



UNIVERSIDAD COMPLUTENSE



531428008X

77-1993/30

**FACULTAD DE CIENCIAS FISICAS  
DEPARTAMENTO DE FISICA DE MATERIALES  
UNIVERSIDAD COMPLUTENSE DE MADRID**

**CORROSION FATIGA EN  
ALEACIONES LIGERAS DE Al-Zn-Mg**

**Jesús Ruiz Hervías**

Licenciado en Ciencias Físicas

Memoria para la obtención del grado de Doctor en Ciencias Físicas

Director de tesis

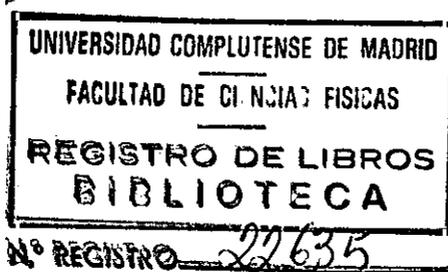
**Manuel Elices Calafat**

Doctor Ingeniero de Caminos

Catedrático de Universidad

**Departamento de Ciencia de Materiales  
E.T.S.I. de Caminos. Universidad Politécnica de Madrid**

**Madrid, 1993**





**A MIS PADRES**

## AGRADECIMIENTOS

Al profesor D. Manuel Elices Calafat, director de esta tesis, por su acertada orientación y espíritu crítico durante el desarrollo de la investigación, que me han ayudado decisivamente a madurar como científico.

A todos los miembros del Departamento de Ciencia de Materiales de la Universidad Politécnica de Madrid, que forman un grupo de excepcional calidad humana e intelectual, por su amistad y desinteresada cooperación en diferentes aspectos de la investigación. En especial quiero hacer constar mi agradecimiento al profesor D. Andrés Valiente Cancho por su permanente disponibilidad y amabilidad para conmigo. También deseo agradecer a D. David Culebras y a D. Pascual Colás su inestimable colaboración en el desarrollo y mejora de los dispositivos experimentales y a D. José Miguel Martínez su generosa ayuda en la preparación de las figuras y las fotografías de esta tesis doctoral. Por último quiero agradecer a mis amigos José Ygnacio Pastor y Jesús Rodríguez su apoyo personal a lo largo de estos años.

A la Dra. Consuelo García Cordovilla de la Industria Española del Aluminio, S. A., que suministró el material para la investigación, y a la CICYT por el soporte económico parcial de la misma a través de la ayuda PC85-0096-C01-01.

Al profesor Dr. D. José Luis de Segovia del Laboratorio de Física de Superficies del Instituto de Ciencia de Materiales del C.S.I.C. por sus valiosos comentarios.

A mi tutora D<sup>a</sup> Eloísa López y al Departamento de Física de Materiales de la Universidad Complutense de Madrid por haber acogido este trabajo.

Al Ministerio de Educación y Ciencia por la beca de formación de posgrado que ayudó a comenzar esta tesis (Acciones de Formación de Personal Investigador, Convocatoria 1988).

En Madrid, a dieciocho de Octubre de 1993

## INDICE

RESUMEN	viii
ABSTRACT	x
<b>CAPITULO 1: INTRODUCCION</b>	<b>1</b>
1.1 Estado del arte	2
1.1.1 El aluminio y las aleaciones de Al-Zn-Mg	2
Mecanismos de endurecimiento	3
1.1.2 Comportamiento mecánico de las aleaciones de Al-Zn-Mg en presencia de ambientes agresivos	6
1.1.2.1 Corrosión bajo tensión	6
1.1.2.2 Corrosión fatiga	9
1.1.2.2.1 Ambientes acuosos	12
1.1.2.2.2 Mecanismos de corrosión fatiga en ambientes acuosos	16
1.1.2.2.3 Ambientes gaseosos	18
1.1.2.2.4 Mecanismos de corrosión fatiga en ambientes gaseosos	22
1.1.2.3 Modelos de corrosión fatiga	24
1.1.2.4 Mecanismos de fragilización por hidrógeno	26
1.2 Objetivos de la tesis	32
1.3 Aportaciones originales	33
1.4 Contenido de la tesis	34

<b>CAPITULO 2: DISPOSITIVO EXPERIMENTAL Y RESULTADOS</b>	<b>35</b>
2.1 Descripción de los experimentos	36
2.1.1 Ensayos de tracción	36
2.1.2 Ensayos de fractura	37
2.1.3 Ensayos de fatiga	42
2.1.3.1 Cámara de ensayos	45
2.1.3.2 Ambientes de trabajo	51
2.2 Resultados experimentales	55
2.2.1 Microestructura de la aleación estudiada	55
2.2.2 Ensayos de tracción	59
2.2.3 Ensayos de fractura	61
2.2.4 Ensayos de fatiga	61
2.2.5 Fractografía	74
2.3 Discusión de los resultados	93
<b>CAPITULO 3: MODELIZACION DEL PROCESO</b>	<b>103</b>
3.1 Descripción del modelo	106
3.2 Aplicación del modelo a los resultados experimentales	115
<b>CAPITULO 4: CONCLUSIONES Y LINEAS DE TRABAJO FUTURO</b>	<b>119</b>
4.1 Conclusiones	119
4.2 Líneas de trabajo futuro	122
<b>BIBLIOGRAFIA</b>	<b>123</b>
<b>ANEXO I</b>	<b>130</b>

## RESUMEN

En esta tesis doctoral se investiga el comportamiento mecánico de una aleación de Al-Zn-Mg (AA7017-T651) fabricada por laminación, cuando se encuentra sometida a fatiga en presencia de ambientes gaseosos con un contenido variable de humedad.

El estudio se ha realizado fundamentalmente en su aspecto experimental. La parte central del trabajo ha consistido en desarrollar y poner a punto el dispositivo de ensayo. Se trata de una cámara de ultra alto vacío diseñada de forma expresa para esta investigación, que permite realizar ensayos mecánicos en las condiciones más exigentes en cuanto al control y la pureza del ambiente que rodea a la muestra. En la investigación se han empleado atmósferas gaseosas de oxígeno, argón, vapor de agua a diferentes presiones y alto vacío. Tomando muestras correspondientes a dos orientaciones distintas del laminado (S-L y L-T), se ha analizado el efecto de la presión de vapor de agua y la frecuencia de ensayo en la velocidad de propagación de las grietas por fatiga. Sobre las muestras ensayadas en la orientación L-T se ha llevado a cabo un detallado estudio fractográfico por medio de microscopía electrónica de barrido, con el fin de identificar los rasgos característicos de la rotura en cada ambiente y tratar de relacionar el aspecto de las superficies de fractura con el comportamiento macroscópico observado en los ensayos de fatiga.

Se ha demostrado que el agente responsable de la fragilización que experimenta la aleación de aluminio 7017-T651 cuando se ensaya a fatiga en atmósferas gaseosas es el vapor de agua contenido en el ambiente. La velocidad de propagación de las fisuras crece a medida que aumenta la presión de vapor de agua del medio gaseoso. Sin embargo, el comportamiento es diferente en las dos orientaciones estudiadas. Así por ejemplo, en la orientación L-T, cuando se ensaya a una frecuencia de 5 Hz, se pueden distinguir dos regiones en la respuesta del material. En la primera de ellas, la velocidad de propagación de la grieta aumenta linealmente con la presión de vapor de agua hasta que se alcanza una presión de aproximadamente 5 Pa, a partir de la cuál la velocidad se mantiene prácticamente constante. En la segunda región, para valores de la presión superiores a 100

Pa, se aprecia una nueva transición en que la velocidad de la fisura sigue creciendo a medida que lo hace la presión de vapor de agua. Por su parte, en los resultados correspondientes a la orientación S-L, la velocidad de propagación de las grietas se mantiene prácticamente constante cuando la presión de vapor de agua varía entre 1 y 10 Pa para las dos frecuencias estudiadas (1 y 10 Hz).

Por lo que se refiere al efecto de la frecuencia, también se han encontrado resultados diferentes en ambas orientaciones. En la orientación S-L no se observa ninguna influencia de la frecuencia (entre 1 y 10 Hz) en la velocidad de propagación de la grieta para valores de la presión de vapor de agua comprendidos entre 1 y 1300 Pa. Sin embargo, en la orientación L-T, dentro de un cierto intervalo de presiones y frecuencias, tiene el mismo efecto en la velocidad de la fisura un aumento de la presión que una disminución de la frecuencia de ensayo. Este comportamiento justifica la hipótesis de que en ambientes gaseosos la velocidad de crecimiento de la grieta depende únicamente de la exposición ambiental, que se define como el producto de la presión de vapor de agua por el tiempo disponible para la reacción superficial. En la aleación 7017-T651 se ha comprobado que los efectos de la presión y la frecuencia son intercambiables para valores de la exposición comprendidos entre 0.1 y 1 Pa·s. Por encima de 1 Pa·s (que corresponde a una presión de 5 Pa y una frecuencia de 5 Hz) se alcanza la saturación en el efecto fragilizador del ambiente.

El comportamiento de la aleación de aluminio 7017-T651 en la orientación L-T coincide básicamente con el observado en otras aleaciones de aluminio de diferente composición química (2219-T851 y 7075-T651), lo que lleva a pensar que los mecanismos de crecimiento de grietas por fatiga deben de ser muy parecidos en estas aleaciones.

Los resultados de los ensayos en la orientación L-T se han analizado por medio de un modelo de corrosión fatiga en ambientes gaseosos desarrollado por otros investigadores. El ajuste de los datos experimentales con las predicciones del modelo es muy satisfactorio, y confirma la dependencia lineal de la velocidad de propagación con la presión de vapor de agua para presiones inferiores a la de saturación (que en este caso vale 5 Pa).

Todos los indicios apuntan a la fragilización por hidrógeno como el mecanismo responsable del proceso de corrosión fatiga en la aleación de aluminio 7017-T651 en ambientes gaseosos.

## ABSTRACT

In this doctoral thesis the mechanical behaviour of a rolled Al-Zn-Mg alloy (AA7017-T651) when subjected to fatigue in gaseous environments with a variable humidity content is investigated. The influence of water vapour and other gases in the fatigue process is assessed, in order to try to clarify the microscopic mechanism responsible for corrosion fatigue in gaseous environments.

This research was done mainly from the experimental side. The most important part of the work has been the design and development of the experimental device. It consists of an ultra high vacuum chamber specially designed for this investigation which allows to perform mechanical tests in precisely controlled high purity gaseous atmospheres. Oxygen, argon, water vapour at different pressures and high vacuum were employed in the research. The effect of water vapour pressure and testing frequency on fatigue crack growth has been evaluated in samples corresponding to two different orientations of the plate (S-L and L-T). A detailed fractographic study of the specimens (L-T orientation only) was performed by scanning electron microscopy, in order to identify the features associated with the fracture process in each environment, trying to relate the appearance of the fracture surfaces to the macroscopic behaviour found in the fatigue tests.

It was shown that water vapour is the environment responsible for the embrittlement of the aluminium alloy 7017-T651 when tested in fatigue in the presence of gaseous atmospheres. Fatigue crack growth rate increases as water vapour pressure increases. However, the behaviour is different for the two considered orientations. In the orientation L-T, at 5 Hz, two regions in crack growth response can be identified. First, the crack growth rate increases linearly with water vapour pressure until a pressure of about 5 Pa is reached, then the crack velocity becomes independent on pressure. In the second region, for pressures higher than 100 Pa, additional increases in crack growth rate occur when water vapour pressure is increased. On the other hand, the results obtained in the S-L orientation show that the crack propagation rate does not change when the water vapour pressure varies between 1 and 10 Pa for the frequencies used (1 and 10 Hz).

Regarding the effect of frequency, different results have also been found in both orientations. In the S-L orientation, no influence of frequency (between 1 and 10 Hz) on crack growth rate is observed for water vapour pressures between 1 and 1300 Pa. However, in the orientation L-T, within a certain range of pressure and frequency, an increase in water vapour pressure has the same effect on the crack velocity than a decrease in frequency. This behaviour gives support to the hypothesis that, in gaseous environments, crack propagation rate depends only on exposure, which is defined as the product of the water vapour pressure and the time available for surface reaction (in this case the period of the fatigue cycle). In the aluminium alloy 7017-T651, it has been shown that the effects of pressure and frequency are interchangeable for exposures between 0.1 and 1 Pa·s. For exposures higher than 1 Pa·s (corresponding to a pressure of 5 Pa and a frequency of 5 Hz), a saturation on the embrittlement effect is reached.

The corrosion fatigue behaviour of the aluminium alloy 7017-T651 in the L-T orientation coincides basically with the results reported on other aluminium alloys with different chemical composition (2219-T851 and 7075-T651), which leads to the conclusion that the fatigue crack growth mechanisms must be very similar in these alloys.

The results of the fatigue tests in the L-T orientation have been analysed by means of a model for corrosion fatigue in gaseous environments developed by other investigators. The model predictions fit very satisfactorily the experimental data and confirm the linear dependence between the crack propagation rate and the water vapour pressure for pressures below the saturation value (in this case the saturation pressure is 5 Pa).

All the evidences found suggest that hydrogen embrittlement is the mechanism responsible for the corrosion fatigue process in the aluminium alloy 7017-T651 in gaseous environments.

## CAPITULO 1: INTRODUCCION

El principal objetivo de la presente tesis doctoral consiste en estudiar el fenómeno de la corrosión fatiga en la aleación de aluminio 7017-T651. Por ello, en la primera parte de este capítulo se va a exponer un resumen sobre el estado actual del conocimiento del fenómeno. Para situar debidamente el problema, es preciso en primer lugar revisar, aunque sea de una forma somera, algunas características del aluminio y sus aleaciones, para continuar con una descripción sobre el estado del arte de la corrosión fatiga en las aleaciones de aluminio.

La aleación 7017-T651 pertenece a la serie 7000 (Al-Zn-Mg), y tiene una composición química Al 4.9%Zn 2.4%Mg, con algunas impurezas de Fe, Si y Mn (Caballero y otros, 1990). Estas aleaciones, que gozan de unas buenas propiedades mecánicas, tienen un serio inconveniente de cara a su utilización en aplicaciones estructurales: se fragilizan cuando están sometidas a sollicitaciones mecánicas en presencia de ambientes agresivos. Cuando se trata de sollicitaciones monótonas se habla de corrosión bajo tensión, y cuando las sollicitaciones son variables con el tiempo se habla de corrosión fatiga. En este capítulo se describen los principales aspectos asociados a ambos procesos, haciendo hincapié en el problema de la corrosión fatiga en estos materiales.

En la segunda parte del capítulo se enuncian los objetivos que se persiguen con la presente tesis doctoral. Posteriormente se enumeran las aportaciones originales que se han conseguido como fruto de la investigación realizada y finalmente se hace un breve resumen de los contenidos de la tesis.

## 1.1 ESTADO DEL ARTE

### 1.1.1 El aluminio y las aleaciones de Al-Zn-Mg

El aluminio puro es un metal que posee una serie de propiedades que le hacen muy atractivo. De ellas podemos destacar su ligereza ( $\rho=2,7 \text{ g/cm}^3$ ), su facilidad de mecanizado, su formabilidad y su buena resistencia a la corrosión en diversos ambientes agresivos, entre los que se incluyen agua de mar, aceites y bastantes compuestos químicos. Además es el más abundante de todos los metales para usos estructurales, ya que constituye un 8% de la corteza terrestre (Metals Handbook, 1979). Sin embargo, para emplearlo en aplicaciones estructurales es preciso mejorar sus propiedades mecánicas, lo que se consigue aleándolo con diversos elementos. De todos los elementos que pueden alearse con el aluminio, sólo algunos como el zinc, el magnesio, el cobre y el silicio tienen valores significativos de solubilidad sólida. Desgraciadamente, el endurecimiento producido por los elementos aleantes suele llevar aparejada una reducción en la resistencia a la corrosión del material.

Las aleaciones de aluminio-zinc-magnesio (Al-Zn-Mg) pertenecen a la serie 7000 (en la notación de la Aluminum Association). Su nacimiento comercial data de finales de los años veinte. A partir de esta fecha se desarrolla un amplio esfuerzo de investigación liderado fundamentalmente por los alemanes, cuya política de auto-suficiencia durante la Segunda Guerra Mundial les fuerza a un uso extensivo de estas aleaciones en sustitución de otros materiales estructurales importados. Se trata de aleaciones de resistencia media endurecibles por precipitación y fáciles de soldar. Se utilizan como elementos estructurales y blindajes en vehículos militares y también en diversos componentes de la industria del transporte (vagones de ferrocarril, por ejemplo). Las variantes de alta resistencia contienen un cierto porcentaje de cobre (Al-Zn-Mg-Cu) y se usan como materiales estructurales en aplicaciones aeronáuticas. Sin embargo, la presencia del cobre disminuye notablemente su soldabilidad.

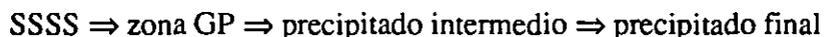
Las aleaciones Al-Zn-Mg conservan la estructura cristalina del aluminio: cúbica centrada en las caras (F.C.C.) con un parámetro de red  $a=4,049 \text{ \AA}$ . Los elementos aleantes, zinc y magnesio, que se encuentran en cantidades apreciables en solución sólida, contribuyen a modificar el valor del parámetro de la red: el Mg provoca una expansión del retículo cristalino mientras que el Zn provoca una compresión del mismo (Mondolfo, 1971).

## Mecanismos de endurecimiento

Como ya hemos dicho anteriormente, para poder utilizar el aluminio en aplicaciones estructurales es preciso aumentar su resistencia mecánica. Los mecanismos de endurecimiento en metales se relacionan con procesos que restringen de algún modo el movimiento de las dislocaciones dentro de la red cristalina del material. Entre los mecanismos de endurecimiento que han sido identificados podemos destacar la interacción de las dislocaciones móviles con otras dislocaciones presentes en el material (endurecimiento por deformación), con fronteras de grano, con átomos de soluto (endurecimiento por solución sólida), con precipitados (endurecimiento por precipitación) y con dispersoides (endurecimiento por dispersión). De todos los mecanismos citados, el que tiene mayor importancia en estas aleaciones es el endurecimiento por precipitación (Hertzberg, 1989). Para que se produzca endurecimiento por precipitación es necesario que la solubilidad de alguno de los elementos aleantes en la matriz de aluminio decrezca al disminuir la temperatura y se pueda formar una nueva fase. La secuencia de tratamientos térmicos para lograr el endurecimiento comprende generalmente dos etapas:

- (a) producción de una solución sólida sobresaturada (SSSS) de los elementos aleantes en aluminio (por medio de un tratamiento de solución en la región de fase simple) y posterior templado para retener esa SSSS a temperatura ambiente, y
- (b) descomposición controlada de la SSSS para formar precipitados finamente dispersados en la matriz, con los que se refuerza la aleación.

La descomposición controlada de una SSSS da lugar a la formación de diversas fases. La secuencia de precipitación más ampliamente aceptada en las aleaciones Al-Zn-Mg comprende las siguientes etapas (Mondolfo, 1971):



Las zonas GP (zonas de Guinier-Preston) constituyen el primer paso en el proceso de precipitación. Se forman por la segregación de átomos de zinc y magnesio en algunos lugares de la red. Son aglomerados ('clusters') de átomos ricos en solutos de forma esférica o elíptica que ocupan una anchura de unos dos o tres planos atómicos, con un diámetro que puede llegar hasta unos 50 Å. La morfología exacta de las zonas depende del sistema aleante en cuestión. Si los radios atómicos del disolvente y del soluto son parecidos se forman zonas esféricas, mientras que si existen grandes diferencias entre los radios, aparecen zonas laminares. La característica más importante de estas zonas

consiste en que conservan la misma estructura periódica de la matriz, aunque la diferencia de tamaño entre los átomos de soluto y disolvente da lugar a importantes deformaciones elásticas en la red cristalina en los alrededores de estas regiones (Christian, 1983).

Al aumentar el tiempo de envejecimiento, las zonas de Guinier-Preston van siendo reemplazadas por placas de unos 50 Å de espesor y 200 Å de diámetro. Se trata de la fase intermedia  $\eta'$  de composición química  $MgZn_2$  y estructura hexagonal, que es parcialmente coherente con la matriz. La formación del precipitado final de equilibrio implica la pérdida total de coherencia con la matriz. Esta fase estable sólo se forma para tiempos de envejecimiento largos y puede corresponder a dos composiciones distintas dependiendo de la relación Mg/Zn: el precipitado  $\eta$  de composición  $MgZn_2$  y estructura hexagonal y el precipitado T de composición  $Mg_{32}(AlZn)_{39}$  y estructura cúbica (Polmear, 1981).

La adición de cobre no da lugar a la aparición de nuevas fases. El cobre sustituye al zinc y al magnesio en los precipitados que se forman y contribuye no sólo a incrementar la fracción volumétrica de los precipitados de refuerzo sino también a modificar la cinética de la secuencia de precipitación. La presencia de cobre acelera el proceso de transformación de las zonas GP a los precipitados intermedios  $\eta'$  y hace que estos precipitados  $\eta'$  persistan para tiempos de envejecimiento más largos (Holroyd, 1990).

El endurecimiento producido por las distintas fases que se forman en el proceso de precipitación depende fundamentalmente del grado de coherencia existente entre los precipitados y la matriz. Así por ejemplo, las zonas de Guinier-Preston son coherentes con la matriz y ello permite que sean cizalladas por las dislocaciones si aquéllas se encuentran en un plano de deslizamiento activo, como se observa en la figura 1. La deformación de la red cristalina en los alrededores de las zonas GP provoca una cierta resistencia al movimiento de las dislocaciones que, debido a la elevada fracción volumétrica de estas zonas, es la responsable del endurecimiento. Una vez atravesadas las zonas GP, las dislocaciones siguen avanzando a lo largo de sus planos de deslizamiento y la deformación tiende a localizarse en unos pocos planos, lo que hace que se desarrollen intensas bandas de deslizamiento.

A medida que los precipitados se hacen más grandes e incoherentes con la matriz, las dislocaciones tienen más dificultades para cizallarlos y deben curvarse entre ellos para volver a unirse dejando lazos de dislocación alrededor de las partículas (mecanismo de Orowan), tal como se aprecia en la figura 2. Este proceso está controlado por el

espaciado entre los precipitados y da lugar a una distribución de la deformación más homogénea que la producida por el corte de las zonas GP.

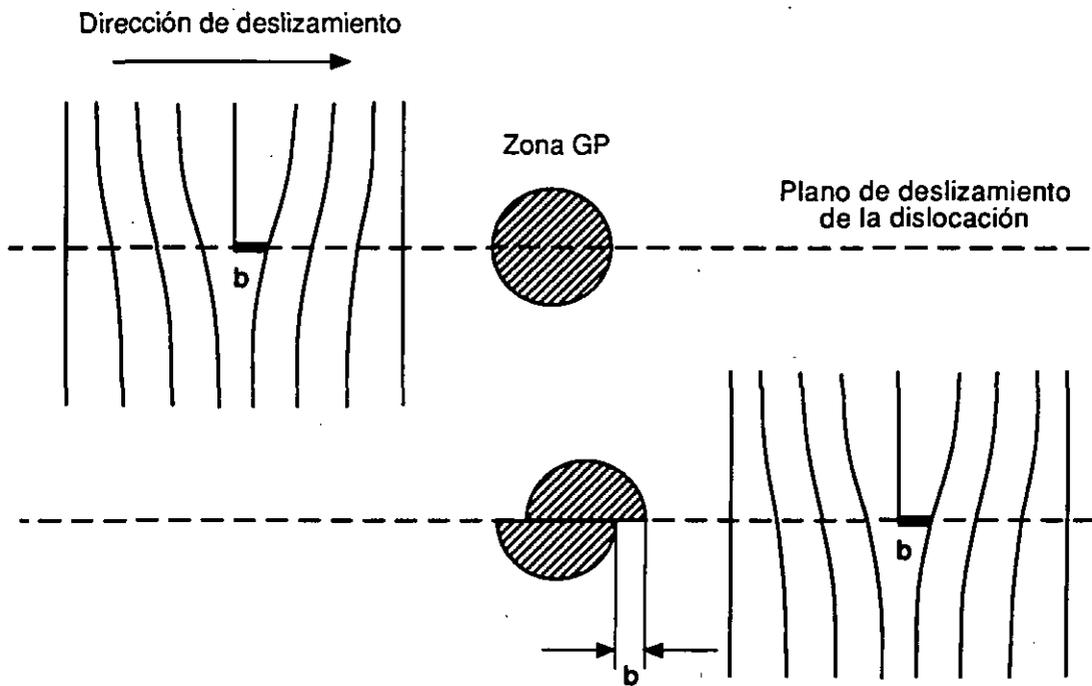


Fig. 1. Corte de una zona GP por una dislocación que se mueve en su plano de deslizamiento.

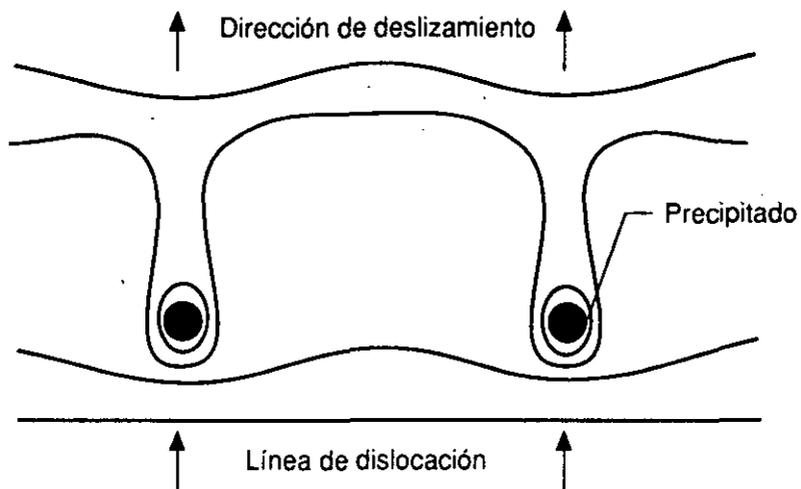


Fig. 2. Mecanismo de Orowan

### **1.1.2 Comportamiento mecánico de las aleaciones de Al-Zn-Mg en presencia de ambientes agresivos**

A pesar de sus buenas propiedades mecánicas que, unidas a su baja densidad, hacen de estas aleaciones unos materiales muy interesantes, hay algunos aspectos de su comportamiento mecánico que comprometen su utilización en ciertos ambientes. Entre estos aspectos podemos destacar la susceptibilidad a la corrosión bajo tensión y a la corrosión fatiga.

#### **1.1.2.1 Corrosión bajo tensión**

El aluminio puro es un material muy resistente a la corrosión. Este buen comportamiento se debe a la rápida formación de una capa protectora de óxido de aluminio delgada (de 5 a 10 nm de espesor) y muy adherente en las superficies expuestas a la acción del medio ambiente. Cuando, para mejorar su resistencia mecánica, se le añaden otros elementos, tales como Zn, Mg, Cu, Li, Si, las aleaciones resultantes a veces muestran una alta susceptibilidad a la fisuración en ciertos ambientes (agua de mar, p.e.) cuando están sometidas a sollicitaciones mecánicas. Si el material está sometido a una carga estática en presencia de un ambiente agresivo, este fenómeno se conoce como corrosión bajo tensión y precisa de la concurrencia de tres factores:

1. una aleación susceptible,
2. un medio ambiente específico, y
3. la presencia de una tensión mecánica.

Las aleaciones de Al-Zn-Mg muestran una alta susceptibilidad a la corrosión bajo tensión en algunos ambientes (gases húmedos y soluciones acuosas de cloruros, por ejemplo), que impide sacar partido de sus buenas propiedades mecánicas en estas circunstancias.

La corrosión bajo tensión en las aleaciones de aluminio es fundamentalmente intergranular, a no ser que la velocidad de deformación sea muy alta o que las fronteras de grano estén orientadas de un modo desfavorable con respecto a la dirección de la tensión aplicada (en cuyo caso puede ser transgranular). Esto lleva a pensar que existe algo en las fronteras de grano o en sus proximidades que o bien las debilita o bien las hace más anódicas con respecto al resto del material.

La máxima susceptibilidad se produce cuando la tensión aplicada es perpendicular a las fronteras de grano. Por este motivo, en las aleaciones sometidas a procesos de

laminado, cuya estructura anisótropa puede observarse en la figura 3, la dirección más débil es la dirección transversal corta, mientras que la dirección longitudinal presenta una susceptibilidad mucho menor a la corrosión bajo tensión.

Los tratamientos térmicos tienen una gran influencia en este fenómeno. Las aleaciones de aluminio de la serie 7000 son por lo general inmunes a la corrosión bajo tensión cuando no hay precipitación en las fronteras de grano (tratamiento de solución y templado, sin envejecimiento) y se hacen cada vez más sensibles a medida que aumenta la precipitación y, consiguientemente, el endurecimiento. Como se aprecia en la figura 4, el máximo de susceptibilidad se alcanza un poco antes del punto de máxima resistencia mecánica ('underaged condition') y a partir de ahí, la resistencia a la corrosión bajo tensión aumenta con el envejecimiento ('overaged condition').

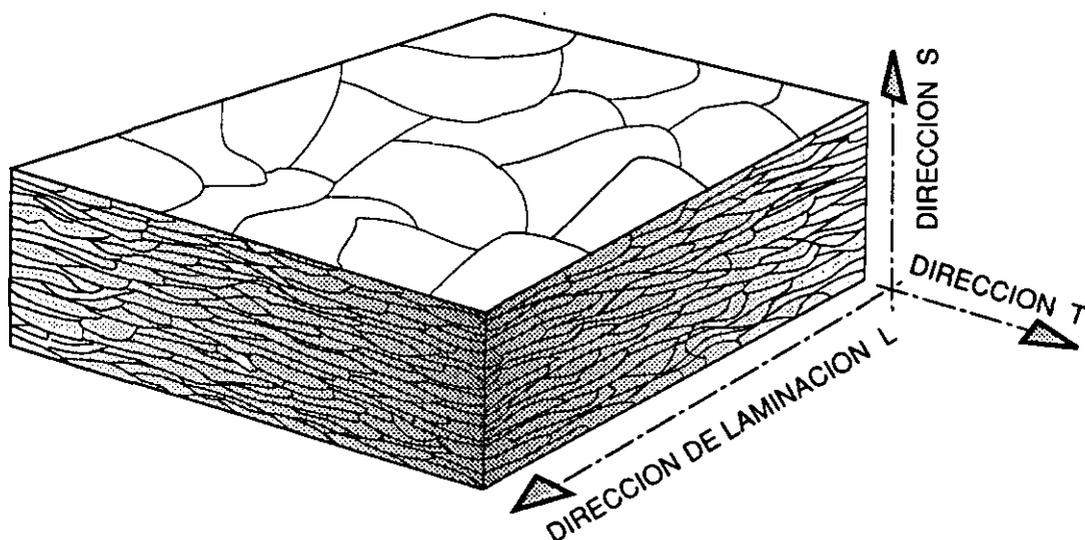


Fig. 3. Estructura anisótropa en aleaciones sometidas a laminación

La adición de cobre influye de un modo complejo en la resistencia a la corrosión de la aleación: aunque empeora la resistencia a la corrosión generalizada, mejora el comportamiento en corrosión bajo tensión. El efecto del envejecimiento depende del contenido en cobre:

- aleaciones con más de un 1% de Cu: muy buena resistencia a la corrosión bajo tensión para tratamientos térmicos cercanos al de máxima resistencia (buenas propiedades mecánicas),
- aleaciones con menos de un 1% de Cu: necesitan tiempos de envejecimiento más largos (peores propiedades mecánicas) para

disfrutar de una buena resistencia a la corrosión bajo tensión (Holroyd, 1990).

Se han propuesto dos teorías para explicar este fenómeno: la primera de ellas supone que la fisuración se produce por la disolución anódica localizada en las fronteras de grano bajo la acción combinada de la tensión aplicada y el ambiente agresivo. La segunda teoría sugiere que la pérdida de propiedades mecánicas que experimentan estas aleaciones en presencia de un ambiente agresivo se debe a la fragilización por hidrógeno.

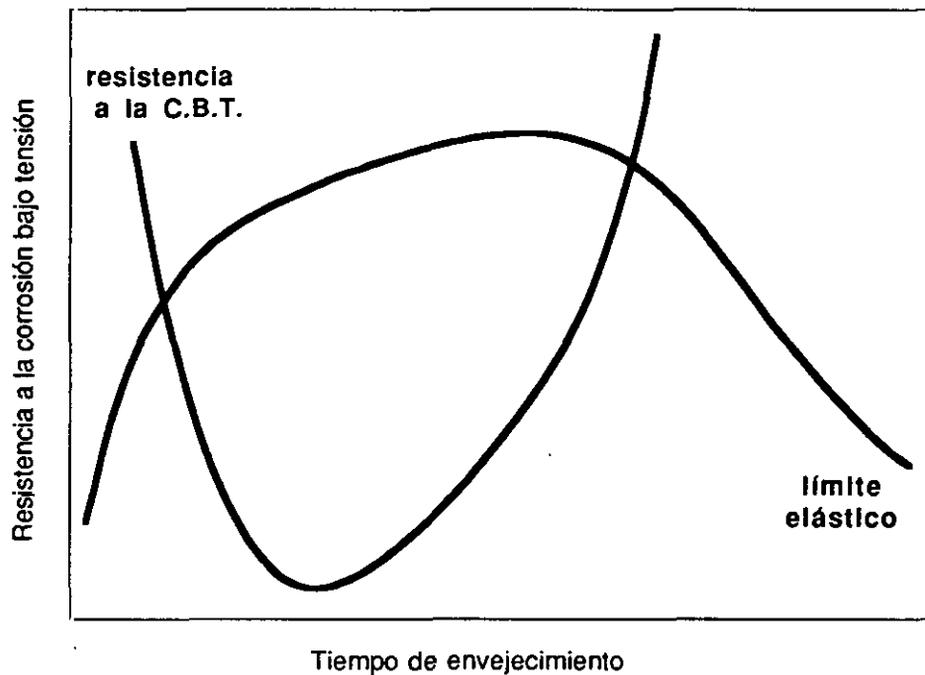


Fig. 4. Dependencia típica de la resistencia a la C.B.T. en aleaciones de aluminio endurecibles por precipitación (Holroyd, 1990)

En las aleaciones de la serie 7000 la mayoría de los autores consideran que la fragilización por hidrógeno es el mecanismo responsable del proceso (Burleigh, 1991), sobre todo en ambientes gaseosos. Existen numerosas evidencias experimentales que dan crédito a este argumento, como por ejemplo (Speidel, 1974):

- (a) no se produce corrosión bajo tensión en presencia de gases secos,
- (b) la velocidad de propagación de la grieta está controlada únicamente por el contenido en humedad, independientemente de la composición del gas,

- (c) se produce corrosión bajo tensión incluso para niveles muy bajos de la humedad relativa ( $H_r < 30\%$ ), lo que no puede explicarse por disolución anódica.

### 1.1.2.2 Corrosión fatiga

La aplicación repetida de tensiones o deformaciones en materiales metálicos provoca cambios en sus propiedades mecánicas que pueden llevar a la fisuración e incluso a la rotura del material para valores de la tensión inferiores a los que se necesitan cuando se trata de cargas monótonas. Este fenómeno, que se estudia desde el siglo pasado, se conoce como fatiga y es el responsable de la mayoría de las roturas que se producen en piezas de maquinaria y componentes estructurales.

Cuando el material está sometido a cargas oscilantes en presencia de un ambiente agresivo se habla de corrosión fatiga, y el efecto global es más perjudicial que la simple adición de los efectos debidos a la fatiga mecánica y a la corrosión química por separado. A consecuencia de este fenómeno, la vida de un elemento estructural sometido a fatiga puede reducirse dramáticamente en presencia de un medio ambiente no inerte. A diferencia de la corrosión bajo tensión, que requiere del concurso de un material y un medio ambiente determinado, la corrosión fatiga es inespecífica. Cualquier material en cualquier ambiente no inerte puede experimentar una aceleración en la velocidad de crecimiento de las fisuras por fatiga con referencia a un ambiente inerte, como puede ser un vacío elevado (Elices y Sánchez Gálvez, 1991). De ahí que sea tan importante conocer detalladamente este fenómeno con el fin de poder desarrollar microestructuras resistentes a la corrosión fatiga en los ambientes de servicio en que normalmente trabajan las aleaciones de Al-Zn-Mg. Sin embargo, no es una tarea fácil, pues se trata de un proceso muy complejo en el que interaccionan toda una serie de variables químicas, mecánicas y microestructurales, lo que dificulta sobremanera su análisis.

Existen dos filosofías para tratar el problema de la fatiga. En la aproximación clásica se intenta conocer la vida total en fatiga de un componente sometido a cargas o deformaciones cíclicas, hasta que se produce su rotura catastrófica. El inconveniente de esta aproximación consiste en que mezcla dos fenómenos esencialmente distintos: la nucleación de la grieta y su posterior crecimiento hasta que se produce la rotura. La segunda filosofía, basada en la mecánica de la fractura, asume que todos los componentes estructurales pueden estar fisurados. El tamaño de la fisura inicial se estima por medio de técnicas no destructivas (líquidos penetrantes, ultrasonidos o rayos X, por ejemplo), y la vida en fatiga del componente se determina a partir del número de ciclos

necesario para propagar la fisura desde su valor inicial hasta un cierto tamaño crítico. En esta filosofía de diseño, que se conoce como tolerancia al daño, se desligan totalmente los procesos de nucleación y crecimiento de la grieta, y para predecir la velocidad de propagación de la fisura se emplean leyes empíricas basadas en la mecánica de la fractura elástica y lineal (Elices, 1988). Esta segunda aproximación es la que se ha seguido en la presente tesis doctoral.

Como hemos dicho, el proceso de fisuración por fatiga de un material puede dividirse en dos etapas: nucleación y crecimiento de la grieta. En la primera de ellas la deformación plástica cíclica da lugar a la iniciación de una microfisura en un lugar favorable de la superficie del material (un concentrador de tensión, por ejemplo). En ausencia de un ambiente agresivo las fisuras se inician en las bandas de deslizamiento persistente que afloran a la superficie del material (Ewalds y Wanhill, 1989).

La presencia de un medio agresivo puede favorecer la iniciación de fisuras por varios mecanismos, como pueden ser la concentración de tensiones que producen las picaduras superficiales, la disolución preferente de los bordes de grano, el ataque preferencial de las bandas de deslizamiento persistente que emergen a la superficie y otros procesos (Duquette, 1990).

Una vez que la fisura se ha iniciado y tiene un cierto tamaño comienza la etapa de propagación. Cuando el estudio del crecimiento de fisuras por fatiga se hace por medio de la mecánica de la fractura elástica y lineal, el parámetro que gobierna el proceso en ambientes inertes es la oscilación del factor de intensidad de tensiones  $\Delta K$ . La velocidad de crecimiento de la grieta por ciclo  $da/dN$  es función unívoca de  $\Delta K$  en la parte intermedia de la curva  $da/dN$  vs.  $\Delta K$ . Esta misma aproximación se usa en corrosión fatiga aunque al tratarse de un fenómeno muy localizado en torno al fondo de la fisura y por efecto de los procesos químicos locales, puede que  $da/dN$  dependa no sólo de  $\Delta K$ , sino también de la longitud y la geometría de la grieta a través de su influencia en el proceso de transporte del medio agresivo al fondo de la fisura.

El comportamiento de los materiales en corrosión fatiga puede clasificarse de acuerdo a tres categorías según se representa en la figura 5.

- a. Corrosión fatiga verdadera: bajo la acción combinada de las cargas cíclicas y el medio agresivo la velocidad de la grieta se acelera en todo el intervalo de valores de  $\Delta K$ , excepto para valores muy altos de  $\Delta K$  en que la rotura se debe fundamentalmente a procesos mecánicos y el

efecto del medio ambiente deja de tener importancia. Este comportamiento es típico de las aleaciones de aluminio de la serie 7000 ensayadas en vapor de agua, aire húmedo y soluciones acuosas de cloruros.

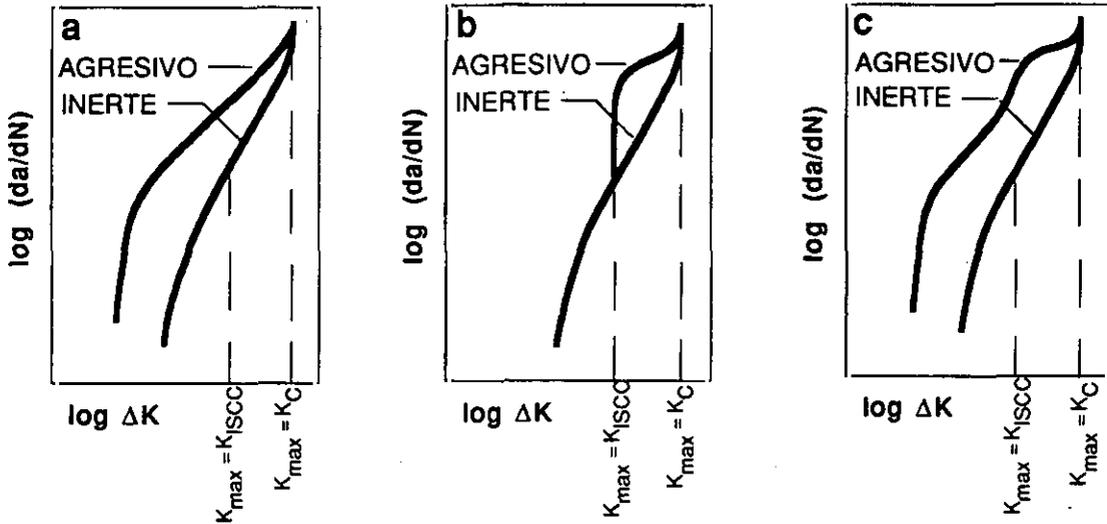


Fig. 5. Tipos de comportamiento en corrosión fatiga (Mc Evily y Wei, 1972)

- b. Corrosión bajo tensión-fatiga: sólo se observa incremento en la velocidad de propagación de la grieta para valores de  $\Delta K$  en los que el factor de intensidad de tensiones máximo está por encima de  $K_{ISCC}$  (umbral de corrosión bajo tensión, o sea para cargas estáticas). El principio de la curva muestra un aumento muy pronunciado en la velocidad de crecimiento para después pasar a un tramo prácticamente horizontal en que la dependencia con  $\Delta K$  es muy pequeña. Este tipo de comportamiento es típico de los aceros de alto límite elástico en atmósferas de  $H_2S$ .
- c. Mixta: es el caso más frecuente y se trata de una situación intermedia entre las dos anteriores.

En las aleaciones de Al-Zn-Mg se han realizado numerosos estudios experimentales de propagación de fisuras por fatiga en dos tipos de ambientes:

- soluciones acuosas de cloruros, y
- gases húmedos y vapor de agua de alta pureza.

### 1.1.2.2.1 Ambientes acuosos

En los estudios experimentales de corrosión fatiga en medios líquidos realizados sobre las aleaciones de aluminio de la serie 7000 se han usado casi exclusivamente disoluciones acuosas de cloruros (principalmente NaCl), agua de mar y agua destilada. Numerosos autores (Speidel, 1974; Smith y otros, 1977; Holroyd y Hardie, 1983, 1984; Green y Knott, 1989) han comprobado que estos ambientes provocan una aceleración notable en la velocidad de propagación de las grietas con referencia a un ambiente inerte, como por ejemplo una atmósfera de alto vacío.

En el proceso de corrosión fatiga en medios agresivos acuosos intervienen variables de tipo químico, mecánico y microestructural cuyo efecto es difícil de aislar. Entre las que se han estudiado con más detalle en estas aleaciones podemos destacar la frecuencia de ensayo, el potencial de electrodo, las condiciones ambientales dentro de la grieta, los mecanismos de cierre de fisura y en menor medida el efecto de algunos elementos aleantes en el proceso.

#### A. Efecto de la frecuencia

Algunos autores (Holroyd y Hardie, 1983, 1984; Green y Knott, 1989) han puesto de manifiesto la influencia de la frecuencia de ensayo en la velocidad de propagación de las grietas en estas aleaciones en presencia de ambientes agresivos acuosos. Como se puede apreciar en la figura 6, a medida que disminuye la frecuencia de ensayo aumenta la velocidad de propagación. Este efecto, que no se da en ambientes inertes, es característico de la corrosión fatiga y se debe a que al disminuir la frecuencia aumenta el tiempo disponible para que interaccionen el medio agresivo y el material, con lo que la fragilización que se produce es mayor. Estos autores han observado que en sus experimentos existe una velocidad de propagación crítica a partir de la cuál las curvas de crecimiento de grietas por fatiga en agua de mar se desvían hacia la curva correspondiente al ambiente inerte de referencia. El valor de la velocidad al que se produce la transición es inversamente proporcional a la raíz cuadrada de la frecuencia de ensayo (Holroyd y Hardie, 1983, 1984; Green y Knott, 1989), por lo que dichos autores sugieren que la difusión de hidrógeno por delante del extremo de la grieta controla la transición.

#### B. Efecto del potencial de electrodo

En presencia de disoluciones acuosas de cloruros el potencial de electrodo aplicado a la muestra afecta de un modo significativo al proceso de corrosión fatiga en las aleaciones de Al-Zn-Mg. Estos ambientes provocan una aceleración en la velocidad de propagación

de las grietas a potencial libre de corrosión, como hemos señalado anteriormente. Sin embargo, con polarización catódica se puede disminuir apreciablemente el efecto dañino del ambiente. Para valores intermedios de  $\Delta K$ , Stoltz y Pelloux (1972) han observado que la aplicación de un potencial catódico a una aleación 7075 reduce la velocidad de crecimiento de la fisura en una disolución de NaCl al 3,5% a los valores correspondientes a una atmósfera de argón seco, como se observa en la figura 7. Los mismos autores han mostrado que la polarización afecta al modo microscópico de rotura en corrosión fatiga: con potenciales catódicos se forman estrías dúctiles en la superficie de fractura, mientras que con potenciales anódicos se forman estrías frágiles, más anchas y planas, asociadas al proceso de fatiga en ambientes agresivos. Por otra parte, la polarización anódica parece favorecer el efecto fragilizador del ambiente en algunas aleaciones, aunque el efecto no es tan claro como en el caso de la polarización catódica.

El mecanismo responsable de este efecto es objeto de controversia, aunque existe una cierta probabilidad de que sea debido a fragilización por hidrógeno (Gangloff, 1990).

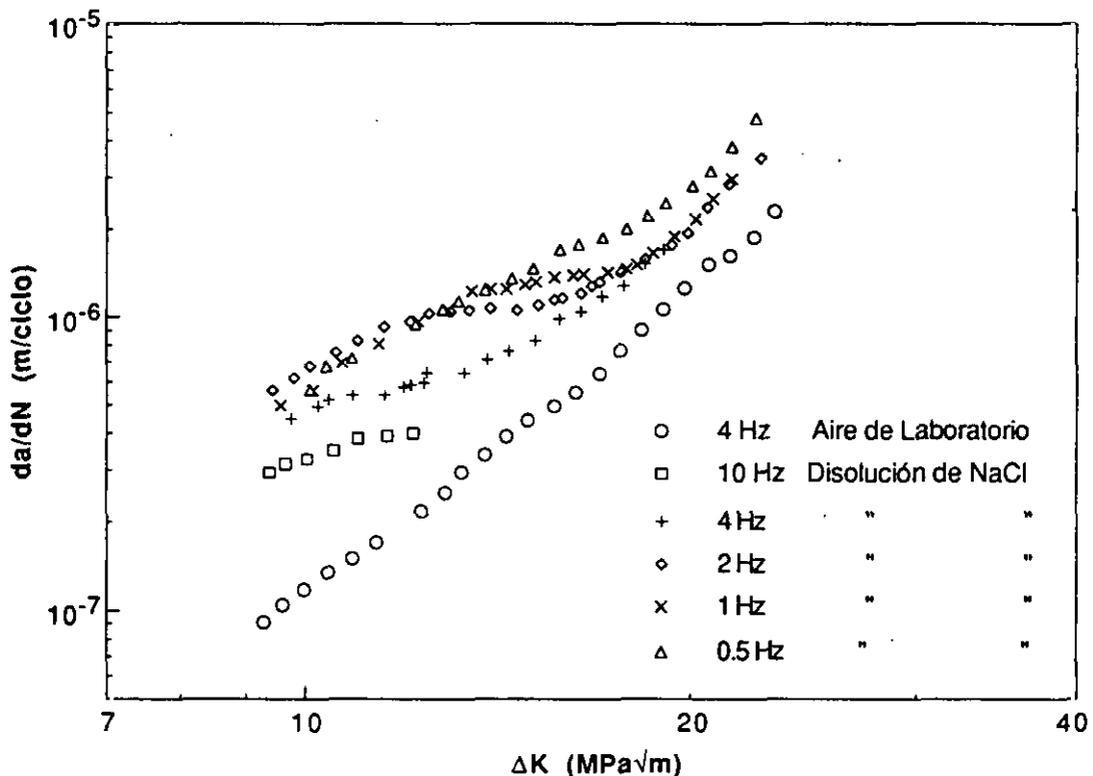


Fig. 6. Influencia de la frecuencia en la velocidad de propagación de fisuras por fatiga en la aleación 7475 en agua salina (Green y Knott, 1989)

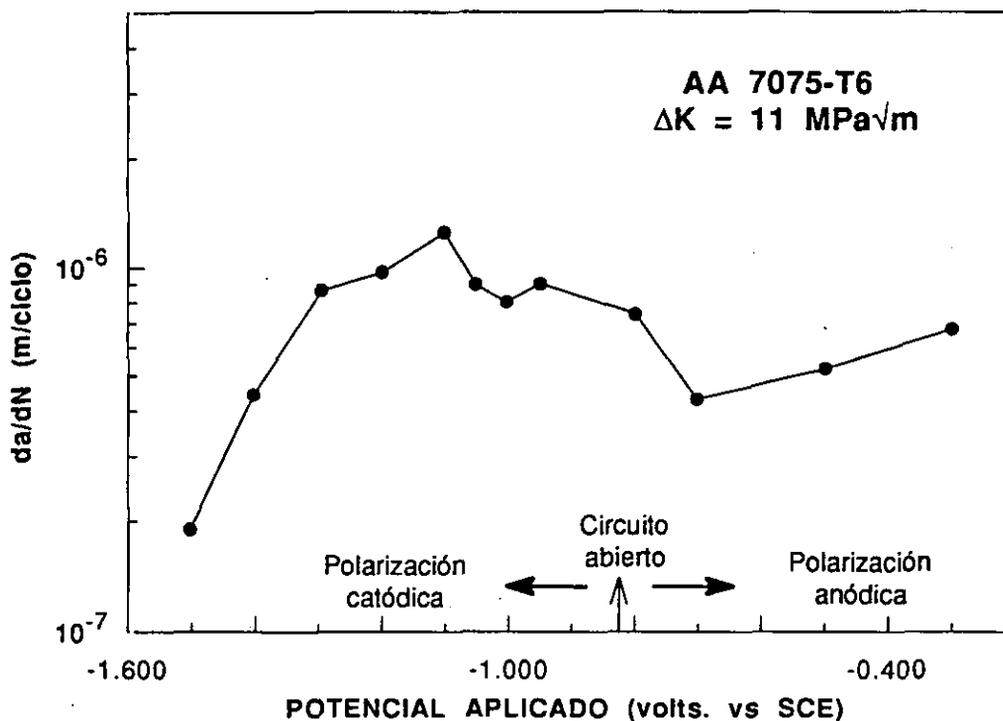


Fig. 7. Dependencia de la velocidad de propagación de las grietas con el potencial aplicado en la aleación 7075-T6 (Stoltz y Pelloux, 1972).

### C. Condiciones ambientales dentro de la grieta

Las condiciones ambientales dentro de la fisura generalmente difieren de las correspondientes al medio ambiente que rodea a la muestra. Durante el proceso de transporte del medio agresivo hacia el fondo de la grieta tienen lugar reacciones electroquímicas entre el ambiente y el material a lo largo de la fisura que pueden producir variaciones en la composición química local del medio que está en contacto con el extremo de la grieta. Así, para una aleación 7075-T651 en una disolución de cloruro de potasio al 4% se ha observado que el pH dentro de la grieta se mantiene entre 3,5 y 4 aunque el pH de la disolución externa varíe entre 2 y 10 (Holroyd, 1990). Si la composición química local del medio agresivo en el fondo de la fisura depende de la geometría y la longitud de la grieta según el proceso de transporte descrito anteriormente, la velocidad de propagación de la grieta podría también depender de estos parámetros, lo que introduce nuevas dificultades en la interpretación del fenómeno.

### D. Cierre de fisura

El fenómeno del cierre de la fisura se produce por el contacto prematuro entre las superficies de la grieta en la parte descendente del ciclo de fatiga, antes de que se alcance

el valor mínimo del factor de intensidad de tensiones correspondiente a la oscilación. Así se reduce el valor efectivo de la amplitud de oscilación del factor de intensidad de tensiones con respecto al valor nominal aplicado a la muestra y, consiguientemente, se reduce la velocidad de propagación de la fisura.

El efecto del cierre de fisura es máximo para valores pequeños de  $\Delta K$  para los cuáles el desplazamiento relativo de los labios de la fisura es también muy pequeño. A medida que aumenta  $\Delta K$  el efecto del cierre en la velocidad de propagación es cada vez menor, hasta hacerse despreciable para valores altos de  $\Delta K$ .

En presencia de un medio agresivo se pueden formar depósitos de corrosión en el interior de la grieta, lo que puede dar lugar a un importante efecto de cierre, por el mecanismo que se observa en la figura 8. Debido a este efecto, la velocidad de propagación de la fisura para valores de  $\Delta K$  cercanos al umbral puede ser incluso menor que la correspondiente a un ambiente inerte (Suresh, 1991).

Por otra parte, el contacto prematuro de las superficies de la grieta puede influir en el proceso de transporte del medio agresivo al fondo de la fisura (Gangloff, 1990) y, de este modo, en las condiciones ambientales en el interior de la grieta, como hemos visto en el apartado anterior.

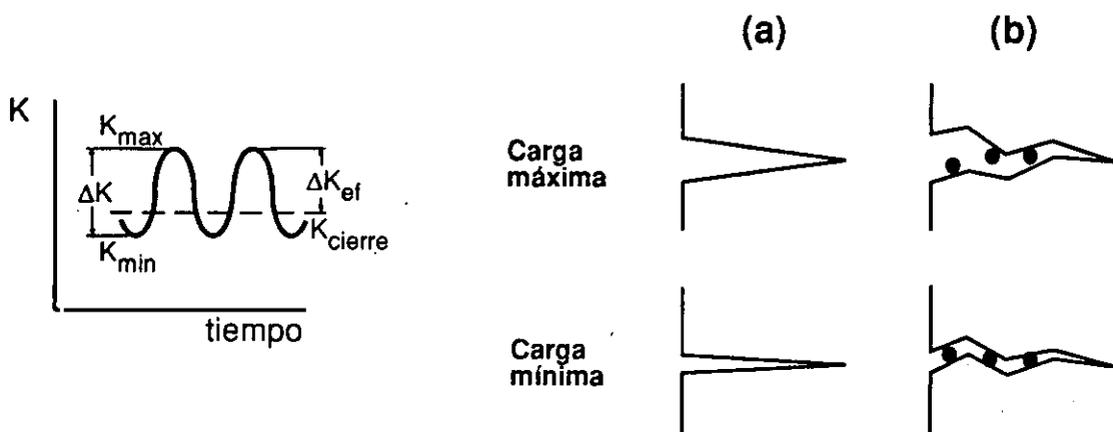


Fig. 8. Efecto del cierre de fisura en  $\Delta K$ : (a) no existe cierre,  $\Delta K = K_{max} - K_{min}$ . (b) cierre debido a depósitos de corrosión,  $\Delta K_{ef} = K_{max} - K_{cierre}$ .

### E. Efecto de los elementos aleantes

A pesar de que existen muchos trabajos experimentales sobre la influencia de las variables microestructurales en corrosión bajo tensión, en corrosión fatiga este aspecto ha recibido una atención muy limitada. Lin y Starke estudiaron el efecto del contenido de

cobre en el proceso de corrosión fatiga de una aleación Al-Zn-Mg-Cu en agua destilada. Según sus resultados la velocidad de propagación decrece a medida que aumenta el contenido en cobre entre un 0,01 y un 2,1%. Este efecto se observa de forma más aguda para valores intermedios de  $\Delta K$  y para los tratamientos térmicos de máxima resistencia ("peak aged"). Según la explicación de los autores, a medida que aumenta el contenido en cobre de la aleación los precipitados se vuelven más incoherentes con la matriz, lo que produce una distribución más homogénea de la deformación plástica en el seno del material, con la consiguiente disminución en la velocidad de la grieta (Lin y Starke, 1980).

Este razonamiento proporciona una explicación a las superiores propiedades en corrosión fatiga de las aleaciones de la serie 2000 (tienen cobre) frente a las de la serie 7000 (no tienen cobre por lo general).

#### **1.1.2.2 Mecanismos de corrosión fatiga en ambientes acuosos**

Aunque la corrosión bajo tensión y la corrosión fatiga corresponden a sollicitaciones mecánicas de distinta naturaleza (monótona en el primer caso y cíclica en el segundo), son esencialmente dos fenómenos de fisuración acelerada por el ambiente. Por este motivo no es de extrañar que los mecanismos propuestos para explicar el fenómeno de la corrosión fatiga coincidan con los que se sugieren en corrosión bajo tensión: la disolución anódica y la fragilización por hidrógeno. A continuación se exponen algunas evidencias experimentales que dan crédito a ambos mecanismos en ambientes acuosos.

##### **A. Mecanismo de disolución anódica**

La fisuración y posterior rotura de un material sometido a cargas monótonas (corrosión bajo tensión) o cíclicas (corrosión fatiga) en presencia de un ambiente acuoso ha sido atribuida por algunos autores al ataque localizado del medio agresivo en zonas del material en las que existe una concentración de tensiones, como puede ser el extremo de una grieta. Uno de los máximos defensores de este mecanismo (Ford, 1977) postula un proceso secuencial de fragilización constituido por las siguientes etapas:

- a. transporte de las especies activas ( $H_2O$ ,  $Cl^-$ ,  $I^-$ ) por difusión líquida hacia la región del fondo de la fisura,
- b. rotura de la capa protectora de óxido en los puntos de emergencia de los planos de deslizamiento en el extremo de la grieta,

- c. disolución de la superficie expuesta al ambiente, y
- d. nucleación y crecimiento de óxido (repasivación) en la superficie atacada.

Basándose en esta aproximación Ford y Andresen (1989) han propuesto un modelo que permite predecir de una forma bastante fiable el comportamiento en corrosión fatiga de aceros inoxidable austeníticos y aceros de baja aleación en presencia de agua a alta temperatura (288 °C). En aleaciones de aluminio también se ha aplicado un modelo basado en el mecanismo de la disolución anódica (Ford, 1977), aunque los resultados obtenidos no son tan concluyentes. Este autor afirma que en una aleación de Al-7%Mg de resistencia media ensayada en disoluciones acuosas de cloruros o sulfatos la disolución anódica controla el proceso de corrosión fatiga. Según sus resultados los cálculos de velocidad de disolución anódica explican de una forma cuantitativa las velocidades de propagación observadas, lo que no puede hacer un mecanismo de fragilización por hidrógeno. No obstante, es preciso señalar que el criterio de rotura propuesto por Ford para el proceso de fragilización por hidrógeno es discutible. Según su hipótesis la rotura del metal se produce en las proximidades de los precipitados presentes en las fronteras de grano debido a la sobrepresión de hidrógeno molecular nucleado en estas partículas. Para que se produzca tal efecto, el grado de supersaturación del gas tiene que ser muy alto en esos lugares. Sin embargo, algunos cálculos de supersaturación de hidrógeno en hierro realizados a temperatura ambiente dan como resultado valores extremadamente pequeños de la supersaturación (Johnson y Hirth, 1976), muy inferiores a los necesarios para que se produzca la fragilización en el material.

## **B. Mecanismo de fragilización por hidrógeno**

El mecanismo de fragilización por hidrógeno, por su parte, puede explicar algunas evidencias experimentales observadas en las aleaciones de Al-Zn-Mg. Entre ellas podemos citar la similitud entre la dependencia de la permeación de hidrógeno y la corrosión bajo tensión con el potencial de electrodo (Gest y Troiano, 1974), la presencia de hidrógeno gaseoso en las fronteras de grano (Christodoulou y Flower, 1980) y el efecto de fragilización producido por la pre-exposición de estas aleaciones a medios acuosos y gaseosos húmedos (Gest y Troiano, 1974; Montgrain y Swann, 1974; Scamans, Alani y Swann, 1976; Holroyd y Hardie, 1981). Según lo que piensan la mayoría de los investigadores, el avance de la grieta se produce de un modo secuencial, a través de una serie de etapas, algunas de las cuáles son comunes al mecanismo de disolución anódica:

- a. transporte del medio agresivo entre las paredes de la grieta hacia el fondo de la fisura,
- b. reacción del electrolito con las superficies frescas creadas por fatiga para producir hidrógeno, que se adsorbe cerca de la punta de la grieta,
- c. absorción de los átomos adsorbidos en el interior del material y
- d. reacción de fragilización (rotura de los enlaces metal-H-metal).

Como hemos dicho, estas etapas forman parte de un secuencia, lo que hace que la más lenta de ellas sea la que domine la velocidad global del proceso. El último de los pasos del proceso es objeto de controversia, pues no existe acuerdo sobre el fenómeno concreto a través del cuál el hidrógeno provoca la fragilización a nivel atómico. Más adelante en este capítulo se resumen los principales mecanismos que han sido propuestos para tratar de explicar este aspecto.

Tanto en el mecanismo de disolución anódica como en el de fragilización por hidrógeno, los procesos descritos implican la existencia de reacciones electroquímicas en el extremo de la grieta. Por este motivo la formación de una capa de óxido protectora en la superficie expuesta influye en ambos mecanismos a través de tres factores: la velocidad de rotura de la capa pasiva, la velocidad de renovación de la disolución y la velocidad de repasivación (Suresh, 1991).

#### **1.1.2.2.3 Ambientes gaseosos**

La buena resistencia a la corrosión de las aleaciones de aluminio hace que no se oxiden cuando se encuentran situadas a la intemperie. Sin embargo, cuando estos materiales están sometidos a fatiga, la humedad atmosférica se convierte en un agente agresivo que puede hacer aumentar la velocidad de propagación de las fisuras en más de un orden de magnitud con respecto a una atmósfera de alto vacío. Este interesante aspecto ha despertado la curiosidad de numerosos investigadores, aunque el fenómeno no se ha investigado tan detalladamente como en el caso de los ambientes acuosos. Quizás esto sea debido, al menos parcialmente, a la complejidad experimental que llevan consigo estos experimentos. Para mantener una atmósfera gaseosa pura y controlada en los alrededores de la muestra es preciso construir dispositivos muy sofisticados, que consisten por lo general en cámaras de alto vacío acopladas a máquinas de ensayos mecánicos.

En los estudios de corrosión fatiga llevados a cabo en las aleaciones de Al-Zn-Mg en presencia de ambientes gaseosos no se ha analizado de forma tan sistemática el efecto de las diferentes variables que influyen en el fenómeno. Así por ejemplo, algunos autores (Bradshaw y Wheeler, 1969; Dicus, 1984) han investigado el efecto de la frecuencia en la velocidad de crecimiento de la grieta en atmósferas gaseosas con diferentes contenidos de vapor de agua y sus resultados no coinciden. Los primeros afirman que la velocidad de propagación depende únicamente de la exposición, que se define como el cociente entre la presión de vapor de agua y la frecuencia (Bradshaw y Wheeler, 1969). Por su parte Dicus no ha encontrado ningún efecto de la frecuencia en la velocidad de propagación entre 1 y 10 Hz, sólo la presión de vapor de agua controla dicho parámetro en una aleación 7475-T651 (Dicus, 1984). Existen no obstante otros aspectos que han sido estudiados con más detalle, entre los que merecen citarse los siguientes: el efecto de la presión de vapor de agua en la velocidad de propagación, el efecto de la preexposición en ambientes húmedos y el efecto del ambiente en el modo microscópico de rotura.

#### **A. Efecto de la presión de vapor de agua**

Se han llevado a cabo numerosos trabajos experimentales para tratar de averiguar el efecto de diferentes composiciones gaseosas en la velocidad de crecimiento de grietas por fatiga en las aleaciones de aluminio de la serie 7000. En presencia de gases secos, tales como hidrógeno, argón y nitrógeno, no se produce ninguna aceleración en la velocidad de propagación de la grieta. Sin embargo cuando estos mismos gases tienen un cierto contenido de humedad la velocidad crece a medida que aumenta la proporción de vapor de agua, independientemente del gas del que se trate.

Los resultados obtenidos por Wei y sus colaboradores en dos aleaciones de aluminio, una de la serie 2000 (Al-Cu) y otra de la serie 7000 (Al-Zn-Mg-Cu), ensayadas en presencia de vapor de agua de alta pureza a diferentes presiones muestran dos características comunes (Wei y otros, 1980; Gao, Pao y Wei, 1988):

- a. los efectos ambientales son casi inexistentes para valores de la presión por debajo de un cierto valor umbral, que para estas aleaciones está situado entorno a 2 Pa, y
- b. por encima de este valor, la velocidad de propagación aumenta rápidamente a medida que aumenta la presión de vapor de agua, hasta que se alcanza un valor de saturación, que se encuentra en un intervalo comprendido entre 5 y 10 Pa para ambas aleaciones.

Como se observa en la figura 9, en la aleación 7075-T651 se detecta además una segunda transición entre 100 y 200 Pa que, como comentaremos más adelante, se atribuye a las reacciones químicas del vapor de agua con el magnesio segregado en las fronteras de grano.

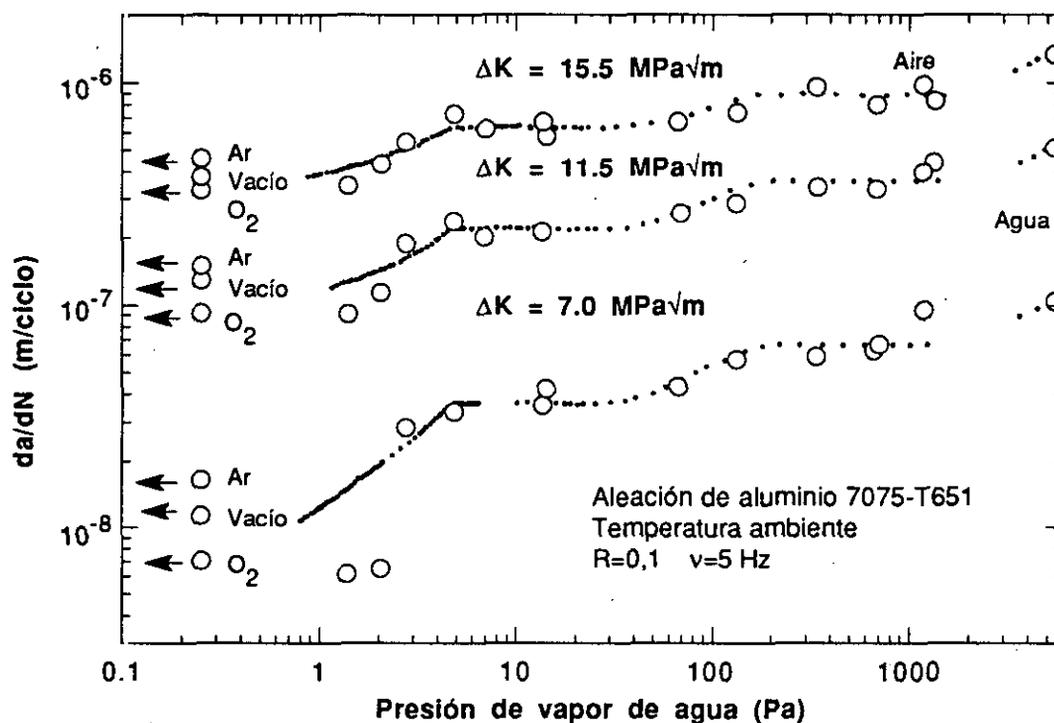


Fig. 9. Influencia de la presión de vapor de agua en la velocidad de propagación de fisuras por fatiga en la aleación de aluminio 7075-T651 (Gao, Pao y Wei, 1988).

Los ensayos realizados en ambientes inertes dan como resultado velocidades de propagación muy parecidas en argón y alto vacío; mientras que en presencia de oxígeno seco las grietas avanzan más despacio que en alto vacío en el caso de la aleación 7075-T651. La morfología de las superficies de fractura en oxígeno es distinta de la que se produce en vacío. Los autores achacan estas variaciones a diferentes micromecanismos de propagación de la grieta en oxígeno y en alto vacío (Gao, Pao y Wei, 1988).

### B. Efecto de la preexposición

Como hemos visto en el apartado anterior la presencia de vapor de agua en la atmósfera que rodea la muestra reduce la vida en fatiga de las aleaciones de Al-Zn-Mg. Un efecto de fragilización similar se puede conseguir exponiendo las muestras a una atmósfera húmeda

antes de realizar el ensayo. Según los resultados de Ricker y Duquette (1988) en una aleación de Al-Zn-Mg de alta pureza, la preexposición en aire húmedo (con una humedad relativa del 87%) provoca una fragilización análoga a la que produce este mismo ambiente durante el ensayo de fatiga.

Un aspecto muy importante de este fenómeno es su reversibilidad. El efecto de fragilización provocado por la preexposición en aire húmedo se elimina completamente cuando las muestras se almacenan en vacío durante aproximadamente un mes. Los autores atribuyen este comportamiento a la fragilización por hidrógeno. Según su explicación, el hidrógeno introducido en la muestra durante la preexposición en aire húmedo se puede desorber en vacío y de este modo el material recupera completamente sus propiedades. Los cálculos de difusión clásica indican que, suponiendo un coeficiente de difusión del hidrógeno en aluminio de  $10^{-13}$  m<sup>2</sup>/s, la proporción de hidrógeno desorbido alcanza el 96% del total tras mantener las muestras 35 días en vacío (Ricker y Duquette, 1988).

Otros autores (Scamans, Alani y Swann, 1976) han encontrado el mismo efecto en una aleación de Al-6%Zn-3%Mg de alta pureza ensayada a tracción simple. Según los resultados de estos autores, cuando una muestra de esta aleación preexpuesta en aire húmedo se ensaya a tracción en vacío, se desprende hidrógeno del material en la rama elástica de la curva tensión deformación. El mismo experimento realizado con muestras preexpuestas en aire seco no muestra ningún desprendimiento de gas. Sin embargo, contrariamente a lo que sucedía con anterioridad, el almacenamiento en vacío de las muestras no elimina el efecto fragilizador producido por la preexposición. Si en lugar de la aleación de alta pureza se utiliza una aleación de aluminio 7075 comercial, la reducción en la ductilidad debida a la preexposición en aire saturado de vapor de agua se puede recuperar tras dejar las muestras varios días en aire de laboratorio (Scamans, Alani y Swann, 1976).

### **C. Efecto del ambiente en el modo microscópico de rotura**

La mecánica de medios continuos permite estimar el estado de tensiones y deformaciones en el extremo de una fisura a través del factor de intensidad de tensiones. Sin embargo, ciertos resultados de propagación de grietas por fatiga en aleaciones de la serie 7000 muestran que la deformación local en el fondo de la grieta puede depender del ambiente que rodea a la muestra. Algunos autores (Davidson y Lankford, 1983; Lankford y Davidson, 1983; Nix y Flower, 1982) han llevado a cabo estudios microscópicos sobre el efecto del vapor de agua en la velocidad de propagación de grietas por fatiga. Los

resultados muestran que este medio ambiente influye en los procesos de deformación que tienen lugar en el extremo de la grieta. En la aleación 7075-T651 Lankford y Davidson han observado, por medio de microscopía electrónica de barrido, que la presencia de vapor de agua hace que disminuya la deformación plástica que es capaz de soportar la punta de la fisura antes de que se produzca la extensión 'frágil' de la grieta. Asimismo han comprobado que el proceso de crecimiento de la grieta es discontinuo: comienza con una grieta afilada y cada ciclo de fatiga redondea la punta de la fisura e incrementa la deformación hasta que llega un momento en que el extremo de la grieta no puede soportar la deformación plástica acumulada y se produce la extensión 'frágil' de la fisura. El efecto del vapor de agua es reducir el número de ciclos de fatiga necesarios para que se produzca dicha extensión.

Por su parte, Nix y Flower (1982) han notado diferencias en la naturaleza de la superficie de fractura en muestras de la aleación 7010-T6 ensayadas a fatiga en ambientes húmedos y secos. Por medio de estudios de microscopía electrónica de transmisión (de pequeños discos que incluían la superficie de fractura) han observado que la fractura en ambientes secos (argón seco y oxígeno seco) es enteramente dúctil y no aparecen estrías de fatiga en la superficie de fractura, mientras que en ambientes húmedos la rotura se produce por clivaje en planos {110} y se forman estrías bien definidas en la superficie.

#### 1.1.2.2.4 Mecanismos de corrosión fatiga en ambientes gaseosos

Las evidencias experimentales que se han descrito en los apartados anteriores apuntan al vapor de agua como responsable de la corrosión fatiga en las aleaciones de aluminio de la serie 7000 en ambientes gaseosos. En cuanto al mecanismo por el que se produce la fragilización, la mayoría de los autores están de acuerdo en que no puede ser la disolución anódica. Como se observa en la figura 9, se producen incrementos apreciables en la velocidad de propagación de las fisuras para valores de la presión de vapor de agua de 5 Pa, que corresponden a un vacío moderado. En esas condiciones de presión y temperatura es muy poco probable que se produzca condensación capilar en el fondo de la fisura, o sea, que la punta de la grieta no estará cubierta de agua líquida. Y si no existe un electrolito, no puede haber disolución anódica. Por este motivo, la alternativa más viable es recurrir a un mecanismo de fragilización por hidrógeno. Se cree que la fragilización es producida por el hidrógeno que se desprende por la reacción del vapor de agua con el metal en las superficies frescas creadas por fatiga según la secuencia:



Esta reacción es bien conocida por los fabricantes de las aleaciones, pues a temperaturas elevadas todas las trazas de vapor de agua presentes en el horno de homogeneización que entran en contacto con el material fundido se convierten en hidrógeno que se disuelve en el material (Polmear, 1981).

Sin embargo, a pesar de que el mecanismo de fragilización está asociado con el hidrógeno, el hidrógeno molecular seco no provoca un aumento en la velocidad de propagación, como hemos expuesto antes. Algunos autores han argumentado que la capa de óxido que recubre al aluminio actúa como una trampa que impide la entrada del hidrógeno. No obstante este efecto se sigue produciendo incluso cuando se están creando continuamente superficies nuevas y libres de óxidos, como ocurre en fatiga. El hidrógeno molecular seco no acelera la velocidad de propagación de las fisuras en las aleaciones Al-Zn-Mg ni bajo cargas monótonas ni bajo cargas cíclicas. Esta aparente contradicción se explica porque la reacción superficial del vapor de agua con el aluminio puede causar fugacidades de hidrógeno atómico sustancialmente mayores que las asociadas al hidrógeno molecular (Speidel, 1974).

Existen otros argumentos a favor de la fragilización por hidrógeno que se derivan de algunas evidencias experimentales citadas anteriormente, como por ejemplo el efecto del oxígeno seco en la velocidad de propagación. Según los resultados de Wei y sus colaboradores, para la aleación 7075-T651 la velocidad de propagación en una atmósfera de oxígeno seco es incluso menor que la correspondiente a un vacío elevado (Gao, Pao y Wei, 1988). Esto se puede explicar teniendo en cuenta que incluso en un vacío elevado hay un cierto contenido de vapor de agua residual que puede reaccionar con el aluminio según la reacción (1) y producir hidrógeno. La presencia de inhibidores, tales como el oxígeno, puede modificar las características de adsorción y absorción del hidrógeno y reducir sus efectos (Sudarshan y Louthan, 1987), descendiendo así la velocidad de propagación.

Para explicar el fenómeno de la corrosión fatiga en ambientes gaseosos se ha propuesto un proceso secuencial de fragilización similar a los propuestos en ambientes acuosos, que se representa de forma esquemática en la figura 10.

La novedad del proceso en ambientes gaseosos reside en que una vez que la fase gaseosa responsable de la corrosión fatiga (el vapor de agua) llega a la punta de la fisura y reacciona con el aluminio, se produce hidrógeno, que se adsorbe en la superficie limpia, primero físicamente y después químicamente, disociándose en las especies atómicas.

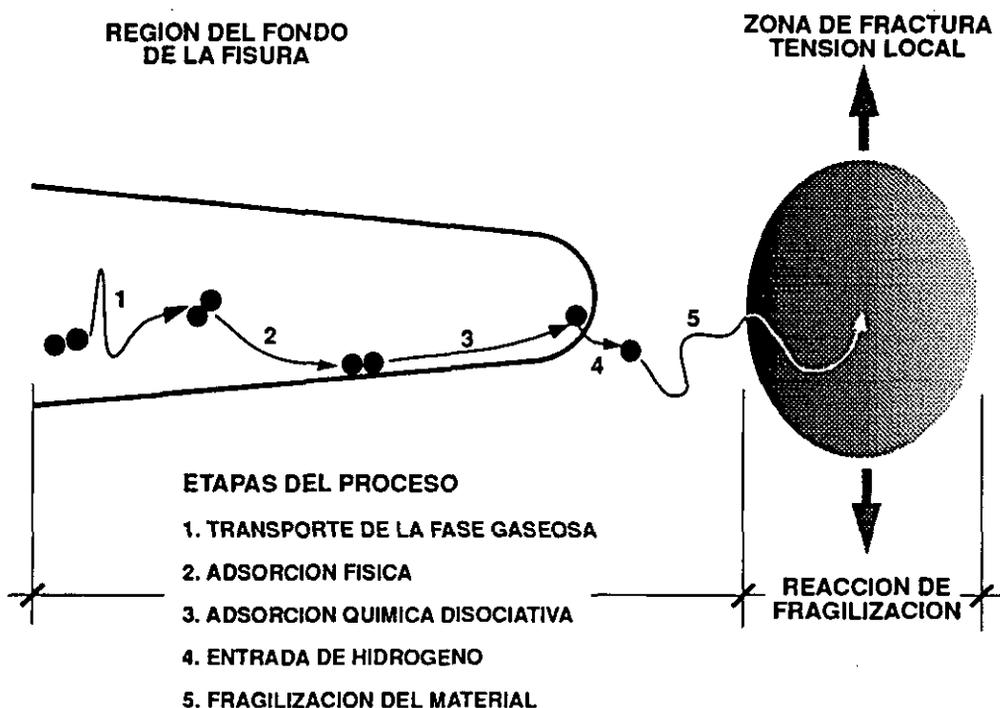


Fig.10. Proceso secuencial de fragilización en ambientes gaseosos (Wei y Simmons, 1981).

El transporte del hidrógeno atómico dentro de la estructura del material puede realizarse por varios procedimientos: por difusión clásica a través de la red, a través de las fronteras de grano y por dislocaciones móviles. Existen argumentos a favor y en contra de cada uno de estos procesos, aunque teniendo en cuenta las características del proceso de deformación que se produce por delante de la punta de la fisura y la distancia del extremo de la grieta a la que se observan los efectos del ambiente, parece más probable la implicación de las dislocaciones en el transporte (Gangloff, 1990).

### 1.1.2.3 Modelos de corrosión fatiga

Para explicar los diferentes comportamientos de los materiales en corrosión fatiga se han propuesto varios modelos. Sin embargo, debido a la complejidad del proceso no existe un modelo único que sea aplicable a un conjunto amplio de materiales y ambientes. Por lo que se refiere a los metales, se han postulado dos modelos: el modelo de superposición y el modelo de competición.

#### A. Modelo de superposición

Este modelo fue propuesto por Wei y sus colaboradores (Weir, Simmons, Hart y Wei, 1980; Wei y Simmons, 1981; Wei y Shim, 1983). En él se supone que la velocidad de

crecimiento de la grieta en un ambiente agresivo  $(da/dN)_e$  se puede descomponer en tres términos:

$$\left(\frac{da}{dN}\right)_e = \left(\frac{da}{dN}\right)_r + \left(\frac{da}{dN}\right)_{scc} + \left(\frac{da}{dN}\right)_{cf} \quad (2)$$

El primer término  $(da/dN)_r$  representa la velocidad de crecimiento por fatiga mecánica pura (en un ambiente inerte) y es independiente de la frecuencia. El segundo término  $(da/dN)_{scc}$  representa la velocidad de crecimiento por corrosión bajo tensión (contribución estática) que sólo influye para valores de  $\Delta K$  en los que el factor de intensidad de tensiones máximo  $K_{max}$  está por encima de  $K_{Isc}$  (umbral de corrosión bajo tensión). El término  $(da/dN)_{cf}$  representa la velocidad de crecimiento por corrosión-fatiga, debido a la interacción sinérgica entre el proceso de fatiga y el ataque del medio agresivo. Este último término es el responsable de que se produzca una aceleración en la velocidad de propagación de las fisuras para valores de  $K_{max}$  por debajo de  $K_{Isc}$ , como sucede en las aleaciones de Al-Zn-Mg.

El modelo se asienta en la hipótesis de que el aumento en la velocidad de propagación de la grieta se debe a la fragilización por hidrógeno. La contribución debida a la corrosión fatiga  $(da/dN)_{cf}$  se supone proporcional a la cantidad de hidrógeno producido por la reacción (1) en el extremo de la grieta durante cada ciclo de fatiga que, por otra parte, es proporcional al área de fisura creada y a la extensión de la reacción superficial o recubrimiento (Weir, Simmons, Hart y Wei, 1980):

$$\left(\frac{da}{dN}\right)_{cf} \propto \Delta a \cdot \theta \quad (3)$$

donde  $\Delta a$  es el incremento en la longitud de la grieta por ciclo y  $\theta$  representa el recubrimiento ( $0 \leq \theta \leq 1$ ). De este modo se puede predecir la dependencia del término de interacción  $(da/dN)_{cf}$  con la frecuencia de ensayo y la presión de vapor en ambientes gaseosos. Según los resultados de Wei en una aleación 7075-T651 ensayada en vapor de agua de alta pureza, el proceso de corrosión fatiga para presiones bajas de vapor de agua (hasta 67 Pa) está controlado por la velocidad de transporte del medio agresivo al fondo de la grieta. Por encima de 67 Pa se produce un aumento adicional en la velocidad de propagación que parece estar controlado por la reacción superficial del vapor de agua con el magnesio segregado en esta aleación (Gao, Pao y Wei, 1988). Los resultados experimentales se ajustan bien a las predicciones teóricas como se puede ver en la figura 9, en la que los círculos abiertos representan los resultados experimentales y las líneas de puntos representan los resultados de la modelización.

## **B. Modelo de competición**

Otros investigadores (Austen y Walker, 1977) ofrecen un modelo alternativo para explicar el fenómeno. Según sus hipótesis, los procesos de corrosión fatiga y corrosión bajo tensión no se superponen, sino que son mutuamente competitivos. Por este motivo las grietas se propagarán por el mecanismo más fácil de los dos posibles para un valor dado del factor de intensidad de tensiones.

Sin embargo, algunos estudios de fatiga en aleaciones de aluminio de alta resistencia en presencia de hidrógeno gaseoso muestran que el modelo de competición sobreestima las velocidades de propagación observadas (Sudarshan y Louthan, 1987).

Las limitaciones fundamentales de los modelos presentados emanan de su naturaleza semiempírica. No contemplan los procesos microscópicos de fractura ni tienen en cuenta el efecto del tamaño de la grieta en el proceso a través de su influencia en los procesos de transporte de las especies agresivas a la punta de la fisura, la velocidad de bombeo del ambiente a través de las paredes de la grieta o el cierre de la fisura (Suresh, 1991).

### **1.1.2.4 Mecanismos de fragilización por hidrógeno**

Existen muchas evidencias experimentales que señalan a la fragilización por hidrógeno como responsable del proceso de corrosión fatiga en las aleaciones de aluminio de la serie 7000, sobre todo en ambientes gaseosos, si bien el mecanismo de disolución anódica puede jugar un papel importante en el proceso en ambientes acuosos. Sin embargo no existe un conocimiento fundado del mecanismo concreto por el cuál el hidrógeno entra en la estructura del material y lo fragiliza.

Según observamos en el apartado dedicado a los ambientes gaseosos, el transporte del hidrógeno a través de la aleación hacia los lugares en los que se produce la fragilización se puede llevar a cabo por difusión clásica a lo largo de la red, por difusión a través de tuberías ("pipe diffusion") tales como fronteras de grano y dislocaciones y por transporte en dislocaciones móviles (Tien, Thompson, Bernstein y Richards, 1976).

Una vez que el hidrógeno ha sido transportado a los lugares críticos de la estructura se produce la fragilización del material por diversos mecanismos (Hirth, 1980). Teniendo en cuenta las evidencias teóricas y experimentales disponibles, de los muchos que han sido propuestos sólo tres son considerados posibles por Birnbaum (1990):

- a. la fragilización debida a los cambios de fase inducidos por la presencia del hidrógeno,
- b. el aumento de la plasticidad local en el fondo de la fisura favorecido por el hidrógeno, y
- c. el mecanismo de descohesión.

#### **A. Cambios de fase inducidos por el hidrógeno**

Según este primer mecanismo el papel del hidrógeno consiste en la formación de hidruros frágiles en lugares de la estructura en los que existe una alta concentración de tensiones, como por ejemplo en la punta de una fisura. Los sistemas en los que este mecanismo es factible forman hidruros estables en ausencia de tensión y la presencia de la tensión mecánica y una fugacidad alta de hidrógeno (en el extremo de la grieta) hacen más estables dichos hidruros.

Se supone que por efecto de la tensión mecánica se reduce el potencial químico para la formación de hidruros en los lugares en que existe una concentración de tensiones. El hidrógeno, bien proveniente del medio externo o bien disuelto en la estructura, se difunde hacia la zona del extremo de la grieta. En este lugar se produce la precipitación de hidruros metálicos frágiles que provocan tensiones de compresión por el incremento de volumen asociado con el proceso de formación. Por efecto de la tensión aplicada la fisura se propaga a través del hidruro por clivaje y crece hasta romperlo completamente. En ese momento la fisura se detiene hasta que precipitan más hidruros y vuelve a comenzar el proceso, lo que produce un crecimiento discontinuo de la grieta (Birnbaum, 1990).

Entre los metales que tienen una gran tendencia a formar hidruros en presencia de hidrógeno podemos citar al Nb, V, Ta, Zr y Ti y sus aleaciones. Sin embargo, el aluminio tiene muy poca tendencia a formar tales compuestos. El hidruro de aluminio  $AlH_3$  fue investigado como combustible para cohetes, pues se puede fabricar a bajo coste. Aunque es teóricamente inestable, se puede mantener indefinidamente a temperatura ambiente. Sin embargo el compuesto no se puede obtener directamente a través de los elementos Al y H, ni siquiera empleando presiones de hidrógeno de 28 MPa a  $-196\text{ }^\circ\text{C}$  (Wiswall, 1978). Por esta razón no parece que este sea un mecanismo probable para explicar la fragilización en aleaciones de aluminio. Sin embargo algunos de los elementos aleantes presentes en las aleaciones de la serie 7000 son capaces de formar hidruros. El Mg, por ejemplo, puede formar hidruros en presencia de hidrógeno, y el intermetálico  $Mg_2Cu$  también puede reaccionar con el hidrógeno (Wiswall, 1978). Este

hecho deja una puerta abierta a este mecanismo en las aleaciones de aluminio de la serie 7000, aunque es poco probable que ocurra.

### **B. Aumento de la plasticidad local favorecido por el hidrógeno**

Según este mecanismo, el efecto del hidrógeno acumulado en el extremo de la grieta es reducir la resistencia al flujo plástico del material. La rotura se produce entonces como resultado de la deformación plástica localizada en la punta de la fisura.

Entre los defensores de esta descripción del proceso podemos citar a Lynch y a Birnbaum. Ambos coinciden en que la presencia de hidrógeno en el fondo de la fisura disminuye la resistencia al flujo plástico del material, aunque difieren en el mecanismo concreto. Lynch cree que se trata de un fenómeno de adsorción superficial restringido a unas pocas distancias atómicas (Lynch, 1981), mientras que Birnbaum considera que el efecto no ocurre sólo en la superficie, sino también en el volumen del material (Birnbaum, 1990).

A partir de las evidencias experimentales observadas en el fenómeno de fragilización por metales líquidos ("liquid metal embrittlement") en una aleación Al 6%Zn 3%Mg, Lynch concluye que la quimisorción de las especies agresivas en el fondo de la fisura facilita la nucleación y emisión de dislocaciones en planos de deslizamiento que intersectan la región del extremo de la grieta (Lynch, 1977). De este modo, el crecimiento de la grieta se produce por deslizamiento y no por descohesión de enlaces atómicos en la punta de la fisura. En metales F.C.C. el deslizamiento tiene lugar en planos del tipo  $\{111\}$  y direcciones del tipo  $\langle 110 \rangle$ . Hay dos orientaciones cristalográficas que satisfacen esas condiciones (Pelloux, 1969):

- a. plano de rotura (001) y dirección de la grieta  $[\bar{1}10]$  y
- b. plano de rotura (011) y dirección de la grieta  $[0\bar{1}1]$ .

Según los resultados de Lynch en la aleación citada, en presencia metales líquidos la superficie de fractura macroscópica corresponde a un plano del tipo  $\{100\}$  y la dirección de la grieta es del tipo  $\langle 110 \rangle$ , con un deslizamiento importante en planos  $\{111\}$ , mientras que en ambientes inertes no aparecen facetas cristalográficas en la superficie de fractura (Lynch, 1981).

El mecanismo que postula Lynch para explicar el fenómeno supone, como ya hemos dicho, que la quimisorción de los átomos de metal líquido facilita la nucleación y

emisión de dislocaciones en el extremo de la grieta. Los átomos que se encuentran en las superficies del metal tienen menos vecinos que los átomos en el interior del cristal. Por esta razón, el espaciado de la red en las primeras capas atómicas difiere del que existe en el interior. Esto hace que se produzca una distorsión superficial de la red que dificulta la nucleación y emisión de dislocaciones desde la superficie del extremo de la grieta hacia el interior del material. La quimisorción de las especies agresivas en esa superficie provoca un incremento en el número de vecinos alrededor de los átomos superficiales y reduce de este modo la distorsión superficial de la red, facilitando la nucleación y emisión de dislocaciones desde la punta de la fisura y evitando el enromamiento de la grieta. Se trata de un efecto de muy corto alcance, pues la alta concentración de electrones de conducción existente en los metales apantalla cualquier influencia de las especies adsorbidas en la red más allá de unas pocas distancias atómicas de la superficie (Lynch, 1977). En ambientes inertes, sin embargo, la nucleación y emisión de dislocaciones en la punta de la fisura es más difícil que el deslizamiento generalizado en la matriz, lo que provoca el enromamiento de la grieta con la consiguiente disminución en la velocidad de propagación.

Según Lynch este mecanismo propuesto para la fragilización por metales líquidos puede aplicarse también en corrosión bajo tensión y en corrosión fatiga en aleaciones de aluminio, teniendo en cuenta que en este caso la especie que se adsorbe en la superficie será el hidrógeno. Sin embargo, se trata de un proceso más problemático, puesto que el hidrógeno, debido a su pequeño tamaño, es capaz de difundirse apreciablemente dentro de la estructura, complicando el fenómeno (Lynch, 1977).

Por su parte Birnbaum propone un modelo de fragilización aplicable a sistemas que no forman hidruros y que es válido para el hidrógeno proveniente de medios gaseosos o en solución sólida en el material. Según este autor, la elevada tensión local que existe en la punta de la fisura hace que se reduzca el potencial químico del hidrógeno disuelto, que se difunde desde otros lugares de la matriz provocando un aumento local de la concentración en esa zona. En cuanto al hidrógeno proveniente de un medio ambiente externo, la punta de la fisura es el lugar más probable de entrada, dado que es donde primero se produce la deformación plástica y por tanto existen menos barreras superficiales a la entrada. El resultado de ambos procesos es que la aplicación de una tensión externa provoca una distribución no uniforme de hidrógeno en el material, con una concentración máxima en las singularidades elásticas, tales como la punta de una fisura o un precipitado. En las regiones donde la concentración de hidrógeno es más alta se reduce la tensión necesaria para que se produzca el flujo plástico del material, con lo

que se produce deslizamiento para tensiones bastante menores que las necesarias en otras partes de la estructura y el deslizamiento se localiza fuertemente en las proximidades de la punta de la fisura. La localización continuada del deslizamiento hace que se produzca la rotura por procesos dúctiles, aunque se desconoce el mecanismo exacto por el que esto ocurre (Birnbaum, 1990).

Los estudios de microscopía electrónica de transmisión sobre muestras deformadas "in situ" están de acuerdo con la explicación propuesta por Birnbaum. La deformación de las muestras en vacío da lugar a la rotura por deformación plástica delante de la punta de la fisura con una zona plastificada amplia. Al introducir hidrógeno gaseoso con la muestra sometida a tensión mecánica las fuentes de dislocaciones se activan y las dislocaciones comienzan a moverse. El efecto del hidrógeno es por tanto reducir la tensión necesaria para que se produzca el movimiento de las dislocaciones. Este efecto es bastante general: se produce para todo tipo de dislocaciones (arista, helicoidal y mixta) y en una gran variedad de sistemas cristalográficos (FCC, BCC, HCP) tanto en metales puros como en aleaciones.

La generalidad del fenómeno sugiere que la explicación ha de basarse en interacciones comunes a diversos sistemas. Según el autor, las interacciones elásticas entre las dislocaciones y las atmósferas de hidrógeno que llevan consigo son las responsables del fenómeno. Las atmósferas de hidrógeno ejercerían un apantallamiento elástico de las dislocaciones con respecto a otras dislocaciones o precipitados del material con sus respectivas nubes de hidrógeno, que les proporcionaría una mayor facilidad de movimiento a través de la estructura. Según algunos cálculos teóricos el efecto de una nube de hidrógeno es reducir las interacciones elásticas de la dislocación a corto alcance, aunque no tiene ningún efecto a largo alcance (Birnbaum, 1990).

### **C. Efecto del hidrógeno en la energía cohesiva**

El tercero y más antiguo de los mecanismos asocia la fragilización por hidrógeno con la reducción en la resistencia de los enlaces atómicos resultante de la concentración local de hidrógeno en puntos críticos del material. La idea general de la descohesión, considerada originalmente por Troiano y formulada después por Oriani es inherente a los modelos de rotura dúctil y, según Hirth, se trata de un modelo cualitativamente válido (Hirth, 1980).

Según Oriani el incremento en la concentración local de hidrógeno por efecto de la tensión aplicada hace que decrezca linealmente la fuerza cohesiva máxima de la red, lo que produce una rotura por clivaje (en los sistemas en que la rotura es transgranular) para

valores de la tensión inferiores a los que pueden soportar los enlaces atómicos en ausencia de hidrógeno. Debido a que las fronteras de grano son susceptibles de tener una energía cohesiva menor que la correspondiente a la red y de haber absorbido hidrógeno con antelación a la aplicación de la carga, serán por lo general los lugares preferentes para la descohesión por hidrógeno (Oriani y Josephic, 1977).

Birnbaum realiza algunas objeciones a este modelo, puesto que los estudios de fractografía realizados en roturas de tipo transgranular no han mostrado por lo general una superficie clara de clivaje, sino algo que los defensores del mecanismo llaman "cuasiclivaje", en el que se observan evidencias claras de deformación plástica local. En cuanto a las roturas de tipo intergranular, según este mismo autor, la rotura ocurre la mayoría de las veces a lo largo de planos de deslizamiento en las proximidades de las fronteras de grano y a menudo cruzando la frontera para continuar en planos de deslizamiento de los granos adyacentes. Además, a diferencia de los dos mecanismos postulados anteriormente, no existe una evidencia experimental clara de este mecanismo, cuyo más firme soporte se halla en cálculos de tipo teórico (Birnbaum, 1990).

## 1.2 OBJETIVOS DE LA TESIS

El objetivo prioritario de esta tesis consiste en estudiar el comportamiento mecánico de la aleación de aluminio 7017-T651 (Al 4.9%Zn 2.4%Mg) cuando se encuentra sometida a fatiga en presencia de atmósferas gaseosas con diferentes contenidos de humedad. Se trata de evaluar la influencia del vapor de agua y otros gases en la propagación de fisuras por fatiga, con objeto de esclarecer el mecanismo microscópico responsable de la corrosión fatiga en ambientes gaseosos.

Para ello es preciso que se cumplan los siguientes objetivos parciales:

- Diseñar y construir una cámara de ensayos de ultra alto vacío para realizar los experimentos de fatiga en atmósferas gaseosas. La cámara ha de cumplir con los requisitos más exigentes en cuanto al control de la presión y la composición del ambiente que rodea a la muestra.
- Poner a punto el sistema experimental para obtener gases y vapores de alta pureza (vapor de agua, oxígeno y argón).
- Llevar a cabo ensayos de fatiga en la aleación de aluminio 7017-T651 en presencia de atmósferas gaseosas con distintas presiones de vapor de agua y a diferentes frecuencias en muestras correspondientes a dos orientaciones del laminado.
- Estudiar de una manera detallada las superficies de fractura por fatiga para identificar los rasgos característicos de cada ambiente y tratar de establecer una correspondencia entre el aspecto de las superficies de fractura y el comportamiento observado en los ensayos.
- Analizar los resultados experimentales a la luz de los modelos propuestos para otras aleaciones de aluminio y comprobar su validez en la aleación objeto de estudio.

### 1.3 APORTACIONES ORIGINALES

Las principales aportaciones originales de esta tesis doctoral se exponen a continuación:

- Se ha diseñado un sistema de ultra alto vacío para realizar ensayos mecánicos en las condiciones más exigentes en cuanto a la pureza y el control de la atmósfera que rodea a la muestra. Dicho sistema permite alcanzar presiones inferiores a  $10^{-5}$  Pa y discernir variaciones en la composición del ambiente del orden de unas pocas partes por millón.
- Se ha realizado, por vez primera, un estudio del proceso de corrosión fatiga en ambientes gaseosos de una aleación de aluminio de la serie 7000 (Al-Zn-Mg) en la orientación S-L, en presencia de oxígeno, argón, vapor de agua a diferentes presiones y alto vacío.
- Se ha llevado a cabo una investigación novedosa sobre el efecto de la frecuencia y la presión de vapor de agua en la velocidad de propagación de fisuras por fatiga en la aleación de aluminio 7017-T651 en dos orientaciones diferentes del laminado (S-L y L-T).
- Se ha analizado, por medio de microscopía electrónica de barrido, el efecto de la frecuencia y la presión de vapor de agua en la apariencia de la superficie de fractura por fatiga de la aleación de aluminio 7017-T651 en la orientación L-T. Dicho análisis ha permitido encontrar una morfología típica de la rotura en ambientes inertes, que también se aprecia en atmósferas de vapor de agua a presiones bajas y desaparece cuando la presión de vapor de agua sube por encima de un cierto valor.
- Se ha propuesto una explicación del comportamiento en corrosión fatiga de la aleación de aluminio 7017-T651 en ambientes gaseosos a partir de modelos desarrollados por otros autores.
- Se ha demostrado de manera fehaciente que el vapor de agua es el agente responsable de la corrosión fatiga en la aleación 7017-T651 en ambientes gaseosos. En la orientación L-T se han encontrado dos intervalos de presión en los que la velocidad de la fisura crece con la presión de vapor de agua, separados por una región en que la velocidad se mantiene prácticamente constante.

## 1.4 CONTENIDO DE LA TESIS

Esta tesis doctoral se divide en cuatro capítulos. El capítulo primero sirve como introducción. En él se hace una revisión del estado actual del conocimiento sobre el fenómeno de la corrosión fatiga en las aleaciones de aluminio de la serie 7000. En primer lugar se introducen brevemente estas aleaciones, sus aplicaciones y propiedades. Posteriormente se expone el problema de la fisuración acelerada por el ambiente en estos materiales, tanto bajo cargas monótonas (corrosión bajo tensión), como bajo cargas cíclicas (corrosión fatiga). Finalmente se establecen los objetivos que se persiguen en la investigación y se exponen las aportaciones originales más significativas de la tesis.

El capítulo segundo, que está dividido en tres apartados, constituye el núcleo central de la tesis. En el primer apartado se describen los experimentos realizados para caracterizar el comportamiento mecánico del material en tracción, fractura y fatiga, así como el dispositivo experimental desarrollado para los ensayos de fatiga en atmósferas gaseosas de alta pureza. Los resultados de estos experimentos se recopilan en el segundo apartado, en el que también se incluye un detallado análisis fractográfico de las muestras ensayadas en la orientación L-T. Finalmente, en el tercer apartado, se realiza una discusión de los resultados obtenidos, en la que se trata de establecer una relación entre el comportamiento macroscópico observado en los ensayos de corrosión fatiga y la apariencia de la superficie de rotura resultante.

En el capítulo tercero se analizan los resultados experimentales a la luz de un modelo semiempírico propuesto para explicar el fenómeno de la corrosión fatiga en las aleaciones de Al-Zn-Mg en ambientes gaseosos.

En el capítulo cuarto se exponen las conclusiones globales de la tesis y se sugieren las líneas futuras de trabajo que permitirán desarrollar y complementar algunos de los aspectos que han surgido a raíz de la investigación llevada a cabo.

Finalmente se adjunta la bibliografía que se ha utilizado como referencia y se incorpora un anexo.

## CAPITULO 2: DISPOSITIVO EXPERIMENTAL Y RESULTADOS

En la presente Tesis se han realizado una serie de experimentos para evaluar el comportamiento de la aleación de aluminio 7017-T651 en corrosión fatiga. En dichos estudios se aplican cargas cíclicas al material en presencia de diferentes ambientes gaseosos, como se explica más adelante, y se mide la velocidad de propagación de las fisuras en función de la amplitud de oscilación del factor de intensidad de tensiones. El material, tal como lo suministra el fabricante, se encuentra en forma de plancha obtenida por laminación. La anisotropía que introduce este proceso en la configuración microestructural de la aleación<sup>1</sup>, que se ha puesto de manifiesto a través de estudios de microscopía óptica, tiene su reflejo en las propiedades mecánicas, que dependen de la dirección de ensayo. Por esta razón se han investigado muestras correspondientes a dos orientaciones distintas del laminado<sup>2</sup>. También se han llevado a cabo ensayos para obtener las propiedades mecánicas del material, tales como el límite elástico, el módulo de elasticidad, la resistencia a tracción, el alargamiento a rotura y la tenacidad de fractura en ambas orientaciones. Por último, se han observado y caracterizado las superficies de rotura por fatiga en los diferentes ambientes por medio de microscopía electrónica de barrido (M.E.B.).

Con los ensayos de fatiga en distintos ambientes se trata de esclarecer el mecanismo responsable de la corrosión fatiga en esta aleación. Los estudios de microscopía electrónica de barrido, por otra parte, sirven para entender la naturaleza del fenómeno a nivel microscópico, y ayudan a relacionar los detalles microestructurales asociados a la propagación en los diversos ambientes con los resultados macroscópicos de velocidad de crecimiento de la fisura.

El capítulo consta de tres apartados: en el primero de ellos se realizará una descripción de los experimentos realizados, en el segundo se mostrarán los resultados obtenidos y en el tercero se hará una discusión de los mismos.

---

<sup>1</sup> Ver figura 3.

<sup>2</sup> Para identificar la orientación del plano de la fisura con respecto a la plancha del material laminado se emplea el criterio de la norma ASTM-E399 (1989). La identificación consiste en dos letras separadas por un guión: la primera representa la dirección normal al plano de la fisura, y la segunda letra corresponde a la dirección de propagación de la fisura, según se observa en las figuras 11 y 15.

## 2.1 DESCRIPCIÓN DE LOS EXPERIMENTOS

### 2.1.1 Ensayos de tracción

Los ensayos de tracción proporcionan información sobre la resistencia mecánica y la ductilidad del material cuando se encuentra sometido a tensiones uniaxiales de tracción. En este caso, los ensayos se llevaron a cabo en una máquina electromecánica<sup>3</sup> siguiendo las especificaciones de la norma americana ASTM-E8M (1989). Los ensayos se realizaron en control de desplazamiento a una velocidad de desplazamiento del puente de la máquina de 0.3 mm/min. A partir de la plancha suministrada por el fabricante se mecanizaron probetas en forma de hueso, con una región central de sección cilíndrica, roscadas en los extremos para permitir su conexión a la máquina de ensayos. La geometría y dimensiones de las probetas, así como su orientación con respecto a la plancha del material se pueden apreciar en las figuras 11 y 12.

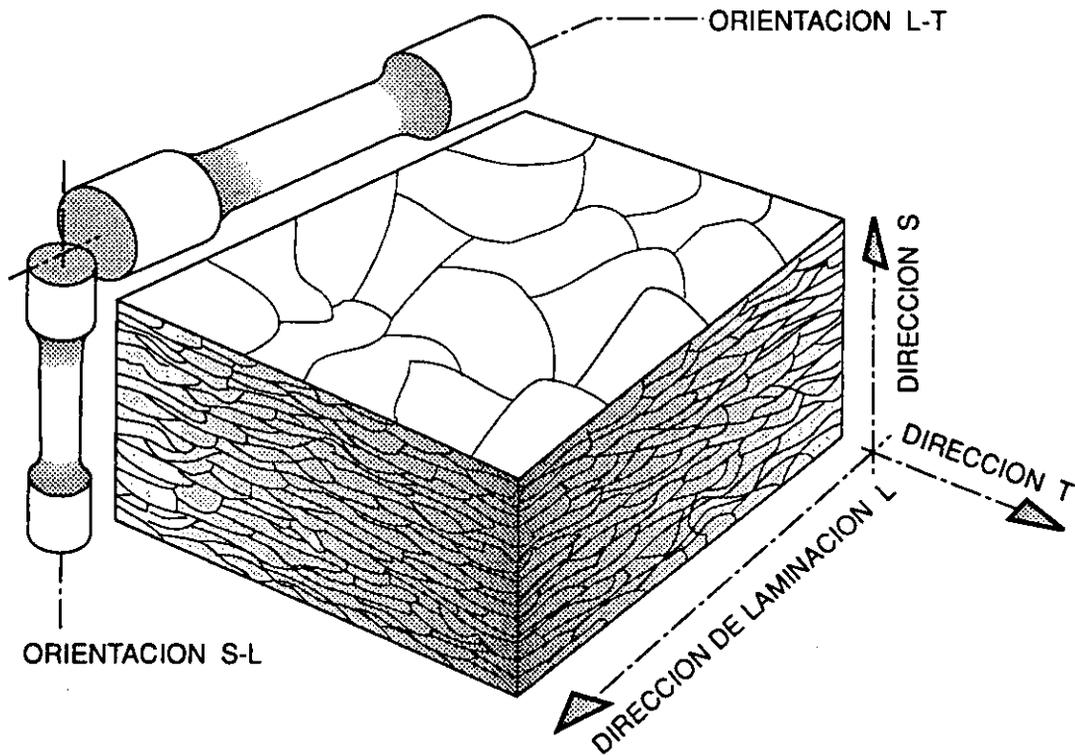


Fig. 11. Orientación de las probetas de tracción respecto a la plancha del material.

En el esquema de la figura 13 se muestra el dispositivo de ensayo. Como puede verse, la medida de la carga aplicada sobre la probeta se hace por medio de una célula de

<sup>3</sup> SUZPECAR-MEM 101 de 100 kN de capacidad.

carga solidaria con la máquina. Como puede verse en la figura 14, para la medida de la deformación se emplea un extensómetro INSTRON con una base de medida de 12.5 mm y un recorrido de  $\pm 2.5$  mm acoplado directamente a la parte cilíndrica o fuste de la probeta por medio de gomas elásticas. Los resultados del ensayo se recogen en un sistema automático de adquisición de datos KEITHLEY 570 y se transfieren directamente a un computador para su análisis posterior.

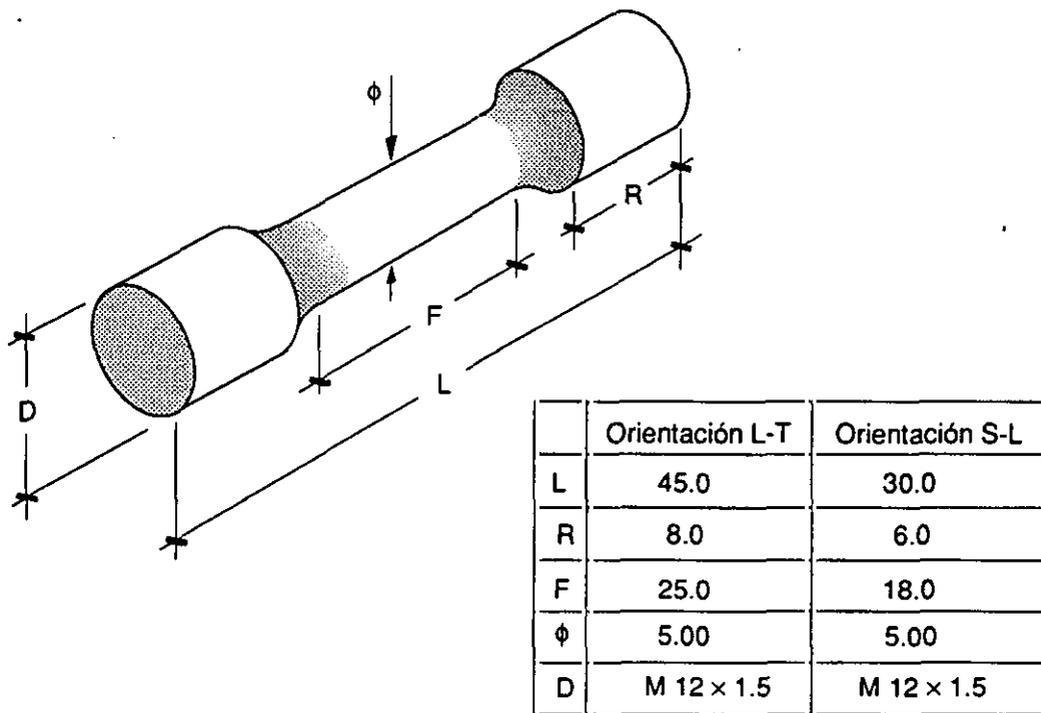


Fig. 12. Geometría de las probetas de tracción (dimensiones en mm).

### 2.1.2 Ensayos de fractura

Estos ensayos sirven para determinar el valor de la tenacidad de fractura,  $K_{IC}$ . Se trata de un parámetro que caracteriza la resistencia del material a la rotura cuando en él existe una grieta (Elices, 1988). Los ensayos para medir esta propiedad se han llevado a cabo en una máquina servohidráulica<sup>4</sup> siguiendo las especificaciones de la norma ASTM-E399 (1989). Se utilizaron probetas compactas estándar ('compact tension specimen') mecanizadas en las orientaciones S-L y L-T, tal como muestra la figura 15. La geometría y dimensiones de las muestras se puede observar en la figura 16. La sujeción de las probetas a la máquina de ensayos se realiza por medio de dos piezas en forma de horquilla con sus correspondientes pasadores, tal como recomienda la norma.

<sup>4</sup> INSTRON 1275 de 1000 kN de capacidad con una célula de carga de 25 kN.

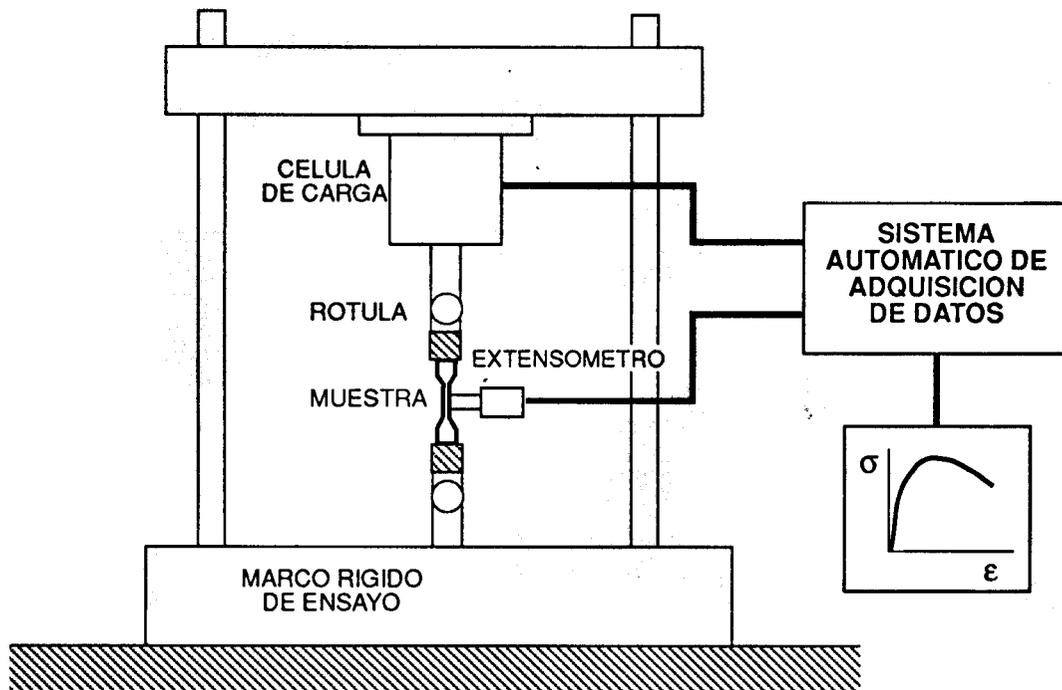


Fig. 13. Esquema del ensayo de tracción

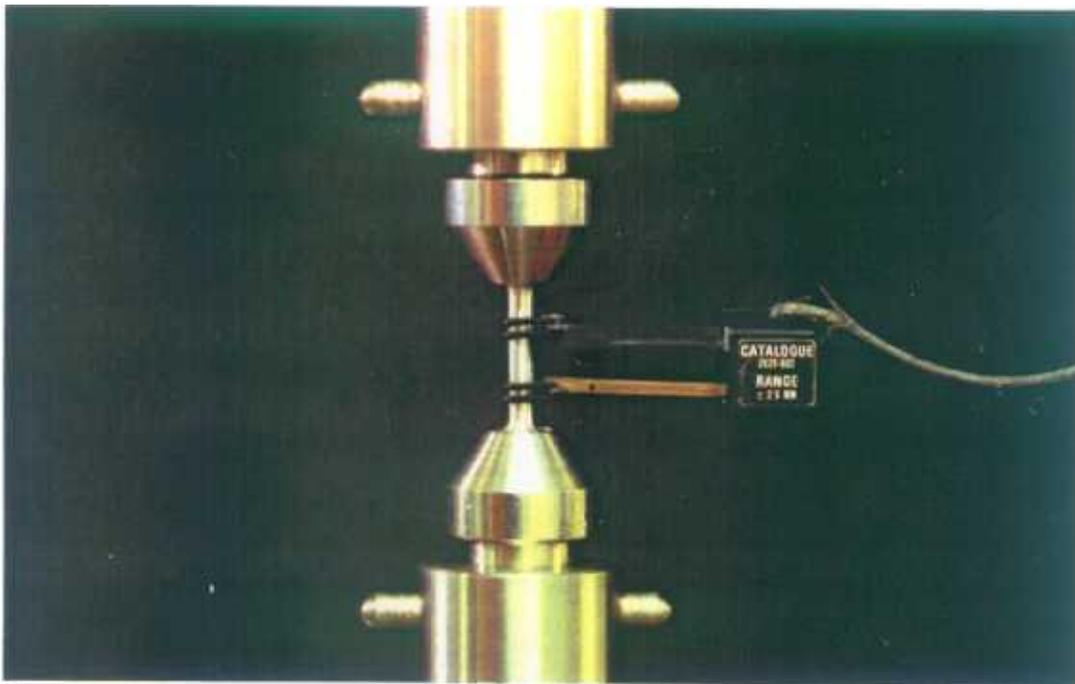


Fig. 14. Detalle del montaje experimental en los ensayos de tracción.

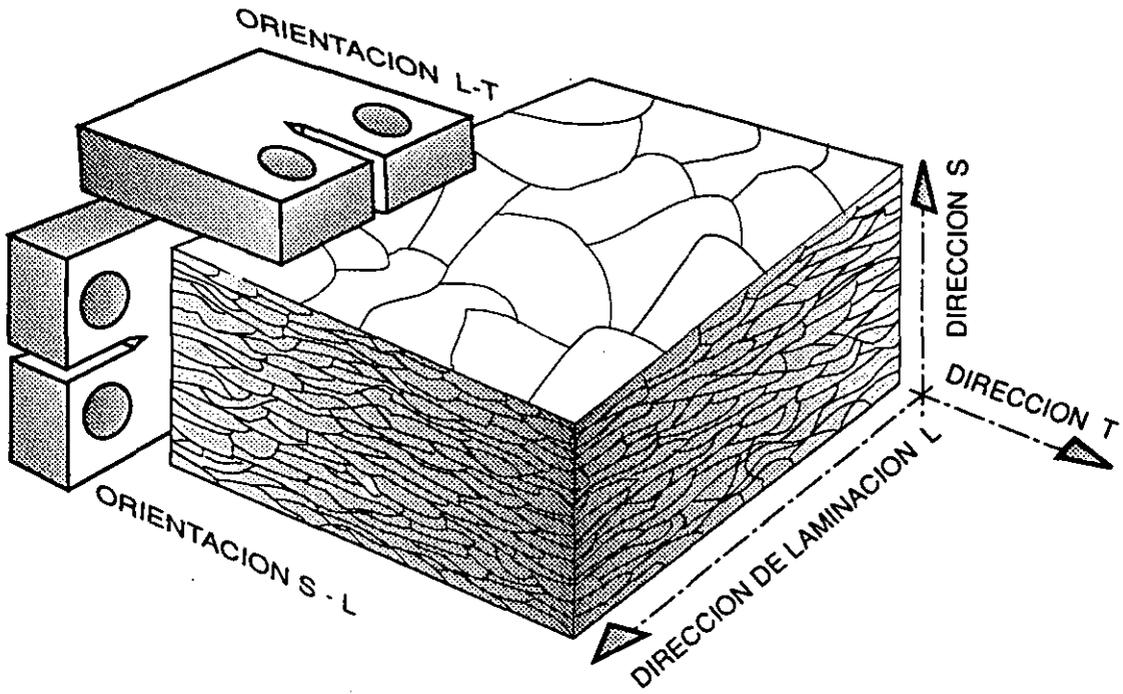
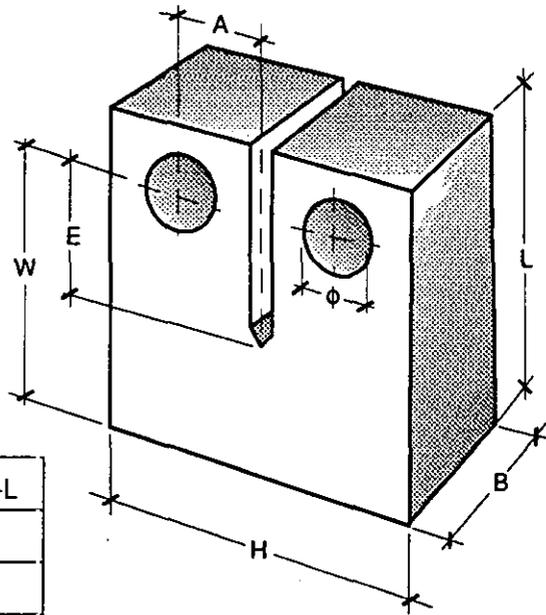


Fig. 15. Orientación de las probetas de fractura.



	Orientación L-T	Orientación S-L
L	62.5	31.2
H	60.0	30.0
W	50.0	25.0
B	25.0	12.5
E	20.0	10.0
$\phi$	12.5	6.25
A	13.8	6.9

Fig. 16. Geometría de las probetas de fractura (dimensiones en mm).

En estos experimentos se parte de muestras en las que se ha mecanizado una entalla recta por medio de una sierra de corte. Ahora bien, para poder medir la resistencia mecánica del material en presencia de grietas, es preciso tener una fisura real. Con este objeto se someten las probetas a fatiga, haciendo que la fisura se propague una cierta longitud bajo una amplitud de oscilación de carga constante. A medida que la fisura avanza se disminuyen las cargas aplicadas a la muestra de una forma escalonada, para cumplir la condición de que la zona plastificada en el fondo de la grieta sea pequeña. La frecuencia de oscilación de la carga durante la prefisuración fue de 20 Hz, y se empleaba una onda sinusoidal con una relación de cargas  $R = 0.1$  ( $R = P_{\min}/P_{\max}$ ).

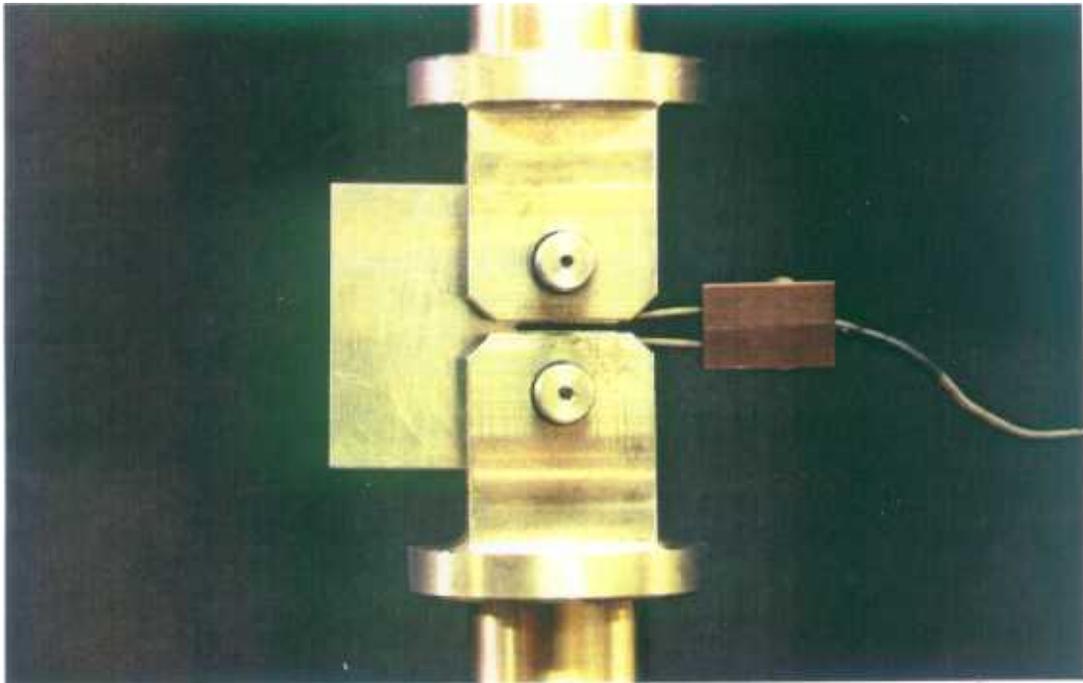


Fig. 17. Detalle del montaje experimental en los ensayos de fractura.

Una vez propagada la fisura cumpliendo los requisitos impuestos por la norma se procede al ensayo para determinar la tenacidad de fractura del material. Dicho ensayo se realiza en control de desplazamiento y consiste en someter la muestra a una carga creciente hasta que se produce la rotura. Durante el experimento se mide la carga aplicada a la probeta y el desplazamiento relativo de los labios de la fisura. Para esta última medida se emplea un extensómetro INSTRON que se coloca entre dos cuchillas pegadas en la cara frontal de la probeta, una a cada lado de la entalla, tal como se ve en la figura 17. Dicho extensómetro tiene una base de medida de 5 mm y un recorrido de  $\pm 2$  mm. Tanto la carga aplicada como el valor del desplazamiento de los labios de la fisura se registran, como en el caso de los ensayos de tracción, por medio de un sistema automático de adquisición de datos KEITHLEY 570, que los transfiere a un computador para su

análisis posterior. En la figura 18 se representa el diagrama carga-desplazamiento correspondiente a uno de los ensayos realizados.

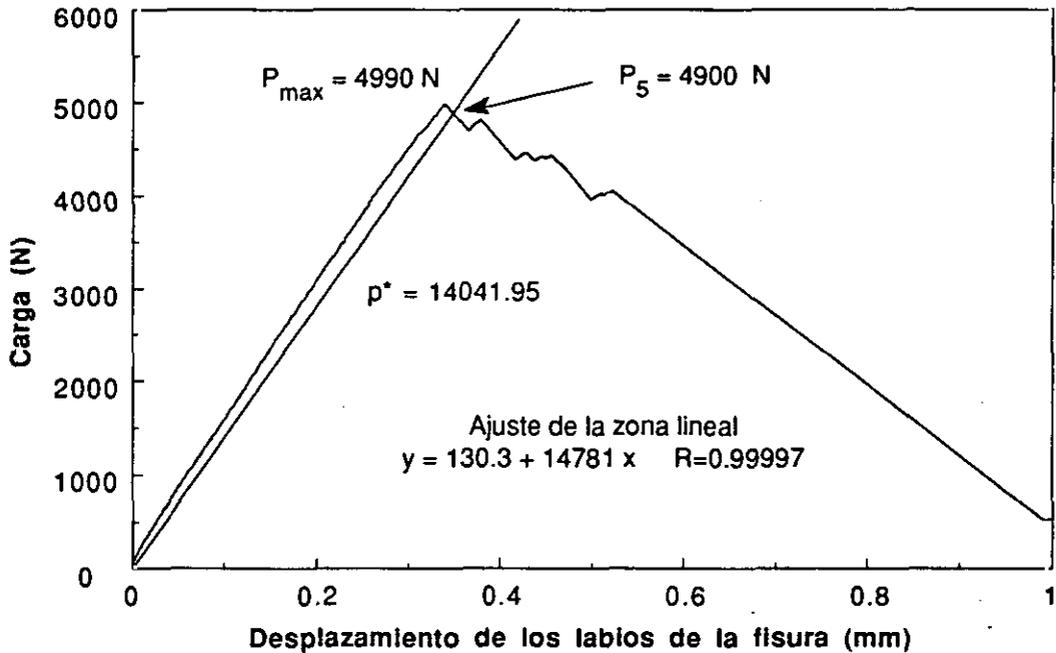


Fig. 18. Registro de la carga aplicada frente al desplazamiento de los labios de la fisura en un ensayo de fractura de una muestra en la orientación S-L.

Para obtener el valor de la carga con el que se calcula la tenacidad de fractura se dibuja una recta que parte del origen del diagrama, y cuya pendiente  $p^*$  es el 95% de la correspondiente a la zona lineal de la gráfica, tal como se observa en la figura 18. La intersección de esta recta con la curva que representa la carga frente a la apertura de la grieta proporciona un cierto valor, que se denomina  $P_5$ . De la comparación de este valor con el valor máximo de la carga ( $P_{\max}$ ) alcanzado durante el ensayo, la norma establece cuál de los dos valores se ha de utilizar para calcular el valor de  $K_{IC}$  atendiendo a la forma particular de la gráfica. La tenacidad de fractura para el tipo de probeta elegido se calcula con la siguiente expresión (ASTM-E399, 1989):

$$K = \frac{P (2+\alpha)}{B \sqrt{W} (1-\alpha)^{3/2}} (0.886+4.64\alpha-13.32\alpha^2+14.72\alpha^3-5.6\alpha^4) \quad (4)$$

donde  $\alpha=a/W$ . Esta expresión es válida para  $a/W \geq 0.2$ .

### 2.1.3 Ensayos de Fatiga

Los ensayos de propagación de fisuras por fatiga sirven para caracterizar la resistencia del material al crecimiento estable de la grieta cuando se encuentra sometido a cargas cíclicas. En estos experimentos se aplican cargas oscilantes a una probeta entallada y prefisurada, y se mide el avance de la grieta en función del número de ciclos de carga. A partir de estos datos se calcula la velocidad de crecimiento de la grieta por ciclo  $da/dN$ , que se representa en función de la oscilación del factor de intensidad de tensiones  $\Delta K$ .

Los ensayos de fatiga correspondientes a este trabajo se realizaron en una máquina servohidráulica<sup>5</sup> siguiendo las recomendaciones de la norma ASTM-E647 (1991). Las probetas utilizadas son de la misma geometría y orientación<sup>6</sup> que las correspondientes a los ensayos de fractura, aunque con algunas dimensiones un poco diferentes, como se aprecia en la figura 19. La forma de sujeción de las probetas es análoga a la empleada en los ensayos de fractura: dos piezas en forma de horquilla que se roscan a unos vástagos solidarios con la máquina y pasadores.

Antes de dar comienzo al ensayo propiamente dicho es necesario prefisurar la probeta siguiendo el método descrito en el ensayo de fractura, con la precaución adicional de que el factor de intensidad de tensiones máximo  $K_{max}$  al final de la prefisuración no sea superior al correspondiente al inicio del ensayo. En todos los casos, al menos el último escalón de prefisuración se realizaba con la muestra introducida en el ambiente en el que había de realizarse el ensayo.

La longitud de la fisura se medía con una lupa binocular provista de un ocular micrométrico en una de las caras de la muestra. El sistema estaba montado en un soporte que permitía su desplazamiento horizontal, con objeto de seguir la evolución de la grieta. La resolución que permite el aparato en condiciones de ensayo es superior a 0.01 mm. En algunos experimentos también se midió la grieta por un método alternativo para comprobar los resultados de la medida visual. El método citado se basa en el cambio de flexibilidad que experimenta la muestra a medida que crece la fisura. Con objeto de detectar dicho cambio se empleaba un extensómetro acoplado a la probeta<sup>7</sup> que permitía medir la apertura de la grieta en función de la carga aplicada y de ahí calcular la flexibilidad de la pieza. La medida se realizaba previa interrupción del ensayo haciendo

<sup>5</sup> INSTRON 1270 de 500 kN de capacidad con una célula de carga de 5 kN.

<sup>6</sup> Ver figura 15.

<sup>7</sup> El montaje es análogo al de los ensayos de fractura y el extensómetro utilizado es el mismo (ver figura 17).

un ciclo de fatiga muy lento (0.01 Hz) en el caso del segundo método o bien directamente con la lupa. Las interrupciones eran siempre muy breves para evitar efectos transitorios en la velocidad de propagación debidos al medio ambiente, tal como recomienda la norma. La fórmula que relaciona la flexibilidad de la probeta con la longitud de la fisura ha sido tomada de Saxena y Hudak (1978).

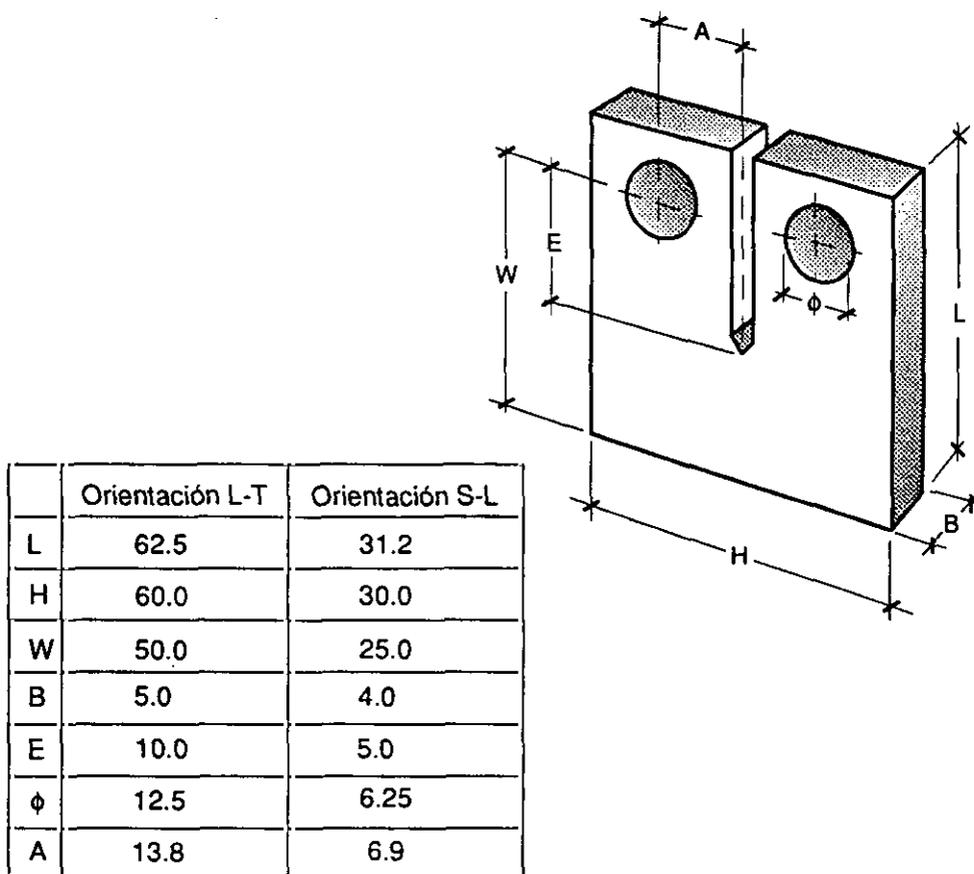


Fig. 19. Geometría de las probetas de fatiga (dimensiones en mm).

En las medidas hechas con la lupa es preciso pulir previamente las probetas con objeto de distinguir bien la punta de la grieta. Para este fin se realizaba un proceso secuencial de pulido compuesto de dos etapas:

- a. desbastado en papeles de lija de carburo de silicio de grados 240, 320, 400 y 600, usando agua como refrigerante y lubricante, y
- b. pulido en una suspensión acuosa de  $Al_2O_3$  de  $0.3 \mu m$ .

Al realizarse la mayoría de los experimentos en atmósferas gaseosas de alta pureza, como veremos más adelante, no era conveniente introducir ningún objeto susceptible de

contaminar la atmósfera en el interior de la cámara de ensayos. Por este motivo, la técnica basada en la medida de la flexibilidad que implicaba la presencia de un extensómetro fue desestimada, y solamente se utilizó en algunos ensayos realizados en aire y en alto vacío con objeto de corroborar los resultados obtenidos con la técnica visual. En efecto, algunos de los materiales que constituyen un extensómetro, tales como plásticos y resinas desgasifican apreciablemente en vacío, convirtiéndose en una fuente incontrolada de gases dentro de la cámara de trabajo que puede modificar sustancialmente la composición de la atmósfera que rodea a la muestra, como se podrá comprobar posteriormente<sup>8</sup>.

Los ensayos de propagación de fisuras por fatiga se hicieron en control de carga con una amplitud de oscilación de cargas constante. De este modo, al aumentar la longitud de la fisura aumenta monótonamente la amplitud de oscilación del factor de intensidad de tensiones  $\Delta K$ . En todos los casos se empleó una onda sinusoidal de carga con un relación de cargas  $R=0.1$ .

Al terminar los ensayos se examinaban las superficies de fractura para determinar la curvatura del frente de la grieta y efectuar, si era necesario, la oportuna corrección en las medidas. Cuando la diferencia entre la longitud promediada de la grieta<sup>9</sup> y la medida visual daba lugar a una diferencia mayor del 5% en el valor del factor de intensidad de tensiones calculado a partir de ambos resultados, se realizaba la corrección por curvatura, tal como indica la norma.

Para obtener la velocidad de crecimiento de la grieta por ciclo  $da/dN$  se utiliza el método secante, que consiste en calcular la pendiente de la línea recta que une dos puntos sucesivos en la curva que representa la longitud de la grieta frente al número de ciclos. Esto se puede expresar sencillamente como:

$$\frac{da}{dN} = \left( \frac{a_{i+1} - a_i}{N_{i+1} - N_i} \right) = \left( \frac{\Delta a}{\Delta N} \right) \quad (5)$$

La oscilación del factor de intensidad de tensiones  $\Delta K$  se calcula a partir de la longitud media de la fisura entre dos medidas sucesivas  $\bar{a} = (a_{i+1} + a_i)/2$ , utilizando la fórmula (4), en la que se sustituye el valor de la carga  $P$  por la oscilación de cargas  $\Delta P$ .

<sup>8</sup> Ver la parte final del apartado 2.2.4 correspondiente a los ensayos de fatiga.

<sup>9</sup> Calculada según especifica la norma ASTM-E399 (1989) como un promedio en tres puntos a través del espesor.

### 2.1.3.1 Cámara de ensayos

Para poder llevar a cabo los estudios de corrosión fatiga en la aleación de aluminio 7017-T651 en presencia de ambientes gaseosos, fue necesario construir un dispositivo de ensayo que se ajustase a los requerimientos experimentales. Se trata de una cámara de ultra alto vacío diseñada de forma expresa para esta investigación que permite realizar ensayos mecánicos en las condiciones más exigentes en cuanto a pureza y control de la atmósfera gaseosa que rodea a la muestra. El diseño y puesta en marcha de esta cámara y sus componentes asociados ha constituido la parte más importante y costosa de la presente tesis doctoral, por lo que tiene de novedoso en su aplicación práctica.

La cámara en la que se han realizado los experimentos y todos sus elementos auxiliares están contruidos en acero inoxidable<sup>10</sup> con un tratamiento superficial de electropulido en las paredes internas para reducir al mínimo la desgasificación y mejorar así la presión final del sistema. Con un bombeo adecuado es posible llegar a una presión menor de  $10^{-8}$  Pa en la cámara en condiciones adecuadas.

Los sistemas auxiliares tales como válvulas, pasamuros de corriente, medidores de vacío y otros, se conectan a la cámara a través de una serie de tomas. De ellas, todas las que se encuentran contenidas en el cuerpo principal están perfectamente alineadas en dirección a su centro geométrico. La estanqueidad entre las distintas uniones se consigue por medio de bridas Conflat<sup>®11</sup> y juntas de cobre OFHC (cobre de alta conductividad libre de oxígeno). Esta tecnología es la más limpia y la que permite llegar a los valores más bajos de presión de las que se emplean en la actualidad en los sistemas de vacío.

El sistema de bombeo de la cámara principal está compuesto por una bomba turbomolecular refrigerada por agua (en circuito cerrado) con una velocidad de aspiración de 150 l/s y una bomba rotatoria de dos etapas que permite alcanzar el vacío previo necesario para que la bomba turbomolecular pueda trabajar. Con esta combinación se llega fácilmente a una presión inferior a  $10^{-5}$  Pa sin calentar el sistema. Si se calienta a unos 120 °C durante unas cuantas horas es posible disminuir ese valor en uno o dos órdenes de magnitud.

En la figura 20 se muestra un esquema del dispositivo de ensayo utilizado en la experimentación y en las figuras 21 y 22 distintas vistas del mismo. La parte frontal de la cámara está aislada del exterior por medio de una ventana de vidrio, lo que permite seguir

---

<sup>10</sup> AISI 304-L.

<sup>11</sup> Conflat<sup>®</sup> es un nombre comercial perteneciente a Varian Associates.

el desarrollo del ensayo y medir la longitud de la fisura visualmente. Retirando esta ventana se accede al interior de la cámara para colocar la muestra en sus sujeciones. También existen dos ventanas laterales más pequeñas alineadas y situadas en el diámetro horizontal de la cámara. Dichas ventanas han sido diseñadas contemplando la posibilidad de instalar en el futuro un sistema de metrología láser en el exterior de la cámara para medir el desplazamiento relativo de los labios de la fisura sin necesidad de utilizar un extensómetro.

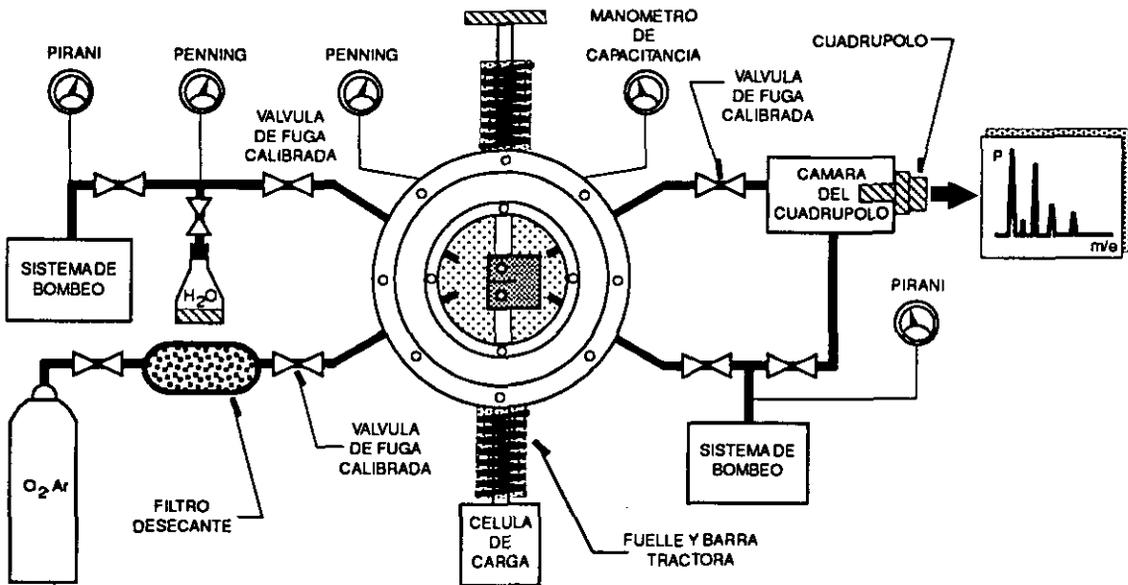


Fig. 20. Esquema del dispositivo de ensayo en ambientes gaseosos.

El sistema por el que se transmite la sollicitación mecánica a la muestra consiste en dos barras cilíndricas construidas en acero inoxidable que llevan roscadas las horquillas de sujeción de las probetas. Para lograr la estanqueidad del sistema las barras llevan soldada una brida Conflat<sup>®</sup> y se unen a la cámara por medio de fuelles de acero inoxidable que permiten su desplazamiento longitudinal. Una de las barras se une por medio de un extremo roscado a la célula de carga de la máquina y permanece inmóvil, mientras que la otra está unida al pistón y se desplaza con él. Los fuelles para ambas barras son diferentes: en la barra inmóvil hay un fuelle de acero inoxidable fabricado por conformado hidráulico y en la barra móvil hay un fuelle formado por delgadas arandelas de acero inoxidable soldadas entre sí, que posee una extraordinaria flexibilidad con objeto de no perturbar el movimiento del pistón. Cuando el sistema se encuentra en vacío, la diferencia de presión con el exterior provoca una fuerza sobre las barras que modifica la lectura de la célula de carga, lo que hace necesario realizar una compensación electrónica de la misma.

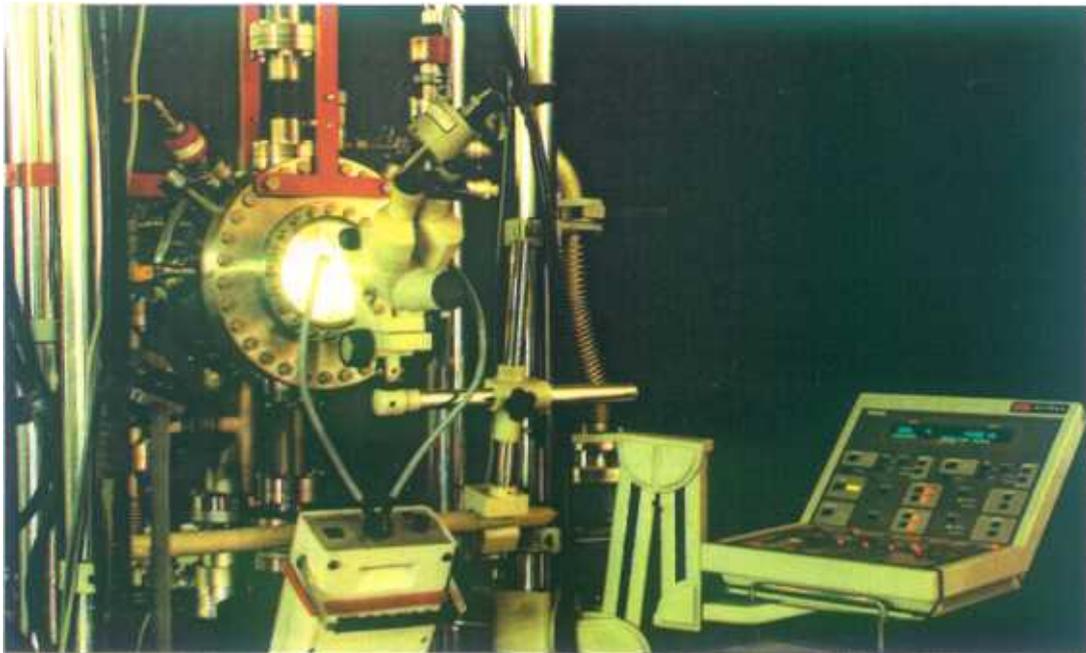


Fig. 21. Dispositivo de ensayos en ambientes gaseosos (vista frontal).

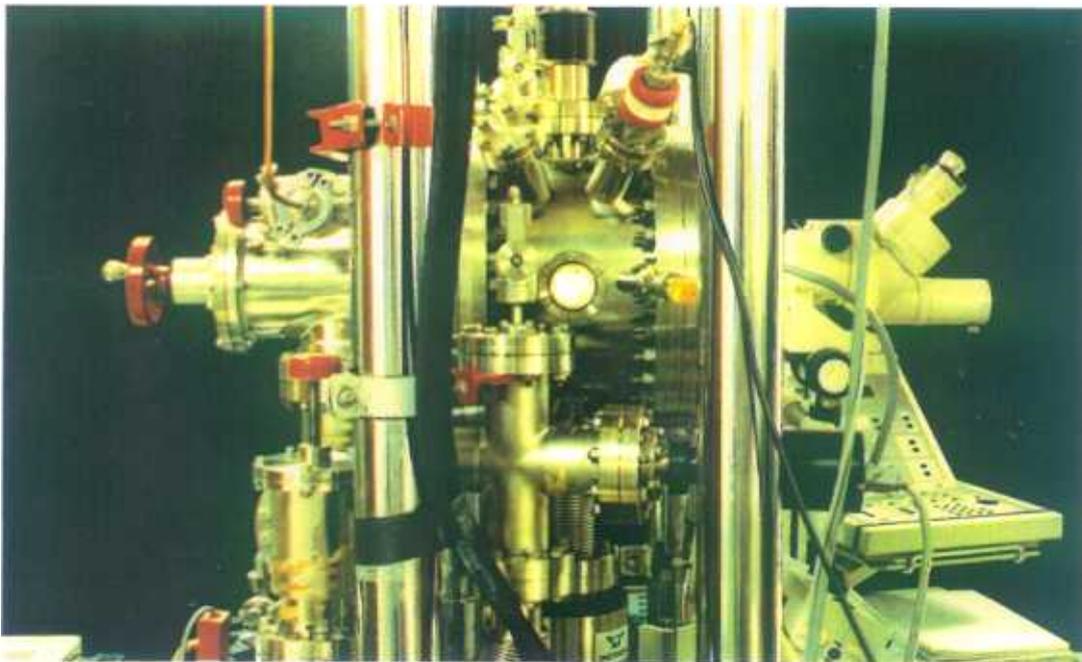


Fig. 22. Dispositivo de ensayos en ambientes gaseosos (vista lateral).

Existe la posibilidad de medir dos señales de temperatura en el interior de la cámara por medio de sondas para termopar de tipo K a través de un pasamuros específico para este fin. También se pueden recoger e introducir señales eléctricas por medio de otro

pasamuros conectado a una de las entradas que permite, entre otras cosas, transmitir la señal eléctrica proveniente del extensómetro en algunos ensayos realizados en alto vacío.

Además de ensayos en condiciones de alto vacío, se pueden hacer ensayos en atmósferas gaseosas de alta pureza. Para ello se han diseñado dos líneas de vacío que permiten introducir gases en la cámara y que pueden verse en la parte izquierda del esquema de la figura 20. Una de ellas (la que está más abajo en el esquema) se utiliza como una línea de entrada de gases de propósito general y la otra es una línea especial en la que se obtiene vapor de agua de alta pureza que después se introduce en la cámara de trabajo. El proceso que se sigue para conseguir vapor de agua de alta pureza se describe más adelante.

La línea de entrada de vapor de agua posee un equipo de bombeo propio compuesto por una combinación de una bomba difusora de vapor de aceite y una rotatoria que crea el vacío previo para que la difusora pueda funcionar. La conexión a la cámara principal se realiza a través de una válvula de fuga calibrada. El agua desionizada de la que se parte para obtener el vapor de agua de alta pureza se encuentra en una ampolla de vidrio que está aislada de la línea por medio de una válvula de cierre. Por último, la presión en la línea se mide con un manómetro Penning.

Una parte muy importante del sistema la constituyen los medidores de presión. Estos aparatos permiten verificar que las condiciones en el interior de la cámara se ajustan a los requerimientos experimentales. Existen dos clases de manómetros: medidores de presión total y medidores de presiones parciales. Entre los medidores de presión total se encuentran un manómetro de capacitancia, dos manómetros de cátodo frío Penning y otros dos medidores de conductividad térmica Pirani. Se distinguen por el intervalo de presiones en que pueden trabajar. El manómetro de capacitancia se utiliza para medir la presión total en el interior de la cámara cuando se introducen atmósferas gaseosas puras, puesto que la lectura que proporciona es independiente del tipo de gas y además permite una gran precisión en el intervalo de presiones comprendido entre  $10^{-1}$  y 1000 Pa. De los otros medidores citados, el Penning se emplea en la región comprendida entre  $10^{-5}$  y  $10^{-1}$  Pa y el Pirani entre  $10^{-1}$  y 1000 Pa. Debido a su principio de funcionamiento físico en ambos casos la lectura depende del tipo de gas del que se trate (Denison, 1979).

Como medidor de presiones parciales se utiliza un espectrómetro de masas cuadrupolar. Se trata de un equipo muy sofisticado capaz de medir las presiones parciales de los gases presentes en una mezcla por ionización en alto vacío. Como se puede observar en la figura 23, está compuesto por una fuente de ionización, un filtro de masas

y un colector de los iones que pasan a través del filtro. La fuente de ionización tiene como misión producir iones del gas que va a ser analizado. La técnica que se aplica para conseguir iones positivos es la de ionización por impacto electrónico<sup>12</sup> con electrones de baja energía, que da lugar a procesos como los siguientes:

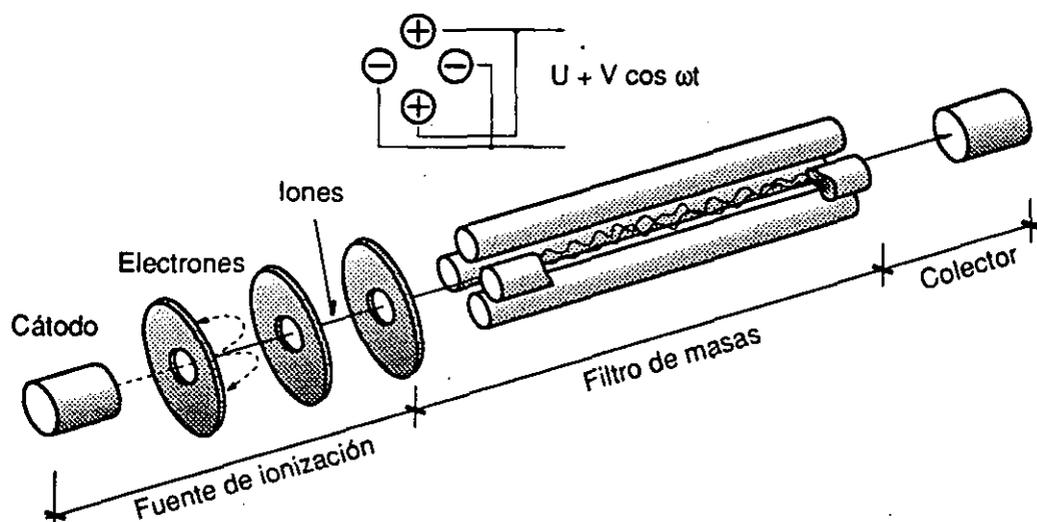
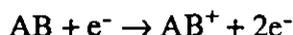
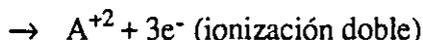


Fig. 23. Estructura del espectrómetro de masas cuadrupolar.

Cuando en lugar de especies simples como las que se han representado, se ionizan moléculas complejas, el número de iones que pueden formarse aumenta rápidamente con la complejidad de la molécula. Además de los iones moleculares con carga simple o múltiple, pueden aparecer iones fragmentarios. Así, cada molécula lleva asociado un patrón de ionización ('cracking pattern') para una energía dada de los electrones, que muestra las distintas especies que aparecen en el proceso y su abundancia relativa.

El filtro de masas es un dispositivo muy complejo a pesar de su aparente simplicidad. La separación de los diferentes tipos de iones con respecto a su relación masa/carga se realiza por medio de un campo cuadrupolar eléctrico de alta frecuencia. Para crear este campo se emplean cuatro varillas paralelas (de sección idealmente hiperbólica, pero usualmente cilíndrica) conectadas por parejas a un potencial que está

<sup>12</sup> Los electrones se generan en un filamento emisor y se someten a un potencial acelerador para hacerles chocar contra las moléculas del gas.

compuesto de una componente alterna de alta frecuencia  $V\cos\omega t$  y una componente continua  $U$ , como se ve en la figura 23. Los iones positivos se introducen en el espacio interior de las varillas y comienzan a oscilar por efecto del campo de alta frecuencia. Para cada valor de  $U$ ,  $V$  y  $\omega$  sólo pasan a través de las varillas los iones que se encuentran en un intervalo de masas definido. Las amplitudes de oscilación de esos iones permanecen finitas e inferiores a la distancia entre las varillas. Los demás chocan contra las varillas antes de llegar al detector y son bombeados por el sistema de vacío.

En cuanto al sistema de detección, en el caso más simple (el menos afectado por los errores sistemáticos), los iones impactan en un colector de Faraday al que le transfieren su carga. La corriente resultante se convierte en voltaje para suministrar una señal de salida proporcional a la corriente iónica.

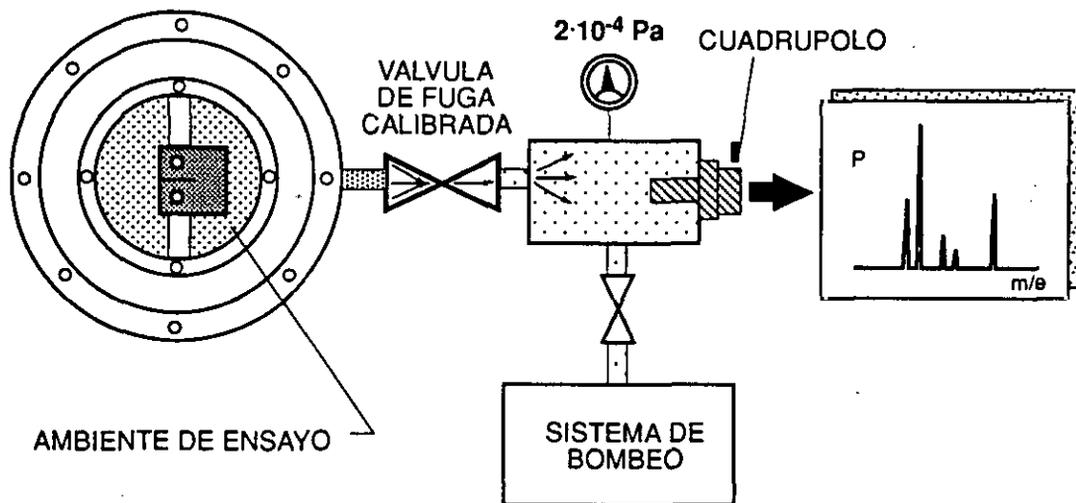


Fig. 24. Análisis de la atmósfera contenida en la cámara principal para  $p > 10^{-2}$  Pa.

A pesar de sus grandes posibilidades, este aparato tiene una importante limitación: necesita una presión inferior a  $10^{-2}$  Pa para funcionar con normalidad. Si se quiere analizar la composición de una atmósfera gaseosa a una presión mayor es necesario trabajar con bombeo diferencial en el lugar donde esté situado el medidor. Con este fin se diseñó una cámara auxiliar aneja a la cámara principal de ensayo y conectada a ésta por medio de una válvula de fuga calibrada de muy baja conductancia, como se muestra en la figura 24. Dicha cámara se encuentra siempre a una presión de aproximadamente  $2 \cdot 10^{-6}$  Pa. De la cámara principal, que contiene la mezcla gaseosa, se deja pasar un pequeño caudal hacia la cámara auxiliar, hasta que la presión en ella sube a  $2 \cdot 10^{-4}$  Pa. En este momento se toma un espectro de la atmósfera en la cámara del cuadrupolo y se compara

con el obtenido previamente a  $2 \cdot 10^{-6}$  Pa, con objeto de establecer la composición cualitativa del gas que hay en el interior de la cámara principal.

### 2.1.3.2 Ambientes de trabajo

Los experimentos de crecimiento de grietas por fatiga se realizaron a una temperatura aproximada de  $20\text{ }^{\circ}\text{C}$  en presencia de diversos ambientes: agua desionizada, aire con un 50% de humedad relativa, vapor de agua de alta pureza a distintas presiones y otros gases puros, y alto vacío. A continuación se describen en detalle sus características.

#### A. Ambientes acuosos: agua desionizada

Durante los experimentos en agua desionizada la muestra estaba sumergida en el interior de un pequeño depósito de plástico transparente que contenía el medio acuoso. Las fijaciones para transmitir la carga a la muestra se fabricaron del mismo material utilizado en la investigación, con el fin de evitar el par galvánico resultante del contacto de dos metales distintos inmersos en un electrolito. El depósito tenía un hueco de forma rectangular para permitir la entrada a la pieza de sujeción inferior, a la que estaba unido de forma estanca por medio de silicona. En la figura 25 se puede ver un esquema del montaje.

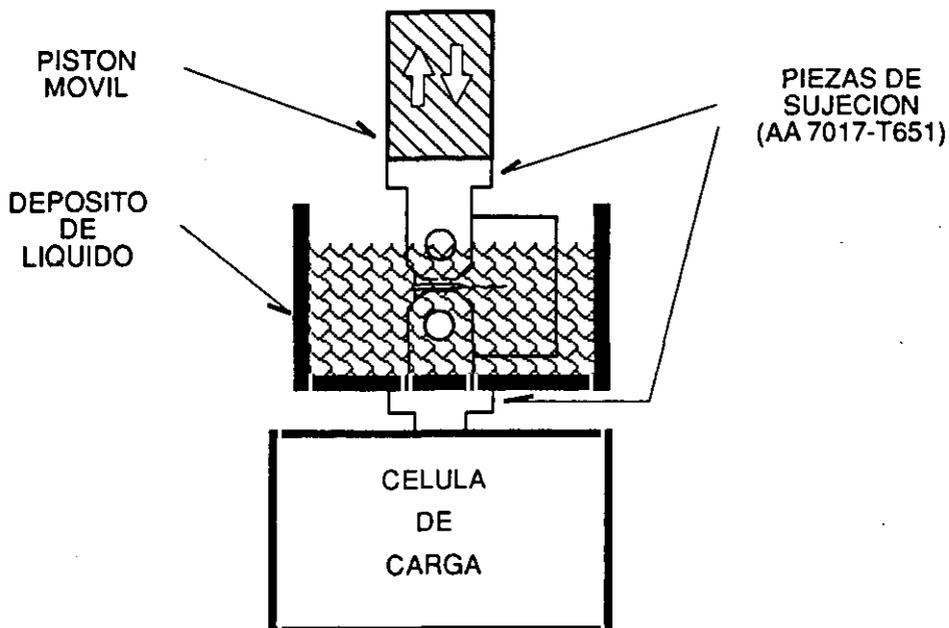


Fig. 25. Montaje experimental del ensayo en agua desionizada.

## B. Ambientes Gaseosos

Los experimentos en ambientes gaseosos se realizaron en la cámara descrita en el apartado anterior. Durante los ensayos en aire la cámara permanecía abierta a presión atmosférica y la humedad relativa era aproximadamente de un 50% según indicaba un medidor barométrico situado en el exterior de la campana. En cuanto a los gases y vapores de alta pureza, las técnicas de manipulación y obtención eran bastante más complejas y se describirán a continuación.

### Vapor de agua de alta pureza

Para obtener vapor de agua de alta pureza se parte de una pequeña cantidad de agua desionizada que se encuentra contenida en una ampolla de vidrio. A pesar de tratarse de agua casi libre de impurezas tiene en su interior una gran cantidad de gases disueltos procedentes del aire, tales como nitrógeno, oxígeno, dióxido de carbono y otros. A fin de eliminar estos gases se realiza un proceso de destilación en vacío del agua que se ilustra en la figura 26, y cuyas etapas se describen seguidamente.

En primer lugar, el agua de la ampolla se congela hasta unos  $-70\text{ }^{\circ}\text{C}$  por medio de una mezcla de dióxido de carbono sólido y alcohol. A esta temperatura sólo quedan en forma gaseosa dentro del depósito todos los gases que condensan a una temperatura inferior, como por ejemplo el nitrógeno y el oxígeno. En este instante se abre la válvula que separa la ampolla del sistema de bombeo y se bombean los gases residuales. Seguidamente se aísla de nuevo el depósito y se aumenta la temperatura hasta conseguir la fusión del hielo y la salida del líquido de los gases que puedan quedar disueltos. Este proceso secuencial de congelación-bombeo descongelación se repite al menos en tres ocasiones. Cuando al abrir la válvula de la ampolla con el agua congelada para bombear los gases residuales no se nota un aumento en la presión de la línea, el agua se encuentra prácticamente libre de gases disueltos y se da por concluido el proceso. En ese momento, lo que hay dentro del depósito es prácticamente sólo agua en equilibrio con su vapor, que ya se puede introducir en la cámara de ensayo.

Antes de introducir el vapor de agua en la campana, se evacúa la línea de entrada del vapor hasta conseguir una presión de al menos  $10^{-4}$  Pa y se deja aislada. A continuación se abre la válvula de la ampolla donde está contenido el vapor de agua y se deja pasar un pequeño caudal a la cámara de ensayo a través de una válvula de fuga calibrada, hasta obtener la presión deseada. Una vez alcanzada la presión de trabajo se aísla la cámara dejando la atmósfera estática durante el transcurso del experimento.

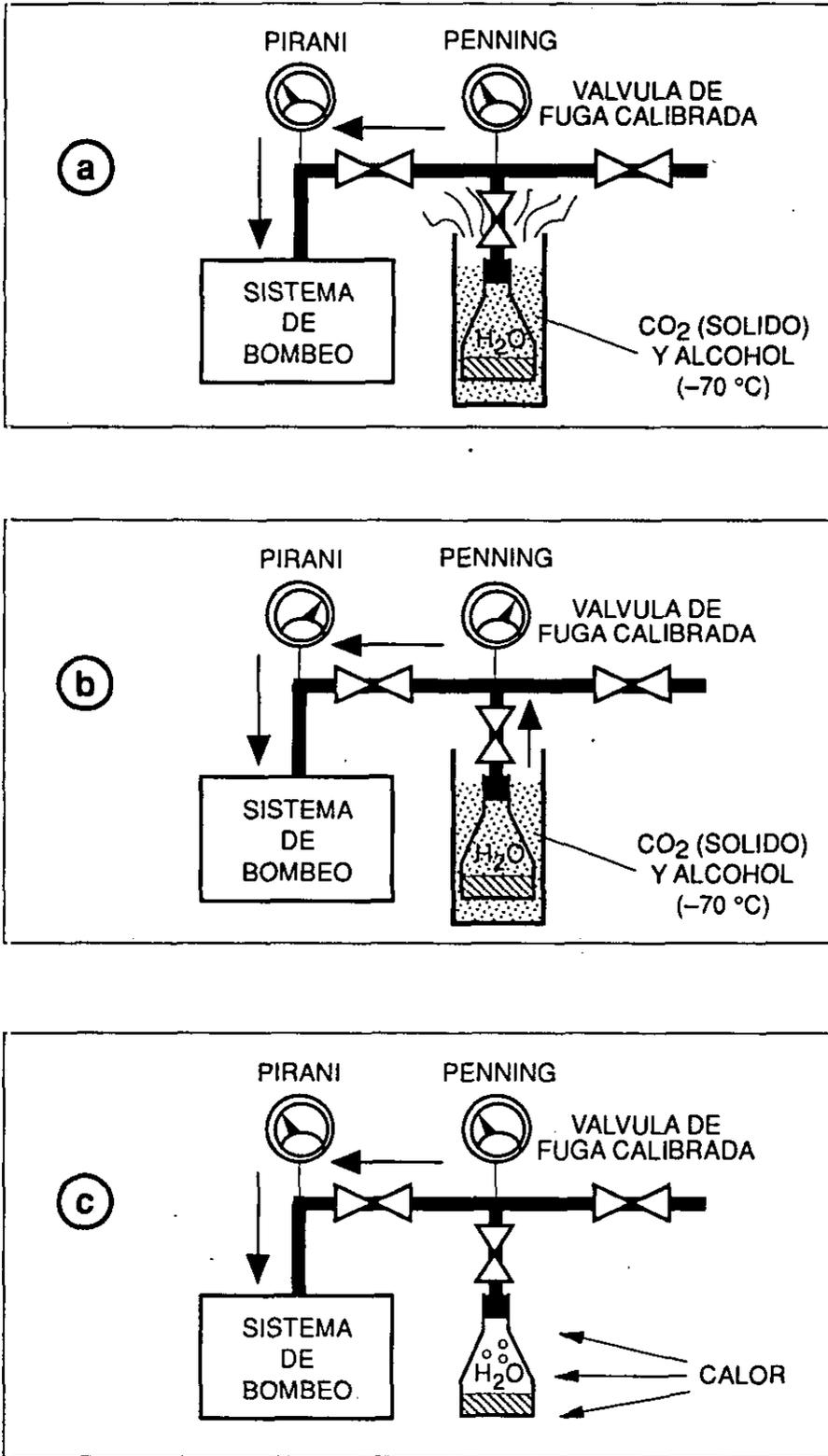


Fig. 26. Proceso secuencial de destilación en vacío del vapor de agua: (a) congelación, (b) bombeo y (c) descongelación.

## Gases puros

En los ensayos con gases puros se utilizan gases de pureza 50 (99,999 %). Las impurezas, según el catálogo del fabricante, estaban por debajo de 3 ppm de vapor de agua, a parte de otros elementos en menor proporción. Para reducir aún más este contenido de humedad se conducen los gases a través de un filtro desecante compuesto por una capa de drierita<sup>13</sup> y a continuación otra capa de un filtro de tamiz molecular a base de zeolita<sup>14</sup>. A la salida del filtro, el contenido de vapor de agua se reduce hasta aproximadamente 1 ppm.

La cámara de ensayos y la línea de entrada de gases se evacúan antes de introducir los gases puros hasta llegar a una presión por debajo de  $10^{-5}$  Pa. Entonces se aísla la cámara del sistema de vacío y se hace pasar el gas a través de una válvula de fuga calibrada, dejando que la presión suba hasta aproximadamente 10 Pa. A continuación se vacía de nuevo la campana y la línea de gases y se vuelve a introducir gas hasta alcanzar la presión a la que se va a realizar el ensayo, de manera análoga a los ensayos en vapor de agua.

---

<sup>13</sup> Sulfato cálcico 97% y cloruro de cobalto 3%.

<sup>14</sup> 'Molecular sieve type 5A' de composición  $\text{CaNa SiO}_2 \text{ Al}_2\text{O}_3$ .

## 2.2 RESULTADOS EXPERIMENTALES

### 2.2.1 Microestructura de la aleación estudiada

Como se ha dicho con anterioridad, el proceso de laminación que se utiliza para fabricar la aleación que se ha investigado en la presente Tesis Doctoral da como resultado una microestructura muy anisótropa, lo que se refleja en las propiedades mecánicas del material, como más adelante se podrá comprobar.

Para analizar la microestructura de la aleación 7017-T651 en las distintas secciones de la plancha (L, S y T) se llevó a cabo un proceso de preparación metalográfica de las muestras compuesto por varias etapas<sup>15</sup>:

- a. montaje de las muestras en un molde cilíndrico usando una resina epoxy a temperatura ambiente,
- b. desbastado para planificar la superficie de las muestras con papel de lija de carburo de silicio (de grado 220) empleando agua como lubricante,
- c. pulido inicial con una suspensión de diamante de 6  $\mu\text{m}$ , pasando después a una suspensión de diamante de 3  $\mu\text{m}$  para terminar con diamante de 1  $\mu\text{m}$ , y
- d. pulido final manual en magnesia para eliminar las últimas rayas que puedan quedar en la superficie como consecuencia de las etapas previas.

A continuación se procede al ataque químico para revelar la microestructura de la aleación. Como reactivo de ataque se empleó la siguiente disolución: 2 g NaOH, 5 g NaF y 93 ml H<sub>2</sub>O (Sperry y Bankard, 1973). El resultado de sumergir durante dos minutos las muestras en la disolución citada se aprecia en las figuras que van de la 27 a la 29.

---

<sup>15</sup> Tanto el desbastado inicial como el pulido subsiguiente se realizaron en una pulidora automática STRUERS ABRAMIN.

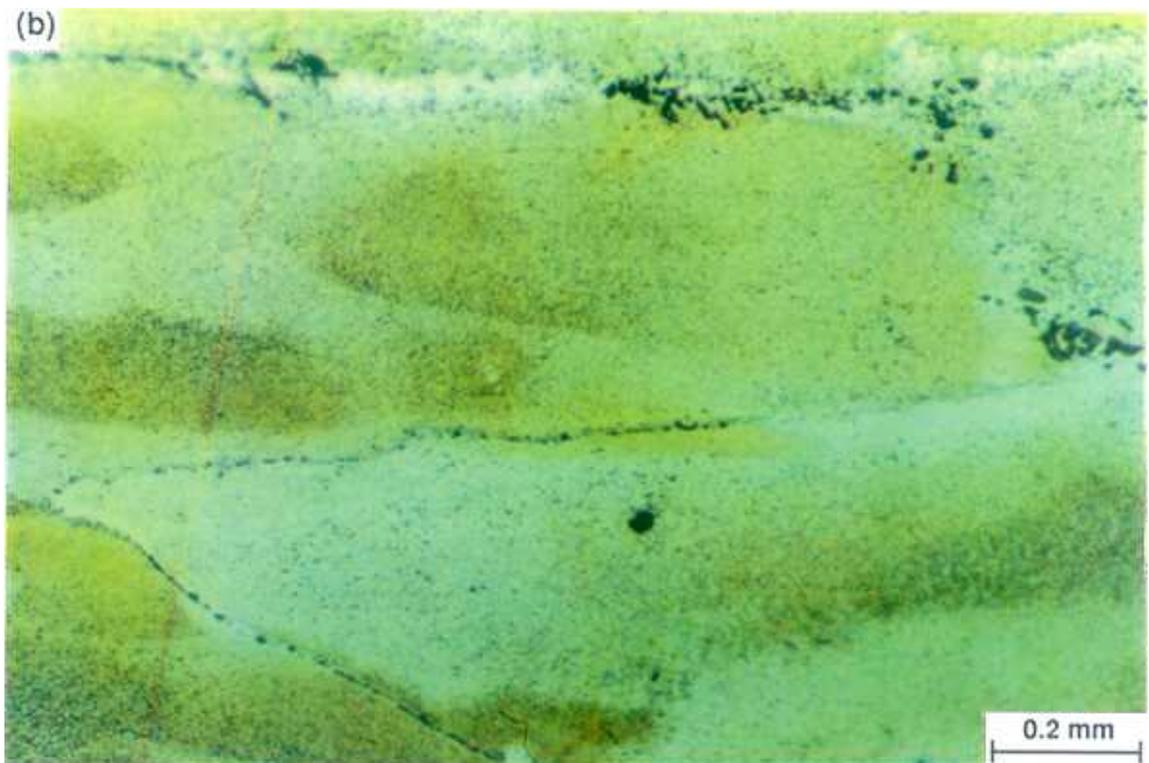
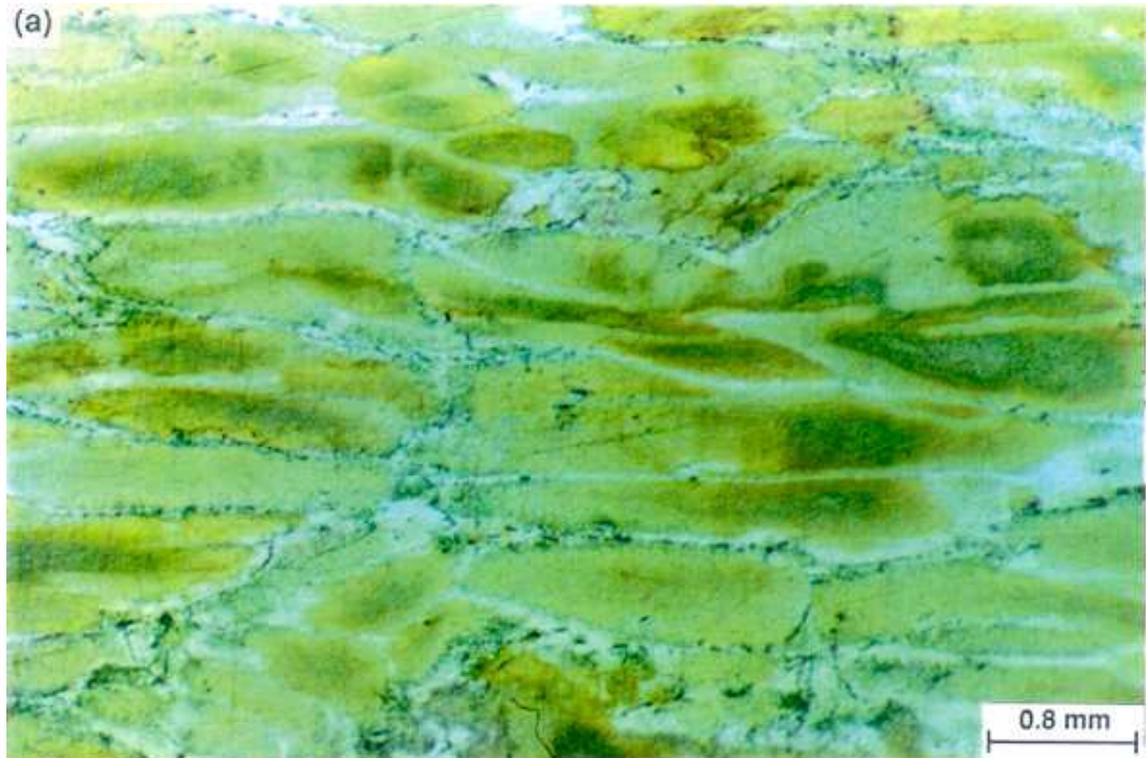


Fig. 27. Microestructura de la aleación 7017-T651 en la dirección de laminación (L):  
(a)  $\times 25$ ; (b)  $\times 100$

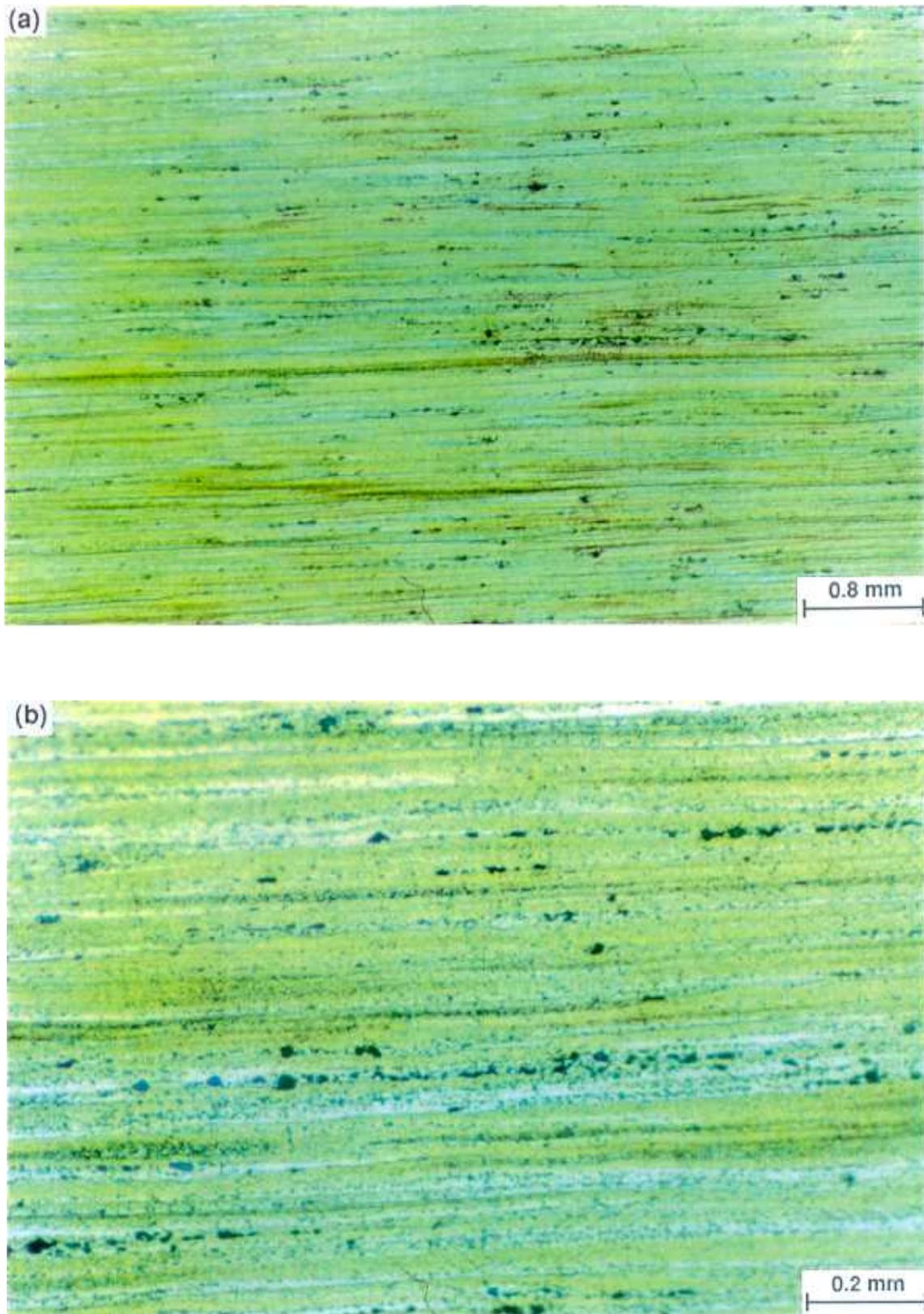


Fig. 28. Microestructura de la aleación 7017-T651 en la dirección T:  
(a)  $\times 25$ ; (b)  $\times 100$

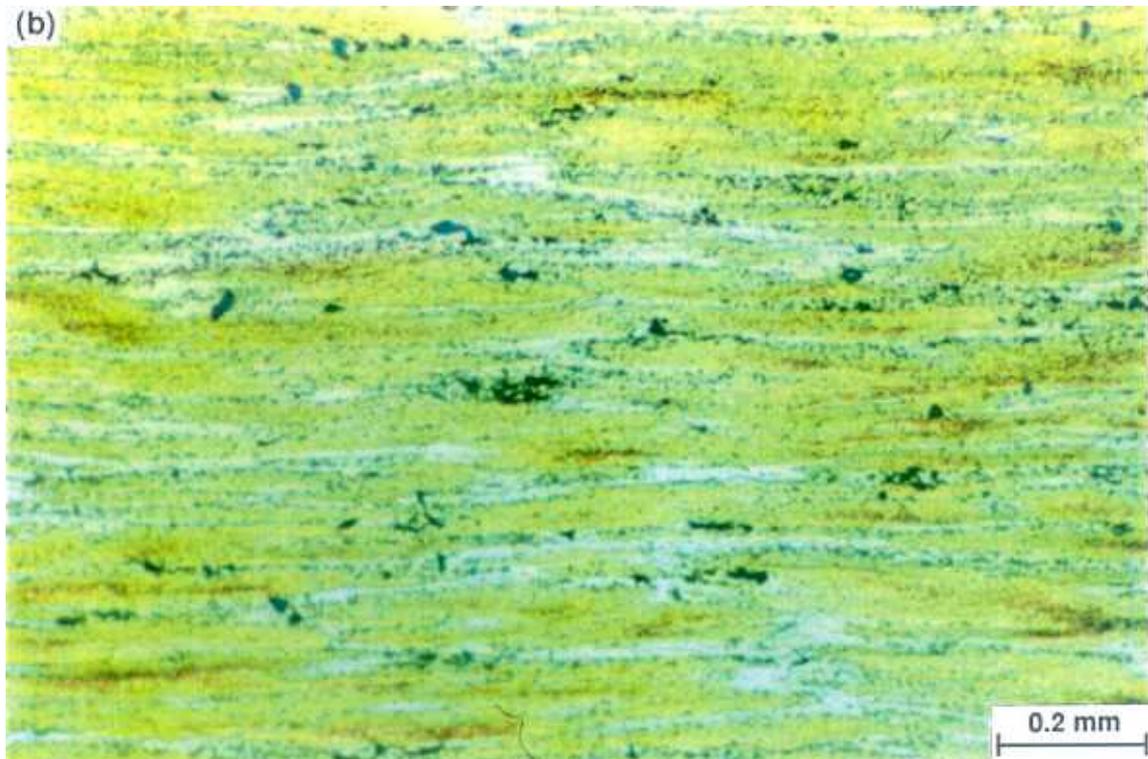
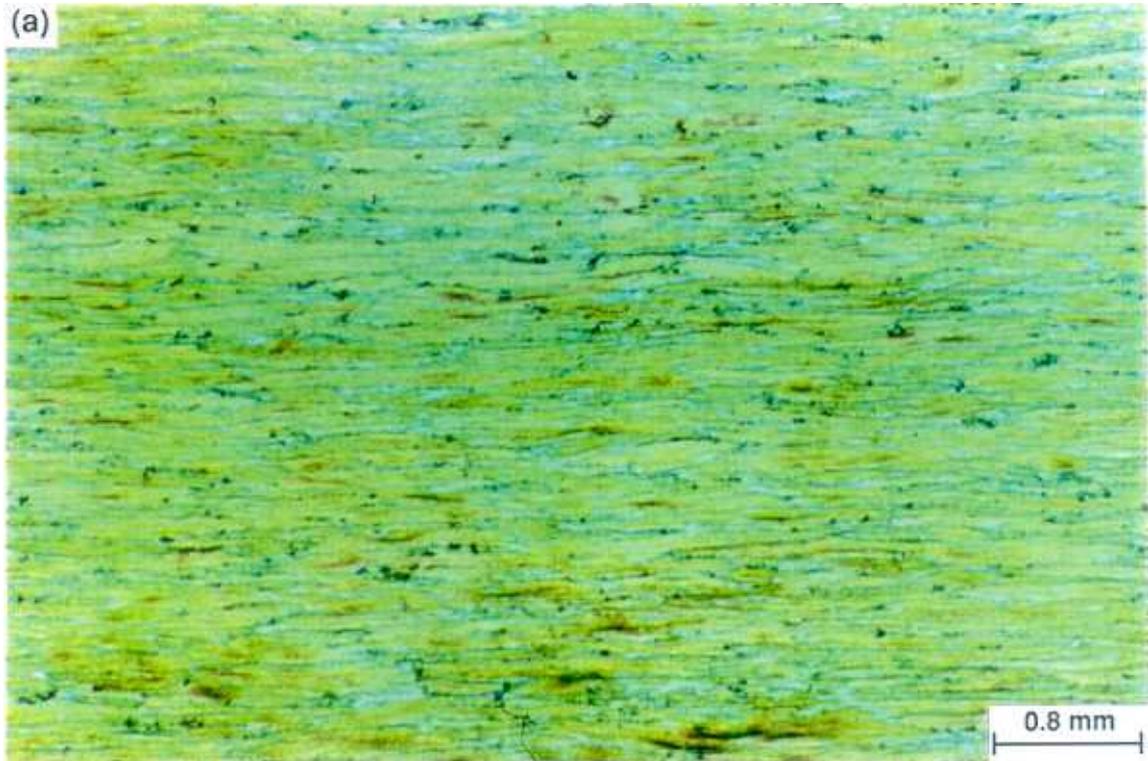


Fig. 29. Microestructura de la aleación 7017-T651 en la dirección S:  
(a)  $\times 25$ ; (b)  $\times 100$

Como se puede apreciar en las fotografías, la microestructura muestra unos granos de forma irregular, muy alargados en la dirección de laminación y muy estrechos en las otras dos direcciones, a consecuencia del proceso de conformado. Se observan también otras fases de un color oscuro situadas en las fronteras de grano y a veces también dentro de los granos, que probablemente correspondan a impurezas ricas en hierro y silicio, típicas de estas aleaciones (Sperry y Bankard, 1973), que luego aparecen en las superficies de fractura, como ya veremos.

### 2.2.2 Ensayos de tracción

Los resultados de los ensayos de tracción para las dos orientaciones estudiadas se muestran en las figuras 30 y 31.

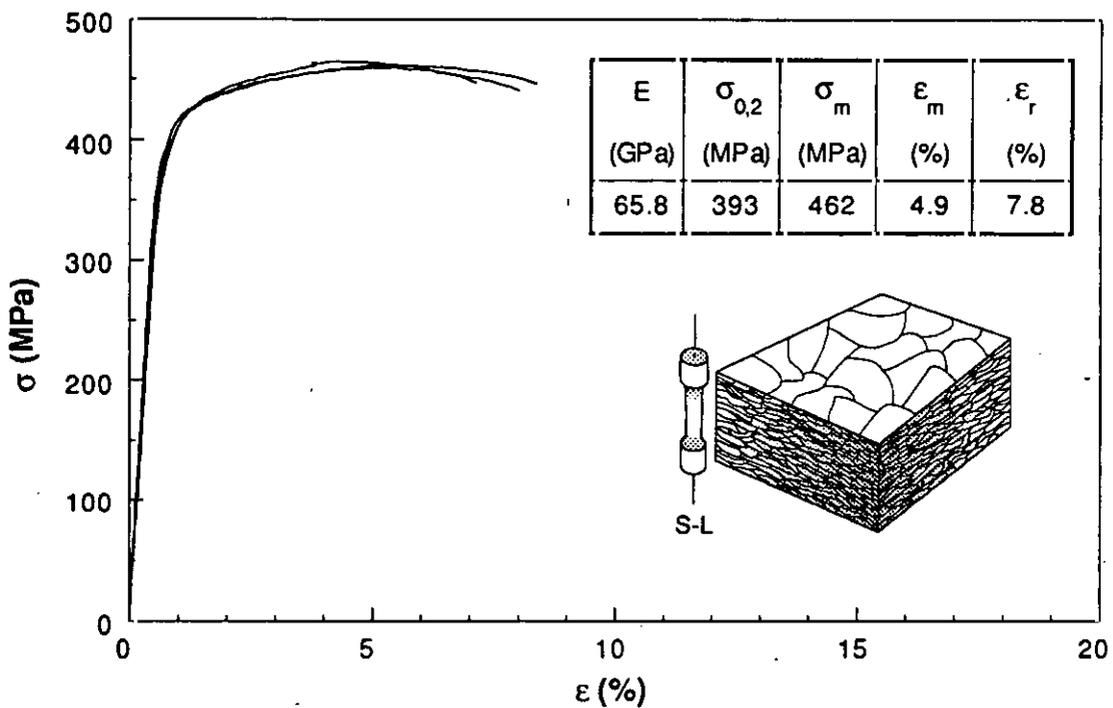
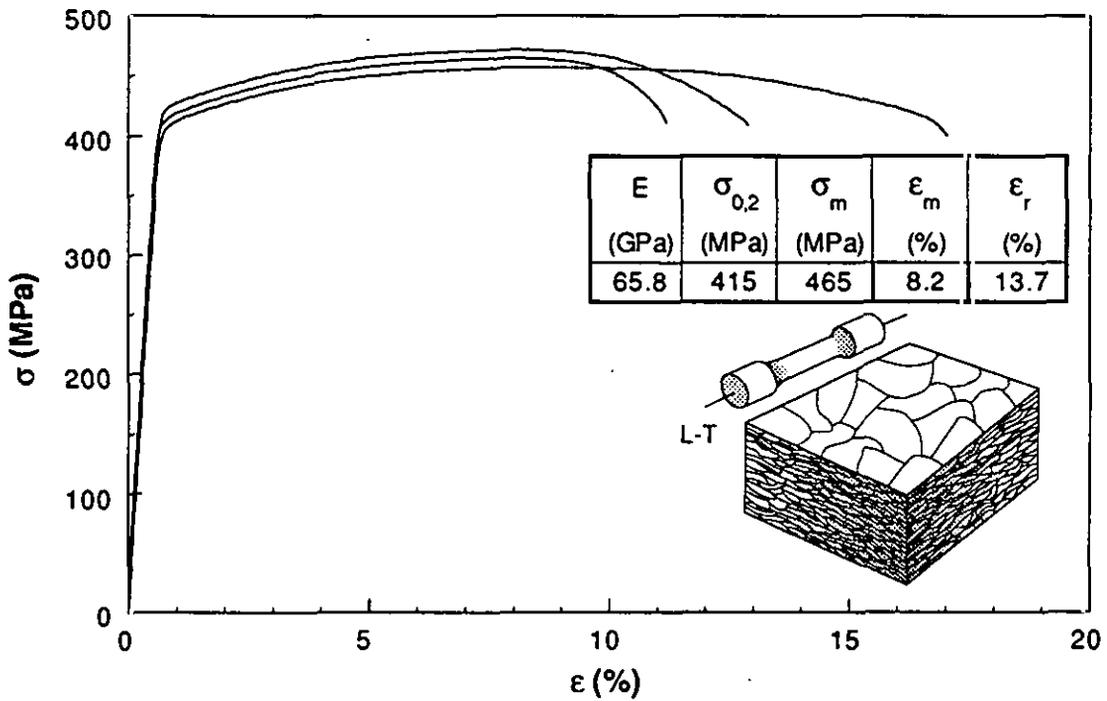


Fig. 30. Resultados de los ensayos de tracción en la orientación S-L.

Las propiedades mecánicas que se han obtenido a través de estos experimentos, como son el módulo de elasticidad  $E$ , el límite elástico (al 0.2% de deformación)  $\sigma_{0,2}$ , la resistencia a tracción  $\sigma_m$ , el alargamiento bajo carga máxima  $\epsilon_m$  y el alargamiento a rotura  $\epsilon_r$  se resumen en la tabla 1 (cada uno de los valores corresponde a la media de tres ensayos).

**Tabla 1.** Propiedades mecánicas de la aleación de aluminio 7017-T651 en las orientaciones S-L y L-T.

	E (GPa)	$\sigma_{0.2}$ (MPa)	$\sigma_m$ (MPa)	$\epsilon_m$ (%)	$\epsilon_r$ (%)
S-L	65.8	393	462	4.9	7.8
L-T	65.8	415	465	8.2	13.7



**Fig. 31.** Resultados de los ensayos de tracción en la orientación L-T.

El módulo de elasticidad y la resistencia a tracción tienen valores muy parecidos en ambas orientaciones. Sin embargo el límite elástico, el alargamiento bajo carga máxima y el alargamiento a rotura son sensibles a la dirección de ensayo. Según se deduce de los resultados de la tabla 1, el alargamiento a rotura en la orientación L-T es un 75% mayor que en la orientación S-L, lo que da una idea clara de la mayor ductilidad de la aleación cuando la carga se aplica según la dirección de laminación.

### 2.2.3 Ensayos de fractura

En la orientación S-L se realizaron cuatro ensayos para medir el valor de  $K_{IC}$ , la tenacidad de fractura del material. De ellos, tres proporcionaron resultados válidos según la norma ASTM-E399. El valor medio de la tenacidad de fractura correspondiente a los tres ensayos válidos es de 26.1 MPa $\sqrt{m}$ .

Por otra parte, con las muestras mecanizadas en la orientación L-T se realizaron tres ensayos que dieron lugar a resultados válidos en todos los casos. El valor medio de la tenacidad de fractura correspondiente a los tres ensayos es de 34.6 MPa $\sqrt{m}$ .

Los resultados obtenidos en la orientación L-T son aproximadamente un 30% más altos que en la orientación S-L, lo que coincide con la tendencia observada en los ensayos de tracción. Efectivamente, la aleación se comporta de un modo más dúctil cuando la carga se aplica según la dirección de laminación y consecuentemente tiene mayor capacidad para soportar carga en presencia de grietas en la orientación L-T.

### 2.2.4 Ensayos de fatiga

Estos experimentos constituyen la parte central de la presente tesis doctoral. El objetivo de los mismos es evaluar la influencia de un medio gaseoso con distintos contenidos de vapor de agua en la velocidad de crecimiento de las grietas cuando el material está sometido a cargas oscilantes. En las dos orientaciones de las muestras estudiadas (S-L y L-T) se ha llevado a cabo el mismo plan de ensayos, que se divide en dos partes:

- a. ensayos para evaluar el efecto de la presión de vapor de agua a frecuencia constante, y
- b. ensayos para evaluar el efecto de la frecuencia (entre 1 y 10 Hz) para un valor dado de la presión de vapor de agua.

En todos los experimentos se realizaba un control exhaustivo de la pureza de la atmósfera que rodeaba a la muestra, recogiendo un espectro de la composición de la misma por medio de un espectrómetro cuadrupolar para cada ensayo. El número de espectros recogidos es ingente, dado que para cada muestra se tomaban al menos tres para cada ambiente de ensayo. Por este motivo y dada la repetitividad que exhibían las medidas, sólo se mostrarán los espectros más representativos correspondientes a las distintas atmósferas gaseosas empleadas.

### A. Orientación S-L:

#### Efecto de la presión de vapor de agua

En las figuras 32, 33 y 34 se representan los resultados de los ensayos de fatiga llevados a cabo con las muestras mecanizadas en la orientación S-L. La figura 32 corresponde a los experimentos en ambientes inertes: argón seco, oxígeno seco y alto vacío; mientras que las figuras 33 y 34 se refieren a los experimentos en ambientes agresivos: vapor de agua a distintas presiones, aire de un 50 % de humedad relativa y agua desionizada, que se realizaron a dos frecuencias distintas (10 y 1 Hz).

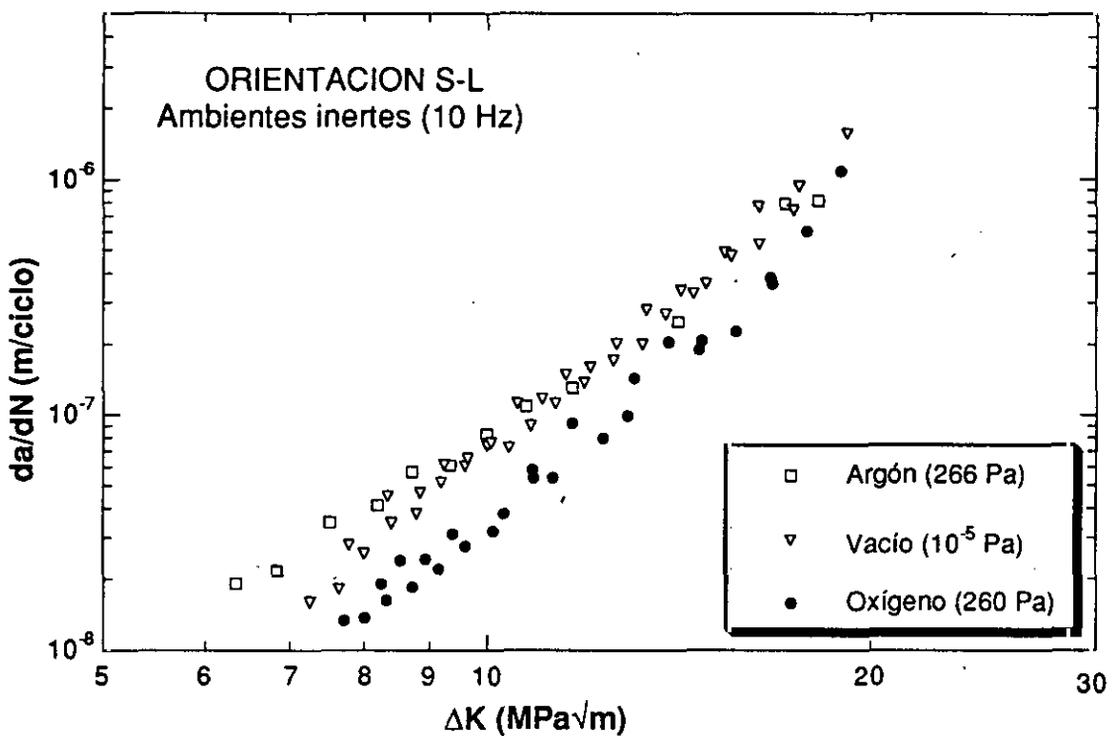


Fig. 32. Resultados de los ensayos de fatiga en ambientes inertes (orientación S-L).

Según se aprecia en la figura 32, los resultados en argón seco están muy cerca de los obtenidos en alto vacío, mientras que en presencia de oxígeno seco la velocidad de propagación de la grieta es menor que en alto vacío. Este comportamiento coincide con el observado en la aleación 7075-T651 (Gao, Pao y Wei, 1988), de la misma serie que la utilizada el presente estudio.

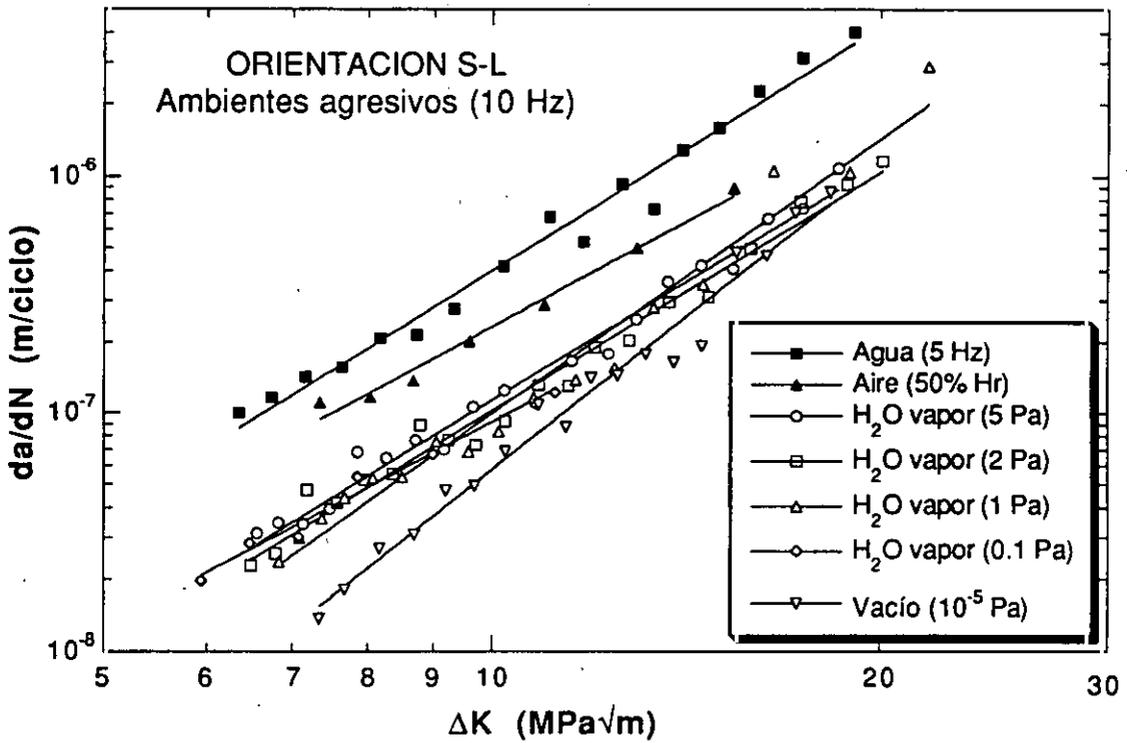


Fig. 33. Ensayos de fatiga en ambientes agresivos en la orientación S-L ( $\nu=10$  Hz).

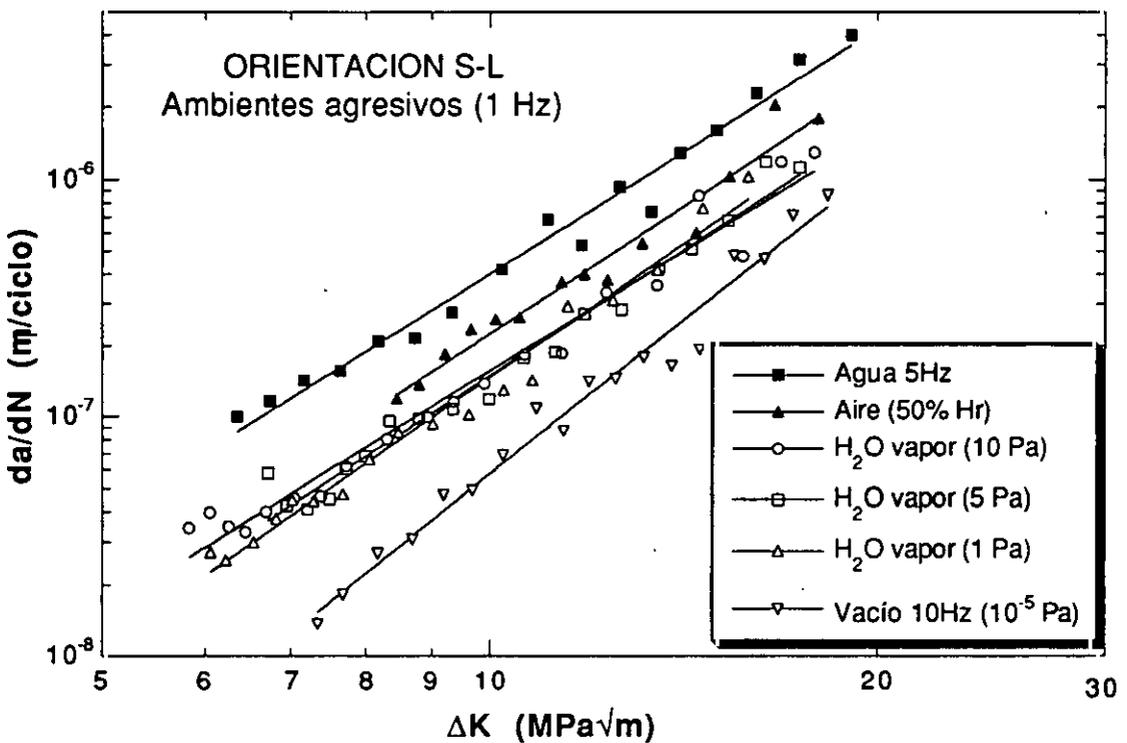


Fig. 34. Ensayos de fatiga en ambientes agresivos en la orientación S-L ( $\nu=1$  Hz).

En las figuras 33 y 34 se han ajustado los resultados experimentales por funciones del tipo  $Y = A \cdot X^m$ . Los resultados obtenidos en atmósferas de vapor de agua están contenidos entre las curvas de aire atmosférico y alto vacío, que se usan como ambientes de referencia. Todos los resultados tienden a unirse para valores altos de  $\Delta K$ , donde la influencia del medio ambiente es muy pequeña. En el intervalo de presiones de vapor de agua estudiado (entre 1 y 10 Pa), los resultados experimentales están un poco dispersos y no presentan diferencias notables para ninguna de las frecuencias empleadas.

### Efecto de la frecuencia

Para estudiar el efecto de la frecuencia de oscilación de la carga en la velocidad de crecimiento de las grietas se llevaron a cabo varios experimentos en los que, manteniendo constante el ambiente de ensayo, se variaba la frecuencia entre 1 y 10 Hz.

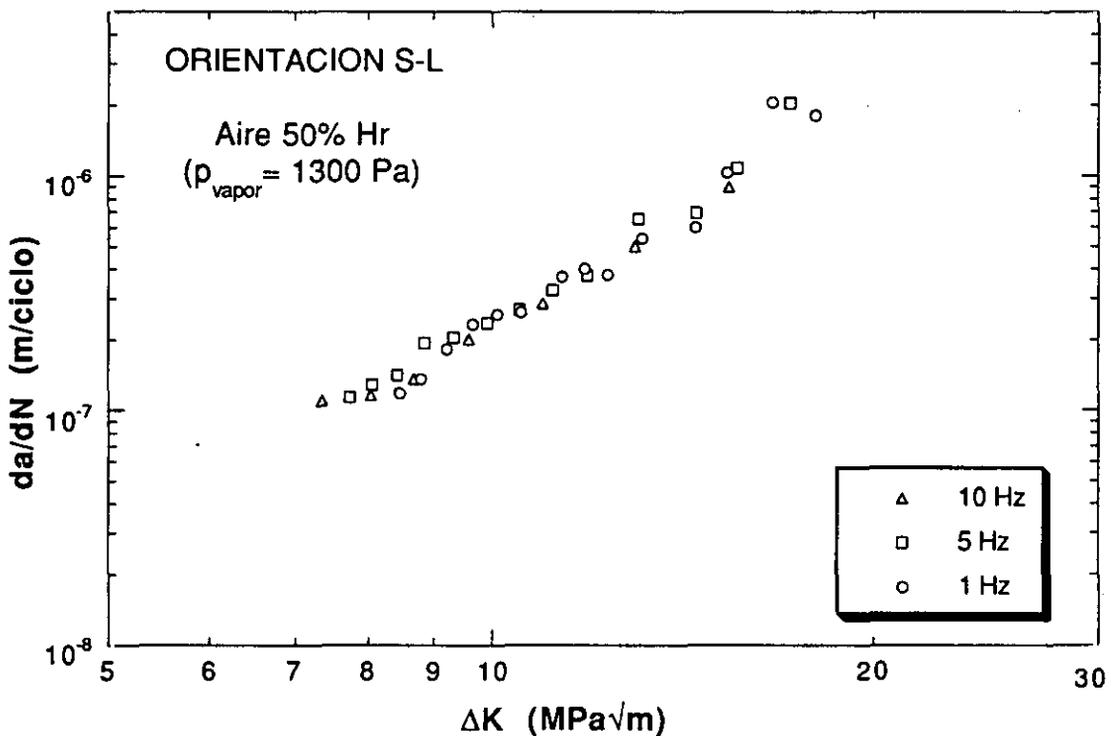


Fig. 35. Ensayos de fatiga en aire atmosférico (Hr = 50%) a distintas frecuencias.

En la figura 35 se representan los resultados de los ensayos de propagación de grietas por fatiga en aire atmosférico (Hr = 50%) a distintas frecuencias. La presión de vapor de agua se obtiene en este caso a partir del producto de la humedad relativa por la presión de saturación del vapor de agua a temperatura ambiente cuyo valor es de

aproximadamente 2600 Pa (García, 1966), lo que proporciona una presión de vapor de agua de 1300 Pa. Como se puede apreciar en la figura, al comparar los resultados obtenidos a 10 Hz con los encontrados a frecuencias más bajas (5 Hz y 1 Hz), no se observa ningún efecto de la frecuencia en la velocidad de crecimiento de la fisura.

Para tratar de comprobar si existía un efecto de la frecuencia a presiones de vapor de agua inferiores, se realizaron algunos ensayos en los que tras propagar la grieta a una cierta frecuencia durante un tramo, se cambiaba la frecuencia y se continuaba el experimento. En las figuras 36 y 37 se observa el efecto de cambiar la frecuencia de 1 a 10 Hz en dos probetas ensayadas en vapor de agua a 1 Pa y 10 Pa.

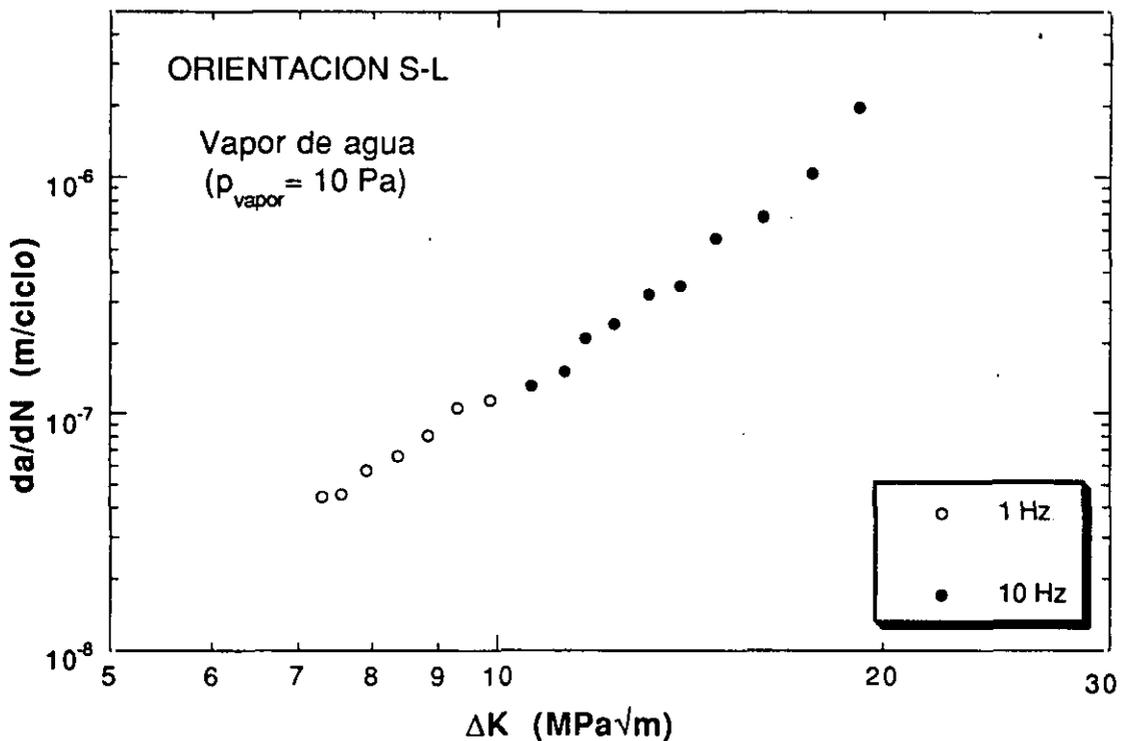


Fig. 36. Efecto de aumentar la frecuencia de en un ambiente de 10 Pa de vapor de agua.

El hecho de cambiar la frecuencia durante el ensayo de fatiga en una misma probeta no tiene una influencia apreciable en la velocidad de propagación, como se puede observar en las figuras. En el intervalo de presiones de vapor de agua estudiado con las muestras en la orientación S-L (1-1300 Pa), los resultados a 10 Hz y a 1 Hz siguen la misma tendencia, independientemente del valor de la presión de vapor de agua del ambiente que rodea al material.

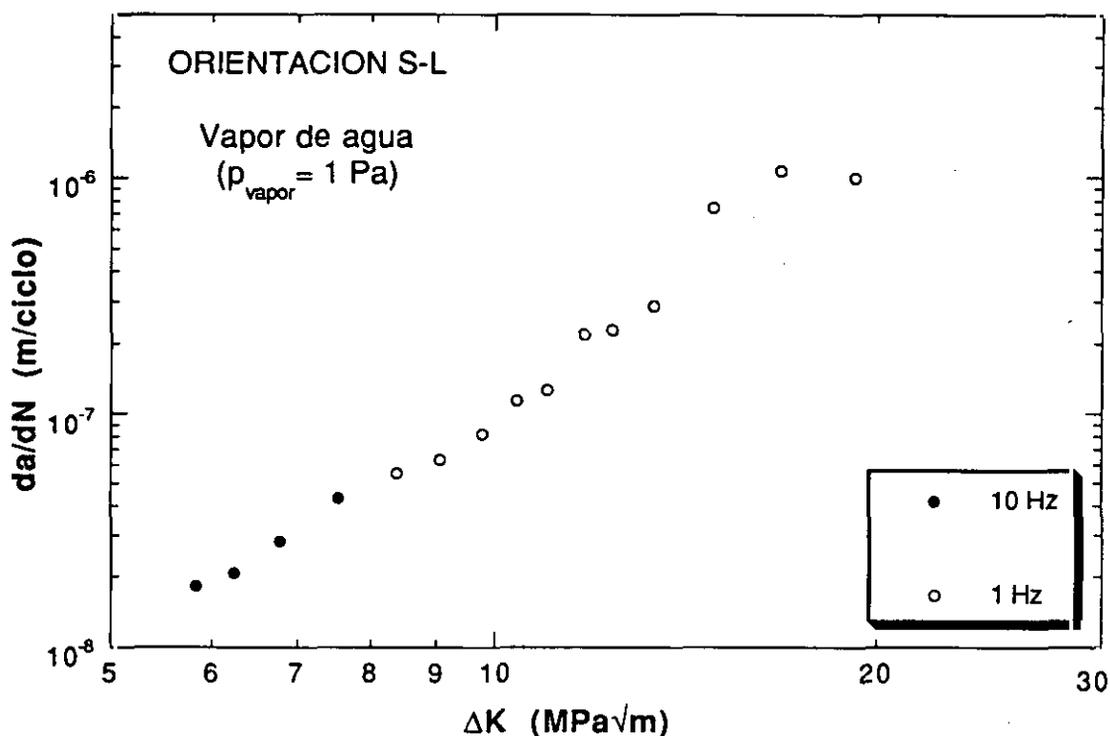


Fig. 37. Efecto de reducir la frecuencia en un ambiente de 1 Pa de vapor de agua.

## B. Orientación L-T

### Efecto de la presión de vapor de agua

Siguiendo el mismo esquema del apartado anterior, en la figura 38 se representan los resultados de los experimentos realizados en dos ambientes inertes: oxígeno seco y alto vacío. Por otra parte en la figura 39 están dibujados los resultados de los ensayos en ambientes agresivos<sup>16</sup>, que corresponden a vapor de agua de alta pureza a distintas presiones (desde 1 a 200 Pa) junto a los resultados en aire atmosférico (Hr = 50%) y alto vacío, que se usan como referencia<sup>17</sup>.

Como se puede apreciar en la figura 38, para valores bajos de la oscilación del factor de intensidad de tensiones la velocidad de propagación de las fisuras en presencia de oxígeno seco es menor que en alto vacío, como también sucedía en la orientación S-L. Sin embargo, en este caso a partir de aproximadamente 12 MPa $\sqrt{\text{m}}$  las dos curvas se unen y siguen por el mismo camino hasta el final.

<sup>16</sup> Están ajustados por curvas del tipo  $Y = AX^m$ , lo mismo que en las figuras 33 y 34.

<sup>17</sup> Además de los resultados representados en la figura 39, también se realizaron otros experimentos en vapor de agua a 10 Pa y 100 Pa, que se han omitido para no complicar en exceso la figura.

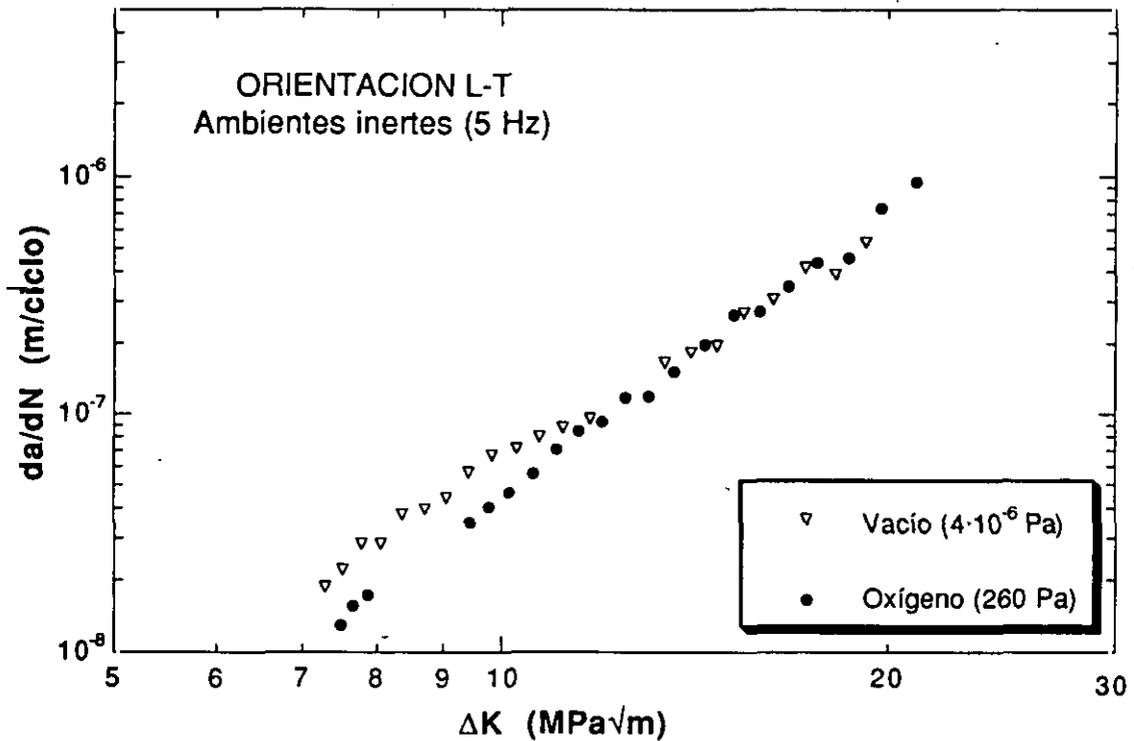


Fig. 38. Ensayos de fatiga en oxígeno seco y alto vacío (orientación L-T).

Por lo que se refiere a los experimentos en ambientes agresivos, los resultados son muy satisfactorios. En todos los casos, la velocidad de crecimiento de la grieta en presencia de atmósferas de vapor de agua de alta pureza se sitúa entre los valores correspondientes a los dos medios de referencia: aire atmosférico y alto vacío. Los resultados muestran una dispersión mucho menor que la encontrada para las muestras en la orientación S-L (figuras 33 y 34) y se puede apreciar en ellos una tendencia clara de aumento en la velocidad de propagación a medida que crece el contenido de vapor de agua en la atmósfera que rodea al material. Este comportamiento es análogo al encontrado en otras aleaciones de aluminio (Wei y otros, 1980; Gao, Pao y Wei, 1988) de diferente composición a la utilizada en esta investigación.

### Efecto de la frecuencia

En la orientación L-T, siguiendo el mismo esquema de trabajo que en la orientación S-L, se llevaron a cabo dos experimentos en vapor de agua de alta pureza a 1 y 10 Pa variando la frecuencia entre 1 y 10 Hz, tal como se muestra en las figuras 40 y 41.

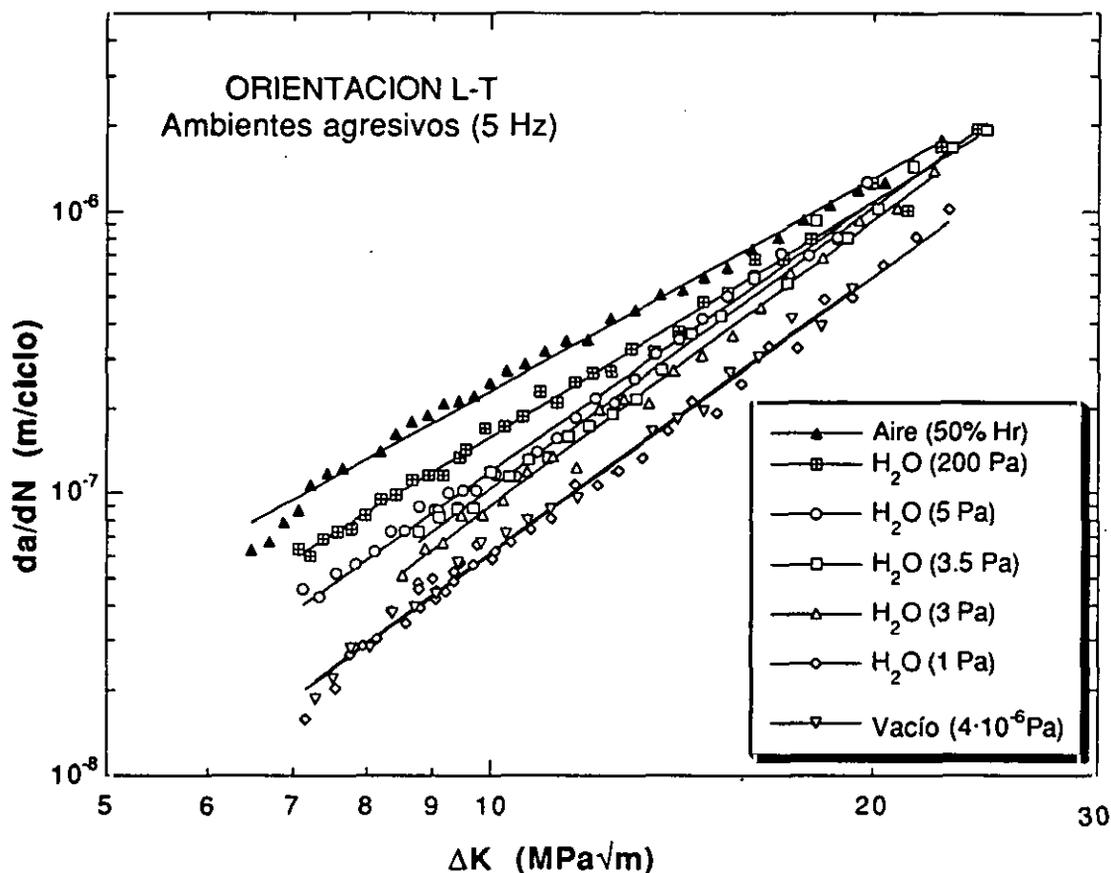


Fig. 39. Ensayos de fatiga en ambientes agresivos (orientación L-T).

En la figura 40 puede apreciarse que para una presión de vapor de agua de 10 Pa, los resultados obtenidos a 1 Hz y 10 Hz están bastante próximos entre sí. Con todo, al compararlos con la curva que ajusta el comportamiento de la aleación en vapor de agua a 10 Pa y 5 Hz parece que los resultados a 1 Hz quedan un poco por encima, mientras que los correspondientes a 10 Hz quedan un poco por debajo.

Cuando la presión de vapor de agua se reduce hasta 1 Pa el material se vuelve más sensible a la frecuencia de oscilación de la carga. Como se observa en la figura 41, al disminuir la frecuencia desde 10 Hz a 1 Hz en la misma probeta la velocidad de la grieta aumenta y se sitúa muy cerca de los valores correspondientes a la curva obtenida a 5 Pa y 5 Hz. El efecto es reversible, dado que al aumentar de nuevo la frecuencia hasta 10 Hz la velocidad de propagación desciende hasta los valores que tenía anteriormente. Estos resultados corroboran la idea de que la velocidad de propagación de las fisuras en aleaciones de aluminio en presencia de vapor de agua depende exclusivamente de la exposición ambiental, un parámetro que se define como el cociente entre la presión de vapor de agua y la frecuencia de carga (Gangloff, 1990).

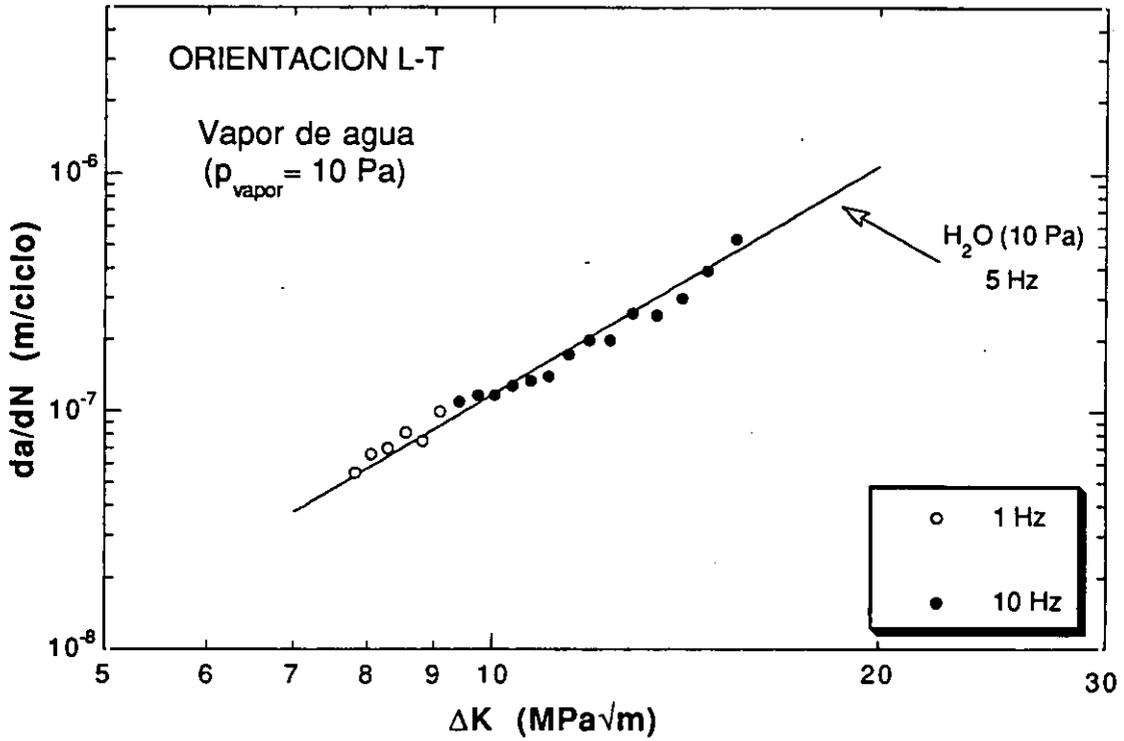


Fig. 40. Efecto de la frecuencia (vapor de agua 10 Pa)

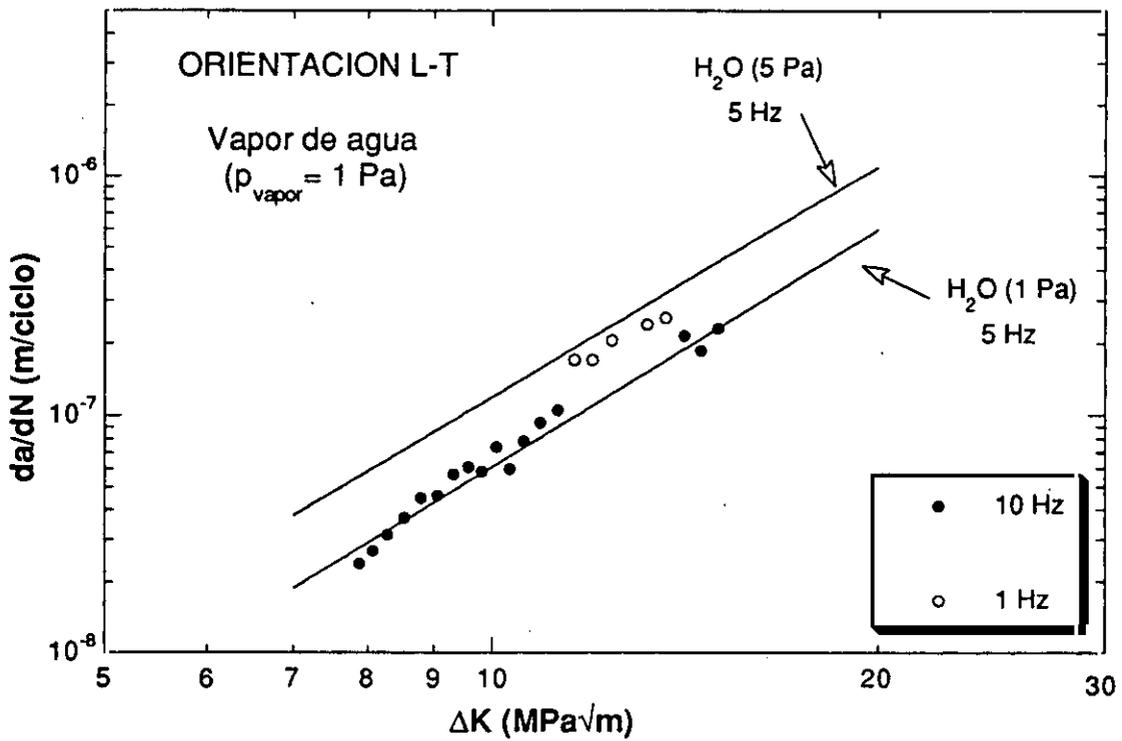


Fig. 41. Efecto de la frecuencia (vapor de agua 1 Pa)

### C. Control del ambiente de ensayo

El análisis de la composición de la atmósfera en la que se realizaron los ensayos se llevó a cabo por medio de un espectrómetro cuadrupolar. En los experimentos realizados en oxígeno seco (260 Pa), argón seco (266 Pa) y vapor de agua (1 Pa) el medidor estaba situado en una cámara auxiliar a la que se hacía pasar un pequeño flujo de gas proveniente de la cámara de ensayo para evaluar su composición<sup>18</sup>. Sin embargo, durante los experimentos en alto vacío, el medidor estaba colocado en el interior de la cámara principal y el espectro se recogía a la presión de ensayo

Del buen control que se consiguió en las atmósferas gaseosas dan testimonio los espectros que se pueden ver a continuación (figuras 42 a la 45). Se trata de cuatro espectros representativos de las atmósferas de argón seco, oxígeno seco, alto vacío y vapor de agua ( $p = 1$  Pa) empleadas en los experimentos.

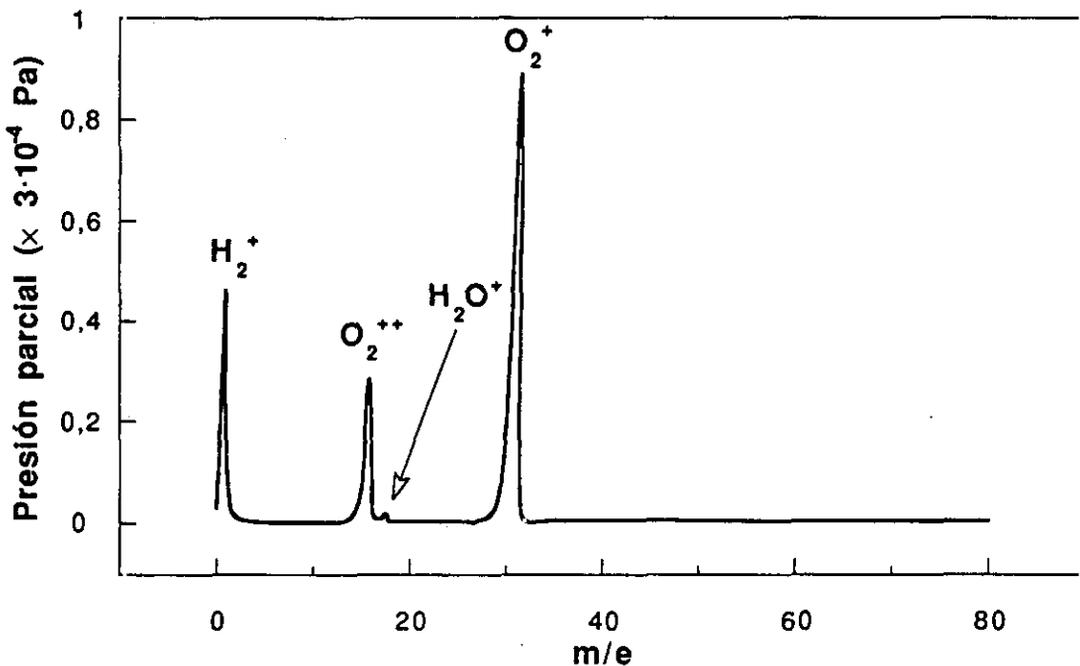


Fig. 42. Espectro de composición de una atmósfera de oxígeno seco ( $p = 260$  Pa).

La figura 42 muestra un espectro muy limpio, en el que se observan los dos picos correspondientes a la ionización simple ( $m/e=32$ ) y doble ( $m/e=16$ ) del oxígeno molecular y un picotremadadamente pequeño de agua ( $m/e=18$ ). También se observa otro picotremadadamente pequeño que corresponde al hidrógeno, que es típico de los sistemas de vacío en los que se emplea una bomba turbomolecular, como sucede en este

<sup>18</sup> Ver el apartado 2.1.3.1 dedicado a la descripción de la cámara de ensayos.

caso, debido a la escasa capacidad de estas bombas para evacuar los gases más ligeros (Osterstrom, 1979).

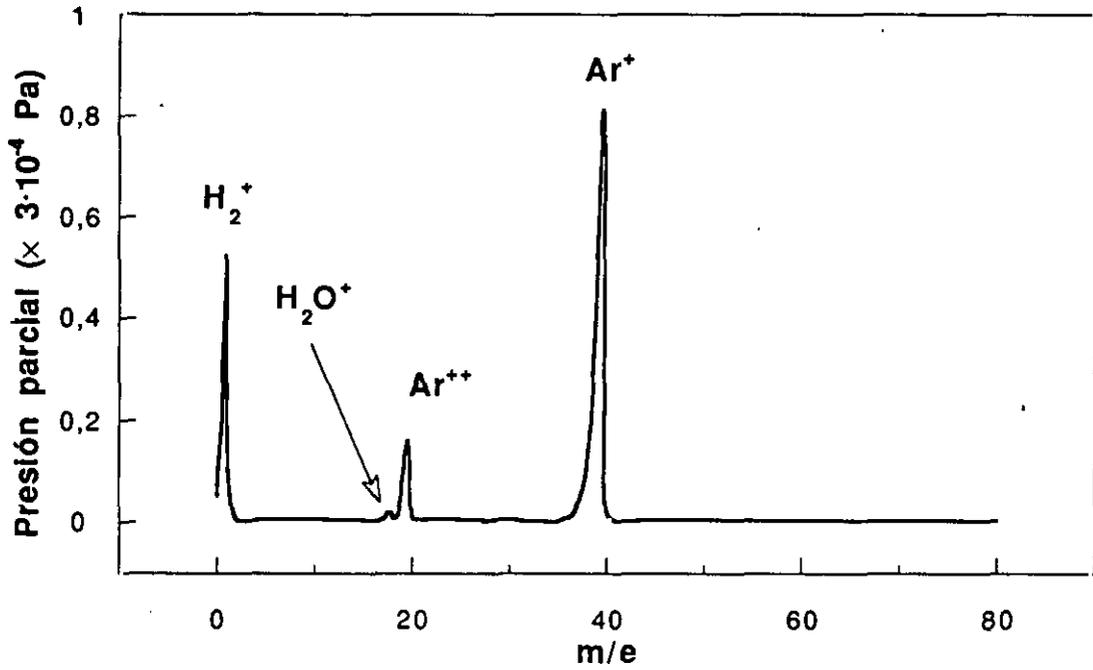


Fig. 43. Espectro de composición de una atmosfera de argón seco ( $p = 266$  Pa).

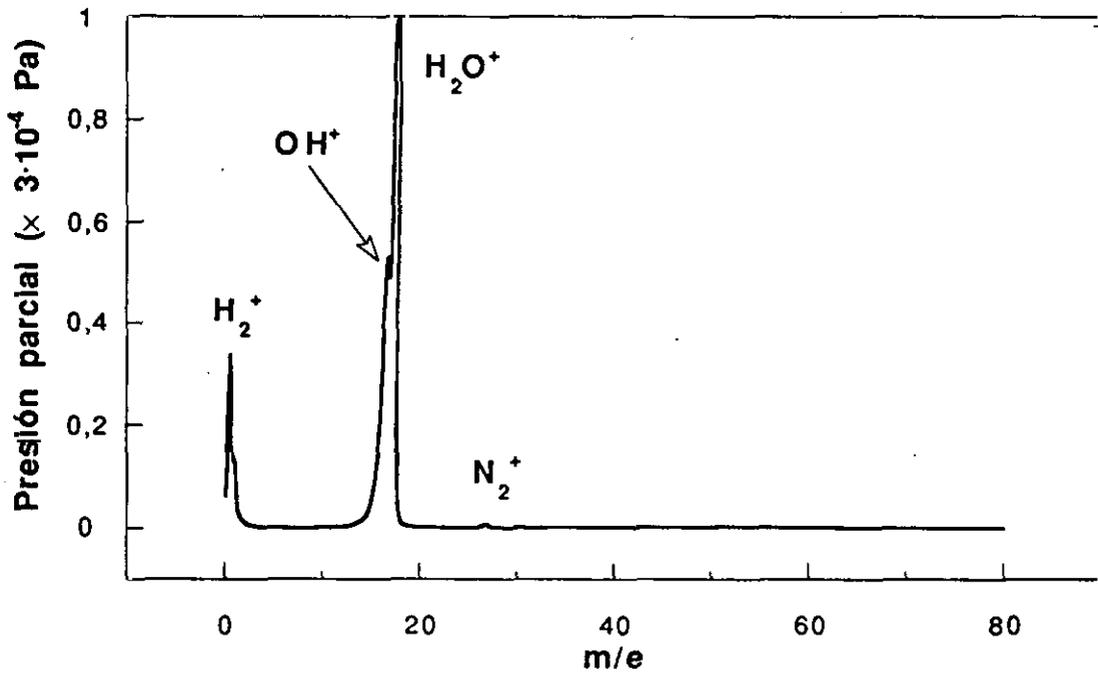


Fig. 44. Espectro de composición de una atmósfera de vapor de agua ( $p = 1$  Pa).

Por lo que se refiere a la figura 43, se trata de un espectro casi idéntico al de oxígeno, pero teniendo en cuenta que ahora los dos picos mayores corresponden a la ionización simple ( $m/e=40$ ) y doble ( $m/e=20$ ) del argón, con un pequeño pico de agua ( $m/e=18$ ).

Cuando se ensaya con vapor de agua de alta pureza, el análisis de la atmósfera no muestra más que el pico de agua, que se descompone en dos: el correspondiente a  $H_2O^+$  ( $m/e=18$ ) y el de  $OH^+$  ( $m/e=17$ ), y una muy pequeña cantidad de nitrógeno ( $m/e=28$ ), tal como se aprecia en la figura 44.

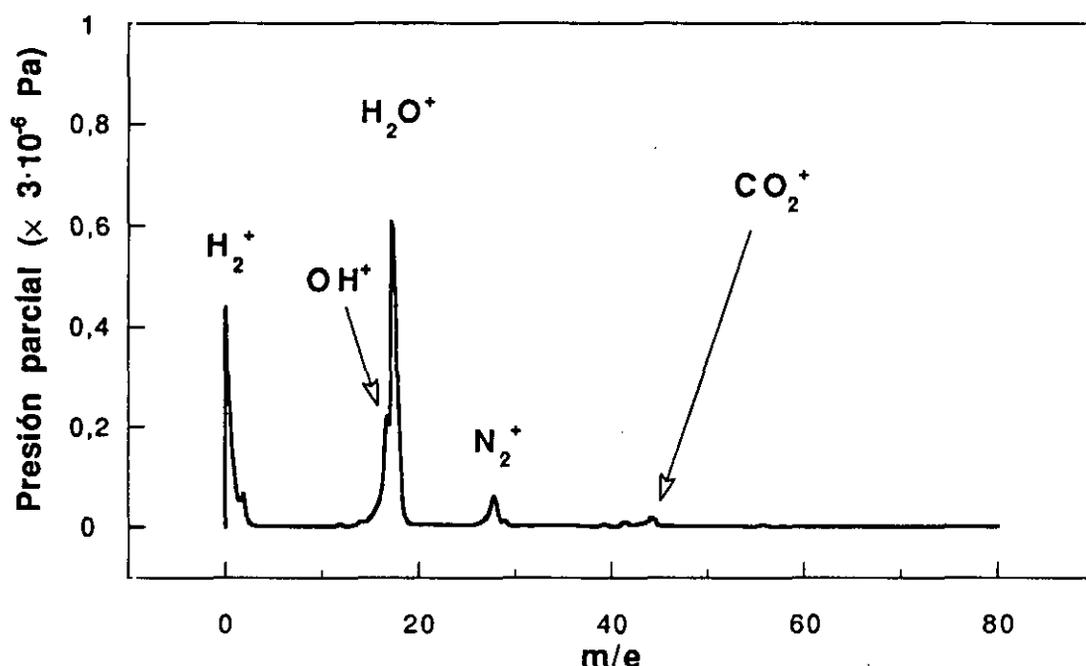


Fig. 45. Espectro de composición de una atmósfera de alto vacío ( $p = 4 \cdot 10^{-6}$  Pa).

Por último, en alto vacío el espectro muestra la composición típica del gas residual que queda en un sistema evacuado con una bomba turbomolecular 'limpia' (Osterstrom, 1979). Como se puede ver en la figura 45, el pico de agua es bastante alto, característico de un sistema sin calentar en el que las paredes desorben lentamente el vapor de agua que se ha acumulado en ellas tras estar en contacto con el aire a presión atmosférica. Por otra parte, también es importante el pico de hidrógeno, cuyo origen hemos explicado anteriormente. El resto de los picos ( $N_2$  y  $CO_2$ ) provienen del contacto del sistema con el aire atmosférico (al abrir la cámara para colocar la muestra en su interior). En las cercanías de  $m/e=40$  y  $m/e=55$  hay algunos pequeños picos que corresponden a la retrodifusión de aceite hacia la cámara de ensayos proveniente de la bomba rotatoria (Harris, 1989).

Para concluir este apartado se va a mostrar un ejemplo sobre la influencia que la presencia de un extensómetro en el interior de la cámara tiene en la composición de la atmósfera que rodea a la muestra.

En uno de los ensayos que se realizaron en oxígeno seco a una presión de 260 Pa (en la orientación S-L) se acopló un extensómetro a la muestra para calcular la longitud de la grieta a partir de la flexibilidad de la probeta<sup>19</sup>. La presencia del extensómetro hizo subir de una forma monótona la presión total en la cámara, que se encontraba aislada, hasta llegar a un valor de 285 Pa pasadas unas catorce horas. Como se puede apreciar en la figura 46, al analizar la composición de la atmósfera se confirma que el aumento en la presión se debe al incremento en la presión parcial de vapor de agua, provocado por la desorción de gases provenientes del extensómetro. Es ilustrativo comparar este espectro con el correspondiente a la figura 42, en el que el pico de vapor de agua tiene un valor mucho más pequeño.

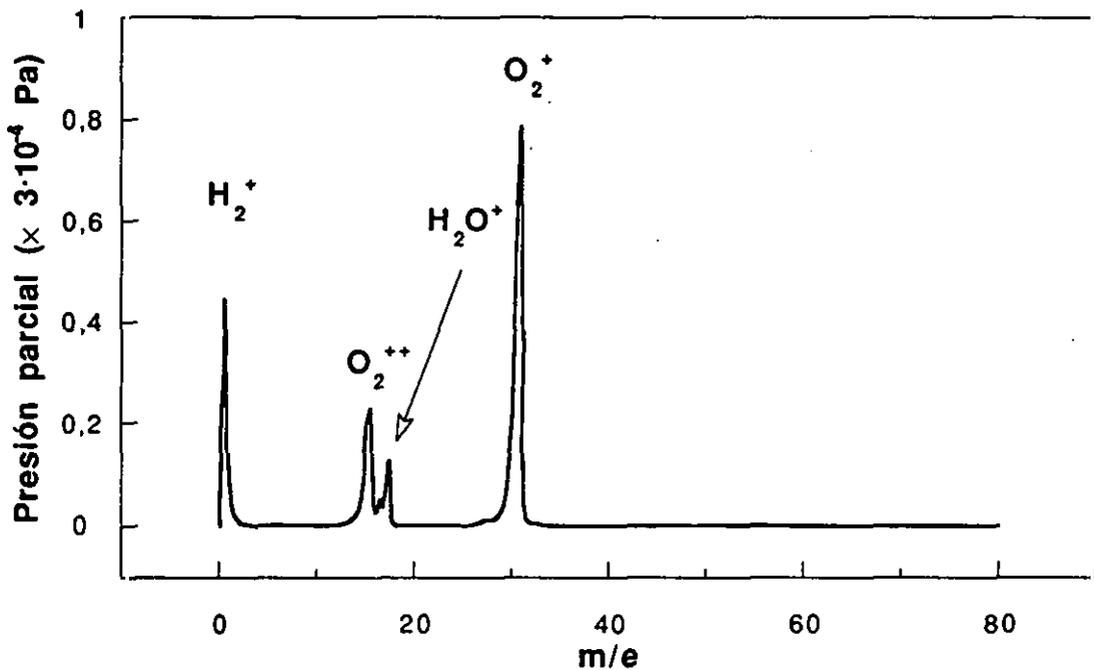


Fig. 46. Presencia de vapor de agua en una atmósfera de oxígeno ( $p = 285$  Pa) debido a los gases desorbidos de un extensómetro.

Este hecho tiene también su reflejo en la velocidad de propagación de la grieta. En la figura 47 se representan los valores correspondientes a la muestra en la que se

<sup>19</sup> Ver la descripción de los ensayos de fatiga en el apartado 2.1.3.

colocó el extensómetro, junto a los valores obtenidos en oxígeno seco ( $p = 260 \text{ Pa}$ ) y vapor de agua ( $p = 5 \text{ Pa}$ ).

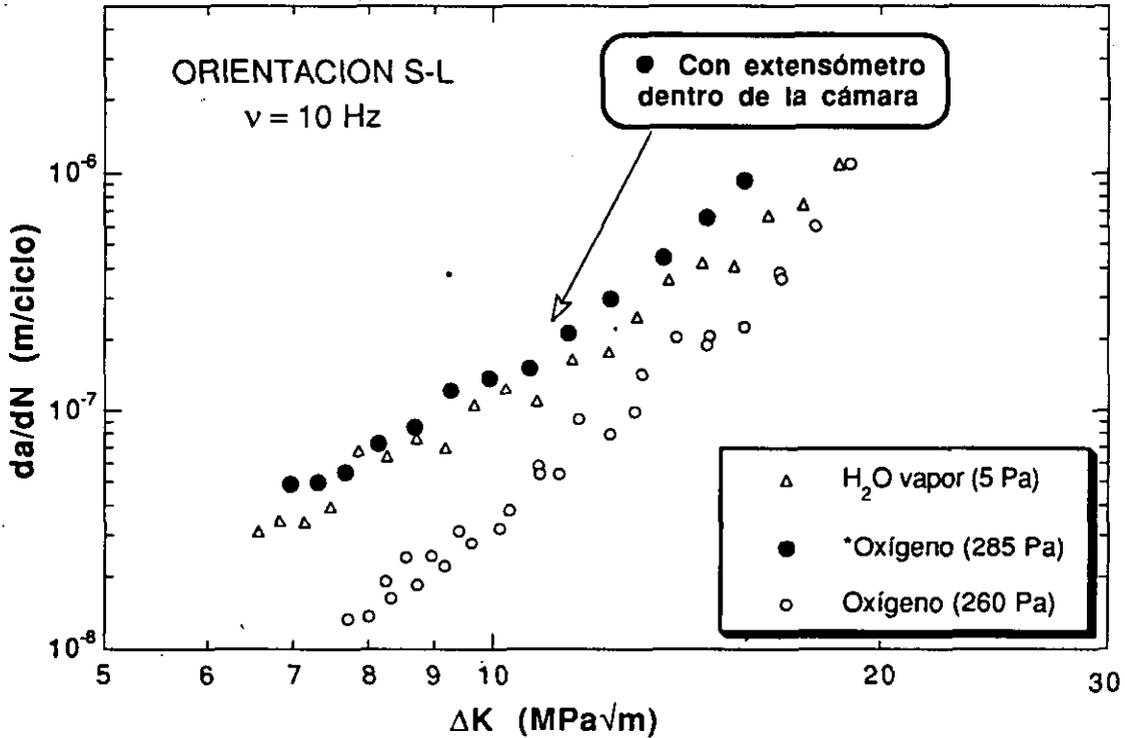


Fig. 47. Efecto de la presencia de un extensómetro en el interior de la cámara.

Como se puede observar en la figura 47, la presencia del extensómetro modifica completamente el comportamiento del material, debido a su influencia en la composición del medio ambiente.

Por este motivo y a pesar de la dispersión que muestran los resultados obtenidos en la orientación S-L, se desechó el uso de extensómetros en los ensayos que se realizaban en atmósferas estáticas. Sólo se emplearon estos medidores en algunos experimentos en alto vacío, que se hacen con bombeo dinámico, con objeto de corroborar las medidas visuales. En este caso, la presencia del extensómetro hace que se incremente la presión total de sistema, aunque la composición cualitativa de la atmósfera residual no varía.

### 2.2.5 Fractografía

De las dos orientaciones estudiadas en los ensayos de fatiga llevados a cabo en la aleación 7017-T651, sólo en la orientación L-T se aprecian diferencias claras y consistentes en la velocidad de propagación de las fisuras para distintos valores de la

presión de vapor de agua. Por este motivo, parece lo más adecuado realizar un estudio fractográfico detallado con las muestras ensayadas en dicha orientación, dejando aparte las probetas correspondientes a la orientación S-L, en cuyos resultados no se observan tendencias tan claras.

El objetivo del presente estudio consiste en describir cualitativamente los rasgos característicos observados en las superficies de fractura en los distintos ambientes de ensayo. Se trata de asociar dichos rasgos a las transiciones que se producen en la velocidad de crecimiento de la grieta a medida que varía el contenido de vapor de agua en la atmósfera que rodea al material, como por ejemplo la que se produce entre 1 Pa y 5 Pa de vapor de agua.

La apariencia de la superficie de fractura no solamente depende del ambiente de ensayo, sino también del valor de la oscilación del factor de intensidad de tensiones. Por ésto, se van a exponer los resultados para cada medio ambiente en tres zonas de  $\Delta K$ , concretamente 7, 11.5 y 15.5 MPa $\sqrt{m}$ . En todas las figuras, la dirección de propagación de la grieta es vertical, de abajo hacia arriba del papel.

#### Alto vacío

$\Delta K = 7 \text{ MPa}\sqrt{m}$ :

Como se puede ver en la figura 48 la superficie de fractura presenta un aspecto muy regular, compuesto de unas facetas perpendiculares a la dirección de propagación de la fisura, que se repiten de forma periódica. Estos rasgos son típicos de fatiga en vacío en las aleaciones de Al-Zn-Mg, y han sido denominados estrías 'bastas' ('coarse striations') por otros autores (Lankford y Davidson, 1983). El espaciado entre dichas estrías es de unas 2  $\mu\text{m}$ , muy por encima de la velocidad de la grieta, que vale aproximadamente 0.01  $\mu\text{m}/\text{ciclo}$  para este valor de  $\Delta K$ .

Cuando se visualiza la imagen que proporcionan los electrones retrodispersados en el M.E.B., se observan muchas partículas en la superficie de fractura con un color claro. Al analizarlas con E.D.A.X. se comprueba que son impurezas ricas en hierro, manganeso, silicio y aluminio. Generalmente se encuentran alineadas según la dirección de laminación. Aunque a veces aparezcan aisladas, con una forma alargada, comúnmente están formando aglomerados en el interior de algunos huecos profundos que se aprecian en la superficie de fractura. Estas impurezas no se detectan con la imagen de los electrones secundarios, como ve en la figura 49. Ambas fotos

corresponden a la misma región de la muestra vista con electrones secundarios (49a) y con electrones retrodispersados (49b), respectivamente.

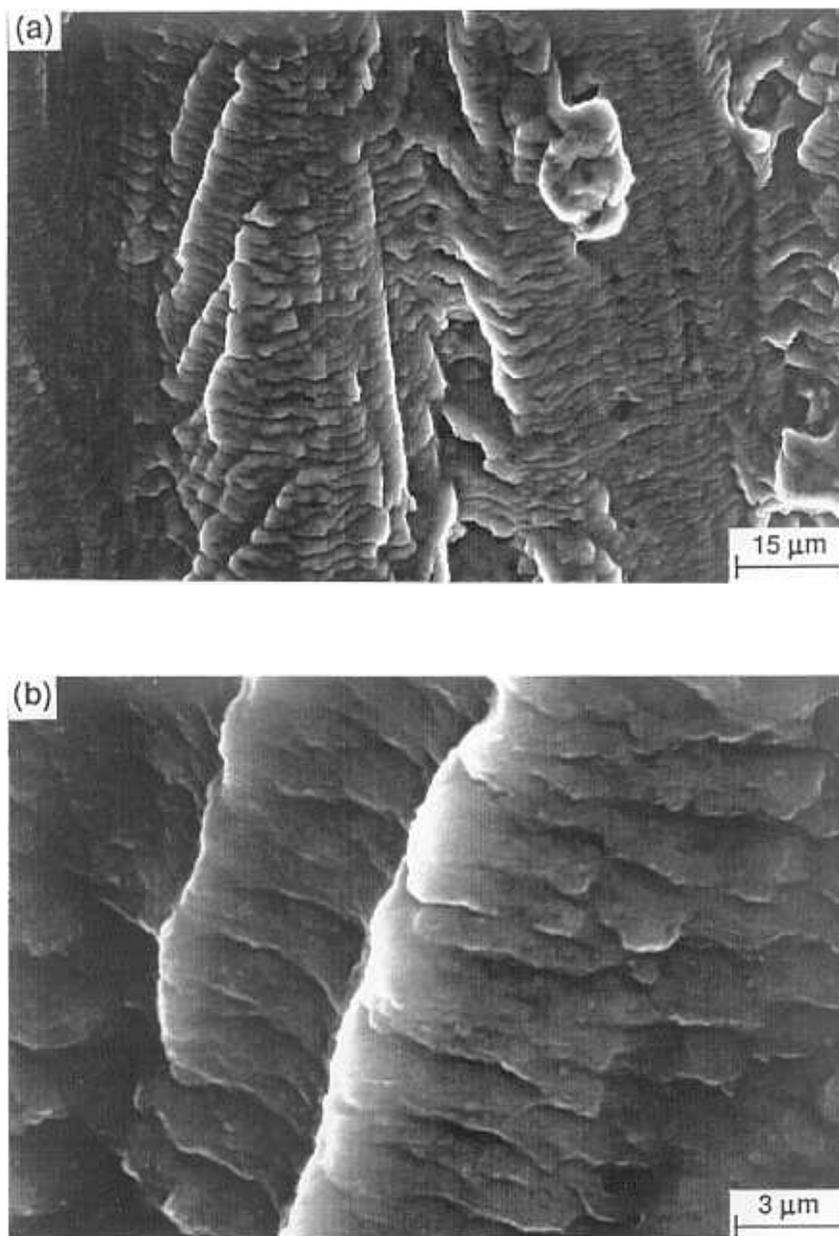


Fig. 48. Superficie de fractura por fatiga en alto vacío ( $\Delta K=7 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ ):  
(a) ( $\times 1000$ ), (b) ( $\times 5000$ ).

**$\Delta K= 11.5 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ :**

En la figura 50 se puede observar el aspecto típico que presenta la superficie. Tiene una apariencia similar a la de  $\Delta K= 7 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ , aunque las estrías están más

difusas. Como rasgo distintivo se puede destacar la aparición de pequeños huecos de unas  $0.2\ \mu\text{m}$  de diámetro que cubren casi completamente las zonas donde hay estrías.

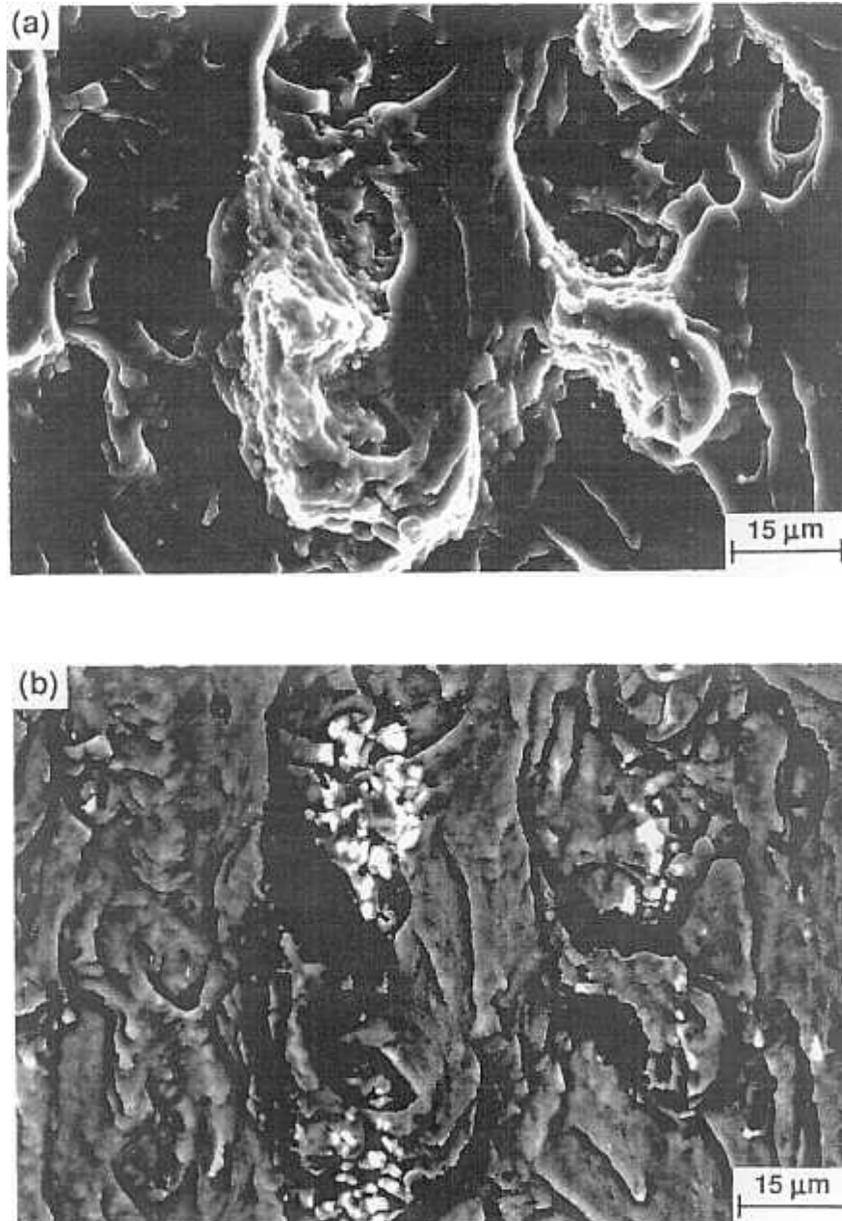


Fig. 49. Impurezas en la superficie de fractura en alto vacío ( $\Delta K=7\ \text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ ) ricas en Fe, Mn, Si y Al: (a) imagen de secundarios; (b) imagen de retrodispersados.

También en este caso se encuentran impurezas en la superficie de fractura que, como se ha dicho anteriormente, son muy fáciles de distinguir en las imágenes de electrones retrodispersados por su color más claro que el correspondiente a la aleación

de Al-Zn-Mg. La figura 51 corresponde a la misma región que se observa en la figura 50a, usando la imagen de los electrones retrodispersados, y en ella se aprecian impurezas alargadas (a la derecha de la imagen), y otras de distintas formas y tamaños.

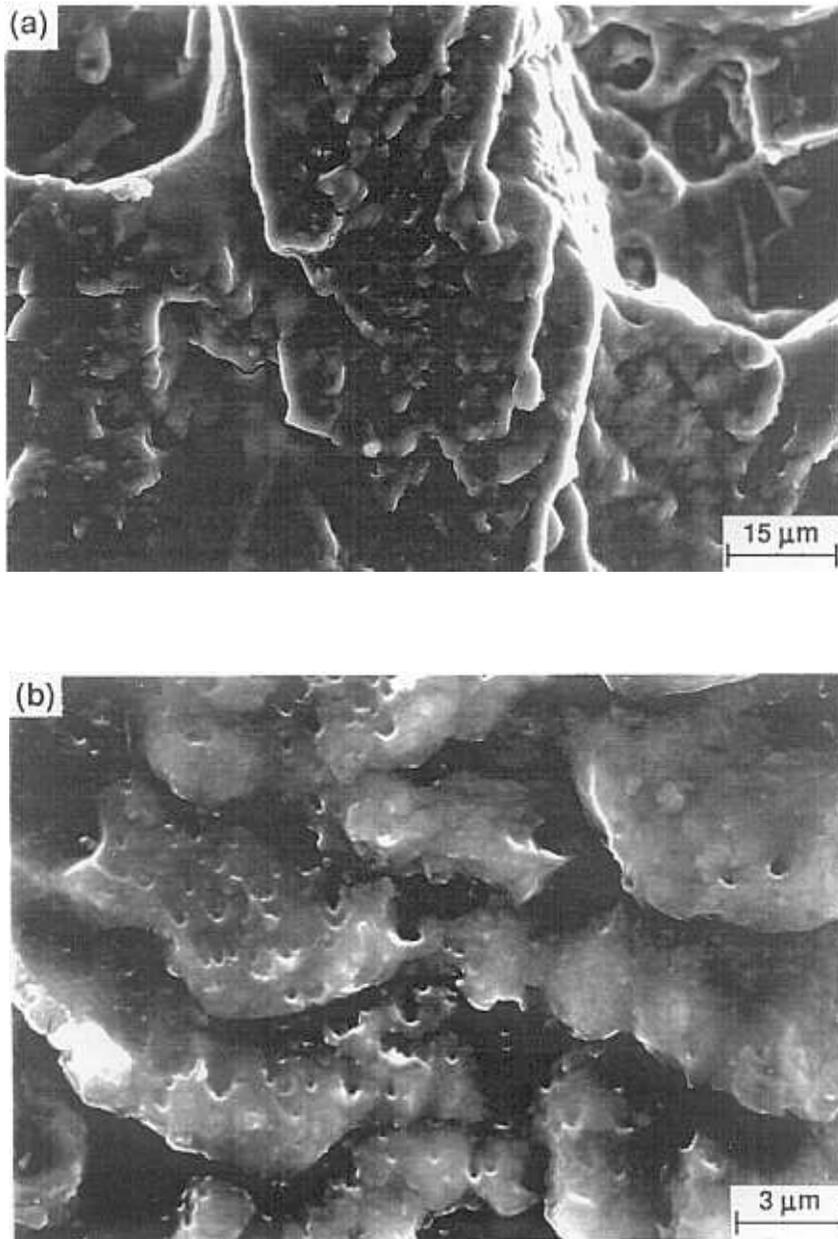


Fig. 50. Fatiga en alto vacío ( $\Delta K=11.5 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ ): (a)  $\times 1000$ ; (b)  $\times 5000$ .

$\Delta K=15.5 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ :

Para valores altos de  $\Delta K$  la superficie se vuelve muy compleja e irregular. Se aprecian constantes cambios de plano del frente de la grieta, huecos de gran tamaño,

zonas sometidas a una gran deformación plástica y muchas impurezas del tipo de las anteriormente descritas en la superficie de fractura. Han desaparecido las estrías 'bastas', aunque se siguen viendo los huecos que ya se veían a  $11.5 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ . Como se puede observar en la figura 52, su morfología no ha variado pero son bastante más alargados y su diámetro típico ha aumentado hasta aproximadamente  $1 \mu\text{m}$ . En ningún caso se observan estrías de fatiga en la superficie que, como veremos más adelante, son características de los ambientes agresivos.

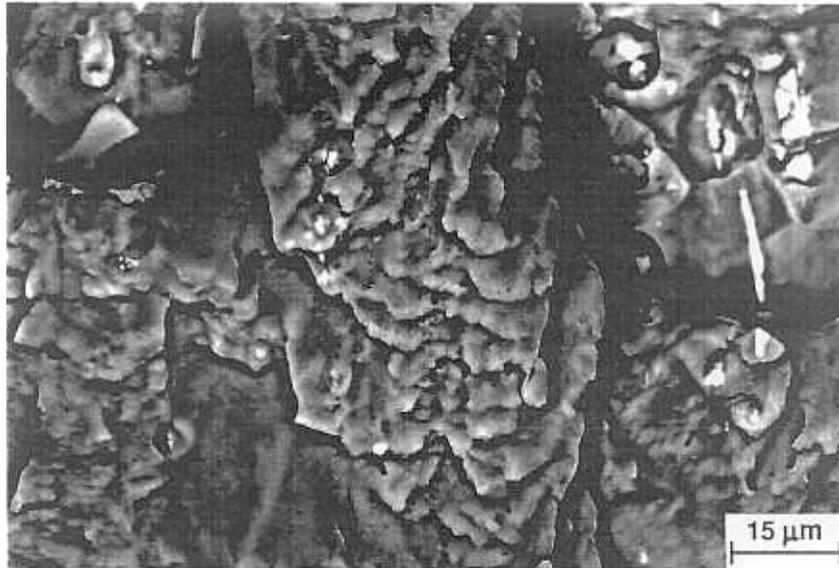


Fig. 51. Fatiga en alto vacío a  $\Delta K=11.5 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  (imagen de electrones retrodispersados).

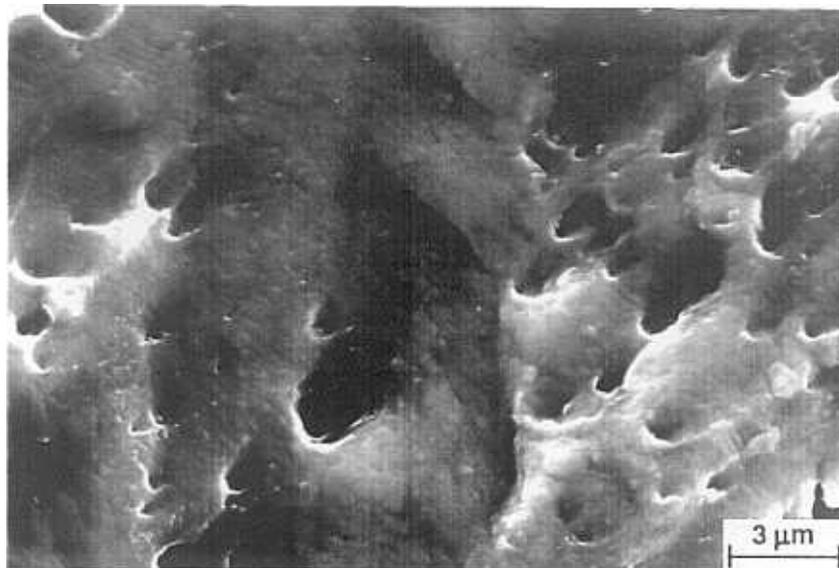


Fig. 52. Detalle de la superficie de fractura por fatiga en alto vacío ( $\Delta K=15.5 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ ).

## Oxígeno

$\Delta K = 7 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ :

La superficie de fractura en oxígeno presenta una imagen completamente distinta a la que tenía en alto vacío. Como se observa en la figura 53, se trata de una superficie muy compleja, llena de escalones pronunciados y crestas. También se ven facetas planas con estrías de aspecto frágil en su interior y regiones que parecen estar machacadas por el contacto repetido entre las superficies de la grieta.

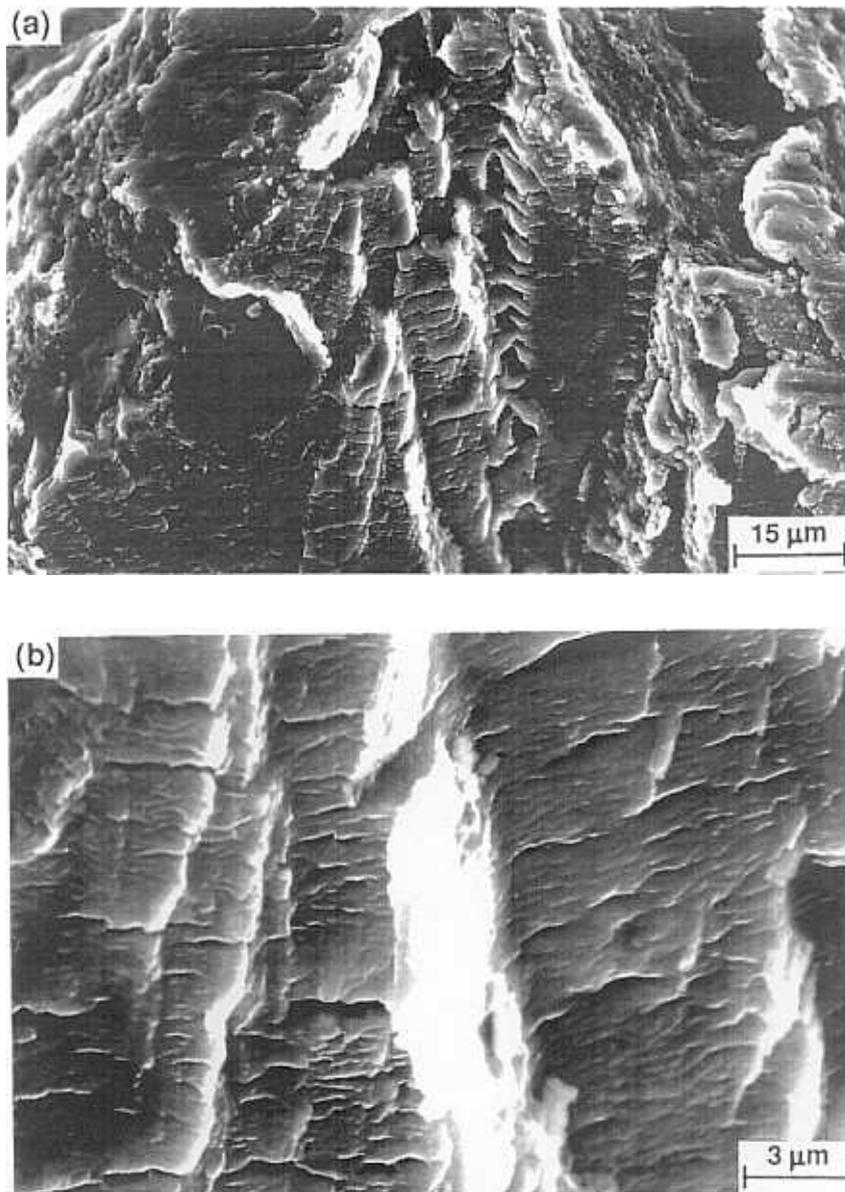


Fig. 53. Fatiga en oxígeno ( $\Delta K = 7 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ ): (a)  $\times 1000$ ; (b)  $\times 5000$ .

$\Delta K=11.5 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ :

La superficie cambia bastante con respecto a  $\Delta K=7 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ . Como se ve en la figura 54, sigue siendo muy compleja, con escalones muy pronunciados y grandes huecos ( $\phi \approx 20 \mu\text{m}$ ) dentro de los cuáles suele haber impurezas como los que se veían en alto vacío. Algunas de estas partículas de impurezas se encuentran a veces rotas. También se observan algunos rasgos que recuerdan a los de alto vacío, como son las estrías bastas perpendiculares a la dirección de propagación de la fisura que se pueden apreciar en la figura 54b.

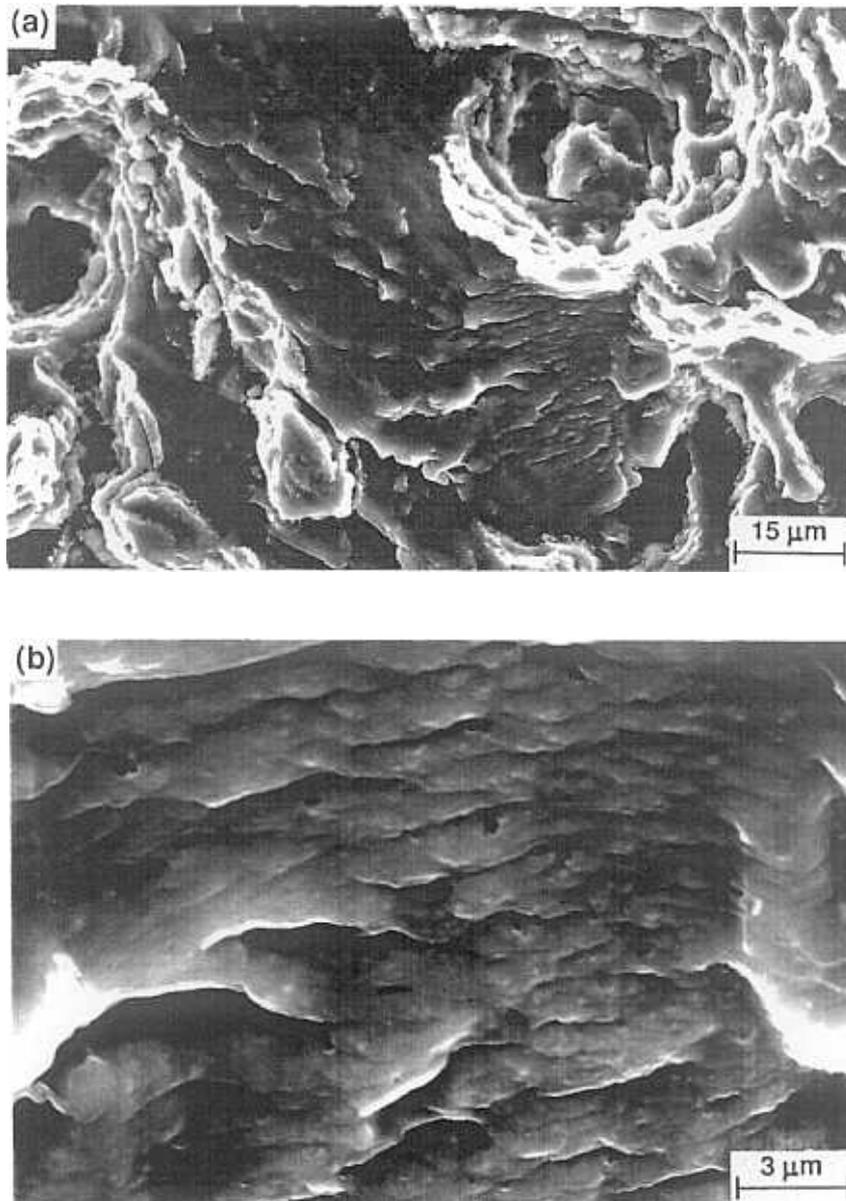


Fig. 54. Fatiga en oxígeno ( $\Delta K=11.5 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ ): (a)  $\times 1000$ ; (b)  $\times 5000$ .

$\Delta K = 15.5 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ :

Análogamente a lo que sucedía en alto vacío, la superficie de fractura se vuelve muy irregular a  $\Delta K = 15.5 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ . En la figura 55 se ha escogido una región típica en la que se pueden ver los grandes escalones y huecos asociados a los valores altos de  $\Delta K$ . Por este motivo es imposible enfocar correctamente todo el contenido de la fotografía. Dentro de los huecos y en los salientes de la superficie suele haber grandes partículas de impurezas ricas en hierro, como las que se aprecian en la figura 55b con un color más claro que el de la matriz de Al-Zn-Mg. A mayores aumentos se aprecian unas zonas muy planas, sin rasgos característicos ni estrías de ningún tipo.

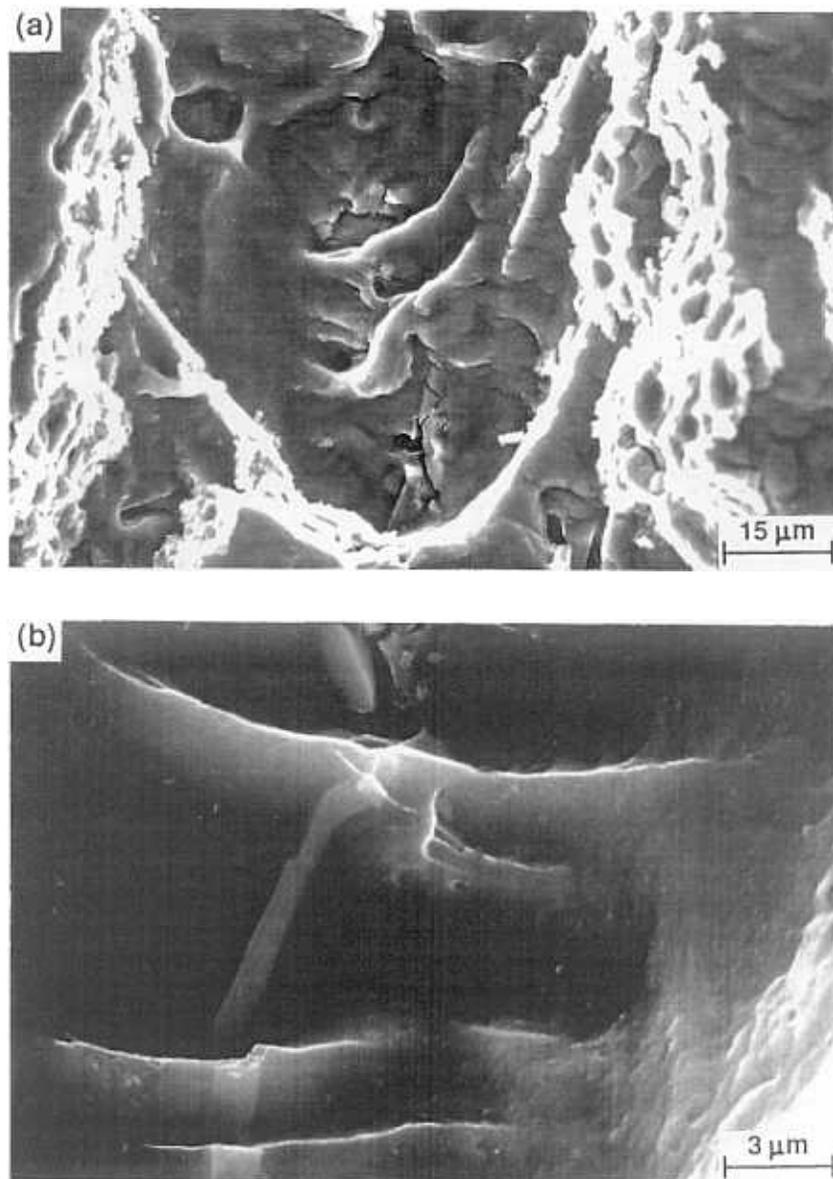


Fig. 55. Fatiga en oxígeno ( $\Delta K = 15.5 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ ): (a)  $\times 1000$ ; (b)  $\times 5000$ .

**Vapor de agua ( $p = 1 \text{ Pa}$ )**

$$\Delta K = 7 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$$

El aspecto general de la superficie es muy parecido al correspondiente en alto vacío. Como se puede ver en la figura 56, aparecen estrías 'bastas' perpendiculares a la dirección de propagación de la grieta y escalones en los que se observan partículas redondeadas ( $\phi \approx 1 \mu\text{m}$ ) y huecos. Estas zonas pueden deberse al frotamiento de las superficies de fractura y son ricas en oxígeno, según indican los espectros de E.D.A.X., lo que induce a pensar que puede tratarse de productos de corrosión.

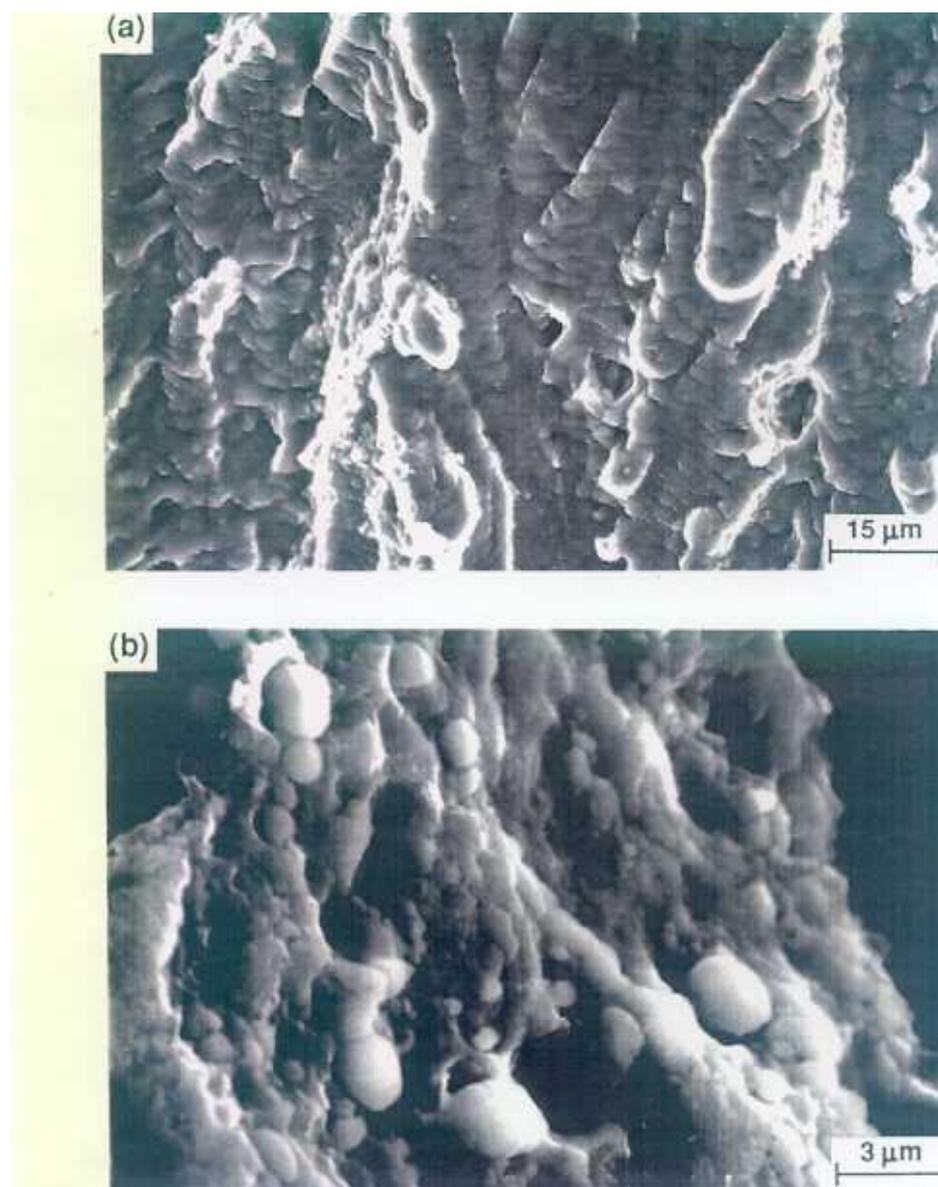


Fig. 56. Fatiga en vapor de agua a 1 Pa ( $\Delta K = 7 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ ): (a)  $\times 1000$ ; (b)  $\times 5000$ .

$\Delta K=11.5 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ :

La superficie se torna un poco más irregular, pero sigue conservando los rasgos típicos de la fatiga en alto vacío. En la figura 57 se aprecian las estrías 'bastas' cubiertas de pequeños huecos como ocurría en vacío (ver figura 50). También aparecen muchas impurezas ricas en hierro y silicio (como la que se ve en la parte izquierda de la figura 57b) y escalones inclinados cubiertos de agujeros y partículas redondeadas idénticos a los encontrados para  $\Delta K=7 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ .

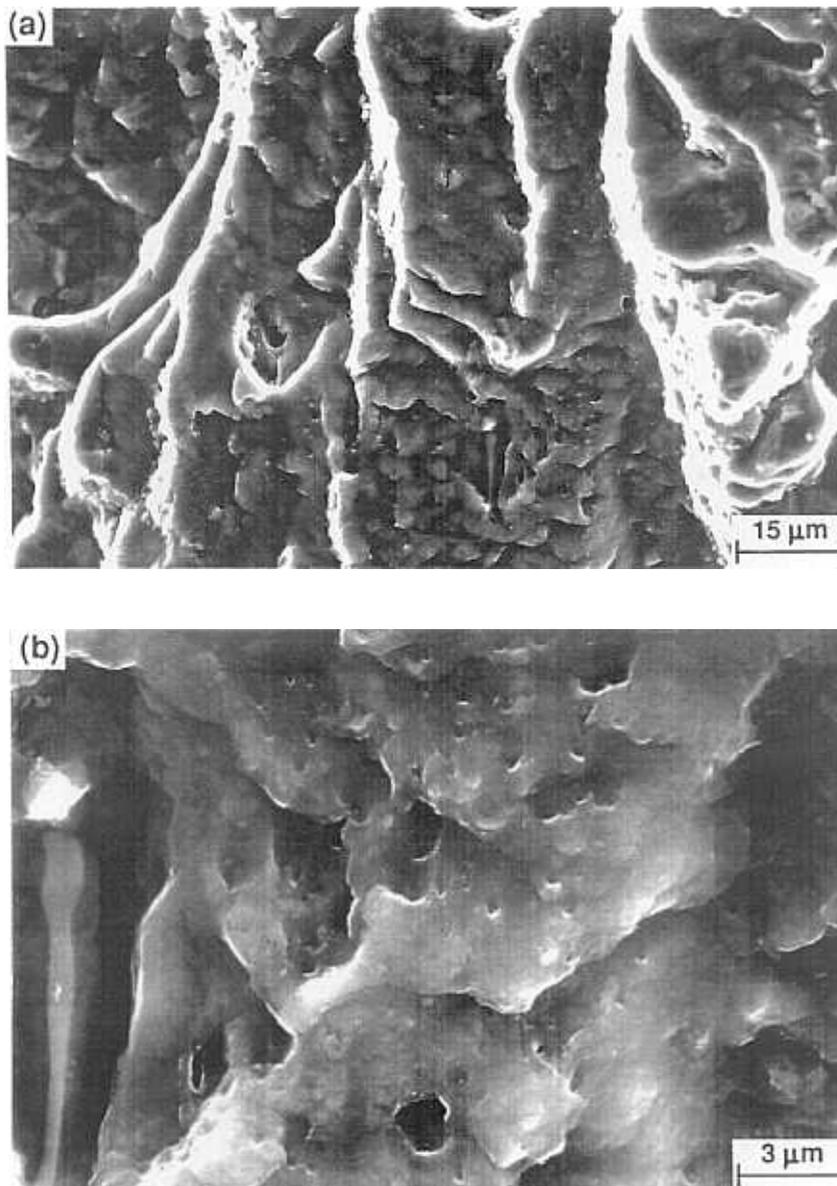


Fig. 57. Fatiga en vapor de agua a 1 Pa ( $\Delta K=11.5 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ ): (a)  $\times 1000$ ; (b)  $\times 5000$ .

**$\Delta K=15.5 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ :**

Un análisis general de la superficie denota un aspecto muy irregular, con escalones muy pronunciados, huecos profundos y abundancia de partículas de impurezas ricas en hierro y silicio. Estas partículas suelen estar asociadas a los huecos grandes. En la figura 48 se observan estas características, así como la ausencia total de estrías, que no se ven ni siquiera para valores de  $\Delta K$  cercanos a  $20 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  a grandes aumentos.

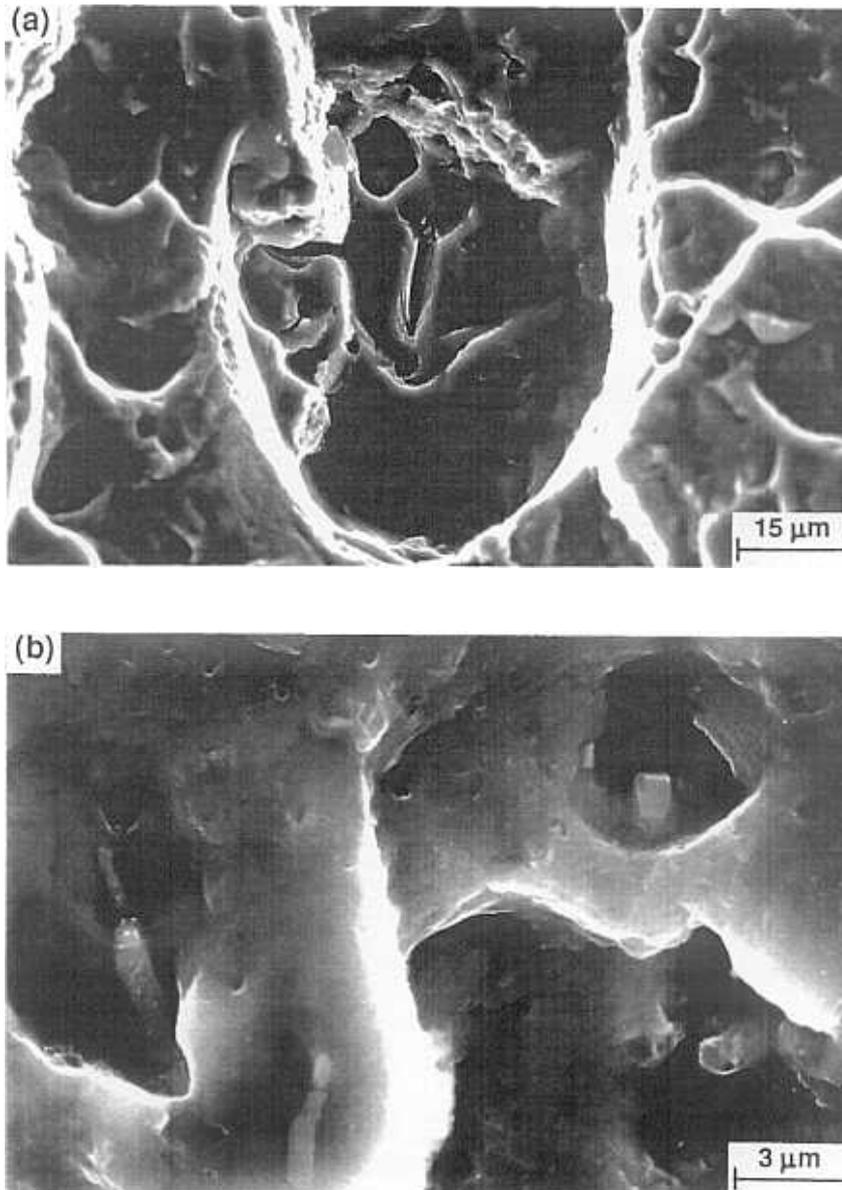


Fig. 58. Fatiga en vapor de agua a 1 Pa ( $\Delta K=15.5 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ ): (a)  $\times 1000$ ; (b)  $\times 5000$ .

**Vapor de agua ( $p = 5 \text{ Pa}$ )**

$$\Delta K = 7 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$$

La transición que se observa en la apariencia de la superficie entre 1 Pa y 5 Pa de vapor de agua es notoria. Como se puede apreciar en la figura 59, aparecen regiones planas cubiertas de estrías 'frágiles' (figura 59b) y facetas de 'clivaje' (Nix y Flower, 1982) separadas por escalones cubiertos de huecos. También se observan impurezas en la superficie de fractura, aunque en menor medida que en vacío.

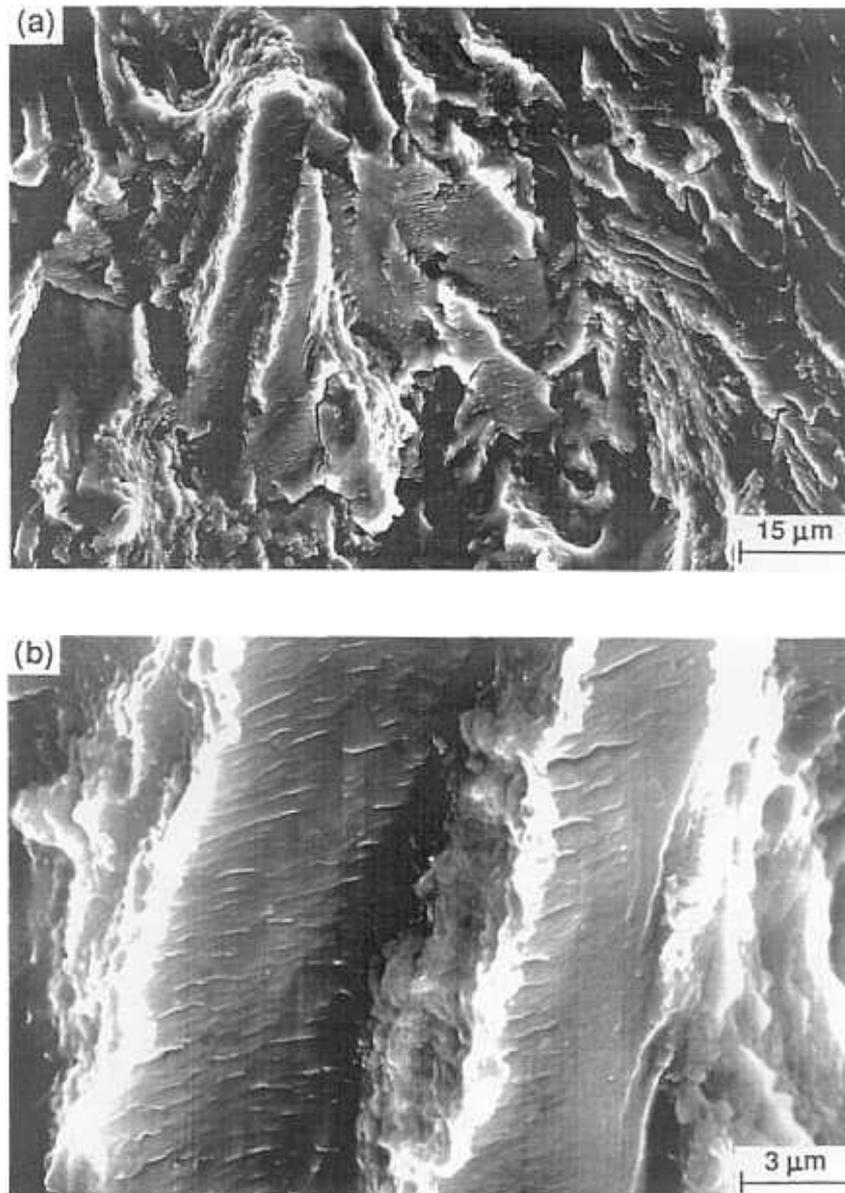


Fig. 59. Fatiga en vapor de agua a 5 Pa ( $\Delta K = 7 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ ): (a)  $\times 1000$ ; (b)  $\times 5000$ .

**$\Delta K=11.5 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ :**

El aspecto general es bastante parecido al descrito con anterioridad para  $\Delta K=7 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ . La superficie tiene una apariencia homogénea, con algunas facetas planas sin rasgos característicos juntos a otras que presentan estrías frágiles en su seno, como se ve en la figura 60. Las facetas suelen estar separadas por escalones en los que hay huecos del mismo tipo que los ya descritos para 1 Pa, y que probablemente correspondan a productos de corrosión, según el espectro obtenido con E.D.A.X.

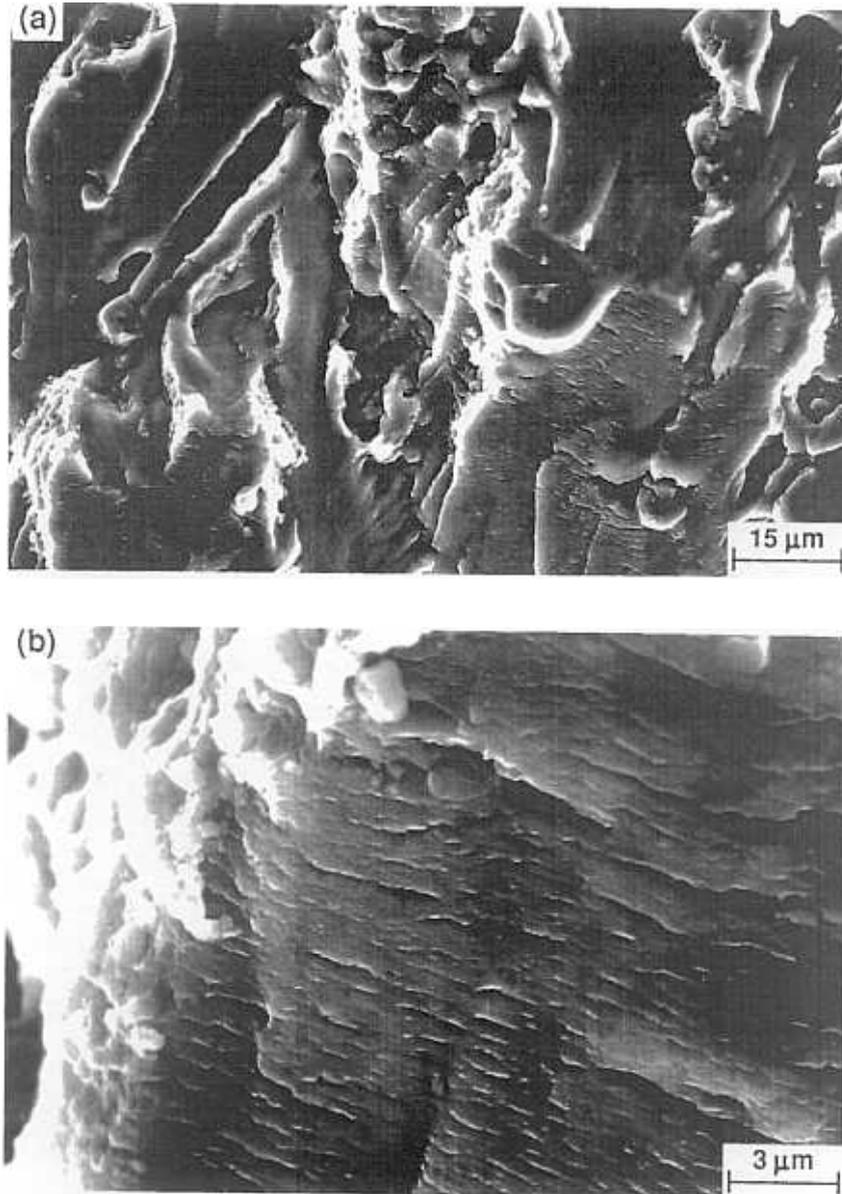


Fig. 60. Fatiga en vapor de agua a 5 Pa ( $\Delta K=11.5 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ ): (a)  $\times 1000$ ; (b)  $\times 5000$ .

$\Delta K=15.5 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ :

La superficie ofrece una imagen parecida a la de  $11.5 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ . Las facetas planas están ahora cubiertas en gran parte por estrías frágiles y se observan algunas pequeñas roturas secundarias paralelas a la dirección de propagación de la fisura, tal como se aprecia en la figura 61a. Además de las estrías frágiles que ya se veían con anterioridad, otras facetas planas que a pocos aumentos no muestran rasgos llamativos aparecen totalmente cubiertas por estrías dúctiles (Nix y Flower, 1982), como se ve en la figura 61b.

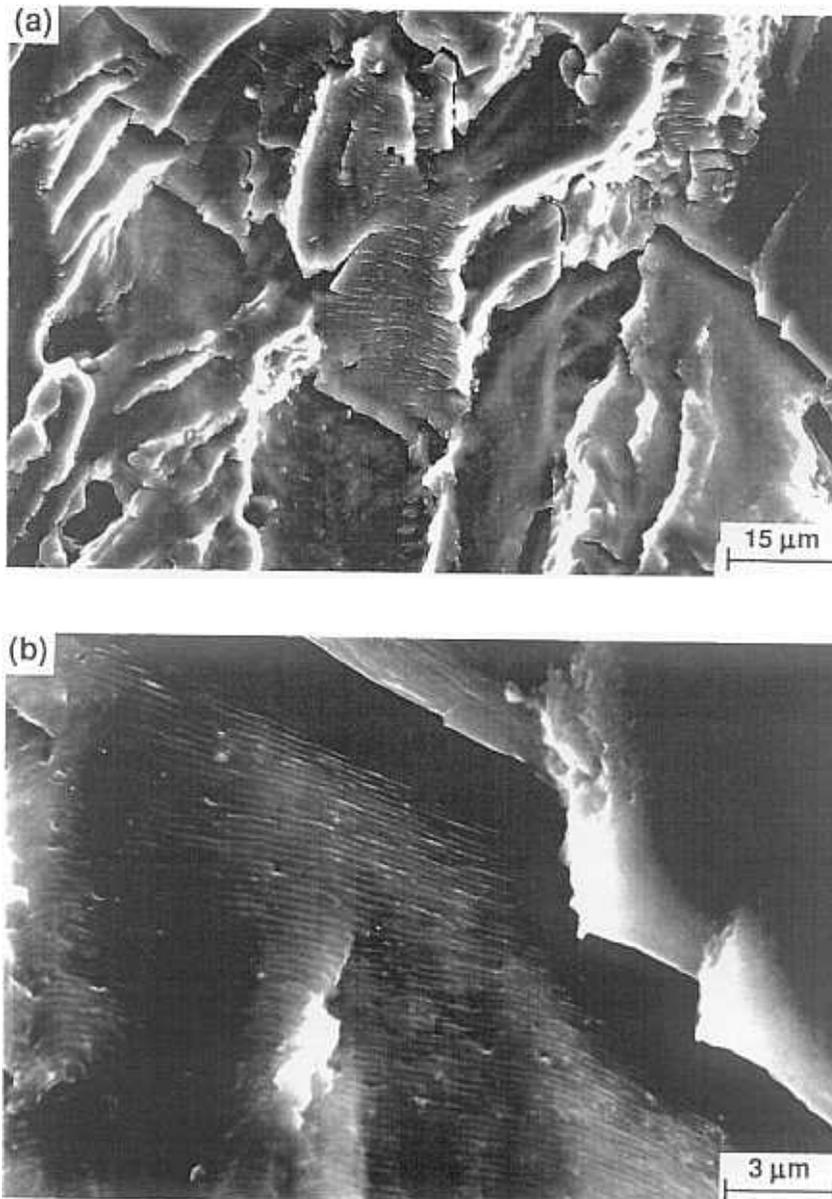


Fig. 61. Fatiga en vapor de agua a 5 Pa ( $\Delta K=15.5 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ ): (a)  $\times 1000$ ; (b)  $\times 5000$ .

**Aire** **$\Delta K=7 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ :**

La superficie tiene globalmente un aspecto muy plano y regular, como se aprecia en la figura 62a. Está compuesta de unas estructuras que se repiten de forma periódica cada  $5 \mu\text{m}$  aproximadamente. Es muy difícil observar estrías de fatiga, incluso a grandes aumentos ( $\times 8000$ ), lo que lleva a pensar que, o no están o son tan pequeñas que no se resuelven. En las zonas muy inclinadas (figura 62b) hay rastros de oxígeno en los espectros de E.D.A.X., que probablemente correspondan a productos de corrosión.

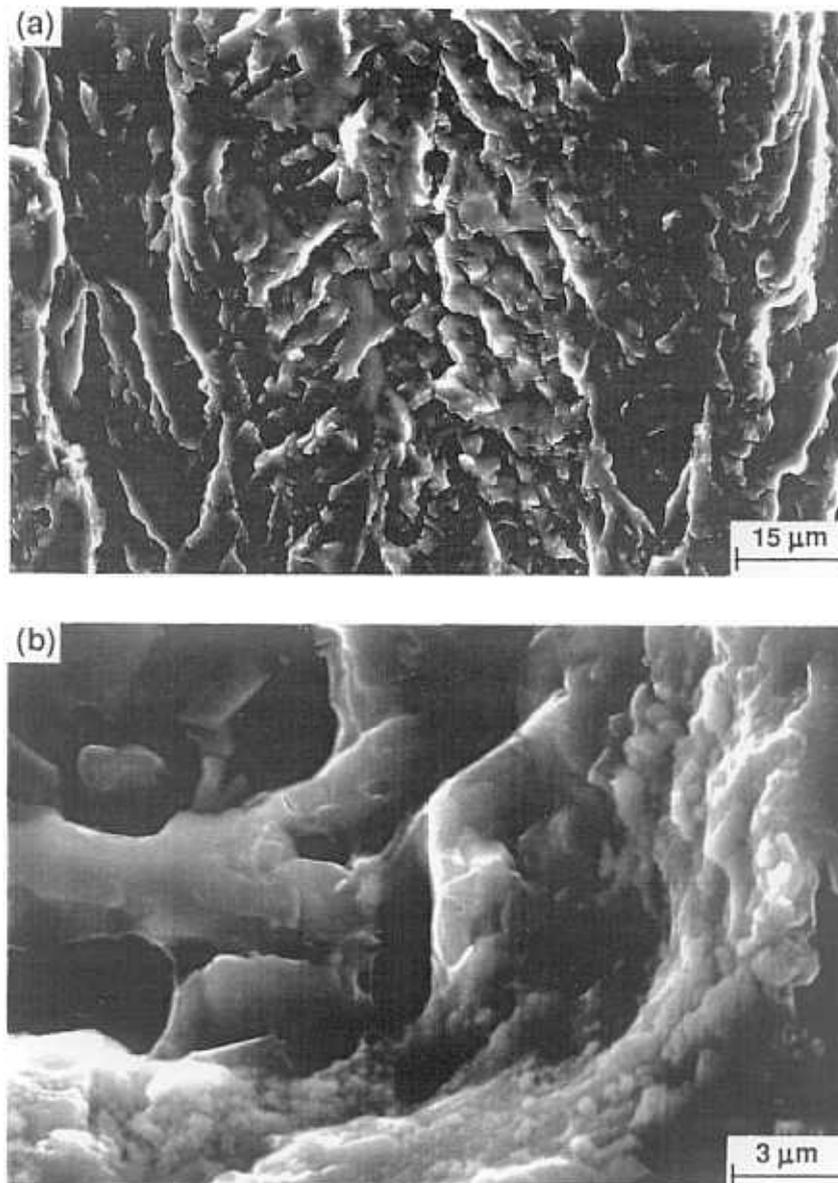


Fig. 62. Fatiga en aire ( $\Delta K=7 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ ): (a)  $\times 1000$ ; (b)  $\times 5000$ .

$\Delta K=11.5 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ :

La apariencia general de la superficie no cambia sustancialmente frente a la que se ha comentado en el apartado anterior. Sin embargo, observando con más detenimiento se ve que la superficie es más irregular, con cambios de plano y huecos profundos, en el interior de los cuáles aparecen impurezas ricas en hierro y silicio, que a veces se encuentran fracturadas, como se ve en la figura 63a. A mayores aumentos se ven estrías dúctiles que cubren una gran porción de la superficie (figura 63b).

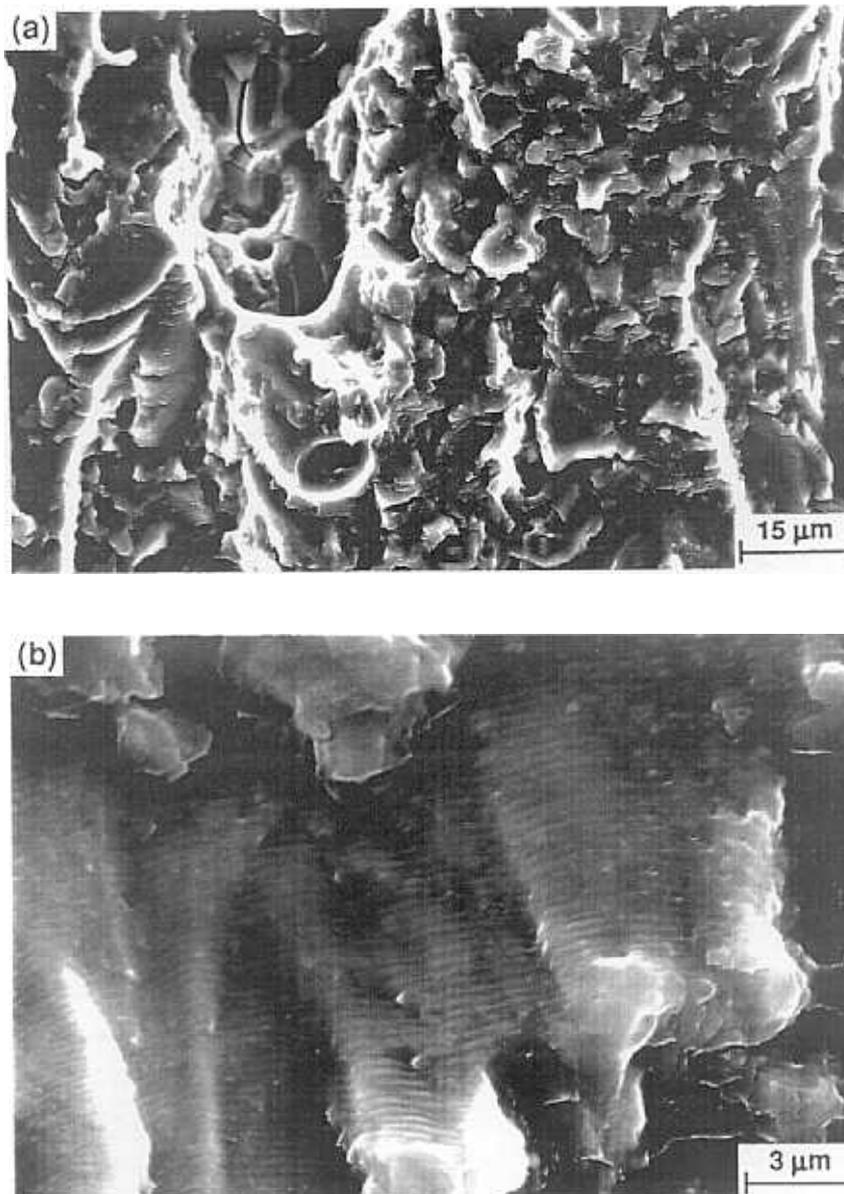


Fig. 63. Fatiga en aire ( $\Delta K=11.5 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ ): (a)  $\times 1000$ ; (b)  $\times 5000$ .

$\Delta K=15.5 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ :

La superficie cambia de aspecto para hacerse muy irregular, con constantes cambios de plano de la fisura, escalones muy pronunciados y grandes cavidades, que se pueden apreciar en la figura 64a. A mayores aumentos se observa que la superficie está enteramente cubierta por estrías de los dos tipos encontrados en estas aleaciones: dúctiles y frágiles. En la figura 64b se ve un detalle de las estrías dúctiles.

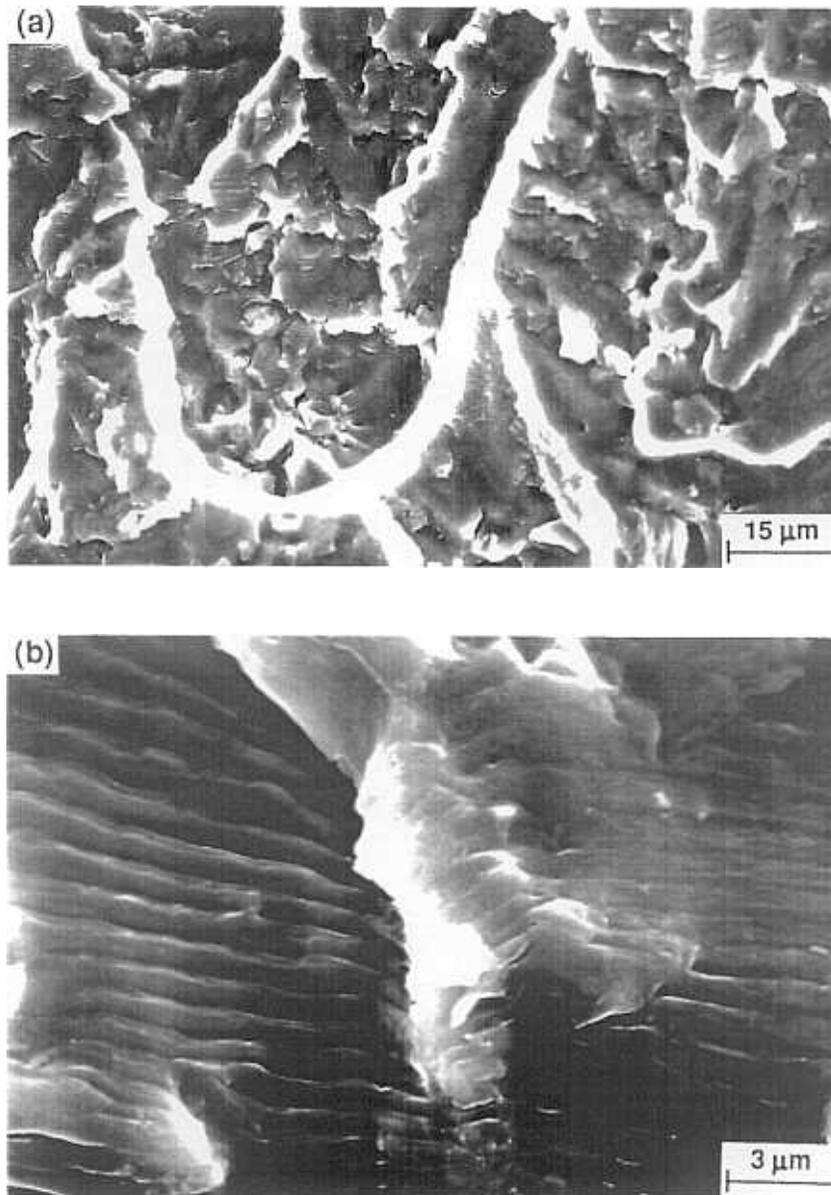


Fig. 64. Fatiga en aire ( $\Delta K=15.5 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ ): (a)  $\times 1000$ ; (b)  $\times 5000$ .

Las muestras ensayadas en vapor de agua a una presión de 10 Pa muestran una apariencia muy similar a la que se observa en vapor de agua a 5 Pa. Por su parte, las probetas ensayadas a 100 y 200 Pa presentan un aspecto superficial casi idéntico al que corresponde a los experimentos en aire. Por este motivo dichos ambientes han sido excluidos del estudio fractográfico, con objeto de no dilatarlo en exceso.

### 2.3 DISCUSION DE LOS RESULTADOS

La anisotropía que presenta la microestructura de la aleación 7017-T651 tiene una gran influencia en sus propiedades mecánicas. El material se comporta de una manera más dúctil cuando la carga se aplica según la dirección de laminación, como lo atestigua el valor de la deformación de rotura, que es un 75% más alto que el correspondiente a la dirección transversal corta S. Además, este aumento en la ductilidad no lleva consigo una disminución en las demás propiedades, tales como el módulo de elasticidad, el límite elástico o la resistencia a tracción, que son en todo caso iguales o mejores que en la dirección S. Por otra parte la tenacidad de fractura es también superior en la orientación L-T, puesto que la mayor ductilidad del material en dicha orientación le confiere más capacidad para soportar carga en presencia de fisuras.

Por lo que se refiere a las propiedades cíclicas, también la orientación tiene una influencia muy señalada, como veremos seguidamente.

Antes de comenzar la discusión de los resultados obtenidos en los ensayos de fatiga, es preciso destacar que en la gran mayoría de los experimentos de fatiga y corrosión-fatiga realizados en aleaciones de aluminio fabricadas por laminación se ha estudiado generalmente la orientación L-T. Hay muy pocos estudios hechos con muestras en la orientación S-L debido a que las planchas obtenidas por laminado tienen un espesor limitado, típicamente entre 12 y 30 mm, lo que impone serias restricciones al tamaño de las muestras que se pueden ensayar. Si se emplean probetas compactas la norma ASTM-E647 exige para  $W^\dagger$  un valor mínimo de 25 mm, lo que hace que la altura de la probeta H y consiguientemente el espesor de la plancha tenga que ser al menos de 30 mm. Por este motivo, las probetas mecanizadas en la orientación S-L son mucho más pequeñas que las correspondientes a la orientación L-T (están prácticamente a escala 1:2), como puede verse en la figura 19. Consecuentemente, los incrementos en la longitud de la grieta que se miden son también inferiores, lo que hace crecer el error que se comete en la medida. Para tratar de solucionar este problema se mecanizaron probetas de doble viga en voladizo (Ruiz y Elices, 1991), idénticas a las que se utilizan en los estudios de corrosión bajo tensión. Sin embargo, la geometría de estas muestras las hace intrínsecamente inestables cuando se ensayan a fatiga en posición horizontal y la grieta se desvía en seguida del plano nominal de propagación (Suresh, 1991), como se verificó de forma repetida en los ensayos que se realizaron.

---

† Ver figuras 15 y 19.

Tras comprobar la inviabilidad de los ensayos con las probetas de doble viga en voladizo, todos los ensayos se llevaron a cabo con probetas compactas.

Los ensayos realizados en la presente tesis son en este aspecto completamente originales, pues es la primera vez que, utilizando una aleación de aluminio de la serie 7000, se realiza un estudio tan detallado sobre la corrosión-fatiga en atmósferas gaseosas de alta pureza en la orientación S-L.

Siguiendo el esquema de trabajo utilizado en la descripción de los resultados experimentales, la discusión se dividirá en dos partes:

- a. el efecto de la presión de vapor de agua en la velocidad de propagación de las grietas a frecuencia constante, y
- b. el efecto de la frecuencia en la velocidad de propagación cuando se mantiene constante la presión de vapor de agua.

#### **A. Efecto de la presión de vapor de agua**

Los resultados obtenidos en ambientes inertes muestran que en las dos orientaciones estudiadas la velocidad de propagación de las grietas en oxígeno seco es inferior a la correspondiente a un vacío elevado. En la orientación S-L los resultados en oxígeno seco están siempre por debajo de los que se encuentran en alto vacío, como se observa en la figura 32. Sin embargo, en la orientación L-T se distinguen dos zonas (figura 38): para valores de  $\Delta K$  inferiores a  $12 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  la velocidad de propagación en oxígeno seco es menor que en alto vacío, mientras que para valores superiores de  $\Delta K$  las diferencias entre los dos ambientes desaparecen. El estudio fractográfico de las muestras en la orientación L-T corrobora estos resultados. Para  $\Delta K = 7 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  se aprecian grandes diferencias en el aspecto de las superficies de fractura por fatiga en oxígeno seco y alto vacío (figuras 48 y 53), mientras que para valores mayores de  $\Delta K$  comienzan a observarse rasgos típicos de fatiga en vacío en las superficies correspondientes a los ensayos en oxígeno seco (figura 54). Otros autores (Gao, Pao y Wei, 1988) han encontrado el mismo comportamiento en muestras de la aleación 7075-T651 en la orientación L-T. Según sus resultados se observan diferencias parecidas a las encontradas en el presente estudio entre las superficies de fractura en oxígeno y en alto vacío, que podrían indicar un micromecanismo de propagación diferente en los dos ambientes.

Por lo que se refiere a los experimentos en medios agresivos, en ambas orientaciones se observa que los resultados obtenidos en ambientes con distintos contenidos de vapor de agua se encuentran situados entre los correspondientes a vacío y aire atmosférico. No obstante, la tendencia de los mismos depende de la orientación de ensayo. Así, los resultados en la orientación S-L están un poco dispersos y no muestran un incremento claro y sistemático en la velocidad de crecimiento de la grieta cuando aumenta la presión de vapor de agua, como se puede apreciar en las figuras 33 y 34. Por su parte, como se ve en la figura 39, los resultados en la orientación L-T están menos dispersos y exhiben una tendencia clara: la velocidad de propagación aumenta monótonamente cuando se incrementa el contenido en vapor de agua del medio ambiente que rodea al material. Por este motivo nos ceñiremos a la orientación L-T en la discusión subsiguiente de los resultados y dejaremos para más adelante la explicación del comportamiento observado en la orientación S-L.

Para una presión de 1 Pa de vapor de agua a una frecuencia de 5 Hz no se aprecia todavía un efecto fragilizador del ambiente: los resultados coinciden con los de alto vacío. Sin embargo, cuando la presión de vapor de agua pasa de 1 a 5 Pa se produce un incremento notorio en la velocidad de propagación de la grieta, tal como muestra la figura 39. Un análisis cuidadoso de las superficies de fractura vuelve a darnos indicios que corroboran los resultados obtenidos en los ensayos de fatiga. La apariencia de las superficies en vacío y en vapor de agua a 1 Pa es muy similar, como se aprecia al comparar las figuras 48 y 50 (en alto vacío), con las figuras 56 y 57 (en vapor de agua a 1 Pa). Ambas superficies muestran rasgos característicos del proceso de fatiga en ambientes inertes, como pueden ser las estrías 'bastas' cubiertas de pequeños huecos y la ausencia de estrías finas asociadas a la fatiga en ambientes agresivos. Cuando la presión de vapor de agua sube a 5 Pa, el aspecto de la superficie de fractura cambia por completo, como se puede ver en las figuras 59, 60 y 61. Se pierden totalmente los rasgos asociados a la fatiga en ambientes inertes y en su lugar aparecen otros rasgos típicos de los ambientes agresivos. A este respecto es muy ilustrativa la figura 65, en la que se puede apreciar la transición que se produce en la superficie de fractura del material al pasar de una atmósfera de alto vacío a otra de vapor de agua a 5 Pa.

Cuando la presión de vapor de agua aumenta por encima de 5 Pa, la velocidad de propagación continúa aumentando de una forma monótona, sin observarse cambios tan notorios como el que se ha descrito entre 1 y 5 Pa. Las superficies de fractura a las presiones más altas de vapor de agua (100 y 200 Pa) tienen un aspecto muy similar al que se encuentra cuando las muestras se ensayan en aire atmosférico. La figura 66

muestra de una manera muy gráfica las diferencias que se observan en la superficie de fractura cuando se pasa de un ambiente agresivo (vapor de agua a 100 Pa) a un ambiente inerte (alto vacío).

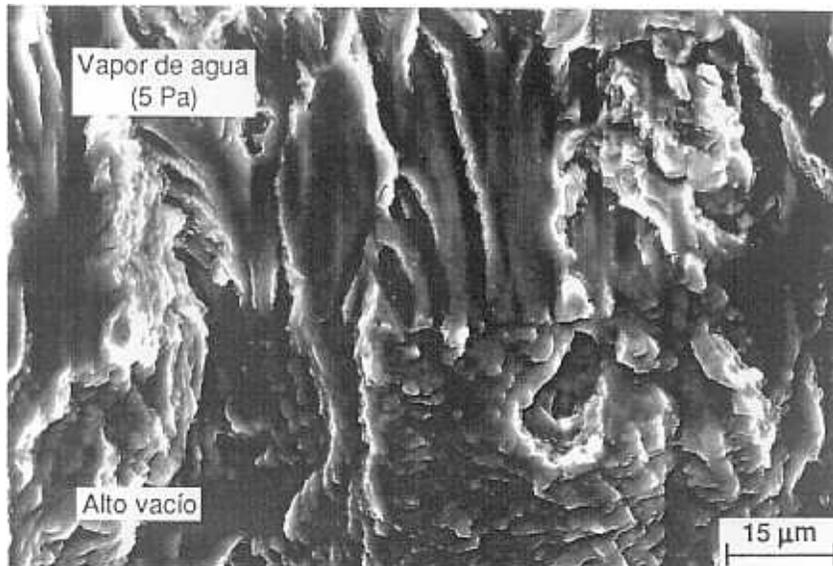


Fig. 65. Transición en la superficie de fractura al pasar de alto vacío a vapor de agua a una presión de 5 Pa ( $\Delta K=7 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ ) (la grieta se propaga en dirección vertical).

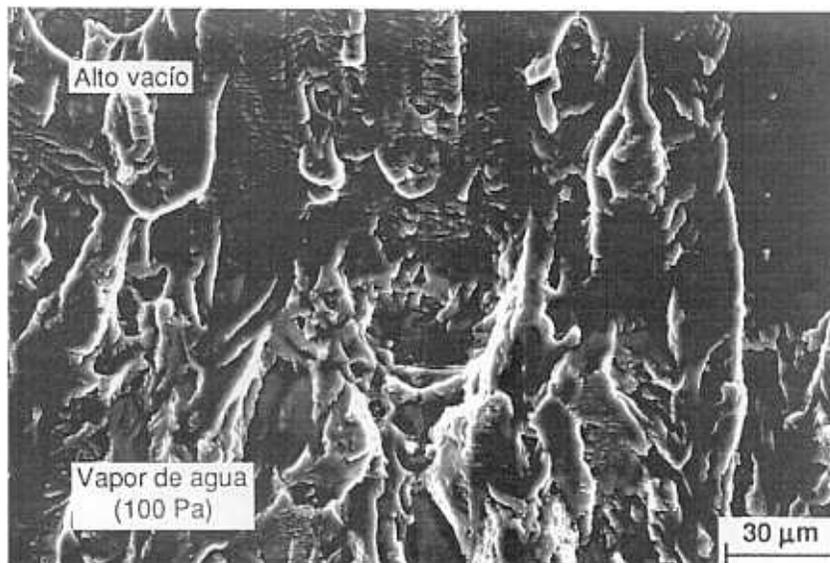


Fig. 66. Transición en la superficie de fractura al pasar de vapor de agua a una presión de 100 Pa a vacío a ( $\Delta K=7 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ ) (la grieta se propaga en dirección vertical).

Los resultados obtenidos con la aleación 7017-T651 en la orientación L-T coinciden con el comportamiento observado por otros autores (Wei y otros, 1980; Gao, Pao y Wei, 1988) en dos aleaciones de aluminio de diferente composición (2219-T851 y 7075-T651) ensayadas bajo las mismas condiciones experimentales y en la misma orientación. A pesar de las diferencias existentes entre estas tres aleaciones, los resultados muestran las mismas tendencias. La composición química de la aleación 2219 es completamente distinta de la correspondiente a la 7075. Sin embargo, ambas tienen un elemento en común: el cobre (6.3% en la 2219 y 1.6% en la 7075, Metals Handbook, 1979), que en la aleación 7017 se encuentra presente en una proporción muy pequeña (0.12%). Al analizar los resultados correspondientes a estos tres materiales, que presentan importantes diferencias en su microestructura, sorprenden las similitudes encontradas. Esta similitud en el comportamiento lleva a la conclusión de que los mecanismos de crecimiento de grietas por fatiga deben de ser muy parecidos en las aleaciones de aluminio citadas y quizás comunes a otros materiales de diferente composición (Davidson y Lankford, 1992).

A la vista de los resultados encontrados en la aleación 7017-T651 parece claro que el vapor de agua es el responsable de la fragilización del material cuando éste se encuentra sometido a cargas cíclicas. Existe un valor umbral por debajo del cuál no se nota ningún efecto, que en nuestro caso corresponde a una presión de 1 Pa. Después, a medida que aumenta la presión de vapor de agua entre 1 y 5 Pa, la velocidad de la grieta crece rápidamente hasta alcanzar un valor más o menos estacionario entre 5 y 100 Pa. Posteriormente se detectan nuevos aumentos a 200 Pa y en presencia de aire atmosférico.

La explicación más plausible de este hecho parece estar en la reacción química que provoca la fragilización en estas aleaciones. Como se ha explicado anteriormente, muchos autores atribuyen la fragilización producida por el ambiente en aleaciones de aluminio (Speidel, 1974; Gao, Pao y Wei, 1988) y compuestos intermetálicos de aluminio (Liu, 1992) a la reacción (1):



Según dicha secuencia, las moléculas de vapor de agua reaccionan con las superficies frescas de aluminio creadas por fatiga en la punta de la fisura, y se genera hidrógeno atómico que penetra en el material y lo fragiliza. El oxígeno actúa como un competidor del vapor de agua en esta reacción, puesto que puede combinarse con el aluminio para dar  $\text{Al}_2\text{O}_3$ . Incluso en una atmósfera de alto vacío hay un cierto contenido de vapor de

agua residual que puede reaccionar con el aluminio y producir hidrógeno. La presencia de inhibidores, tales como el oxígeno, puede modificar las características de adsorción y absorción del hidrógeno y reducir sus efectos (Sudarshan y Louthan, 1987), descendiendo así la velocidad de propagación, como se ha observado experimentalmente.

### B. Efecto de la frecuencia

En la orientación S-L los resultados son concluyentes: no se nota un efecto claro de la frecuencia<sup>20</sup> en la velocidad de crecimiento de las grietas en el intervalo de presiones de vapor de agua estudiado (1-1300 Pa). A este respecto, son muy reveladores los resultados obtenidos al cambiar la frecuencia de las oscilaciones en dos tramos distintos de la fisura en la misma probeta y bajo las mismas condiciones experimentales (figuras 36 y 37).

Cuando se ensayan las muestras en la orientación L-T los resultados son distintos. Para una presión de vapor de agua de 10 Pa no se nota mucho el efecto de aumentar la frecuencia de las oscilaciones de carga de 1 a 10 Hz, como se aprecia en la figura 40. Los resultados quedan muy cerca de los obtenidos a 10 Pa y 5 Hz y al analizar las superficies de fractura tampoco se observan diferencias destacables entre las dos regiones. Sin embargo, al reducir la presión de vapor de agua a 1 Pa, la frecuencia influye apreciablemente en la velocidad de propagación de la fisura. Tal como muestra la figura 41, cuando la frecuencia se disminuye desde 10 Hz a 1 Hz, la velocidad de propagación aumenta casi al doble y se aproxima a los valores obtenidos a 5 Pa y 5 Hz. Un aumento posterior de la frecuencia hace que la velocidad de la grieta vuelva a los valores que tenía anteriormente.

De nuevo el análisis fractográfico se muestra como una poderosa herramienta para justificar los resultados de los ensayos de fatiga. En las figuras 67 y 68<sup>21</sup> se puede observar el aspecto que presenta la superficie de fractura en el ensayo realizado a 1 Pa de vapor de agua al cambiar la frecuencia de 10 Hz a 1 Hz respectivamente. A 1 Pa y 10 Hz la superficie presenta la misma apariencia que en los experimentos llevados a cabo a 1 Pa y 5 Hz, con rasgos típicos del proceso de fatiga en ambientes inertes<sup>22</sup>. Cuando se reduce la frecuencia en presencia del mismo ambiente, el aspecto de la superficie cambia por completo y desaparecen los rasgos asociados a la fatiga en vacío. Aparecen

---

<sup>20</sup> Entre 1 y 10 Hz, como puede verse en las figuras 35, 36 y 37.

<sup>21</sup> La dirección de propagación de la grieta es como siempre vertical.

<sup>22</sup> Comparar por ejemplo la figura 67 con las figuras 50a y 57a.

facetas planas que denotan una rotura frágil, en las que a veces se observan estrías finas características de la fatiga en ambientes agresivos<sup>23</sup>. Al aumentar de nuevo la frecuencia desaparecen todos los rasgos asociados a los ambientes agresivos y la superficie vuelve a tener un aspecto muy similar al de alto vacío.

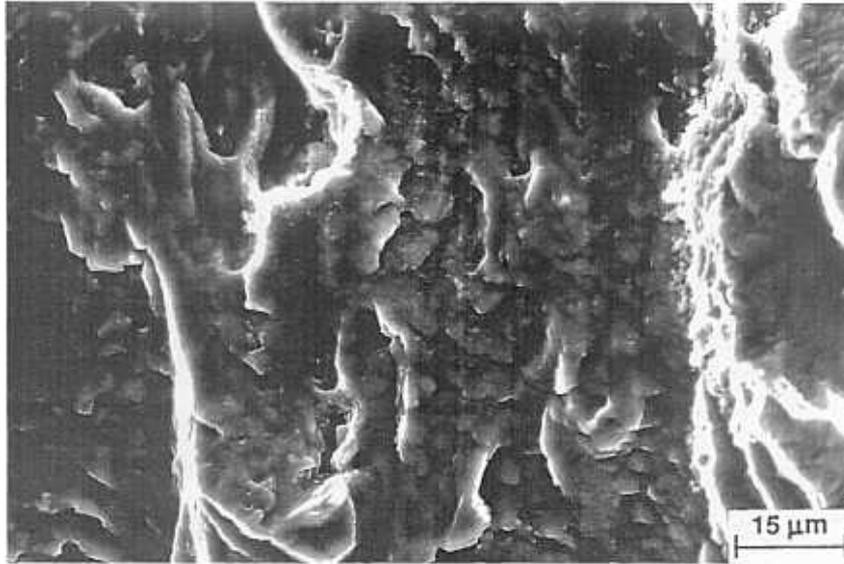


Fig. 67. Fatiga en vapor de agua a 1 Pa y 10 Hz ( $\Delta K= 11 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ ).

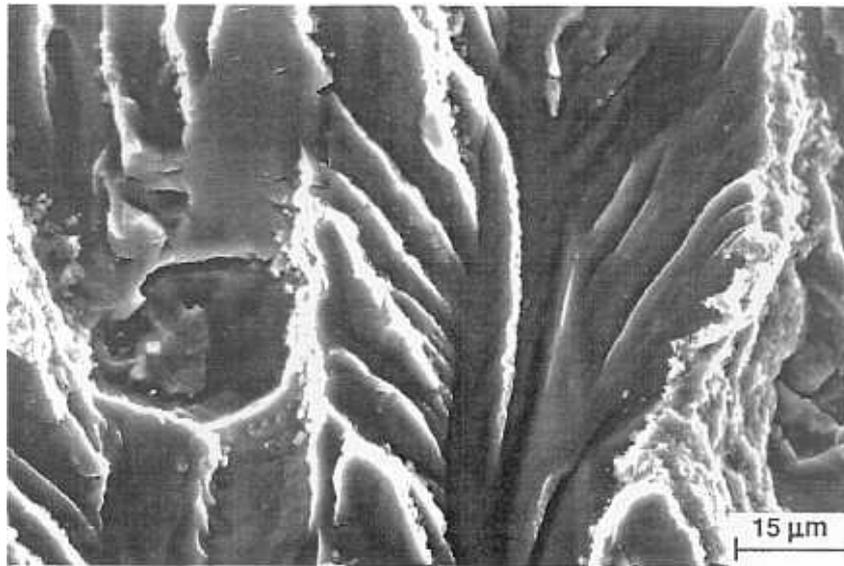


Fig. 68. Fatiga en vapor de agua a 1 Pa y 1 Hz ( $\Delta K= 11 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ ).

---

<sup>23</sup> Comparar la figura 68 con la figura 60a.

Este comportamiento coincide con lo que suele suceder en corrosión-fatiga, pues al disminuir la frecuencia de las oscilaciones aumenta el tiempo para que se produzcan interacciones entre el material y el medio agresivo, lo que provoca un aumento en la velocidad de propagación. Varios autores han comprobado este efecto en aleaciones de la serie 7000 ensayadas en soluciones acuosas de cloruros (Holroyd y Hardie, 1983; Green y Knott, 1989). Sin embargo, en atmósferas gaseosas de vapor de agua sólo Bradshaw y Wheeler (Bradshaw y Wheeler, 1969) han observado tal efecto en una aleación de Al-Cu-Mg. Nadie hasta ahora lo había verificado en una aleación de Al-Zn-Mg en presencia de atmósferas gaseosas con un contenido variable de vapor de agua. Los resultados de otro investigador (Dicus, 1984) en una aleación de aluminio de la serie 7000 similar a la utilizada en el presente estudio, no muestran ningún efecto de la frecuencia (entre 1 y 10 Hz) en la velocidad de crecimiento de la grieta en ambientes con distintos contenidos de vapor de agua. La causa parece estar en las altas presiones de vapor de agua utilizadas por dicho autor en la experimentación (Gao, Pao y Wei, 1988).

Es importante destacar la originalidad de la investigación sobre el efecto de la frecuencia llevada a cabo en la presente tesis doctoral. Hasta ahora no se había realizado ningún estudio tan detallado sobre la influencia de este parámetro en el comportamiento a fatiga de las aleaciones de Al-Zn-Mg en presencia de vapor de agua de alta pureza. Los resultados obtenidos a 1 Pa de vapor de agua ponen de manifiesto que los efectos de la presión de vapor de agua y la frecuencia son intercambiables, al menos dentro de un cierto intervalo de valores. Este hallazgo justifica la afirmación de que la velocidad de propagación de la grieta en estos ambientes depende únicamente de la exposición ambiental, que viene dada por el producto de la presión de vapor de agua y el tiempo disponible para la reacción superficial<sup>24</sup> (Bradshaw y Wheeler, 1969; Wei y otros, 1980; Gao, Pao y Wei, 1988; Gangloff, 1990). Para valores de la exposición ambiental comprendidos entre 0.1 Pa·s (1 Pa y 10 Hz) y 1 Pa·s (5 Pa 5 Hz y 1 Pa 1 Hz) parece que un aumento en la presión de vapor de agua tiene el mismo efecto que una disminución en la frecuencia de ensayo, como se ve en la figura 41. Sin embargo, cuando la exposición es superior a 1 Pa·s se alcanza una cierta saturación en el efecto fragilizador del ambiente, como se ve en la figura 40.

El análisis global de los experimentos pone de manifiesto que los resultados en la orientación L-T se ajustan al comportamiento encontrado por otros autores en aleaciones de aluminio diferentes ensayadas en idéntica orientación y con las mismas

---

<sup>24</sup> En este caso la exposición viene dada por el cociente entre la presión de vapor de agua y la frecuencia.

condiciones experimentales. Sin embargo, los resultados correspondientes a la orientación S-L no exhiben tales tendencias: se muestran insensibles a la variación de la frecuencia de ensayo entre 1 y 1300 Pa y presentan un comportamiento poco claro cuando aumenta la presión de vapor de agua. Para explicar tales resultados se pueden invocar dos razones, la primera está relacionada con la anisotropía microestructural de la aleación y la segunda con la geometría de las muestras.

Dado el buen control y la repetitividad conseguidas en las distintas atmósferas gaseosas de experimentación, que se puede apreciar en las figuras que van de la 42 a la 45, y tratándose de la misma aleación, las diferencias observadas entre las dos orientaciones de ensayo bien pudieran deberse a la anisotropía del material. Cuando la grieta avanza en una muestra de orientación S-L<sup>25</sup>, su plano de propagación corresponde al que se puede observar en la figura 27. La microestructura que se encuentra la fisura está compuesta por granos muy grandes y alargados en la dirección de propagación, que en este caso coincide con la de laminación. Al propagarse la grieta, puede que crezca de una manera diferente en los distintos granos que en un momento dado atraviesa el frente de la fisura, lo que, debido a las grandes dimensiones de los mismos, daría lugar a una longitud promedio diferente de la que se mide en la superficie de la muestra con la lupa. La microestructura introduciría de este modo un cierto 'error' suplementario en la medida, imposible de cuantificar y que podría enmascarar los efectos más sutiles del ambiente y la frecuencia. En las muestras mecanizadas en la orientación L-T, el plano de propagación de la grieta coincide con el que se observa en la dirección S (figura 29) y la microestructura asociada al mismo es mucho más fina, lo que elimina este posible problema.

Unida a esta posible causa se puede citar otra, que influye en la dispersión de los resultados experimentales. Cuando se habló sobre la originalidad de los resultados obtenidos en la orientación S-L, se explicó que las probetas en la orientación S-L eran más pequeñas que las correspondientes a la orientación L-T. En concreto, el valor de  $W^\dagger$  es de 25 mm para la orientación S-L y 50 mm para la orientación L-T. La norma de ensayo establece cuál es el valor del incremento en la longitud de la grieta  $\Delta a$  entre dos medidas sucesivas en función de la relación entre la longitud de la fisura y  $W$ . Por este motivo, si  $W$  se hace más pequeño, lo mismo sucede con  $\Delta a$ , y el error que se comete en la medida aumenta.

---

<sup>25</sup> Ver figura 15.

<sup>†</sup> Ver figura 19.

Las dos causas citadas pueden contribuir a incrementar de un modo considerable la dispersión en los resultados experimentales de modo que se haga imposible apreciar una tendencia clara de comportamiento. Por otra parte, dejando de lado esta explicación, puede que la causa se halle en otros fenómenos cuya influencia sea de una magnitud superior a la de la presión de vapor de agua y la frecuencia, como por ejemplo el cierre de la fisura o la operación de un micromecanismo diferente de fragilización en la orientación S-L.

### CAPITULO 3: MODELIZACION DEL PROCESO

Los modelos que se han propuesto para explicar el fenómeno de la corrosión fatiga atribuyen la fragilización que se produce en el material a dos mecanismos fundamentales: la disolución anódica y la fragilización por hidrógeno. La disolución anódica se produce cuando hay un ambiente agresivo acuoso en la región del extremo de la grieta. Por tanto, si no existe agua líquida en la punta de la fisura, es muy poco probable que el mecanismo de disolución anódica sea el responsable del proceso de fragilización (Speidel, 1974).

En un gas que contenga vapor de agua se puede estimar la probabilidad de que el vapor se condense en la punta de la fisura dependiendo del valor de la humedad relativa del gas. A continuación se describe un cálculo simple en el que se parte de conceptos básicos de física de superficies para evaluar esta probabilidad (Wiederhorn, 1967).

Supongamos que en presencia de una atmósfera gaseosa húmeda se pueda condensar parte del vapor de agua en el extremo de la grieta, dando lugar a un pequeño menisco esférico de radio  $r$ , tal como se representa en la figura 69. La curvatura de la superficie influye en la energía libre molar del líquido (Adamson, 1976). Por ello, debido a la tensión superficial, la presión de vapor de un líquido es mayor cuando se encuentra en forma de pequeñas gotas que cuando presenta una superficie plana. Para el caso que nos ocupa (una superficie esférica de radio  $r$ ) el cambio en la presión de vapor de una superficie curvada viene dado por la ecuación de Kelvin (Moore, 1972 y Adamson, 1976):

$$\ln\left(\frac{p}{p_0}\right) = \frac{2M\gamma}{RT\rho r} \quad (6)$$

donde  $p_0$  es la presión de vapor normal del líquido (superficie plana),  $p$  es la presión de vapor en la superficie curva,  $\gamma$  es la tensión superficial,  $M$  es el peso molecular,  $\rho$  es la densidad,  $R$  es la constante universal de los gases y  $T$  es la temperatura en grados kelvin. Ahora bien, teniendo en cuenta que  $M/\rho = v$  (volumen molar), la ecuación (6) también se puede escribir como:

$$\ln\left(\frac{p}{p_0}\right) = \frac{2\gamma v}{RT r} \quad (7)$$

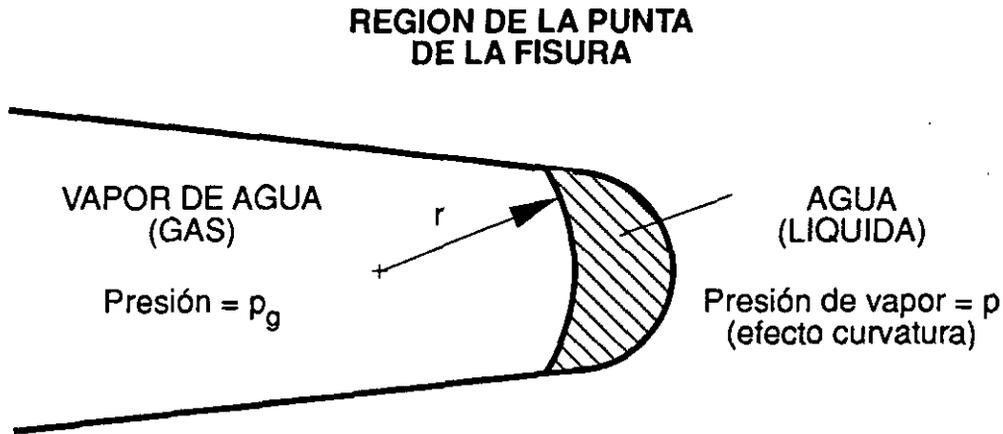


Fig. 69. Representación esquemática de la condensación capilar en el fondo de la grieta.

En el equilibrio, la presión de vapor de agua en el ambiente gaseoso  $p_g$  habrá de ser igual a la presión de vapor del líquido en la superficie curvada  $p$ , y el radio del menisco tomará un valor característico  $r = r_g$ , que se puede obtener por medio de la ecuación (7). En todo caso  $p_0$  es la presión de vapor del líquido (agua pura en este caso), que sólo depende de la temperatura. La presión de vapor de agua en la atmósfera gaseosa  $p_g$  dependerá de la humedad relativa del gas, dado que  $p_g = Hr \cdot p_0$ . Con estos datos ya podemos estimar el radio del menisco  $r_g$  para distintos valores de la humedad relativa del gas, que valdrá:

$$r_g = \frac{2\gamma v}{RT} \frac{1}{\ln(Hr)} \quad (8)$$

Sustituyendo en la ecuación (8) los valores correspondientes al agua:  $\gamma = 0.072 \text{ J/m}^2$ ,  $v = 18 \cdot 10^{-6} \text{ m}^3/\text{mol}$  y  $T = 293 \text{ K}$ , se obtienen los resultados de la tabla 2.

El volumen que ocupa una molécula de agua en estado líquido vale aproximadamente  $3 \cdot 10^{-29} \text{ m}^3$ . La raíz cúbica de esta cantidad, cuyo valor es  $3.1 \cdot 10^{-10} \text{ m}$ , da una idea del espaciado entre las moléculas de agua en estado líquido. Por tanto, si el radio del menisco es inferior a  $10^{-9} \text{ m}$  habrá muy pocas moléculas contenidas en su interior, que no llegarían a constituir una fase líquida. Para valores de la humedad relativa por debajo del 35% se concluye que no puede existir agua líquida pura en el fondo de la fisura (Wiederhorn, 1967). Si existen productos de corrosión, como en el caso de una solución saturada de  $\text{Na}_2\text{OSiO}_2$  que se ha calculado en la tabla 2, su efecto consiste en reducir  $p_0$  y aumentar  $\gamma$  y  $v$ , aunque se siguen manteniendo las mismas conclusiones enunciadas para el caso de agua pura. En resumen, según los cálculos realizados por Wiederhorn se puede concluir que para

atmósferas gaseosas con una humedad relativa inferior al 30% es muy improbable que exista agua líquida en el fondo de la fisura.

Tabla 2. Cálculo del radio del menisco de agua en función de la humedad relativa del gas.

Hr = ( $p_g/p_o$ )	$r_g$ (m) (H <sub>2</sub> O pura)	$r_g$ (m) (Na <sub>2</sub> OSiO <sub>2</sub> )
100%	$\infty$	–
99%	$-1.06 \cdot 10^{-7}$	–
90%	$-1.0 \cdot 10^{-8}$	–
75%	$-3.7 \cdot 10^{-9}$	$\infty$
30%	$-8.8 \cdot 10^{-10}$	$-1.2 \cdot 10^{-9}$
10%	$-4.6 \cdot 10^{-10}$	$-5.3 \cdot 10^{-10}$
1%	$-2.3 \cdot 10^{-10}$	$-2.4 \cdot 10^{-10}$
0.2%	$-1.7 \cdot 10^{-10}$	$-1.8 \cdot 10^{-10}$

En los experimentos que se han realizado en la presente tesis doctoral se han empleado atmósferas de vapor de agua de alta pureza con presiones comprendidas entre 1 y 200 Pa. Teniendo en cuenta que la presión de vapor de agua para agua líquida a temperatura ambiente es aproximadamente 2600 Pa, esto equivale a valores de la humedad relativa entre un 0.04% y un 7.7%. Los cálculos realizados con anterioridad dejan claro que en este intervalo de presiones la punta de la fisura no estará cubierta de agua líquida, casi con toda certeza. Por tanto, la fragilización que se produce en presencia de vapor de agua tiene que ser debida a la reacción superficial de las moléculas de vapor de agua con las superficies frescas del metal creadas por fatiga, según la reacción (1).

Los razonamientos descritos dejan a la fragilización por hidrógeno como la única explicación convincente del fenómeno de la corrosión-fatiga en aleaciones de aluminio en atmósferas gaseosas. A continuación se realizará una descripción del modelo que se ha utilizado para tratar de ajustar los resultados experimentales.

### 3.1 DESCRIPCIÓN DEL MODELO

De los modelos que se han propuesto para explicar el fenómeno de la corrosión fatiga merecen destacarse tres (Speidel, 1974; Weir y otros, 1980 y Holroyd, 1984). En todos los casos se trata de modelos de superposición en los que se descompone la velocidad de crecimiento de la grieta en un ambiente agresivo  $(da/dN)_e$  en tres términos:

$$\left(\frac{da}{dN}\right)_e = \left(\frac{da}{dN}\right)_r + \left(\frac{da}{dN}\right)_{cf} + \left(\frac{da}{dN}\right)_{scc} \quad (9)$$

donde  $(da/dN)_r$  representa la velocidad de crecimiento por fatiga pura (ambiente inerte),  $(da/dN)_{scc}$  representa la velocidad de crecimiento por corrosión bajo tensión y  $(da/dN)_{cf}$  representa la velocidad de crecimiento por corrosión-fatiga, debido a la interacción sinérgica entre el proceso de fatiga y el ataque del medio agresivo. De estos tres términos el más difícil de cuantificar es el último. Para los materiales que se utilizan en aplicaciones estructurales,  $(da/dN)_{scc}$  es despreciable frente a los otros dos términos, por lo que no se tendrá en cuenta en la discusión.

De todos los modelos, sólo el propuesto por Wei y sus colaboradores (Weir y otros, 1980; Wei y otros, 1980; Wei y Simmons, 1983; Gao y otros, 1988) predice la dependencia del término de interacción  $(da/dN)_{cf}$  con la frecuencia del ensayo y la presión de vapor de agua en ambientes gaseosos. Por este motivo se ha utilizado para ajustar los resultados obtenidos en el presente estudio.

Estos autores suponen que la fragilización se debe al hidrógeno producido en la reacción superficial (1), según un proceso secuencial compuesto por varias etapas que se ha descrito con anterioridad<sup>26</sup>. Las hipótesis del modelo se enuncian a continuación:

- a. La velocidad de difusión del hidrógeno en la estructura y la velocidad con que se produce el fenómeno de fragilización (cualquiera que sea su naturaleza) son mucho mayores que la velocidad de reacción superficial y la velocidad de transporte del gas al fondo de la fisura.

<sup>26</sup> Ver la figura 10 y el apartado 1.1.2.2.4 del capítulo 1.

- b. Se supone que la onda de carga es cuadrada y consiguientemente la superficie nueva en el extremo de la grieta se crea de forma instantánea cuando se alcanza la carga máxima.
- c. La contribución ambiental a la velocidad de crecimiento de la grieta  $(da/dN)_{cf}$  se supone proporcional a la cantidad de hidrógeno producido por la reacción superficial durante cada ciclo de fatiga que, por otra parte, es proporcional al área de fisura creada durante el ciclo de fatiga anterior al considerado y a la extensión de la reacción superficial, o sea:

$$\left(\frac{da}{dN}\right)_{cf} \propto \Delta a \cdot \theta \quad (10)$$

donde  $\Delta a$  es el incremento en la longitud de la grieta por ciclo y  $\theta$  representa el recubrimiento ( $0 \leq \theta \leq 1$ )<sup>27</sup>. El objetivo de este modelo consiste en describir  $\theta$  en función de la exposición (el producto de la presión del gas por el tiempo disponible para la reacción superficial). En corrosión-fatiga, la exposición viene dada por  $p_0/2f$  (Weir y otros, 1980), donde  $p_0$  es la presión del ambiente gaseoso que rodea al material y  $f$  es la frecuencia de la carga. El factor 1/2 tiene en cuenta que las superficies están disponibles para la reacción la mitad del ciclo de carga-descarga<sup>28</sup>.

La velocidad de adsorción (velocidad a las que las moléculas del gas impactan la superficie limpia creada por fatiga) vale (Adamson, 1976):

$$\frac{d\theta}{dt} = k_c p f(\theta) \quad (11)$$

donde  $k_c$  es la constante de velocidad de reacción,  $p$  es la presión del gas en el fondo de la fisura y  $f(\theta)$  expresa la dependencia de la velocidad de adsorción con el recubrimiento.

Por su parte, la presión en el fondo de la fisura depende de dos factores: la velocidad de reacción superficial y el transporte de gas procedente del ambiente. Para modelizar el proceso se supone que la región del extremo de la grieta es una zona de volumen constante  $V$ , que está conectada con el medio externo por medio de un capilar.

<sup>27</sup> El recubrimiento es la proporción entre los lugares superficiales ocupados y los disponibles en la superficie activa (Adamson, 1976).

<sup>28</sup> Sin embargo, según una versión más reciente del modelo es más apropiado tomar el tiempo disponible para la reacción como  $1/f$  (Wei, 1985; Gao, Pao y Wei, 1988).

Debido a la reacción superficial, la presión en el fondo de la fisura disminuye. Ahora bien, si  $V$  es constante esto implica que tiene que disminuir el número de moléculas presentes en la región del extremo de la grieta. Según la teoría cinética de los gases sabemos que  $pV=NkT$ , donde  $N$  es el número de moléculas y  $k$  es la constante de Boltzmann. A partir de esta igualdad se puede definir el flujo de gas  $Q$ <sup>29</sup> producido por la reacción superficial (García, 1966):

$$Q = \frac{d(pV)}{dt} = V \left( \frac{dp}{dt} \right)_s = -kT \frac{dN}{dt} \quad (12)$$

donde  $p$ ,  $V$  y  $T$  son los valores de la presión, el volumen y la temperatura en la región del extremo de la grieta respectivamente, y el signo negativo indica que la presión desciende por efecto de la reacción superficial. El flujo  $Q$  representa el movimiento de las moléculas del gas hacia la superficie reactiva en la región del extremo de la grieta. Por tanto  $dN/dt$  valdrá:

$$\frac{dN}{dt} = \frac{d(N_o S \theta)}{dt} = N_o S \frac{d\theta}{dt} \quad (13)$$

donde  $N_o$  es la densidad de lugares superficiales disponibles para la adsorción,  $S$  es el área de la superficie activa y  $d\theta/dt$  viene dado por (11). Así pues, la variación de la presión producida por la reacción superficial valdrá:

$$\left( \frac{dp}{dt} \right)_s = - \frac{SN_o kT}{V} \frac{d\theta}{dt} \quad (14)$$

Por otra parte, la presión en el fondo de la fisura se incrementa por el transporte de gas desde el medio externo. En régimen de flujo molecular (cuando el recorrido libre medio de las moléculas es mucho mayor que la apertura de la grieta), el flujo se puede describir según la fórmula de Knudsen (Carlson, 1979):

$$Q = \frac{d}{dt} (pV) = V \left( \frac{dp}{dt} \right)_t = F (p_o - p) \quad (15)$$

donde  $F$  es la conductancia de la grieta y  $p_o$  es la presión del medio externo. A partir de (14) y (15), la variación neta de la presión en el extremo de la grieta será:

<sup>29</sup>  $Q$  se define como el volumen  $V$  de gas a la presión  $p$  que atraviesa una sección plana por unidad de tiempo.

$$\frac{dp}{dt} = -\frac{SN_0kT}{V} \frac{d\theta}{dt} + \frac{F}{V} (p_0 - p) \quad (16)$$

Suponiendo que la reacción superficial es de primer orden con respecto a  $\theta$ , es decir que  $f(\theta) = 1-\theta$  (Moore, 1972), se puede obtener una solución aproximada de las ecuaciones diferenciales acopladas (11) y (16). Sustituyendo (11) en (16) y despejando la presión se obtiene:

$$p = \frac{p_0 - \frac{V}{F} \frac{dp}{dt}}{\frac{SN_0kTk_c}{F} f(\theta) + 1} \quad (17)$$

Usando valores típicos para las aleaciones de aluminio en presencia de vapor de agua se llega a la conclusión de que se puede despreciar el segundo término del numerador frente al primero (Weir y otros, 1980), con lo que queda:

$$p \approx \frac{p_0}{\frac{SN_0kTk_c}{F} f(\theta) + 1} \quad (18)$$

Sustituyendo (18) en (11) con  $f(\theta) = 1-\theta$  e integrando, se llega a:

$$\frac{SN_0kT}{F} \theta - \frac{1}{k_c} \ln(1-\theta) = p_0 t \quad (\text{para } 0 < \theta < 1) \quad (19)$$

Para el análisis del proceso resulta conveniente considerar dos casos extremos:

1. Si  $(SN_0kT)/F \gg 1/k_c$ ,  $\theta$  es independiente de  $k_c$  y la extensión de la reacción está controlada solamente por la velocidad de transporte del gas al fondo de la fisura.
2. Si  $(SN_0kT)/F \ll 1/k_c$ ,  $\theta$  depende de  $k_c$  y, por tanto, la extensión de la reacción está controlada por la velocidad de reacción superficial.

Sustituyendo estos resultados en (10), y teniendo en cuenta que el tiempo disponible para la reacción superficial es el período del ciclo de fatiga ( $t = 1/f$ ), obtenemos para los casos considerados las siguientes expresiones:

1. Control por transporte:

$$\left(\frac{da}{dN}\right)_{cf} \propto \Delta a \left[ \frac{F}{SN_0 kT} \right] \frac{P_0}{f} \quad (\text{para } \theta < 1) \quad (20)$$

2. Control por reacción superficial (para  $f(\theta) = 1 - \theta$ ):

$$\left(\frac{da}{dN}\right)_{cf} \propto \Delta a \left\{ 1 - \exp \left[ -k_c \left( \frac{P_0}{f} \right) \right] \right\} \quad (21)$$

Los parámetros  $k_c$  y  $f(\theta)$  se pueden obtener experimentalmente. Sin embargo, la conductancia de la grieta  $F$  y el área superficial activa  $S$  son más difíciles de obtener, dado que  $F$  requiere información precisa sobre la geometría de la grieta y para calcular  $S$  hay que tener en cuenta la rugosidad superficial.

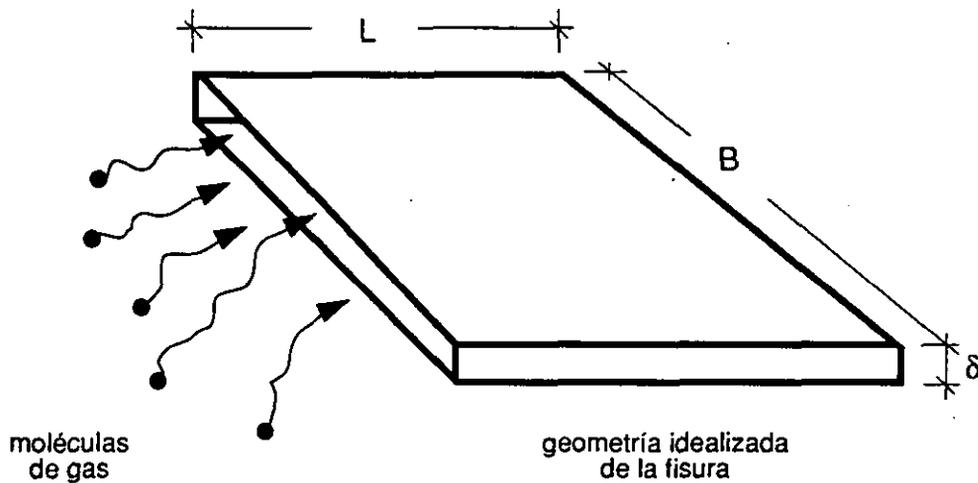


Fig. 70. Geometría que se usa para calcular el valor de la conductancia de la grieta.

Para tratar de estimar de una forma realista el valor de  $F$ , se supone que la porción de la fisura que limita el transporte del medio agresivo a la región del extremo de la grieta es un estrecho canal de sección rectangular tal como se representa en la figura 70, con una longitud efectiva  $L$ , anchura igual al espesor de la probeta  $B$  y una apertura efectiva  $\delta$  que es constante. En régimen de flujo molecular se puede calcular la conductancia asociada a esta geometría por medio de la fórmula de Knudsen (Carlson, 1979):

$$F = \frac{4}{3} \bar{v} \left[ \int_0^L \frac{H(l)}{A^2(l)} dl \right]^{-1} \quad (22)$$

donde  $\bar{v}$  es la velocidad media de las moléculas del gas que vale  $145\sqrt{T/M}$  (m/s)<sup>30</sup>,  $H(l)$  es el perímetro del tubo y  $A(l)$  su área. Ahora bien, a la vista de la figura 70 se puede apreciar que  $H(l) = 2(B+\delta) \approx 2B$  y  $A(l) = B\delta$ , por lo que integrando (22) queda:

$$F = \frac{4}{3} \bar{v} \left[ \frac{\delta^2 B}{2L} \right] \quad (23)$$

En el modelo original (Weir y otros, 1980) el valor de la apertura efectiva del capilar  $\delta$  viene dado en función de la apertura elástica de la grieta a una distancia arbitraria  $l$  del fondo de la fisura:

$$\delta = \beta_1 \frac{3K}{E} \sqrt{l} \quad (24)$$

donde  $\beta_1$  es una constante de corrección que tiene en cuenta el efecto de la deformación plástica local en la geometría de la grieta,  $K$  es el factor de intensidad de tensiones y  $E$  es el módulo de Young del material. Sin embargo, la ecuación (24) no tiene en cuenta que la carga, y por tanto la apertura de la grieta cambian con el tiempo. Así por ejemplo, en el caso de una onda sinusoidal:

$$\delta = \delta(t) = \beta_1 \frac{3\sqrt{l}}{E} \left[ K_m + \frac{\Delta K}{2} \text{sen}(2\pi f t) \right] \quad (25)$$

donde  $K_m$  es el valor medio del factor de intensidad de tensiones y  $\Delta K$  es la amplitud de oscilación del factor de intensidad de tensiones durante el ciclo de fatiga. Con objeto de tener en cuenta la influencia del proceso de fatiga en la apertura efectiva de la grieta e incluir de forma explícita el efecto de la relación de cargas  $R$  en la modelización, Shih y Wei realizaron una corrección al modelo original. En una nueva versión (Shih y Wei, 1983) se sustituye  $\delta$  por el valor cuadrático medio de la apertura elástica de la grieta que viene dada por la ecuación (25), o sea:

$$\delta_{r.m.s.} = \sqrt{\overline{\delta^2}} = \left[ \frac{\int_0^{1/f} \left[ \frac{3\beta_1\sqrt{l}}{E} \left( K_m + \frac{\Delta K}{2} \text{sen}(2\pi f t) \right) \right]^2 dt}{\int_0^{1/f} dt} \right]^{1/2}$$

<sup>30</sup>  $M$  es el peso molecular del gas.

que integrando resulta:

$$\delta_{r.m.s.} = \beta_1^* \frac{3 K_{max}}{E} \sqrt{l} \cdot \frac{1}{2} \left[ (1+R)^2 + \frac{1}{2} (1-R)^2 \right]^{1/2} \quad (26)$$

donde  $\beta_1^*$  es una nueva constante de corrección que tiene en cuenta el efecto de la deformación plástica local en la geometría de la grieta.

La longitud de flujo efectivo  $L$  se supone dependiente de la deformación plástica local asociada al proceso de fatiga. En realidad sólo una pequeña porción de la grieta (la más cercana al fondo de la fisura) contribuirá decisivamente a obstruir el transporte del medio agresivo hacia el fondo de la fisura. El resto de la grieta estará lo suficientemente abierta como para no influir en absoluto en el proceso. Por este motivo se expresa la longitud de flujo efectivo  $L$  en función del tamaño de la zona plástica cíclica, pues se supone que la deformación local estará confinada dentro de esta zona (Shih y Wei, 1983):

$$L = \beta_2^* \left[ \frac{\Delta K}{\sigma_{ys}} \right]^2 \quad (27)$$

donde  $\beta_2^*$  es una constante que incluye la corrección debida a la zona plástica, y  $\sigma_{ys}$  es el límite elástico del material.

Sustituyendo las ecuaciones (26) y (27) en la (23), se obtiene para la conductancia de la grieta la siguiente expresión:

$$F = 872 \beta^* f(R) \frac{\sigma_{ys}^2}{E^2} B l \sqrt{\frac{T}{M}} \quad (\text{en m}^3/\text{s}) \quad (28)$$

donde  $\beta^*$  es igual a  $\beta_1^{*2} / \beta_2^*$ ,  $f(R) = \frac{1}{4} \left\{ \left[ \frac{1+R}{1-R} \right]^2 + \frac{1}{2} \right\}$ , y la cantidad 872 es una constante con unidades de  $(\text{m/s}) \cdot (\text{g/K})^{1/2}$ .

En cuanto al área superficial activa  $S$  se supone igual al área geométrica multiplicada por un factor  $\alpha$  que tiene en cuenta la rugosidad superficial:

$$S = \alpha (2B\Delta a) \quad (29)$$

La corrosión-fatiga de aleaciones de aluminio en ambientes húmedos está controlada por el transporte del medio agresivo al frente de la fisura (Wei y otros, 1980; Gao, Pao y

Wei, 1988), pues la reacción superficial del vapor de agua con las superficies frescas de aluminio es muy rápida ( $k_c = 10^3 \text{ (Pa}\cdot\text{s)}^{-1}$ ). Todas las moléculas que logran llegar a la región del extremo de la grieta reaccionan inmediatamente y el proceso está limitado por el transporte hasta que se alcanza la presión de saturación ( $\theta = 1$ ). Por ello, la discusión subsiguiente se limitará al caso en el que el transporte controla el proceso.

Cuando la constante de velocidad de reacción  $k_c$  es muy alta, podemos desprejir en (19) el segundo término frente al primero y despejando  $\theta$  queda:

$$\theta \approx \frac{F}{SN_o kT} p_o t \quad (30)$$

donde  $t$  es el tiempo disponible para la reacción, que en corrosión-fatiga vale  $1/f$ .

Dado que la extensión de la reacción está acotada ( $0 \leq \theta \leq 1$ ),  $p_o/f$  alcanzará un valor de saturación  $(p_o/f)_s$  cuando  $\theta$  sea igual a uno, o sea:

$$\left(\frac{p_o}{f}\right)_s = \frac{SN_o kT}{F} \quad (31)$$

Si se hace que la distancia  $l$  sea igual al incremento en la longitud de grieta por ciclo para la saturación (Weir y otros, 1980; Shih y Wei, 1983), es decir:

$$l = (\Delta a)_s = \left(\frac{da}{dN}\right)_{e,s} \cdot 1 \quad (32)$$

donde  $(da/dN)_{e,s}$  representa la velocidad global de crecimiento de la grieta definida en (9) para el valor de saturación  $(p_o/f)_s$ ; y sustituimos las ecuaciones (28), (29) y (32) en (31) obtenemos:

$$\left(\frac{p_o}{f}\right)_s = \left[ 436 \frac{\beta^*}{\alpha} f(R) \frac{\sigma_{ys}^2}{N_o kTE^2} \sqrt{\frac{T}{M}} \right]^{-1} \quad (33)$$

Por otra parte, si en (20) sustituimos (28) y (29) obtenemos:

$$\left(\frac{da}{dN}\right)_{cf} \propto 436 \frac{\beta^*}{\alpha} f(R) \frac{\sigma_{ys}^2}{N_o kTE^2} \sqrt{\frac{T}{M}} \frac{p_o}{f} \quad (34)$$

donde, como ya se ha dicho  $l$  es una distancia arbitraria a la punta de la fisura que se usa para definir la apertura de la grieta. Así pues:

$$\frac{(da/dN)_{cf}}{(da/dN)_{cf,s}} = \frac{(p_o/f)}{(p_o/f)_s} = \theta = 436 \frac{\beta^*}{\alpha} f(R) \frac{\sigma_{vs}^2}{N_o k T E^2} \sqrt{\frac{T}{M} \frac{p_o}{f}} \quad (35)$$

donde el subíndice  $s$  denota los valores correspondientes a la saturación.

Los parámetros  $(da/dN)_{cf,s}$  y  $(p_o/f)_s$  se obtienen a partir de los resultados experimentales de fatiga, y  $\beta^*/\alpha$  se determinan a partir de (33).

### 3.2 APLICACION DEL MODELO A LOS RESULTADOS EXPERIMENTALES

Para aplicar el modelo propuesto por Wei y sus colaboradores a los resultados obtenidos en la orientación L-T, se han examinado las medidas de la velocidad de crecimiento de la grieta correspondientes a tres valores de  $\Delta K$ : 7, 11.5 y 15.5 MPa $\sqrt{m}$ , sobre los que se ha realizado un detallado estudio fractográfico. En las figuras 71 y 72 se representa la velocidad de propagación de la fisura<sup>31</sup> en función de la presión de vapor de agua del ambiente  $p_o$  para estos tres valores de  $\Delta K$  en las dos orientaciones estudiadas. Las líneas contínuas en ambos gráficos corresponden a las predicciones del modelo sobre los resultados obtenidos en la orientación L-T. La velocidad de propagación que se representa es la que se ha medido en los ensayos de fatiga, y lleva consigo la contribución de la fatiga mecánica pura, por tanto de acuerdo con (9):

$$\left(\frac{da}{dN}\right)_e = \left(\frac{da}{dN}\right)_r + \left(\frac{da}{dN}\right)_{cf}$$

sustituyendo el valor de  $(da/dN)_{cf}$  obtenido en (35) y teniendo en cuenta que  $(da/dN)_{cf,s} = (da/dN)_{e,s} - (da/dN)_r$  queda la siguiente expresión para la velocidad de propagación:

$$\left(\frac{da}{dN}\right)_e = \left(\frac{da}{dN}\right)_r + \left[ \frac{\left(\frac{da}{dN}\right)_{e,s} - \left(\frac{da}{dN}\right)_r}{(p_o)_s} \right] p_o \quad (36)$$

que proporciona una dependencia lineal de la velocidad de la grieta con la presión de vapor de agua del ambiente externo para valores de  $p_o$  por debajo de la saturación.

Como valores de referencia  $(da/dN)_r$  del modelo se han utilizado los correspondientes a los ensayos en oxígeno, pues son los que muestran la menor velocidad de propagación. En cuanto al valor de saturación  $(da/dN)_{e,s}$  se ha tomado la media aritmética de las medidas correspondientes a 5 y 10 Pa en la orientación L-T para cada valor de  $\Delta K$ .

De los resultados experimentales se deduce un valor de 5 Pa para la presión de saturación  $(p_o)_s$ , lo que proporciona para el parámetro  $\beta^*/\alpha$  un valor de 1.26. Wei y sus colaboradores han encontrado que la presión de saturación está en torno a 4.7 Pa y que  $\beta^*/\alpha$  vale aproximadamente 1.3 para una aleación 7075-T651, y sugieren que  $\beta^*/\alpha$  es

<sup>31</sup> El proceso de estimación del error en las medidas de velocidad de propagación se describe en el Anexo I.

independiente del sistema aleación-ambiente para un gran número de aleaciones y ambientes gaseosos (Gao, Pao y Wei, 1988).

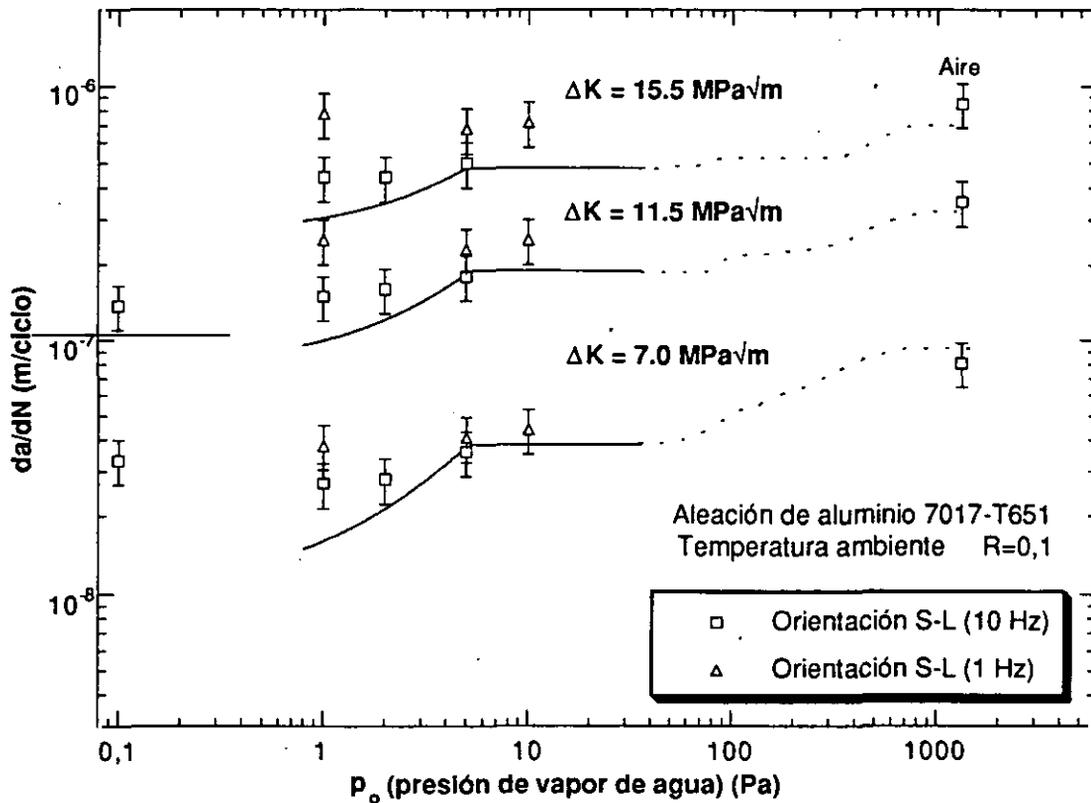


Fig. 71. Dependencia de la velocidad de propagación de la fisura con la presión de vapor de agua en la orientación S-L.

Como se aprecia en la figura 71, los resultados en la orientación S-L no muestran un incremento claro y sistemático en la velocidad de crecimiento de la fisura cuando la presión de vapor de agua varía entre 1 y 10 Pa. La velocidad de propagación se mantiene sensiblemente constante en este intervalo de presiones para las dos frecuencias estudiadas, con los resultados a 1 Hz por encima de los correspondientes a 10 Hz. El error estimado en la medida de  $da/dN$  está en torno al 20%, mientras que en la orientación L-T este valor se reduce al 15%. Las mayores dimensiones de las muestras en la orientación L-T permiten aumentar el incremento en la longitud de la fisura entre dos medidas sucesivas, con lo que disminuye el error<sup>32</sup>.

<sup>32</sup> Ver el Anexo I.

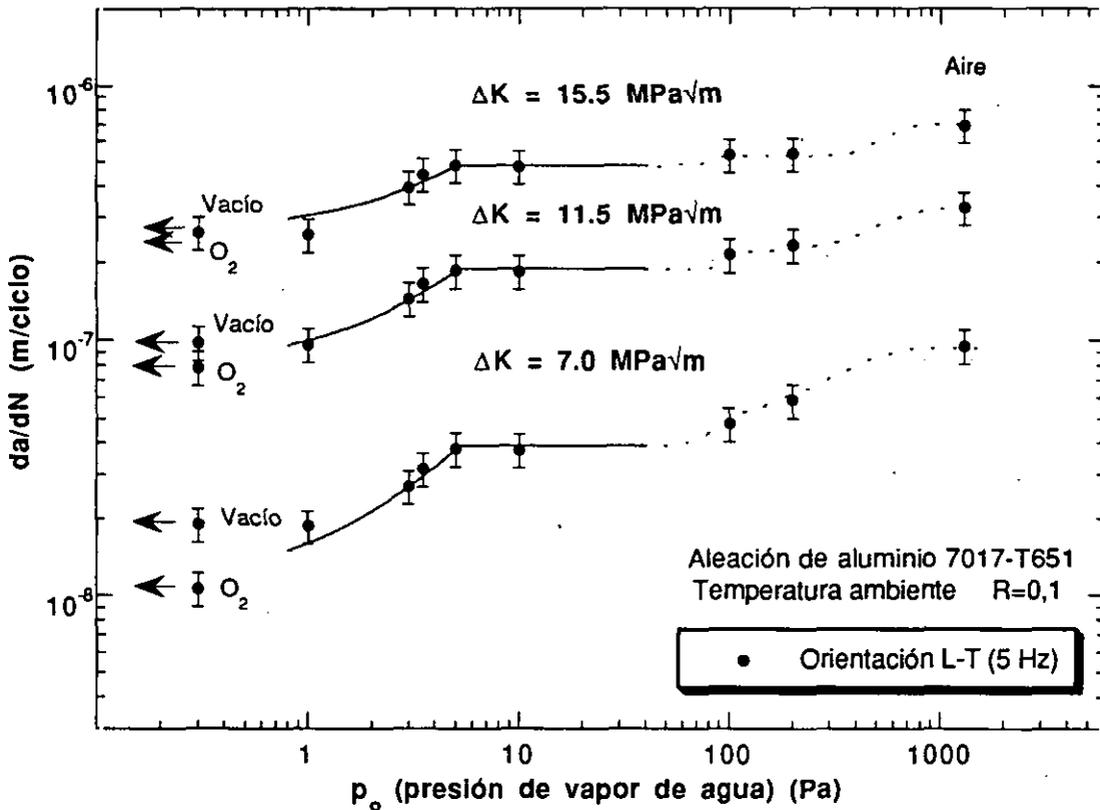


Fig. 72. Dependencia de la velocidad de propagación de la fisura con la presión de vapor de agua en la orientación L-T.

En la figura 72, por otra parte, se observa que el ajuste de los resultados obtenidos en la orientación L-T con las predicciones del modelo es muy satisfactorio, y se confirma la dependencia lineal de la velocidad de propagación con la presión de vapor de agua por debajo de la presión de saturación ( $p_0 < 5 \text{ Pa}$ ). También se puede apreciar que la velocidad de propagación sigue aumentando cuando la presión de vapor de agua crece por encima de 100 Pa. Wei y sus colaboradores han atribuido esta segunda transición, que también se observa en la aleación 7075-T651, a la reacción del vapor de agua con el magnesio segregado en las superficies de fractura (Gao, Pao y Wei, 1988). Por medio de espectroscopía Auger estos autores han comparado la extensión de la reacción superficial en presencia de vapor de agua en dos aleaciones, una de aluminio (7075-T651) y otra de magnesio (AZ31), y han encontrado el mismo comportamiento para valores de la exposición superiores a 1 Pa·s (Wei, Gao y Pao, 1984).

El hecho de que en la orientación S-L no se produzca la transición que se observa en la orientación L-T para valores de la presión de vapor de agua comprendidos entre 1 y 10 Pa se ha tratado de explicar con anterioridad<sup>33</sup>. Sin embargo, los resultados de las figuras 71 y 72 sugieren otra posible explicación. Si la transición no se observa puede ser por dos razones: o bien simplemente no se da en la orientación S-L, o si existe se produce en otro intervalo de presiones. En esta segunda hipótesis, reduciendo suficientemente la presión de vapor de agua se podría encontrar dicha región de transición. Como se puede apreciar en las figuras 33 y 71, se realizaron ensayos disminuyendo la presión de vapor de agua hasta 0.1 Pa, sin encontrar cambios apreciables en la velocidad de propagación de la fisura. Las limitaciones experimentales del medidor de presión impidieron realizar experimentos a presiones inferiores a 0.1 Pa, por lo que, de existir la transición, tendría que producirse por debajo de este valor.

---

<sup>33</sup> Ver el apartado 2.3.

## CAPITULO 4: CONCLUSIONES Y LINEAS DE TRABAJO FUTURO

### 4.1 CONCLUSIONES

A continuación se exponen las conclusiones más relevantes de la presente tesis doctoral:

- El agente responsable de la fragilización que experimenta la aleación de aluminio 7017-T651 cuando se ensaya a fatiga en atmósferas gaseosas es el vapor de agua contenido en el ambiente.
- La velocidad de propagación de las fisuras en la aleación de aluminio 7017-T651 crece a medida que aumenta la presión de vapor de agua del ambiente. En los resultados correspondientes a los ensayos de fatiga a 5 Hz en la orientación L-T se pueden distinguir dos regiones. En la primera región la velocidad de propagación crece linealmente con la presión de vapor de agua hasta que se alcanza una presión de aproximadamente 5 Pa, a partir de la cuál la velocidad se mantiene sensiblemente constante. Posteriormente, para valores de la presión superiores a 100 Pa, se observa una segunda transición en la velocidad de crecimiento de la grieta, que sigue aumentando con la presión de vapor de agua.
- El comportamiento de la velocidad de propagación de la fisura en la primera región (en la orientación L-T), se explica de una manera satisfactoria por medio de modelos de corrosión fatiga en ambientes gaseosos basados en la hipótesis de que la fragilización por hidrógeno es el mecanismo culpable del proceso. Para presiones inferiores a la de saturación, la modelización predice que la velocidad de crecimiento de la grieta en aleaciones de aluminio en presencia de ambientes gaseosos está controlada por el transporte del medio agresivo al fondo de la fisura. En cuanto a la segunda región, los resultados obtenidos por otros investigadores en una aleación de la serie 7000 (7075-T651) atribuyen esta transición en la velocidad de la fisura a la reacción del vapor de agua con el magnesio segregado en las superficies de fractura.

- En la orientación S-L no se observa el mismo comportamiento que en la orientación L-T. Los resultados de velocidad de propagación de las fisuras no muestran un incremento claro y sistemático en la velocidad de la grieta cuando la presión de vapor de agua varía entre 1 y 5 Pa a ninguna de las frecuencias estudiadas (1 y 10 Hz).
- Los ensayos llevados a cabo en presencia de oxígeno seco en ambas orientaciones proporcionan los valores más pequeños de velocidad de crecimiento de la grieta, inferiores incluso a los de alto vacío ( $p < 10^{-5}$  Pa). En la orientación L-T, para valores de  $\Delta K$  inferiores a  $12 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  el aspecto de la superficie de fractura es completamente distinto en oxígeno y en alto vacío, lo que parece indicar un micromecanismo de propagación diferente en ambos ambientes.
- Los resultados de los ensayos de fatiga y el estudio fractográfico en la orientación L-T confirman que un aumento en la presión de vapor de agua tiene el mismo efecto que una disminución en la frecuencia de ensayo dentro de un cierto intervalo de valores. Este hallazgo justifica la afirmación de que la velocidad de propagación de la grieta en ambientes gaseosos depende únicamente de la exposición ambiental, que se define como el producto de la presión de vapor de agua por el tiempo disponible para la reacción superficial. Los efectos de la presión y la frecuencia son intercambiables en la aleación 7017-T651 para valores de la exposición comprendidos entre 0.1 y 1 Pa·s. Cuando la exposición es superior a 1 Pa·s (correspondiente a una presión de 5 Pa y una frecuencia de 5 Hz) se alcanza la saturación en el efecto fragilizador del ambiente.
- En la orientación S-L, sin embargo, no se nota ningún efecto de la frecuencia en la velocidad de propagación de la grieta cuando se mantiene constante la presión de vapor de agua en el ensayo, para valores de la exposición comprendidos entre 0.1 y 1300 Pa·s.
- El comportamiento de la aleación de aluminio 7017-T651 en la orientación L-T cuando se encuentra sometida a corrosión fatiga en ambientes gaseosos coincide básicamente con el observado por otros

autores en otras dos aleaciones de aluminio de diferente composición química (2219-T851 y 7075-T651). Esta similitud en el comportamiento lleva a la conclusión de que los mecanismos responsables del crecimiento de grietas por fatiga deben de ser muy parecidos en estas aleaciones, a pesar de sus diferencias microestructurales.

- La presencia de un extensómetro en el interior de la cámara de trabajo hace que se modifique sustancialmente la composición de la atmósfera de ensayo debido a la desorción de gases (fundamentalmente vapor de agua) provenientes del mismo. Por este motivo hay que desechar la utilización de extensómetros u otros dispositivos susceptibles de desgasificar apreciablemente en vacío cuando se realizan experimentos de fatiga en atmósferas gaseosas de alta pureza.
- El análisis fractográfico de las muestras ensayadas en la orientación L-T corrobora los resultados de los ensayos de fatiga. Así por ejemplo, los resultados de fatiga en vacío coinciden con los correspondientes a 1 Pa de vapor de agua y las superficies de fractura en los dos ambientes muestran la misma apariencia. Sin embargo, cuando la presión de vapor de agua sube a 5 Pa, que corresponde a la presión de saturación, desaparecen todos los rasgos asociados a la fatiga en ambientes inertes y en su lugar aparecen los rasgos típicos de la fractura en ambientes agresivos.
- Todos los indicios apuntan a la fragilización por hidrógeno como el mecanismo responsable del proceso de corrosión fatiga en la aleación de aluminio 7017-T651 en ambientes gaseosos. Se supone que el hidrógeno proviene de la reacción del vapor de agua con el aluminio en las superficies frescas creadas por fatiga según la siguiente secuencia:



## 4.2 LINEAS DE TRABAJO FUTURO

A la vista de las conclusiones enunciadas anteriormente, se sugieren algunas líneas de trabajo que sirven como continuación y complemento de la investigación llevada a cabo en la presente tesis doctoral:

- Análisis fractográfico de las muestras de la aleación 7017-T651 ensayadas en la orientación S-L y comparación con los resultados del análisis en la orientación L-T.
- Medida del efecto de la temperatura en el proceso de corrosión fatiga en ambientes gaseosos en la aleación de aluminio 7017-T651, con objeto de comprobar las predicciones del modelo empleado para ajustar los resultados en la presente investigación.
- Repetición de la investigación llevada a cabo en otras aleaciones de aluminio de diferente composición para evaluar su comportamiento en corrosión fatiga y examinar las similitudes con la aleación estudiada.
- Estudio del efecto de la presión de vapor de agua en la velocidad de la grieta para valores de la presión superiores a 100 Pa en aleaciones de Al-Zn-Mg con un contenido variable de magnesio, para comprobar si se produce alguna variación en la transición que se observa en la aleación 7017-T651 en ese intervalo de presiones.
- Instalación de un sistema de metrología láser en el exterior de la cámara de ensayos para medir el desplazamiento relativo de los labios de la fisura y de ahí inferir la longitud de la grieta, de manera análoga a como se haría con un extensómetro. Esta técnica de medida permitiría además obtener información sobre la influencia de los distintos ambientes gaseosos en los procesos de transferencia de carga y cierre de la fisura en las aleaciones de Al-Zn-Mg, que hasta ahora se desconocen por completo, sin modificar la composición de la atmósfera de ensayo.

**BIBLIOGRAFIA**

Adamson, A. W.(1976): *Physical chemistry of surfaces*, 3ª edic. Wiley-Interscience. U.S.A.

ASTM-E8M (1989): "Standard test methods for tension testing of metallic materials". *Annual book of ASTM standards*, ASTM, Philadelphia.

ASTM-E399 (1989): "Standard test methods for plane-strain fracture toughness of metallic materials". *Annual book of ASTM standards*, ASTM, Philadelphia.

ASTM-E647 (1991): "Standard test method for measurement of fatigue crack growth rates". *Annual book of ASTM standards*, ASTM, Philadelphia.

Austen, I. M. y Walker, E. F.(1977): "Quantitative understanding of the effects of mechanical and environmental variables on corrosion fatigue crack growth behaviour". *Mechanisms of environment sensitive cracking of materials*, Swann, Ford, Westwood eds., The Metals Soc., Londres, pp. 334-350.

Birnbaum, H. K. (1990): "Mechanisms of hydrogen-related fracture of metals". *Environmental-Induced Cracking of Metals*, NACE 10, pp. 21-27.

Bradshaw, F. J. y Wheeler, C. (1969): "The influence of gaseous environment and fatigue frequency on the growth of fatigue cracks in some aluminum alloys". *International Journal of Fracture Mechanics*, vol. 5, no. 4 pp. 255-268.

Burleigh, T. D. (1991): "The postulated mechanisms for stress corrosion cracking of aluminum alloys". *Corrosion- NACE*, vol. 47, no. 2, pp. 89-98.

Caballero, L.; García Cordovilla, C.; Pamies, A. ; Louis, E. y Elices, M. (1990): "Corrosión bajo tensión de una aleación Al-Zn-Mg de baja susceptibilidad: nucleación y propagación de fisuras". *Anales de Mecánica de la Fractura*, vol. 7, pp. 184-189.

Carlson, R. W. (1979): "Molecular transport". *Vacuum physics and technology*, Weissler, G. L. y Carlson, R. W. eds. Academic Press Inc., Orlando.

Christian, J. W. (1983): "Phase transformations". *Physical Metallurgy*, R. W. Cahn ed., Amsterdam.

Christodoulou, L. y Flower, H. M. (1980): "Hydrogen embrittlement and trapping in Al 6%Zn 3% Mg". *Acta Metallurgica*, vol. 28, pp. 481-487.

Davidson, D. L. y Lankford, J. (1983): "The effect of water vapour on fatigue crack tip mechanics in 7075-T651 aluminum alloy". *Fatigue of Engineering Materials and Structures*, vol.6, no. 3, pp. 241-256.

Davidson, D. L. y Lankford, J. (1992): "Fatigue crack growth in metals and alloys: mechanisms and micromechanics". *International Materials Reviews*, vol.37, no. 2, pp. 45-76.

Denison, D. R. (1979): "Measurement of total pressure in vacuum systems". *Vacuum physics and technology*, Weissler, G. L. y Carlson, R. W. eds. Academic Press Inc., Orlando.

Dicus, D. L. (1984): *Environment sensitive fracture: evaluation and comparison of test methods*, ASTM STP 821, pp. 513-533.

Duquette, D. J. (1990): "Corrosion fatigue crack initiation processes: a state of the art review". *Environmental-Induced Cracking of Metals*, NACE 10, pp. 45-53.

Elices, M. (1988): *Mecánica de la Fractura*, Servicio de Publicaciones de la E.T.S. de Ingenieros de Caminos, Canales y Puertos de Madrid.

Elices, M. y Sánchez-Gálvez, V. (1991): "Corrosión fatiga". *Corrosión y protección metálicas*, 1, CSIC, pp. 89-115.

Ewalds, H. L. y Wainhill, R. J. H. (1989): *Fracture mechanics*, Edward Arnold ed., Londres.

Ford, F. P. (1977): "A quantitative examination of the slip-dissolution and hydrogen-embrittlement theories of cracking in aluminium alloys". *Mechanisms of environment sensitive cracking of materials*, Swann, Ford, Westwood eds., The Metals Soc., Londres, pp. 125-142.

Ford, F. P. y Andresen, P. L. (1989): "Corrosion fatigue of pressure boundary materials". *Proceedings of the 7th Int. Congress on Fracture (ICF7)*, pp. 1571-1583.

Gangloff, R. P. (1990): "Corrosion fatigue crack propagation in metals". *Environmental-Induced Cracking of Metals*, NACE 10, pp. 55-106.

Gao, M.; Pao, S. P. y Wei, R. P. (1988): "Chemical and metallurgical aspects of environmentally assisted fatigue crack growth in 7075-T651 aluminum alloy". *Metallurgical Transactions A*, vol. **19A**, pp. 1739-1750.

García Castañer, B. (1966): *Introducción a la técnica de alto vacío*, Sección de publicaciones de la J.E.N. Madrid.

Gest, R. J. y Troiano, A. R. (1974): "Stress corrosion and hydrogen embrittlement in an aluminum alloy". *Corrosion-NACE*, vol. **30**, no. 8, pp.274-279.

Green, A. M. y Knott, J. F. (1989): "Effects of environment and frequency on the long fatigue crack growth of aluminium alloy 7475". *Proceedings of the 7th Int. Congress on Fracture (ICF7)*, pp. 1747-1756.

Harris, N. S.(1989): *Modern vacuum practice*, McGraw-Hill. England.

Hertzberg, R. W. (1989): *Deformation and fracture mechanics of engineering materials*, 3ª ed. John Wiley and sons eds. New York.

Hirth, J. P. (1980): "Effects of hydrogen on the properties of iron and steel". *Metallurgical Transactions A*, vol. **11A**, pp. 861-890.

Holroyd, N. J. H. y Hardie, D. (1981): "Strain-rate effects in the environmentally assisted fracture of a commercial high-strength aluminium alloy (7049)". *Corrosion Science*, vol. **21**, pp. 129-144.

Holroyd, N. J. H. y Hardie, D. (1983): "Factors controlling crack velocity in 7000 series aluminium alloys during fatigue in an aggressive environment". *Corrosion Science*, vol. **23**, no. 6, pp. 527-546.

Holroyd, N. J. H. y Hardie, D. (1984): "Corrosion fatigue of 7000 series aluminium alloys". *Environment sensitive fracture: evaluation and comparison of test methods*, ASTM STP **821**, pp. 534-547.

Holroyd, N. J. H. (1990): "Environment-induced cracking of high strength aluminum alloys". *Environment-induced cracking of metals*, NACE Eds. Gangloff, Ives. Houston.

Johnson, H. H. y Hirth, J. P. (1976): "Internal hydrogen supersaturation produced by dislocation transport". *Metallurgical Transactions A*, vol. **7A**, pp. 1543-1548.

Lankford, J. y Davidson, D. L. (1983): "Fatigue crack micromechanisms in ingot and powder metallurgy 7XXX aluminum alloys in air and vacuum". *Acta Metallurgica*, vol. 31, no. 8, pp. 1273-1284.

Lin, F. S. y Starke, E. A. (1980): "The effect of copper content and degree of recrystallization on the fatigue resistance of 7XXX-type aluminum alloys". *Materials Science and Engineering*, 43, pp. 65-76.

Liu, C. T. (1992): "Environmental embrittlement and grain-boundary fracture in Ni<sub>3</sub>Al". *Scripta Metallurgica et Materialia*, vol. 27, pp. 25-28.

Lynch, S. P. (1977): "Effect of environment on fracture. Mechanisms of liquid-metal embrittlement, stress-corrosion cracking and corrosion-fatigue". *Proceedings of the 4th Int. Congress on Fracture (ICF4)*, vol. 2, pp. 859-866.

Lynch, S. P. (1977): "Mechanisms of liquid-metal embrittlement and stress-corrosion cracking in high-strength aluminium alloys and other materials". *Mechanisms of environment sensitive cracking of materials*, Eds. Swann, Ford, Westwood. The Metals Soc. Londres, pp. 201-210.

Lynch, S. P. (1981): "Liquid-metal embrittlement in an Al 6%Zn 3% Mg alloy". *Acta Metallurgica*, vol. 29, pp. 325-340.

Mc Evily, A. J. y Wei, R. P. (1972): "Fracture mechanics and corrosion fatigue". *Corrosion fatigue: Chemistry, Mechanics and Microstructure*, NACE 2, pp. 381-391.

Metals Handbook, (1979): *Vol. 2 Properties and selection: nonferrous alloys and pure metals*, 9ª Ed. American Society for Metals. Ohio.

Mondolfo, L. F. (1971): "Structure of the aluminium : magnesium : zinc alloys". *Metals and Materials*, 5, pp. 95-124.

Montgrain, L. y Swann, P. R. (1974): "Electron microscopy of hydrogen embrittlement in a high purity AlZnMg alloy". *Hydrogen in Metals*, Eds. Bernstein y Thompson ASM, pp. 575-584.

Moore, W. J. (1972): *Physical chemistry*, 5 edición. Longman. Londres.

Nix, N. J. y Flower, H. M. (1982): "The micromechanisms of fatigue crack growth in a commercial Al-Zn-Mg-Cu alloy". *Acta Metallurgica*, vol. 30, pp. 1549-1559.

Oriani, R. A. y Josephic, P. H. (1977): "Equilibrium and kinetic studies of the hydrogen-assisted cracking of steel". *Acta Metallurgica*, vol. 25, pp. 979-988.

Osterstrom, G. (1979): *Vacuum physics and technology*, Eds Weissler y Carlson. Academic Press, Inc. Orlando.

Pelloux, R. M. N. (1969): "Mechanisms of formation of ductile fatigue striations". *Transactions of the ASM*, vol. 62, pp. 281-285.

Polmear, I. J. (1981): *Ligth alloys*, Edward Arnold ed., Londres.

Ricker, R. E. y Duquette, D. J. (1988): "The role of hydrogen in corrosion fatigue of high purity Al-Zn-Mg exposed to water vapor". *Metallurgical Transactions A*, vol. 19A, pp. 1775-1783.

Ruiz, J. y Élices, M. (1991): "Corrosión-fatiga en la aleación de aluminio 7017-T651". *Anales de Mecánica de la Fractura*, vol. 8, pp. 155-160.

Saxena, A y Hudak, Jr. S. J. (1978): "Review and extension of compliance information for common crack growth specimens". *International Journal of Fracture*, vol. 14, no. 5, pp. 453-468.

Scamans, G. M.; Alani, R. y Swann, P. R. (1976): "Pre-exposure embrittlement and stress corrosion failure in Al-Zn-Mg alloys". *Corrosion Science*, vol. 16, pp. 443-459.

Shih, T. W. y Wei, R. P. (1983): "The effects of load ratio on environmentally assisted fatigue crack growth". *Engineering Fracture Mechanics*, vol. 18, no. 4, pp. 827-837.

Smith, E. F. III; Jacko, R. J. y Duquette, D. J. (1977): "The fatigue behaviour of high strength aluminum alloys under cathodic charging conditions". *2nd International Congress on Hydrogen in metals*, pp. 1-7.

Speidel, M. O. (1974): "Corrosion fatigue crack growth in high strength aluminum alloys with and without susceptibility to SCC". *5th Inter. Congress on Metallic Corrosion*, pp. 439-442.

Speidel, M.O. (1974): "Hydrogen embrittlement of aluminum alloys ?". *Hydrogen in Metals*, Eds. Bernstein y Thompson ASM, pp. 249-273.

Sperry, P. R. y Bankard, M. H. (1973): "Metallographic technique for aluminum alloys". *Metals Handbook, 8th Edition, vol. 8. Metallography, structures and phase diagrams*. ASM, Ohio.

Spiridonov, V. P. y Lopatkin, A. A. (1983): *Tratamiento matemático de datos físico-químicos*. Editorial MIR. Moscú.

Stoltz, R. E. y Pelloux, R. M. (1972): "Mechanisms of corrosion fatigue crack propagation in Al-Zn-Mg alloys". *Metallurgical Transactions*, **3**, pp. 2433-2441.

Sudarshan, T. S. y Louthan, M. R. Jr. (1987): "Gaseous environment effects on fatigue behaviour of metals". *International Materials Reviews*, vol. **32**, no. 3, pp. 121-151.

Suresh, S. (1991): *Fatigue of materials*. Cambridge University Press, Cambridge.

Tien, J. K.; Thompson, A. W.; Bernstein, I. M. y Richards, R. J. (1976): "Hydrogen transport by dislocations". *Metallurgical Transactions A*, vol. **7A**, pp. 821-829.

Wei, R. P.; Wei, W. y Miller, G. A. (1979): "Effect of measurement precision and data processing procedures on variability in fatigue crack growth rate data". *Journal of Testing and Evaluation*, vol. **7**, no. 2, pp. 90-95.

Wei, R. P.; Pao, P. S.; Hart, R. G.; Weir, T. W. y Simmons, G. W. (1980): "Fracture mechanics and surface chemistry studies of fatigue crack growth in an aluminum alloy". *Metallurgical Transactions A*, vol. **11A**, pp. 151-158.

Wei, R. P. y Simmons, G. W. (1981): "Recent progress in understanding environment assisted fatigue crack growth". *International Journal of Fracture*, vol. **17**, pp. 235-247.

Wei, R. P. y Shim, G. (1983): "Fracture Mechanics and corrosion fatigue". *Corrosion fatigue: mechanics, metallurgy, electrochemistry and engineering*, ASTM STP 801, pp. 5-25.

Wei, R. P. y Simmons, G. W. (1983): "Surface reactions and fatigue crack growth". *Fatigue: environment and temperature effects*, Burke y Weiss eds., Sagamore Army Materials Research Conference Proceedings, vol. **27**, pp. 59-70.

Wei, R. P.; Gao, M. y Pao, P. S. (1984): "The role of magnesium in CF and SCC of 7000 series aluminum alloys". *Scripta Metallurgica*, vol. **18**, pp. 1195-1198.

Wei, R. P. (1985): "Corrosion fatigue crack growth". Proceedings of the International Symposium on Microstructure and Mechanical Behaviour of Materials, E.M.A.S., China

Weir, T. W.; Simmons, G. W.; Hart, R. G. y Wei, R. P. (1980): "A model for surface reaction and transport controlled fatigue crack growth". Scripta Metallurgica, vol. 14, pp. 357-364.

Wiederhorn, S. M.(1967): "Influence of water vapor on crack propagation in soda-lime glass". Journal of the American Ceramic Society, vol. 50, no. 8, pp. 407-414.

Wiswall, R. (1978): *Hydrogen in Metals II*, Eds. Alefeld y Volkl, Springer-Verlag.

## **ANEXO I**

## ANEXO I: ESTIMACION DEL ERROR EN LAS MEDIDAS DE VELOCIDAD DE PROPAGACION DE LA FISURA

Antes de proceder a dar una estimación del error que se comete en las medidas de la velocidad de propagación de la grieta es preciso describir detalladamente el proceso experimental de medida.

Como se ha indicado anteriormente<sup>34</sup>, la longitud de la fisura se mide en la superficie lateral de la muestra por medio de una lupa que lleva acoplado un ocular micrométrico. Tal como se observa en la figura 1, en la muestra se realizan unas marcas verticales de referencia<sup>35</sup> y lo que se mide con la lupa es la distancia del extremo de la fisura a una de estas marcas  $d_f$ . Ahora bien, en las probetas compactas que se han utilizado en los experimentos la longitud de la fisura se ha de referir al eje de carga. Sin embargo la distancia a la que se encuentran las marcas de referencia  $d_f$  se mide tomando como origen el borde de la muestra, por lo que es necesario restar de estos valores la distancia del borde de la probeta al eje de carga, que vale  $c_1+(c_2-c_1)/2$ . Finalmente, una vez que se tienen los valores experimentales de la longitud de la grieta, la velocidad de propagación se calcula por el método secante. Este método, que se considera el más apropiado para describir el comportamiento real del material en fatiga (Wei y otros, 1979), se puede expresar como:

$$\frac{da}{dN} = \left( \frac{a_{i+1} - a_i}{N_{i+1} - N_i} \right) \quad (1)$$

donde  $a_{i+1}$  y  $a_i$  son dos medidas sucesivas de la longitud de la grieta, y  $N_{i+1}$  y  $N_i$  son los valores correspondientes del número de ciclos.

Para estimar el error relativo en la velocidad de la grieta  $\delta$ , se sigue un método convencional, tomando logaritmos en los dos miembros de (1) y diferenciando (Spiridonov y Lopatkin, 1983), con lo que queda:

$$\delta = \frac{\Delta \left( \frac{da}{dN} \right)}{\frac{da}{dN}} = \frac{\Delta a_{i+1} + \Delta a_i}{a_{i+1} - a_i} + \frac{\Delta N_{i+1} + \Delta N_i}{N_{i+1} - N_i} \approx \frac{\Delta a_{i+1} + \Delta a_i}{a_{i+1} - a_i} = \frac{2\Delta a_i}{a_{i+1} - a_i} \quad (2)$$

<sup>34</sup> Ver apartado 2.1.3.

<sup>35</sup> La separación entre dos marcas sucesivas es de 2 mm.

donde  $\Delta a_{i+1}$  y  $\Delta a_i$  son los errores en las medidas  $a_{i+1}$  y  $a_i$  y el segundo término de la suma es despreciable frente al primero<sup>36</sup>. A partir de (2) se puede concluir que el error relativo en  $da/dN$  disminuirá si aumenta la precisión en la medida (o sea, si disminuye  $\Delta a_i$ ) o bien si aumenta el intervalo entre dos lecturas consecutivas de la longitud de la fisura.

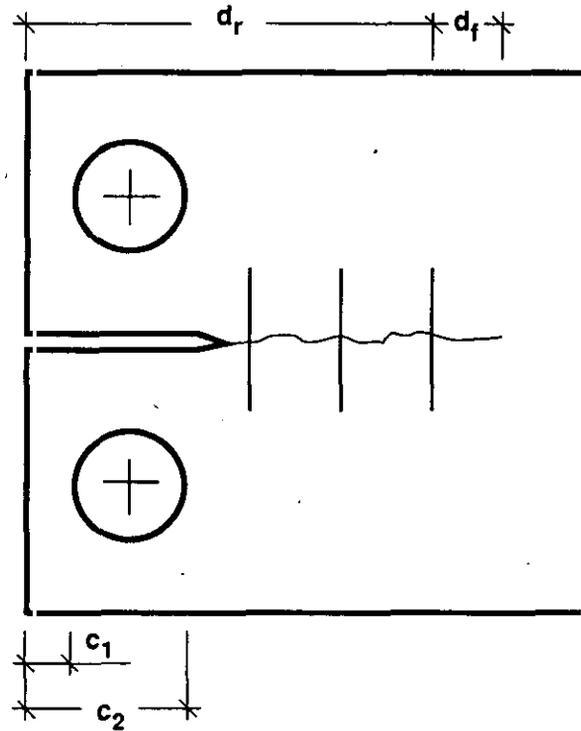


Fig. 1. Magnitudes que se utilizan en la medida de la longitud de la grieta.

Tal como se ha expuesto anteriormente, la longitud de la fisura es una medida indirecta, función de una serie de medidas directas. Para evaluar su error absoluto simplemente hay que diferenciar dicha función y sustituir los diferenciales por errores absolutos (Spiridonov y Lopatkin, 1983). La longitud de la fisura viene dada por:

$$a = d_r - \left[ c_1 + \frac{c_2 - c_1}{2} \right] + \alpha d_f \quad (3)$$

donde  $d_r$ ,  $d_f$ ,  $c_1$  y  $c_2$  están representados en la figura 1 y  $\alpha$  es una constante de proporcionalidad debida al aumento de la lupa<sup>37</sup>. Por tanto su error absoluto valdrá:

<sup>36</sup> La medida del número de ciclos se hace por medio de un contador digital en la consola de control de la máquina de ensayos, lo que asegura un error muy pequeño. Además, el intervalo típico entre dos medidas está siempre por encima de los 1000 ciclos.

<sup>37</sup>  $\alpha$  es el cociente entre el valor real de la longitud y la medida de la lupa.

$$\Delta a = \Delta d_r + \frac{3}{2} \Delta c_1 + \frac{1}{2} \Delta c_2 + \alpha \Delta d_f + d_f \Delta \alpha \quad (4)$$

donde  $\Delta d_r$ ,  $\Delta c_1$  y  $\Delta c_2$  valen 0.01 mm y  $\Delta d_f$  vale 0.02 mm (la resolución del aparato de medida en cada caso), y  $\Delta \alpha$  es la incertidumbre en la constante de proporcionalidad de la lupa, que se va a determinar a continuación.

Para obtener  $\alpha$  se llevó a cabo una calibración de la lupa a los mismos aumentos que se emplean en el ensayo. En la tabla 1 se representan las medidas de la distancia entre varias marcas de referencia obtenidas por medio de la lupa y por medio de un proyector de perfiles, junto con el correspondiente valor de  $\alpha$ .

Tabla 1. Cálculo de la constante de proporcionalidad de la lupa  $\alpha$ .

Medida lupa (mm)	Valor real (mm)	$\alpha$
6.62	2.01	0.30363
6.54	2.01	0.30734
6.59	2.00	0.30349
6.54	1.99	0.30428
6.63	2.01	0.30317
6.53	1.99	0.30475
6.54	1.99	0.30428
6.65	2.02	0.30376

De los valores de  $\alpha$  se deduce un valor medio  $\bar{\alpha} = 0.3043$  y un error de la media<sup>38</sup>  $\Delta \alpha = 0.0005$ , lo que permite estimar el error en la medida de la longitud de la fisura. Al sustituir los valores numéricos en (4) despreciando el último término de la suma ( $d_f$  vale típicamente 3 mm) se obtiene para  $\Delta a$  un valor de 0.04 mm.

El error relativo en la velocidad de propagación tiene un valor diferente para las dos orientaciones ensayadas. Así, aunque la precisión en la medida de la longitud de la grieta es la misma<sup>39</sup>, el intervalo entre las medidas es mayor en las probetas más grandes, que

<sup>38</sup>  $\Delta \alpha$  es el error cuadrático medio de la media, que es el cociente entre la desviación estándar y la raíz cuadrada del número de medidas (Spiridonov y Lopatkin, 1983).

<sup>39</sup> Al emplearse los mismos instrumentos de medida en ambos casos.

corresponden a la orientación L-T. El intervalo típico entre dos medidas consecutivas de la longitud de la fisura está entre 0.50 y 0.55 mm en la orientación L-T, mientras que en la orientación S-L se encuentra entre 0.35 y 0.45 mm. Sustituyendo estos valores en (2) se obtiene un error relativo en la velocidad de crecimiento de la grieta del orden del 15% en la orientación L-T y del 20% en la orientación S-L.