

## INFLUENCIA DEL ESPESOR DE RECUBRIMIENTO EN EL ANODIZADO

M.Toledano<sup>(1)</sup>, M.A.Arenas<sup>(2)</sup>, L.Ramirez<sup>(1)</sup>, J.J.Galán<sup>(1)</sup>, S.M.Borja<sup>(2)</sup>, A.Conde<sup>(2)</sup>

(1) ETSI Caminos, Canales y Puertos, Universidad de A Coruña, España

(2) Departamento de corrosión y protección. CENIM-CSIC. España

E-mail (Mar Toledano): [mar.toledano@udc.es](mailto:mar.toledano@udc.es)

### RESUMEN

*En este trabajo se pretende poner de manifiesto la influencia del espesor del recubrimiento anódico en la respuesta a fatiga. Para conseguir este propósito se ha utilizado la aleación de aluminio de alta resistencia AA7075-T6 utilizada ampliamente en ingeniería aeronáutica por sus excelentes propiedades mecánicas de resistencia y tenacidad de fractura. La metodología de ensayo empleada es el ensayo de fatiga en flexión en cuatro puntos, que se caracteriza por el uso de probetas de sección plana. Como recubrimiento de anodizado se ha estudiado el recubrimiento convencional de anodizado sulfúrico. La ventaja de utilizar este recubrimiento es que los parámetros que controlan el crecimiento de las películas anódicas con espesores convencionales están suficientemente contrastados en la literatura y permiten garantizar excelentes propiedades de la capa de recubrimiento utilizada como referencia. Para evaluar la influencia del espesor se crecieron capas anódicas de 2, 5 y 10 micras. El rango de ensayo en fatiga fue desde los  $10^3$  ciclos hasta el nivel tecnológico establecido en  $2 \times 10^6$  ciclos. Para establecer las comparativas se evaluó por separado la pendiente del tramo lineal y por otra parte la rama asintótica asociada al límite de fatiga. Los resultados muestran que el espesor de 10 micras no mejora la respuesta de la vida a fatiga, pero en cambio mejora sensiblemente el límite de fatiga.*

**Tópico:** Tópico 2: Materiales metálicos

**Palabras clave:** aleación de aluminio, fatiga, flexión en cuatro puntos, anodizado.

### 1. INTRODUCCIÓN

Para mejorar la resistencia de las aleaciones de aluminio frente al fenómeno de la corrosión, la técnica de protección superficial más empleada hasta el momento es el anodizado. Las ventajas frente a otros métodos de recubrimiento son básicamente, la sencillez de la metodología, la manera controlada con la que se crecen las películas de óxidos (capa protectora de alúmina) sobre la superficie, y los buenos resultados obtenidos como método de protección frente a la corrosión y al desgaste [1]. Una de las características fundamentales del anodizado es que puede ser realizado utilizando diferentes medios (los convencionales son medios ácidos como el sulfúrico y fosfórico), y en función del tipo de electrolito utilizado, el crecimiento de la película de alúmina se realizará en diferentes condiciones y sus características de porosidad y estructura variarán según haya sido el tipo de anodizado. En consecuencia, las superficies de las aleaciones de aluminio anodizadas presentarán diferentes morfologías y acabados superficiales, en función del proceso de anodizado, y la resistencia a fatiga de estos metales serán diferentes a las tabuladas para las aleaciones de aluminio sin ningún tipo de tratamiento superficial o con un espesor convencional. Por tanto, cuando se cambian las condiciones de crecimiento de los

recubrimientos, es necesario evaluar la respuesta a fatiga del material para poder garantizar la integridad superficial de los componentes sobre los que se crecen. Además hay que tener en cuenta que los recubrimientos anódicos mejoran la resistencia a la corrosión, pero pueden reducir sensiblemente la respuesta a fatiga del aluminio y sus aleaciones, porque el recubrimiento, que consiste en una capa de óxido, es frágil comparado con el sustrato de aluminio y como tal tiende a fracturarse con facilidad en condiciones cíclicas de tensión [2,3]. Sin embargo, no existe un estudio sistemático sobre la influencia del espesor del recubrimiento en el comportamiento a fatiga. Uno de los problemas que existe para este estudio es que la mayoría de los trabajos encontrados se realizan con el ensayo de fatiga en flexión rotativa donde se utilizan probetas de sección circular, y esta geometría puede estar provocando distorsiones en la distribución uniforme de la capa anódica, favoreciendo la proliferación de grietas en la interfase recubrimiento/sustrato, por el desarrollo de tensiones residuales internas durante el crecimiento de la capa anódica [4-6]. Con el ensayo de fatiga en flexión en cuatro puntos las probetas sobre las que se realiza el anodizado son de sección plana y este factor favorece la reducción de variables que puedan alterar la homogeneidad de la capa de anodizado, optimizando el proceso de recubrimiento de los materiales utilizados para el análisis de la respuesta a fatiga con diferentes espesores de recubrimiento.

## 2. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

El material objeto de estudio es una aleación de base Al-Zn, AA7075 en estado T6, cuya composición detallada se incluye en la tabla 1. Esta aleación de aluminio se utiliza mayoritariamente como componente estructural en el sector de la aviación, debido a la excelente relación resistencia/peso y propiedades mecánicas. Las más importantes se presentan en la tabla 2.

**Tabla 1.** Composición química de la aleación AA 7075

	Al	Zn	Mg	Cu	Mn	Si	Fe	Cr	Ti
<b>%wt</b>	Bal	5.6	2.5	1.6	0.30	máx 0.4	máx 0.5	0.23	máx 0.2

**Tabla 2.** Propiedades mecánicas de la aleación Al-7075-T651

$\sigma_{uts}$ (MPa)	$\sigma_{ys}$ (Mpa)	Dureza HB	E (GPa)	Elongación (%)	$K_{IC}$ (MPam <sup>1/2</sup> )
570	505	150	71,7	11	29

$\sigma_{uts}$ : Resistencia bajo carga máxima;  $\sigma_{ys}$ : Límite elástico 0,2%; E: módulo elástico;  $K_{IC}$ : Tenacidad de fractura en modo I.

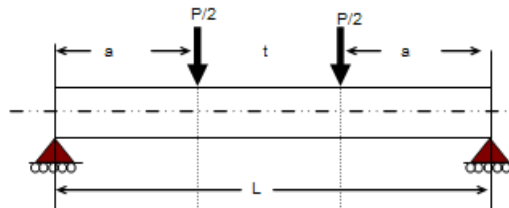
Para esta investigación se optó por ensayar el material de referencia, sin ningún tratamiento superficial, y también analizar la influencia del pretratamiento previo al anodizado para dilucidar si este proceso puede alterar de manera importante la superficie del aluminio y contribuir a la reducción de la respuesta a fatiga. En relación al baño de anodizado se utilizó un tratamiento convencional en ácido sulfúrico. Para estudiar la influencia del espesor del recubrimiento se seleccionaron tres espesores, uno convencional de 2  $\mu\text{m}$ , un espesor mayor de 5  $\mu\text{m}$  y finalmente se optó por un espesor de 10  $\mu\text{m}$  para consolidar los

resultados que el aumento del espesor pueden tener sobre la respuesta a fatiga. En la tabla 3 se recogen los diferentes tratamientos a los que se ha sometido la aleación AA7075-T6 objeto de estudio y la nomenclatura utilizada.

**Tabla 3.** Nomenclatura de los recubrimientos utilizados.

Nomenclatura	Recubrimiento
A7R	Ninguno-material de referencia
A7PR	Sólo con pretratamiento
A7S2	Anodizado sulfúrico con espesor de 2 $\mu\text{m}$
A7S5	Anodizado sulfúrico con espesor de 5 $\mu\text{m}$
A7S10	Anodizado sulfúrico con espesor de 10 $\mu\text{m}$

La metodología de ensayo en fatiga es mediante flexión en cuatro puntos (four point bending – 4PB). Entre las principales características que ofrece este ensayo cabe destacar que se produce un momento uniforme entre los dos puntos de carga interiores en la muestra, consiguiendo al mismo tiempo una tensión de tracción máxima uniforme en la superficie (figura 1). A partir de esta característica es posible analizar la influencia de los recubrimientos en las propiedades de fatiga de los materiales.



**Figura 1.** Esquema de ensayo en fatiga en flexión en cuatro puntos.

Las probetas utilizadas se obtuvieron a partir del material laminado de 2mm de espesor. Para los ensayos de flexión en cuatro puntos las probetas fueron mecanizadas con sección rectangular. Las dimensiones de las probetas se definieron a partir de las características geométricas fijadas para el dispositivo de ensayo y del espesor del material suministrado. En función de estos datos se mecanizaron probetas de espesor, h, 2mm, con valor nominal del ancho w, 19,5mm y de longitud nominal, D, 74mm, según se indica en la figura 2.



**Figura 2.** Geometría de las probetas

Conforme a estas dimensiones de las probetas y las magnitudes adoptadas en la definición de la geometría del dispositivo de ensayo, la relación entre el span interior y el espesor toma el valor de 15 y el cociente entre el span exterior y el ancho es de 22.5.

Para el crecimiento de las películas anódicas, se ha empleado una fuente de potencia y un amperímetro de resistencia cero para la recogida de corriente durante la formación de la

capa. El óxido anódico se ha crecido en una disolución de  $H_2SO_4$  (0,4 M) a una temperatura de 35°C, aplicando un voltaje constante de 20V durante 5 minutos para las capas de 2  $\mu m$  de espesor. Las capas de, 5 y 10  $\mu m$ , se obtuvieron aplicando un potencial en rampa, hasta alcanzar un valor de 20V, y luego variando el tipo de permanencia de este potencial se consiguieron los diferentes espesores. En particular para la capa de 5  $\mu m$  el tiempo de voltaje constante se mantuvo durante 10 min.

Los ensayos de fatiga 4PB se realizaron a temperatura ambiente en una máquina de ensayos universales servo-hidráulica Instron con un controlador de la serie 8500 y con una célula de carga de 5kN de clase 0,5, calibrada por un laboratorio acreditado. La configuración de los ensayos, así como los registros continuos de las fuerzas aplicadas y desplazamiento de los apoyos se realizaron con el software de adquisición de datos Wavemaker. Los ensayos de fatiga 4PB se hicieron en control de carga aplicando una onda senoidal de amplitud constante con razón de carga  $R = 0,1$ , y a la frecuencia de 15 Hz. Los niveles de carga en los ensayos de fatiga tomaron valores entre el 30% y el 70% del límite proporcional calculado en un ensayo estático de flexión en cuatro puntos.

### 3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

En una primera aproximación, para realizar los ensayos dinámicos en flexión en cuatro puntos se decidió utilizar como límite tecnológico  $N_g = 5 \times 10^6$  ciclos, porque fue el dato que se encontró que utilizaban otros autores para definir la diferencia entre la vida finita y la vida infinita, en aleaciones de aluminio de alta resistencia [7]. Sin embargo, este valor se comprobó que no era operativo para los ensayos en máquinas servohidráulicas, donde la frecuencia de los ensayos se limitó a un máximo de 15 Hz, porque la duración de un ensayo se prolongaba hasta 4 días. En cambio en máquinas de Moore para ensayos en flexión rotatoria, las frecuencias que se programan son de 60-80 Hz, lo que significa que un ensayo a 5 millones de ciclos, equivale a un tiempo de ensayo de 17 horas. Teniendo en cuenta además que en los ensayos de fatiga se necesitan un mínimo de 3-4 ensayos en cada nivel, y que para determinar el límite de fatiga es necesario tantear al menos dos niveles de carga con valores muy próximos para poder establecer el nivel en el que se produce el evento contrario, es decir en qué rango de tensión se pasa de no tener roturas a empezar a detectar los fallos por fatiga, todo estos factores, condicionaban la determinación del límite de fatiga a un periodo de ensayos de dos meses, porque además, no fue infrecuente el caso de que los ensayos se pararan de manera imprevista (por motivos del circuito servohidráulico) con una duración de varios millones de ciclos, lo cual significaba que varios días de trabajo habían sido infructuosos. En general lo que se ha observado para todos los tipos de materiales ensayados, es que los resultados de fatiga a niveles de carga bajos, es decir, próximos al límite de fatiga, existe una gran dispersión en el número de ciclos hasta rotura, y por este motivo se decidió ensayar por lo general cuatro probetas en cada nivel de carga. En cambio, para niveles altos de carga, igual o superiores al 50% del límite proporcional en flexión, la dispersión era muy pequeña, por lo que se realizaron tres ensayos en cada nivel.

A la vista de los resultados obtenidos se decidió que para trazar las curvas S-N sería necesario elegir intervalos más próximos, a intervalos del 5%, cuando se trabaja con cargas bajas, para poder discernir con claridad el valor del límite de fatiga, y en cambio, para valores más elevados de carga, sería suficiente con definir intervalos del 10% de la tensión normalizada, porque con tres o cuatro niveles es suficiente para trazar la curva o la

pendiente inicial. Además se evitó tomar valores superiores al 70% del límite proporcional para no ensayar en la zona de bajo número de ciclos, donde debido a la elevada intensidad de las cargas que actúan, entran en juego factores plásticos que distorsionan el comportamiento elástico del material que representa la curva S-N.

El intervalo de vida a fatiga cubierto en los ensayos osciló entre los  $10^4$  ciclos y los  $2 \times 10^6$  ciclos.

Los resultados experimentales para el material de referencia se incluyen en la tabla 4. En este cuadro se especifica la nomenclatura utilizada para cada ensayo, el valor de la tensión normalizada que representa el porcentaje de la amplitud de tensión aplicada con respecto al límite elástico proporcional (evaluado en el ensayo de flexión simple), el rango de tensión aplicado, la tensión máxima de ensayo y finalmente el número de ciclos hasta rotura o bien se incluye el máximo número de ciclos a los que se considera finalizado el ensayo.

**Tabla 4. Resultados experimentales de fatiga. Material de referencia.**

Referencia				
Ensayo	Tensión Normalizada ( $\Delta S/\sigma_p$ )	Rango Tensión $\Delta S$ (Mpa)	Tensión Máxima S (Mpa)	Duración (Nº Ciclos)
7R_03	0,70	386	429	36.500
7R_04	0,70	386	429	28.500
7R_05	0,70	386	429	13.000
7R_07	0,70	386	429	12.500
7R_42	0,70	386	429	23.400
7R_43	0,70	386	429	21.400
7R_13	0,65	356	396	46.500
7R_15	0,65	356	396	40.500
7R_16	0,65	356	396	37.500
7R_08	0,60	329	367	63.500
7R_09	0,60	329	367	43.500
7R_10	0,60	329	367	42.000
7R_20	0,60	329	367	42.500
7R_18	0,55	301	334	92.000
7R_19	0,55	301	334	51.000
7R_21	0,55	297	329	66.500
7R_44	0,55	301	334	44.500
7R_25	0,50	271	301	78.500
7R_26	0,50	270	300	100.000
7R_28	0,50	274	304	162.000
7R_30	0,50	274	304	84.500
7R_35	0,50	274	304	84.000
7R_22	0,45	247	274	103.500
7R_29	0,45	246	273	112.500
7R_32	0,45	247	274	165.000
7R_34	0,45	247	274	110.500
7R_39	0,40	219	243	606.000
7R_38	0,40	219	243	1.095.500
7R_37	0,40	219	243	128.000
7R_36	0,40	219	243	2.000.000
7R_45	0,35	192	213	2.000.000
7R_46	0,35	192	213	2.000.000
7R_47	0,35	192	213	2.000.000

En el material de referencia A7-R se realizaron más ensayos que los considerados finalmente en el estándar definido como procedimiento de ensayo en fatiga. El motivo fue que los ensayos de fatiga se iniciaron en este material y se tantearon los niveles de carga que podrían ser significativos para trazar con precisión las curvas S-N-P.

En las tablas 5 y 6 se indican los resultados numéricos de los ensayos realizados en las probetas con pretratamiento y distintos espesores de recubrimiento.

El estudio de la probabilidad de fractura se hizo siguiendo el método propuesto por Maennig [8,9], aceptado internacionalmente y respaldado por distintos autores [10,11]. Usando la metodología propuesta por estos autores se calculan las tres curvas S-N que representan el 1%, 50% y 99% de probabilidad de fractura. Cada una de estas curvas fue ajustada por la ecuación hiperbólica:

$$(\log N-B) (\log S-D) = A \quad (\text{ec. 1})$$

Donde A, B y D son las constantes de ajuste.

**Tabla 5.** Resultados experimentales de fatiga. pretratado y recubrimiento de 2 micras.

Pretratada				
Ensayo	Tensión Normalizada ( $\Delta S/\sigma_p$ )	Rango Tensión $\Delta S$ (Mpa)	Tensión Máxima S (Mpa)	Duración (Nº Ciclos)
7PR_27	0,70	381	423	30.500
7PR_30	0,70	381	423	23.000
7PR_28	0,55	300	333	101.000
7PR_29	0,55	300	333	55.500
7PR_08	0,50	273	303	108.500
7PR_09	0,50	273	303	104.000
7PR_16	0,50	273	303	67.000
7PR_19	0,50	273	303	120.500
7PR_26	0,50	273	303	216.500
7PR_07	0,45	245	272	133.000
7PR_11	0,45	245	272	118.500
7PR_13	0,45	245	272	91.000
7PR_4	0,40	218	242	1.298.000
7PR_6	0,40	218	242	183.000
7PR_10	0,40	218	242	534.000
7PR_12	0,40	218	242	373.500
7PR_14	0,35	190	211	2.983.500
7PR_21	0,35	190	211	5.000.000
7PR_22	0,35	190	211	5.000.000

Anodizado Sulfúrico 2				
Ensayo	Tensión Normalizada ( $\Delta S/\sigma_p$ )	Rango Tensión $\Delta S$ (Mpa)	Tensión Máxima S (Mpa)	Duración (Nº Ciclos)
7SA2_07	0,52	286	318	37.000
7SA2_21	0,52	286	318	34.000
7SA2_38	0,52	286	318	35.500
7SA2_15	0,46	250	278	76.000
7SA2_17	0,46	250	278	50.200
7SA2_37	0,46	250	278	57.500
7SA2_24	0,40	214	238	158.500
7SA2_26	0,40	214	238	204.000
7SA2_27	0,40	214	238	91.000
7SA2_28	0,40	208	231	159.000
7SA2_29	0,40	208	231	125.000
7SA2_40	0,40	208	231	167.000
7SA2_31	0,35	190	211	190.000
7SA2_35	0,35	190	211	109.500
7SA2_39	0,35	190	211	112.000
7SA2_09	0,30	170	189	5.000.000
7SA2_36	0,30	170	189	5.000.000

**Tabla 6.** Resultados experimentales de fatiga. Recubrimientos de 5 y 10 micras.

Anodizado sulfúrico 5				
Ensayo	Tensión Normalizada ( $\Delta S/\sigma_p$ )	Rango Tensión $\Delta S$ (Mpa)	Tensión Máxima S (Mpa)	Duración (Nº Ciclos)
7S5_03	0,70	384	427	26.000
7S5_04	0,70	384	427	22.500
7S5_05	0,70	384	427	22.000
7S5_08	0,60	329	366	32.000
7S5_11	0,60	329	366	22.000
7S5_13	0,60	329	366	23.000
7S5_12	0,55	301	334	42.500
7S5_14	0,55	301	334	36.000
7S5_15	0,55	301	334	44.000
7S5_01	0,50	274	304	87.500
7S5_06	0,50	274	304	56.000
7S5_10	0,50	274	304	140.500
7S5_16	0,45	247	274	79.000
7S5_17	0,45	247	274	131.000
7S5_18	0,45	247	274	53.000
7S5_19	0,45	247	274	49.000
7S5_20	0,40	219	243	145.000
7S5_21	0,40	219	243	87.000
7S5_23	0,40	219	243	75.000
7S5_24	0,35	192	213	2.000.000
7S5_25	0,35	192	213	2.000.000

Anodizado sulfúrico 10				
Ensayo	Tensión Normalizada ( $\Delta S/\sigma_p$ )	Rango Tensión $\Delta S$ (Mpa)	Tensión Máxima S (Mpa)	Duración (Nº Ciclos)
7S10_17	0,70	384	427	13.500
7S10_18	0,70	384	427	14.000
7S10_19	0,70	384	427	13.500
7S10_01	0,60	329	366	27.500
7S10_15	0,60	329	366	24.500
7S10_16	0,60	329	366	20.500
7S10_12	0,55	301	334	29.500
7S10_13	0,55	301	334	32.000
7S10_14	0,55	301	334	29.500
7S10_09	0,50	274	304	44.000
7S10_10	0,50	274	304	45.000
7S10_11	0,50	274	304	42.500
7S10_04	0,45	247	274	2.000.000
7S10_05	0,45	247	274	127.000
7S10_06	0,45	247	274	1.430.500
7S10_07	0,45	247	274	104.000
7S10_08	0,45	247	274	90.000
7S10_02	0,40	219	243	2.000.000
7S10_03	0,40	219	243	2.000.000

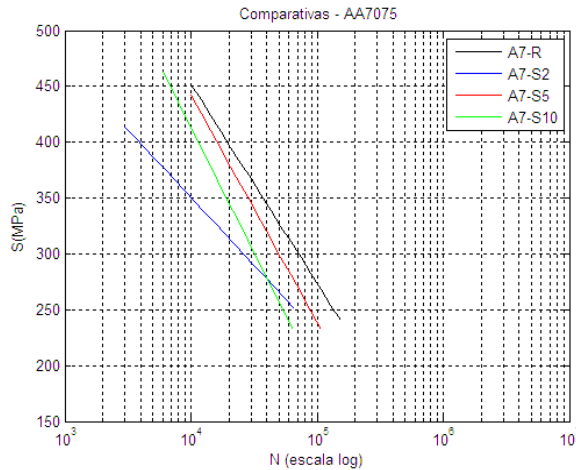
En la tabla 7 se indican los coeficientes de ajuste para cada material, asociados a la ecuación anterior para la curva S-N de probabilidad de fractura del 50%.

**Tabla 7.** Coeficientes de ajuste y regresión media cuadrática.

A	B	C	R <sup>2</sup>
---	---	---	----------------

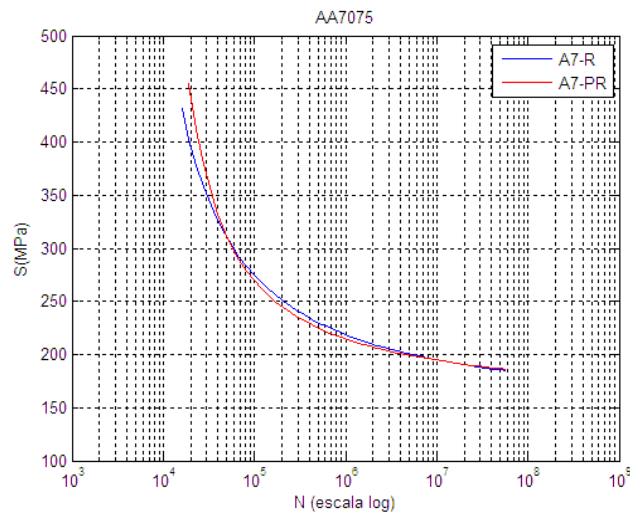
<b>A7-R</b>	0,5934	3,00	2,1420	0,9574
<b>A7-PR</b>	0,3728	3,50	2,1823	0,9514
<b>A7-S2</b>	0,3398	3,50	2,1320	0,9911
<b>A7-S5</b>	0,1446	3,90	2,2713	0,9619
<b>A7-S10</b>	0,1745	3,50	2,3062	0,9689

Con objeto de dilucidar el comportamiento para bajo número de ciclos, se decidió analizar el comportamiento a fatiga de los materiales utilizando solamente el tramo comprendido entre  $2 \times 10^4$  ciclos y  $10^5$  ciclos, que se ajustó por una ecuación lineal. Los resultados se muestran en la figura 3.



**Figura 3.** Ajuste del tramo lineal.

En las figuras 4 y 5 se incluyen las curvas S-N del 50% de probabilidad comparando la respuesta del material de referencia con el pretratamiento y los distintos espesores de anodizado, respectivamente.



**Figura 4.** Curvas S-N para A7-R y A7-PR.

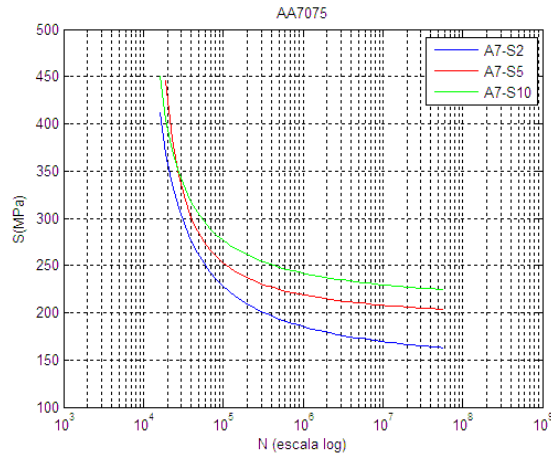


Figura 5. Curvas S-N para A7-S2, A7-S5 y A7-S10.

#### 4. CONCLUSIONES

El límite de fatiga mejora sensiblemente con el aumento del espesor del anodizado. Con respecto al material de referencia, cuando se realiza el anodizado sulfúrico con un espesor convencional de 2 $\mu$ m, se está provocando una reducción del límite de fatiga del 15%. Cuando el espesor se aumenta hasta las 5 $\mu$ m, A7-S5, se nivela el límite de fatiga con respecto al material de referencia A7-R, y cuando se consiguen capas anódicas de 10 $\mu$ m, en la aleación A7-S10, se consigue aumentar el límite de fatiga entorno a un 11%, lo que supone una mejora muy importante en la respuesta a fatiga de las aleaciones anodizadas, porque se amplía en rango de tensiones en el que es posible utilizar el material con la seguridad de que no se producirán fracturas por fatiga.

#### REFERENCIAS

1. Richardson, J.A.; Word, G.C. Corrosion Science. Elsevier Ed.. 1970.
2. Forrest, P.J. "Fatigue of metals". Addison-Wesley, USA. 1962.
3. Rateick, R.G.; Binkowski, T.C.; Boray, B.C. "Effect of hard anodize thickness on the fatigue of AA6061 and C355 aluminium". Journal of Materials Science Letters Vol.15. Pgs. 1321-1323. Springer Netherlands Ed. August 1996.
4. Camargo J.A.; Cornelis H.J., et al. "Coating residual stress effects on fatigue performance of 7050-T7451 aluminum alloy. Surface and coatings technology, 201, 9448-9455, 2007.
5. Camargo A.; Voorwald H. "Influence of anodization on the faigue strength of 7050-T7451 aluminium alloy". Fatigue and fracture of engineering materials & structures. Vol. 30, issue 11, 993- 1007, 2007.
6. Rateick, R.G.; Binkowski, T.C.; Boray, B.C. "Effect of hard anodize thickness on the fatigue of AA6061 and C355 aluminium". Journal of Materials Science Letters Vol.15. Pgs. 1321-1323. Springer Netherlands Ed. August 1996.
7. Segovia, C. Tesis de ingeniería metalúrgica. Universidad de Santiago de Chile, 2004.
8. Jürgen, J.; Wolfgang-Werner, M. "Safe evaluation of fatigue data in the range of finite endurance". International Journal of Fatigue, Vol. 19, No 4, pp. 335-344. 1997.
9. Wolfgang-Werner, M. "Planning and evaluation of fatigue tests". ASM 19, Fatigue And Fracture (ASM International). Pp. 303-313. 1996.
10. Monsalve, A.; Páez, M., et al. "S-N-P Curves in 7075 T351 and 2024 T3 aluminium alloys subjected to surface treatments". Fat.Fract.Eng.Mater.Struct,30, 748-758. 2007.

11. Mayer H.; Papakyriacou M. "Fatigue behaviour of graphite and interpenetrating graphite-aluminium composite up to 109 cycles". Carbon, 44, pgs. 1801-1807. 2006.