limitando el valor K_{max} final por debajo del previsto inicialmente al comienzo de los ensayos. El tamaño de la pregrieta en cada ensayo se situó en 1,5 o 2 mm, según el caso. El interés de estos ensayos se focaliza en la estimación del valor umbral ΔK_{th} , así como la descripción del tramo inferior de las curvas FCGR. Por ello, siguiendo las directrices de ISO 12108 [11], se ejecuta el procedimiento de K -decreciente para la obtención de valores de velocidad de propagación, da/dN , por debajo de 10^{-5} [mm/ciclo].

Los ensayos se llevan a cabo en máquina universal servohidráulica de 10 kN de capacidad de carga. La frecuencia varía entre 50 Hz al comienzo del ensayo y 10 Hz en las etapas finales próximas al valor umbral ΔK_{th} a fin de mantener los errores de los valores pico en el margen de $\pm 2\%$, en conformidad a los requisitos fijados por la norma [11]. Las probetas de sección reducida suponen habitualmente una dificultad añadida, que requieren de un especial cuidado en lo relativo a preparación, configuración y montaje de este tipo ensayos [12].

5. RESULTADOS Y ANÁLISIS

Un total de 10 ensayos FCGR han sido ejecutados hasta la fecha seleccionando probetas uniformemente distribuidas a lo largo del perímetro del componente para poder tener una descripción general del comportamiento del material minimizando el número de pruebas. La

Figura 5 muestra las curvas de propagación de cada probeta ensayada. En la leyenda se aprecia la coordenada angular correspondiente.

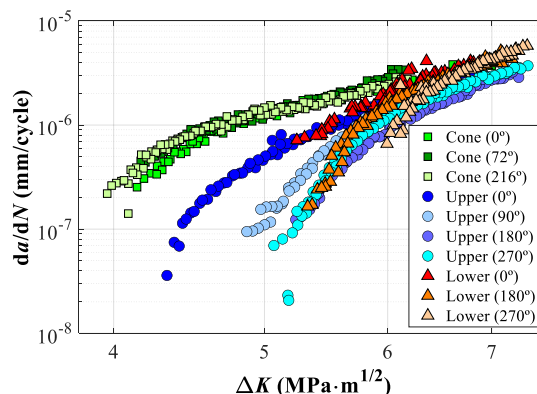


Figura 5. Curvas FCGR experimentales.

A tenor de los resultados preliminares obtenidos hasta el momento, pueden hacerse las siguientes apreciaciones:

- La región más comprometida ante cargas cíclicas es la parte cónica. Esto está en consonancia con la prevista dependencia de las propiedades mecánicas con la dirección de fabricación, a la par que las primeras simulaciones numéricas apuntaban a una acumulación de calor en esa región que podría dar lugar al menoscabo de la resistencia en ella.
- Se observan ciertas diferencias al comparar los resultados entre probetas de la zona cilíndrica inferior y superior. Sin embargo, no son tan reseñables como podría esperarse teniendo en cuenta las diferencias en espesor entre las dos regiones.
- Existe una buena correspondencia entre los resultados obtenidos a partir de las probetas designadas como *Cone*. En contraposición, la dispersión es notable en las probetas *Lower* y *Upper*, aunque dicha variabilidad es habitual en materiales producidos AM.
- En las probetas extraídas de la zona cilíndrica se observa una dirección predominantemente anómala, en la posición de 0°, que muestra tanto en la región inferior como superior una peor respuesta frente al resto de posiciones (mayores velocidades de propagación para un mismo valor de la fuerza motriz ΔK). Un análisis adicional de la superficie de fractura de las probetas con posición 0° permite observar en estos casos particulares una evolución asimétrica del frente de grieta, poniendo de manifiesto los efectos de tensiones residuales.
- Todas las diferencias señaladas tienden a reducirse a medida que los puntos experimentales se alejan de la zona umbral. Esto es habitual en materiales AM, cuyo régimen más cercano a la zona umbral se ve más influenciado por los efectos en la microestructura fruto de las condiciones durante proceso de fabricación. Una

explicación vendría justificada por el papel de las tensiones residuales y también de los efectos de cierre de grietas inducidos por rugosidad.

- Aunque no ha quedado documentado en este trabajo, también se ha observado una variación de la respuesta sobre una misma probeta bajo condiciones similares de carga ΔK al analizar las velocidades de propagación con distintas longitudes de grieta. Esto pudiera deberse a la variación de tensiones residuales durante el desarrollo de la grieta.

6. CONCLUSIONES Y TRABAJO FUTURO

Se ha presentado las líneas generales de un proyecto de investigación en curso que promueve el desarrollo de un concepto de diseño de componentes fabricados aditivamente basado en las propiedades mecánicas localizadas de ciertas regiones susceptibles de sufrir daño por fatiga. Ello precisa de un trabajo interdisciplinar donde, por un lado, se analicen mediante simulación numérica los gradientes térmicos locales durante el proceso de fabricación L-PBF y, por el otro, se caracterice adecuadamente la respuesta del material en las zonas de riesgo local a partir de una minuciosa campaña experimental. La metodología se desarrolla tomando como componente de estudio un arquetipo de depósito a presión de acero 316L.

Los ensayos FCGR realizados hasta el momento ponen de manifiesto el efecto que las variaciones en las historias térmicas durante el proceso de fabricación tienen sobre las propiedades mecánicas del material según la región del componente. Esto fomenta la necesidad de “zonificación” en componentes AM cuando se desea evaluar su integridad estructural ante sollicitaciones de fatiga. Las tensiones residuales características de esta tecnología de fabricación juegan un papel clave para entender las variaciones de la respuesta del material según la posición analizada.

El reto principal del proyecto es ambicioso. Persigue la predicción de vida a fatiga de componentes AM a partir de la caracterización probetas representativas que han de ser capaces de reproducir el comportamiento del material si se extrajese directamente sobre la pieza funcional objetivo. Para lograrlo, queda por delante una extensa campaña experimental, profundizar en la modelización numérica, y también ajustar oportunamente los cálculos basados en mecánica de fractura hasta alcanzar una satisfactoria correspondencia entre el comportamiento del componente funcional y sus réplicas a través de muestras representativas.

AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen el apoyo financiero interno de BAM para el desarrollo de este proyecto de investigación en el marco de *focus area Materials*.

REFERENCIAS

- [1] B. Zhang, Y. Li, Q. Bai. Defect Formation Mechanisms in Selective Laser Melting: A Review. *Chin. J. Mech. Eng.* 30, 515-527 (2017).
- [2] A. Yadollahia, N. Shamsaei. Additive manufacturing of fatigue resistant materials: Challenges and opportunities. *Int J Fatigue*, 98 (2017), pp. 14-31.
- [3] M. Gorelik . Additive Manufacturing in the Context of Structural Integrity. *Int J Fatigue* (2016).
- [4] G . Mohr, K. Sommer, T. Knobloch, S.J. Altenburg, S. Recknagel, D. Bettge, K. Hilgenberg. Process Induced Preheating in Laser Powder Bed Fusion Monitored by Thermography and Its Influence on the Microstructure of 316L Stainless Steel Parts. *Metals*. 2021; 11(7):1063.
- [5] M. Chaudry, G. Mohr, K. Hilgenberg. Experimental and numerical comparison of heat accumulation during laser powder bed fusion of 316L stainless steel. *Progress in Additive Manufacturing* (2022). *Accepted for publication*.
- [6] R. Molaei, A. Fatemi. Fatigue Design with Additive Manufactured Metals: Issues to Consider and Perspective for Future Research. 7th International Conference on Fatigue Design, 2017.
- [7] U. Zerbst, H. Hilgenberg. Damage development and damage tolerance of structures manufactured by selective laser melting - a review. *FDMD* 2017.
- [8] U. Zerbst, M. Madia, B. Schork, J. Hensel, P. Kucharczyk, D. Ngoula, D. Tchuindjang, J. Bernhard, C. Beckmann. Fatigue and fracture of weldments. The IBESS approach for the determination of the fatigue life and strength of weldments by fracture mechanics analysis. Springer, 2019.
- [9] M. Sprengel, A. Ulbricht, A. Evans et al. Towards the Optimization of Post-Laser Powder Bed Fusion Stress-Relief Treatments of Stainless Steel 316L. *Metall Mater Trans A* 52, 5342-5356 (2021).
- [10] A. Charmi, R. Falkenberg, L. Avila, G. Mohr, K.Sommer, A.Ulbricht, M.Sprengel, R.Saliwan Neumann, B.Skrotzki, A.Evans. Mechanical anisotropy of additively manufactured stainless steel 316L: An experimental and numerical study. *MSE: A*, 799 (2021), 140154.
- [11] ISO 12108. Metallic materials - Fatigue testing - Fatigue crack growth method. International Standard 2018.
- [12] S. Blasón, T. Werner, J. Kruse, M. Madia, P. Miarka, S. Seitzl, M. Benedetti. Determination of fatigue crack growth in the near-threshold regime using small-scale specimens. *TAFMEC*, 118 (2022), 103224.

INFLUENCE OF HEAT TREATMENT ON FATIGUE BEHAVIOUR OF AlSi10Mg ALUMINIUM ALLOY SUBMITTED TO LASER POWDER BED FUSION

R. Fernandes^{1*}, J.S. Jesus^{1,2}, R. Branco¹, L. Borrego^{1,3}, J.A.M. Ferreira¹, J.D.M. Costa¹

¹ Univ Coimbra, CEMMPRE, Department of Mechanical Engineering.
P-3004 516 Coimbra, Portugal

* Persona de contacto: ruifvfernandes@gmail.com

² Department of Mechanical Engineering, Lisbon Polytechnic – ISEL.
R. Conselheiro Emídio Navarro 1, 1959-007 Lisboa, Portugal

³ Department of Mechanical Engineering, Coimbra Polytechnic – ISEC.
Rua Pedro Nunes, 3030-199 Coimbra, Portugal

RESUMEN

El comportamiento a la fatiga de la aleación de aluminio AlSi10Mg fabricada por fusión de lecho de polvo con rayo láser para diferentes estados de fabricación, a saber, en las condiciones de construcción, alivio de tensión y T6. Las pruebas de fatiga ($R\epsilon = -1$) se realizan utilizando el método de prueba de un solo paso, a temperatura ambiente, con una velocidad de deformación constante, en modo de control de deformación para amplitudes de deformación en el rango de 0,1-1,5%. Los principales resultados muestran que los tratamientos térmicos aplicados afectan claramente la respuesta tensión-deformación cíclica de la aleación ensayada debido a las alteraciones microestructurales, que reemplazan la red fibrosa de Si y la solución sólida sobresaturada de Al-Si de la condición sim tratamiento térmico por una distribución casi uniforme partículas esferoidales de Si en las condiciones de alivio de tensión residuales y T6, lo que condujo a una menor vida útil a la fatiga con la misma amplitud de deformación en comparación con la condición de construcción.

PALABRAS CLAVE: Aleación de aluminio AlSi10Mg, Fusión de lecho de polvo, Fatiga, Tratamiento térmico

ABSTRACT

The fatigue behaviour of AlSi10Mg aluminium alloy manufactured by laser-beam powder bed fusion for different manufacturing states, namely in the as-built, stress-relieved, and T6 conditions. Fatigue tests ($R\epsilon = -1$) are performed using the single step test method, at room temperature, with a constant strain rate, under strain control mode for strain amplitudes in the range 0.1-1.5%. The main results show that the applied heat treatments clearly affect the cyclic stress-strain response of the tested alloy due to the microstructural alterations, which replace the fibrous Si network and the supersaturated Al-Si solid solution of the as-built condition by almost uniformly distributed spheroidal Si particles in the stress-relieved and T6 conditions which led to a lower fatigue lives at the same strain amplitude when compared with the as-built condition.

KEYWORDS: Fatigue Crack Growth; Crack Closure; LPBF, Maraging steel.

INTRODUCTION

Aluminum alloys are used in several industries, namely in the aeronautic and aerospace industries due to its good corrosion resistance and good mechanical strength/weight ratio. The optimization of fatigue crack growth resistance in AlSi10Mg aluminum alloy is a vital issue for safety-relevant components, which are designed to work for a large number of loading cycles before periodic inspections. An unclear subject is the benefit effect of heat treatments in the fatigue performance of AlSi10Mg aluminum alloy submitted to LPBF.

In fact, several suppliers of LPBF systems recommend before using the components, post-building annealing treatments at temperatures close to 300°C which is

pointed out as a stress-relieving temperature [1-3], others conventional heat treatments commercially used are T5 and T6 are also recommended.

Fiocchi et al. [4], suggested that when the heat treatment temperature surpasses 260°C, there is Si precipitation from the supersaturated matrix, while when the temperature surpasses 320°C, it occurs Mg₂Si formation and Si diffusion along the eutectic network. The original eutectic fine fibrous network is completely changed and replaced by almost uniformly distributed spheroidal Si particles, whose numerosity and dimension depend on both the heat treatment temperature and the duration of the solution heat treatment [5,6]. It is evident that the microstructural modifications previously described

provoked a different mechanical behavior in the studied series.

The main goal of this work is to contribute to better understand the fatigue behavior in both the low-cycle and high-cycle fatigue regimes for two different heat treatments: stress relief and T6. In order to achieve this objective, fatigue tests were performed under fully-reversed conditions, at room temperature, for strain amplitudes ranging from 0.1-1.5%, along with tensile and hardness tests for the different processing states. Complementary, metallographic observations as well as SEM and EDX examinations are also conducted.

MATERIALS AND PROCEDURE

In order to perform the fatigue tests, standard smooth specimens were manufactured according to the geometry presented in Figure 1, using as raw material a powder of AlSi10Mg aluminum alloy, whose chemical composition is exhibited in Table 1. The specimens were built vertically from the platform by LPBF process, using a Renishaw AM400 3D metallic printer, as is represented in Figure 1, with a scan speed of 1.8 m/seg, a layer thickness of 30 μm and a maximum power of 350 W. Three different conditions were considered: as-built, named ST, stress-relieved condition (300°C for 2h), named ATR and T6 condition (annealing at 550°C for 2h and quickly cooled in water followed by aging at 175°C for 6h), named T6. All specimens were polished process before the fatigue tests, resulting in an arithmetic average roughness of $R_a = 0.207 \pm 0.12 \mu\text{m}$.

Table 1. Chemical composition of AlSi10Mg aluminum alloy [% weight].

Si	Mg	Mn	Cu	Ni	Fe	Zn	Pb	Sn	Ti
9-11	0.25-0.45	0.45	0.05	0.05	0.55	0.10	0.05	0.05	0.15

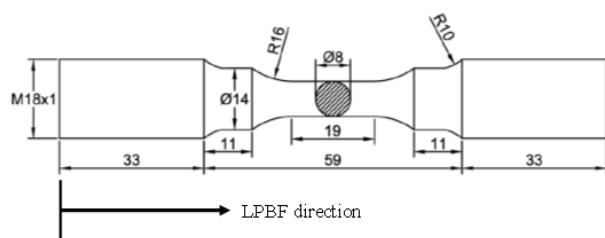


Figure 1. Geometry and dimensions of the specimens (mm).

After the heat treatments, samples slices were cut from the cross section of the specimens for all conditions, and prepared considering the recommendations of ASTM E326 standard in order to study the changes in microstructure and hardness. Afterwards, Poulton's reagent were used to the etching process of the samples as suggested in ASTM E40727 standard and

subsequently observed and photographed in an SEM microscope Hitachi SU3800. EDX technique was used to quantify the elemental composition for each microstructural state. Vickers hardness were obtained according to the ASTM E384-11e128 standard, using a hardness tester Stuers Duramin 1 through 0.1 kg of test load and random indentation measurements in the samples cross section.

The monotonic properties were obtained analyzing tensile tests executed in an Instron servo-hydraulic machine, at room temperature, with 2 mm/min of displacement rate using a 12.5 mm gauge length extensometer, Instron 2620-601, to record the elongation. The tensile tests were executed following the guidelines of ASTM B528-1629 standard.

The fatigue tests were performed in an Instron servo-hydraulic machine, under a sinusoidal wave applying a strain-controlled conditions of $R_\epsilon = -1$ with a constant strain rate $d\epsilon/dt = 8 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ following the recommendations of ASTM E606 standard. The total strain amplitudes have been between 0.1-1.5%. The strain was continuously controlled and recorded with the same extensometer used in the tensile tests, clamping it directly to the gauge zone of the specimen. The half-life criterion was used to analysis the cyclic stress-strain and strain-life responses.

RESULTS AND DISCUSSION

Figure 2 shows a fine cellular microstructure and represents the majority of the whole melt pool. The EDX analysis revealed that for this zone the chemical composition was 41.6% of Al and 41.1% of Si (as principal elements) which corresponds to a supersaturated Al-Si solid solution microstructure resulting from a high cooling rate. In the boundary between two melt pools where occurred laser overlap, this microstructural zone presents a cellular coarse microstructure due to the remelting process.

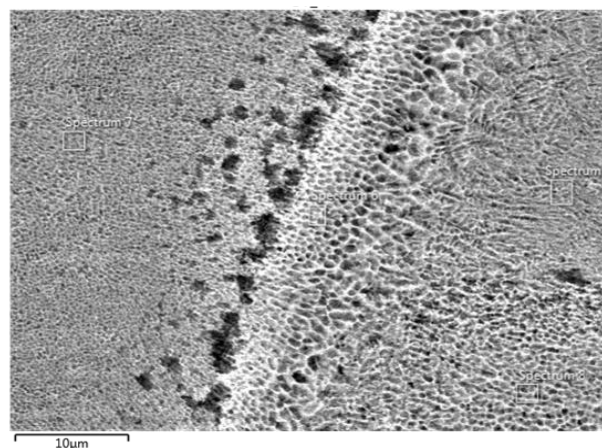


Figure 2. Metallographic photographs. As-built condition (ST).

The application of a residual stress relief heat treatment at 300°C for 2h caused microstructural transformations. These changes are displayed in Figure 3 which shows a cross-section macrograph of a sample of the ATR series. Comparing both Figure 2 and Figure 3, it can be seen that the residual stress relief heat treatment removes not only the cavities and the melt pools boundaries, but also the cellular microstructures and the fibrous Si network. On the other hand, it can also be pointed out the formation of Si agglomerations.

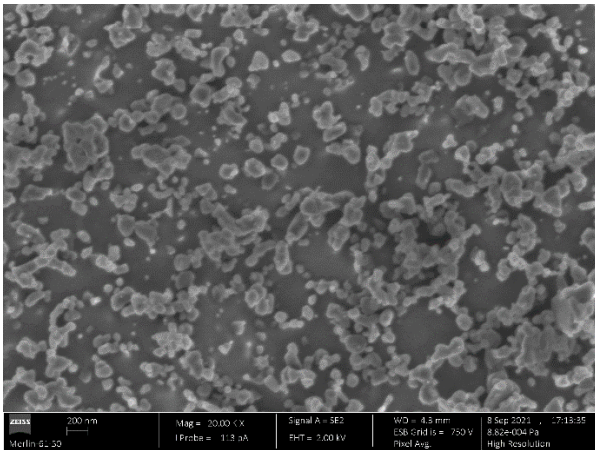


Figure 3. Metallographic photographs. Stress relief condition (ATR).

Figure 4 shows an EDX map of Al and Si elements for the cross-section macrograph of a sample of the T6 series. Similarly, to the residual stress relief heat treatment, but on an even higher scale, the T6 heat treatment also promoted Si diffusion, agglomeration and spheroidization, making the Si particles even bigger than those observed for the ATR series. In this way, the Al-Si phase disappeared after the heat treatments, resulting just in an Al matrix with Si particles which was observed in a greater degree for the T6 treatment.

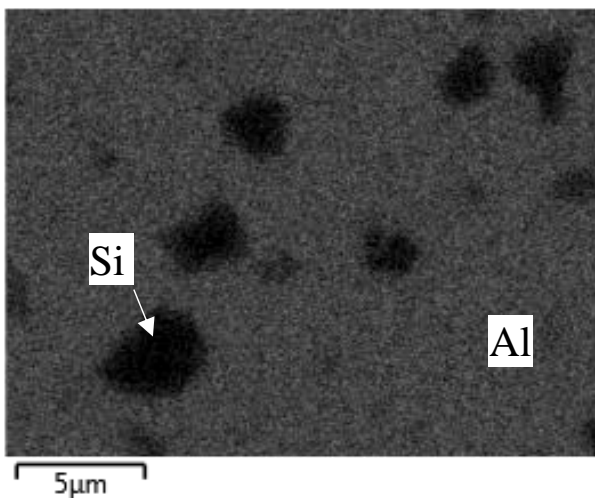


Figure 4. EDX map for the cross-section macrograph. T6 condition (T6).

Figure 5 shows the average hardness values for each series which were 165.6 Hv_{0.1} for the ST series, 86.5 Hv_{0.1} for the ATR series, and 71.3 Hv_{0.1} for the T6 series. As expected, the substitution of the matrix supersaturated by an Al-Si phase, consequence of the heat treatments, caused a hardness reduction, with the worst case being the T6 condition.

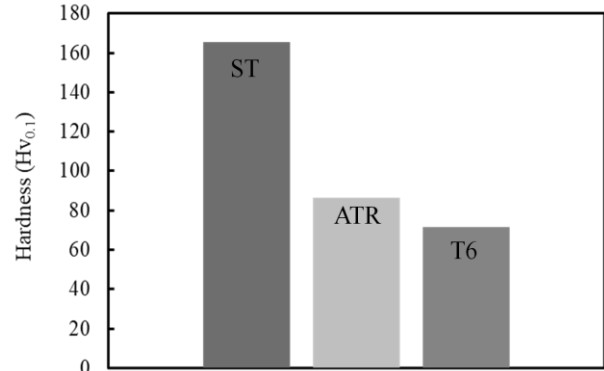


Figure 5. Average hardness values.

The hardness reduction led to a decrease in the monotonic mechanical properties and an increase in ductility. The ultimate tensile strength reduced about 43% and 56% for ATR and T6 series, respectively, when compared to the ST series. Moreover, the yield stress also suffered a decrease of about 44% and 56% for the ATR and T6 series, respectively, when compared to the as-built condition. It is interesting to note that both the ATR and T6 series presented an average increment in ductility of about 350%. The monotonic mechanical properties determined from the uniaxial tensile tests for the tested cases are summarized in Table 2.

Table 2. Monotonic mechanical properties.

Condition	σ_r (MPa)	σ_{ys} (MPa)	ϵ_f (%)
ST	435	250	4.1
ATR	250	140	15.9
T6	180	110	14.1

A comparison between the cyclic and monotonic stress-strain curves for all tested conditions is shown in Figure 12. As can be seen, the ST and ATR series exhibit a slight cyclic hardening behavior since the cyclic curves are above the respective monotonic curves. In addition, it can be distinguished that this effect is higher for the T6 series. From this figure, we can also observe a strong reduction of the cyclic strength, as a consequence of the microstructural changes reported above, caused either by the residual stress relief heat treatment or the standard T6 heat treatment. This conclusion is drawn from the fact that at the same strain the recorded stress is higher in the ST series than in the ATR and T6 series.

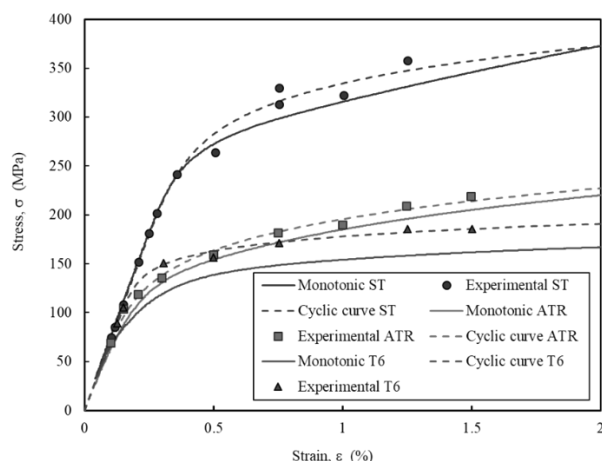


Figure 6. Monotonic and cyclic stress-strain curves of the AlSi10Mg aluminium alloy manufactured by LPBF for the tested conditions.

CONCLUSIONS

This work aimed at investigating the effect of heat treatment on the cyclic deformation behaviour of AlSi10Mg aluminium alloy printed by LPBF. Three different material states were considered: polished without heat treatment, polished with stress relief treatment, and polished with T6 treatment. The fatigue tests were performed under strain control mode with a strain ratio (R_ϵ) equal to -1. Complementary analyses, such as metallographic, SEM, EDX examinations, as well as monotonic and hardness tests, were also conducted. From this study, the main conclusions drawn are the following:

- The residual stress relief treatment and the T6 treatment led to a microstructural transformation. This microstructural transformation was characterized by Si precipitation from the supersaturated matrix, resulting in a reduction and substitution of the matrix supersaturated with Al-Si phase by spheroidal Si in an Al matrix;
- The microstructural transformation reduced the hardness and increased the ductility, leading to a decrease of both the monotonic and cyclic mechanical properties. The reduction of the fatigue resistance was more significant in the low-cycle fatigue regime than in the high-cycle fatigue regime;
- The conventional heat treatments studied here are not recommended for the AlSi10Mg aluminum alloy processed by LPBF, especially for critical engineering applications where the material is subjected to elasto-plastic loading histories (LCF);

ACKNOWLEDGEMENTS

The authors would like to acknowledge the sponsoring under the project no. 028789, financed by the European Regional Development Fund (FEDER), through the Portugal-2020 program (PT2020), under the Regional Operational Program of the Center (CENTRO-01-0145-FEDER-028789), and the project POCI-01-0247-FEDER-042536, financed by European Funds, through

program COMPETE2020, under the Eureka smart label S0129-AddDies. Finally, acknowledge the Foundation for Science and Technology IP/MCTES through national funds (PIDDAC).

REFERENCES

- [1] Renishaw plc, Laser melting: aluminum AlSi10Mg_25 μ m_AM250-400W parameter validation, 2014.
- [1] SLM Solutions, EN AC-AlSi10Mg Material Data Sheet, Lubeck 2020.
- [2] Zhu, H.M. Effects of aging time on the microstructure and mechanical properties of laser-cladded 18Ni300 maraging steel. Mater. Sci. (2021) 8835–8847, doi:10.1007/s10853-021-05841-1.
- [3] EOS GmbH, Aluminium AlSi10Mg Material data sheet, Munchen 2014.
- [4] J. Fiochi, A. Tuissi, C.A. Biffi. Heat treatment of aluminium alloys produced by laser powder bed fusion: A review, Materials and Design 204, 2021, 109651.
- [5] T. Kimura, T. Nakamoto, Microstructures and mechanical properties of A356 (AlSi7Mg0.3) aluminum alloy fabricated by selective laser melting, Mater. Des. 89 (2016) 1294–1301.
- [6] R. Casati, M.H. Nasab, V. Tirelli, M. Vedani, Effect of different heat treatment routes on microstructure and mechanical properties of AlSi7Mg, AlSi10Mg and Al-Mg-Zr-Sc alloys produced by selective laser melting, Euro PM 2018 Congr. Exhib 2020.

APLICACIONES Y CASOS PRÁCTICOS EN INGENIERÍA

CONCRETE FOR SLIDING FORMWORK, OPTIMIZATION AND STRUCTURAL REINFORCEMENT WITH FIBRES

J.M. Funes¹, A. Picazo², J.C. Gálvez^{1*}, M.G. Alberti¹, J. Vera³

¹ Departamento de Ingeniería Civil: Construcción, E.T.S de Ingenieros de Caminos, Canales y Puertos, Universidad Politécnica de Madrid, c/Profesor Aranguren, s/n, 28040 Madrid, España.

² Departamento de Tecnología de la Edificación, E.T.S de Edificación, Universidad Politécnica de Madrid. Avda. Juan de Herrera, 6, 28040, Madrid, España.

³ ACCIONA Construction S.A., Technological Center, Valportillo II n8, Madrid 28108, Spain.

*Contact Person: jaime.galvez@upm.es

RESUMEN

Este trabajo estudia el proceso de optimización de diferentes dosificaciones de hormigón reforzado con fibras de acero (HRFA) para su aplicación estructural mediante encofrados deslizantes. Con este fin, se diseñó el hormigón en tres etapas: la primera etapa consistió en obtener una dosificación de HRFA a partir de la optimización de la estructura granular y el uso de diferentes combinaciones de aditivos. En la segunda etapa se determinó el tiempo de fraguado del hormigón por resistencia a penetración conforme a la norma ASTM C403/C 403M-16. Por último, la tercera etapa buscó conseguir resistencias residuales según los requisitos de la norma EN-14651-2007+A1. Los resultados mostraron que las resistencias residuales f_{R1} y f_{R3} cumplieron con los requisitos de las normas para considerar el carácter estructural del refuerzo de fibras. Esto permite, junto con los resultados del tiempo de fraguado por resistencia a penetración, que sea posible sustituir parcial o totalmente el refuerzo convencional de acero del hormigón en estructuras que se construyan mediante el uso de encofrados deslizantes.

PALABRAS CLAVE: hormigón reforzado con fibras de acero, encofrado deslizante

ABSTRACT

This study analyses the optimization process of the mix proportioning of steel fibre reinforced concrete (SFRC) for its structural application with sliding formworks. For this purpose, SFRC was designed in three stages: the first stage aimed to obtain an initial mix proportioning of SFRC from the improvement of the granular structure and the use of various admixtures and combinations of them. The second stage was to determine the SFRC properties on Standard Test Method for Time of Setting of Concrete Mixtures by Penetration Resistance according to the ASTM C403/C 403M-16 standard. Lastly, the third stage sought to achieve residual strengths according to the requirements of EN-14651-2007+A1 standard. The results showed that the SFRC residual strengths, f_{R1} and f_{R3} , met the requirements of the standard. That is to say together with the setting time by penetration resistance results, it is possible to reduce or substitute the steel-bars reinforcement of concrete in structural elements that are built through use of sliding formworks.

KEYWORDS: steel fibre reinforced concrete, sliding formwork

INTRODUCTION

Conventional steel bar reinforced concrete is mainly used in construction works, while special concretes are used in smaller quantities. The SFRC belongs to one of the types of special concretes. It is based on the components of conventional concrete: cement, fine and coarse aggregates, water, also admixtures and steel fibres addition. The composition will depend on the type of structural element and the requirements of the construction works.

The study of the addition of steel fibres as a reinforcing material in concrete began in 1950s [1]. Fibre reinforced concrete properties depend on the type of fibre to be used. A suitable selection will determine the effectiveness of the reinforcing action [2]. The dosage of steel fibres to be incorporated into concrete must be between 0.25% and 2.0% of the total volumetric fraction, exceeding the maximum limit can cause workability problems [3,4], although Spanish Structural Code 2021 allows up to 1.5%. SFRC can be considered when it has a fibre content equal to or greater than 20 kg/m³ [5].

The studies carried out by different researchers in the area of the SFRC, agree that the incorporation of this

material improves flexural and tensile strength, fatigue performance, impact and thermal shock resistance [6], [7]. SFRC technology contributes to the construction with some of its applications: highway pavements, industrial floors, bridge decks, shotcrete linings for underground support in tunnels and mines, thin shell structures and hydraulic structures [7], among others.

In addition, the sliding formwork construction method is frequently used for: the concreting of high-rise vertical elements, service cores for commercial buildings, silos, chimneys, bridge pylons and pier, and, in recent years, in the construction of floating caissons, as well as in pavements with horizontal sliding formwork [8,9]. For reducing construction time and saving costs of labour, absolute monolithic in construction, uninterrupted work is necessary. This method began in the United States in 1903 and later in Europe around 1924 [9,10].

Some characteristics of the concrete used for the sliding formwork are [8,9]: initial setting in the range 1.5 to 2 hours, final setting in the range 4 to 8 hours, penetration resistance: 0.15 to 0.2 MPa from 4 to 8 hours, the strength must increase faster than loading. Therefore, the structural composition of concrete for sliding formwork is described:

- The effect of compactness due to the influence sand to coarse aggregate ratio has been considered a key factor in the SFRC strength [11].
- The water to cement ratio must be kept constant in all mixing tests [9].
- Depending on the type of components that the admixtures contain, they improve the performance of fresh and hardened concrete [12].

MATERIALS AND CONCRETE PRODUCTION

The cement used was CEM II/A-S 42.5 N. Water from the urban supply of Madrid. Four different types of limestone aggregates were used (0-2mm, 0-4mm, 4-11mm and 11-22mm). It was designed by using two admixtures, with the combination of MC Centrament BV-1 plasticizer and MC PowerFlow 3310 superplasticizer. Both admixtures were added to concrete to be able to use sliding formwork. The steel fibres were Dramix 3D with hooked end.

In the first stage, tests of aggregates and cement/admixtures were carried out to obtain a first optimal mix proportioning. It was necessary to improve the granular structure according to test #61 [13], determining the maximum percentage of compactness of the four aggregates, obtain the results shown in Table 1.

The cement/admixture test determined the characteristics generated by combining plasticizer and superplasticizer in various proportions. In this particular case, a common point of 1% is obtained for both admixtures, from which no significant improvements in fluidity were obtained; great precision must be taken in its use.

Table 1: Maximum percentage of compactness.

Material	Compactness (%)
AF 0 – 2	25 %
AF 0 – 4	47.25 %
AG 4 – 11	8.88%
AG 11 – 22	18.87%

After analysing the granular structure and the behaviour of the admixtures, the experimental campaign was started to evaluate the general properties of the fresh concrete. The searched parameters were two: slump test according to the EN-12350-2:2019 standard, in the range 160 mm – 210 mm, and flow table test according to the EN-12350-5:2019 standard in the range 500mm – 600 mm. The mixing procedure was as shown in Table 2 based in past process [14].

Table 2: Time of mixing Procedure.

Process	Time of mixing Procedure(s)
Add and homogenization of aggregates	90
Add 1/3 of fibres*	30
Add cement	30
Add 1/3 of fibres*	30
Add 70% of the mixing water	90
Add 1/3 of fibres*	30
Add 15% of the water with plasticizer	120
Add 15% of the water with superplasticizer	120
Rest	150
Final mix	120

*Only for FRC.

Two concretes, D1 and D2, were produced without the optimal granular structure. From D3 improved granular structure was used, and D4, D5 were produced with steel fibres dosage of 40 kg/m³ and 50 kg/m³ for D7. All mix proportioning shown in Table 3.

Two cylindrical specimens were manufactured by each mixture of ø150x300 mm³ for the compression test according EN 12390-3:2019 standard [15], and three prismatic specimens of mixtures carried out with steel fibres of dimensions 600x150x150 mm³, for the flexural tensile strength test EN-14651-2007+A1 standard [16].

In the second stage, six concrete mixtures without fibres were manufactured D8-D13 (shown in Table 3). Setting time was carried out by penetration resistance test according to ASTM C403/C 403M-16 standard [17], in addition to the combinations of plasticizer and superplasticizer suitable for the use of sliding formwork.

Once the concrete mixture has been manufactured and the slump and diameter of flow were verified. The mixtures D9, D11, D12 and D13 were manually sieving

through sieve number 4 (4.75 mm). For this reason fibres were not used, using only the matrix of the concrete, obtaining necessary material to manufacture prismatic specimen for each mixture, it was pouring and compacted with a steel rod. The dimensions of the specimens manufactured were 600x150x150 mm³.

Four hours after the initial contact of the cement and the water, penetration resistance was carried out, with two penetrations per time, at intervals of 30 minutes until the needle did not penetrate the concrete for 10 ± 2 s, finishing the tests. The most representative results of the tests are indicated in Table 4 y Table 5.

Table 4: Setting time.

ASTM C403/C 403M-16	D9 min	D11 min	D12 min	D13 min
Initial setting time 3.5 MPa	310	487	418	358
Final setting time 27.6 MPa	426	+de 8 h	+de 8 h	477

Table 5: Time for 0.2 and 0.7 MPa resistance.

Resistance	D9	D11	D12	D13
0.2 MPa Time (min)	200*	328	297	243
0.7 MPa Time (min)	245	397	341	287

*obtained from curve D9 shown in Fig. 4.

In a third stage, steel fibres dosage of 70 kg/m³ Dramix 3D was added according to the optimal proportioning D13. Four concrete mixtures were manufactured (D14-D17 shown in Table 3) in order to evaluate the general properties of the concrete: fresh and hardened concrete.

The workability of the concrete mixture was docile, but reduced in relation of the proportioning without fibres. In addition, homogeneous and very cohesive mixtures were achieved. The hardened concrete tests were carried out from the mixture D14 and D17, the compression test according to EN 12390-3:2019 [15] and the flexural tensile test according to EN-14651-2007+A1 standard [16].

For the prismatic specimens of the first and third stage, the test was carried out in the same way.

Table 3: Mix proportioning.

MIX PROPORTIONING	D1 Kg/m ³	D2 Kg/m ³	D3 Kg/m ³	D4 Kg/m ³	D5 Kg/m ³	D6 Kg/m ³	D7 Kg/m ³	D8 Kg/m ³	D9 Kg/m ³	D10 Kg/m ³	D11 Kg/m ³	D12 Kg/m ³	D13 Kg/m ³	D14 Kg/m ³	D15 Kg/m ³	D16 Kg/m ³	D17 Kg/m ³
Cement CEM II 42.5/ A-S	350	400	400	400	425	400	425	425	425	425	425	425	425	425	425	425	425
Sand AF 0-2 T-C	250	250	450	450	447	450	447	447	447	447	447	447	447	447	447	447	447
Sand AF 0-4 T-C	785	785	850	850	844	850	844	844	844	844	844	844	844	844	844	844	844
Gravel AG 4-11 T-C	200	200	160	160	159	160	159	159	159	159	159	159	159	159	159	159	159
Gravel AG 11-22 T-C	610	610	340	340	337	340	337	337	337	337	337	337	337	337	337	337	337
Water	157.5	180	180	180	191	180	191	191	191	191	191	191	191	191	191	191	191
Plasticizer MC BV-1	---	---	---	---	---	---	---	---	---	2.6-0.60%	2.1-0.50%	1.3-0.30%	0.6-0.15%	0.6-0.15%	2.6-0.60%	2.1-0.50%	2.1-0.50%
Superplasticizer MC Powerflow 3310	3.5-1%	6.0-1.5%	7.6-1.9%	8.0-2.0%	9.4-2.2%	9.6-2.4%	9.4-2.2%	6.4-1.50%	7.7-1.80%	7.2-1.70%	6.4-1.50%	7.0-1.65%	7.2-1.70%	7.2-1.70%	7.2-1.70%	8.1-1.90%	9.4-2.20%
Fibres Dramix 3D	---	---	---	40	40	40	50	---	---	---	---	---	---	70	70	70	70
Ratio w/c	0.45	0.45	0.45	0.45	0.45	0.45	0.45	0.45	0.45	0.45	0.45	0.45	0.45	0.45	0.45	0.45	0.45

D1-D7 first stage
D8-D13 second stage
D14-D17 third stage

The geometric measurements corresponding to each specimen were determined. Then, the specimen was placed in the testing machine with LVDT and CMOD measurement devices. The test was carried out by applying a load through one upper roller (three point method), until it reaches an opening CMOD 40 mm.

The results of the residual strength tests are shown in Table 6. The residual flexural tensile strength f_{Rj} is given by (1), according with EN-14651-2007+A1:

$$f_{Rj} = \frac{3F_j l}{2bh^2_p} \quad (1)$$

With the loads obtained in the tests, and observing the curves Load vs. CMOD and Load vs. LVDT, calculations were made to determine the proportionality limit strength f_{LOP} , and the residual strength f_{R3} and f_{R1} , shown in Table 6.

Table 6: Residual strength and at proportionality limit.

	f_{LOP} (MPa)	f_{R1} (MPa)	$\%f_{LOP}$	f_{R3} (MPa)	$\%f_{LOP}$
4DRJMF-1	4.28	7.40	173	5.20	95
4DRJMF-2	5.26	8.52	162	6.49	123
5DRJMF-1	4.78	7.55	158	5.62	118
5DRJMF-2	4.96	9.69	196	6.15	124
7DRJMF-1	4.97	8.27	166	6.93	139
7DRJMF-2	5.05	7.89	156	6.31	125
14DRJMF-a1	5.43	8.92	164	7.50	138
14DRJMF-a2	5.23	9.36	179	7.97	152
14DRJMF-b1	5.45	8.25	151	6.70	123
14DRJMF-b2	5.31	8.82	166	7.54	142
17DRJMF-1	4.57	7.31	150	5.16	113
17DRJMF-2	6.02	8.35	139	6.07	101

ANALYSIS AND DISCUSSION OF RESULTS

The results obtained were analysed according to theoretical and experimental results previously developed in the laboratory, as well as compared with researches carried out with other types of fibres.

Slump and flow table tests

For the workability of the concrete, it was necessary to comply with the range slump between 160 mm and 210 mm, and the flow diameter must comply with the range between 500 mm and 600 mm.

It is shown in Fig.1 that the dosage of 70 Kg/m³ of steel fibres in the concrete mixture considerably affect the slump despite maintaining the same structure of the concrete matrix, so it is necessary to maintain the workability through the admixture combinations. In addition, the flow diameter decreases in the same way as the addition of fibres decreases the workability of the

concrete mixture. Thus, the combination of admixtures is necessary.

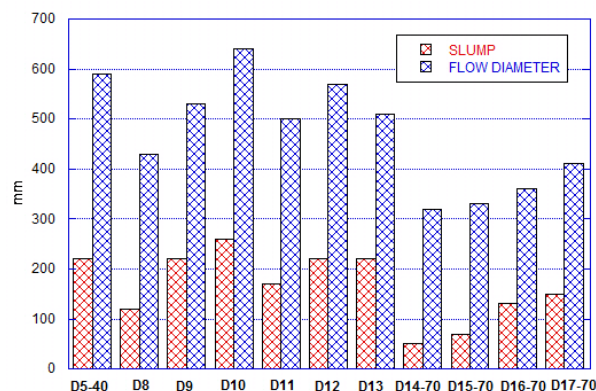


Figure 1: Slump and flow diameter.

Compression test

The compression test was made according to the EN 12390-3:2019 standard [15] and the results obtained are shown in Fig. 2. A minimal increase in compressive strength is shown by the specimens with steel fibres and without steel fibres. Even in spite of increasing the steel fibre dosage, these do not contribute significantly to the improvement of the compressive strength. For each of the concrete mixtures, the compressive strength is between 60 MPa and 70 MPa.

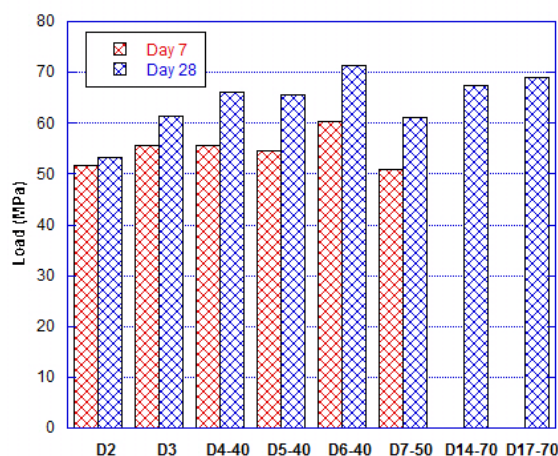


Figure 2: Compression strength.

Setting time by penetration resistance

The setting time was assessed by means of test of penetration resistance according to ASTM C403/C 403M-16 standard [17]. The initial setting was obtained when a resistance of 3.5 MPa was reached. Fig. 3 shows the penetration resistance vs. elapsed time of the four selected concrete mixes. The mixes D9 and D13 properly comply with final setting, but D11 and D12 do not

achieve the final setting with a resistance of 27.6 MPa. In addition, the optimal setting zone for sliding formwork is between 0.2 and 0.7 MPa. Also between 0.7 MPa and the initial setting, sliding occurs with difficulty as shown in Fig. 4.

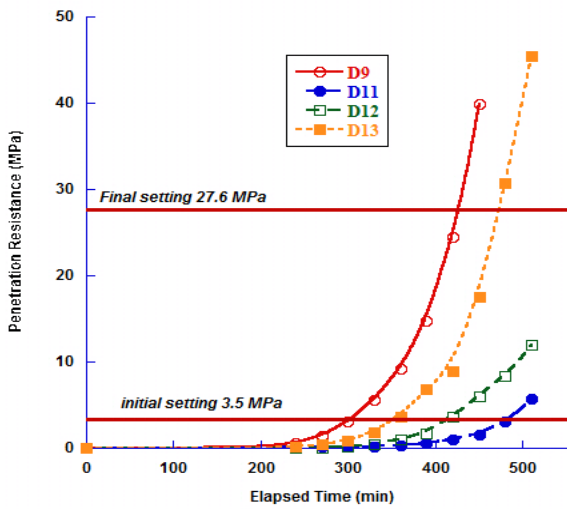


Figure 3: Initial and final setting.

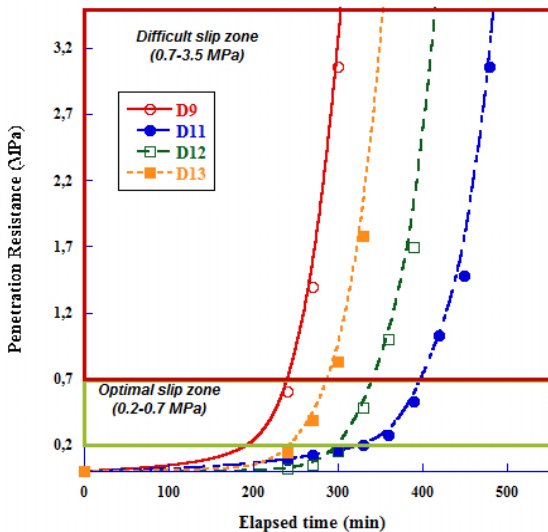


Figure 4: Slip zones.

In order to maintain the workability of concrete in the sliding formwork, the initial and final setting must be between 240 and 480 minutes. In this study as indicated in Fig. 3 and 4, depending the setting time of the concrete, D13 is the most suitable for the proposed purposes, without considering yet the addition of steel fibres.

Flexural tensile strength

The test carried out according to the EN-14651-2007+A1 standard [16] with prismatic concrete specimens shows better behaviour of D14 mix. D17 mix with the same fibre dosage, but different ratio of admixtures, improved workability but reduced residual resistance (see Fig.5).

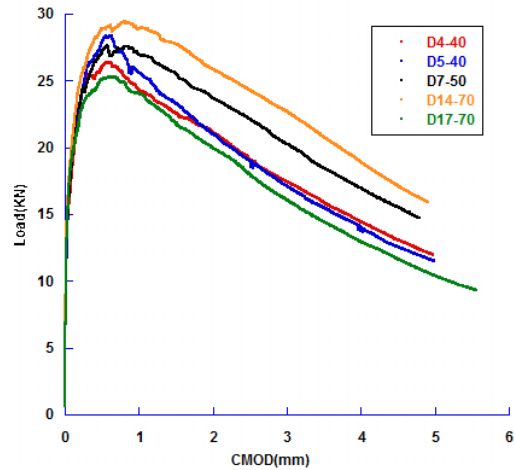


Figure 5: Curve Load vs. CMOD.

Based on the results of Table 6 (f_{LOP} , f_{R1} and f_{R3}) a comparison with the results obtained in other research [14,18] was carried. Fig. 6 shows the comparison, and it is noted that by optimizing the proportioning these strengths are also improved.

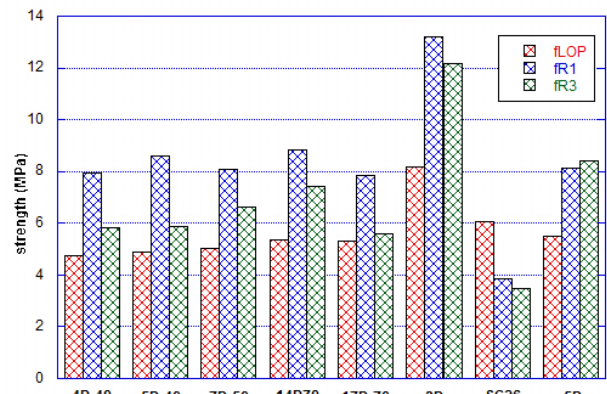


Figure 6: f_{LOP} , f_{R1} and f_{R2} .

Although in another study the mixture with 3D fibres obtains better strength. This may be due to the fibres dosage and the composition of the concrete, but despite the numerical difference in the results, it is observed that the behaviour of the different strengths are proportional to those obtained in this research. This verification validates the present results. While with SC26 and 5D steel fibres, concrete mixtures with fibres with different shapes and compositions, the results and the behaviour are different from those obtained in this research.

CONCLUSIONS

For the fresh behaviour of concrete, slump in a range of 160 mm and 210 mm, and diameter of flow with limits of 500 mm and 600 mm, is necessary to ensure good workability of the concrete.

Focussed on the setting time of the concrete, mix D13 was the most suitable mix for the proposed purposes, where the optimal setting zone for sliding formwork is between 0.2 and 0.7 MPa, obtaining times of 253 min at the lower limit and 287 min at the upper limit, while the start of setting occurred at 358 min for a strength of 3.5 MPa.

Addition of steel fibres does not improve significantly the compressive strength of the concrete, reaching values of 68.1 to 74.0 MPa for concrete with fibres, and 55.6 to 60.4 MPa for concrete without fibres. Regarding the fracture, the concrete without fibres is brittle and breaks abruptly when it reaches its maximum load, while fibre reinforced concrete presents small cracks.

The results of the flexural tensile strength of steel fibres reinforced concrete were, in all cases, for the residual strength values f_{R1} (CMOD 0.5 mm) and f_{R3} (CMOD 2.5 mm) higher by more than approximately 100% of the limit of proportionality resistance (f_{LOP}). This meets with the limitations imposed by the Spanish Structural Code 2021 standard. D14 and D17 mixes, manufactured in the third stage, showed the optimal results for a partial or total substitution of the steel bars complying with the setting times in order to use in sliding formworks.

ACKNOWLEDGEMENTS

The authors gratefully acknowledge the financial support provided by Ministry of Science and Innovation of Spain by means of the Research Fund Project PID2019-108978RB-C31.

REFERENCES

- [1] T. S. Ng and T. Htut, "Structural application of steel fibres reinforced concrete with and without conventional reinforcement," *Proceedings of the Australian Structural Engineering Conference: ASEC*, p. 624, 2018.
- [2] M. G. Alberti, A. Enfedaque, and J. C. Gálvez, "The effect of fibres in the rheology of self-compacting concrete," *Construction and Building Materials*, vol. 219, pp. 144–153, Sep. 2019.
- [3] D. Y. Yoo and N. Banthia, "Mechanical properties of ultra-high-performance fiber-reinforced concrete: A review," *Cement and Concrete Composites*, vol. 73, pp. 267–280, Oct. 2016.
- [4] A. Karimipour, J. de Brito, and O. Gencel, "Influence of bond-slip on the flexural performance and ductility of steel fibres-reinforced RC beams with lap-spliced bars: Experimental and finite element analysis," *Engineering Structures*, vol. 249, p. 113362, Dec. 2021.
- [5] G. Chen, D. Gao, H. Zhu, J. Song Yuan, X. Xiao, and W. Wang, "Effects of novel multiple hooked-end steel fibres on flexural tensile behaviour of notched concrete beams with various strength grades," *Structures*, vol. 33, pp. 3644–3654, Oct. 2021.
- [6] J. Gao, W. Sun, and K. Morino, "Mechanical properties of steel fiber-reinforced, high-strength, lightweight concrete," *Cement and Concrete Composites*, vol. 19, no. 4, pp. 307–313, Jan. 1997.
- [7] ACI Committee 544, *ACI 544.3R-08, Guide for Specifying, Proportioning, and Production of Fiber-Reinforced Concrete*. 2008.
- [8] R. Horne, *Slipform. Advanced concrete technology*, Oxford. 2003.
- [9] T. Dinescu, A. Sandru, and C. Radulescu, *Slip Form Techniques*. 1973.
- [10] B. CARTER, "CONCRETE CONSTRUCTION USING SLIPFORM TECHNIQUES," 1982.
- [11] J. J. Kim, D. J. Kim, S. T. Kang, and J. H. Lee, "Influence of sand to coarse aggregate ratio on the interfacial bond strength of steel fibers in concrete for nuclear power plant," *Nuclear Engineering and Design*, vol. 252, pp. 1–10, Nov. 2012.
- [12] R. Sharma, J. G. Jang, and P. P. Bansal, "A comprehensive review on effects of mineral admixtures and fibers on engineering properties of ultra-high-performance concrete," *Journal of Building Engineering*, vol. 45, p. 103314, Jan. 2022.
- [13] Laboratoire Central des Ponts et Chaussées, *Essai de compacité des fractions granulaires à la table à secousses, méthode d'essai n° 61*. 2004.
- [14] M. G. Alberti, A. Enfedaque, and J. C. Gálvez, "On the mechanical properties and fracture behavior of polyolefin fiber-reinforced self-compacting concrete," *Construction and Building Materials*, vol. 55, pp. 274–288, Mar. 2014.
- [15] EN 12390-3, *Testing hardened concrete. Part 3: Compressive strength of test specimens*. 2020.
- [16] EN 14651:2007+A1, *Test method for metallic fibre concrete - Measuring the flexural tensile strength (limit of proportionality (LOP), residual)*. 2017.
- [17] ASTM, "ASTM C403/C403M-16, Standard Test Method for Time of Setting of Concrete Mixtures by Penetration Resistance," 2017.
- [18] M. G. Alberti, A. Enfedaque, J. C. Gálvez, and A. Cortez, "Optimisation of fibre reinforcement with a combination strategy and through the use of self-compacting concrete," *Construction and Building Materials*, vol. 235, p. 117289, Feb. 2020.