



UNIVERSIDAD NACIONAL DE COLOMBIA

Comparación de la tenacidad de fractura y la tasa de crecimiento de grietas por fatiga, para el acero AISI SAE 5160H, entre la condición de bonificado tradicional y la de bonificado incluyendo temperaturas bajo cero.

Juan David Granados

Universidad Nacional de Colombia
Facultad de Ingeniería, Departamento de Ingeniería Mecánica y Mecatrónica
Bogotá D.C., Colombia
2016

Comparación de la tenacidad de fractura y la rata de crecimiento de grietas por fatiga, para el acero AISI SAE 5160H, entre la condición de bonificado tradicional y la de bonificado incluyendo temperaturas bajo cero.

Juan David Granados

Tesis presentada como requisito parcial para optar al título de:
Magíster en Ingeniería – Materiales y Procesos

Director (a):

MSc Edgar Espejo Mora

Línea de Investigación:

Mecanismos de falla en elementos de máquinas

Grupo de Investigación:

Análisis de Fallas, Integridad y Superficies (AFIS)

Universidad Nacional de Colombia

Facultad de Ingeniería, Departamento de Ingeniería Mecánica y Mecatrónica

Bogotá D. C., Colombia

2016

"Boecio fue ejecutado en el 524, y al extinguirse esta última lámpara titilante, llegó la oscuridad. Durante la alta Edad Media, el clima se hizo ligeramente más frío, como si el mismo sol hubiese perdido interés en lo terrenal... Las estrellas descendieron: los eclesiásticos conservadores modelaron el universo según el tabernáculo de Moisés; como el tabernáculo era una tienda de campaña, el cielo fue degradado de una esfera gloriosa a su anterior rango de una tienda de campaña de techo bajo..."

*Fragmento La Aventura del Universo
Timothy Ferris*

Resumen

En el presente estudio se evaluó el efecto de someter un acero AISI – SAE 5160H a temperaturas bajo cero dentro de las etapas de tratamiento térmico convencional, caracterizando la tenacidad de fractura mediante probetas de flexión en tres puntos y la velocidad de crecimiento de grietas por fatiga mediante probetas de tensión de tipo compacto para determinar las constantes según el modelo de Paris. Se encontró que someter el acero a un revenido inicial, de manera previa al tratamiento bajo cero, inhibe el efecto que pueda tener un tratamiento bajo-cero posterior debido a la estabilización de la microestructura. El tratamiento en el que el acero se sometió a tratamiento criogénico seguido por un revenido a alta temperatura puede llegar a superar en el comportamiento mecánico de un acero sometido a un tratamiento convencional.

Palabras clave: Fatiga, tratamiento criogénico, mecanismo de fractura, velocidad de crecimiento de grietas, tenacidad de fractura

Abstract

The effect to subject an AISI – SAE 5160H steel to sub zero temperatures in a heat treatment cycle and its effect on fracture toughness and fatigue crack growth rate properties were studied in this work. Fracture toughness was evaluated by three point bend specimens (SENB) and fatigue crack growth rate was evaluated by compact tension specimen C(T) to determine Paris constants. It was found that subjecting the steel to an initial tempering prior to subzero treatment inhibits the effect it may have a later subzero treatment due to microstructure stabilization. The treatment to which the steel was subjected to cryogenic temperature and continued by a high temperature tempering can overcome the mechanical behavior of a steel subjected to than conventional heat treatment.

Keywords: Fatigue, cryogenic treatment, fracture mechanism, crack growth rate, fracture toughness

Contenido

	Pág.
1. Fundamentación Teórica.....	19
1.1 Tratamientos térmicos bajo cero	20
1.2 Tenacidad de Fractura	24
1.2.1 Micromecanismos estáticos de fractura.....	28
1.3 El proceso de fatiga de materiales	33
1.3.1 Análisis de la fatiga mediante el enfoque de tolerancia al daño.....	34
1.3.2 Mecanismos de propagación de grietas por fatiga.....	36
1.4 Estándares utilizados en los ensayos mecánicos.....	40
1.4.1 Tenacidad de fractura: ASTM E399-09 ASTM E1820-11	40
1.4.2 Velocidad de crecimiento de grietas por fatiga: ASTM E647-13	43
2. Desarrollo Experimental.....	47
2.1 Material de prueba y fabricación de probetas.....	47
2.2 Instrumentos y equipos.....	51
2.3 Ensayos piloto	54
2.3.1 Tenacidad de Fractura	54
2.3.2 Prueba piloto: Velocidad de crecimiento de grietas por fatiga.....	57
2.4 Diseño de experimentos	59
2.4.1 Selección de tratamientos: impacto Charpy.....	63
3. Resultados	69
3.1 Tenacidad de fractura	70
3.2 Velocidad de crecimiento de grietas.....	75
3.3 Microestructura	79
3.3.1 Inclusiones	80
3.3.2 Probetas de tenacidad de fractura y fatiga	80
3.3.3 Ataque profundo de la microestructura.....	84
3.4 Mecanismos de fractura.....	85
3.4.1 Tenacidad de fractura.....	86
3.4.2 Propagación por fatiga	92
4. Análisis de Resultados.....	99
5. Conclusiones y recomendaciones	105
5.1 Conclusiones	105
5.2 Recomendaciones	106

Lista de figuras

	Pág.
Figura 1-1: Esquema de un tratamiento criogénico superpuesto en el diagrama de transformación isotérmica (TTT) de un acero para herramientas M2 [2].	21
Figura 1-2: Efecto del contenido de carbono sobre las temperaturas de inicio y fin de transformación martensítica Ms y Mf [6].	21
Figura 1-3: Modos de carga fundamentales por los que una grieta puede propagarse [22].	25
Figura 1-4: Variación de la condición de deformaciones alrededor de la punta de la grieta en función del espesor [21].	26
Figura 1-5: Tenacidad de fractura en función del espesor del componente [23].	27
Figura 1-6: Descripción esquemática de los diferentes mecanismos que se pueden encontrar en una superficie de fractura [20].	28
Figura 1-7: Proceso de fractura dúctil [24].	29
Figura 1-8: Superficie de fractura dúctil de un acero de bajo carbono donde se evidencia una partícula formadora de un micro-vacío.	30
Figura 1-9: Superficie de fractura frágil de un acero de bajo carbono donde se evidencian las facetas de clivaje [20].	31
Figura 1-10: Superficies de fractura de un acero AISI 5160 sometido a diferentes temperaturas de austenización con a) bajo y b) alto contenido de fósforo [32].	32
Figura 1-11: Curva característica de una propagación de grieta en un material dúctil [25].	35
Figura 1-12: Etapas de la propagación de grietas por fatiga [25].	37
Figura 1-13: Instrusiones y extrusiones en una muestra de a) cobre y b) Fe ₃ Si [22].	38
Figura 1-14: Mecanismos de propagación de grietas por fatiga.	39
Figura 1-15: Estriaciones típicas de la propagación de grietas por fatiga en un acero de bajo carbono.	39
Figura 1-16: Probeta a) de flexión en tres puntos para medición de tenacidad de fractura y b) compacta para medición de velocidad de crecimiento de grietas por fatiga [25].	40
Figura 1-17: Gráfica de esfuerzo – deformación para determinación de la tenacidad de fractura [25].	42
Figura 1-18: Probetas utilizadas para la medición de la velocidad de crecimiento de grietas a) probeta compacta a tensión, b) probeta a tensión con entalla central y c) probeta a tensión excéntricamente cargada.	44

Figura 1-19:	Requisitos para el preagrietamiento por fatiga de acuerdo con los diferentes tipos de entalla.	45
Figura 2-1:	Curva de enfriamiento isotérmico para el acero AISI SAE 5160H [38]....	49
Figura 2-2:	Curva de enfriamiento continuo para un acero AISI SAE 5160 [38].....	50
Figura 2-3:	Microestructura típica de un acero 5160H en a) estado de entrega y b) templado (800x).....	50
Figura 2-4:	Orientación de las probetas sobre el material suministrado por IMAL S.A.	51
Figura 2-5:	Máquina para fatiga de materiales tipo Sonntag, marca Baldwin y modelo SF-10-U.	52
Figura 2-6:	Accesorios para fatiga de a) flexión en tres puntos y para b) tracción en probetas compactas C(T).....	53
Figura 2-7:	Resultados de dureza sobre probetas de flexión en tres puntos para la prueba piloto de tenacidad de fractura.	55
Figura 2-8:	Áreas elástica y plástica, con las cuales se pueden calcular el $J_{crítico}$ y el J_{total} [40]	56
Figura 2-9:	Crecimiento de la longitud de la grieta en función del número de ciclos de carga y la carga aplicada [22].	57
Figura 2-10:	Gráfica en la etapa II (crecimiento estable) según modelo de Paris [22]	58
Figura 2-11:	Esquema de los tratamientos realizados sobre las probetas de impacto con cada uno de los factores y sus respectivos niveles.	60
Figura 2-12:	Resultados de las interacciones dobles entre los factores de tratamiento para las mediciones de dureza así a) Interacción Revenido1:Bajo-cero, b) Revenido 1:Revenido 2 y c) Bajo-cero: Revenido 2.	66
Figura 2-13:	Resultados de las interacciones triples entre los tres factores de tratamiento para las mediciones de dureza.....	66
Figura 2-14:	Resultados de las interacciones dobles entre los factores de tratamiento para energía de impacto Charpy así a) Interacción Revenido1:Bajo-cero, b) Revenido 1:Revenido 2 y c) Bajo-cero: Revenido 2.	67
Figura 2-15:	Resultados de las interacciones triples entre los tres factores de tratamiento para energía de impacto Charpy.	68
Figura 3-1:	Ejemplo para la determinación de la carga PQ para la determinación de KQ	70
Figura 3-2:	Resultados de la medición de la tenacidad de fractura KIc para cada uno de los cinco tratamientos sin datos atípicos.	73
Figura 3-3:	Fotografía de un ensayo de velocidad de crecimiento de grietas por fatiga para la medición de la longitud de la grieta.	76
Figura 3-4:	Resultados de la a) medición de la longitud de la grieta en función del número de ciclos de carga y b) gráfica de acuerdo con el modelo de Paris de donde se determinan las constantes experimentales.	76
Figura 3-5:	Resultados de la medición de la velocidad de crecimiento de grietas por fatiga medidas a partir de la constante experimental m de acuerdo con el modelo de Paris.	78

Figura 3-6:	Imágenes para medición de inclusiones para el material de las probetas de tenacidad de fractura e impacto (colada No 1) y para las probetas de fatiga (colada No 2)	80
Figura 3-7:	Microestructura obtenida en las probetas de tenacidad de fractura para los tratamientos a) -90/450 b) -90/250 c) tratamiento convencional (revenido a 450°C) d) -200/450 y e) -200/250 (ataque Nital 2%).	82
Figura 3-8:	Microestructura obtenida en las probetas de fatiga para los tratamientos a) -90/450 b) -90/250 c) tratamiento de referencia (revenido a 450°C) d) -200/450 y e) -200/250 (ataque Nital 2%).	83
Figura 3-9:	Análisis de microestructura con sobre-ataque en las probetas de tenacidad de fractura para los tratamientos a) -90/450, b) -90/250, c) tratamiento de referencia (revenido a 450°C), d) -200/450 y e) -200/250.	84
Figura 3-10:	Superficies de fractura de las probetas de flexión en tres puntos SENB sometidas al tratamiento -90/450.	86
Figura 3-11:	Superficies de fractura de las probetas de flexión en tres puntos SENB sometidas al tratamiento -90/250.	87
Figura 3-12:	Superficies de fractura de las probetas de flexión en tres puntos SENB sometidas al tratamiento -200/450.	87
Figura 3-13:	Superficies de fractura de las probetas de flexión en tres puntos SENB sometidas al tratamiento -200/250.	88
Figura 3-14:	Superficies de fractura de las probetas de flexión en tres puntos SENB sometidas al tratamiento convencional de referencia.	88
Figura 3-15:	Superficies de fractura de una probeta representativa por cada uno de los cinco tratamientos evaluados.	90
Figura 3-16:	Formación y coalescencia de microvacíos en el borde de grano martensítico en probetas sometidas a los tratamientos a) -200/250 y b) -90/250	92
Figura 3-17:	Superficies de fractura de las probetas compactas de tensión C(T) sometidas al tratamiento -90/450.	93
Figura 3-18:	Superficies de fractura de las probetas compactas de tensión C(T) sometidas al tratamiento -90/250.	94
Figura 3-19:	Superficies de fractura de las probetas compactas de tensión C(T) sometidas al tratamiento -200/450.	94
Figura 3-20:	Superficies de fractura de las probetas compactas de tensión C(T) sometidas al tratamiento -200/250.	95
Figura 3-21:	Superficies de fractura de las probetas compactas de tensión C(T) sometidas al tratamiento convencional de referencia.	95
Figura 3-22:	Mecanismos de fractura de las probetas compactas de tensión C(T) bajo diferentes etapas durante la propagación estable de grieta.	97

Lista de tablas

	Pág.
Tabla 1-1: Efecto de la adición de 1% de cada uno de los elementos de aleación listados en la tabla en forma independiente sobre la temperatura de inicio de transformación martensítica de un acero entre 0,9-1,0% de carbono [5].	22
Tabla 2-1: Composición de un acero AISI SAE 5160 medida mediante espectrómetro óptico de emisión.	48
Tabla 2-2: Parámetros de tratamiento térmico para prueba piloto de KIc	54
Tabla 2-3: Resumen de los valores calculados para tenacidad de fractura en la prueba piloto	57
Tabla 2-4: Resumen de los valores calculados para el ensayo de velocidad de crecimiento de grietas por fatiga.	58
Tabla 2-5: Diseño de experimentos factorial 2^3 para implementar sobre probetas de impacto Charpy con el fin de realizar la selección de tratamientos.	60
Tabla 2-6: Resultado del cálculo de tamaño de muestra para las probetas de impacto a partir de la prueba piloto de tenacidad de fractura.	63
Tabla 2-7: Resultados de dureza y energía de impacto para el diseño factorial 2^3 .	64
Tabla 2-8: Tabla de análisis de varianza para los datos de dureza en el experimento factorial.	64
Tabla 2-9: Tabla de análisis de varianza para los datos de energía de impacto Charpy en el experimento factorial.	67
Tabla 2-10: Parámetros de tratamiento térmico para ensayos de tenacidad de fractura y velocidad de crecimiento de grietas por fatiga.	68
Tabla 3-1: Resultados de evaluación del cumplimiento del tamaño de la región plástica en el frente de grieta según ASTM E399.	71
Tabla 3-2: Resultados de tenacidad de fractura para cada unidad experimental en los cinco tratamientos.	72
Tabla 3-3: Análisis de varianza realizado sobre los resultados de tenacidad de fractura bajo un modelo factorial 2^2 .	74
Tabla 3-4: Análisis de varianza realizado sobre los resultados de tenacidad de fractura bajo un modelo completamente aleatorio (cinco tratamientos).	74
Tabla 3-5: Análisis de comparaciones múltiples entre los valores de tenacidad de fractura promedio para determinar diferencias entre tratamientos.	75
Tabla 3-6: Resultados de velocidad de crecimiento de grietas medida por la pendiente m según modelo de Paris para cada unidad experimental en los cinco tratamientos.	77
Tabla 3-7: Análisis de varianza realizado sobre los resultados de tenacidad de fractura bajo un modelo factorial 2^2 .	78

Tabla 3-8: Análisis de varianza realizado sobre los resultados velocidad de crecimiento de grietas bajo un modelo completamente aleatorio (cinco tratamientos).....	78
Tabla 3-9: Análisis de comparaciones múltiples entre los valores de velocidad de crecimiento de grietas medido mediante la pendiente según modelo de Paris, para determinar diferencias entre tratamientos.....	79
Tabla 3-10: Proporciones entre fractura intergranular y fractura dúctil para todos los tratamientos sobre probetas de tenacidad de fractura en la región de propagación inestable.	89
Tabla 3-11: Proporciones entre fractura intergranular y fractura dúctil para todos los tratamientos sobre probetas de fatiga en la región de propagación a bajas y medias velocidades.	96
Tabla 4-1: Proporciones entre fractura intergranular y fractura dúctil para todos los tratamientos sobre probetas de fatiga en la región de propagación a bajas y medias velocidades.	100

Introducción

Una práctica comúnmente utilizada en el sector industrial para obtener mejoras en las propiedades de los materiales con los que se fabrican componentes de maquinaria o herramientas, es utilizar tratamiento térmico incluyendo temperaturas bajo cero grados Celsius, pues dichas mejoras pueden revertir en diseños más eficientes en costo de producción, operación y en durabilidad. Se ha encontrado que cuando se utilizan temperaturas bajo cero en el tratamiento térmico de los aceros, el beneficio se logra gracias a que es posible completar la transformación martensítica transformando enteramente la austenita retenida originada en un proceso de temple convencional, además de promover el refinamiento y el aumento en el tamaño de partículas de segunda fase las cuales son precipitadas en la matriz martensítica.

El grado en el que un acero puede mejorar su comportamiento mecánico depende del contenido de aleación, de la temperatura y tiempo de permanencia en el ciclo de tratamiento térmico. Las temperaturas de inicio y fin de transformación martensítica se encuentran principalmente en función del porcentaje de carbono que contiene el acero, a medida que aumenta el contenido de carbono la templeabilidad aumenta y las temperaturas de transformación martensítica descienden, inclusive por debajo de los cero grados celsius, por lo que aumentará el contenido de austenita retenida logrado en un temple convencional a temperatura ambiente. En aceros con alto contenido de elementos de aleación como cromo, molibdeno o vanadio, el tratamiento térmico bajo cero ha sido bien estudiado y se encuentra que es completamente efectivo promoviendo mejora en el comportamiento mecánico como la resistencia al desgaste abrasivo, resistencia a la tracción y la tenacidad de fractura. En aceros comúnmente llamados de ingeniería o para maquinaria que poseen un contenido moderado de elementos de aleación y de carbono, el efecto de someterlos a temperaturas bajo cero también es moderado y por ello poco estudiado, sin embargo si en estos aceros se logra mejorar propiedades como la resistencia al desgaste sin sacrificar la tenacidad, pueden sustituir aceros más costosos

en aplicaciones como cuchillas de corte. Se seleccionó el acero 5160H comúnmente usado en fabricación de ballestas, para evaluar si un tratamiento subcero aumenta la dureza y por tanto su resistencia al desgaste, sin modificar negativamente la tenacidad o la velocidad de propagación de grietas por fatiga.

El presente estudio tiene como fin evaluar el efecto que tiene incluir temperaturas bajo cero en el ciclo de tratamiento térmico de un acero AISI 5160H sobre su comportamiento mecánico, acero que es utilizado en la fabricación de resortes helicoidales y de ballesta para la industria automotriz. Este acero se caracteriza por tener alta templabilidad gracias a su contenido intermedio de carbono y de cromo, los cuales lo dotan de alta resistencia mecánica y fragilidad cuando es sometido a temple.

Se ha encontrado que uno de los mecanismos de falla más comunes en componentes mecánicos, como lo son los resortes de automotores es la fractura por fatiga, debido a que en operación son sometidos fundamentalmente a carga variable en el tiempo, por lo anterior se considera interesante caracterizar el comportamiento a fatiga sobre el acero AISI 5160H. Dentro del estudio se busca evaluar el efecto que tiene incluir temperaturas bajo cero (-90°C y -200°C) dentro del ciclo de tratamiento térmico sobre la microestructura y su relación con propiedades como la energía de impacto, la tenacidad de fractura y la velocidad de crecimiento de grietas por fatiga, además de establecer también la relación con los mecanismos de fractura para cada una de las propiedades evaluadas.

En el Capítulo 1 es posible encontrar información acerca de los fundamentos necesarios para comprender el significado y el efecto potencial que tiene realizar tratamientos bajo cero, así como también información acerca de las propiedades mecánicas a evaluar y su relación con los principales mecanismos de fractura. Posteriormente en el Capítulo 2 se muestra la metodología utilizada para llevar a cabo la experimentación sobre el acero AISI – SAE 5160H, donde inicialmente se realizan pruebas piloto de tenacidad de fractura y de velocidad de crecimiento de grietas para determinar la variabilidad de las propiedades y así tener un criterio estadístico para calcular el tamaño de la muestra. Al final del capítulo se propone evaluar una cantidad de tratamientos bajo un diseño de experimentos factorial 2^3 mediante la medición de energía de impacto Charpy con entalla no estándar y así

realizar una selección de los tratamientos que se implementan luego sobre las probetas estándar de tipo compacto (CT, *Compact Test specimen*, por sus siglas en inglés) para la medición de las constantes experimentales C y m de acuerdo con el modelo de Paris ($da/dN = C (\Delta K)^m$) y sobre probetas de flexión en tres puntos (SENB, *Single Edge Notch Bend Specimen*, por sus siglas en inglés) para la medición de la tenacidad de fractura. El tratamiento térmico de temple se realiza en hornos sin control de atmósfera y como medio de enfriamiento se utiliza aceite agitado, para las temperaturas bajo cero se utiliza inmersión directa en nitrógeno líquido para la temperatura más baja (-200°C) y en una mezcla entre nitrógeno líquido y alcohol etílico para lograr la temperatura bajo cero intermedia (-90°C).

Los resultados cuantitativos junto con el análisis estadístico de la medición de la tenacidad de fractura y de velocidad de crecimiento de grietas se exponen en el Capítulo 3, donde es posible determinar el efecto de someter el acero a cada una de las variables propuestas en el diseño experimental. Posteriormente se hace una descripción de los mecanismos de fractura encontrados en las superficies de fractura de las probetas de tenacidad de fractura y fatiga, para cada uno de los tratamientos mediante el análisis con microscopía electrónica. Finalmente en el Capítulo 4 se encuentra el análisis de los resultados donde se intenta relacionar las propiedades obtenidas con cada tratamiento particular.

18 Comparación de la tenacidad de fractura y la tasa de crecimiento de grietas por fatiga, para el acero AISI SAE 5160H, entre la condición de bonificado tradicional y la de bonificado incluyendo temperaturas bajo cero.

1. Fundamentación Teórica

Debido a que las propiedades físicas de los materiales son consecuencia directa de la naturaleza del material a escala microscópica, es necesario comprender algunos fenómenos que suceden a nivel microestructural cuando se realizan tratamientos térmicos a bajas temperaturas para entender las posibilidades que este tratamiento ofrece, así como también es importante conocer los diferentes métodos y factores que afectan la práctica de este tratamiento.

En el presente capítulo se exponen algunas características de los aceros que son sometidos a bajas temperaturas dentro de sus ciclos de tratamiento térmico y el efecto que puede tener para algunos tipos de aleación. Posteriormente se realiza una descripción de los conceptos de tenacidad de fractura y el análisis de la fatiga de materiales desde la orientación de la tolerancia al daño y la relación con la mecánica de fractura. Allí se realiza una descripción acerca de las metodologías utilizadas para la medición de propiedades como tenacidad de fractura y la velocidad de crecimiento de grietas por fatiga, teniendo en cuenta los estándares internacionales recomendados para este tipo de ensayos.

Finalmente se realiza una descripción acerca de los diferentes mecanismos de fractura cuando se dan por carga estática o por cargas de fatiga, los factores que influyen en su comportamiento y lo que se esperaría encontrar al realizar el análisis de las superficies de fractura.

1.1 Tratamientos térmicos bajo cero

Dentro de los tratamientos con temperaturas bajo cero o de refrigeración sobre materiales se distinguen tres tipos básicos de tratamiento que dependen de la temperatura a la cual es sometido el material, el cual puede ser metálico, plástico y hasta materiales compuestos. Cuando el material sometido a temperaturas del orden de los 10 – 20°C bajo cero se dice que se hace un tratamiento bajo cero superficial (*shallow treatment*). Si el material experimenta temperaturas entre los 70 – 100°C bajo cero, se dice que el material está siendo expuesto a un tratamiento intermedio (*middle*). Por último, si las temperaturas con las que se está tratando el material son del orden de los 200°C bajo cero se dice que se hace un tratamiento profundo (*deep treatment*), el cual también es llamado tratamiento criogénico [1].

Se ha demostrado que para materiales metálicos el tratamiento con temperaturas bajo cero resulta en la mejora de la dureza, resistencia al desgaste abrasivo y en como consecuencia un aumento de la vida [2]–[5]. El beneficio de someter un acero a tratamiento con temperaturas bajo cero se logra cuando el acero templado mantiene austenita retenida a temperatura ambiente, pues cuando se lleva a temperaturas más bajas que la temperatura ambiente dicha austenita retenida continúa su transformación a martensita hasta la temperatura de fin de transformación martensítica, aumentando así la resistencia mecánica. También se ha sugerido que con el suficiente tiempo de mantenimiento a temperaturas bajo cero es posible nuclear y engrosar partículas de segunda fase como lo son los carburos. Un esquema de un tratamiento criogénico típico se muestra en la Figura 1-1, donde un acero para herramientas M2 es sometido a temple y posteriormente a temperaturas bajo cero con tiempo determinado y finalmente dos revenidos convencionales, se superpone a su curva de transformación, nótese que la temperatura de fin de transformación se encuentra por debajo de la temperatura ambiente.

Como el grado de efectividad del tratamiento criogénico se encuentra en función de la cantidad de austenita retenida, en ese caso también depende de la composición química del acero y en gran parte al contenido de carbono del acero. De acuerdo al porcentaje de carbono se encuentra que cuando éste aumenta las temperaturas de transformación descienden continuamente (Figura 1-2), también que cuando el contenido de carbono se

encuentra por debajo de 0,6% un tratamiento con bajas temperaturas no tendría efecto determinante sobre la transformación y por lo tanto sobre sus propiedades.

Figura 1-1: Esquema de un tratamiento criogénico superpuesto en el diagrama de transformación isotérmica (TTT) de un acero para herramientas M2 [2].

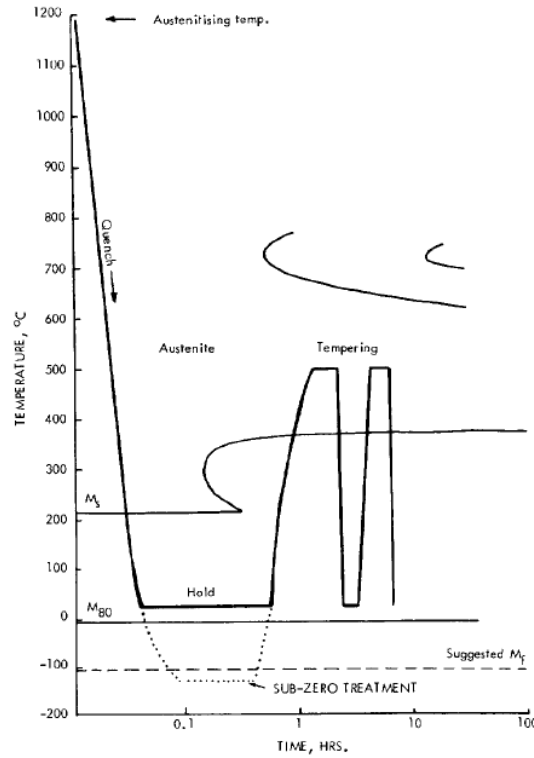
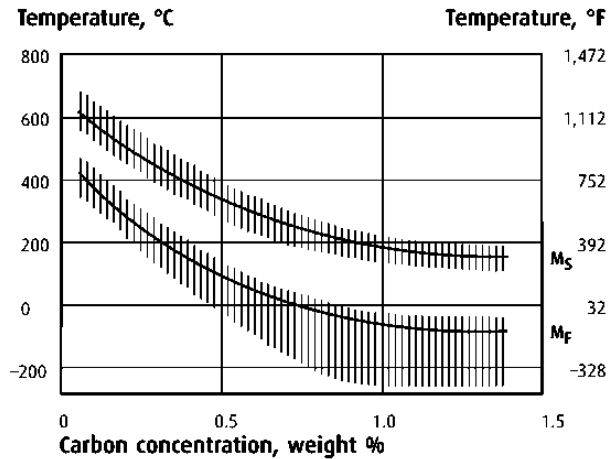


Figura 1-2: Efecto del contenido de carbono sobre las temperaturas de inicio y fin de transformación martensítica Ms y Mf [6].



Con respecto a otros elementos de aleación se encuentra que cuando son disueltos en austenita afectan las temperaturas de transformación martensítica, donde por lo general, disminuyen la temperatura de inicio y fin de transformación. Para un acero que tiene un porcentaje de carbono entre 0,9 – 1% al cual se le añade 1% de cada uno de los elementos listados en la Tabla 1-1, se tiene como resultado un decrecimiento en la temperatura de transformación.

Tabla 1-1: Efecto de la adición de 1% de cada uno de los elementos de aleación listados en la tabla en forma independiente sobre la temperatura de inicio de transformación martensítica de un acero entre 0,9-1,0% de carbono [5].

Elemento de aleación	Cambio en la temperatura de transformación [°C]
Manganeso	-55
Vanadio	-35
Molibdeno	-30
Níquel	-17
Cromo	-15
Tungsteno	-12
Cobre	-10
Silicio	0
Cobalto	12
Aluminio	30

Las temperaturas de transformación martensítica también dependen de la temperatura de austenización, pues cuando aumenta la temperatura de austenización también aumenta la diferencia entre la temperatura de inicio y fin de transformación, causando también el movimiento de estas temperaturas hacia temperaturas negativas o bajo cero. Se ha encontrado que cuando aumenta la temperatura de austenización es posible lograr mayores valores de tenacidad, gracias a que el producto de la descomposición de la austenita retenida es más tenaz y cuando aumenta la temperatura aumenta la cantidad de austenita retenida lograda en el temple [7], [8].

Otras variables que intervienen en la cantidad de transformación de austenita retenida y en la formación de precipitados en la matriz martensítica son los tiempos de sostenimiento, tanto en el tratamiento con bajas temperaturas como el tiempo que hay entre el proceso de temple y el tratamiento bajo cero. En cuanto a los tiempos de sostenimiento para el tratamiento bajo cero se encuentra que se prefieren tiempos largos debido a que la estructura tiene el tiempo suficiente para homogenizar la microestructura, sugieren que el tiempo óptimo es de 36h para el caso de un acero D3 [9], [10]. El tiempo que hay entre el proceso de temple y de tratamiento bajo cero es llamado tiempo de estabilización de la austenita retenida y de este depende la cantidad de transformación de la austenita que no logró transformarse en el proceso de temple.

En aceros de alta aleación o de herramientas el tratamiento térmico a bajas temperaturas ha demostrado ser muy beneficioso para mejorar comportamientos como la resistencia al desgaste abrasivo y estabilidad dimensional, pero reduciendo tenacidad [11]. Otros estudios se realizan sobre aceros de herramientas directamente y se encuentra que la profunda mejora en la resistencia al desgaste debido a la precipitación y homogenización de la distribución de carburos sobre una matriz martensítica más uniforme [12]–[14].

El tratamiento bajo cero para aceros de maquinaria ha demostrado tener un efecto muy débil sobre las propiedades que se han evaluado; Surberg [15] realizó tratamientos criogénicos profundos a dos aceros de cementación (AISI 8620 y AISI5120) encontrando que la variación en la temperatura y los tiempos de tratamiento no generan un efecto sobre las propiedades básicas del acero. Para el caso de aceros como el AISI 4130 y el AISI 4340 se encuentra que el efecto de someterlo a temperaturas bajo cero en el proceso de tratamiento térmico, no tiene un efecto significativo aparte de transformar una pequeña parte de austenita retenida y reducir los valores de tenacidad en el acero al níquel [16], [17]. En otras aleaciones intermedias (0,17%C – 0,92%Mn – 1,09%Cr – 0,11%Mo) se ha encontrado que la resistencia al desgaste aumenta en un 82% cuando el acero es sometido a tratamiento bajo cero superficial y 372% cuando es sometido a tratamiento criogénico profundo, con respecto al tratamiento convencional en dicho acero [18].

Existen diferentes métodos, dependiendo de la temperatura que se quiere lograr, para realizar los tratamientos térmicos bajo cero. A continuación se describen algunos de los métodos más utilizados para lograr temperaturas bajo cero:

-
- Dióxido de carbono en estado sólido (hielo seco), el cual es puesto en un recipiente de madera. Las piezas que serán enfriadas se disponen encima del hielo seco directamente. Se logran temperaturas entre 65°C y 75°C bajo cero.
 - Mezcla de dióxido de carbono en estado sólido y alcohol o acetona, se usa para lograr temperaturas de 78°C bajo cero, se controla añadiendo hielo seco a la mezcla.
 - Otro método para lograr temperaturas intermedias es el llamado baño frío (*cooling bath*) con el cual es posible lograr una gran variedad de temperaturas en función del alcohol que se mezcla con nitrógeno líquido.
 - Cuando se quieren lograr temperaturas profundas se pueden utilizar oxígeno líquido y nitrógeno líquido, para los cuales se tiene un rango de temperaturas entre los 180°C y 200°C bajo cero.
 - Refrigeradores con amoníaco, pueden lograr temperaturas entre 30°C y 120°C bajo cero.

1.2 Tenacidad de Fractura

La tenacidad de fractura es un término genérico que la ASTM le da a la medida de la resistencia a la propagación de una grieta en un material [19]. El concepto de tenacidad de fractura nace como criterio de falla para materiales que poseen grietas o discontinuidades en su estructura, ya sea por su proceso de fabricación, diseño o porque se han generado en el tiempo. Este estudio de componentes materiales agrietados es el núcleo de estudio del que se ocupa la Mecánica de Fractura, que surge con la necesidad de dar explicación a procesos catastróficos de fractura.

Con el desarrollo de la industria aérea y naval, también se generan mayor cantidad de accidentes, por lo que en 1920 el inglés Griffith desarrolla y publica una teoría de fractura utilizando conceptos de energía elástica en donde resultó útil sólo en materiales muy frágiles como el vidrio: “La fractura ocurre cuando la cantidad de energía elástica almacenada en el cuerpo, es suficiente para formar las superficies de fractura por rotura de enlaces químicos”. Accidentes memorables como el de los buques Liberty, conllevan al inicio de estudios sistemáticos después de la Segunda Guerra Mundial, dirigidos por Irwin, que resultarían en el surgimiento formal de la mecánica de fractura.

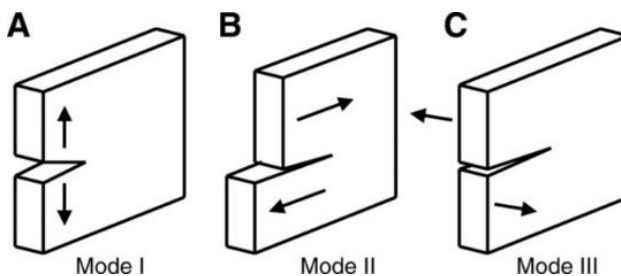
En el periodo de posguerra Irwin, retoma los conceptos energéticos formulados por Griffith, pero ahora incluyendo un componente relacionado con el consumo de energía por deformación en la vecindad de la punta de la grieta. Posteriormente y basado en los estudios realizados por Westergard en 1938 acerca de los esfuerzos y deformaciones en cuerpos agrietados, Irwin muestra que esfuerzos en la vecindad de la grieta (a un radio r y a un ángulo θ de la punta) se determinan mediante la Ecuación (1.1) y que se pueden describir mediante un parámetro relacionado con la tasa de liberación de energía, llamado factor de intensidad de esfuerzos K . El factor de intensidad de esfuerzos es un factor que cuantifica la intensidad de los esfuerzos alrededor de la punta de la grieta en función del esfuerzo nominal S (es el esfuerzo aplicado sin tener en cuenta la presencia de la grieta) y del tamaño de la grieta a , definido mediante la Ecuación (1.2), donde β es un factor adimensional que depende del tipo de carga y la relación entre el tamaño de la grieta con las dimensiones del componente [20]–[22].

$$\sigma_{ij} = \frac{K_I}{\sqrt{2\pi r}} \cdot f_{ij}(\theta) \quad (1.1)$$

$$K_I = \beta S \sqrt{\pi a} \quad (1.2)$$

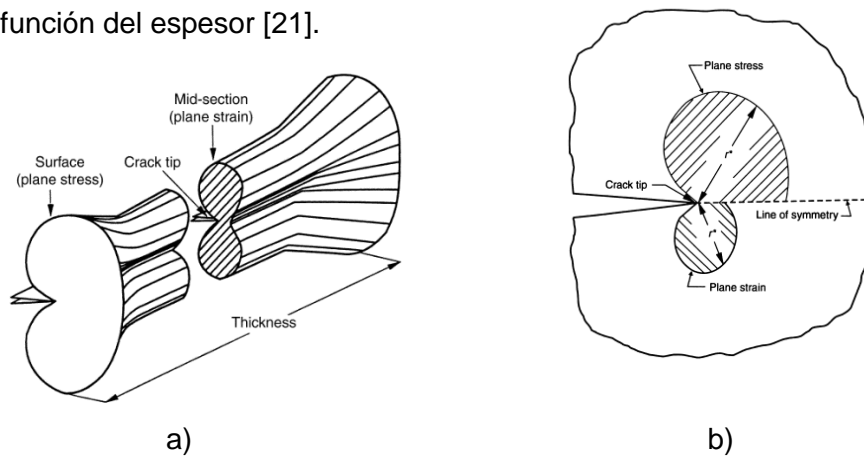
En la Figura 1-3 se muestran los tres modos fundamentales de carga por los que una grieta puede propagarse, sin embargo se ha determinado que el modo de carga más común en las fallas estructurales es el modo I, por lo que la caracterización en general de la tenacidad de fractura y el análisis se realiza bajo este modo de carga.

Figura 1-3: Modos de carga fundamentales por los que una grieta puede propagarse [22].



La zona plástica en el frente de grieta es también un parámetro importante dentro del análisis de la mecánica de fractura, ya que dependiendo de su tamaño, es posible aplicar diferentes modelos que determinan la resistencia a la propagación de grietas en el material de estudio. Cuando el tamaño de la zona plástica es pequeño en relación con cualquier dimensión del componente (incluyendo dimensiones de la grieta), la forma de la zona plástica es mayor en las superficies y menor hacia el centro, ya que hacia la zona central se impide la deformación en el sentido del espesor generándose un esfuerzo de tracción en la dirección del espesor y se dice que se encuentra en un estado de deformación plana, como se muestra en la Figura 1-4 a. Como en las regiones superficiales laterales no existe restricción para la deformación en dirección del espesor, el tamaño de la zona plástica aumenta y se dice que se tiene una condición de esfuerzo plano. El tamaño de la zona plástica bajo deformación plana, es aproximadamente 1/3 del tamaño de la zona plástica bajo esfuerzo plano Figura 1-4 b.

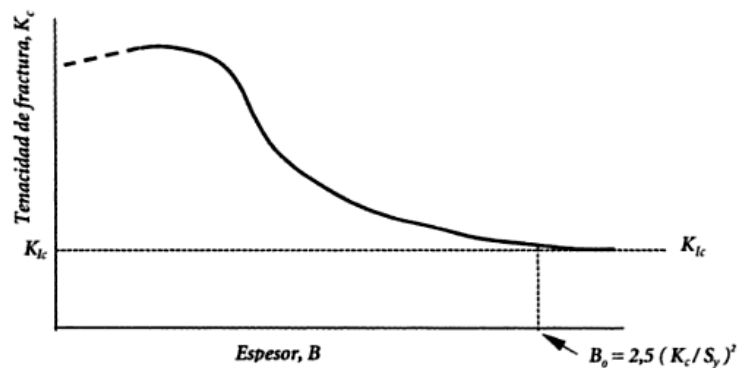
Figura 1-4: Variación de la condición de deformaciones alrededor de la punta de la grieta en función del espesor [21].



Si la zona de deformaciones plásticas en el frente de grieta es de tamaño pequeño y se encuentra rodeada de un campo de esfuerzos elásticos, cuya intensidad está cuantificada por el factor de intensidad de esfuerzos, se encuentra que cuando este factor K alcanza un valor crítico K_c , se presenta un crecimiento inestable de grieta. Este valor crítico es conocido como tenacidad de fractura, el cual depende de variables metalúrgicas, espesor, temperatura y rapidez de aplicación de carga.

Cuando se considera la tenacidad de fractura en función del espesor del material y con modo I de carga, se encuentra que la tenacidad de fractura tiende a disminuir cuando aumenta el espesor del componente hasta un valor invariante con el espesor, conocido como tenacidad de fractura en deformación plana K_{Ic} porque las deformaciones en dirección del espesor son aproximadamente cero, como se muestra en la Figura 1-5, K_{Ic} se considera como una propiedad del material que cuantifica la resistencia a la propagación inestable de grietas. Para garantizar que el componente se encuentra predominantemente en una condición de deformación plana, es necesario tener un espesor mínimo, definido por la Ecuación (1.3) [23]

Figura 1-5: Tenacidad de fractura en función del espesor del componente [23].



$$B_0 = 2,5 \left(\frac{K_{Ic}}{S_y} \right)^2 \quad (1.3)$$

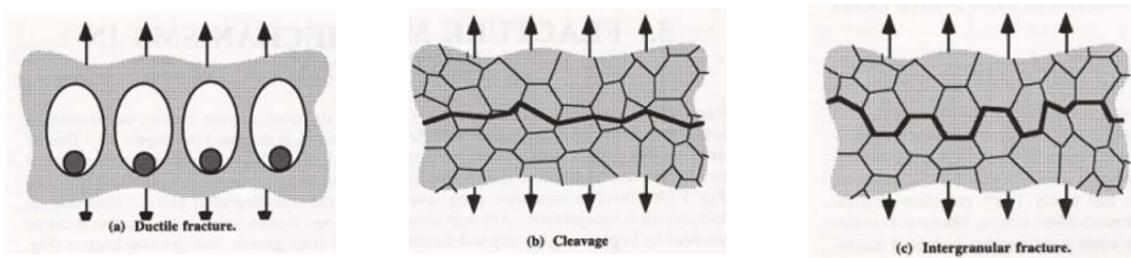
La tenacidad de fractura depende tanto de variables metalúrgicas, como condiciones ambientales y otras características de la aplicación de la carga. Dentro de las características metalúrgicas se ha encontrado que cuando aumenta el tamaño de grano también lo hacen los valores de tenacidad de fractura en aceros austeníticos y ferríticos, así como también la transformación de la austenita retenida aumenta significativamente los valores de esta propiedad, sobre todo cuando la austenita se encuentra altamente aleada. Los carburos tanto inter laminas como intra laminas disminuyen la tenacidad de fractura, así como un aumento del porcentaje de carbono por encima de 0,25% también la disminuye promoviendo fragilidad en los aceros [21].

1.2.1 Micromecanismos estáticos de fractura

Cuando un elemento de máquina o componente estructural presenta una falla por fractura, las superficies de fractura, por su apariencia macroscópica, suelen clasificarse en tres tipos; fractura dúctil, fractura frágil y fractura por fatiga. La fractura frágil se caracteriza por no presentar deformación plástica apreciable en las superficies de fractura, mientras que en la fractura dúctil sí es posible observar deformación plástica. La ocurrencia de la fractura frágil o dúctil está influenciada por múltiples factores, entre ellos se encuentra la microestructura del material, velocidad de la carga, temperatura y características geométricas. Los mecanismos asociados con la propagación de grietas y fractura por fatiga serán descritos en la Sección 1.3.2. [21]

Microscópicamente las fracturas se clasifican en fractura transgranular e intergranular. Cuando la fractura se propaga atravesando los granos se tiene una fractura transgranular, la cual puede ser dúctil y se da mediante la formación y coalescencia de microvacíos, o puede ser frágil y se da mediante la formación de clivaje (Figura 1-6).

Figura 1-6: Descripción esquemática de los diferentes mecanismos que se pueden encontrar en una superficie de fractura [20]



- Fractura dúctil transgranular (coalescencia de microvacíos)

La fractura dúctil se asocia directamente con deformación plástica, donde se involucran procesos de deslizamiento. Para el caso de un material monocristalino libre de defectos y partículas de segunda fase, cuando es sometido a una carga de tensión genera un porcentaje de estricción muy cercano al 100%, produciendo un arreglo de bandas apiladas de los planos de deslizamiento. Para materiales utilizados en aplicaciones industriales hay que tener en cuenta que contienen impurezas como inclusiones no metálicas, además de

ser policristalinos y poseer límites de grano. Dentro de las impurezas que suelen tener los materiales de ingeniería se encuentran las inclusiones no metálicas y otros tipos de partículas que por lo general son muy frágiles con poca o nula capacidad de deformación comparada con la matriz.

El proceso de fractura dúctil en un material de ingeniería agrietado inicia con la formación de una superficie libre en una inclusión o partícula de segunda fase por descohesión o por fractura de la partícula dentro de la región de deformación plástica en la vecindad de la punta de la grieta cuando se somete a una carga. Posterior a nucleación del micro vacío, sigue el crecimiento de los micros vacíos alrededor de las partículas y finalmente la coalescencia de todos los micro-vacíos adyacentes por el crecimiento continuo de cada uno de forma independiente (Figura 1-7). En materiales donde hay buena cohesión de las partículas de segunda fase o las impurezas con la matriz, la nucleación de vacío es el punto crítico ya que la fractura ocurre poco después de haberse formado los vacíos. En la Figura 1-8 se muestran las superficies de fractura de un acero de baja aleación y bajo carbono, donde es posible evidenciar el resultado de la nucleación y coalescencia de microvacíos típico de la fractura dúctil junto con un sitio de nucleación de un micro-vacío, probablemente una inclusión no metálica.

Figura 1-7: Proceso de fractura dúctil [24].

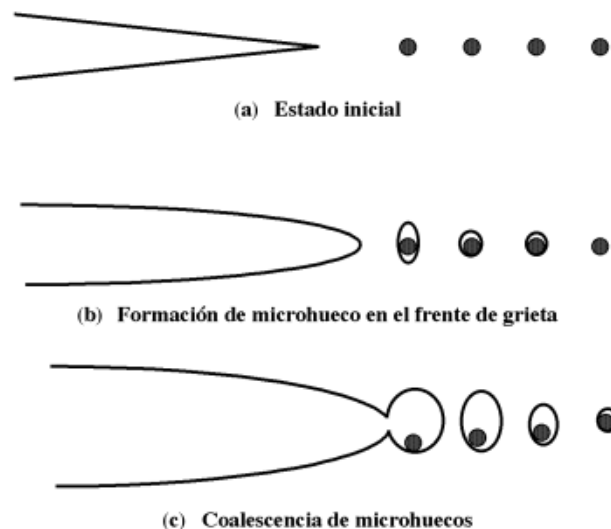
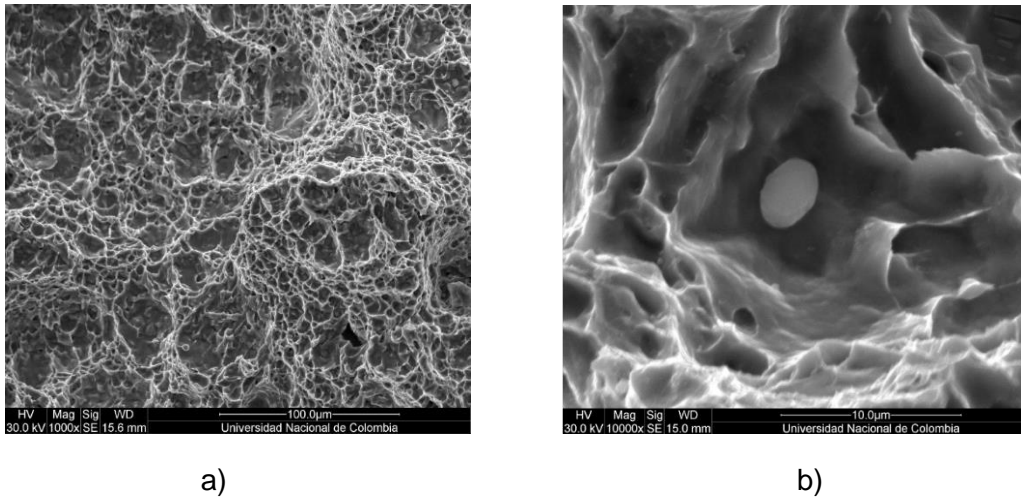


Figura 1-8: Superficie de fractura dúctil de un acero de bajo carbono donde se evidencia una partícula formadora de un micro-vacío.

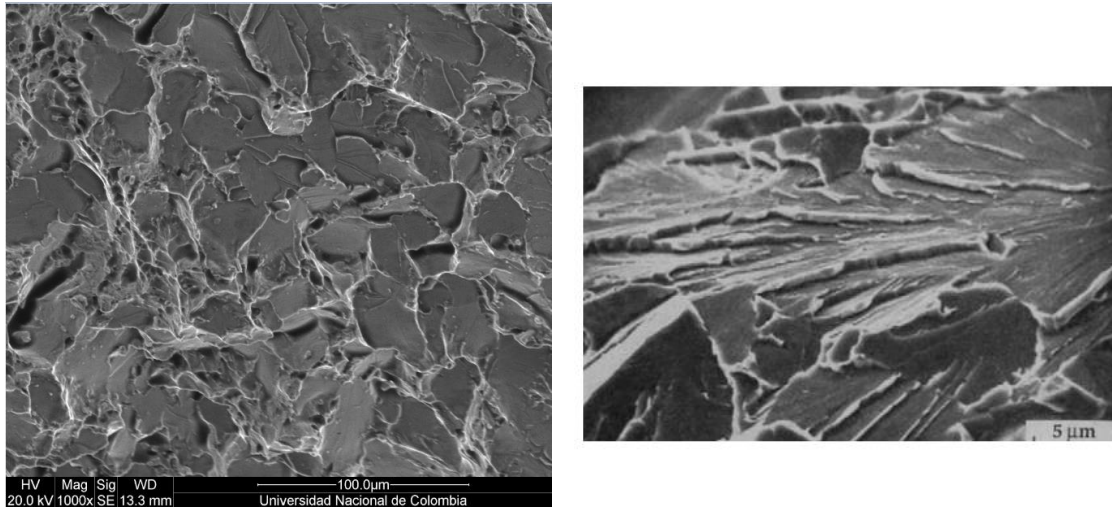


- Fractura frágil transgranular (clivaje)

La fractura por clivaje es un mecanismo de fractura que se caracteriza por tener una propagación de altísima velocidad mediante la separación de enlaces atómicos sobre planos cristalográficos determinados. Los planos de clivaje preferentes para la separación son todos los de menor densidad de empaquetamiento ya que la distancia interplanar es menor y el número de enlaces a separar es menor. La orientación nominal del clivaje es perpendicular al esfuerzo principal máximo, sin embargo la dirección de propagación de la grieta tiende a cambiar de plano cuando pasa de un grano a otro, ya que la grieta sigue el plano de clivaje de orientación más favorable en cada grano [20], [21], [25].

En la Figura 1-9a se observa una fractura típica por clivaje la cual se caracteriza por presentar alta reflectividad proporcionando un aspecto brillante observable a simple vista. Una grieta puede crecer en un grano simultáneamente en dos planos cristalográficos paralelos formando un escalón característico. Una cantidad de estos escalones se pueden juntar formando lo que se denomina marca de río y se puede observar en la Figura 1-9b, esta forma característica se forma por los límites de grano.

Figura 1-9: Superficie de fractura frágil de un acero de bajo carbono donde se evidencian las facetas de clivaje [20].



a)

b)

- Fractura frágil intergranular

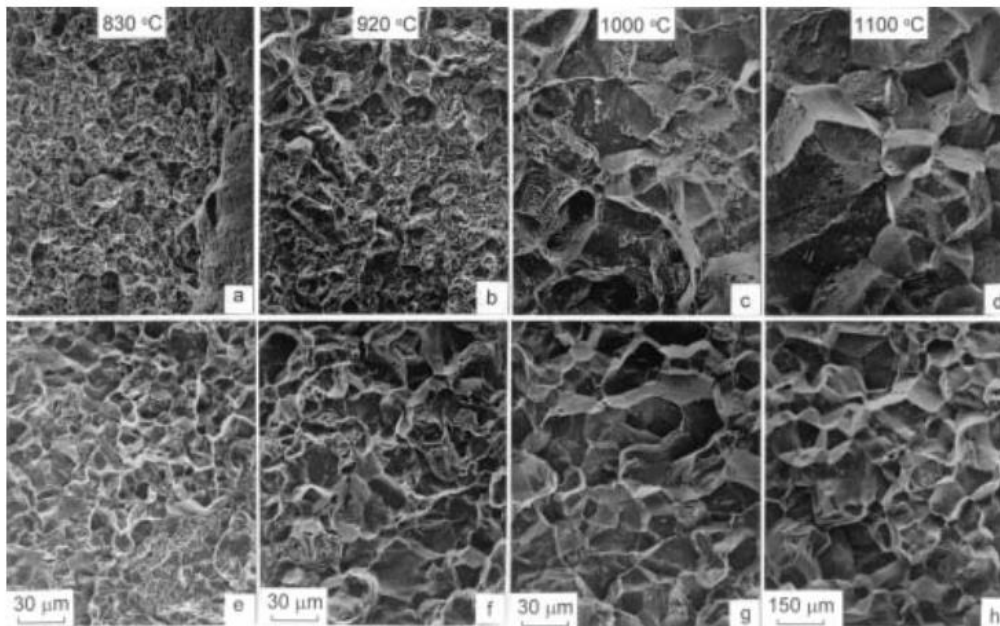
La fractura intercrystalina o intergranular es también típica de las fracturas frágiles y se caracteriza porque el frente de grieta avanza por los bordes de grano austenítico primario. Este tipo de fractura descohesiva involucra poca o ninguna deformación, normalmente es generada por un ambiente reactivo (fragilización por hidrógeno) o por características específicas de la microestructura como lo son películas o partículas frágiles de segunda fase que se forman sobre los bordes de grano. Los bordes de grano son los sitios de menor punto de fusión en cualquier aleación, por lo que son caminos fáciles para la difusión y sitios para la segregación de elementos como hidrógeno, azufre, fósforo, antimonio, arsénico y carbono [26] [27]. La presencia de estos elementos en el borde de grano puede reducir significativamente la capacidad cohesiva de los límites de grano promoviendo una fractura descohesiva.

La fractura de aceros de alto carbono a menudo ocurre a lo largo de los límites de grano. La fractura intergranular en este caso se debe a una combinación entre segregación de impurezas y una subsecuente formación de carburos en los bordes de grano austenítico. Estudios sugieren que la segregación de fósforo durante la austenización podría promover o acelerar la formación de una delgada capa de cementita en los límites de grano durante

el temple. También se ha encontrado que no sólo en el proceso de temple se genera la fragilización, pues a temperaturas de revenido entre 260°C y 370°C se presenta la fragilización por martensita revenida (TME *Temper Martensite Embrittlement*, por sus siglas en inglés) la cual se asocia con la descomposición de la austenita retenida a cementita. Cuando el revenido se realiza entre 375°C y 575°C se presenta fragilización por revenido (TE *Temper Embrittlement*, por sus siglas en inglés) como resultado de la segregación de elementos de aleación como arsénico, fósforo y estaño hacia los límites de grano [28]–[31].

En la Figura 1-10 se muestra las superficies de fractura de probetas de impacto Charpy de un acero AISI 5160 austenizado desde 830°C, 920°C, 1000°C, 1100°C y templado en aceite calmado (a – d). En la Figura 1-10 (e – h) se muestra el mismo acero sometido a las mismas temperaturas de austenización pero con un mayor contenido de impurezas. Es posible notar la influencia de la temperatura de austenización y del contenido de impurezas (medido por la cantidad de fósforo en el acero), aumentando el grado de fragilidad y promoviendo mayor área de fractura intergranular.

Figura 1-10: Superficies de fractura de un acero AISI 5160 sometido a diferentes temperaturas de austenización con a) bajo y b) alto contenido de fósforo [32].



1.3 El proceso de fatiga de materiales

De acuerdo con el estándar ASTM E1823-10^a la fatiga es definida como el proceso de cambio progresivo estructural localizado en un material sometido a condiciones que producen esfuerzos y deformaciones fluctuantes en algún punto o varios puntos del componente estructural, y, que puede finalizar con grietas o con la fractura completa luego de una cantidad suficiente de fluctuaciones [19]. En otras palabras, la fatiga se relaciona con la degradación y eventual fractura de un componente el cual se encuentra sometido a variaciones de carga en el tiempo, aun cuando estas cargas producen esfuerzos de magnitud muy por debajo inclusive de la resistencia a la fluencia de los materiales del componente.

El estudio del fenómeno de la fatiga inicia en el siglo XIX cuando investigadores europeos se interesan por encontrar la causa de que puentes y ferrocarriles sujetos a carga variable se fracturen a menudo. Con el crecimiento de la industria, el uso de metales se incrementó y por lo tanto también aumentaron los casos de fallas. Hacia mediados del siglo XIX A. Wohler propone un método para mitigar estos casos, lo que resulta en el primer enfoque para el análisis de la fatiga, llamado esfuerzo – vida, y donde se proponen las leyes de Wohler. No fue sino hasta 50 años después del trabajo de Wohler que el primer libro sobre fatiga es publicado por el inglés Gough [24]. A finales del siglo XIX se continúa con el estudio del fenómeno de la fatiga, donde autores como Rankine en Inglaterra y Neuber en Alemania, centran su trabajo en el efecto de entallas y discontinuidades sobre los esfuerzos y deformaciones de los materiales. El siglo XX es definitivo para el estudio de la fatiga, ya que se producen grandes avances en el entendimiento de los materiales, lo cual conlleva al desarrollo de diferentes enfoques para explicar este fenómeno. Hacia 1903 los ingleses Hewing y Humfrey, utilizando el microscopio óptico realizan probablemente el primer análisis metalúrgico de daño en materiales [22]. El estudio de la fatiga tiene un impulso fundamental cuando se introducen conceptos de la mecánica de fractura de cuerpos agrietados, donde el esfuerzo y la deformación son sustituidos por un campo de esfuerzos y deformaciones alrededor de la punta de la grieta, Irwin lo llamó factor de intensidad de esfuerzos. Entre 1961 y 1962 P. Paris demuestra y describe analíticamente la dependencia del crecimiento de grietas por fatiga del factor de intensidad de esfuerzos [22], [33].

1.3.1 Análisis de la fatiga mediante el enfoque de tolerancia al daño

El enfoque de tolerancia al daño, nace con la incursión de la ciencia de la mecánica de fractura en el estudio del fenómeno de la fatiga, por lo que también es llamado enfoque de la mecánica de fractura en la propagación de grietas por fatiga.

Previo a los años 60 se realizaron numerosos estudios con el fin de caracterizar la propagación de grietas por fatiga en función del rango de esfuerzo aplicado $\Delta\sigma$ y del tamaño de la grieta, apareciendo expresiones como la Ecuación (1.4) donde p y q son constantes experimentales.

$$\frac{da}{dN} \propto \Delta\sigma^p a^q \quad (1.4)$$

En un proceso de fatiga cuando los esfuerzos son lo suficientemente pequeños, la zona plástica inducida en la vecindad de la punta de la grieta puede considerarse como una singularidad de tipo $1/\sqrt{r}$ en el campo del comportamiento elástico global, dado por la Ecuación (1.5), siendo posible aplicar la mecánica de fractura lineal elástica.

$$\sigma_{ij} = \frac{K_I}{\sqrt{2\pi r}} \cdot f_{ij}(\theta) \quad (1.5)$$

Paris y colaboradores sugieren que para una variación cíclica de esfuerzos, el crecimiento de grietas lo caracteriza la variación cíclica del factor de intensidad de esfuerzos, la cual se expresa mediante la Ecuación (1.6), donde $\Delta K = K_{max} - K_{min}$ y corresponden a los factores de intensidad de esfuerzos cuando el esfuerzo nominal es máximo y mínimo (Ecuación (1.7)) [25],

$$\Delta K = Y \cdot \Delta\sigma \cdot \sqrt{\pi a} \quad (1.6)$$

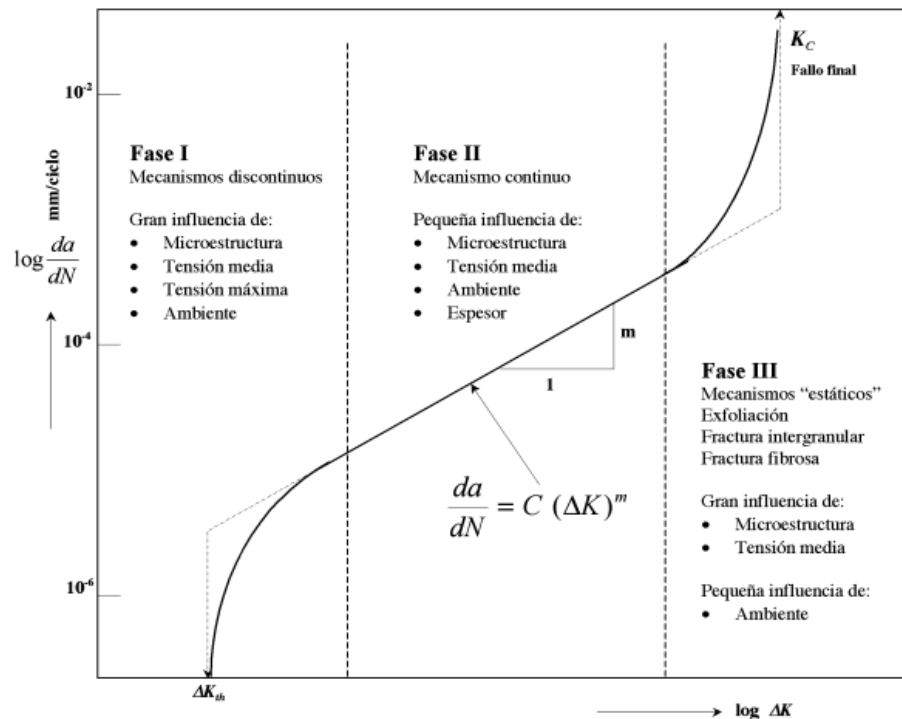
$$K_{max} = Y \cdot \sigma_{max} \cdot \sqrt{\pi a} ; K_{min} = Y \cdot \sigma_{min} \cdot \sqrt{\pi a} \quad (1.7)$$

En 1961 Paris, Gómez y Anderson basados en estudios de mecánica de fractura, proponen una ley empírica que unificaba todos los datos de crecimiento de grietas por fatiga conocida como Ecuación de Paris (o Paris – Erdogan), Ecuación (1.8), donde da/dN es el

incremento de la longitud de la grieta por ciclo de carga, ΔK el rango del factor de intensidad de esfuerzos y C junto con m son constantes que dependen del material y se determinan experimentalmente mediante el ensayo de medición de grietas por fatiga, descrito posteriormente en la Sección 1.4. Estas constantes dependen de la naturaleza del material y del ambiente, con variables como lo son la microestructura y la temperatura, respectivamente.

Por lo general el modelo de Paris se representa en coordenadas doblemente logarítmicas; en las abscisas la variación del factor de intensidad de esfuerzos ΔK y en las ordenadas la velocidad de crecimiento de grietas da/dN originando una curva con tres etapas diferentes (Figura 1-11); la primera etapa se conoce como la fase de nucleación de grietas, la segunda etapa como región de propagación estable y la tercera etapa final cuando se llega a la propagación inestable de la grieta provocando fractura súbita. Este modelo de Paris ha sido ampliamente aceptado ya que experimentalmente se ha demostrado que explica el comportamiento a fatiga de la mayoría de materiales [22], [25], [33].

Figura 1-11: Curva característica de una propagación de grieta en un material dúctil [25].



Conociendo C y m es posible determinar el número de ciclos que se necesitan para que la grieta crezca de un tamaño inicial hasta un tamaño final, como se muestra en la Ecuación (1.9), o el tamaño de una grieta después de un determinado número de ciclos, Ecuación (1.10) [22].

$$\frac{da}{dN} = C(\Delta K)^m \quad (1.8)$$

$$N = \int_{a_0}^{a_f} \frac{da}{\Delta K^m} \quad (1.9)$$

$$a = \int_0^N \Delta K^m dN \quad (1.10)$$

1.3.2 Mecanismos de propagación de grietas por fatiga

La ecuación de Paris es válida para el crecimiento de grietas bajo ciclos de carga en modo I de amplitud constante, garantizando también que tales ciclos de carga no alcancen condiciones de impacto ni el valor crítico K_{Ic} . De acuerdo con el modelo de Paris, se tienen tres etapas en la vida de un componente sometido a cargas fluctuantes (Figura 1-12), las cuales se diferencian en el mecanismo de propagación a nivel microscópico. La etapa I es llamada la fase de nucleación de la grieta, la cual cubre la mayor parte de la vida de un componente que es sometido a cargas fluctuantes. La etapa dos o etapa de crecimiento estable es la región en la cuál es válida la ecuación de Paris, Ecuación (1.8), típicamente entre 10^{-6} y 10^{-4} *mm/ciclo*. La etapa tres o región de crecimiento inestable sucede cuando la grieta alcanza un tamaño crítico, asociado a su K_{Ic} , y se presenta fractura de tipo monotónica o estática.

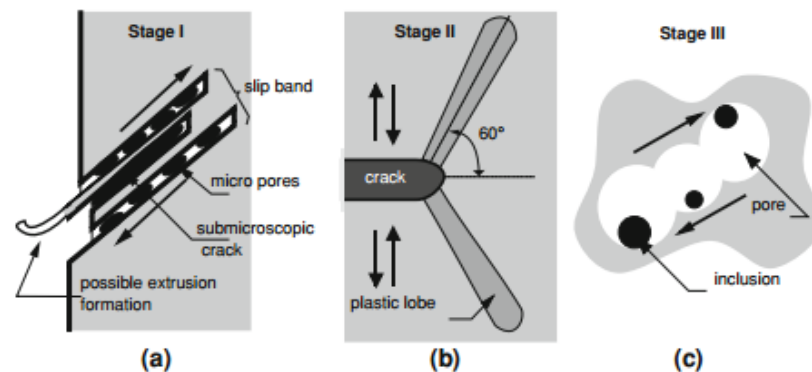
- Etapa I: Nucleación de microgrietas

En componentes de máquina o estructurales las grietas por fatiga se originan cerca de la superficie, donde a menudo el esfuerzo normal es mayor, y donde hay variaciones geométricas sobre las superficies que causen concentraciones de esfuerzos (entallas, marcas de fabricación, cambios de sección, inclusiones y otras partículas de segunda

fase). Estas regiones que concentran tensiones permiten que por medio de la aplicación de esfuerzos fluctuantes por debajo de la fluencia, se generen sub-regiones microscópicas de concentración de deformaciones plásticas del tamaño de unos pocos granos, originando bandas de deslizamiento que eventualmente darán lugar a pequeñas grietas. La ecuación de Paris implica que para cualquier rango del factor de intensidad de esfuerzos en modo I de carga, sin importar cuán pequeño sea, resultará en un valor positivo de velocidad de crecimiento de grietas que tiende a cero, el cual es valor límite o umbral para ΔK .

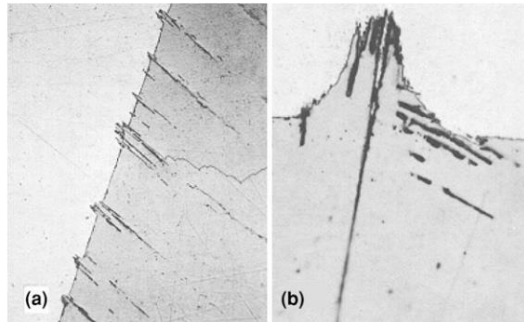
En metales monofásicos con microestructura altamente homogénea las grietas por fatiga son formadas por el desarrollo gradual de bandas originadas por esfuerzos cortantes en la dirección de los planos de deslizamiento del grano en que se produce el avance, llamadas Bandas de Deslizamiento Persistentes (PSBs *Persistent Slip Bands*, por sus siglas en inglés). Durante el ciclo de carga algunas de estas bandas son presionadas hacia afuera en la dirección del deslizamiento con respecto a la superficie del material, llamadas extrusiones, cuando se forman hacia adentro se llaman intrusiones, como se muestra en la Figura 1-13.

Figura 1-12: Etapas de la propagación de grietas por fatiga [25].



Esta primera etapa es absolutamente dependiente de las características plásticas del material sometido a carga fluctuante, así como del nivel de tensión aplicado y la extensión de la zona plástica de deslizamiento. Existe gran variedad de modelos que tratan de explicar la formación de microgrietas a partir de bandas de dislocaciones; dentro de los más destacados se encuentran el modelo de Neumann, Forsyth y el modelo de Cottrell – Hull.

Figura 1-13: Instrusiones y extrusiones en una muestra de a) cobre y b) Fe₃ Si [22].



- Etapa II: Propagación estable de grietas por fatiga

El crecimiento de grietas por fatiga se considera como un efecto de los factores intrínsecos microestructurales que promueven el avance de las grietas y los factores extrínsecos los cuales retardan el crecimiento de la grieta, muchas veces en la parte trasera de la punta de la grieta. En materiales metálicos, los factores intrínsecos envuelven procesos en los cuales se crean microgrietas o microvacíos, por apilamiento de dislocaciones o la descohesión entre fases sobre las regiones sometidas a mayor esfuerzo. Por otro lado los factores extrínsecos resultan de la creación de zonas inelásticas, alrededor de la región delantera de la grieta por el contacto entre las superficies de fractura por soldadura, deslizamientos o alguna combinación entre ellas [34]–[36].

Las fallas por fatiga en metales son caracterizadas por obedecer a un mecanismo de estriación dúctil y transgranular. Las estrías corresponden al crecimiento local por ciclo de carga y se cree que se forman a través un mecanismo de apertura y embotamiento (pérdida de filo) cuando se carga, seguido por el afilado de la grieta cuando se descarga (Figura 1-14). Algunos modelos explican este fenómeno como el hecho de que la zona plástica es lo suficientemente grande comparada con la microestructura, la cual es acomodada o relajada mediante el cizallamiento de dos sistemas de deslizamiento aproximadamente a 45° del plano de la grieta. En la Figura 1-15 es posible observar las estrías típicas por las que una grieta se propaga por fatiga.

Figura 1-14: Mecanismos de propagación de grietas por fatiga.

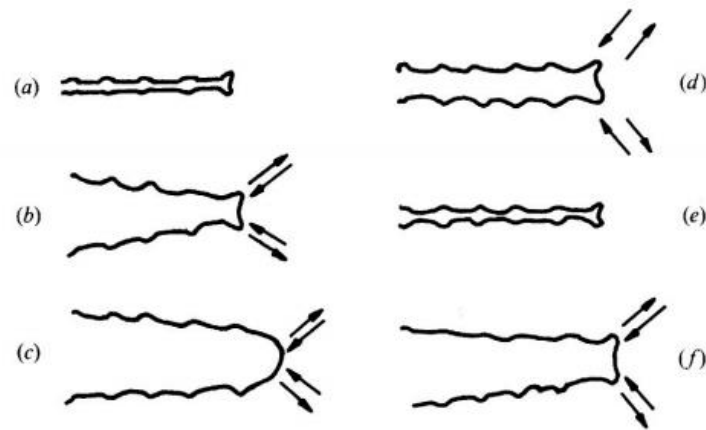
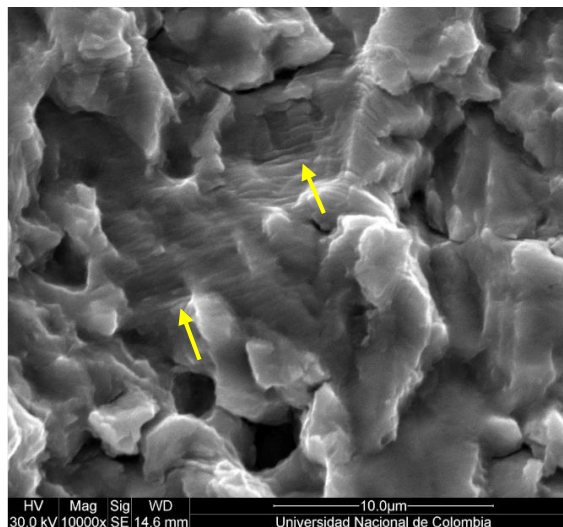


Figura 1-15: Estrías típicas de la propagación de grietas por fatiga en un acero de bajo carbono.



- Etapa III: Propagación inestable de grietas

Debido a la propagación estable de la grieta por fatiga, gradualmente la sección transversal se reduce, debilitando la sección remanente y conllevando a que con poco valor de carga el componente se fracture. Dicha fractura tendrá características de propagación de acuerdo con los modos estáticos o monotónicos de fractura (Sección 1.2.1).

1.4 Estándares utilizados en los ensayos mecánicos

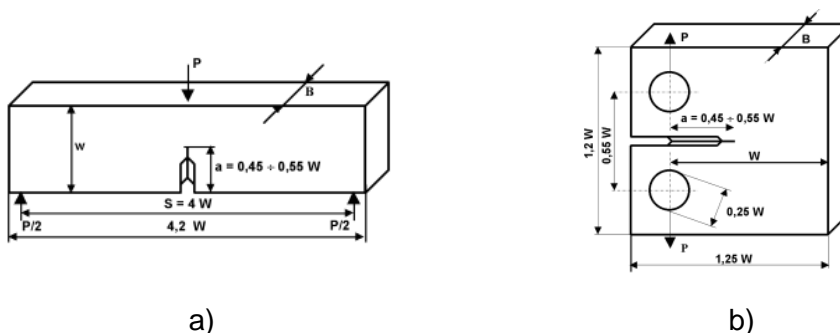
Los ensayos mecánicos se llevaron a cabo de acuerdo con los procedimientos sugeridos en las normas ASTM E399-09 y ASTM 1820-11 para la medición de la tenacidad de fractura y el método para determinar la velocidad de crecimiento de grietas por fatiga fue el que se sugiere en la norma ASTM E647-13.

1.4.1 Tenacidad de fractura: ASTM E399-09 ASTM E1820-11

El método descrito en la norma ASTM E399-09 cubre la determinación de la tenacidad de fractura (K_{Ic}) de materiales metálicos bajo un estado predominantemente lineal – elástico de deformación plana, utilizando una probeta preagrietada por fatiga para espesores mayores a 1,6 mm.

El estándar sugiere una variedad de probetas para la medición de tenacidad de fractura, pero las probetas de flexión y compacta son las más utilizadas (Figura 1-16). Para que estas probetas cumplan con las condiciones de plasticidad en la punta de la grieta, la geometría de la probeta debe cumplir con las condiciones mostradas en la Ecuación (1.11), por lo que siempre es necesario asumir un valor de K_{Ic} . La grieta inicial a se establece mediante un pre-agrietamiento por fatiga en la raíz de la entalla, la cual debe tener un tamaño no menor a $0,05W$ para eliminar los efectos de la fabricación de la entalla, su longitud debe encontrarse entre $0,45W$ y $0,55W$. Para la probeta de flexión en tres puntos el factor de intensidad de esfuerzos se muestra en la Ecuación (1.12).

Figura 1-16: Probeta a) de flexión en tres puntos para medición de tenacidad de fractura y b) compacta para medición de velocidad de crecimiento de grietas por fatiga [25].



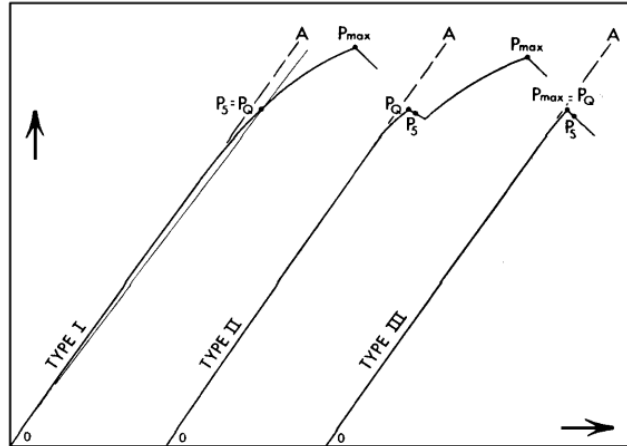
$$a, B, W/2 \geq 2,5 \left(\frac{K_{Ic}}{S_y} \right)^2 \quad (1.11)$$

$$K_I = \frac{PL}{BW} \left[2,9 \left(\frac{a}{W} \right)^{1/2} - 4,6 \left(\frac{a}{W} \right)^{3/2} + 21,8 \left(\frac{a}{W} \right)^{5/2} - 37,6 \left(\frac{a}{W} \right)^{7/2} + 38,7 \left(\frac{a}{W} \right)^{9/2} \right] \quad (1.12)$$

Cuando la probeta se encuentra pre-agrietada por fatiga se realiza el ensayo de flexión en tres puntos aplicando una carga P progresivamente, registrando la apertura de la entalla en función de la carga aplicada hasta que la fractura sucede y obteniendo una curva de carga P contra señal de desplazamiento relativo v en la apertura de la grieta. En materiales metálicos reales es inevitable la desviación, en algún grado, del comportamiento lineal y es probable que ocurra una propagación estable de la grieta que precede a la fractura final. Esta propagación estable se asocia con el efecto "pop-in" y se presenta en el gráfico como un pequeño escalón, donde el crecimiento de grieta se detiene por la caída de la carga y por el aumento de la resistencia en la punta de la grieta. Según la norma se debe determinar un factor de intensidad de esfuerzos K_Q que se calcula a partir de una carga P_Q , la cual se determina trazando una línea secante OP_5 a partir del origen de la curva con una pendiente $(P/v)_5 = 0,95(P/v)_0$ donde $(P/v)_0$ es la tangente OA de la parte inicial de curva (Figura 1-17). El punto de intersección de la secante con la curva define la carga P_5 . Si la carga en cada punto de la curva que precede a P_5 es menor que P_5 , entonces la carga $P_Q = P_5$ (Figura 1-17 Tipo I); por otro lado, si se presenta una carga máxima que precede a P_5 la cual es mayor que P_5 , entonces esta carga máxima corresponde a P_Q . Si la relación P_{max}/P_Q es mayor que 1,1 el ensayo no es válido para determinar K_{Ic} . Una vez determinada P_Q se calcula K_Q mediante la Ecuación (1.12) y si cumple la relación mostrada en la Ecuación (1.13), entonces $K_Q = K_{Ic}$.

Si no se cumple la condición de carga ($P_{max}/P_Q \geq 1,1$) ni la condición de elasticidad (1.12) se sugiere evaluar una probeta de tamaño mayor para poder determinar K_{Ic} . Cuando el material de prueba presenta una combinación de elevada tenacidad y baja resistencia a la fluencia, es posible que requiera probetas de tamaño muy grande.

Figura 1-17: Gráfica de esfuerzo – deformación para determinación de la tenacidad de fractura [25].



$$a, B, W/2 \geq 2,5 \left(\frac{K_Q}{S_y} \right)^2 \quad (1.13)$$

Si no es posible la modificación del tamaño de la probeta para cumplir con las condiciones requeridas en la norma ASTM E399, entonces se recomienda evaluar la tenacidad de fractura bajo el concepto de la integral J. Los parámetros de intensidad de esfuerzo K_I y de rata de liberación de energía G_I son válidos cuando la deformación plástica en el frente de grieta tiene lugar a escala pequeña.

El concepto de tenacidad de fractura bajo la mecánica de fractura lineal elástica es válido también cuando se presenta deformación plástica considerable en el frente de grieta, con relación a la geometría de la probeta. Mediante el empleo de la integral J, la cual describe la rata de decrecimiento de la energía de deformación por unidad de espesor, U , por el aumento de tamaño de grieta a (1.14). Para el caso de un material lineal elástico $G_I = -\partial U/\partial a$, por lo que es posible esperar que J_I tenga un valor crítico, denominado J_C , al cual ocurre un crecimiento incipiente de grieta.

$$J_I = -\frac{\partial U}{\partial a} \quad (1.14)$$

Se considera que un criterio de fractura mediante el empleo del concepto de integral J es más universal que el criterio de tasa de liberación de energía G, debido a que es aplicable a casos en que se tiene un crecimiento de grieta y fractura con una deformación plástica apreciable en el frente de una grieta. La norma ASTM E1820-11 da un método de ensayo para determinar el valor de J_I de iniciación de crecimiento de grieta (J_C). Cuando se tiene un comportamiento elástico – lineal, es decir que el tamaño de la zona plástica es mucho menor que cualquier dimensión característica del cuerpo, se tiene la equivalencia de parámetros fractomecánicos (1.15). En consecuencia cada uno de los tres alcanza un valor crítico y el criterio de fractura se puede expresar en términos de cada uno de ellos [23], [37].

$$J_I = G_I = K_I^2/E \quad (1.15)$$

1.4.2 Velocidad de crecimiento de grietas por fatiga: ASTM E647-13

La medición sugerida en la norma ASTM E647 (Standard Test Method for Measurement of Fatigue Crack Growth Rate in Metallic Materials) cubre la determinación de la velocidad de crecimiento de grietas desde el régimen cercano al umbral (K_{TH}) hasta valores cercanos al crecimiento inestable K_{max} . Los resultados se muestran en términos de la variación o rango del factor de intensidad de esfuerzos alrededor de la punta de la grieta, definido por la teoría de la mecánica de fractura lineal elástica.

Existe una variedad de procedimientos para el cálculo de las velocidades de crecimiento de grietas, el método óptimo lo determina la magnitud de velocidad que se requiere medir. En este caso se utiliza una probeta entallada para generar pre-agrietamiento por fatiga y eliminar cualquier efecto que pueda generar la fabricación de la entalla. Posterior al pre-agrietamiento, el tamaño grieta es medido en función del número de ciclos de carga que es aplicado sobre la probeta y luego éstos datos son sometidos a análisis numérico para establecer la velocidad de crecimiento de grietas por fatiga, caracterizando así la ecuación de París (Sección 1.3.1). Esta velocidad de crecimiento de grietas por fatiga se expresa en función del rango del factor de concentración de esfuerzos, da/dN versus ΔK ,

caracterizando la resistencia al crecimiento estable de grietas bajo carga cíclica en función de las bases de la mecánica de fractura lineal elástica.

Los dispositivos utilizados al realizar los ensayos deben garantizar una correcta alineación de la carga aplicada, de lo contrario es posible que la grieta crezca de forma variable de manera que la medición resulte no válida. Estos accesorios dependen del tipo de probeta utilizada, las cuales se muestran en la Figura 1-18. En la Figura 1-19 se muestra el detalle de los requerimientos para el preagrietamiento por fatiga, se sugiere fabricar la entalla por electro erosionado por hilo (EDM, *Electro Discharge Machining*).

La probeta compacta de tensión tiene ventaja sobre las otras porque es la que menor cantidad de material de prueba requiere para evaluar el comportamiento a fatiga y se recomienda que la sollicitación sea de tipo repetida, en el cual la probeta se somete a esfuerzos de tracción todo el tiempo ya que los esfuerzos de compresión pueden influir en la medición por efecto del cerramiento de grieta (*crack closure*).

Figura 1-18: Probetas utilizadas para la medición de la velocidad de crecimiento de grietas a) probeta compacta a tensión, b) probeta a tensión con entalla central y c) probeta a tensión excéntricamente cargada.

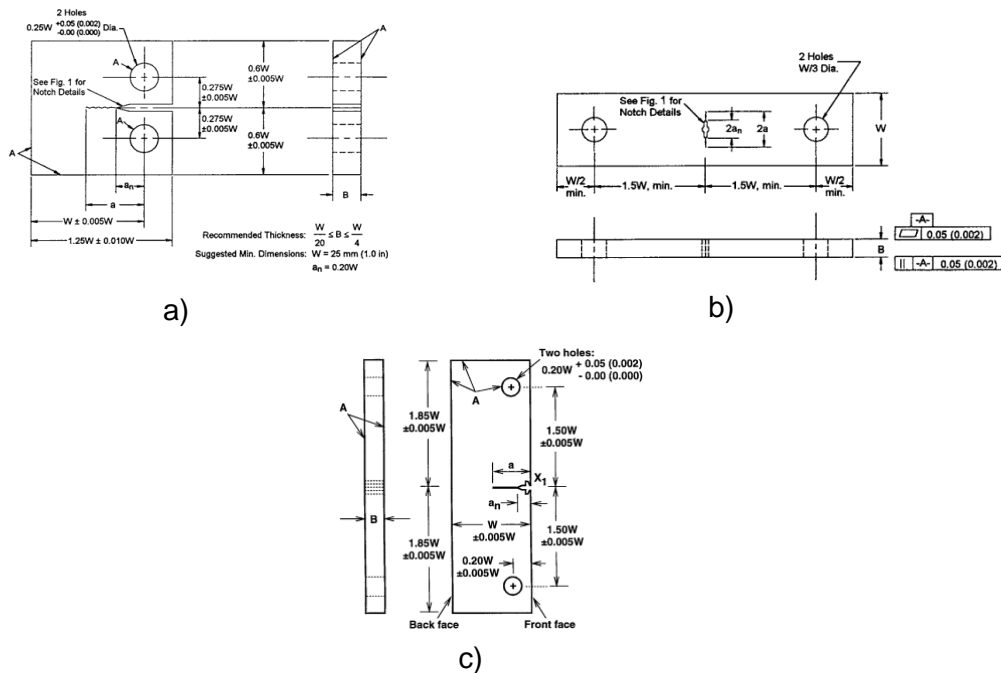
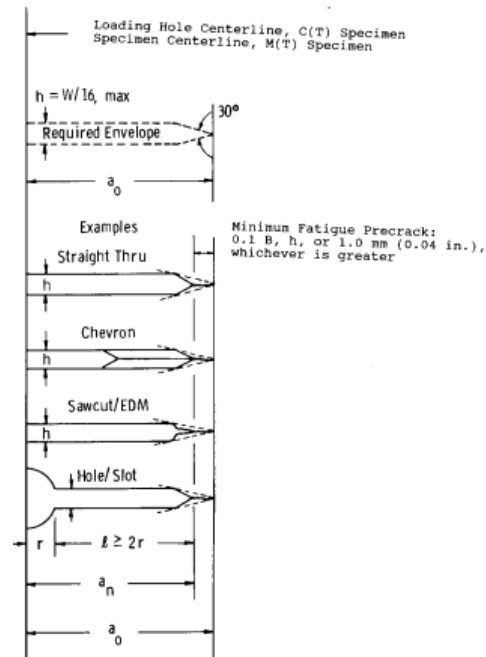


Figura 1-19: Requisitos para el preagrietamiento por fatiga de acuerdo con los diferentes tipos de entalla.



Una vez preagrietada la probeta se procede al registro del tamaño de grieta en función de la cantidad de ciclos transcurridos por medio de una técnica visual capaz de resolver extensiones de grieta de 0,1 mm (0,004 in) o 0,002W. Para mediciones con técnicas ópticas se recomienda pulir la superficie de la prueba e iluminar indirectamente, así como incluir marcas dentro del material o con materiales externos a la probeta. Esta medición es posible realizarla con una lupa de 20 a 50x y una grilla de referencia sobre la superficie de propagación.

Otro método sugerido para la medición del tamaño de grieta en función del número de ciclos de carga aplicado es por medio de diferencias de potencial eléctrico, en donde se hace pasar una corriente eléctrica constante por un material de resistencia eléctrica conocida y se miden las diferencias de potencial a medida que aumenta el tamaño de grieta. Esto es posible ya que al disminuir el área de ligadura manteniendo la corriente y la resistencia constante, necesariamente el voltaje debe variar de acuerdo con la ley de Ohm.

La velocidad de crecimiento de grietas por fatiga se determina a partir de los datos del tamaño de grieta versus el número de ciclos de carga. Se recomienda aproximar utilizando el método de la secante para la diferenciación numérica o por incrementos polinomiales, los cuales se describen en el apéndice X1 de la norma ASTM E647. Una vez calculada la velocidad de crecimiento de grietas, se procede a determinar la variación del factor de intensidad de esfuerzos de acuerdo con la geometría de probeta seleccionada.

2.Desarrollo Experimental

Dentro del presente capítulo se encontrará información acerca de los métodos, herramientas, técnicas y procedimientos utilizados durante toda la experimentación, iniciando con la caracterización del material de prueba con el que se fabricaron las probetas para realizar los ensayos mecánicos, junto con los métodos utilizados para su fabricación.

Posteriormente se muestran los resultados de varias pruebas piloto realizadas para seleccionar los tratamientos definitivos y para determinar la variabilidad de cada una de las propiedades a medir. Se realiza una serie de tratamientos sobre probetas de impacto Charpy con diseño factorial 2^3 , en el que las variables son las temperaturas de tratamiento dentro de cada una de tres etapas, luego con los resultados se realiza una selección de tratamientos que se implementan sobre las probetas para tenacidad de fractura y fatiga. También se realiza una prueba piloto de tenacidad de fractura y de velocidad de crecimiento de grietas por fatiga para calcular luego los tamaños de muestra recomendados.

2.1 Material de prueba y fabricación de probetas

El acero AISI SAE 5160H puede ser clasificado como un acero de baja aleación con alto contenido de carbono, caracterizado por su alta templabilidad y resistencia a la tracción, acompañado de buena tenacidad y por lo tanto aceptable resistencia a la fatiga. Las propiedades de este acero lo hacen atractivo para aplicaciones en donde absorber energía es la prioridad, por lo que es muy utilizado como resortes de ballesta para automotores de

carga. Este acero también es común para la fabricación de cuchillos para cacería y cuchillas para molinos de caña de azúcar, ya que también está dotado de buena resistencia al desgaste.

Por su composición, en el acero AISI SAE 5160H es susceptible de múltiples tratamientos térmicos con el fin de obtener diferentes microestructuras, de manera que se tiene una amplia variedad en propiedades también. La composición química se muestra en la Tabla 2-1, donde es posible apreciar que el elemento de aleación más significativo es el Cromo. La colada No 1 se utilizó para las probetas de impacto y tenacidad de fractura, mientras que las probetas para la medición de la velocidad de crecimiento de grietas fueron fabricadas con la colada No 2.

Tabla 2-1: Composición de un acero AISI SAE 5160 medida mediante espectrómetro óptico de emisión.

	%C	%Mn	%Cr	%Si	%P	%S
Colada No 1	0,640	0,828	0,847	0,249	0,020	0,004
Colada No 2	0,642	0,797	0,822	0,188	0,013	0,007

El cromo generalmente es agregado para incrementar la resistencia a la corrosión y a la oxidación, aumenta la templabilidad, mejora el trabajo a altas temperaturas y la resistencia al desgaste si el acero posee altos contenidos de carbono, debido a que es un gran formador de carburos. Se ha encontrado que cuando se adiciona cromo a una aleación ferrosa, este elemento tiene tendencia a disolverse en la ferrita, sin embargo si existe un porcentaje considerable de carbono, el cromo tenderá a la formación de una variedad de carburos que dotan al acero de muy buenas propiedades.

La microestructura típica de un acero 5160H templado, es un arreglo de cristales de martensita de tipo laminar con una dispersión fina de carburos dentro y alrededor de ellos, también son formados en los límites de grano de la austenita primaria. Estudios sugieren que los carburos no tienen tanta influencia sobre las propiedades mecánicas estudiadas, pero sí en las características de la fractura de estructuras endurecidas, pues si la matriz

martensítica es lo suficientemente dúctil estas partículas funcionan como sitios de nucleación de microvacíos. Dependiendo también del contenido de impurezas del acero, una variedad de partículas de segunda fase se forman en los límites de grano de la austenita primaria, aumentando la probabilidad de obtener fractura intergranular. Para disminuir la fragilidad del acero templado este es sometido a un proceso de revenido aumentando la tenacidad y la ductilidad, sin embargo se ha encontrado que este tratamiento post-temple también origina y aumenta el tamaño de partículas de segunda fase, como lo son variedad de carburos, siendo los causantes de diversas formas de fragilización.

El tratamiento térmico de un acero AISI SAE 5160H está determinado por las curvas de enfriamiento isotérmico y enfriamiento continuo, Figura 2-1 y Figura 2-2 [26].

Figura 2-1: Curva de enfriamiento isotérmico para el acero AISI SAE 5160H [38].

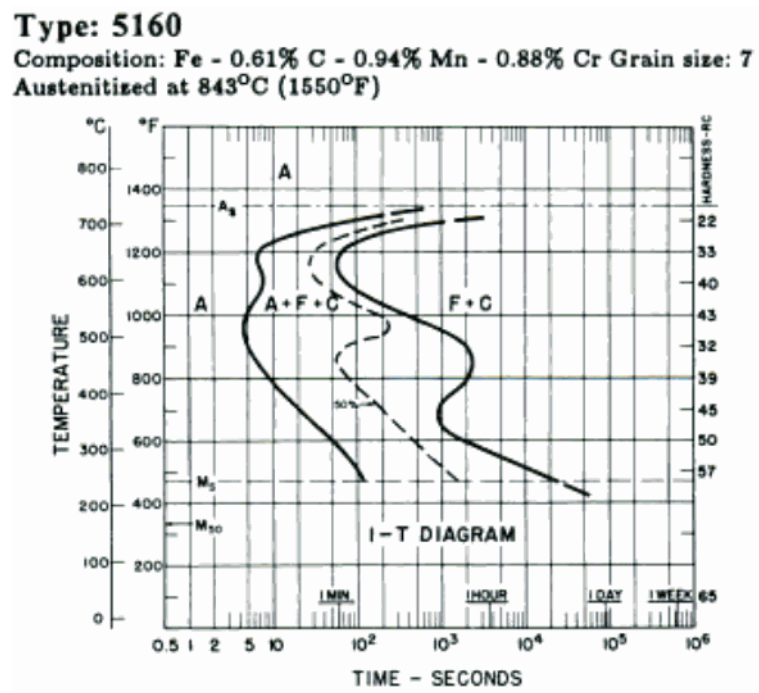
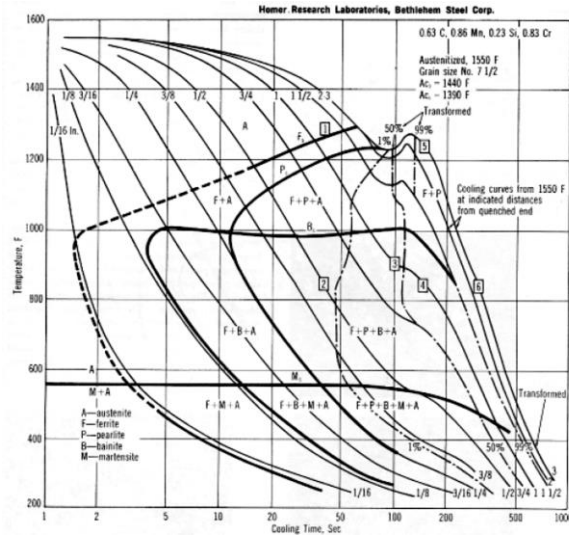


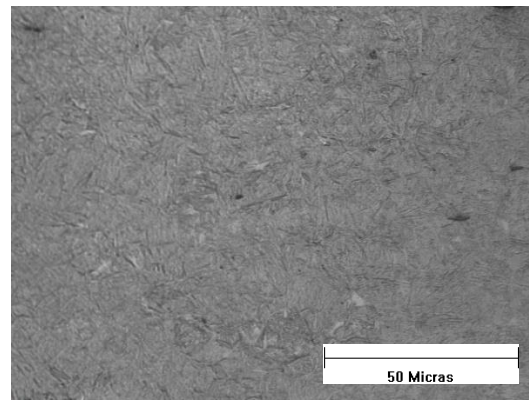
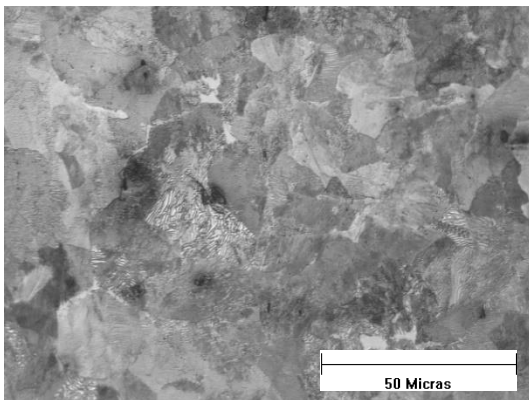
Figura 2-2: Curva de enfriamiento continuo para un acero AISI SAE 5160 [38]



El material de prueba fue suministrado por Industrias Metálicas Asociadas IMAL en platina de 80x15mm (colada 1) de sección transversal, con la que se fabricaron las probetas de impacto y de tenacidad de fractura. Las probetas para velocidad de crecimiento de grietas se fabricaron en platina con 80x17mm (colada 2) de sección. La composición química de cada una de las coladas se encuentra en la

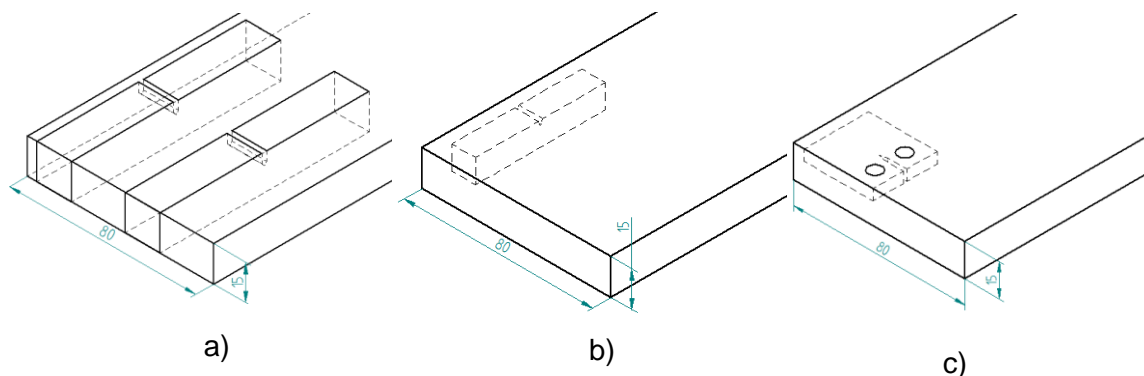
Tabla 2-1. En la Figura 2-3a se muestra la microestructura perlítica en el estado de entrega de un acero AISI 5160H mientras que en la Figura 2-3b se muestra la microestructura típica del mismo acero en estado templado.

Figura 2-3: Microestructura típica de un acero 5160H en a) estado de entrega y b) templado (800x).



Las probetas fueron cortadas de las platinas originales mediante disco abrasivo, las medidas finales fueron alcanzadas mediante mecanizado, los agujeros taladrados y las entallas cortadas por medio de electro-erosionado por hilo. La orientación de las probetas para la medición de impacto Charpy y tenacidad de fractura se determinó de acuerdo con la condición crítica de carga a la que están sometidos los resortes de ballesta, es decir en dirección del espesor. En la Figura 2-4 se muestra la orientación de las a) probetas de tenacidad de fractura y b) las probetas de impacto, ambas con el plano de fractura perpendicular al esfuerzo normal máximo bajo flexión pura. Debido a la disponibilidad de material no fue posible evaluar el crecimiento de grietas por fatiga en sentido del espesor y se realizó en dirección del ancho de la placa de material, como se muestra en la Figura 2-4 c).

Figura 2-4: Orientación de las probetas sobre el material suministrado por IMAL S.A.



2.2 Instrumentos y equipos

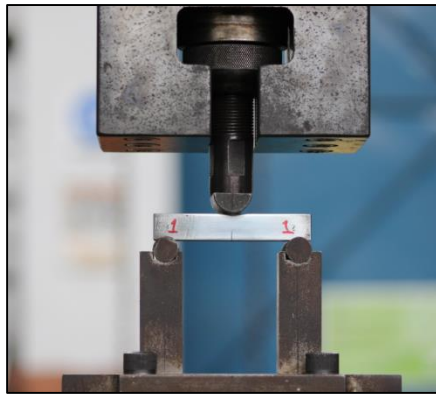
La primera parte de la investigación consistió en la evaluación de diferentes tratamientos mediante ensayos de impacto y dureza, los cuales se realizaron en una máquina de impacto Charpy WPM VEB WERKS TOFFPRUFMASCHINEN LEIPZIG con una capacidad de 30 Kg·m y una resolución de 0,1 Kg·m y un durómetro marca GNEHM HORGEN 160 con resolución de una unidad Rockwell C (1 RC). El tratamiento bajo cero se realizó por inmersión directa en un recipiente aislado al vacío con nitrógeno líquido para el caso de $-200\pm 2^{\circ}\text{C}$ y en una mezcla de nitrógeno líquido y alcohol etílico al 96% para lograr una temperatura de $-90\pm 5^{\circ}\text{C}$. Los criterios para la selección de tratamientos térmicos a evaluar sobre probetas de impacto Charpy, tenacidad de fractura y velocidad de crecimiento de grietas por fatiga se detallan en la Sección 2.4.1.

Tanto el ensayo de tenacidad de fractura como el de velocidad de crecimiento de grietas por fatiga, se realizaron en una máquina de ensayos de fatiga tipo Sonntag de marca Baldwin, modelo SF-10-U (Figura 2-5). Esta máquina tiene una capacidad de 2500 Kgf de carga estática (a tracción o compresión) y 2500 Kg en carga dinámica, por lo que es posible lograr una carga máxima de 5000 Kgf. La carga dinámica se produce por una carga vibratoria mediante un sistema gobernado por la excentricidad de una masa desbalanceada, la cual puede ser sobrepuesta a una carga estática determinada por la deformación de resortes (tensión o compresión) de constante elástica conocida. Inicialmente se realizó el pregrietamiento por fatiga para las probetas de tenacidad de fractura con aditamentos de flexión en tres puntos (Figura 2-6a)) y haciendo uso del control de carga estática a compresión. Los ensayos de velocidad de crecimiento de grietas por fatiga se realizaron fabricando nuevos accesorios para la máquina (Figura 2-6b)) y utilizando el control de carga estática a tracción, por lo que el controlador tuvo que ser reparado en varias oportunidades.

Figura 2-5: Máquina para fatiga de materiales tipo Sonntag, marca Baldwin y modelo SF-10-U.



Figura 2-6: Accesorios para fatiga de a) flexión en tres puntos y para b) tracción en probetas compactas C(T).



a)



b)

Posterior al preagrietamiento por fatiga en las probetas de flexión fueron llevadas a ensayo de flexión en tres puntos en la máquina universal de ensayos Shimadzu UH-500KN con una separación entre apoyos de 88 mm . La carga fue aplicada progresivamente a una velocidad de desplazamiento de $0,5\text{ mm/min}$.

La medición del tamaño de grieta se realizó por métodos ópticos; para el preagrietamiento por fatiga de probetas de tenacidad de fractura la probeta fue marcada en el límite máximo permitido por la norma y el crecimiento registrado mediante lupa de $40\times$, mientras que la medición del tamaño de grieta en las probetas de fatiga fue realizado mediante el registro fotográfico del crecimiento en el tiempo mediante una cámara D-SLR Canon EOS SLR1 y un lente Canon $75\text{-}300\text{mm}$. Posteriormente se realizó un tratamiento de datos con el momento de la captura para determinar el ciclaje de carga y así poder reconstruir la curva de acuerdo con el modelo de Paris ($\log da/dN$ Vs $\log \Delta K$).

La composición química se determinó mediante un espectrómetro de emisión óptica marca BAIRD modelo Spectrovac con un rango de espectro UV – VIS, mientras que la evaluación de la microestructura se realizó en el microscopio óptico marca LECO con el analizador de imágenes LECO 500. Para determinar los mecanismos de fractura estática y los de la propagación por fatiga, las superficies de fractura fueron limpiadas con ultrasonido y analizadas mediante microscopía electrónica de barrido (SEM, *Scanning Electronic Microscopy*, por sus siglas en inglés). En el microscopio TESCAN VEGA1 fueron

analizadas las probetas de tenacidad de fractura y en el microscopio FEI Quanta 200 fueron analizadas las probetas de velocidad de crecimiento de grietas.

2.3 Ensayos piloto

2.3.1 Tenacidad de Fractura

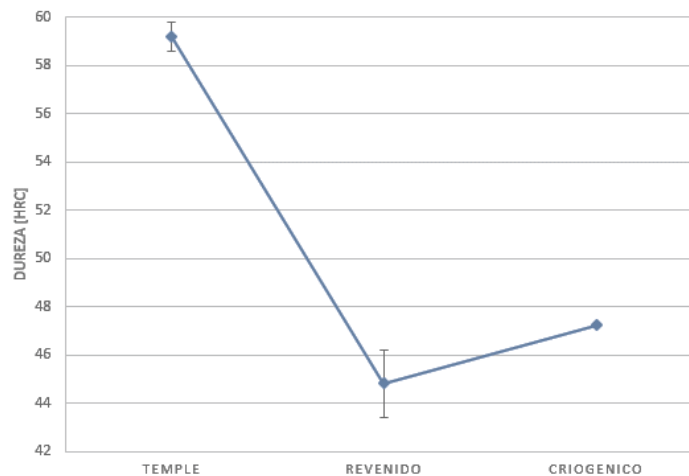
Como requisito para el cálculo del tamaño de muestra para el ensayo de tenacidad de fractura, se realizó una prueba piloto con el fin de determinar la variabilidad del ensayo. De acuerdo con los criterios para el cálculo del tamaño de muestra, el tratamiento realizado en la prueba piloto, debía ser un tratamiento que representara una condición muy cercana a los tratamientos definitivos, por lo que las probetas para esta se realizaron con los parámetros definidos en la Tabla 2-2. Las temperaturas de tratamiento se seleccionaron de acuerdo con el proceso de producción de resortes de ballesta que se realiza en la planta de Industrias Metálicas Asociadas – IMAL en donde la temperatura de austenización es de 860°C y la temperatura de revenido es de 450°C, las cuales se encuentran de acuerdo con la temperatura recomendada en la literatura para este acero. Se realiza adicionalmente un precalentamiento a 600°C para evitar decarburación sobre las muestras.

Tabla 2-2: Parámetros de tratamiento térmico para prueba piloto de K_{Ic}

Tratamiento	Precalentamiento		Austenización		Revenido		Criogénico	
	T [°C]	t [min]	T [°C]	t [min]	T [°C]	t [min]	T [°C]	t [min]
Convencional	600	10	860	15	450	60	--	--
Alternativo	600	10	860	15	450	60	-186	120

En la Figura 2-7 se muestran los resultados de dureza para la prueba piloto de tenacidad de fractura, donde se encuentra que en temple desarrolló una dureza promedio de 59 HRc, para revenido 45HRc y para el tratamiento criogénico de 47HRc.

Figura 2-7: Resultados de dureza sobre probetas de flexión en tres puntos para la prueba piloto de tenacidad de fractura.

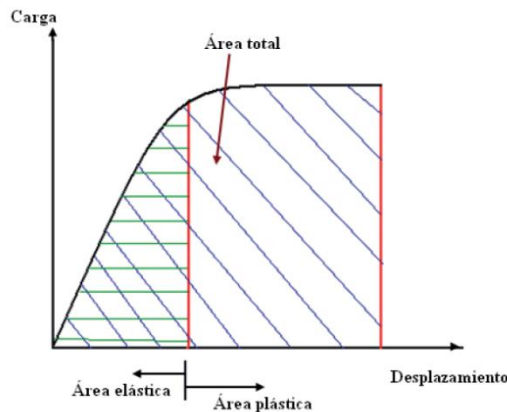


Para determinar la tenacidad de fractura del material, según la norma ASTM E-399 [39] (*Standard Test Method for Linear – Elastic Plane – Strain Fracture Toughness K_{IC} of Metallic Materials*), es necesario determinar la carga máxima de acuerdo al comportamiento de la gráfica de carga contra desplazamiento, obtenidas en el ensayo de flexión en tres puntos y determinar la carga crítica con la cual se calcula un factor de intensidad de esfuerzo crítico (descrito en la Sección 1.2) que se convierte en el valor de tenacidad de fractura. El objetivo de esta prueba piloto era determinar qué tanto puede influenciar un tratamiento con temperaturas bajo cero, posterior a un tratamiento térmico convencional estudiado en investigaciones previas, las propiedades como dureza y la tenacidad de fractura. En [40] se estudió la tenacidad de fractura en el acero AISI 5160H y encontró que más del 60% de las probetas analizadas no cumplieron con la relación de carga ($P_{max}/P_Q < 1,1$). Por esta razón se decidió determinar la tenacidad de fractura a partir de un parámetro elasto – plástico, en este caso la integral J, que cumple con estas condiciones. El procedimiento para determinar un valor de $J_{critico}$ y J_{total} está descrito en la norma ASTM E-1820 [37] (*Measurement of Fracture Toughness*).

A partir de los datos tomados por la máquina universal de ensayos y su software Trapezium, se pudo calcular el área total bajo la curva, pero para efectos de esta prueba piloto se tuvo en cuenta únicamente el área crítica, es decir el área bajo la curva de la gráfica de carga contra desplazamiento en la zona elástica (Figura 2-8). En la Tabla 2-3

se muestran los resultados de la cargas críticas para cada probeta, el área bajo la curva de la zona elástica, el $J_{crítico}$ y el valor de K_{Ic} , que se calculan con la Ecuación (2.1) y Ecuación (2.2), donde η según la norma y para este caso se asumió como 2, $A_{elástico}$ es el área bajo la curva de la zona elástica, B es el ancho de la probeta y b es la longitud total de la grieta. Para la Ec.2 K_{Ic} representa el valor de tenacidad de fractura y E' es el módulo de elasticidad que para un estado de deformación plana es $E/(1 - \nu^2)$.

Figura 2-8: Áreas elástica y plástica, con las cuales se pueden calcular el $J_{crítico}$ y el J_{total} [40]



$$J_{crítico} = \frac{\eta A_{elástico}}{Bb} \quad (2.1)$$

$$J_{crítico} = \frac{K_{Ic}^2}{E'} \quad (2.2)$$

En la Tabla 2-3 se muestran los valores críticos para cada una de las probetas de la prueba piloto, con las cuales se calculó el J crítico mediante la Ecuación (2.1). También en esta misma tabla se encuentra el área crítica calculada mediante integración numérica, la carga máxima de cada una de las muestras y el valor de tenacidad de fractura calculado a partir del $J_{crítico}$. El acero AISI SAE 5160H tiene un módulo de elasticidad de 205 GPa y un módulo de Poisson ν de 0,29 [41]. Con los datos de K_{Ic} calculados fue posible determinar una variabilidad de referencia para calcular el tamaño de muestra.

Tabla 2-3: Resumen de los valores calculados para tenacidad de fractura en la prueba piloto

Probeta	Carga max [Kgf]	Área elástica [Kgf-mm]	$J_{crítico}$ [N/m]	K_{Ic} [MPa√m]
1	1163,114	539,653	97937,026	148,056
2	1333,600	424,980	74040,960	128,732
3	1188,607	366,073	56944,689	112,896

2.3.2 Prueba piloto: Velocidad de crecimiento de grietas por fatiga

Para el ensayo de velocidad de crecimiento de grietas por fatiga se siguieron los procedimientos presentados en [42], que tiene como alcance la determinación de la velocidad de crecimiento de grietas (da/dN) desde el rango del factor de intensidad de esfuerzos umbral (ΔK_{um}) hasta el crítico (ΔK_c). El método de ensayo envuelve la medición del tamaño de grieta en función del número de ciclos de carga cíclica sobre probetas compactas de tensión C(T) (Figura 2-9). Posteriormente se grafica la curva característica según el modelo de Paris $\log(da/dN)$ vs $\log(\Delta K)$, la cual es ajustada para obtener la pendiente m y el corte con el eje C (

Figura 2-10).

Figura 2-9: Crecimiento de la longitud de la grieta en función del número de ciclos de carga y la carga aplicada [22].

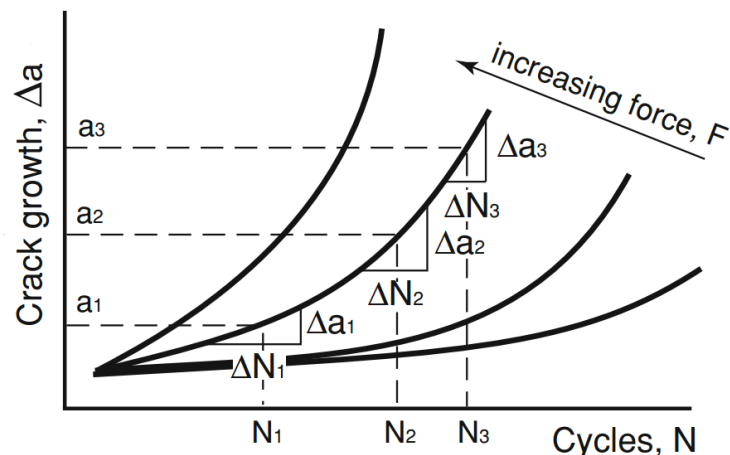
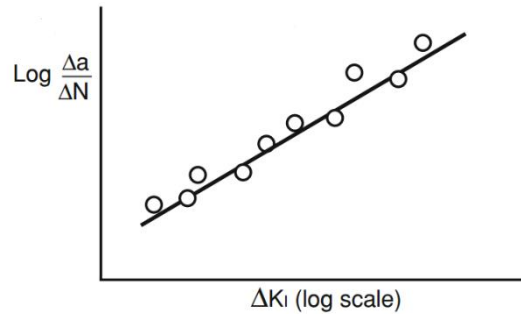


Figura 2-10: Gráfica en la etapa II (crecimiento estable) según modelo de Paris [22]



El registro del crecimiento de las grietas se realizó mediante un método óptico, en el cual se tomaron fotografías para obtener el tamaño de la grieta en función del tiempo. Las muestras 1 y 3 fallaron de manera súbita por lo que no fue posible obtener datos de estas. Posteriormente se realizó un tratamiento de datos haciendo una proporcionalidad entre el momento de la fotografía y las 1800 rpm del motor de carga dinámica para determinar los ciclos de carga. De acuerdo con [43], para la configuración de la probeta seleccionada se tiene que la variación del factor de intensidad de esfuerzos se calcula mediante la Ecuación (2.3), donde ΔP es la variación de la carga desde la carga mínima hasta la máxima, B el espesor de la probeta, W la longitud de ligadura de la probeta y α proporción entre el tamaño de la grieta y la longitud de ligadura ($\alpha = a/W$).

$$\Delta K = \frac{\Delta P}{B\sqrt{W}} \frac{(2 + \alpha)}{(1 - \alpha)^{3/2}} (0,886 + 4,64 \alpha - 13,32 \alpha^2 + 14,72 \alpha^3 - 5,6 \alpha^4) \quad (2.3)$$

Tabla 2-4: Resumen de los valores calculados para el ensayo de velocidad de crecimiento de grietas por fatiga.

Muestra	Ciclaje	ΔK_{final} [MPa]	da/dN_{final} [mm/ciclo]	C	m
2	482000	19,3	$2,4 \times 10^{-4}$	$1,0 \times 10^{-22}$	2,56
4	258000	17,4	$3,2 \times 10^{-4}$	$3,0 \times 10^{-21}$	2,35
5	144000	24,4	$2,05 \times 10^{-4}$	$1,0 \times 10^{-22}$	2,58

2. Desarrollo Experimental

6	197000	30,8	$4,69 \times 10^{-4}$	$1,0 \times 10^{-17}$	1,82
7	262000	24,1	$3,98 \times 10^{-4}$	$3,0 \times 10^{-24}$	2,77
8	340454	40,7	$1,06 \times 10^{-4}$	$2,0 \times 10^{-18}$	1,83

2.4 Diseño de experimentos

El acero AISI/SAE 5160H es utilizado en aplicaciones donde se requiere una condición de alta tenacidad, por lo que es común encontrar dicha condición se logre mediante un tratamiento térmico convencional que consta de temple con una temperatura de austenización de 860°C y un revenido a 450°C, logrando una dureza de trabajo aceptada entre los 42 y 48 HRC.

Debido a que los ensayos específicos de tenacidad de fractura y velocidad de crecimiento de grietas, son dispendiosos para evaluar en cantidad de tratamientos, se decidió realizar en una selección mediante ensayos de impacto. Se propuso un diseño experimental factorial 2^3 con un total de ocho tratamientos, los cuales se evaluaron mediante la medición de la energía de impacto Charpy sobre probetas de dimensiones bajo la norma ASTM E370 [44]. Una vez escogidos los tratamientos con mejores resultados en la relación dureza – energía de impacto, se implementan para ser evaluados mediante el ensayo de tenacidad de fractura y de velocidad de crecimiento de grietas por fatiga.

De acuerdo con los objetivos del proyecto, se tomó como referencia el tratamiento térmico convencional, mencionado en el inicio de la Sección 2.3.1, para evaluar el efecto que tenía incluir temperaturas bajo cero intermedias y profundas, por lo que se propuso un diseño factorial 2^3 . Los tratamientos propuestos se muestran esquemáticamente en la Figura 2-11 y en la Tabla 2-5, donde los factores en este diseño son temperaturas de tratamiento posteriores al temple convencional. En primer lugar se tiene el factor Revenido 1 el cual corresponde a la temperatura de revenido posterior al tratamiento de temple, luego, en segundo lugar se encuentra el factor Bajo – cero, que corresponden a la temperaturas por debajo de temperatura ambiente que se aplicó después del primer revenido; finalmente el tercer factor del diseño es llamado Revenido 2 y corresponde a la temperatura de revenido posterior al tratamiento bajo cero. Para los revenidos (Revenido 1 y Revenido 2) se tuvo un tiempo de permanencia de 1 hora, mientras que para las temperaturas bajo cero el tiempo de permanencia fue de 24 horas, pues se ha encontrado en la literatura que con

tiempos alrededor de 24 horas son suficientes para lograr la mayor cantidad de beneficios aplicando estos tratamientos térmicos [4], [8], [14], [45].

Figura 2-11: Esquema de los tratamientos realizados sobre las probetas de impacto con cada uno de los factores y sus respectivos niveles.

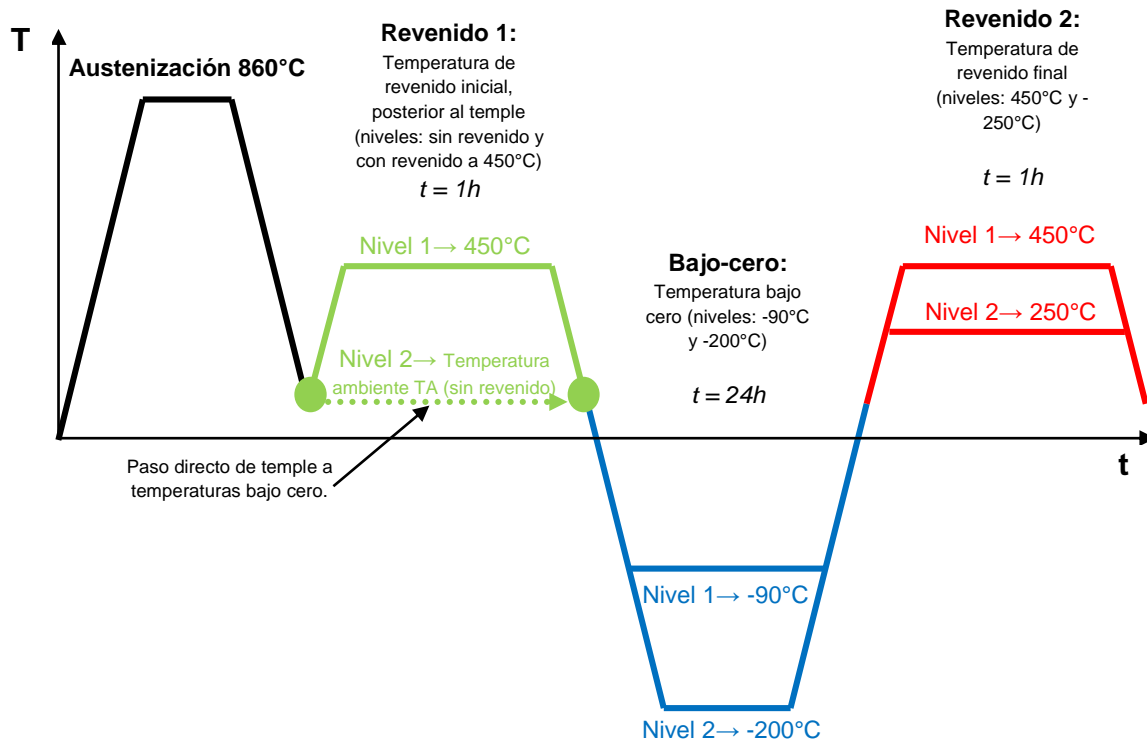


Tabla 2-5: Diseño de experimentos factorial 2^3 para implementar sobre probetas de impacto Charpy con el fin de realizar la selección de tratamientos.

Revenido 1	Bajo-cero	Revenido 2	Tratamiento
Temperatura ambiente	-90	450	TA/-90/450
		250	TA/-90/250
	-200	450	TA/-200/450
		250	TA/-200/250
450	-90	450	450/-90/450
		250	450/-90/250
	-200	450	450/-200/450

2. Desarrollo Experimental

		250	450/-200/250
--	--	-----	--------------

De acuerdo con el diseño de experimentos propuesto se tiene que la prueba de hipótesis asociada a la Tabla de Análisis de Varianza, viene dada por las relaciones presentadas en las Ecuaciones (2.4) y (2.5). Donde se supone que τ_i es el efecto del i -ésimo tratamiento, $i = 1, 2, \dots, 8$.

$$H_0: \tau_1 = \tau_2 = \tau_3 = \dots = \tau_8 = 0 \quad (2.4)$$

$$H_1: \tau_i \neq 0 \text{ para algún } i \quad (2.5)$$

La anterior prueba de hipótesis se prueba con el estadístico de prueba F_0 que se define como se muestra en la Ecuación (2.6). Donde el CMM es el cuadrado medio del modelo Ecuación (2.7) y CME es el cuadrado medio del error Ecuación (2.8).

$$F_0 = \frac{CMM}{CME} \quad (2.6)$$

$$CMM = \frac{SCModelos}{7} \quad (2.7)$$

$$CME = \frac{SCError}{N - 8} \quad (2.8)$$

La región de rechazo viene dada por la expresión $F_0 > f(\alpha, 7, -8)$ donde α es un nivel de significancia especificado, 7 es el número de tratamientos menos 1, $N - 8$ es el número de observaciones menos el número de tratamientos. En esta prueba de hipótesis se tiene que cuando H_0 es cierta, entonces la esperanza de los cuadrados medios del modelo es igual a la varianza $E(CMModelo) = \sigma^2$ y se tiene que $F_0 \sim f(7, N - 8)$. Pero cuando H_0 es falsa se tiene que la esperanza de los cuadrados medios del modelo se determina mediante la Ecuación (2.9). Por lo tanto F_0 ya no sigue la distribución f central conocida, sino una distribución f no central, con parámetro de no centralidad dado por la Ecuación (2.10)

$$E(CMModelo) = \sigma^2 + n \frac{\sum_{i=1}^8 \tau_i^2}{7}, \quad \text{con} \quad \sum_{i=1}^8 \tau_i^2 \neq 0 \quad (2.9)$$

$$\lambda = \frac{n \sum_{i=1}^8 \tau_i^2}{\sigma^2} \quad (2.10)$$

Es decir bajo H_1 se tiene que $F_0 \sim f(7, N - 8, \lambda)$, entonces la potencia de la prueba se puede escribir como $Potencia = P(f_{nc}(7, N - 8, \lambda) > Valor\ crítico\ de\ rechazo)$. Sin embargo, en este experimento no es fácil especificar la magnitud de los efectos individuales que se desean detectar, es más sencillo especificar la magnitud $\Delta = \tau_i - \tau_j$, entre dos medias cualquiera.

Se denota por $\pi(\Delta)$ la potencia de una prueba en Δ . Luego $\pi(\Delta)$ es la probabilidad de rechazar H_0 cuando los efectos de al menos dos de los tratamientos difieren en Δ . $\pi(\Delta)$ es una función de Δ , del tamaño muestral, el número de niveles del factor, el nivel de significancia de la prueba y de la varianza del error. Consecuentemente los tamaños de muestra pueden ser determinados si Δ , $\pi(\Delta)$, σ^2 y λ son conocidos. Los valores de Δ , $\pi(\Delta)$ y λ son elegidos por el experimentador, pero la varianza del error debe ser estimada usando datos de un estudio piloto u otro experimento similar. En general debe usarse el valor más grande probable de σ^2 . Si la varianza supuesta es demasiado pequeña, la potencia de la prueba será más baja que la $\pi(\Delta)$ especificada. Por el contrario, si la varianza supuesta es demasiado grande, la potencia será más grande de lo necesario, y diferencias entre los efectos (o las medias) menores a Δ ocasionarán que H_0 sea rechazada con alta probabilidad.

De nuevo, si H_1 es cierta, H_1 sigue una distribución f no central, donde el parámetro de no centralidad sigue siendo dado por λ (bajo un diseño balanceado). Los cálculos de los tamaños de muestra n requeridos para alcanzar la potencia $\pi(\Delta)$ en Δ para α y σ^2 dados, se basan en el hecho de que la situación más difícil de detectar es aquella en la cual los efectos de dos de los niveles del factor (por ejemplo, el primero y el último) difieren en Δ y los otros efectos en medio de estos son todos iguales.

$$\lambda = \frac{n \sum_{i=1}^8 \tau_i^2}{\sigma^2} = \frac{n \Delta^2}{2 \sigma^2} \quad (2.11)$$

En este caso, la potencia de la prueba ANOVA depende del tamaño de muestra n a través de la distribución de MSA/MSE, la cual a su vez depende del parámetro de no centralidad λ . La determinación de n tiene que ser realizada iterativamente, dado que los grados de libertad del denominador del estadístico F_0 , v_2 , $N - a$, $n(a - 1)$, depende del valor

desconocido n . En la Tabla 2-6 se muestran los valores de significancia α , la cual fue constante durante toda la experimentación y típicamente tiene un valor de 0,05 para un nivel de confianza de 95%. En la segunda columna se encuentra la diferencia Δ entre dos medias cualquiera, por lo que tiene unidades de tenacidad de fractura (MPa \sqrt{m}), y por último en la tercera columna se encuentra el tamaño de muestra calculado junto con el valor de la potencia alcanzada con dicho tamaño de muestra, por lo que se concluye entonces que la cantidad mínima de probetas por cada tratamiento debe ser de por lo menos 8 para garantizar la potencia β mínima de 0,8.

Tabla 2-6: Resultado del cálculo de tamaño de muestra para las probetas de impacto a partir de la prueba piloto de tenacidad de fractura.

Significancia α	Diferencia Δ [MPa \sqrt{m}]	Tamaño de muestra n	Potencia alcanzada β
0,05	34	7	0,77232
0,05	34	8	0,83504
0,05	34	9	0,88306

2.4.1 Selección de tratamientos: impacto Charpy

Para seleccionar el conjunto de tratamientos que serían implementados sobre las probetas de tenacidad de fractura y velocidad de crecimiento de grietas, primero se realizó un análisis estadístico de los datos obtenidos de dureza y energía de impacto absorbida por las muestras. Para realizar el análisis de varianza (ANOVA), es necesario hacer una comprobación de los supuestos, los cuales incluyen la verificación de la normalidad de la distribución de los residuales con la prueba de Kolmogorov – Smirnov (P-valor impacto=0,2243 y P-valor dureza=0,1339) y la homogeneidad de la varianza con la prueba de Levene (P-valor impacto=0,4929 y P-valor dureza=0,0746) [46]. Es necesario recordar que el nivel de significancia (α) escogido para el estudio es de 0,05, por lo que los resultados de estas pruebas, incluyendo el ANOVA, se comparan con dicho valor para determinar la significancia del efecto. Además del P-valor, es posible comparar el F calculado con el F crítico para los efectos principales y sus interacciones. El F crítico se calcula con el nivel de significancia escogido ($\alpha=0,05$), los grados del numerador ($\nu_1=1$) y

los grados del denominador ($\nu_1=52$), y tiene un valor de 4,0266 para el caso de medición de impacto Charpy.

En la Tabla 2-7 se muestran las mediciones de dureza y de energía de impacto Charpy realizadas sobre todas las muestras y el promedio por tratamiento. Es posible notar que el diseño se torna desbalanceado para las mediciones de dureza, ya que algunos datos atípicos fueron eliminados con el fin de satisfacer el supuesto de homogeneidad de varianza.

Tabla 2-7: Resultados de dureza y energía de impacto para el diseño factorial 2³.

Tratamiento	Dureza [HRc]								prom	Impacto [Kg*m]								prom
TA/-90/450	49	48	47	48	48	48	49	49	48,25	0,8	0,7	1	1	0,7	1	0,8	1,4	0,931
TA/-90/250	-	55	56	55	56	53	57	54	55,14	0,3	0,2	0,3	0,3	0,3	0,6	0,3	0,3	0,316
TA/-200/450	50	48	49	47	49	50	49	48	48,75	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,208
TA/-200/250	-	58	58	59	58	58	58	58	58,14	1	1	0,9	1,6	1,2	0,9	1,3	1,6	1,168
450/-90/450	47	48	48	47	48	48	47	46	47,38	1,2	1,5	1,5	1,2	1,3	1,7	1,1	1,3	1,343
450/-90/250	51	48	47	49	50	48	48	49	48,75	0,9	1,3	1,2	0,9	0,7	1,5	0,9	0,9	1,03
450/-200/450	46	46	45	46	46	45	46	45	45,63	1,8	1,6	1,8	1,4	2,1	2	1,7	1,9	1,734
450/-200/250	46	45	46	46	45	45	-	-	45,5	1,8	1,6	1,8	1,4	2,1	2	1,7	1,6	1,734

El principal objetivo del análisis de varianza es detectar si hay un cambio en la respuesta como consecuencia de un cambio en el nivel de determinado factor, para este caso detectar si hay un cambio en la dureza o en la energía de impacto cuando se lleva el acero a -200°C o a -90°C para el caso del factor Bajo-cero; para el resto de factores (Revenido 1 y Revenido 2) funciona de la misma manera teniendo en cuenta sus respectivos niveles. En la Tabla 2-8 y Tabla 2-9 se muestran los resultados del análisis de varianza para los datos de dureza y energía de impacto Charpy, respectivamente.

Tabla 2-8: Tabla de análisis de varianza para los datos de dureza en el experimento factorial.

Efecto	GL	Sum cuad	Valor F	P valor
<i>Revenido 1</i>	1	437,4	548,540	<2e-16
<i>Bajo-cero</i>	1	2,5	3,118	0,0833
<i>Revenido 2</i>	1	300,8	377,268	<2e-16
<i>Revenido 1:Bajo-cero</i>	1	55,2	69,170	4,03e-11
<i>Revenido 1:Revenido 2</i>	1	207,2	259,093	<2e-16
<i>Bajo-cero:Revenido 2</i>	1	1,0	1,216	0,2752
<i>Revenido 1:Bajo-cero:Revenido2</i>	1	14,9	18,624	7,15e-05
<i>Residuales</i>	52	41,5		

2. Desarrollo Experimental

Como resultado del análisis de varianza para los datos de dureza se encuentra, que el efecto promedio del Revenido 1 es altamente significativo, es decir, que existe diferencia estadística entre la dureza de las muestras cuando se hace un revenido a 450°C en el material previo al tratamiento bajo cero, que cuando no se hace y se lleva directamente a temperaturas bajo cero. En el mismo sentido, el factor Revenido 2 tiene un impacto fuerte sobre los resultados de dureza, lo que se puede interpretar como el cambio en la dureza cuando el revenido final se hace a 450°C o a 250°C. Caso contrario ocurre con el factor Bajo-cero, ya que no presentó un efecto significativo en la dureza cuando las muestras son sometidas a -90°C o a -200°C.

Por otro lado, el análisis de varianza también indica que algunas interacciones son altamente significativas, lo que se puede interpretar como que existe cambio en la dureza cuando hay un cambio en el nivel de alguno de los factores. Por ejemplo, en la Figura 2-12a se observan gráficamente las interacciones Bajo-cero:Revenido 1, donde resultó mayor dureza cuando el acero fue sometido a -200°C que cuando fue sometido a -90°C para una misma temperatura de Revenido 1 (TA). Caso contrario ocurrió cuando el acero fue sometido a una temperatura de Revenido 1 de 450° en donde resultaron con mayor dureza las muestras de acero que fueron sometidas a -90°C que las que se sometieron a -200°C. Para el caso de la Figura 2-12b, donde se muestra la interacción Revenido1:Revenido2, es posible notar que las probetas que fueron sometidas a 250°C en el Revenido2 resultaron con un valor de dureza superior a las que se sometieron a un revenido de 450°C, indiferente del nivel del factor Revenido 1, es decir, tuvieron el mismo comportamiento sin importar si fueron sometidas un revenido inicial o no de 450°C. Lo anterior comprueba que un factor principal no significativo ($P - \text{valor} > 0.05$) puede tener un efecto significativo como interacción, en la cual dicho factor puede tener efecto sobre la respuesta dependiendo del nivel del factor con el cual interactúa.

Para los resultados de energía de impacto Charpy se encuentra nuevamente que el factor más significativo es el Revenido1 o el revenido inmediatamente posterior al temple del acero, previo a las temperaturas bajo cero (Tabla 2-9). El siguiente efecto más significativo es la interacción Bajocero:Revenido 2 y en tercer lugar las interacciones triples, las cuales dan información sobre los promedios de cada uno de los 8 tratamientos.

Figura 2-12: Resultados de las interacciones dobles entre los factores de tratamiento para las mediciones de dureza así a) Interacción Revenido1:Bajo-cero, b) Revenido 1:Revenido 2 y c) Bajo-cero: Revenido 2.

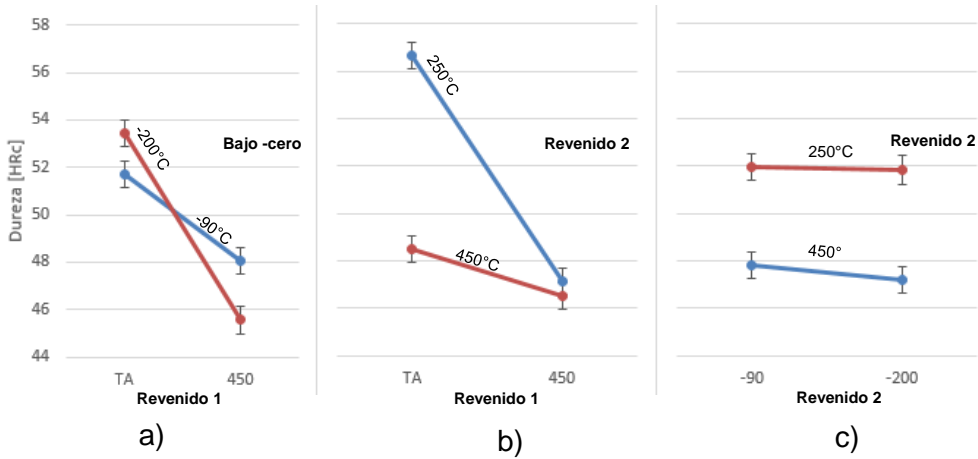


Figura 2-13: Resultados de las interacciones triples entre los tres factores de tratamiento para las mediciones de dureza.

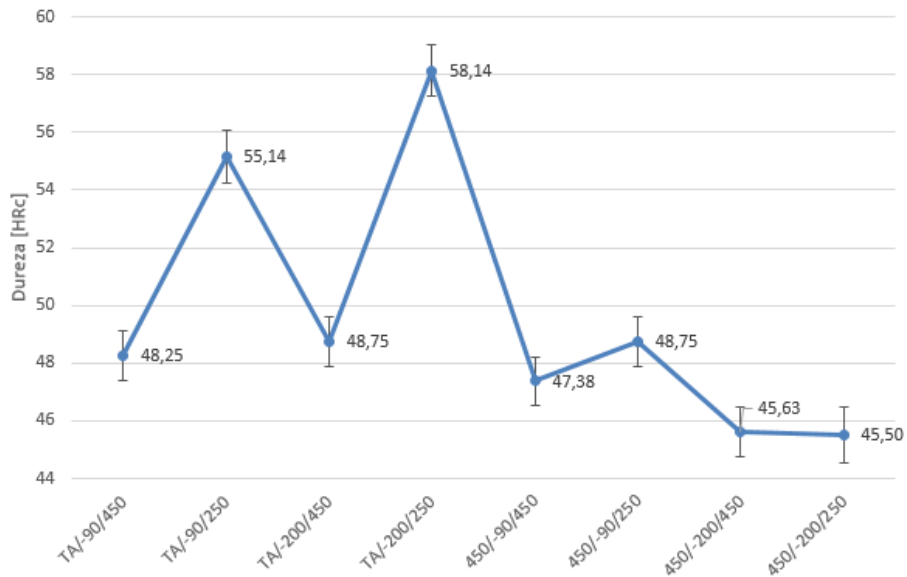


Tabla 2-9: Tabla de análisis de varianza para los datos de energía de impacto Charpy en el experimento factorial.

Efecto	GL	Sum cuad	Valor F	P valor
Revenido1	1	14,274	318,384	<2e-16
Bajocero	1	0,069	1,541	0,220045
Revenido2	1	0,205	4,563	<2e-16
Revenido1:Bajocero	1	0,915	20,399	3,64e-05
Revenido1:Revenido2	1	0,562	12,546	0,000848
Bajocero:Revenido2	1	9,979	222,578	<2e-16
Revenido1:Bajocero:Revenido2	1	5,038	112,383	1,33e-14
Residuales	52	2,331		

Con respecto a los resultados de las interacciones para la energía de impacto Charpy (Figura 2-14) se encuentra que contrario a la dureza, esta arroja valores altos de tenacidad cuando se realiza un revenido posterior al temple en la interacción Revenido1:Bajocero. Es posible observar también que en general todas las interacciones son significativas, lo cual se puede interpretar como que la energía de impacto obtenida depende de los niveles que se evalúen en determinado factor.

Figura 2-14: Resultados de las interacciones dobles entre los factores de tratamiento para energía de impacto Charpy así a) Interacción Revenido1:Bajo-cero, b) Revenido 1:Revenido 2 y c) Bajo-cero: Revenido 2.

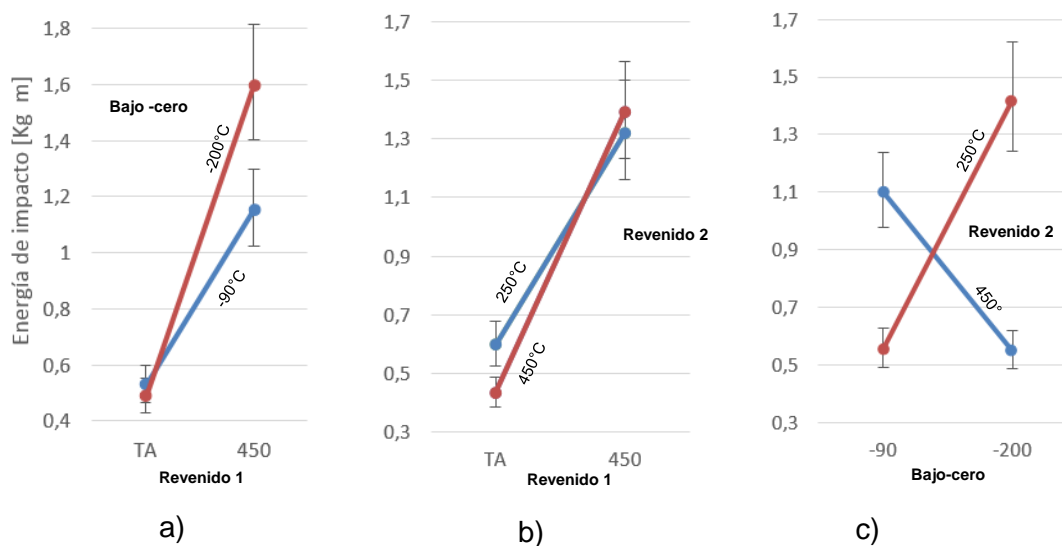
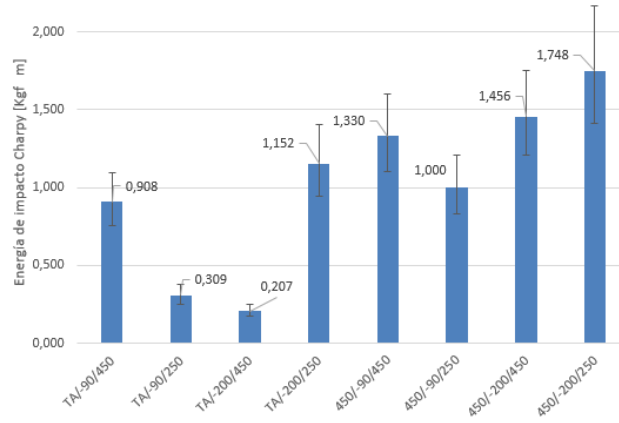


Figura 2-15: Resultados de las interacciones triples entre los tres factores de tratamiento para energía de impacto Charpy.



Según el análisis estadístico es posible determinar que el Revenido 1 es completamente influyente tanto para la dureza como para la energía de impacto Charpy, mostrando que aparentemente este primer revenido inhibe los efectos que pudiera tener las temperaturas bajo cero. Como se describió en la Sección 1.1 y en [45], [47], [48], el tratamiento criogénico es más efectivo cuando el acero es sometido a bajas temperaturas directamente del enfriamiento del temple y de forma continua.

Como el objetivo del estudio era encontrar un ciclo de tratamientos que incluyera temperaturas bajo cero el cual pudiera igualar o mejorar el comportamiento del acero AISI 5160H comparado con el tratamiento convencional, se determinó eliminar el factor Revenido1, tornando el diseño factorial 2^3 en otro diseño factorial 2^2 , el cual tendría como factores Bajo-cero y el Revenido 2. Ambos factores mantendrían los mismos niveles; -90°C y -200°C para el factor Bajo-cero y para el factor Revenido 2, 450°C y 250°C , como se muestra en la Tabla 2-10.

Tabla 2-10: Parámetros de tratamiento térmico para ensayos de tenacidad de fractura y velocidad de crecimiento de grietas por fatiga

Bajo-cero	Revenido 2	Tratamiento
-90	250	-90/250
-90	450	-90/450
-200	250	-200/250
-200	450	-200/450

3. Resultados

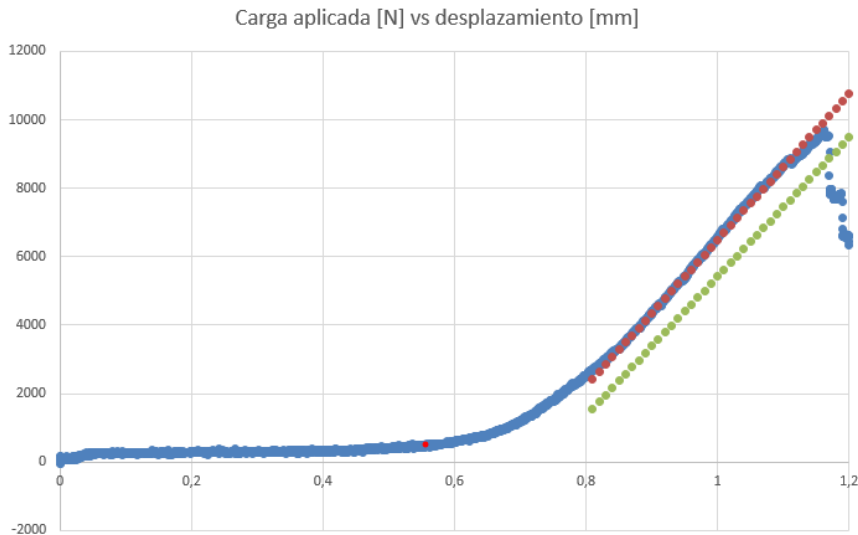
El objetivo de la primera parte de la investigación fue determinar un conjunto de tratamientos térmicos alternativos para luego, como segunda parte, ser reproducidos sobre probetas de tenacidad de fractura y fatiga. Con el fin de cumplir este primer objetivo específico se propuso la experimentación bajo un diseño factorial 2^2 (Sección 2.4.1), donde se evaluaron dos temperaturas en cada una de las dos etapas del tratamiento térmico mediante la medición de la tenacidad de fractura y de la velocidad de crecimiento de grietas por fatiga. Se caracterizaron los mecanismos de fractura para una muestra representativa de cada una de las propiedades medidas y para cada tratamiento particular, lo anterior con el objetivo de determinar la influencia de los tratamientos sobre el comportamiento a fractura por carga estática y carga cíclica.

En la primera parte del capítulo se realizó un análisis estadístico para los resultados obtenidos de tenacidad de fractura y de velocidad de crecimiento de grietas por fatiga, esta última medida mediante la pendiente m según el modelo de Paris. En este análisis estadístico se determina el efecto que tienen las diferentes temperaturas en cada una de las dos etapas de tratamiento, también se realizan comparaciones con el tratamiento convencional de referencia (revenido a 450°C). Las secciones restantes del capítulo se dedican a mostrar los resultados de microestructura y los mecanismos de fractura encontrados sobre las probetas de fatiga y de tenacidad de fractura para cada uno de los tratamientos.

3.1 Tenacidad de fractura

Los ensayos de tenacidad de fractura se realizaron sobre probetas estandarizadas y siguiendo el procedimiento sugerido en [37], [39], donde se determinó la tenacidad de fractura bajo los criterios establecidos en la norma ASTM E399. En la Figura 3-1 se muestra la gráfica de esfuerzo – deformación para una probeta que fue sometida ensayo de flexión en tres puntos y a un tratamiento térmico bajo cero profundo a -200°C con posterior revenido a 450°C (-200/450). En este caso coincide con una gráfica Tipo III en la que P_{max} y P_Q tienen el mismo valor de 9907,48 N, por lo que la relación P_{max}/P_Q es igual a uno, cumpliendo así la condición $P_{max}/P_Q < 1,1$ (Sección 1.4.1). Sin embargo, cuando se evalúa la condición dispuesta en la (1.13 bajo un K_Q calculado a partir de P_Q , se encuentra que el término $2,5 (K_Q/S_y)^2$, que se relaciona con el tamaño de la región plástica en el frente de grieta, tiene un valor de 10,272 mm, lo cual hace que el método no sea válido para la evaluación de la tenacidad de fractura mediante K_{Ic} . Para los casos en los que la medición de la tenacidad de fractura resultó no válida mediante el procedimiento dispuesto en la norma ASTM E399, se determinó esta magnitud a partir de la integración numérica de la curva esfuerzo – deformación mostrada en la Figura 3-1 a partir de establecer el J_C , tal como se realizó en el cálculo de la tenacidad de fractura para la prueba piloto en la Sección 2.3.1.

Figura 3-1: Ejemplo para la determinación de la carga P_Q para la determinación de K_Q



En la Tabla 3-1 se muestran los resultados de la validez del cálculo de la tenacidad de fractura K_{Ic} por tratamiento. Este parámetro debe ser menor o igual al tamaño de grieta a , espesor B y la mitad del ancho de la probeta $W/2$. Es posible notar que los tratamientos -200/250 y -90/450 presentan cumplimiento en la condición de tamaño de la región plástica en el frente de grieta pues es lo suficientemente pequeña comparada con las características geométricas de las probeta. Caso contrario ocurrió en el tratamiento -200/450 y el tratamiento convencional a 450°C, en donde el tamaño de la región plástica no cumplió con los requisitos establecidos. Para el tratamiento -90/450 se encontró que la condición se cumple para cuatro probetas y para las dos restantes no cumple, por lo que presenta un resultado mixto.

Tabla 3-1: Resultados de evaluación del cumplimiento del tamaño de la región plástica en el frente de grieta según ASTM E399.

Tratamiento	Cumplimiento
-90/450	Mixto
-90/250	Si cumple
-200/450	No cumple
-200/250	Si cumple
Convencional Revenido a 450°C	No cumple

En la Tabla 3-2 se muestran los resultados de tenacidad de fractura para cada una de las unidades experimentales y los promedios generales para cada uno de los tratamientos realizados, los cuales también se muestran en la Figura 3-2. Es necesario tener en cuenta que para los casos en que no fue válido el cálculo de tenacidad de fractura bajo la norma ASTM E399 [40], se determinó por vía del cálculo de la integral J bajo la norma ASTM E1820 [37] (Nota 1). La cantidad de unidades experimentales en cada tratamiento se presenta variable debido a que algunas probetas presentaron fractura súbita en el proceso de preagrietamiento por fatiga, fenómeno que se presentó sobre todo en los tratamientos en los que el material resultaba en condición frágil.

El análisis estadístico de los resultados se realizó con ayuda del software R en el que verificaron los supuestos de la distribución de los datos (normalidad y homogeneidad de varianza) y el efecto de los factores, con cada uno de sus niveles, sobre la tenacidad de

fractura con ayuda de un análisis de varianza. El análisis de los supuestos se realizó bajo una prueba Kolmogorov – Smirnov (P-valor=0,7802) y una prueba de Shapiro (P-valor=0,1349) con las que se determinó la normalidad de los datos. Para verificar la homogeneidad de varianza se utilizó la prueba de Barlett para cada uno de los factores, a saber, factor Bajo-cero (P-valor=0,1321) y factor Revenido 2 (P-valor=0,1858). Sin embargo, para realizar la prueba de normalidad fue necesario eliminar datos atípicos que afectaban la distribución normal de los resultados (Nota 2), en otros tratamientos no se tuvieron en cuenta algunas probetas ya que fueron fracturadas en el proceso de preagrietamiento por fatiga, previo al ensayo de flexión. Los resultados detallados del análisis estadístico y de esta comprobación de supuestos se pueden encontrar de forma completa en el Anexo A.

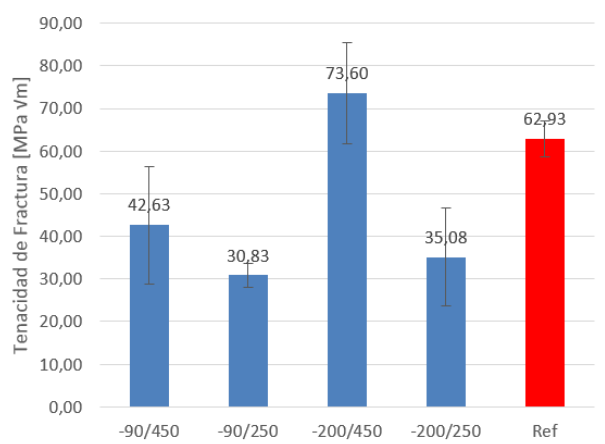
Tabla 3-2: Resultados de tenacidad de fractura para cada unidad experimental en los cinco tratamientos

	-90/450	-90/250	-200/450	-200/250	Convencional (Rev 450°C)
P1	43,9764	32,6908	69,4504 ¹		58,7530 ¹
P2	41,0446		61,8177 ¹	24,8047	65,5428 ¹
P3	30,7329	34,1702	87,8437 ¹		60,1475 ¹
P4	32,3649	28,5620	84,7388 ¹	32,9219	68,9745 ¹
P5	75,8625 ^{1,2}	31,3312	64,1627 ¹		99,2652 ^{1,2}
P6	65,0424 ¹	27,4197	104,8860 ^{1,2}	47,4987	61,2302 ¹
Promedio	42,6323	30,8348	73,6027	35,0751	62,9296
Desviación estándar	13,7255	2,8127	11,9589	11,4992	4,2261

Nota 1: Los datos se obtuvieron a partir de la evaluación de la integral J por lo que corresponden al valor de tenacidad de fractura K_{Jc} .

Nota 2: Para cumplir supuesto de normalidad fue necesario eliminar estos datos por lo que no se tuvieron en cuenta dentro del promedio calculado para cada tratamiento.

Figura 3-2: Resultados de la medición de la tenacidad de fractura K_{Ic} para cada uno de los cinco tratamientos sin datos atípicos.



El análisis de varianza se realizó por dos vías: el diseño factorial 2^2 sin tener en cuenta el tratamiento convencional de referencia y luego teniéndolo en cuenta como un diseño completamente aleatorio (DCA) con 5 tratamientos. El objetivo de analizarlos bajo un diseño factorial fue determinar el comportamiento de la tenacidad bajo los diferentes niveles en cada uno de los factores o etapas de tratamiento, además de determinar si hay interacción entre ellos. Cuando se analiza mediante un diseño DCA se comparan los cinco tratamientos entre sí, para determinar si existen diferencias entre los valores medios de tenacidad para cada uno de los cuatro tratamientos del diseño factorial, sumado al tratamiento convencional de referencia.

En la Tabla 3-3 y Tabla 3-4 se muestran los resultados del análisis de varianza para cada una de las dos formas evaluadas, mediante experimento factorial y completamente aleatorio, respectivamente. Dentro del análisis como experimento factorial se evaluaron cuatro tratamientos que corresponden a la combinación de los dos factores (Bajo-cero y Revenido 2) con cada uno de sus dos niveles, encontrándose que los efectos principales son significativos, lo que puede traducirse como la existencia de una diferencia estadística sobre los valores medios de tenacidad de fractura al someter el acero a -200°C o a -90°C para el caso del factor Bajo-cero. En el mismo sentido para el caso del efecto Revenido 2 se encontró que existe diferencia en el valor medio de tenacidad de fractura al someter el

acero a un revenido a 450°C o 250°C, de manera posterior al tratamiento a bajas temperaturas. También fue posible determinar que no hubo un efecto significativo de las interacciones entre los factores.

Tabla 3-3: Análisis de varianza realizado sobre los resultados de tenacidad de fractura bajo un modelo factorial 2².

Efecto	GL	Sum cuad	Cuad med	Valor F	P valor
<i>Bajo-cero</i>	1	2234,3	2234,3	19,288	0,000614
<i>Revenido2</i>	1	2365,6	2365,6	20,422	0,000481
<i>Bajo-cero:Revenido2</i>	1	765,5	765,5	6,609	0,022205
<i>Residuales</i>	14	1621,7	115,8		

Tabla 3-4: Análisis de varianza realizado sobre los resultados de tenacidad de fractura bajo un modelo completamente aleatorio (cinco tratamientos).

Efecto	GL	Sum cuad	Cuad med	Valor F	P valor
<i>Tratamiento</i>	4	6396	1599,1	17	6,26x10 ⁻⁶
<i>Bajocero</i>	18	1693	94,1		

Cuando el análisis de varianza se analiza como un diseño completamente aleatorio se encuentra que el efecto del tratamiento (independientemente de las temperaturas de tratamiento) fue altamente significativo, lo que quiere decir que existió una diferencia estadística en los valores promedio de tenacidad de fractura en al menos dos tratamientos de los cinco propuestos. Con el fin de comparar entre sí cada uno de los tratamientos, incluyendo el tratamiento convencional de referencia, se realiza una prueba de comparaciones múltiples para cada uno de los tratamientos mediante una prueba de Tukey (HSD *Honest Significant Difference*, por sus siglas en inglés). El criterio para determinar si existió diferencia estadística entre cada par de tratamientos que se compararon entre sí, fue el P-valor, el cual se comparó contra el nivel de confianza escogido para la investigación, es decir que para que exista diferencia estadística entre cada par de tratamientos el P-valor debe estar por debajo de 0,05 para un nivel de confianza del 95%. En la Tabla 3-5 se muestran los resultados para cada uno de las comparaciones entre los

tratamientos, apareciendo resaltadas en color verde las comparaciones en las cuales existió una diferencia estadística entre los valores promedio de tenacidad de fractura.

Tabla 3-5: Análisis de comparaciones múltiples entre los valores de tenacidad de fractura promedio para determinar diferencias entre tratamientos.

	Comparación tratamientos			P-valor
1	-90/450	Vs	-90/250	0,3409736
2	-90/450	Vs	-200/450	0,0007027
3	-90/450	Vs	-200/250	0,8206912
4	-90/450	Vs	Ref (450)	0,0281115
5	-90/250	Vs	-200/450	0,0000146
6	-90/250	Vs	-200/250	0,9734982
7	-90/250	Vs	Ref (450)	0,0004777
8	-200/450	Vs	-200/250	0,0003099
9	-200/450	Vs	Ref (450)	0,4360568
10	Ref	Vs	-200/250	0,0075987

De acuerdo con el análisis HSD se encontró que los tratamientos que presentaron diferencias entre sí, en su mayoría sucedieron porque presentaron diferencias en la temperatura de revenido 2. Los tratamientos que no presentaron diferencia estadística entre sí fueron aquellos sometidos a la misma temperatura de revenido, independientemente de la temperatura bajo cero a la cual fue sometida (factor bajo – cero). Con respecto al factor bajo – cero fue posible notar que en la comparación 2 existió una diferencia entre someterlo al tratamiento -90/450 y al -200/450, igual para la comparación 6 (-90/250 Vs -200/250) y la comparación 9 (-200/450 Vs Ref) donde fue posible notar que el resultado fue indiferente de la temperatura bajo cero.

3.2 Velocidad de crecimiento de grietas

La medición de la velocidad de crecimiento de grietas por fatiga se realizó a partir del registro de crecimiento de la grieta por medios ópticos (fotografías), Figura 3-3, y la posterior medición del tamaño de la grieta en el software Image J, de acuerdo con los

requerimientos enunciados en la norma ASTM E647 [42]. En la Figura 3-4a se muestra el resultado de la medición del tamaño de grieta en milímetros (azul) en función del número de ciclos de carga junto con el ajuste de tipo exponencial con dos términos (línea roja). A partir de los datos tomados se reconstruye la curva $\log(da/dN)$ Vs $\log(\Delta K)$ (Figura 3-4b) de donde fue posible determinar las constantes experimentales C y m según el modelo de Paris $da/dN = C (\Delta K)^m$ que caracterizan la velocidad de crecimiento de grietas por fatiga en un material.

Figura 3-3: Fotografía de un ensayo de velocidad de crecimiento de grietas por fatiga para la medición de la longitud de la grieta.

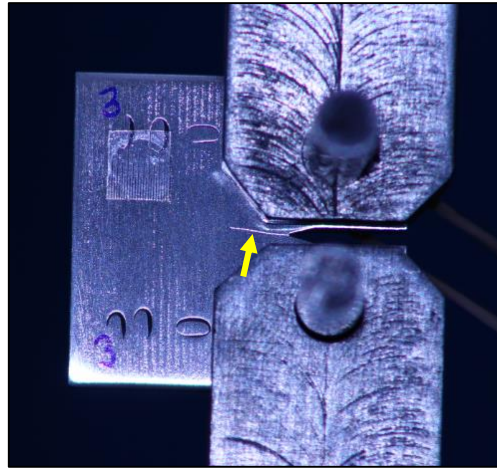
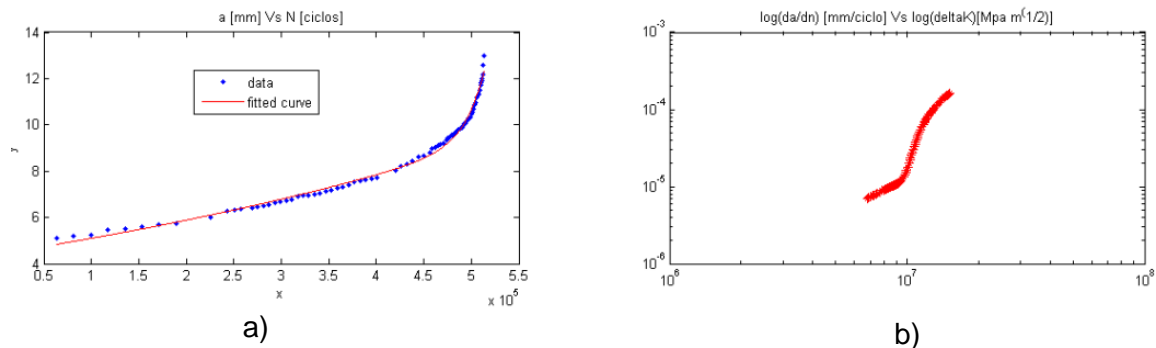


Figura 3-4: Resultados de la a) medición de la longitud de la grieta en función del número de ciclos de carga y b) gráfica de acuerdo con el modelo de Paris de donde se determinan las constantes experimentales.

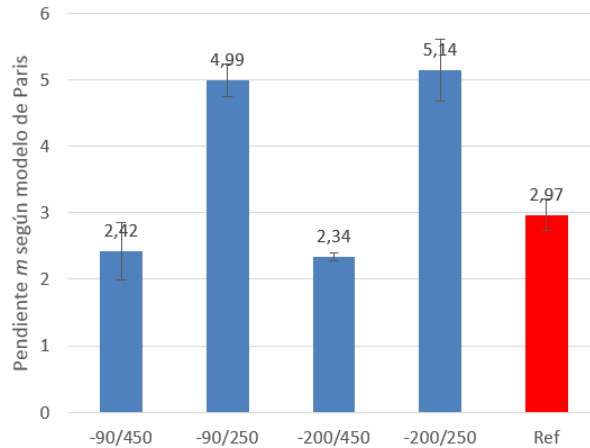


Se verifican los supuestos de homogeneidad de varianza y normalidad en los datos de velocidad de crecimiento de grietas mediante el análisis de la pendiente m y el corte con el eje $\log(da/dN)$ designado por C (Tabla 3-6). Los datos de la pendiente m se presentan gráficamente en función del tratamiento aplicado sobre la Figura 3-5 y someten a una prueba de Kolmogorov – Smirnov (P-valor=0,9858) y una prueba de Shapiro -Wilk (P-valor=0,821) para verificar la normalidad y una de Bartlett para la homoclasticidad (P-valor=0,6834), concluyendo que los datos medidos presentan una distribución aproximadamente normal y que su varianza es homogénea.

Tabla 3-6: Resultados de velocidad de crecimiento de grietas medida por la pendiente m según modelo de Paris para cada unidad experimental en los cinco tratamientos.

Tratamiento	Muestra	C	m	Promedio
-90/450	1	3×10^{-9}	2,90	2,42
	2	8×10^{-8}	2,05	
	3	4×10^{-8}	2,33	
-90/250	2	4×10^{-10}	4,81	4,99
	3	5×10^{-10}	5,16	
-200/450	1	3×10^{-8}	2,36	2,34
	2	3×10^{-8}	2,39	
	3	4×10^{-8}	2,28	
-200/250	2	2×10^{-10}	4,81	5,14
	3	7×10^{-11}	5,47	
Ref (revenido a 450°C)	1	6×10^{-9}	2,97	2,97
	2	3×10^{-9}	3,31	
	3	2×10^{-8}	2,79	
	4	2×10^{-8}	2,81	

Figura 3-5: Resultados de la medición de la velocidad de crecimiento de grietas por fatiga medidas a partir de la constante experimental m de acuerdo con el modelo de Paris.



En un análisis de varianza cuando los datos se evalúan bajo un diseño factorial es posible concluir que el único efecto principal significativo es el factor Bajo-cero, es decir que no existe una diferencia estadística entre someter el acero a -200°C o a -90°C para una misma temperatura de revenido sea 250°C o 450°C . Dentro del análisis de varianza cuando se toma bajo un modelo DCA (Tabla 3-8) se encuentra que definitivamente existen diferencias entre los resultados de pendiente m para cada uno de los tratamientos, incluyendo el tratamiento convencional.

Tabla 3-7: Análisis de varianza realizado sobre los resultados de tenacidad de fractura bajo un modelo factorial 2^2 .

Efecto	GL	Sum cuad	Cuad med	Valor F	P valor
<i>Bajo-cero</i>	1	17,206	17,206	156,229	$1,6 \times 10^{-5}$
<i>Revenido2</i>	1	0,000	0,000	0,003	0,956
<i>Bajo-cero:Revenido2</i>	1	0,034	0,034	0,309	0,598
<i>Residuales</i>	6	0,661	0,110		

Tabla 3-8: Análisis de varianza realizado sobre los resultados velocidad de crecimiento de grietas bajo un modelo completamente aleatorio (cinco tratamientos).

Efecto	GL	Sum cuad	Cuad med	Valor F	P valor
<i>Revenido1</i>	4	17,915	4,479	48,31	$4,38 \times 10^{-6}$
<i>Bajocero</i>	9	0,834	0,093		

Para comparar los tratamientos propuestos con el tratamiento de referencia se realiza una prueba de comparaciones múltiples donde es posible encontrar en detalle la comparación entre cada uno de los cinco tratamientos. Se encuentra que el efecto del factor Revenido 2 es determinante, pues todas las comparaciones en las que se someten a la misma temperatura de revenido se encuentra que no hay diferencia, independientemente de la temperatura del factor Bajo – cero. Cuando se comparan tratamientos donde son sometidos al mismo nivel del factor Revenido 2 es posible notar que el P-valor siempre está por encima del nivel de confianza, por lo que se concluye que no existen diferencias significativas.

Tabla 3-9: Análisis de comparaciones múltiples entre los valores de velocidad de crecimiento de grietas medido mediante la pendiente según modelo de Paris, para determinar diferencias entre tratamientos.

	Comparación tratamientos	P-valor
1	-90/450 Vs -90/250	0,0000523
2	-90/450 Vs -200/450	0,9967561
3	-90/450 Vs -200/250	0,0000323
4	-90/450 Vs Ref	0,2178711
5	-90/250 Vs -200/450	0,0000402
6	-90/250 Vs -200/250	0,9843074
7	-90/250 Vs Ref	0,0002307
8	-200/450 Vs -200/250	0,0000251
9	-200/450 Vs Ref	0,1320678
10	Ref Vs -200/250	0,0001287

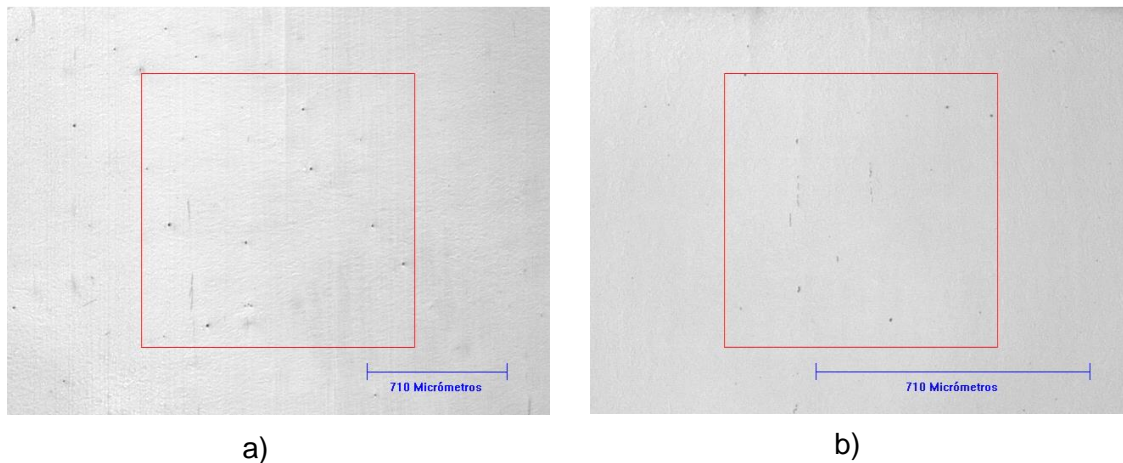
3.3 Microestructura

Se realiza la caracterización microestructural para cada uno de los tratamientos realizados sobre las probetas de tenacidad de fractura y las probetas de fatiga representativas, seleccionadas de acuerdo con un criterio estadístico y cualitativo de la integridad de la superficie de fractura, la cual se explicará detalladamente en la Sección 3.4, evaluando también la condición de inclusiones bajo la cual fueron suministradas cada una de las coladas utilizadas.

3.3.1 Inclusiones

El nivel de inclusiones se determinó para cada una de las dos coladas con las que se fabricaron las probetas de tenacidad de fractura y las probetas para velocidad de crecimiento de grietas por fatiga. La medición se realizó de acuerdo con la norma ASTM E45 (Standard Test Methods for Determining the Inclusion Content of Steel) [49], en la que la cuantificación se realizó por métodos microscópicos y donde fue posible determinar el índice JK, que para este caso en la colada No 1 se determinó que presenta inclusiones de tipo A1 gruesos y D2 gruesos con un diámetro o espesor promedio de 18 μm . Para la colada No 2 se encuentra un nivel de inclusiones similar al nivel en la Colada No 1, pues presenta inclusiones de tipo A1,5 gruesos y D1,5 gruesos. En la Figura 3-6 se muestran las imágenes con las que se realizaron las mediciones de inclusiones para cada una de las coladas.

Figura 3-6: Imágenes para medición de inclusiones para el material de las probetas de tenacidad de fractura e impacto (colada No 1) y para las probetas de fatiga (colada No 2)



3.3.2 Probetas de tenacidad de fractura y fatiga

En la Figura 3-7 y Figura 3-8 se muestra la microestructura resultante para cada uno de los tratamientos sobre las probetas representativas de tenacidad de fractura y fatiga, las cuales fueron seleccionadas de acuerdo con un criterio mixto estadístico – cualitativo. Las probetas con valor de tenacidad de fractura K_{IC} y de pendiente m más cercanas al promedio

de cada tratamiento fueron seleccionadas para los análisis de microestructura y de mecanismos de fractura (Sección 3.4.1), sin embargo para algunos tratamientos el criterio de selección fue la preservación de la superficie de fractura. La microestructura resultante después de atacar con nital 2% para todos los tratamientos fue martensita, la cual presenta paquetes de listones alineados, característicos de los que se forman en aceros templados con un contenido medio de carbono. Para los tratamientos con temperatura de revenido de 250°C en ambas coladas (Figura 3-7b, Figura 3-7e, Figura 3-8b y Figura 3-8e) es posible notar que los paquetes de cristales de martensita se encuentran muy bien definidos, además de tener color más claro debido a que a esa temperatura la segregación de carbono es reducida. Las muestras de ambas coladas sometidas a revenido de 450°C muestran un color más oscuro debido a un completo proceso de segregación de carbono, sin embargo es posible notar que no existen diferencias sustanciales entre estas muestras en cuanto a la microestructura a la escala vista.

Si se compara la microestructura obtenida en los tratamientos que fueron sometidos a -90°C y -200°C se encuentra que no hubo diferencias fundamentales cuando son sometidos a la misma temperatura de revenido, por lo que se muestran muy similares los tratamientos -90/450, -200/450 y Ref (Revenido a 450°C) para cada una de las dos coladas. De igual forma los tratamientos -90/250 y -200/250 no presentan diferencias significativas en la microestructura para ninguna de las dos coladas.

Debido a que el objetivo de someter el acero a temperaturas bajo cero dentro de su ciclo de tratamiento térmico es completar la transformación martensítica y posiblemente generar la formación de partículas de segunda fase, no es fácil identificar estas características en microscopía óptica metalográfica, por lo que algunos estudios han sugerido realizar un ataque profundo en el cual se disuelva la matriz y posteriormente permanezcan sin disolverse estas partículas de segunda fase lo cual se tratará en la sección posterior [32][50].

Figura 3-7: Microestructura obtenida en las probetas de tenacidad de fractura para los tratamientos a) -90/450 b) -90/250 c) tratamiento convencional (revenido a 450°C) d) -200/450 y e) -200/250 (ataque Nital 2%).

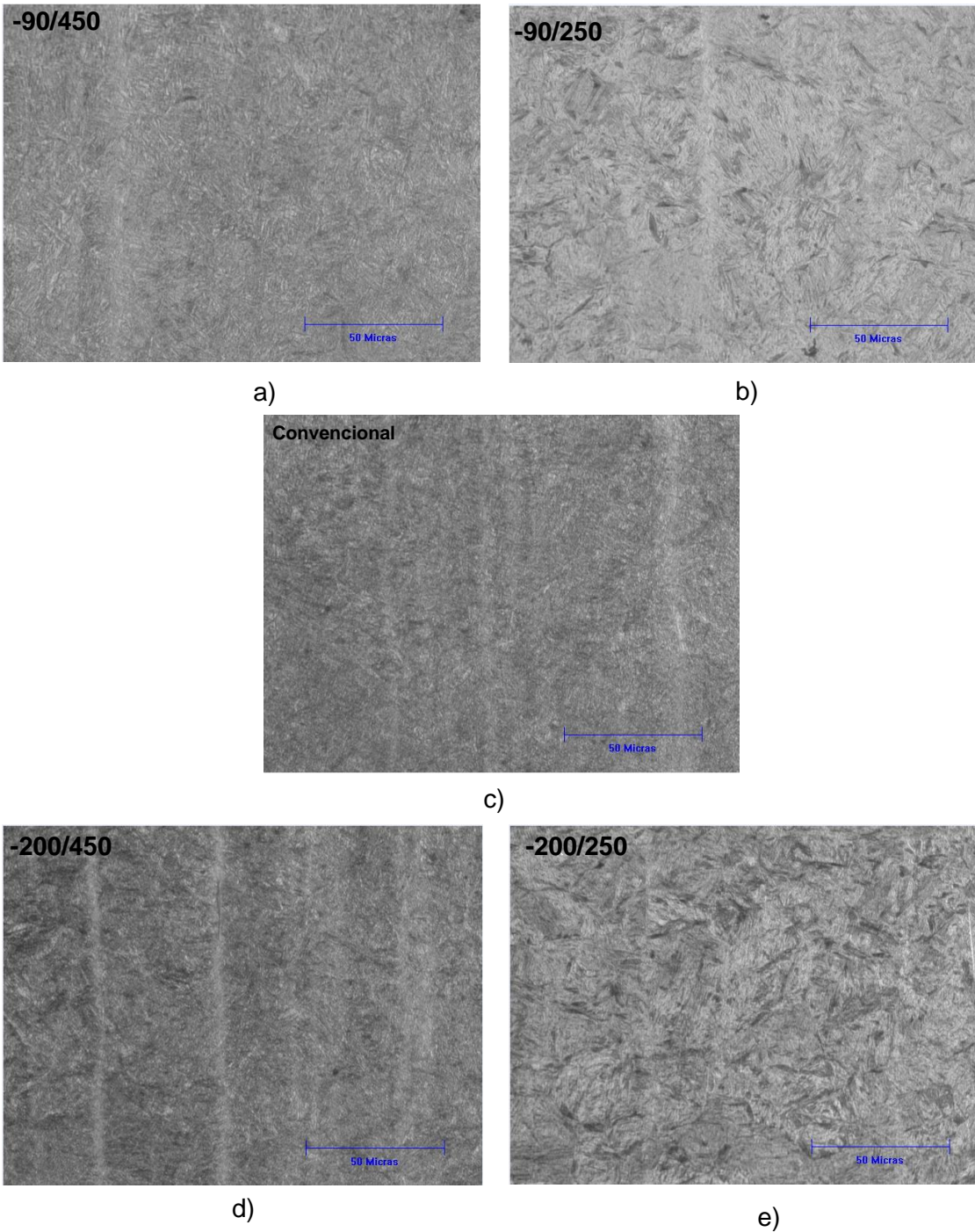
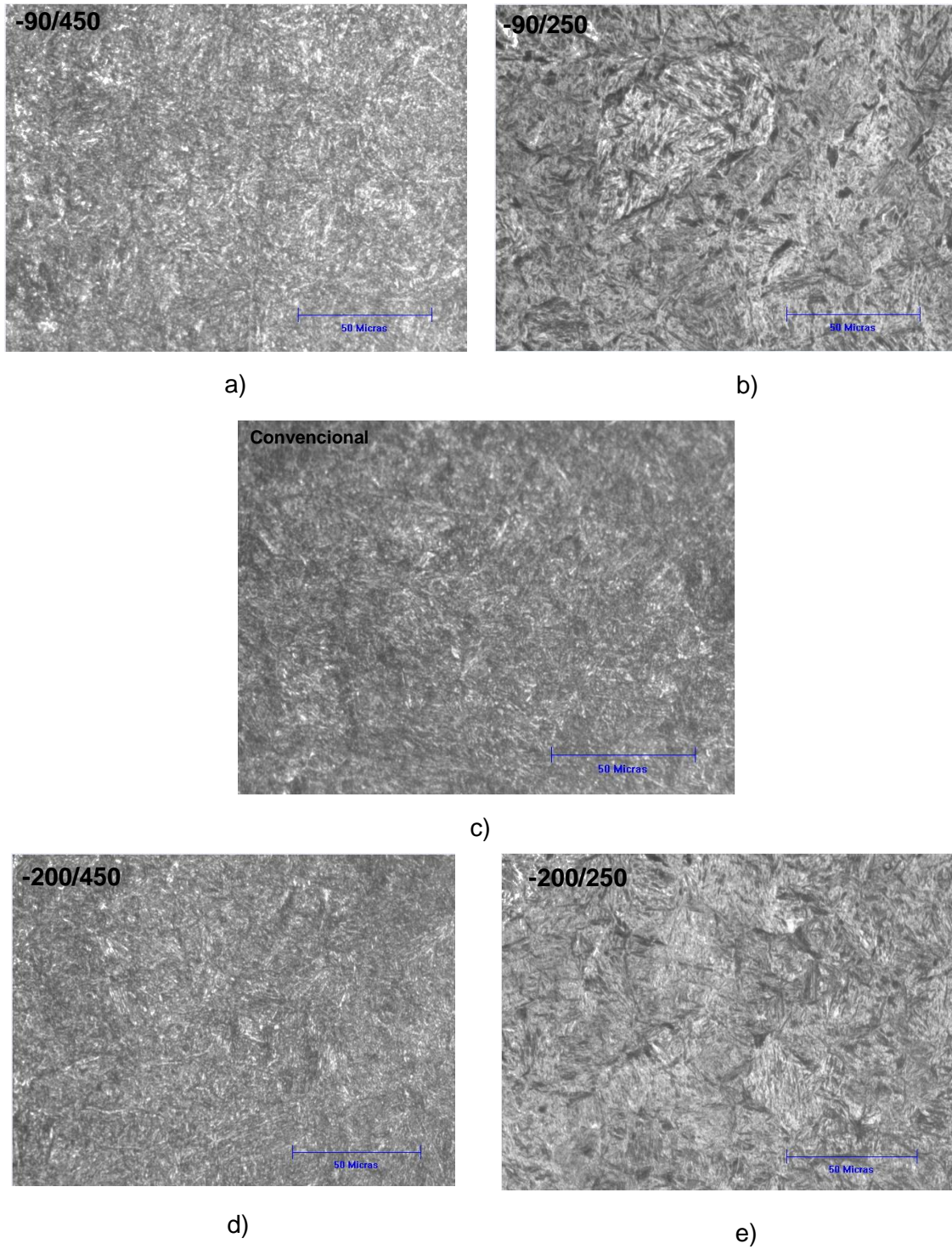


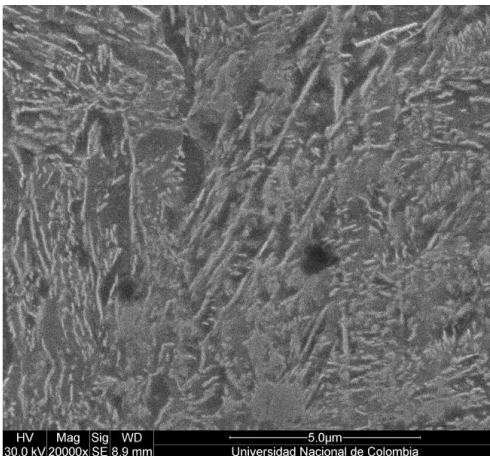
Figura 3-8: Microestructura obtenida en las probetas de fatiga para los tratamientos a) -90/450 b) -90/250 c) tratamiento de referencia (revenido a 450°C) d) -200/450 y e) -200/250 (ataque Nital 2%).



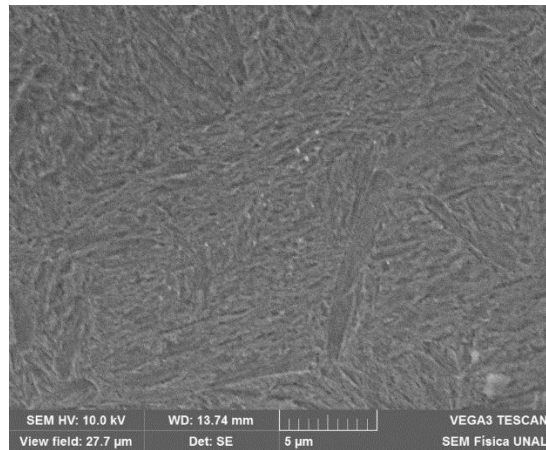
3.3.3 Ataque profundo de la microestructura.

En la Figura 3-9 se muestra el resultado final de numerosos intentos por develar la condición de precipitados sobre la microestructura del acero, sometido a los diferentes tratamientos, mediante el ataque químico con nital al 3% durante 60 segundos y lograr la disolución de la matriz martensítica. Este análisis se realizó mediante microscopía electrónica para ambas coladas pero se reportan los resultados para la colada con la que se fabricaron las probetas de tenacidad de fractura (Colada 1), donde luego de realizado el ataque profundo fue posible observar en relieve los cristales gruesos de cementita que se forman alrededor de los listones de martensita a partir de la transformación de la austenita retenida. El anterior efecto se ve acentuado en las probetas que tienen tratamiento de revenido a 450°C pues el relieve es más pronunciado que en las probetas que tienen tratamiento de revenido a 250°C. En las probetas con tratamiento de revenido a 250°C es posible notar pequeños precipitados de forma aparentemente esférica con un tamaño entre 100 y 150 nm. Nuevamente es indiferente la temperatura bajo cero, pues las características de la microestructura son gobernadas por el Revenido posterior al tratamiento bajo cero, es decir que no presenta diferencias entre someter el acero a -90°C o a -200°C.

Figura 3-9: Análisis de microestructura con sobre-ataque en las probetas de tenacidad de fractura para los tratamientos a) -90/450, b) -90/250, c) tratamiento de referencia (revenido a 450°C), d) -200/450 y e) -200/250.

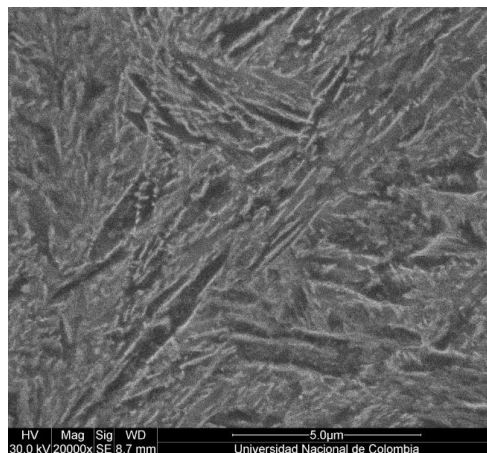


a)

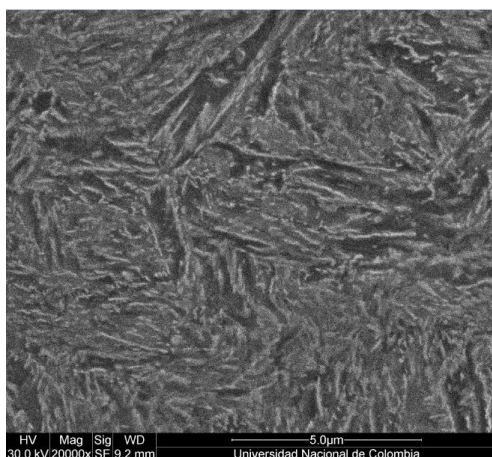


b)

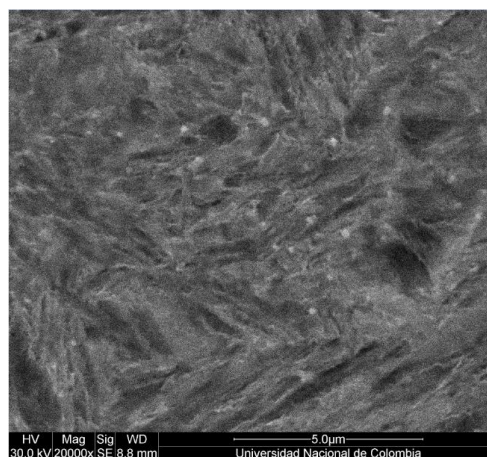
Figura 3-9: Análisis de microestructura con sobre-ataque en las probetas de tenacidad de fractura para los tratamientos a) -90/450, b) -90/250, c) tratamiento de referencia (revenido a 450°C), d) -200/450 y e) -200/250 (Continuación)



c)



d)



e)

3.4 Mecanismos de fractura

Para el análisis de los mecanismos de fractura primero se hace un registro en estereoscopio para detectar tendencias generales en los mecanismos macroscópicos de fractura, posteriormente se describen los micromecanismos de fractura en una probeta representativa para cada uno de los tratamientos realizados sobre las probetas de tenacidad de fractura y las probetas para medición de velocidad de crecimiento de grietas por fatiga mediante el análisis en microscopio electrónico.

3.4.1 Tenacidad de fractura

Para el análisis de las superficies de fractura de las probetas de tenacidad, se seleccionó una probeta representativa de cada uno de los tratamientos mediante un criterio estadístico y otro fractográfico. El método estadístico envolvió la eliminación de datos atípicos, es decir los datos que más se alejaron de la distribución normal fueron eliminados y se seleccionó la probeta con valor de tenacidad más cercana al nuevo promedio. De acuerdo con el criterio fractográfico se seleccionaron teniendo en cuenta el cumplimiento de los requisitos de preagrietamiento y de preservación de las superficies de fractura.

De la Figura 3-10 a la Figura 3-14 se muestran las superficies de fractura de todas las unidades experimentales con el valor de tenacidad obtenido en $MPa\sqrt{m}$ en la parte superior de cada una de las probetas (en las probetas con equis roja no se obtuvo resultado por fractura súbita), para cada uno de los cinco tratamientos donde es posible observar las características generales y la probeta seleccionada para el análisis fractográfico (flecha verde). De manera general es posible evidenciar que las superficies más tersas se encuentran en las probetas sometidas a revenido a temperatura de 250°C (Figura 3-11 y Figura 3-13), mientras que las probetas sometidas al revenido a 450°C (incluyendo el tratamiento de referencia o convencional) son las que presentan mayor cantidad de características dúctiles (Figura 3-10, Figura 3-12 y Figura 3-14).

Figura 3-10: Superficies de fractura de las probetas de flexión en tres puntos SENB sometidas al tratamiento -90/450.

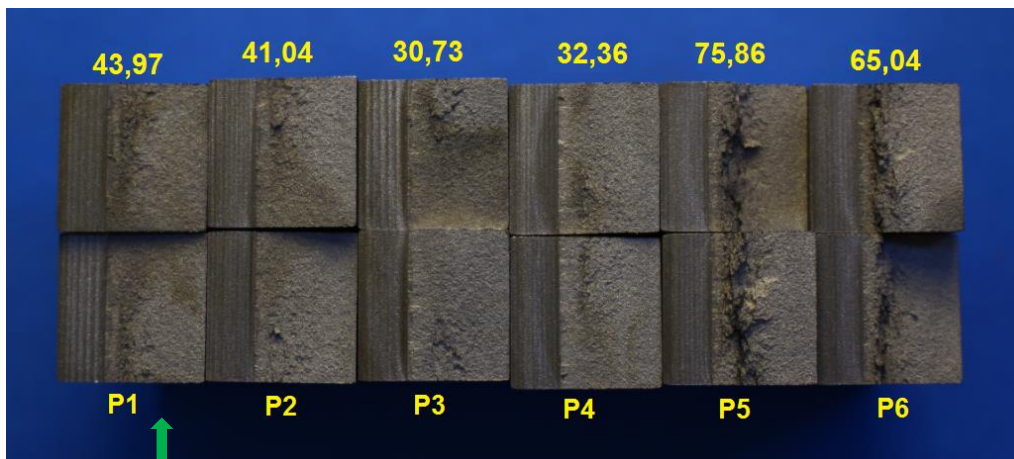


Figura 3-11: Superficies de fractura de las probetas de flexión en tres puntos SENB sometidas al tratamiento -90/250.

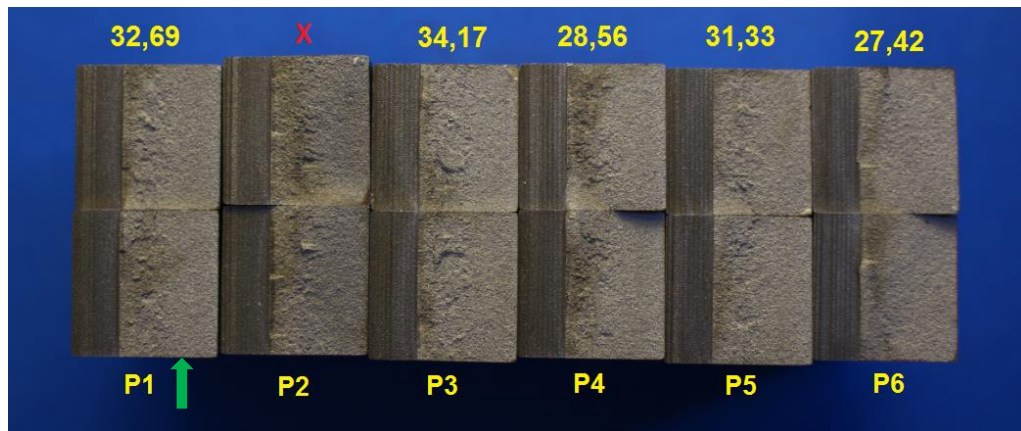


Figura 3-12: Superficies de fractura de las probetas de flexión en tres puntos SENB sometidas al tratamiento -200/450.

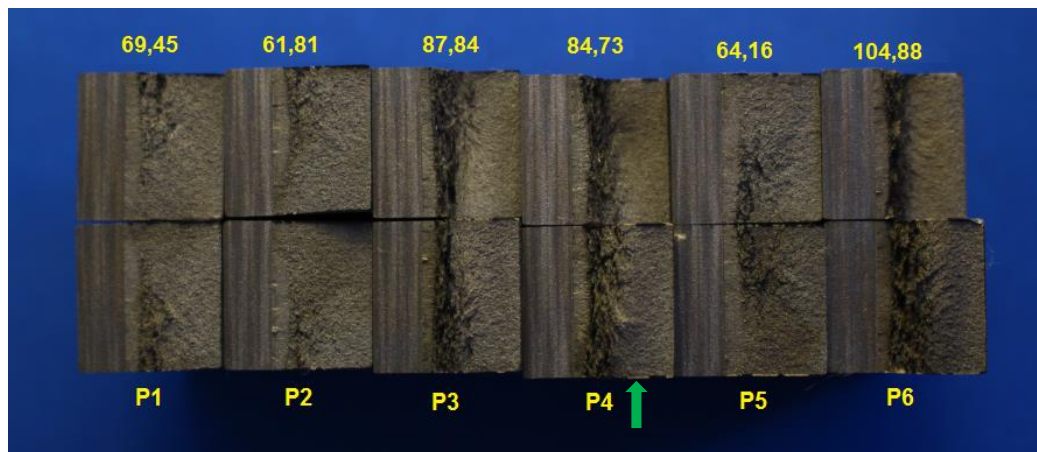


Figura 3-13: Superficies de fractura de las probetas de flexión en tres puntos SENB sometidas al tratamiento -200/250.

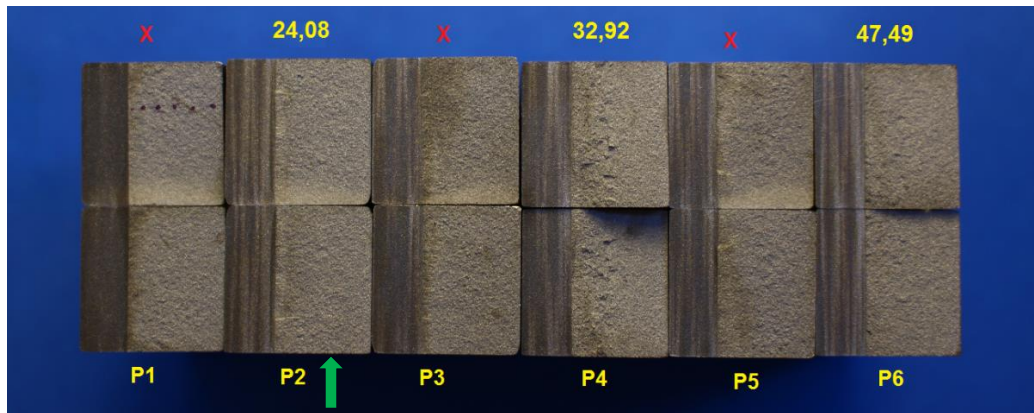
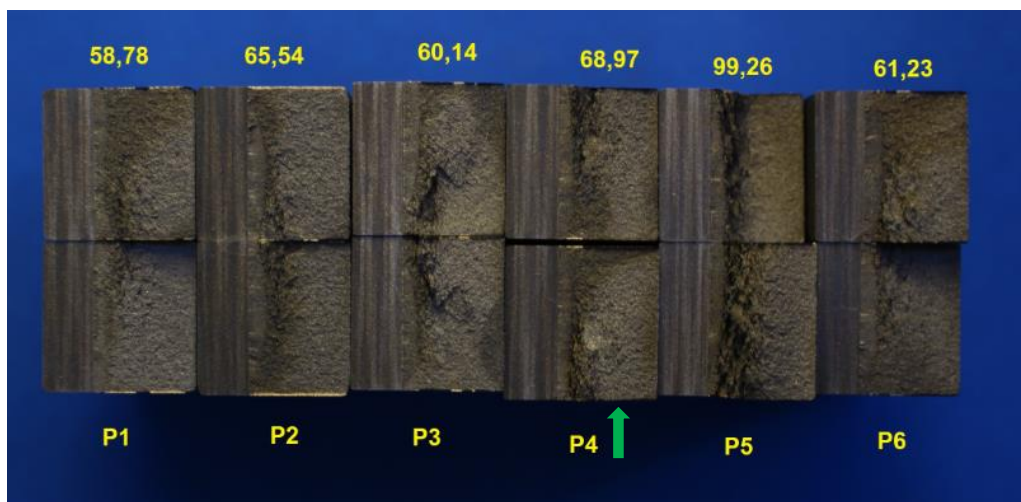


Figura 3-14: Superficies de fractura de las probetas de flexión en tres puntos SENB sometidas al tratamiento convencional de referencia.



Para determinar la influencia de los tratamientos térmicos propuestos sobre los mecanismos de fractura, se realiza un análisis mediante microscopía electrónica de barrido en las superficies de fractura, empleando electrones secundarios, identificando los mecanismos presentes en la propagación por fatiga (preagrietamiento) y en la región de fractura súbita. En la Figura 3-15 es posible observar una de las caras de las probetas representativas de cada tratamiento en la primera columna, en la siguiente columna se

encuentran imágenes tomadas en la región de preagrietamiento por fatiga y en la tercera columna una imagen tomada en la región de fractura súbita. Se identifica que las muestras que fueron sometidas a la temperatura de revenido de 450°C (incluyendo el tratamiento convencional de referencia) presentan un mecanismo dúctil de propagación de grietas por fatiga en mayor proporción, ya que existen pequeñas regiones de fractura intergranular, por lo que esta propagación es de tipo mixto entre estriaciones dúctiles (flechas amarillas) acompañadas por propagaciones estáticas (intergranular) localizadas en granos específicos (flechas rojas).

Los mecanismos identificados en las regiones de fractura súbita corresponden en su mayoría a fractura intergranular, sin embargo para todos los tratamientos en algunas regiones y en diferentes proporciones se presenta formación y coalescencia de microvacíos (flechas verdes). La fractura dúctil se presenta sobre todo en las probetas que fueron sometidas a 450°C, efecto acentuado en la probeta de tratamiento convencional, es decir, se encuentra que la proporción de fractura dúctil disminuye cuando las muestras fueron sometidas a tratamientos bajo cero y a la misma temperatura de revenido. Las probetas que se sometieron a revenido a 250°C presentan en su mayoría fractura intergranular con algunas pequeñas regiones donde se formaron microvacíos en la región de fractura súbita. En la Tabla 3-10 se muestran las proporciones entre fractura dúctil y fractura intergranular para cada tratamiento sobre la región de fractura súbita. Estos porcentajes de cada tipo de fractura fueron calculados por medio de conteo manual sobre una retícula superpuesta a la imagen de la fractografía para cada tratamiento.

Tabla 3-10: Proporciones entre fractura intergranular y fractura dúctil para todos los tratamientos sobre probetas de tenacidad de fractura en la región de propagación inestable.

Tratamiento	Mecanismo de fractura	
	Intergranular	Microvacíos
-90/450	81,41%	18,59%
-90/250	96,30%	3,70%
-200/450	63,20%	36,80%
-200/250	96,70%	3,30%
Convencional Revenido a 450°C	71,20%	28,80%

También se lograron identificar mecanismos diferentes a los típicos encontrados, pues las superficies de fractura de las probetas en condición más frágil (revenido a 250°C), como se muestra en la Figura 3-16 a), es posible observar a 3200X la formación y coalescencia de microvacíos sobre la cara de un grano martensítico cuando el acero fue sometido al tratamiento -200/250, en el mismo sentido en la Figura 3-16 b) es posible observar que el acero presenta nucleación y coalescencia de microvacíos parcialmente sobre las caras de algunos granos en las superficies de fractura de las probetas tratadas a -90/250.

En la literatura se encuentra que este tipo de mecanismo se asocia a precipitados que se forman en el borde de grano debido a algún estímulo energético que es ayudado por el contenido de impurezas como lo son el azufre y el fósforo. Existen otras familias de aleaciones que presentan un mecanismo de fractura intergranular dúctil, como lo son algunas aleaciones de níquel o aluminios endurecidos por precipitación [51].

Figura 3-15: Superficies de fractura de una probeta representativa por cada uno de los cinco tratamientos evaluados.

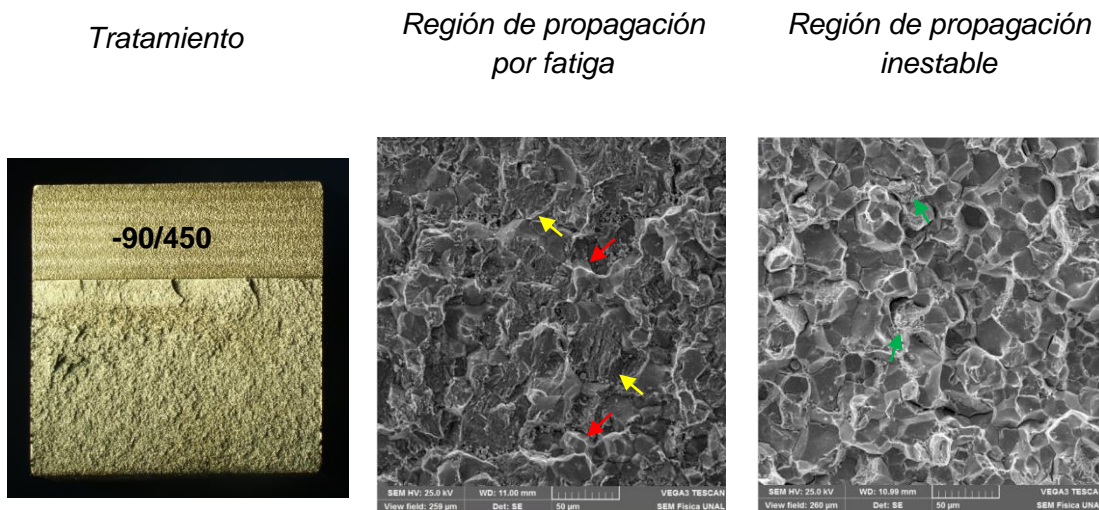


Figura 3-15: Superficies de fractura de una probeta representativa por cada uno de los cinco tratamientos evaluados (Continuación).

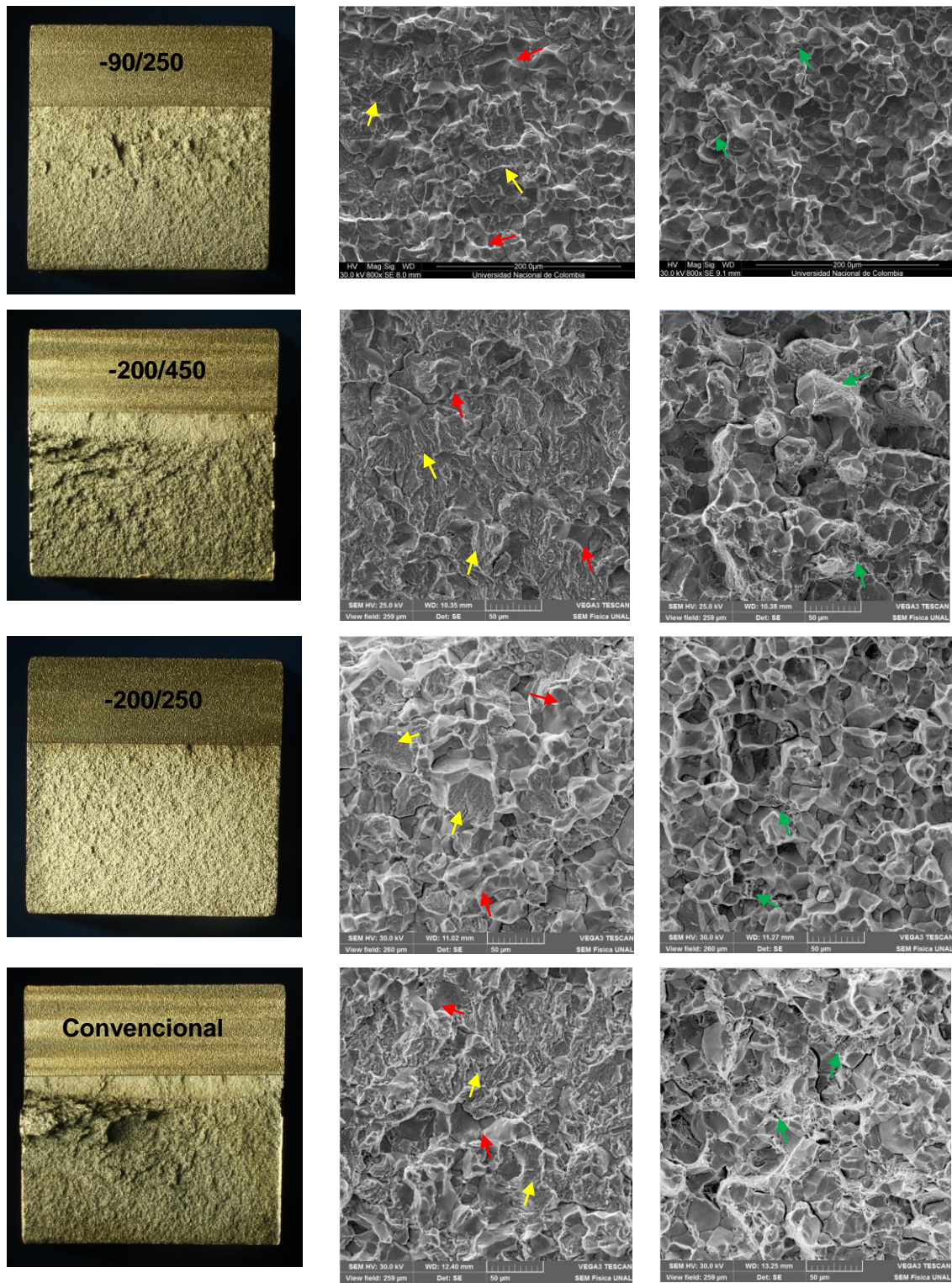
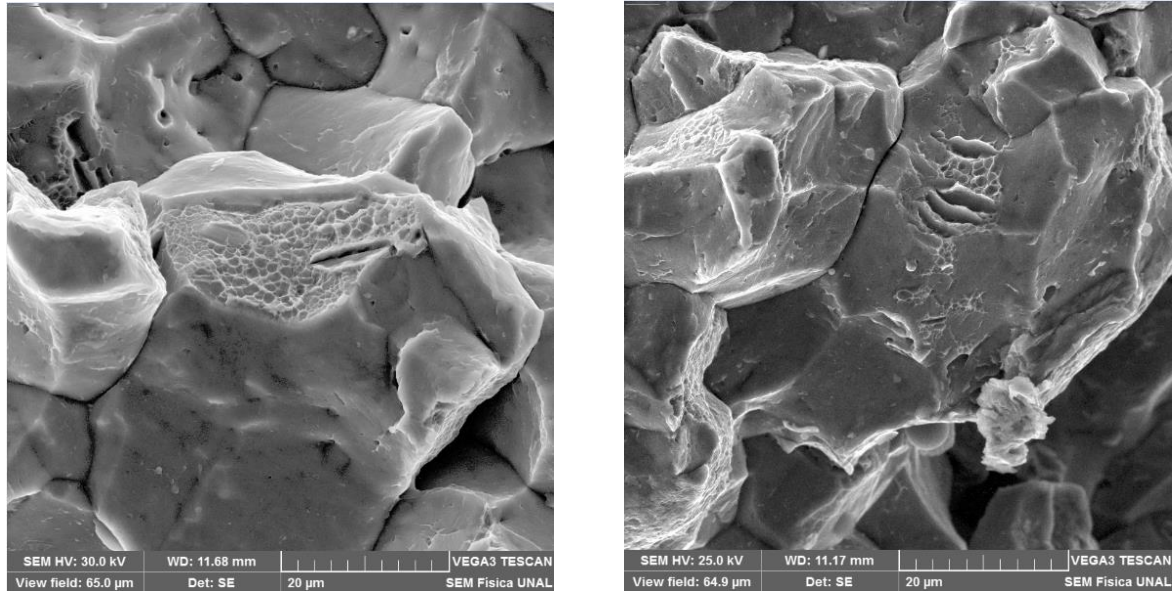


Figura 3-16: Formación y coalescencia de microvacíos en el borde de grano martensítico en probetas sometidas a los tratamientos a) -200/250 y b) -90/250



3.4.2 Propagación por fatiga

El análisis de los mecanismos de propagación por fatiga se efectúa con el fin de encontrar la relación que existe entre los resultados de la velocidad de crecimiento de grietas medido por m según el modelo de Paris y la microestructura obtenida para cada uno de los cinco tratamientos. Las probetas para el análisis fractográfico fueron seleccionadas únicamente en función de la superficie de fractura mejor preservada y se encuentran identificadas con una flecha verde, pues las condiciones de la máquina para fatiga no permitieron tener un control de la carga posterior a la fractura súbita y como consecuencia resultaron maltratadas, en mayor medida las etapas iniciales del crecimiento estable. De la Figura 3-17 a la Figura 3-21 se muestran las superficies de fractura de las probetas de fatiga para cada tratamiento con el valor de pendiente m encontrado en color rojo para cada unidad experimental, nótese que el diseño es desbalanceado pues algunas probetas fallaron sin tener una etapa de crecimiento estable y no se incluyeron dentro del análisis, sobre todo en los tratamientos que generaron mayor fragilidad, pues la sensibilidad a la entalla aumenta considerablemente cuando aumenta la dureza. De manera general es posible

notar que las probetas sometidas a tratamiento de revenido de 450°C (Figura 3-17, Figura 3-19 y Figura 3-21) presentan mayor ductilidad ya que en la región de propagación inestable o de fractura súbita existen pequeños labios de corte, mientras que las que fueron sometidas a revenido de 250°C (Figura 3-18 y Figura 3-20) presentan una fractura brillante y sin deformación evidente a lo largo de la propagación estable e inestable. Es necesario tener en cuenta que las probetas que se encuentran en condición frágil tuvieron una longitud de propagación estable menor que las probetas más dúctiles.

El análisis se realiza mediante microscopía electrónica a lo largo de toda la superficie de fractura para determinar los mecanismos de propagación desde bajas velocidades en la etapa de iniciación de la grieta por fatiga hasta la región de fractura súbita. En la Figura 3-22 se muestran los mecanismos de fractura encontrados en las probetas compactas para medición de la velocidad de crecimiento de grietas por fatiga para cada uno de los tratamientos y en las etapas de propagación estable a bajas, intermedias y altas velocidades de propagación (columnas).

Figura 3-17: Superficies de fractura de las probetas compactas de tensión C(T) sometidas al tratamiento -90/450.

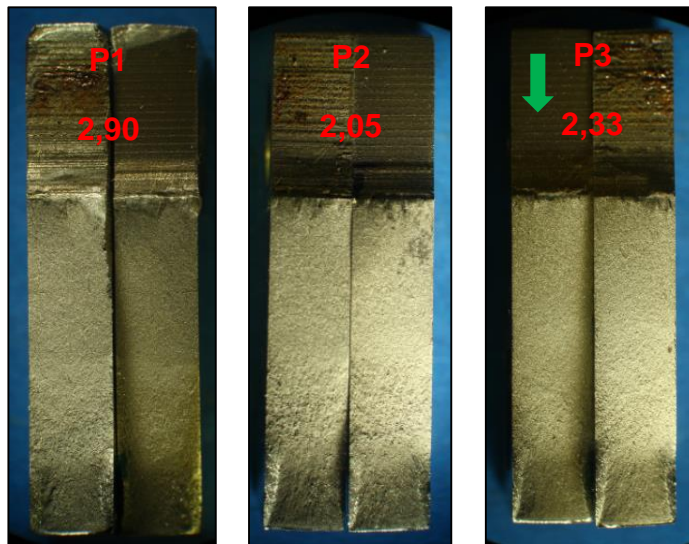


Figura 3-18: Superficies de fractura de las probetas compactas de tensión C(T) sometidas al tratamiento -90/250.

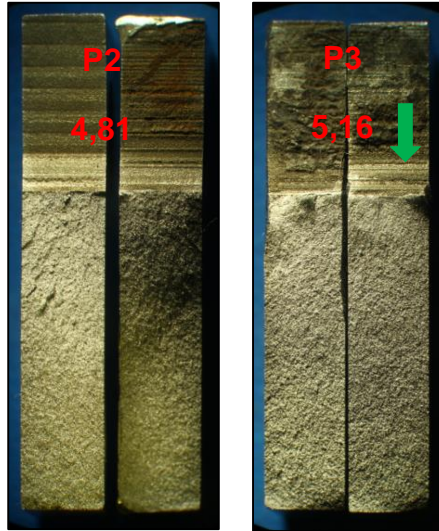


Figura 3-19: Superficies de fractura de las probetas compactas de tensión C(T) sometidas al tratamiento -200/450.

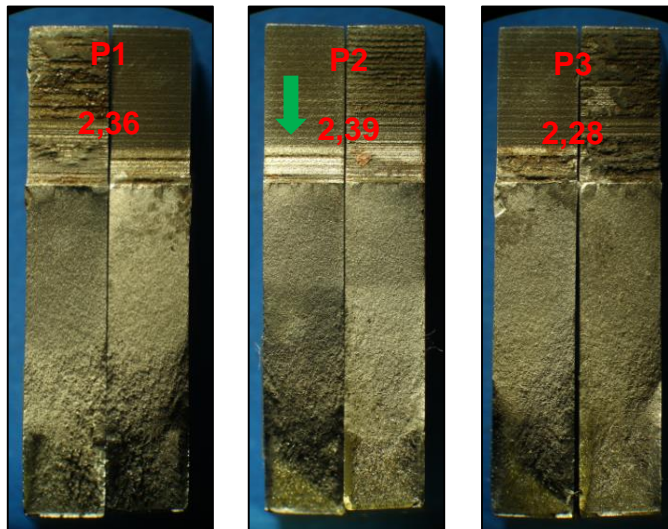


Figura 3-20: Superficies de fractura de las probetas compactas de tensión C(T) sometidas al tratamiento -200/250.

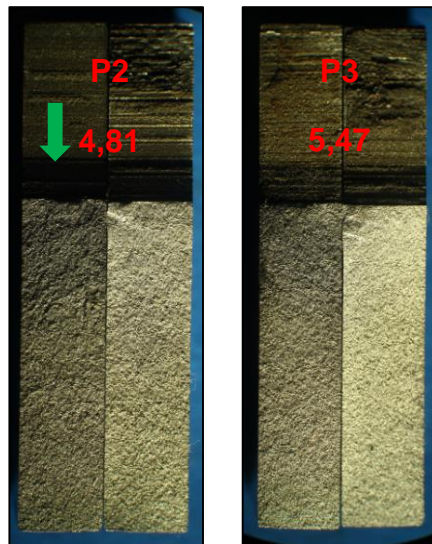
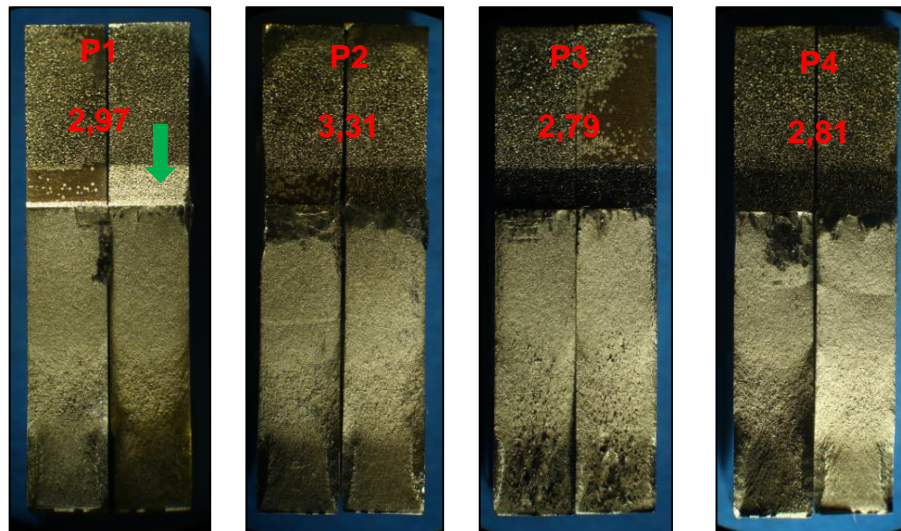


Figura 3-21: Superficies de fractura de las probetas compactas de tensión C(T) sometidas al tratamiento convencional de referencia.



De la misma forma en que la fragilidad es posible observarla a gran escala en las probetas que fueron sometidas a revenido a 250°C, también se detecta que el principal micromecanismo de propagación de la grieta por fatiga es gobernado por la fractura intergranular, pero es posible encontrar que a bajas velocidades se presentó un mecanismo mixto intergranular (flechas rojas) y transgranular (flechas amarillas), como se presentó en la zona de preagrietamiento por fatiga de las probetas de tenacidad de fractura (Sección 3.4.1). Para las probetas que fueron sometidas al tratamiento de revenido a

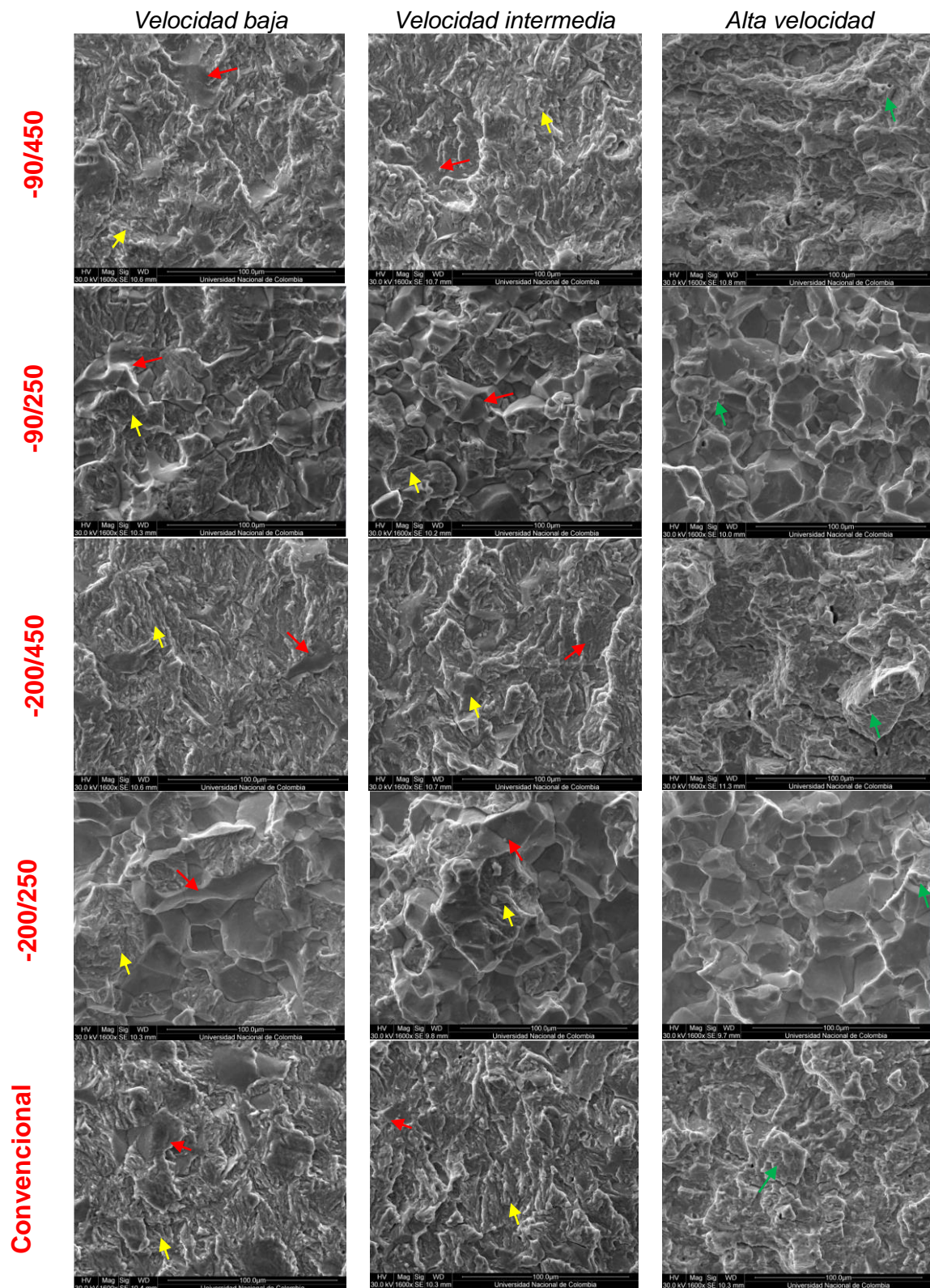
450°C el mecanismo de propagación a bajas velocidades fue gobernado principalmente por la deformación y por los mecanismos descritos en la Sección 1.3.2. A medida que aumentó la velocidad de propagación a velocidades intermedias, fue posible notar que el componente de la fractura estática aumentó para las condiciones más frágiles, en el mismo sentido para el acero en condición más dúctil este mecanismo disminuyó, por lo que la propagación se dió por medios completamente dúctiles y gobernados por la deformación local. En casos como en el tratamiento -200/450 la presencia de facetas correspondientes a la fractura intergranular estuvo presente durante toda la propagación en alguna proporción, inclusive en la fractura final. En la Tabla 3-11 se muestra las proporciones entre los mecanismos de propagación de las grietas por fatiga para cada uno de los tratamientos. La proporción de cada tipo de fractura fue calculada por medio de conteo manual sobre una retícula superpuesta a la imagen de la fractografía para cada uno de los tratamientos.

Tabla 3-11: Proporciones entre fractura intergranular y fractura dúctil para todos los tratamientos sobre probetas de fatiga en la región de propagación a bajas y medias velocidades.

Tratamiento	Baja velocidad		Alta velocidad	
	Intergranular	Transgranular	Intergranular	Transgranular
-90/450	11,78%	88,22%	3,50%	96,50%
-90/250	23,44%	76,56%	60,27%	39,73%
-200/450	7,50%	92,50%	20,08%	79,92%
-200/250	58,58%	41,42%	68,02%	31,98%
Convencional Revenido a 450°C	18,39%	81,61%	5,04%	94,96

Cuando la propagación se da a altas velocidades el mecanismo de fractura pasa de ser gobernado por la deformación cíclica a mezclarse con mecanismos estáticos de fractura, como lo son la coalescencia de microvacíos (flechas verdes en la Figura 3-22) para las probetas en condición dúctil (-90/450, -200/450 y convencional). Para las probetas en condición más frágil el mecanismo de propagación a altas velocidades se torna en su mayor parte intergranular, sin embargo se nota que en la región de fractura final fue posible observar pequeñas regiones de fractura dúctil como las presentes en el tratamiento -90/250.

Figura 3-22: Mecanismos de fractura de las probetas compactas de tensión C(T) bajo diferentes etapas durante la propagación estable de grieta.



4. Análisis de Resultados

La medición de la tenacidad de fractura y la velocidad de crecimiento de grietas por fatiga sobre un acero AISI SAE 5160H, como herramienta para determinar el efecto de someterlo a una variedad de tratamientos térmicos, envolvió el análisis de características microestructurales y fractográficas que se relacionan entre sí para explicar estas propiedades a escala macro.

En la Tabla 4-1 se muestran los promedios generales encontrados para la medición de tenacidad de fractura K_{Ic} y pendiente m que caracteriza la velocidad de crecimiento de grietas por fatiga según modelo de Paris, para cada uno de los ciclos de tratamiento térmico propuestos en el diseño de experimentos factorial 2^2 . La medición de las propiedades se realizó sobre probetas de flexión en tres puntos SENB para tenacidad de fractura y probetas tipo compacto CT para velocidad de crecimiento de grietas por fatiga, las cuales fueron sometidas a temple convencional en aceite (austenización a 860°C) e inmediatamente después fueron sometidas a una combinación de dos temperaturas bajo cero (Factor Bajo-cero: -90 y -200°C) y dos temperaturas de revenido posterior a las temperaturas bajo cero (Factor Revenido 2: 450 y 250°C). Los resultados del análisis estadístico sobre las mediciones de tenacidad de fractura mostró que tanto el factor Revenido2 como el factor Bajo-cero son significativos, es decir que existe diferencia estadística entre los valores promedio medidos entre por lo menos un par de tratamientos.

Las probetas sometidas a tratamiento de revenido de 450°C (tratamientos 1,3 y 5) presentaron en promedio un valor de tenacidad de fractura más alto que las que fueron sometidas a temperatura de revenido de 250°C (tratamientos 2 y 4), lo cual fue un comportamiento esperado pues este acero a temperaturas de revenido entre 250°C y

370°C presenta fragilización por martensita revenida asociada a la descomposición de la austenita retenida, aunque a temperaturas entre 375°C y 575°C también se presenta un fenómeno de fragilización por revenido [29], [31], [50], [52]. Por otro lado, los resultados de propagación de grietas por fatiga se encuentran relacionados con los resultados de tenacidad de fractura y con el tratamiento aplicado, ya que las probetas con mejor comportamiento con respecto a la propagación de grietas por fatiga (medido por la pendiente m) fueron aquellas que tuvieron mayores valores de tenacidad de fractura, es decir las que fueron sometidas a revenido de 450°C (tratamientos 1,3 y 5). En los ensayos de velocidad de crecimiento de grietas se buscó determinar experimentalmente las constantes C y m según el modelo de Paris, donde m es la pendiente de la curva ($\log(da/dN)$ Vs $\log(\Delta K)$) y a medida que aumenta su magnitud se espera menor velocidad de propagación de grietas por fatiga, por lo tanto menor resistencia a la propagación.

Tabla 4-1: Proporciones entre fractura intergranular y fractura dúctil para todos los tratamientos sobre probetas de fatiga en la región de propagación a bajas y medias velocidades.

Tratamiento		Tenacidad de Fractura $MPa\sqrt{m}$		Pendiente m	
		Prom	Desv	Prom	Desv
1	-90/450	42,63	13,72	2,42	0,43
2	-90/250	30,83	2,810	4,99	0,25
3	-200/450	73,60	11,96	2,34	0,06
4	-200/250	35,08	11,50	5,14	0,47
5	Convencional	62,93	4,220	2,97	0,24

Con relación al tratamiento con temperaturas bajo cero es necesario tener en cuenta que existen fundamentalmente cuatro aspectos metalúrgicos principales que pueden explicar los cambios en las propiedades: la transformación de la austenita retenida en martensita o bainita, la formación de carburos η , precipitación de carburos ultrafinos y homogenización de la microestructura [18], [47], [53]. Dentro del análisis de la microestructura mediante microscopía óptica no se encontraron diferencias significativas entre tratamientos sometidos a la misma temperatura de revenido, es decir, no se aprecian con claridad las

diferencias en las características microestructurales entre someter las probetas a -90°C o -200°C cuando se realiza revenido posterior cualquiera, sea a 250°C o a 450°C . Los tratamientos $-90/250$ y $-200/250$ presentaron una microestructura típica de un acero templado compuesta por martensita masiva con paquetes de láminas bien definidas de color claro ya que a la temperatura de revenido de 250°C la segregación de carbono es reducida. Para los tratamientos $-90/450$, $-200/450$ y el tratamiento convencional (revenido a 450°C) la situación no fue diferente, pues también presentó martensita con distribución más uniforme de paquetes de láminas cortas en los tres tratamientos. De acuerdo con prácticas recomendadas en [29], [32], [50] para determinar cualitativamente la condición de partículas de segunda fase embebidas dentro de la matriz martensítica, se realizó un sobre-ataque a las muestras metalográficas encontrando que fue posible diluir la matriz martensítica y observar la distribución y el tamaño de los precipitados para los tratamientos que tuvieron revenido a 250°C (tratamientos 2 y 4), en las probetas sometidas a revenido a 450°C no fue posible observar estos precipitados en ninguno de los numerosos intentos por develar dichas partículas. Como no fue posible determinar con claridad el efecto de los tratamientos sobre la microestructura del acero, el foco del estudio se centró en determinar el efecto sobre los mecanismos de fractura involucrados en las probetas para flexión SENB y en las probetas de fatiga compactas CT.

Dentro del análisis de los mecanismos de fractura a escala macro se encontró que las trayectorias de propagación en las probetas de tenacidad de fractura revenidas a 450°C fueron de tipo inclinada donde una cara de la grieta tiende a deslizar con respecto a la otra, envolviendo mayor consumo de energía y por lo tanto mayor tenacidad, mientras que para todo el grupo de probetas que fueron revenidas a 250°C la trayectoria de la grieta fue transversal con superficie de fractura tersa. Para los tratamientos sometidos a temperatura de revenido de 250°C no hubo diferencia estadística entre los valores promedio de tenacidad de fractura ($30,83 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ para $-90/250$ y $35,08 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ para $-200/250$), ni en los valores de pendiente m (4,99 para $-90/250$ y 5,14 para $-200/250$). Al analizar los micro mecanismos en la región de fractura súbita se encuentra que las probetas de tenacidad de fractura sometidas al tratamiento $-200/250$ presentaron una proporción de microvacíos (3,30%) similar a las probetas sometidas a al tratamiento $-90/250$ (3,70%), adicionalmente fue posible notar que hubo mayor tendencia a la separación de grano en la probeta sometida a $-200/250$ que en la probeta con tratamiento $-90/250$, lo que indica mayor

sensibilidad en el límite de grano para las probetas que fueron sometidas a -200°C . En la región de preagrietamiento por fatiga de las probetas de tenacidad de fractura que fueron sometidas a estos tratamientos ($-90/250$ y $-200/250$) presentaron micro mecanismos de propagación mixto entre fractura transgranular gobernada por la deformación y fractura intergranular por separación del límite de grano austenítico. En la propagación por fatiga de las probetas de tipo compacto, para baja velocidad de crecimiento, se dio en mayor proporción mediante mecanismo intergranular para el tratamiento $-200/250$ (58,78%), mientras que para el tratamiento $-90/250$ se presentaron en mayor proporción mecanismos transgranulares (76,56%) gobernados por la deformación, características consistentes con los valores promedio de pendiente que para el tratamiento $-90/250$ fue de 4,99 y para el tratamiento $-200/250$ fue de 5,14, presentando mayor velocidad de crecimiento de grietas en este último caso. Lo anterior comprueba que existe un fenómeno en el que al someter el acero a -200°C hace que resulte en condiciones más frágiles que cuando el material es sometido a -90°C , lo cual se ve reflejado en los mecanismos de propagación, inclusive si estadísticamente no hay diferencia entre los valores promedio encontrados en la medición.

Las probetas que fueron sometidas a los tratamientos $-90/450$, $-200/450$ y el tratamiento convencional con revenido a 450°C presentaron un comportamiento superiormente tenaz comparado con las probetas revenidas a 250°C , resultando en valores de tenacidad de $42,63 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ para $-90/450$ y $73,60 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ para $-200/450$ y $62,93 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ para revenido convencional a 450°C . Los micro-mecanismos de fractura encontrados para esta serie de tratamientos en la región de fractura súbita de las probetas de tenacidad de fractura fue fundamentalmente mediante micro-mecanismo intergranular, acompañado de regiones formadas mediante coalescencia de microvacíos por causa de regiones que han permitido el deslizamiento de la matriz martensítica. La proporción de fractura de tipo dúctil por microvacíos coincide con el comportamiento de la tenacidad de fractura, pues el tamaño de la región de fractura transgranular se comporta de forma directamente proporcional a los valores promedio de tenacidad de fractura, sin embargo se encontró que el tamaño promedio de los microvacíos fue mayor para el tratamiento convencional (revenido a 450°C), seguido por el tratamiento $-90/450$ y para el $-200/450$ resultó en una dispersión fina de microvacíos. La ductilidad de la matriz de martensita revenida depende de la cantidad de carbono disuelto y los elementos de aleación, por lo que la formación de una

dispersión de partículas de segunda fase incrementa la reducción de la cantidad carbono y de elementos aleantes disueltos. En este caso no fue posible observar con precisión la dispersión de partículas sobre la matriz de martensita mediante metalografía, no obstante el análisis estadístico establece que existe una diferencia estadística entre los valores de tenacidad promedio entre los tratamientos $-90/450$ ($42,63 \text{ MPa}\sqrt{m}$) y $-200/450$ ($73,60 \text{ MPa}\sqrt{m}$), y adicionalmente, la presencia de pequeños, numerosos y bien definidos micro vacíos sobre la superficie de fractura dan evidencia del alto valor de tenacidad de fractura alcanzado por el tratamiento $-200/450$, comportamiento similar al encontrado en [54]–[56]. Entre el tratamiento convencional de referencia y el tratamiento $-200/450$ no hubo diferencia estadística en los valores de tenacidad de fractura ni en los de la pendiente m , aunque para el tratamiento convencional se encontró la presencia de microvacíos de mayor tamaño.

La pendiente m medida para determinar la velocidad de crecimiento de grietas por fatiga fue similar para los tres tratamientos sometidos a revenido a 450°C (2,42 para $-90/450$, 2,34 para $-200/450$ y 2,97 para el tratamiento convencional) resultando en valores entre 2 y 3, lo cual indica una buena resistencia a la propagación de grietas por fatiga, adicionalmente no presentaron diferencia estadística entre sí. Los micro-mecanismos de fractura encontrados durante el pre agrietamiento por fatiga de las probetas de tenacidad de fractura, revenidas a 450°C , fueron similares a los encontrados a bajas velocidades de crecimiento en probetas compactas para fatiga, pues se observó un mecanismo mixto compuesto por un pequeño componente frágil mediante fractura intergranular, acentuado en las probetas de tenacidad de fractura, y un componente de fractura dúctil sobre la mayor parte de la superficie de fractura. En estudios similares sobre este mismo acero se ha encontrado que a medida que disminuye la temperatura de revenido posterior al temple, aumenta la velocidad de crecimiento de grietas y por lo tanto la pendiente m , lo cual se atribuye al aumento del área de fractura intergranular como consecuencia del favorecimiento de la segregación y posterior fragilización del límite de grano [28], [29].

En general durante la investigación se encontró que el efecto de someter el acero AISI SAE 5160H a temperaturas bajo cero (-90°C o -200°C) tiene un efecto discreto, pues al evaluar los resultados promedio de propiedades mecánicas como dureza, tenacidad de fractura y velocidad de crecimiento de grietas, desde un punto de vista estadístico en pocos

casos resulta que hay diferencia entre los tratamientos, como se encontró en para aceros de la misma familia [16], [48], [55]. Por otro lado, dentro del análisis de los mecanismos de fractura se encuentra que existen ligeras diferencias entre someter el acero a temperaturas bajo cero, con respecto al tratamiento convencional (únicamente revenido a 450°C), pues se encuentra que la magnitud del área de fractura intergranular para las probetas sometidas a temperaturas bajo cero y posteriormente a un revenido a 450°C es mayor que cuando se someten únicamente a revenido a 450°C, además de presentar una dispersión fina de microvacíos que sugieren numerosos y pequeños sitios de nucleación de microvacíos, comparado con los demás tratamientos.

5. Conclusiones y recomendaciones

5.1 Conclusiones

- La temperatura de revenido inmediatamente posterior al temple tiene una influencia en la energía de impacto para el acero de prueba, pues inhibe el efecto que pudiera tener el someter el acero a temperaturas bajo cero después del revenido.
- Con relación a las temperaturas bajo cero es posible concluir que el tratamiento criogénico profundo (-200°C) tiene mayor efecto en el comportamiento de la tenacidad de fractura y la velocidad de crecimiento de grietas por fatiga que someter al material de prueba a un tratamiento criogénico intermedio (-90°C).
- A medida que aumenta la pendiente m también lo hace el área de fractura intergranular, atribuyéndose este aumento a los mecanismos estáticos de propagación logrados como consecuencia de la segregación de elementos químicos fragilizantes o sensibilización del límite de grano austenítico que hacen que haya desprendimiento por borde de grano.
- La temperatura de revenido final (Revenido 2) de 450°C promueve mayor tenacidad y por lo tanto menor velocidad de crecimiento de grietas por fatiga, comparada con la temperatura de revenido a 250°C.
- El tratamiento alternativo propuesto -200/450 puede llegar a superar el comportamiento mecánico encontrado en un tratamiento térmico convencional, pues en promedio causa mayor tenacidad de fractura y al mismo tiempo presenta mayor resistencia a la propagación de grietas por fatiga. Sin embargo, implementar el tratamiento subcero incrementa el costo de producción.

5.2 Recomendaciones

- De acuerdo con los resultados del presente estudio, se recomienda evaluar propiedades de desgaste, pues el tratamiento con temperaturas bajo cero presento un efecto negativo en las propiedades de tenacidad de fractura por lo que tendría cierto potencial como herramienta.
- Es posible cuantificar el grado de efectividad al someter el acero a tratamiento criogénico realizando la medición de la austenita retenida mediante técnicas más específicas como lo son difracción de rayos x.
- Una de las técnicas para determinar si el tratamiento tuvo efectividad en la nucleación y crecimiento de partículas de segunda fase como lo son los carburos es utilizar análisis TEM.

Bibliografía

- [1] S. Kalia, "Cryogenic processing: A study of materials at low temperatures," *J. Low Temp. Phys.*, vol. 158, no. 5–6, pp. 934–945, Nov. 2010.
- [2] R. G. Bowes, "The theory and practice of sub zero treatment of metals," *Heat Treat. Met.*, pp. 29–32, 1974.
- [3] R. F. Barron and C. Mulhern, "Cryogenic Treatment of AISI - T8 and C 1045," *Adv. Cryog. Eng. Mater.*, vol. 27, 1981.
- [4] R. F. Barron, "Cryogenic treatment of metals to improve wear resistance," *Cryogenics (Guildf.)*, vol. 22, no. August, pp. 409–413, 1982.
- [5] A. P. Gulyaev, "Cold Treatment of Steel," *Met. Sci. Heat Treat.*, vol. 40, 1998.
- [6] Linde Gas, "Sub-zero Treatment of Steels: Technology / Processes / Equipment," Pullach, 2006.
- [7] R. O. Ritchie and J. F. Knott, "On the influence of high austenitizing temperatures and 'overheating' on fracture and fatigue crack propagation in a low alloy steel," *Metall. Trans.*, vol. 5, no. March, pp. 782–785, 1974.
- [8] H. CHI, D. MA, Q. YONG, L. WU, Z. ZHANG, and Y. WANG, "Effect of Cryogenic Treatment on Properties of Cr8-Type Cold Work Die Steel," *J. Iron Steel Res. Int.*, vol. 17, no. 6, pp. 43–59, 2010.
- [9] K. Amini, A. Akhbarizadeh, and S. Javadpour, "Investigating the effect of holding duration on the microstructure of 1.2080 tool steel during the deep cryogenic heat treatment," *Vacuum*, vol. 86, no. 10, pp. 1534–1540, 2012.
- [10] A. Akhbarizadeh, K. Amini, and S. Javadpour, "Effect of simultaneous magnetic field and deep cryogenic heat treatment on the microstructure of 1.2080 tool steel," *Mater. Des.*, vol. 35, pp. 484–490, 2012.

- [11] D. Das, K. K. Ray, and A. K. Dutta, "Influence of temperature of sub-zero treatments on the wear behaviour of die steel," *Wear*, vol. 267, no. 9–10, pp. 1361–1370, 2009.
- [12] A. Akhbarizadeh, M. A. Golozar, A. Shafeie, and M. Kholghy, "Effects of Austenizing Time on Wear Behavior of D6 Tool Steel After Deep Cryogenic Treatment," *J. Iron Steel Res. Int.*, vol. 16, no. 6, pp. 29–32, 2009.
- [13] Z. Zurecki, "Cryogenic Quenching of Steel Revisited," *Air Prod. Chem. Inc.*, pp. 1–9, 2005.
- [14] V. Firouzdor, E. Nejati, and F. Khomamizadeh, "Effect of deep cryogenic treatment on wear resistance and tool life of M2 HSS drill," *J. Mater. Process. Technol.*, vol. 206, no. 1–3, pp. 467–472, 2008.
- [15] C. H. Surberg, P. Stratton, and K. Lingenhole, "Effect of deep cold treatment on two case hardening steels," *Acta Metall. Sin.*, vol. 21, no. 1, pp. 1–7, 2008.
- [16] S. Zhirafar, A. Rezaeian, and M. Pugh, "Effect of cryogenic treatment on the mechanical properties of 4340 steel," *J. Mater. Process. Technol.*, vol. 186, no. 1–3, pp. 298–303, 2007.
- [17] D. Senthilkumar, I. Rajendran, M. Pellizzari, and J. Siiriainen, "Influence of shallow and deep cryogenic treatment on the residual state of stress of 4140 steel," *J. Mater. Process. Technol.*, vol. 211, no. 3, pp. 396–401, Mar. 2011.
- [18] A. Bensely, A. Prabhakaran, D. Mohan Lal, and G. Nagarajan, "Enhancing the wear resistance of case carburized steel (En 353) by cryogenic treatment," *Cryogenics (Guildf)*, vol. 45, no. 12, pp. 747–754, 2005.
- [19] ASTM, "E1823 Standard Terminology Relating to Fatigue and Fracture Testing," 2010, no. C, pp. 1–23.
- [20] T. L. Anderson, *Fracture Mechanics: Fundamentals and Applications*. CRC Press, 1994.
- [21] A. F. Liu, *Mechanics and Mechanisms of Fracture : An Introduction*. 2005.
- [22] P. P. Milella, *Fatigue and corrosion in metals*. 2013.
- [23] E. Espejo Mora, *Mecánica de Fractura y Análisis de Falla*. Bogotá: Universidad Nacional de Colombia, 2002.
- [24] ASM International, "Metals Handbook Vol 19: Fatigue and Fracture," vol. 19. 1996.
- [25] J. L. Arana and J. J. González, *Mecánica de Fractura*. Universidad del País Vasco, 2002.
- [26] ASM International, "Metals Handbook Vol 4: Heat Treating," vol. 4. ASM International, 1991.
- [27] R. Abbaschian, L. Abbaschian, and R. E. Reed-Hill, *Physical Metallurgy Principles*.

CENGAGE Learning, 2009.

[28] J. D. Wong, D. K. Matlock, and G. Krauss, "Effects of induction tempering on microstructure, properties and fracture of hardened carbon steels," in *43rd Mechanical Working and Steel Processing Conference*, 2001.

[29] N. Merlano, D. K. Matlock, G. Krauss, and B. A. James, "Effects of tempering and residual elements on mechanical properties of 5160H steel," in *Speich Symposium Proceedings*, 1992, pp. 101–109.

[30] T. Ando and G. Krauss, "The effect of phosphorus content on grain boundary cementite formation in AISI 52100 steel," *Metall. Trans. A*, vol. 12, no. 7, pp. 1283–1290, 1981.

[31] M. Sarikaya, A. K. Jhingan, and G. Thomas, "Retained Austenite and Tempered Martensite Embrittlement in Medium Carbon Steels," *Metall. Trans.*, vol. 14, no. June, 1983.

[32] A. Reguly, T. R. Strohaecker, G. Krauss, and D. K. Matlock, "Quench Embrittlement of Hardened 5160 Steel as a Function of Austenitizing Temperature," *Metall. Mater. Trans. A*, vol. 35, no. January, 2004.

[33] L. Pook, *Metal Fatigue: What is it, why it matters*. Springer, 2007.

[34] R. O. Ritchie and J. F. Knott, "Mechanisms of fatigue crack growth in low alloy steel," *Acta Metall.*, vol. 21, 1973.

[35] R. O. Ritchie and S. Suresh, "The fracture mechanics similitude concept: questions concerning its application to the behavior of short fatigue cracks," *Mater. Sci. Eng.*, vol. 57, pp. 27–30, 1983.

[36] R. O. Ritchie, "Mechanisms of fatigue-crack propagation in ductile and brittle solids," *Int. J. Fract.*, vol. 100, pp. 55–83, 1999.

[37] ASTM, "E1820 Standard test method for measurement of fracture toughness," 2011, vol. i, no. April 2000, pp. 1–56.

[38] ASM International, *Heat Treater's Guide: Practices and Procedures for Iron and Steels*. 1995.

[39] ASTM, "E399 Standard Test Method for Plane-Strain Fracture Toughness of Metallic Materials 1," 2009, no. Reapproved, pp. 1–31.

[40] J. C. Martinez Romero, "Caracterización de la tenacidad de fractura bajo la norma ASTM E 399-08 (probeta SENB), en aceros AISI - SAE 5161H, utilizado en fabricación de ballestas.," Universidad Nacional de Colombia, 2011.

[41] ASM International, *Metals Handbook Vol 1: properties and selection irons steels and high performance alloys*. 1996.

[42] ASTM, "E647 Standard Test Method for Measurement of Fatigue Crack Growth Rates," 2013, pp. 1–49.

- [43] S. Suresh, *Fatigue of Materials*. Cambridge University Press, 2004.
- [44] ASTM, "A370 Standard Test Methods and Definitions for Mechanical Testing of Steel Products," pp. 1–50.
- [45] Compressed Air Magazine, "CRYOQUENCHING," p. 10.
- [46] D. C. Montgomery, *Diseño de Experimentos*. Wiley, 2004.
- [47] P. Baldissera and C. Delprete, "Deep Cryogenic Treatment: A Bibliographic Review," *Open Mech. Eng. J.*, vol. 2, no. 1, pp. 1–11, 2008.
- [48] M. Koneshlou, K. Meshinchi Asl, and F. Khomamizadeh, "Effect of cryogenic treatment on microstructure, mechanical and wear behaviors of AISI H13 hot work tool steel," *Cryogenics (Guildf.)*, vol. 51, no. 1, pp. 55–61, 2011.
- [49] ASTM, "E45 Standard Test Method for Determining the Inclusion Content of Steel," 2013, pp. 1–19.
- [50] B. A. James, D. K. Matlock, and G. Krauss, "Interactive effects of phosphorus and tin on carbide evolution and fatigue properties of 5160 steel," in *38th Mechanical Working and Steel Processing Conference*, 1997.
- [51] ASM International, "Metals Handbook Vol 11: Failure Analysis and Prevention," 1996.
- [52] R. S. Hyde and D. K. Matlock, "Quench embrittlement, intergranular fracture due to cementite and phosphorus in quenched carbon and alloys steel," in *40th Mechanical Working and Steel Processing Conference*, 1998.
- [53] D. Mohan Lal, S. Renganarayanan, and A. Kalanidhi, "Cryogenic treatment to augment wear resistance of tool and die steels," *Cryogenics (Guildf.)*, vol. 41, no. 3, pp. 149–155, 2001.
- [54] A. Molinari, M. Pellizzari, S. Gialanella, G. Straffelini, and K. H. Stiasny, "Effect of deep cryogenic treatment on the mechanical properties of tool steels," *J. Mater. Process. Technol.*, vol. 118, no. 1–3, pp. 350–355, 2001.
- [55] H. H. Liu, J. Wang, H.-S. Yang, B.-L. Shen, S. J. Gao, and S. J. Huang, "Effect of Cryogenic Treatment on Property of 14Cr2Mn2V High Chromium Cast Iron Subjected to Subcritical Treatment," *J. Iron Steel Res. Int.*, vol. 13, no. 6, pp. 43–48, 2006.
- [56] J. Wang, J. Xiong, H. Fan, H.-S. Yang, H.-H. Liu, and B.-L. Shen, "Effects of high temperature and cryogenic treatment on the microstructure and abrasion resistance of a high chromium cast iron," *J. Mater. Process. Technol.*, vol. 209, no. 7, pp. 3236–3240, 2009.

A. Anexo: Análisis estadístico de los resultados

A continuación se muestran la comprobación de los supuestos para los os datos de tenacidad de fractura y medición de la velocidad de crecimiento de grietas mediante la pendiente m según el modelo de Paris. Así como también los análisis de varianza arrojados por el software R.

- Tenacidad de Fractura

Los datos de tenacidad de fractura analizados son producto de un tratamiento de datos que se realiza al medir el área bajo la curva de la curva carga vs desplazamiento en el ensayo de flexión en tres puntos para cada uno de los tratamientos.

```
> datos
      Tratamiento Bajocero Revenido2 trat Probeta      KIC      KICMPa
1      |-90 / 450|      -90      450      1      1 43976377 43.97638
2      |-90 / 450|      -90      450      1      2 41044649 41.04465
3      |-90 / 450|      -90      450      1      3 30732939 30.73294
4      |-90 / 450|      -90      450      1      4 32364890 32.36489
5      |-90 / 450|      -90      450      1      6 65042247 65.04225
6      |-90 / 250|      -90      250      2      1 32690178 32.69018
7      |-90 / 250|      -90      250      2      3 34170175 34.17018
8      |-90 / 250|      -90      250      2      4 28561964 28.56196
9      |-90 / 250|      -90      250      2      5 31331228 31.33123
10     |-90 / 250|      -90      250      2      6 27419734 27.41973
11     |-200 / 450|     -200      450      3      1 69450371 69.45037
12     |-200 / 450|     -200      450      3      2 61817740 61.81774
13     |-200 / 450|     -200      450      3      3 87843680 87.84368
14     |-200 / 450|     -200      450      3      4 84738838 84.73884
15     |-200 / 450|     -200      450      3      5 64162744 64.16274
16     |-200 / 250|     -200      250      4      2 24804717 24.80472
17     |-200 / 250|     -200      250      4      4 32921900 32.92190
18     |-200 / 250|     -200      250      4      6 47498695 47.49869
19     Covencional      NA      450      5      1 58752967 58.75297
20     Covencional      NA      450      5      2 65542756 65.54276
21     Covencional      NA      450      5      3 60147475 60.14747
22     Covencional      NA      450      5      4 68974463 68.97446
23     Covencional      NA      450      5      6 61230241 61.23024
```

La normalidad de los datos se determinó mediante una prueba de Kolmogorov-Smirnov y de Shapiro, mientras que la homogeneidad de la varianza se evaluó mediante una prueba de Barlett, como se muestra a continuación.

```

> ks.test(residuals(modelo), "pnorm", 0, sd(residuals(modelo)))

      One-sample Kolmogorov-Smirnov test

data:  residuals(modelo)
D = 0.14689, p-value = 0.7802
alternative hypothesis: two-sided

> shapiro.test(residuals(modelo))

      Shapiro-Wilk normality test

data:  residuals(modelo)
W = 0.92104, p-value = 0.1349

> bartlett.test(log(KICMPa)~factor(Bajocero), data=datos)

      Bartlett test of homogeneity of variances

data:  log(KICMPa) by factor(Bajocero)
Bartlett's K-squared = 2.2671, df = 1, p-value = 0.1321

>
> bartlett.test(log(KICMPa)~factor(Revenido2), data=datos)

      Bartlett test of homogeneity of variances

data:  log(KICMPa) by factor(Revenido2)
Bartlett's K-squared = 1.7505, df = 1, p-value = 0.1858

> modelo=aov(KICMPa~factor(Bajocero)*factor(Revenido2), data=datos)
> summary(modelo)

```

	Df	Sum Sq	Mean Sq	F value	Pr(>F)	
factor(Bajocero)	1	2234.3	2234.3	19.288	0.000614	***
factor(Revenido2)	1	2365.6	2365.6	20.422	0.000481	***
factor(Bajocero):factor(Revenido2)	1	765.5	765.5	6.609	0.022205	*
Residuals	14	1621.7	115.8			

```

---
Signif. codes:  0 '***' 0.001 '**' 0.01 '*' 0.05 '.' 0.1 ' ' 1
5 observations deleted due to missingness

```

Para los valores de tenacidad de fractura no sólo se hizo análisis de varianza para el experimento factorial, pues con el objetivo de comparar contra el tratamiento de referencia o convencional se realizaron análisis de varianza como si fuera un diseño completamente al azar y se realizaron comparaciones múltiples mediante una prueba de Tukey (HSD).


```
> ks.test(residuals(modelo), "pnorm", 0, sd(residuals(modelo)))
```

```
One-sample Kolmogorov-Smirnov test
```

```
data: residuals(modelo)
D = 0.13702, p-value = 0.7308
alternative hypothesis: two-sided
```

```
> shapiro.test(residuals(modelo))
```

```
Shapiro-Wilk normality test
```

```
data: residuals(modelo)
W = 0.93218, p-value = 0.1219
```

```
> modelo=aov(KICMPa~factor(trat), data=datos)
```

```
> summary(modelo)
```

	Df	Sum Sq	Mean Sq	F value	Pr(>F)
factor(trat)	4	6396	1599.1	17	6.26e-06 ***
Residuals	18	1693	94.1		

```
---
```

```
Signif. codes:  0 '***' 0.001 '**' 0.01 '*' 0.05 '.' 0.1 ' ' 1
```

```
> TukeyHSD(modelo, "factor(trat)", console=T)
```

```
Tukey multiple comparisons of means
95% family-wise confidence level
```

```
Fit: aov(formula = KICMPa ~ factor(trat), data = datos)
```

```
$`factor(trat)`
```

	diff	lwr	upr	p adj
2-1	-11.797564	-30.345442	6.750313	0.3409736
3-1	30.970454	12.422576	49.518332	0.0007027
4-1	-7.557116	-28.974361	13.860128	0.8206912
5-1	20.297360	1.749482	38.845238	0.0281115
3-2	42.768019	24.220141	61.315896	0.0000146
4-2	4.240448	-17.176796	25.657693	0.9734982
5-2	32.094925	13.547047	50.642802	0.0004777
4-3	-38.527570	-59.944815	-17.110326	0.0003099
5-3	-10.673094	-29.220972	7.874784	0.4360568
5-4	27.854476	6.437232	49.271721	0.0075987

- Velocidad de propagación de grietas

Los resultados de la medición de velocidad de crecimiento de grietas se cuantifica mediante las constantes experimentales C y m según el modelo de Paris para el crecimiento estable de grietas por fatiga. Estas mediciones se realizaron mediante el seguimiento del crecimiento de las grietas por fatiga sobre probetas estándar en función del número de ciclos de carga. Los resultados de los promedios, comprobación de supuestos y análisis de varianza se muestran a continuación:

```
> dfa
  Bajocero Revenido2   m
1     -200      450 2.36
2     -200      450 2.39
3     -200      450 2.28
4     -200      250 4.81
5     -200      250 5.47
6      -90      450 2.90
7      -90      450 2.05
8      -90      450 2.33
9      -90      250 4.81
10     -90      250 5.16
11     Tamb      450 2.97
12     Tamb      450 3.31
13     Tamb      450 2.79
14     Tamb      450 2.81

> ks.test(residuals(modelo), "pnorm", 0, sd(residuals(modelo)))

One-sample Kolmogorov-Smirnov test

data: residuals(modelo)
D = 0.13163, p-value = 0.9858
alternative hypothesis: two-sided

> shapiro.test(residuals(modelo))

Shapiro-Wilk normality test

data: residuals(modelo)
W = 0.97002, p-value = 0.891
```

```
> bartlett.test(dfa$m, dfa$Revenido2)

      Bartlett test of homogeneity of variances

data:  dfa$m and dfa$Revenido2
Bartlett's K-squared = 0.16632, df = 1, p-value = 0.6834
```

Los resultados de la pendiente también fueron sometidos a pruebas bajo un diseño completamente al azar (DCA) con el objetivo de comparar con el tratamiento de referencia.

```
> ks.test(residuals(modelo), "pnorm", 0, sd(residuals(modelo)))

      One-sample Kolmogorov-Smirnov test

data:  residuals(modelo)
D = 0.14121, p-value = 0.9063
alternative hypothesis: two-sided

> shapiro.test(residuals(modelo))

      Shapiro-Wilk normality test

data:  residuals(modelo)
W = 0.95468, p-value = 0.6354

> bartlett.test(dfa$m, trata)

      Bartlett test of homogeneity of variances

data:  dfa$m and trata
Bartlett's K-squared = 4.9477, df = 4, p-value = 0.2927
```

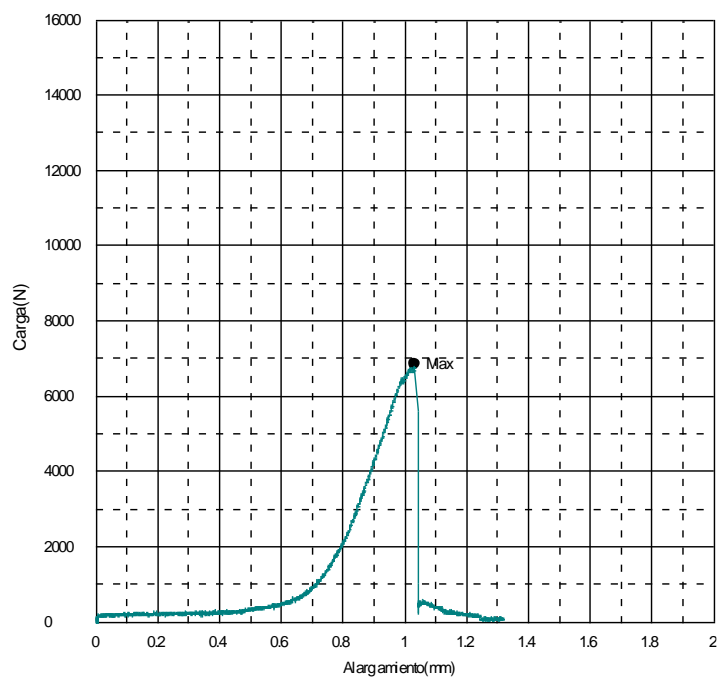
```
> TukeyHSD(modelo, "factor(trata)", console=T)
Tukey multiple comparisons of means
 95% family-wise confidence level

Fit: aov(formula = m ~ factor(trata), data = cbind(dfa, trata))

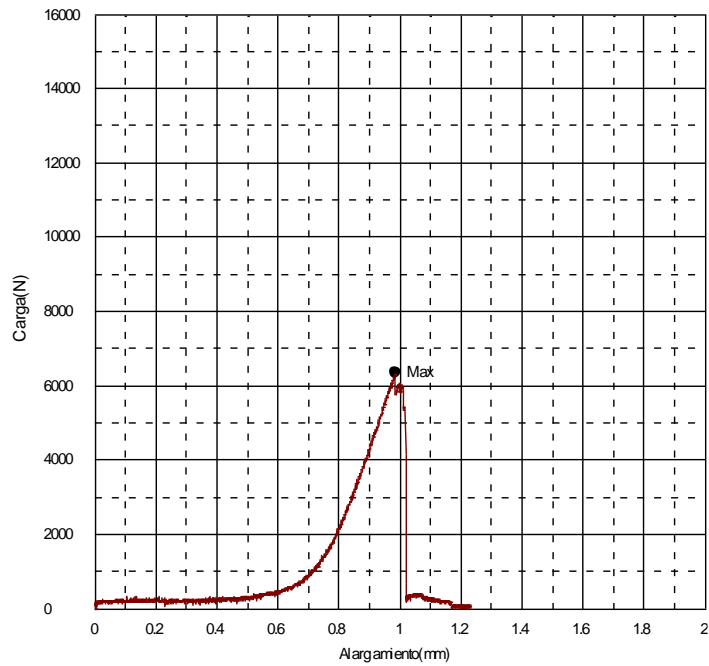
$`factor(trata)`
      diff      lwr      upr      p adj
2-1  2.79666667  1.8620288  3.7313045 0.0000251
3-1  0.08333333 -0.7526322  0.9192989 0.9967561
4-1  2.64166667  1.7070288  3.5763045 0.0000402
5-1  0.62666667 -0.1553075  1.4086408 0.1320678
3-2 -2.71333333 -3.6479712 -1.7786955 0.0000323
4-2 -0.15500000 -1.1788445  0.8688445 0.9843074
5-2 -2.17000000 -3.0566753 -1.2833247 0.0001287
4-3  2.55833333  1.6236955  3.4929712 0.0000523
5-3  0.54333333 -0.2386408  1.3253075 0.2178711
5-4 -2.01500000 -2.9016753 -1.1283247 0.0002307
```

B. Anexo: Gráficas de ensayos de flexión en tres puntos

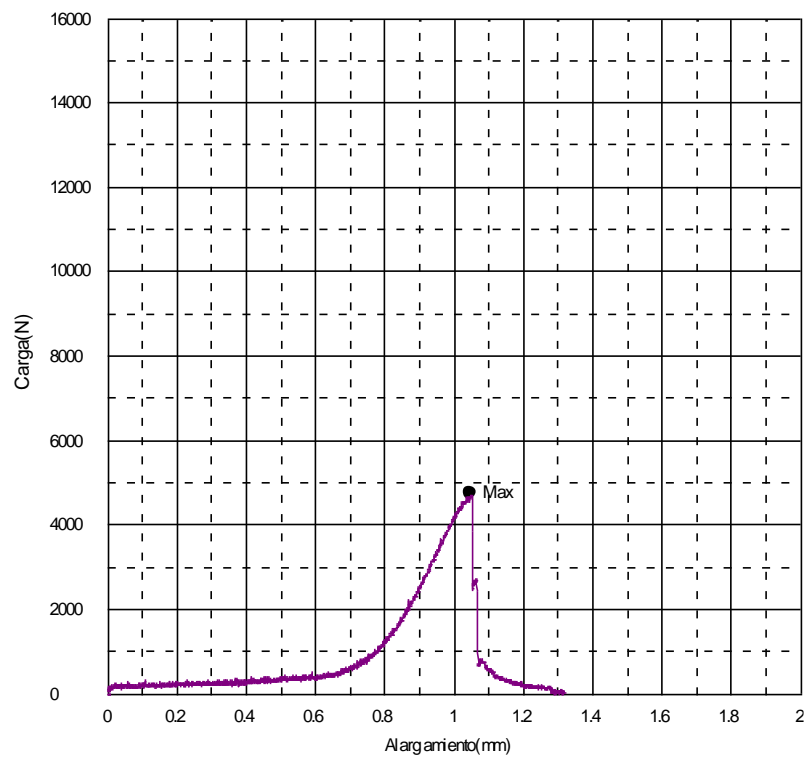
Tratamiento -90/450 - Probeta 1 Tenacidad de fractura= 50,46 MPa √m

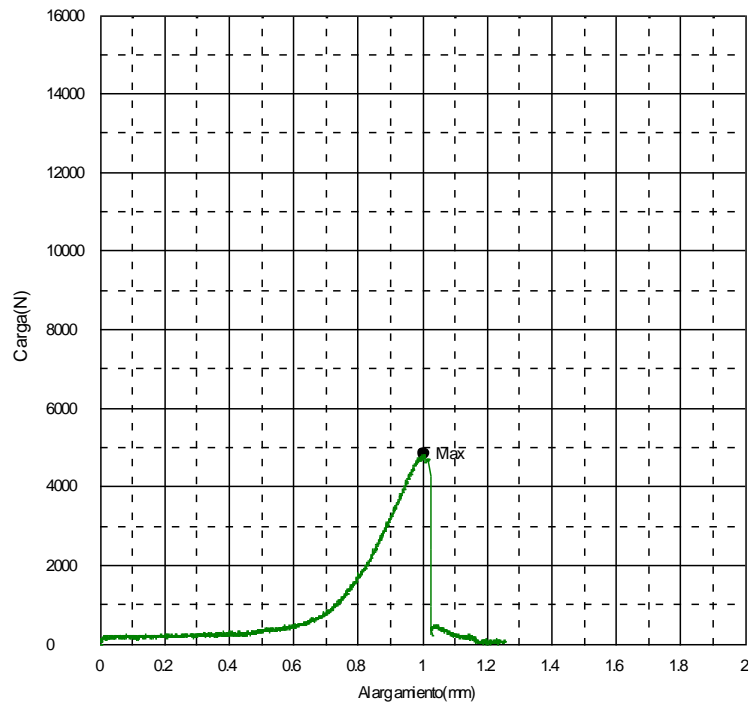
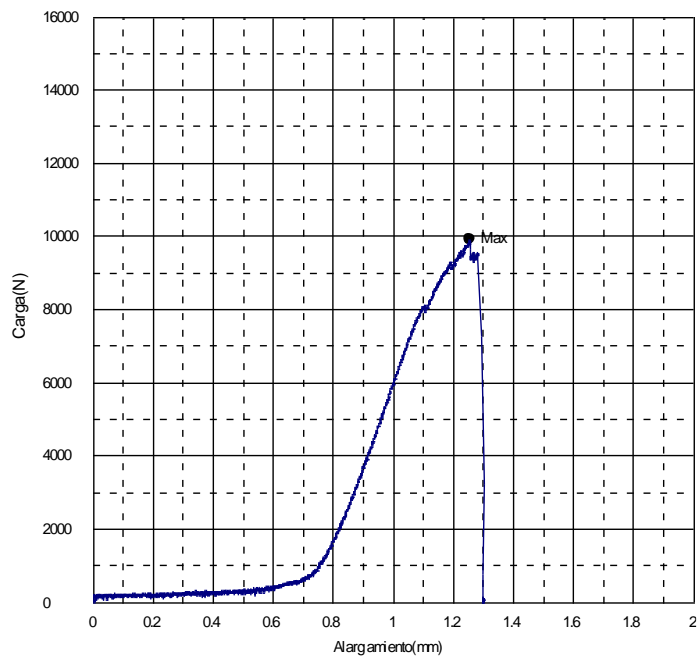


Tratamiento -90/450 - Probeta 2 Tenacidad de fractura= 43,73 MPa \sqrt{m}

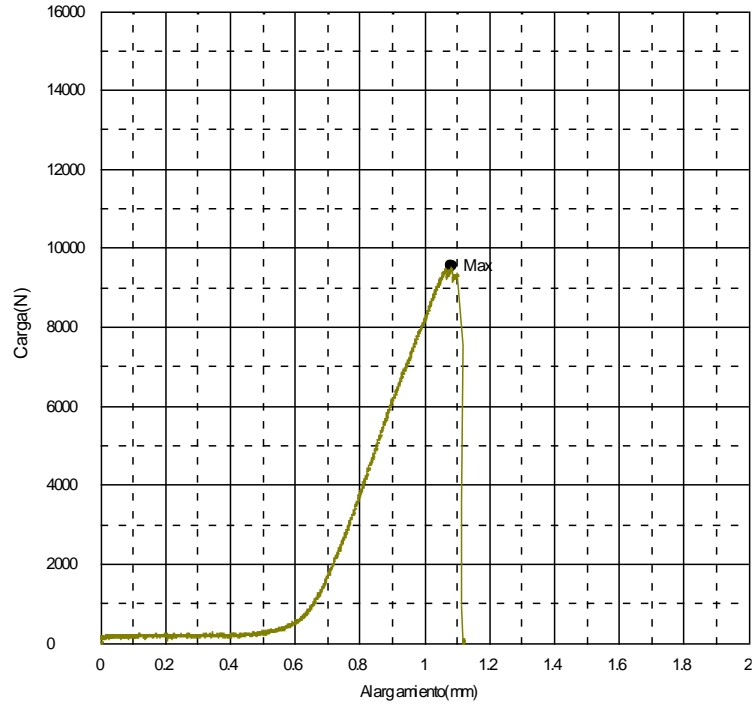


Tratamiento -90/450 - Probeta 3 Tenacidad de fractura= 41,97 MPa \sqrt{m}

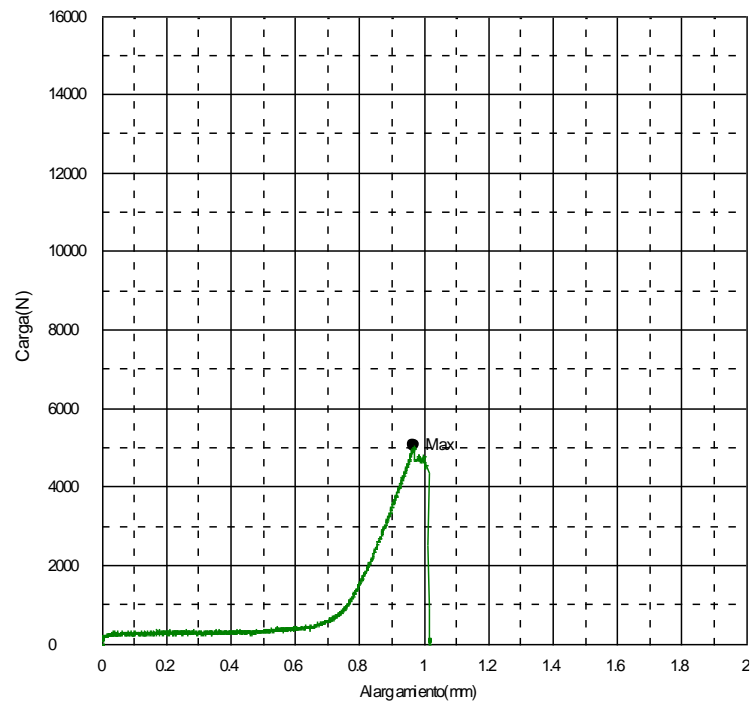


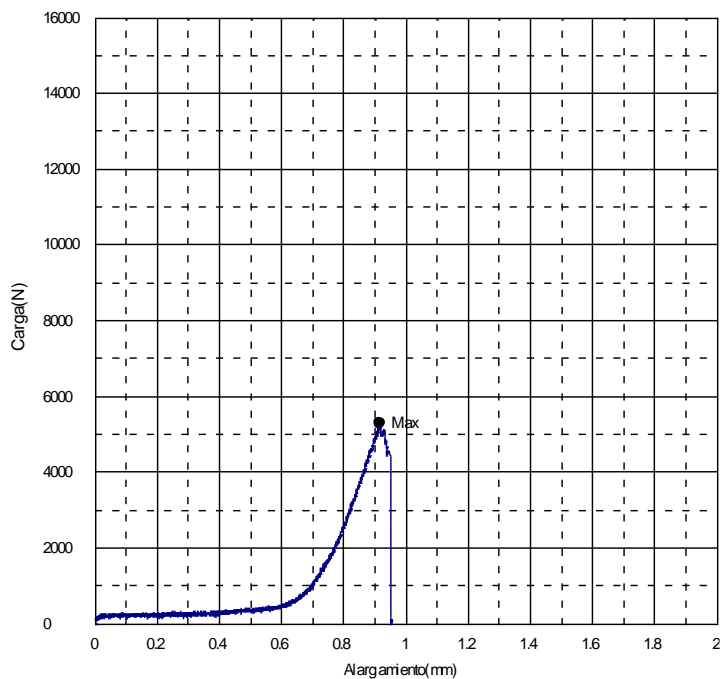
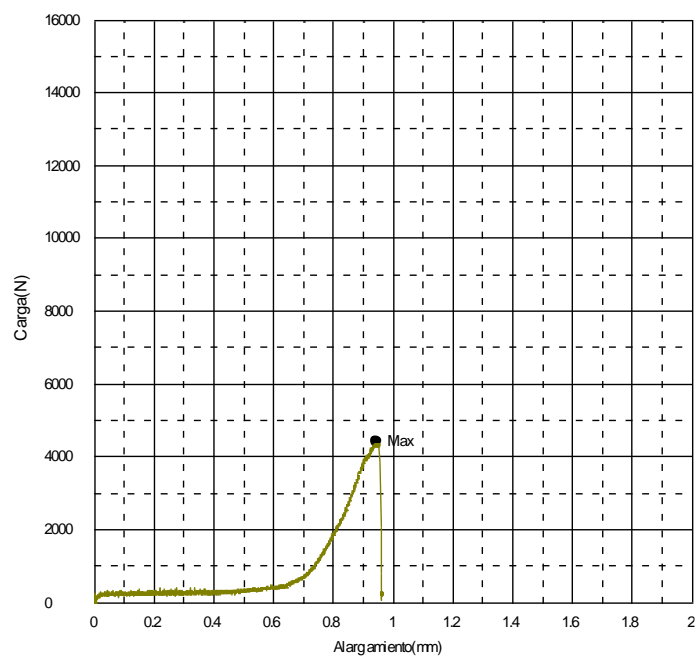
Tratamiento -90/450 - Probeta 4 Tenacidad de fractura= 41,27 MPa \sqrt{m} **Tratamiento -90/450 - Probeta 5 Tenacidad de fractura= 75,86 MPa \sqrt{m}** 

Tratamiento -90/450 - Probeta 6 Tenacidad de fractura= 65,04 MPa \sqrt{m}

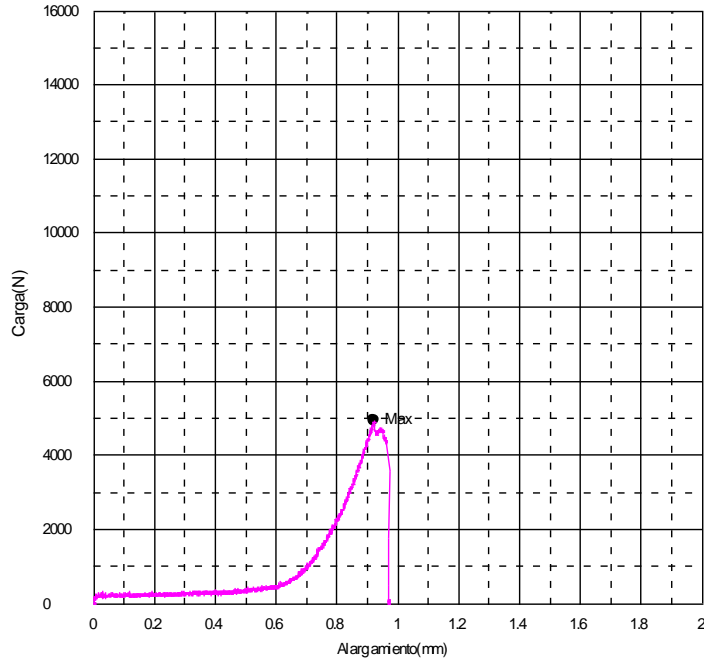


Tratamiento -90/250 - Probeta 1 Tenacidad de fractura= 36,09 MPa \sqrt{m}

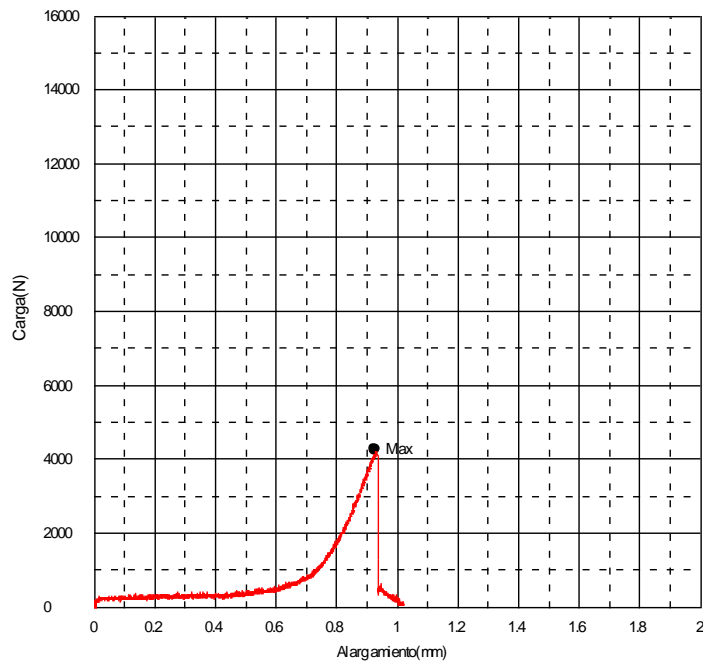


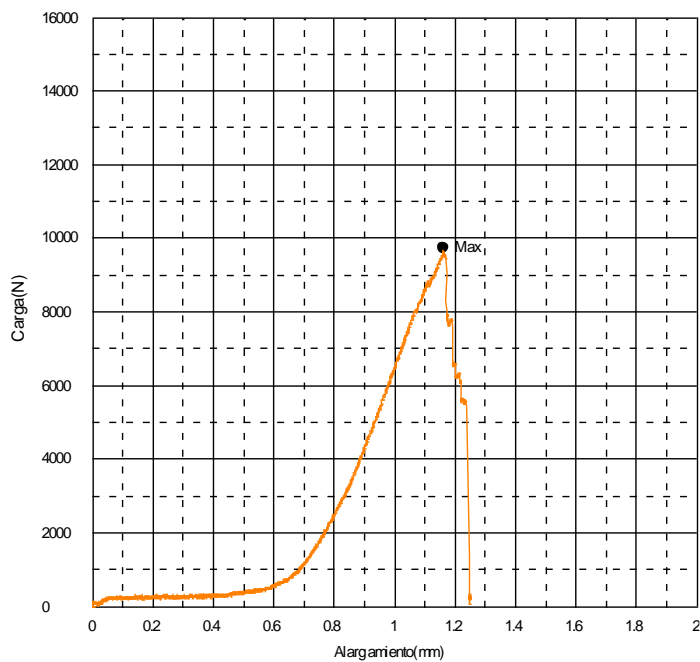
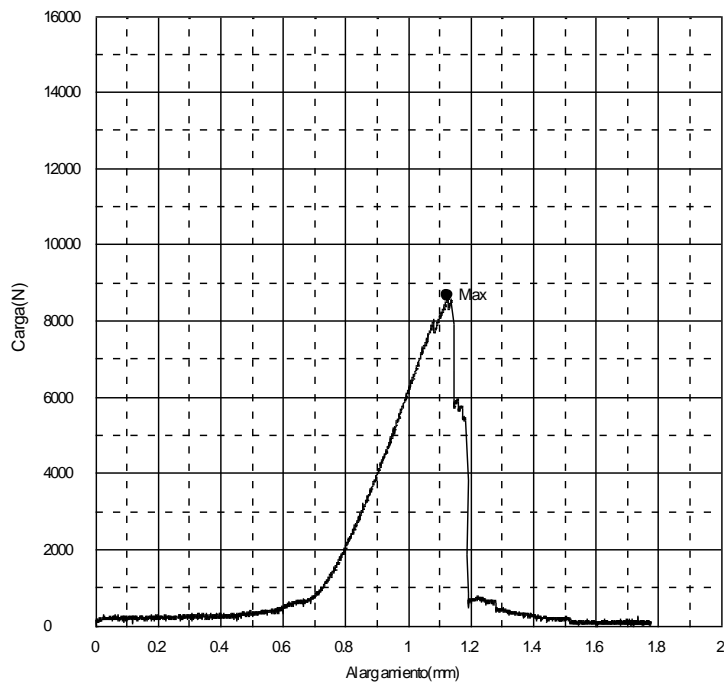
Tratamiento -90/250 - Probeta 3 Tenacidad de fractura= 37,69 MPa \sqrt{m} **Tratamiento -90/250 - Probeta 4 Tenacidad de fractura= 35,49 MPa \sqrt{m}** 

Tratamiento -90/250 - Probeta 5 Tenacidad de fractura= 36,44 MPa \sqrt{m}

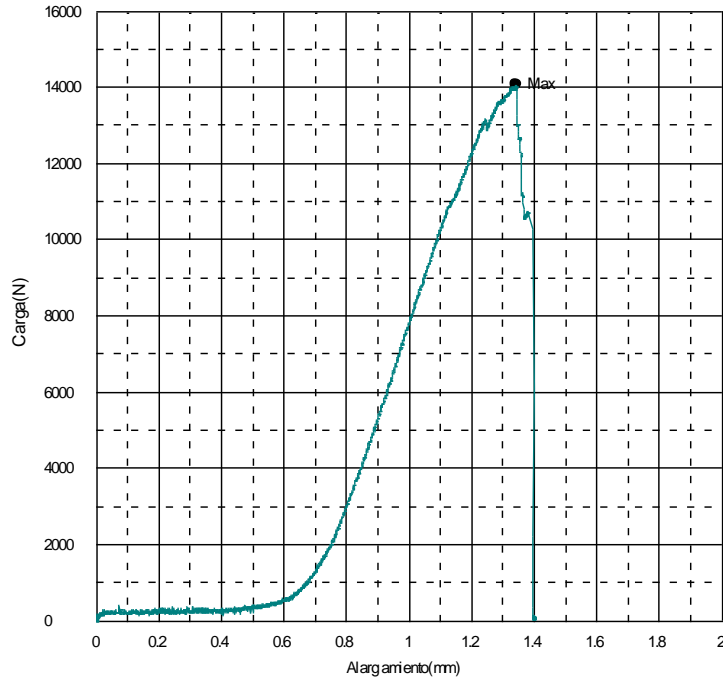


Tratamiento -90/250 - Probeta 6 Tenacidad de fractura= 33,18 MPa \sqrt{m}

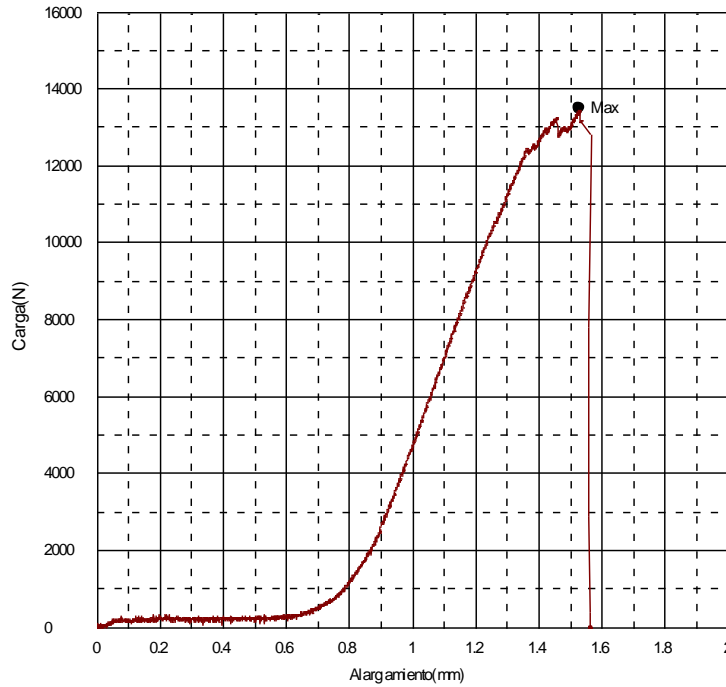


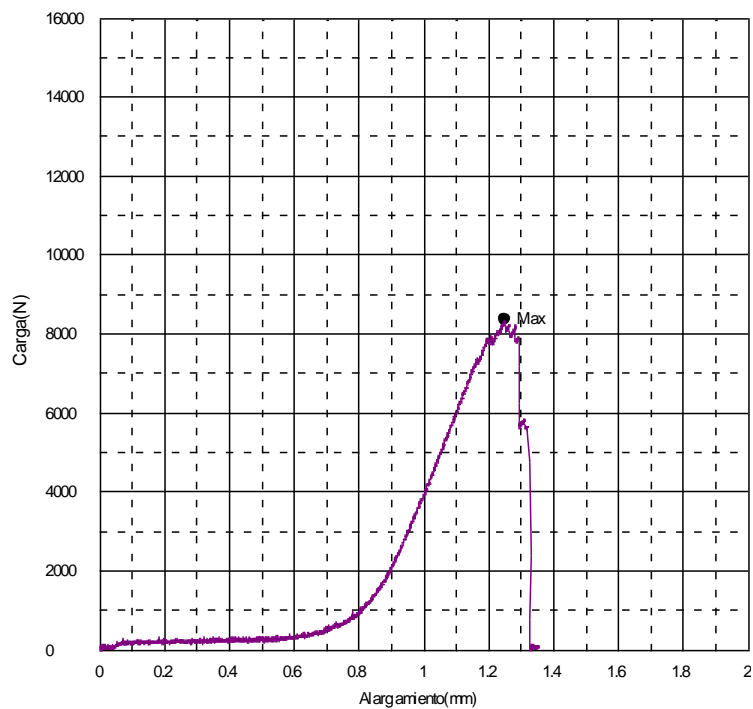
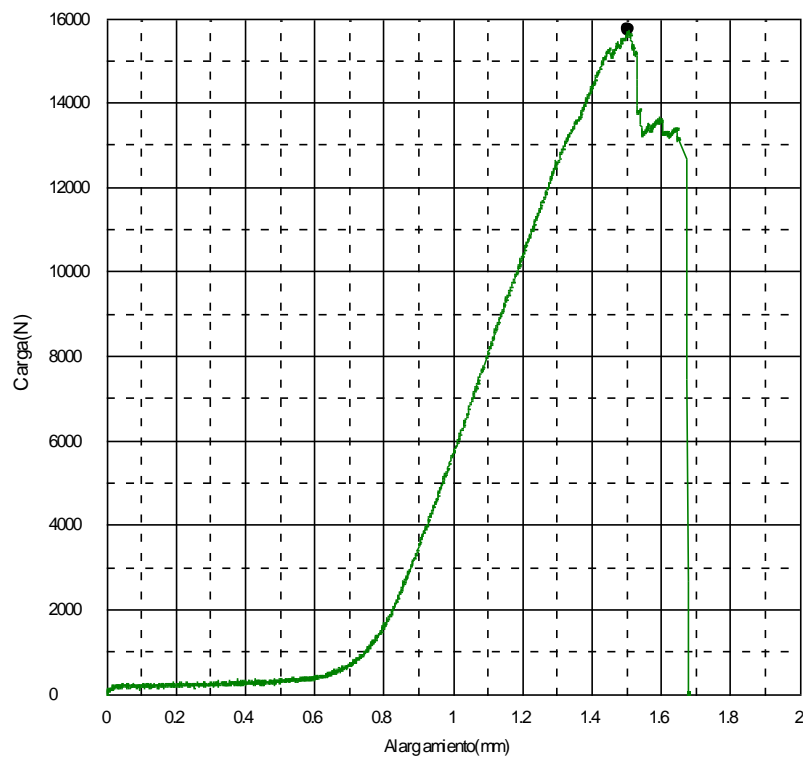
Tratamiento -200/450 - Probeta 1 Tenacidad de fractura= 69,45 MPa vm**Tratamiento -200/450 - Probeta 2 Tenacidad de fractura= 61,81 MPa vm**

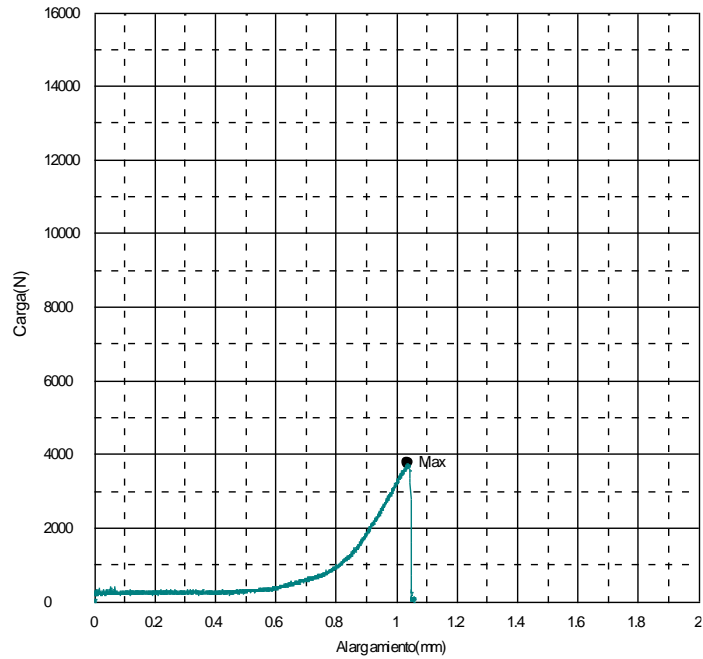
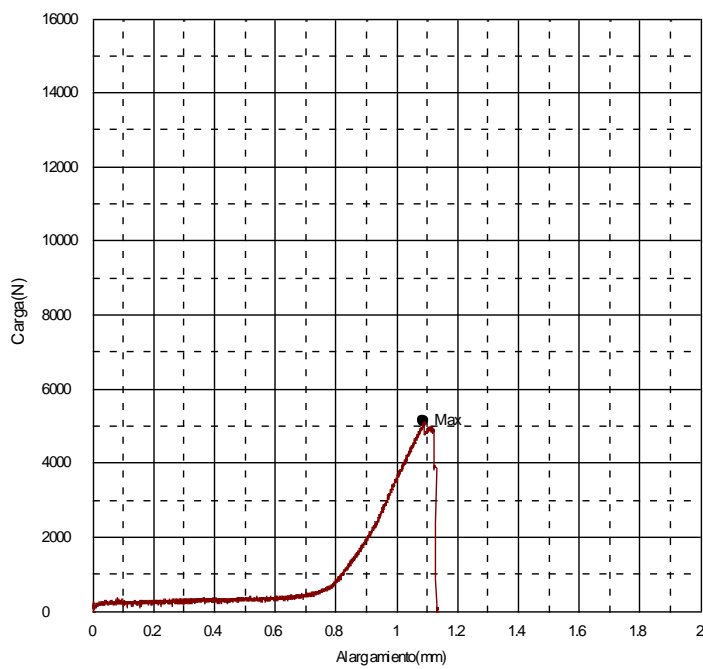
Tratamiento -200/450 - Probeta 3 Tenacidad de fractura= 87,84 MPa \sqrt{m}

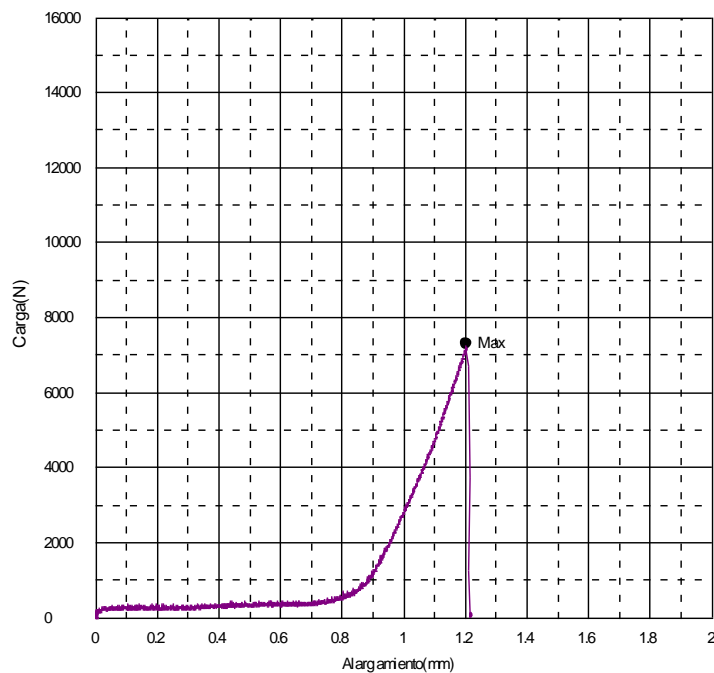
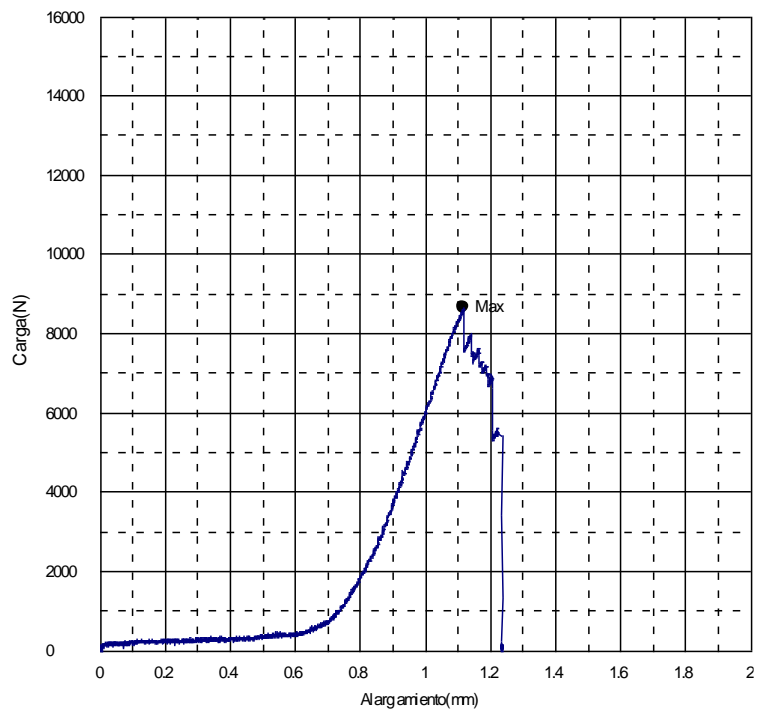


Tratamiento -200/450 - Probeta 4 Tenacidad de fractura= 84,73 MPa \sqrt{m}

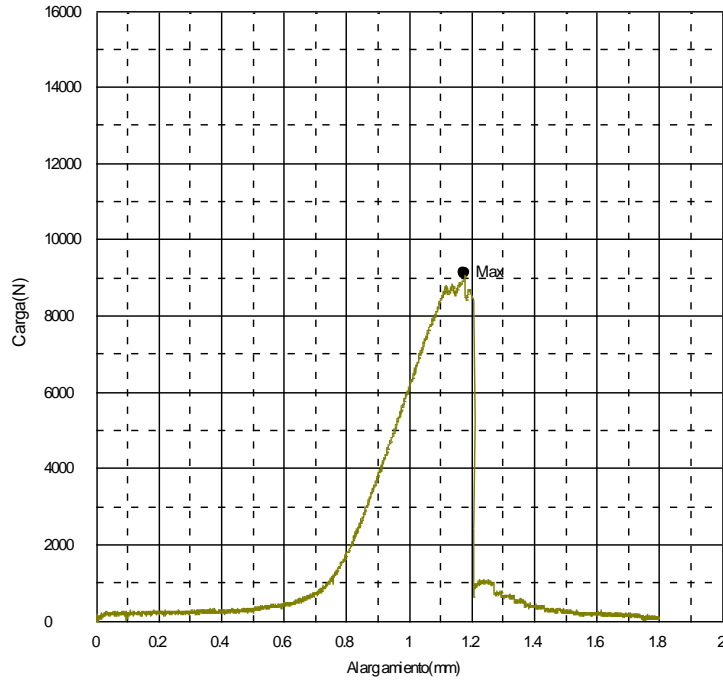


Tratamiento -200/450 - Probeta 5 Tenacidad de fractura= 64,16 MPa \sqrt{m} **Tratamiento -200/450 - Probeta 6 Tenacidad de fractura= 104,88 MPa \sqrt{m}** 

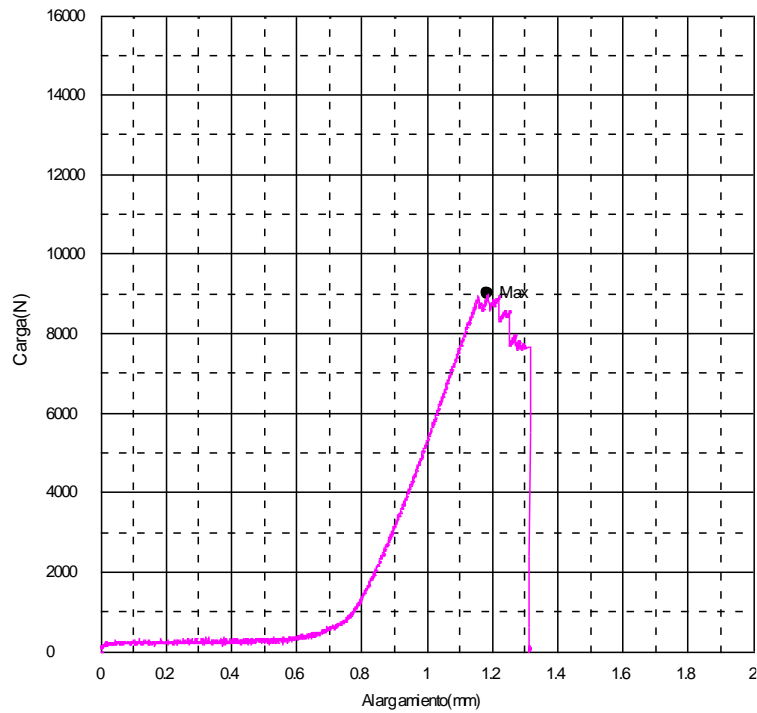
Tratamiento -200/250 - Probeta 2 Tenacidad de fractura= 36,51MPa \sqrt{m} **Tratamiento -200/250 - Probeta 4 Tenacidad de fractura= 41,403 MPa \sqrt{m}** 

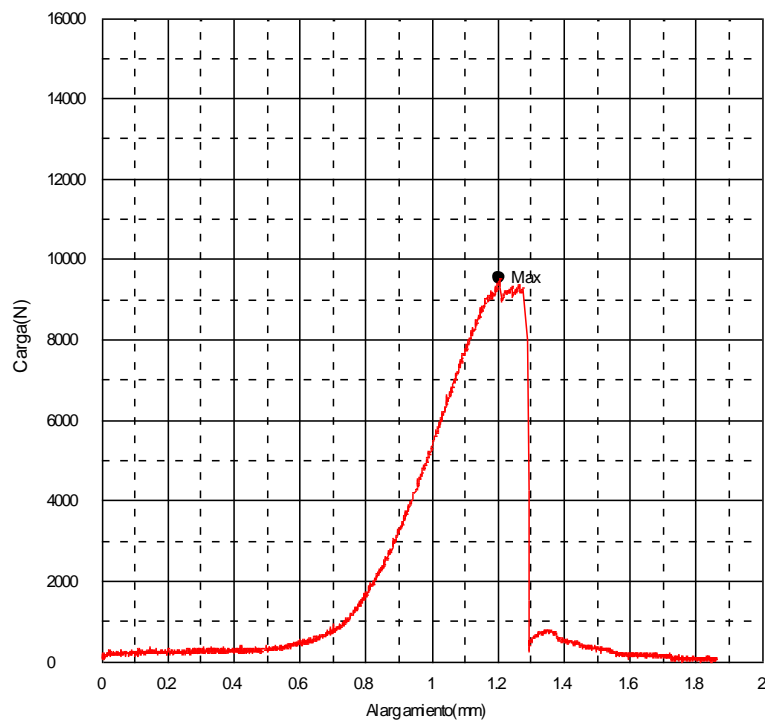
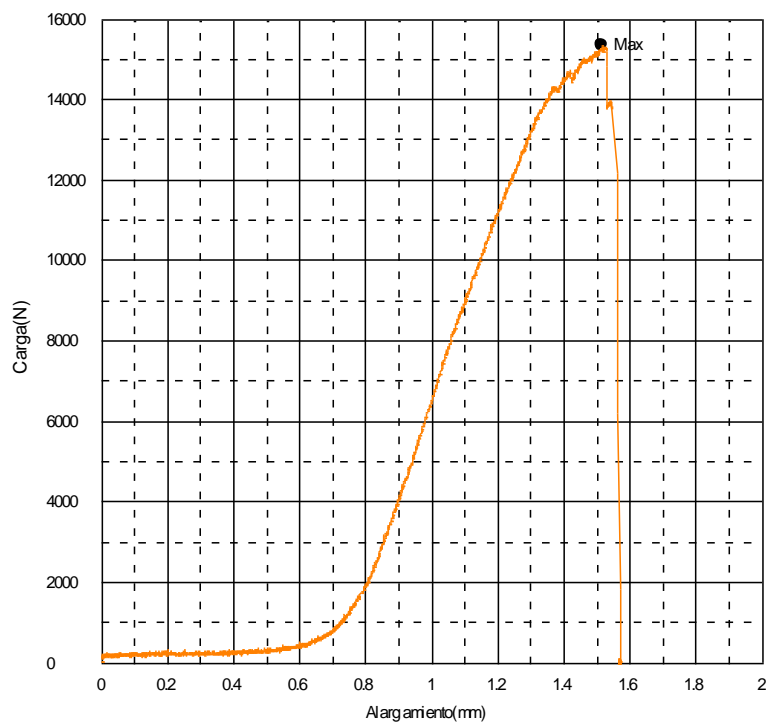
Tratamiento -200/250 - Probeta 6 Tenacidad de fractura= 50,43 MPa \sqrt{m} **Tratamiento convencional 450 - Probeta 1 Tenacidad de fractura= 58,75 MPa \sqrt{m}** 

Tratamiento convencional 450 - Probeta 2 Tenacidad de fractura= 65,54 MPa \sqrt{m}

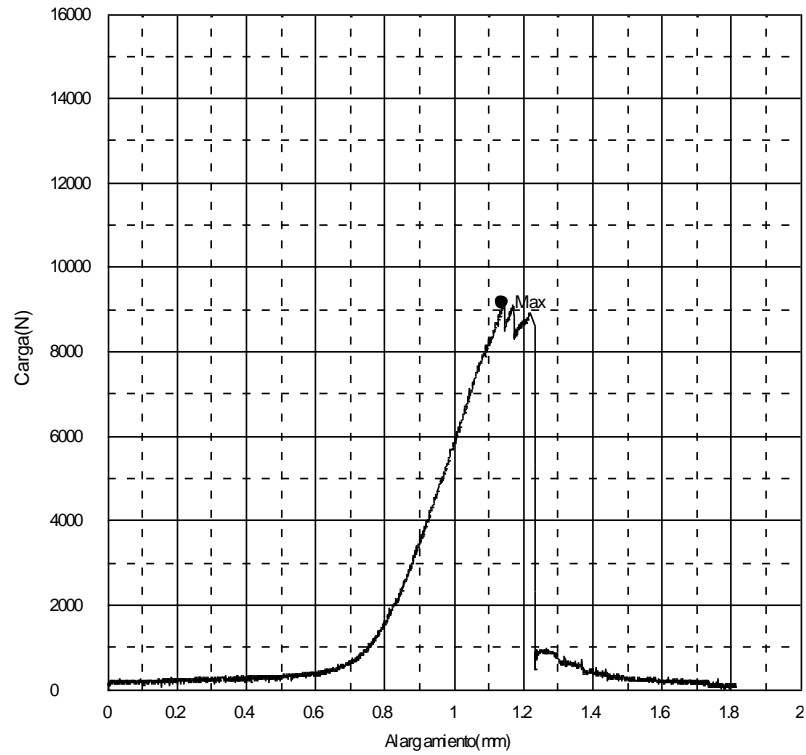


Tratamiento convencional 450 - Probeta 3 Tenacidad de fractura= 60,15 MPa \sqrt{m}



Tratamiento convencional 450 - Probeta 4 Tenacidad de fractura= 68,97 MPa vm**Tratamiento convencional 450 - Probeta 5 Tenacidad de fractura= 99,26 MPa vm**

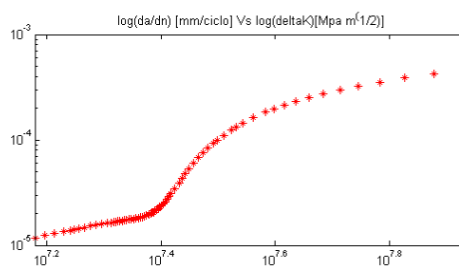
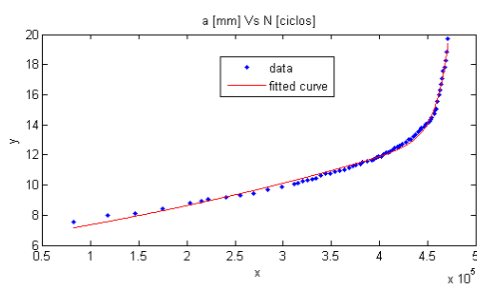
Tratamiento convencional 450 - Probeta 6 Tenacidad de fractura= 61,23 MPa \sqrt{m}



C. Anexo: Ensayos de velocidad de crecimiento de grietas por fatiga

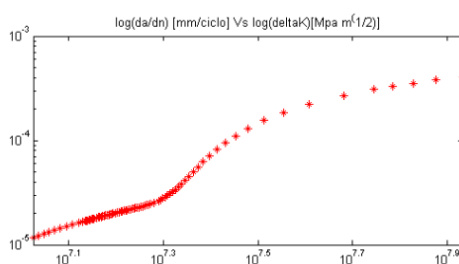
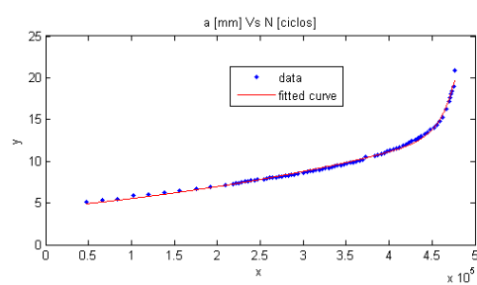
Tratamiento -90/450

Probeta 1

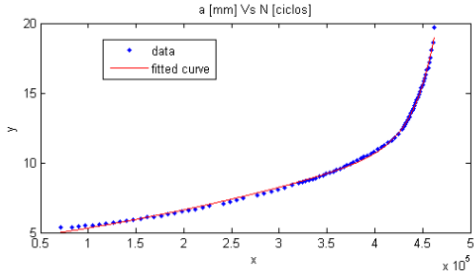


Tratamiento -90/450

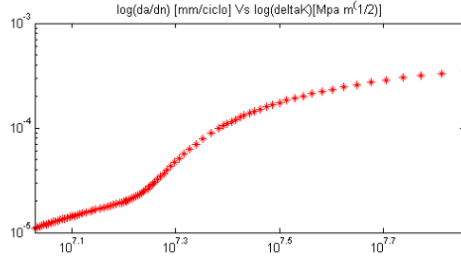
Probeta 2



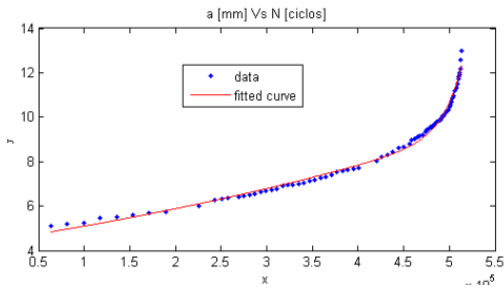
Tratamiento -90/450



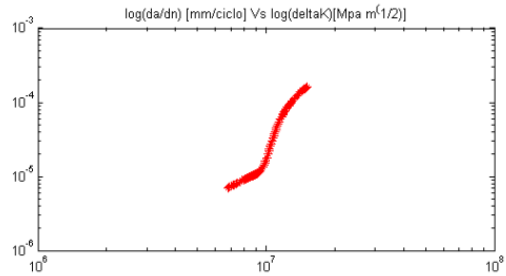
Probeta 3



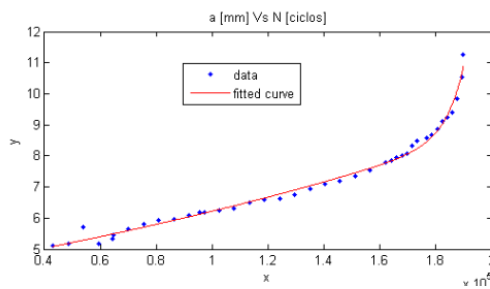
Tratamiento -90/250



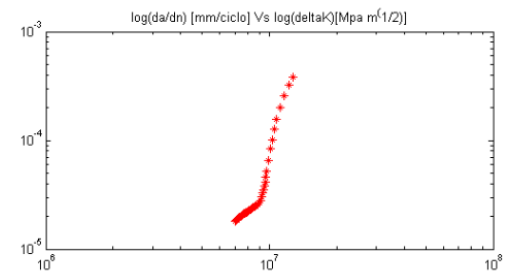
Probeta 2



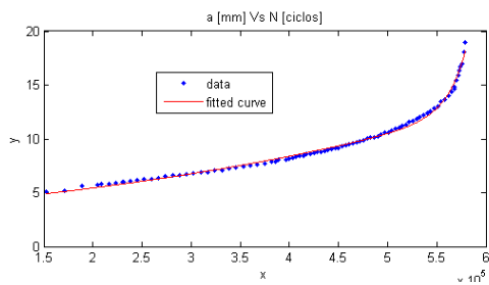
Tratamiento -90/250



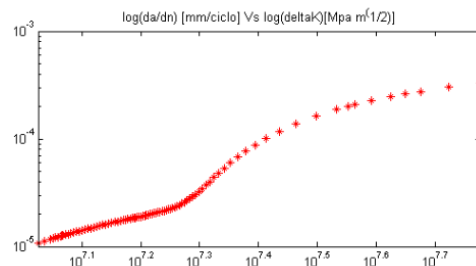
Probeta 3



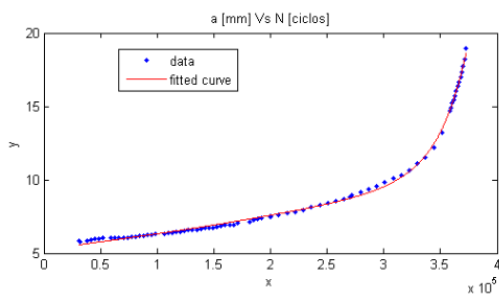
Tratamiento -200/450



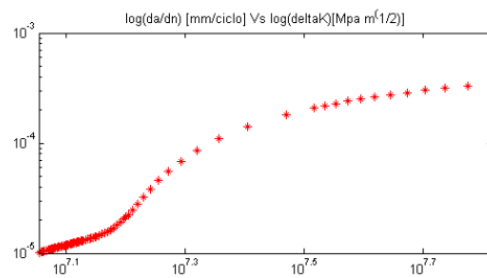
Probeta 1



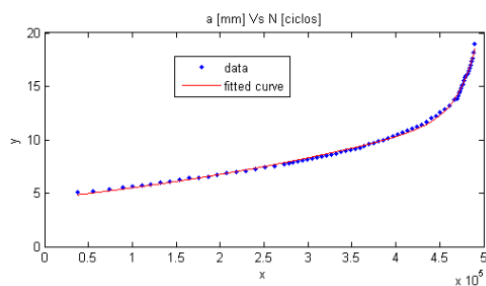
Tratamiento -200/450



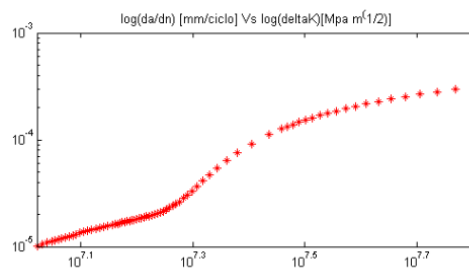
Probeta 2



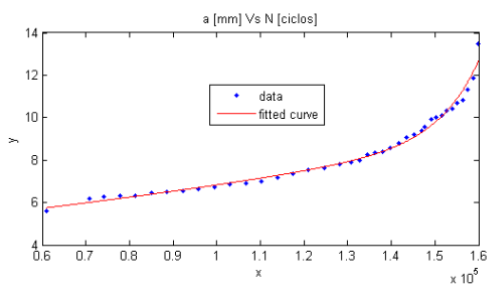
Tratamiento -200/450



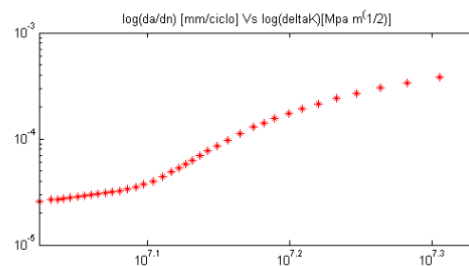
Probeta 3



Tratamiento -200/250

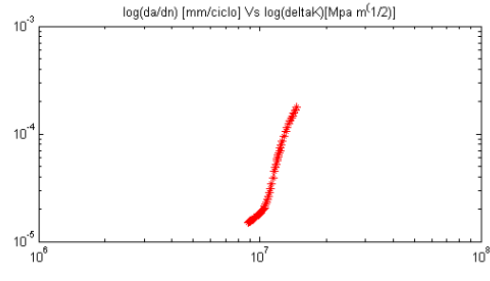
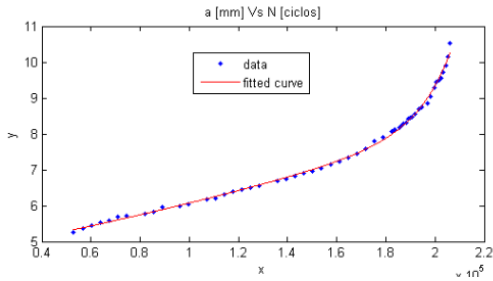


Probeta 2



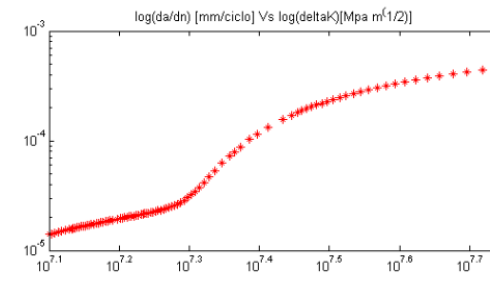
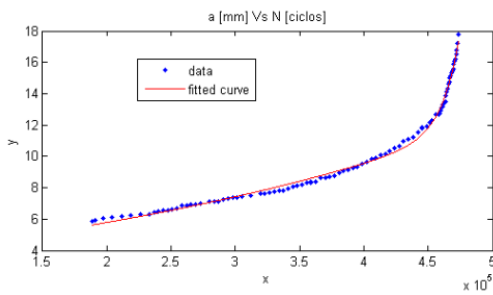
Tratamiento -200/250

Probeta 3



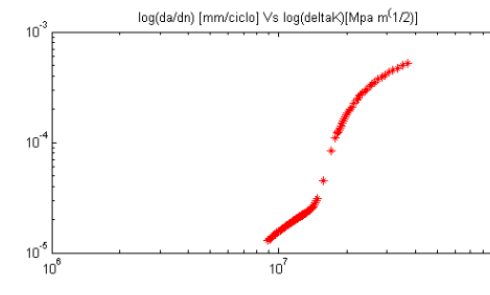
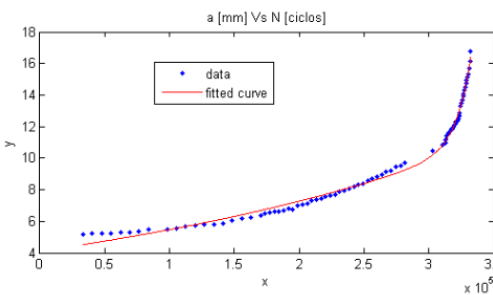
Tratamiento convencional

Probeta 1



Tratamiento convencional

Probeta 2



Tratamiento convencional

Probeta 3

