

RINFI se desarrolla en forma conjunta entre el INTEMA y la Biblioteca de la Facultad de Ingeniería de la Universidad Nacional de Mar del Plata. Tiene como objetivo recopilar, organizar, gestionar, difundir y preservar documentos digitales en Ingeniería, Ciencia y Tecnología de Materiales y Ciencias Afines. A través del Acceso Abierto, se pretende aumentar la visibilidad y el impacto de los resultados de la investigación, asumiendo las políticas y cumpliendo con los protocolos y estándares internacionales para la interoperabilidad entre repositorios

Esta obra está bajo una <u>Licencia Creative Commons Atribución</u>-NoComercial-CompartirIgual 4.0 Internacional.





UNIVERSIDAD NACIONAL DE MAR DEL PLATA Facultad de Ingeniería

Fractura en fundición de hierro con grafito esferoidal. Análisis experimental y modelado multi-escala

Trabajo presentado por

Diego O. Fernandino

para optar por el grado académico de Doctor en Ciencia de Materiales

Trabajo desarrollado en el Instituto de Investigaciones en Ciencia y Tecnología de Materiales, INTEMA (UNMdP-CONICET) Mar del Plata, Buenos Aires, Argentina

> Director: Dr. Roberto E. Boeri Co-director: Dr. Adrián P. Cisilino

> > Marzo 2015

Detrás de cada logro hay otro desafío....

Agradecimientos

La conclusión de esta tesis es el fruto de varios años de trabajo y aprendizaje. El desarrollo de la misma está vinculado a varios aspectos, por lo que sería injusto agradecer exclusivamente a las personas que me acompañaron en el transcurso de mi doctorado, sin mencionar las instituciones que hicieron posible que llevara a cabo mis actividades de investigación.

En este sentido, deseo comenzar por agradecer al Consejo Nacional de Investigaciones Científicas y Técnicas (CONICET), a la Universidad Nacional de Mar del Plata (UNMdP) y a la Agencia Nacional de Promoción Científica y Técnica (ANPCyP) por financiar este trabajo. Particularmente, a la Facultad de Ingeniería de la Universidad Nacional de Mar del Plata y el Instituto de Investigaciones en Ciencia y Tecnología de Materiales (INTEMA) por haberme brindado el lugar para el desarrollo de mi actividades tanto docentes como de investigación.

A continuación, y con el riesgo de omisión o de no ser justos con todos, hago público mi agradecimiento a las siguientes personas:

Como punto de partida, agradezco al **Dr. Roberto Boeri** por darme la posibilidad de realizar tanto mi proyecto de fin de grado como mi doctorado bajo su dirección. Su personalidad remite a la mejora continua.

Agradezco también al **Dr. Adrián Cisilino**, quien a pesar de haberse incorporado los últimos dos años de mi doctorado en su carácter de Co-Director, su dedicación y compromiso fue un aspecto vital a la hora de culminar con esta tesis.

A mis compañeros de la división Metalurgia, a todos y cada uno de ellos, profesores, becarios, técnicos asistentes, etc. Agradezco su excelente predisposición y compañerismo en cada momento, tanto en el plano laboral como personal.

Un especial agradecimiento merece **MI FAMILIA**, tal vez las personas que tuvieron que lidiar emocionalmente con los vaivenes de mi doctorado, en los buenos y no tan buenos momentos. Especialmente a **mis padres**, a **Ana** y a **mi hijo Santiago**, quienes son los motores que impulsan mi vida, agradezco profundamente su constante apoyo y aliento. Al **Dr. Alfredo Huespe** y el **Dr. Pablo Sanchez** del Centro de Investigación de Métodos Computacionales (CIMEC), quienes me brindaron no solo las herramientas para el desarrollo de mi trabajo, sino su apoyo y ayuda. Hago extenso mi agradecimiento al **Dr. Sebastián Toro** y a sus compañeros del CIMEC, quienes me trataron de maravilla en mi estadía en Santa Fe y con quienes seguramente seguiré en contacto.

Finalmente, no quisiera dejar de recordar a **Jorge Sikora**, quien confió en mí y me brindó la posibilidad de comenzar mí doctorado, con él en carácter de Co-director. A pesar de no haber podido compartir más que los primeros meses, de él me queda su entusiasmo y extremadamente buena predisposición y excelencia, tanto como docente como tutor.

Resumen

Esta tesis tiene como objetivo avanzar en el entendimiento de los procesos de fractura de las fundiciones de grafito esferoidal (FGE). El estudio se aborda de forma integral, cambiando trabajo experimental y de modelado computacional.

Las actividades desarrolladas se agrupan en tres secciones principales:

La primera sección, involucra una detallada caracterización experimental de la fractura de FE de diferentes matrices y ante solicitaciones cuasi-estáticas y dinámicas. A partir de los resultados de análisis fractográficos se determinan los modos de fractura predominantes, y se genera una extensa base de datos experimentales que sirve para configurar y validar los modelos computacionales de la tercera sección. En esta etapa de estudio se comprueba que la heterogeneidad del material, que incluye una dispersión de partículas esferoidales de grafito de decenas de micrones de diámetro, microsegregación química, precipitados y microhuecos, conduce a mecanismos de fractura de características complejas. Se proponen metodologías para la determinación de la dirección de propagación de la fisura principal. El primer método es aplicable a las superficies que evidencian un modo de fractura predominantemente dúctil, en donde la dirección de propagación se identifica a partir de la deformación plástica de la matriz metálica que rodea a los nódulos de grafito. El segundo método es aplicable a superficies que evidencian un modo de fractura frágil, en donde la dirección de propagación de la fisura principal se identifica mediante el examen cuidadoso de los cauces de río a lo largo de las facetas de clivaje. Los resultados de esta sección ponen en evidencia la complejidad del análisis de la fractura en FGE y la conveniencia de utilizar métodos numéricos para avanzar en la comprensión de este tema.

La segunda sección involucra una caracterización microestructural y mecánica detallada, tanto a nivel macroscópico como microscópico de FGE de matriz ferrítica. La caracterización microestructural comprende la identificación las zonas microsegregadas en la matriz y el relevamiento del tamaño, morfología y distribución espacial de los nódulos de grafito. La caracterización mecánica comprende el relevamiento de los parámetros constitutivos del comportamiento elasto-plástico de la FGE a nivel macroestructural y de sus micronstituyentes a nivel microestructural. La caracterización en la escala macroscópica se realiza utilizando ensayos de tracción estándar, mientras que en la escala micro se utilizan técnicas de micro y nanoindentación instrumentada y microscopia de fuerza atómica, en combinación con análisis de elementos finitos. Se analizan también los micromecanismos de daño, observándose que, la etapa temprana de daño es dominada por la decohesión matriz-nódulo. Por su parte, la falla final del material responde a mecanismos de nucleación y coalescencia de microhuecos.

La tercera sección de esta tesis involucra el modelado computacional multiescala del comportamiento mecánico de FGE ferríticas. En primer lugar se especializan e implementan herramientas de análisis multiescala para homogenizar el comportamiento en el rango elástico. Se utiliza para esto de un esquema de homogenización asintótico implementado con elementos finitos que se vale de modelos de la microestructura tomadas de micrografías para reproducir las geometrías reales. Las propiedades de las fases se especifican según los datos del análisis experimental. El elemento de volumen representativo (RVE) se dimensiona en términos de la anisotropía del tensor elástico macroscópico homogeneizado y la invariancia y dispersión de los valores homogeneizados para el módulo de Young y la relación de Poisson. Los resultados de la homogenización de los modelos, que no se valen de ningún parámetro de ajuste o calibración, están en excelente acuerdo con los resultados experimentales. En segundo lugar, se realiza un modelado multiescala de la evolución del daño temprano de FGE ferrítica, el que considera el comportamiento elastoplástico de la matriz y la decohesión del nódulo de grafito. Este análisis se realiza utilizando una novedosa Formulación Multiescala Orientada a Falla que incorpora interfaces cohesivas para modelar la decohesión de los nódulos en la microescala. Como en el caso del análisis elástico, la geometría de los modelos y las propiedades de sus microconstituyentes se especifican a partir de los resultados experimentales. El análisis multiescala se utiliza para estimar las propiedades cohesivas de la interface matriz-nódulo. Como resultado, se especifican rangos de valores para la tensión crítica y la energía de fractura de la interface, para los que el modelo reproduce los comportamientos micro y macro mecánicos observados en el análisis experimental. De esta forma, el modelado contribuye no solo a un mejor entendimiento del mecanismo de daño, sino a estimar propiedades que no pueden ser medidas experimentalmente.

Los resultados de la tesis permiten avanzar en la comprensión de los procesos de fractura en FGE. No se encuentran en la bibliografía antecedentes sobre estudios la fractura de FGE como los realizados en este trabajo, el que resulta en contribuciones originales tanto en el campo de materiales como en el campo de la mecánica computacional. Se demuestra la viabilidad de combinar de forma sinérgica, herramientas experimentales y computacionales de análisis multiescala para estudiar los micromecanismos de daño y fractura. Las metodologías experimentales y computacionales desarrolladas cuentan con un importante potencial para ser aplicadas y extendidas a la etapa avanzada de daño de FGE ferrítica, así como a otros tipos de FGE y materiales.

Abstract

The aim of this thesis is to advance in the understanding of the complex process of fracture of spheroidal graphite cast irons (SGI). The study combines the experimental analyses and computational modelling tools.

The activities are grouped into three main sections:

The first section involves a careful experimental characterization of the fracture of SGI of different microstructures generated under quasi-static and dynamic loading conditions. Predominant fracture modes are identified and an extended database is generated, that serves to set-up and to validate the numerical calculations carried out in the third section. This stage of the study highlights the marked heterogeneity of SGI, characterized by the presence of a dispersion of spheroidal graphite precipitates of tenths of microns in diameter, chemical microsegregation and other precipitates and microvoids. After the fractographic analysis two specific methods to identify the direction of propagation of the main crack are proposed. The first method is applicable to fractures showing predominantly ductile failure mode, and identifies the propagation direction based on the analysis of the plastic deformation of the matrix areas enveloping the graphite nodules. The second method is applicable to brittle fractures and identifies the propagation direction of the main crack by carefully examining the river patterns along the cleavage facets. The results of this section remark the complexity of the analysis of the fracture of SGI and the convenience of the use of numerical methods to advance in the understanding of this subject.

The second stage involves a detailed characterization of the microstructure and the mechanical properties at the macroscopic and microscopic levels. The study is focused on ferritic SGI. The microstructural characterization involves the identification of microsegregated zones of the metallic matrix and a careful characterization of the size, shape and distribution of the graphite nodules. The mechanical characterization involves the determination of constitutive parameters of elastoplastic behaviour of SGI at macroscopic level and of its microconstituents at microscopic level. The macroscopic characterization is carried out using standard tensile tests, while at the microscale, micro and nano indentation techniques combined with atomic force microscopy and finite element analysis are used. The damage micromechanisms are also analysed. It is observed that the matrix-nodule debonding dominates the early-stage of damage, while the final failure mechanism is related to nucleation and coalescence of microvoid.

The third stage of this thesis involves the multiscale computational modelling of the mechanical behaviour of SGI. At first, and as a basis for the forthcoming elastoplastic analysis, multiscale analysis tools are implemented and specialized for the homogenization of the mechanical behaviour of SGE at the elastic strain range. With this purpose, an asymptotic homogenization scheme implemented with finite elements, which uses models of the microstructure taken from micrographs to reproduce the actual geometries, is used. The properties of the different phases are specified following the results of the experimental analysis. The size of the representative volume element (RVE) is assessed in terms of the invariance and isotropy of the homogenized elastic responses. The results of the homogenization of the models, which do not make use of any adjustment or calibration coefficients, agree excellently with the experimental analysis.

Secondly, a multiscale modelling of the early-stage damage evolution on SGI, which considers the elastoplastic behaviour of the matrix and the matrix-nodule debonding, is implemented. The analysis uses a novel Failure-Oriented Multiscale Formulation that incorporates cohesive elements at the interfaces for modelling the nodule decohesion at the microscale. In the same way that in the case of the elastic analysis, the model geometries and the properties of the microconstituents are specified from the experimental results. The multiscale analysis is used to estimate the cohesive properties of matrix-nodule interface. As a result, ranges of the critical stress and fracture energy of the interface, for which the model reproduces the mechanical behavior observed in the experimental analysis in both macro and micro level, are specified. Thereby, the modelling not only contributes to a better understanding of the damage mechanisms, but also to estimate properties that cannot be measured from the experimental methods.

The results of this thesis allow advancing in the understanding of the fracture processes in SGI. SGI fracture studies such as those conducted in this work are not found in the literature, resulting in original contributions both in the field of materials science and computational mechanics. The feasibility of combining synergistically, experimental and computational multiscale analysis tools to study the damage micromechanisms and failure on SGI is demonstrated. The experimental and computational methods developed have significant potential to be applied and extended to the advanced-stage of damage in ferritic SGI, as well as other kinds of SGI and heterogeneous materials.

Índice general

RESUMENIII			
AB	ABSTRACTVII		
1.	INT	RODUCCIÓN1	
	1.1.	Contexto y motivación 1	
	1.2.	Objetivos generales y específicos 3	
		1.2.1. Objetivo general	
		1.2.2. Objetivos específicos	
	1.3.	Organización de este trabajo 4	
2.	REV	ISIÓN BIBLIOGRÁFICA7	
	2.1.	Conceptos generales sobre Fundiciones de hierro7	
		2.1.1. Tipos de fundiciones de hierro	
		2.1.2. Propiedades mecánicas de las fundiciones de hierro	
		2.1.3. Particularidades de las fundiciones de hierro con grafito libre 10	
		2.1.4. Fundiciones de hierro con grafito esferoidal	
	2.2.	Análisis fractográfico mediante SEM 16	
		2.2.1. Modos de fractura característicos	
		2.2.2. Análisis fractográfico en FGE: Antecedentes	
	2.3.	Modelado computacional en FGE25	
	2.4.	Conclusiones 29	
3.	MO	OOS DE FRACTURA CARACTERÍSTICOS EN FGE	
	3.1.	Introducción	
	3.2.	Metodología experimental 31	
		3.2.1. Obtención y caracterización del material de partida	
		3.2.2. Tratamientos térmicos	
		3.2.3. Obtención de probetas y ensayos mecánicos	

	3.3.	Resultados y discusión	
		3.3.1. Composición química y caracterización microestructural	36
		3.3.2. Tratamientos térmicos	37
		3.3.3. Análisis de la superficie de fractura mediante SEM	39
	3.4.	Conclusiones	55
4.	ANÁ	LISIS CUANTITATIVO DE LAS SUPERFICIES DE FRACTURA	. 57
	4.1.	Introducción	57
	4.2.	Relación entre los rasgos topográficos y la dirección de propagación	57
		4.2.1. Hipótesis de partida	57
		4.2.2. Metodología de análisis y resultados	59
	4.3.	Análisis cualitativo y cuantitativo de los perfiles de fractura	66
		4.3.1. Metodología de procesamiento y análisis de datos	66
		4.3.2. Resultados	68
	4.4.	Conclusiones	72
5.	CAF	RACTERIZACIÓN GEOMÉTRICA, TOPOLÓGICA Y MECÁNICA	
	DE I	FGE FERRÍTICA	.73
	5.1.	Introducción	73
	5.2.	Caracterización metalúrgica y microestructural	75
		5.2.1. Microestructura de la matriz	75
		5.2.2. Caracterización geométrica de los nódulos de grafito	76
	5.3.	Caracterización mecánica a nivel macroestructural	79
		5.3.1. Ensayo de tracción	79
	5.4.	Caracterización mecánica a nivel microestructural	81
		5.4.1. Introducción	81
		5.4.2. Hipótesis de partida	82
		5.4.3. Métodos propuestos por MATA et al., (2003) y DAO et al., (2001).	83
		5.4.4. Metodología de indentación instrumentada	85

	5.5.	Micromecanismos de daño	104
	5.6.	Conclusiones	108
6.	ANÁ	LISIS MULTIESCALA DEL COMPORTAMIENTO ELÁSTICO EN	
	FGE	FERRÍTICA	111
	6.1.	Introducción	111
	6.2.	Homogenización computacional	111
		6.2.1. Formulación	112
		6.2.2. Implementación	117
	6.3.	Resultados	119
	6.4.	Conclusiones	123
7.	ANÁ	LISIS MULTIESCALA DEL DAÑO TEMPRANO EN FGE	
	FER	RÍTICA	125
	7.1.	Introducción	125
	7.2.	Modelo multiescala orientado a falla	125
		7.2.1. Formulación Multiescala Orientada a Falla.	126
		7.2.2. Descripción General de la implementación	127
	7.3.	Implementación del modelo	129
		7.3.1. Discretización del modelo a escala micro	129
		7.3.2. Asignación de propiedades a los sets de elementos	130
	7.4.	Análisis multiescala	132
		7.4.1. Estrategia de análisis	132
		7.4.2. Respuesta macroscópica	133
		7.4.3. Respuesta microscópica	135
		7.4.4. Verificación del tamaño del RVE	142
		7.4.5. Influencia de las zonas LTF	143
	7.5.	Conclusiones	147

8.	PRINCIPALES RESULTADOS Y TRABAJO FUTURO	149
	8.1. Principales resultados	
	8.2. Trabajo Futuro	
BIB	BLIOGRAFÍA	
AN	EXOS	
AN	EXO A - ATLAS FRACTOGÁFICO	
AN	EXO B-PRODUCCIÓN CIENTÍFICA	

Índice de figuras

2.1.	Esquema del diagrama de fases Fe-C metaestable (Guliaev, 1977)7
2.2.	Fundiciónes de hierro con distintas morfologías de grafito: a) Fundición Blanca; b) Fundición gris con grafito laminar, c) Fundición gris con grafito vermicular; d) Fundición gris con grafito nodular
2.3.	Propiedades mecánicas de las FE en función de la microestructura (Stephan, 1996)
2.4.	Modelos de solidificación propuestos para FGE de composición eutéctica. a) Modelo uninodular; b) Modelo plurinodular; c) Modelo propuesto por Rivera, et al., (1995)
2.5.	Fractura dúctil de un acero de bajo carbono. Se notan las cavidades (dimples) que son las resultantes de la coalescencia de microcavidades iniciadas alrededor de inclusiones, partículas o discontinuidades que originan una concentración de tensiones y un aumento local de la deformación plástica. Escala 10µm (Ipohorski & Acuña, 1988)
2.6.	Fractura dúctil a alta temperatura en un acero estructural. Una aleación que contiene un gran número de partículas dispersas presenta una mayor densidad de cavidades que un metal puro sin aleantes. Escala 10µm (Ipohorski & Acuña, 1988)
2.7.	Fractura por clivaje. Se pueden observar los característicos "cauces de río" (river patterns). Un conjunto de ríos dentro de un grano cristalino corresponde a escalones entre planos de clivaje pertenecientes a una misma familia cristalográfica. Los ríos convergen según el sentido de propagación en cada grano cristalino. Escala 10µm (Ipohorski & Acuña, 1988)
2.8.	Aspecto típico de una superficie de cuasiclivaje de un acero martensítico templado y revenido. En el proceso de rotura por cuasi clivaje, la fractura se origina dentro de las facetas. Las dimensiones de las pequeñas facetas corresponden a las de las agujas martensíticas. Escala 10µm. (Ipohorski & Acuña, 1988)
2.9.	Fractura intergranular de una muestra de titanio traccionado en una solución de

iodo en metanol. Se notan claramente los distintos granos descohesionados, la

	forma de los granos del material, así como algunas pequeñas regiones de fractura dúctil. También se observan fisuras secundarias, que corresponden a la descohesión de granos en planos perpendiculares a la superficie de la rotura principal. ($M = 500X$)
3.1.	Bloque Y de 25mm colado en molde de arena. a) Bloque Y obtenido; b) Esquema del seccionamiento de la zona calibrada; c) Zona calibrada utilizada para el mecanizado de probetas
3.2.	Representación esquemática de los ciclos de tratamientos térmicos. a) Ferritizado;b) Austemperado de alta temperatura; c) Austemperado de baja temperatura
3.3.	Seccionamiento del bloque "Y" y obtención de probetas para ensayos mecánicos; a) Probeta para ensayo de impacto Charpy con entalla en v; b) Probetas para ensayo de flexión en 3 puntos SENB
3.4.	Péndulo AMSLER 130/688 con una energía máxima de 300 J. Detalles del montaje de probeta antes del ensayo
3.5.	Maquina universal de ensayos Mohr & Federhaff. Detalles del montaje de probeta antes del ensayo de flexión en tres puntos
3.6.	Representación esquemática de la convención utilizada para la nomenclatura de las probetas
3.7.	Microestructuras a magnificaciones de 100x y 200x respectivamente. a) Perlítica (As Cast); b) Ferrítica; c) ADI ₂₈₀ ; d) ADI ₃₆₀
3.8.	Superficie de fractura de FI. a)-20°C; b)0°C; c) 20°C; d) 60°C 40
3.9.	Superficie de fractura de FI-20
3.10.	Superficies de fractura de PI. a) -20°C; b) 0°C; c) 20°C; d) 60°C42
3.11.	Superficies de fractura de PI. Altos aumentos. a) -20°C; b) 60°C43
3.12.	Superficies de fractura de ADI ₃₆₀ I. a) -20°C; b) 0°C; c) 20°C; d) 60°C44
3.13.	Superficie de fractura de $ADI_{360}I$. a) Facetas de cuasiclivaje, -20°C; b) Deformación en cavidades nodulares, 60°C; c) Deformación en cavidades de inclusiones y microhuecos, 60°C

3.14.	Superficie de fractura de ADI ₂₈₀ . a) -20°C; b) 0°C; c) 20°C; d) 60°C47
3.15 .	Detalle de los microhuecos en la superficie de fractura de ADI ₂₈₀ . a) -20°C; b) 60°C
3.16.	Macrografías de la superficies de fractura resultantes de los ensayos de impacto a distintas temperaturas sobre probetas Charpy con entalla en V. a) FGE ferrítica; b) FGE perlítica; c) ADI ₃₆₀ ; d) ADI ₂₈₀
3.17.	Curva resultante de los ensayos de impacto a distinta temperatura sobre diferentes microestructuras. a) Probetas Charpy sin entalla; b) Probetas Charpy con entalla en V
3.18.	Superficies de fractura de FFlx51
3.19.	Superficies de fractura resultantes de solicitaciones dinámicas y cuasi-estáticas a temperatura ambiente. a) FI20; b) Fflx
3.20.	Superficies de fractura de PFlx. Diferentes aumentos
3.21.	Superficies de fractura de PFlx. Evidencia de deformación plástica en un escalón de clivaje
3.22.	Superficies de fractura de la muestra ADI360Flx. Diferentes magnificaciones53
3.23.	Superficies de fractura de la muestra ADI280Flx. Diferentes magnificaciones54
3.24.	Superficies de fractura resultantes de solicitaciones cuasiestáticas de flexión; a) ADI ₃₆₀ ; b) ADI280
4.1.	Representación esquemática de la metodología de análisis para evaluar la dirección de propagación principal de la fisura
4.2.	Metodología utilizada para definir el vector de propagación local sobre la superficie de fractura en clivaje
4.3.	Análisis cuantitativo de la imagen SEM de la superficie de fractura, a través del software de procesamiento digital de imágenes Image Pro-Plus. FGE perlítica ensayada a impacto a 60°C60
4.4.	Histogramas generados a partir del conjunto de datos. FGE perlítica; a) PI-20; b) PI60; c) PFlx; d) FI-2061

4.5.	Metodología para obtener el "vector principal" (Mi) desde la composición de cada vector local (Vi)
4.6.	Análisis del vector faceta en cada superficie de fractura. a) PI-20; b) PI60; c) PFlx62
4.7.	Metodología utilizada para medir el parámetro que caracteriza la deformación del contorno de la cavidad nodular cuando el modo de fractura es predominantemente dúctil
4.8.	Datos resultantes de la medición experimental de Y/X sobre FGE ferrítica. a) FI60; b) FFlx
4.9.	Representación gráfica de la medida experimental del ángulo $_{\beta}$
4.10.	Metodología de observación de la superficie de fractura
4.11.	Parámetro Rs resultantes de los perfiles de fractura de FGE. a) Ferrítica; b) Perlítica; c) ADI ₃₆₀ ; d) ADI ₂₈₀
4.12.	Perfiles de fractura. FGE ferrítica. a) FI-20; b) FFlx69
4.13.	Superficies y perfiles de fractura resultantes de los ensayos de impacto y flexión en tres puntos. FGE perlítica. a) PI-20; b) PI60; c) PFlx70
4.14.	Parámetro Ry resultantes de los perfiles de fractura de FGE. a) Ferrítica; b) Perlítica; c) ADI ₃₆₀ ; d) ADI ₂₈₀
4.15.	Perfiles de fractura resultantes para las diferentes condiciones de ensayo (100x). a) Ferrítica; b) Perlítica; c) ADI ₃₆₀ ; d) ADI ₂₈₀
5.1.	Metalografías resultantes del ataque color. Distintas magnificaciones. a) 50X; b) 100X; c) 200X
5.2.	Heterogeneidades presentes en LTF. a) Metalografía color (500X); b) Detalle de una región de la zona LTF (1.000X)
5.3.	Metodología para obtener las muestras metalográficas necesarias para el análisis 77
5.4.	Micrografías ópticas de FGE ferrítica (Magnificación de 50X). a) Imagen original; b) Imagen binarizada; c) Resultado del análisis de los nódulos de grafito
5.5.	Cuantificación de los nódulos de grafito por su SC (50X)77
5.6.	Ejemplos de las áreas de análisis. a) 500X; b) 200X; c) 100X; d) 50X

5.7.	Resultados de la caracterización de los nódulos de grafito en función del área de análisis. Las barras de error indican la dispersión de los resultados en 6 micrografías. Las etiquetas indican la magnificación asociada al área de análisis. a) Conteo nodular; b)Fracción de Grafito
5.8.	Seccionamiento y obtención de las probetas de tracción "small size" a partir del bloque Y de 25mm. a) Esquema de trabajo y dimensiones; b) Ejemplo de probetas mecanizadas
5.9.	Ensayo de tracción. a) Equipamiento completo para realizar el ensayo; b) Montaje del extensómetro MTS; c) Visualización del sistema adquisidor de datos80
5.10.	Curva σ vs ϵ resultante del ensayo de tracción sobre probetas "small-size" de FGE ferrítica. Las barras de error indican la dispersión experimental
5.11.	Determinación del parámetro α mediante el relevamiento de la impronta generada durante el proceso de indentación
5.12.	Ensayos de microindentación. a) Microestructura revelada después del ataque con el reactivo color (Las zonas LTF se observan brillantes); b) Patrones de microindentación
5.13.	Modos de control de la indentación utilizados. a) Función de desplazamiento utilizado en los ensayos de microindentacion; b) Función de carga utilizada en los ensayos de nanoindentación
5.14.	Ejemplo de las curvas carga vs desplazamiento determinadas mediante los ensayos de microindentación sobre las zonas de FTF, LTF y nódulos de grafito. Control por desplazamiento (1.000nm)
5.15.	Histograma con los resultados del módulo de Young resultante de las microindentaciones
5.16.	Curvas resultantes de los ensayos de nanoindentación instrumentada sobre el ABC. Control por carga (Pmax = 9500μ N). Indentador de geometría Berkovich. Las dos curvas representan las bandas de dispersión experimental
5.17.	Relación entre el máximo valor del Pile-up y la máxima profundidad de penetración para un acero de bajo carbono (Hu et al., 2003). Extrapolación al punto de interés

5.18.	Curvas σ verdadera vs ϵ verdadera determinadas siguiendo los dos métodos propuestos en el ABC
5.19.	Indentador Berkovich y determinación del semiángulo del cono equivalente
5.20.	Diseño de malla axisimétrica para los cálculos de indentación. a) Modelo completo (dominio de 100µm x 100µm discretizado con 57698 elementos); b) Detalle de la zona indentada (dominio de 1,5 µm x 1,5 µm discretizado con 14400 elementos)
5.21.	Comparación entre las curvas P vs h resultantes de los modelos FEM axisimétricos y las curvas experimentales del ensayo de nanoindentación
5.22.	Modelo de indentación axisimétrico sobre el ABC desarrollado en ABAQUS. Campos de desplazamientos entorno a la impronta, resultantes de la indentación sobre el ABC con propiedades obtenidas de diferentes fuentes. a) Modelo con propiedades extraídas de la bibliografía; b) Modelo con propiedades extraídas del método Dao et al., (2001); c) Modelo con propiedades extraídas del método Mata et al., (2003)
5.23.	Perfiles de las improntas resultantes de los modelos FEM. a) Perfil axisimétrico completo; b) Magnificación de la zona del pile-up
5.24.	Correlación lineal entre los datos resultantes del método Mata et al., (2003) y la curva promedio del ABC
5.25.	Curvas $\sigma_{verdadera}$ vs $\epsilon_{verdadera}$ del ABC. Ajuste experimental de los datos
5.26.	Curvas P vs h resultantes de los modelos FEM sobre ABC. Comparación de las curvas con los datos del método Mata et al., (2003) antes y después del ajuste. Las dos curvas experimentales representan las bandas de dispersión
5.27.	Perfiles de las improntas resultantes de los modelos FEM sobre el ABC. Comparación de los perfiles con los datos del método Mata et al., (2003) antes y después del ajuste
5.28.	Curvas resultantes de los ensayos de nanoindentación instrumentada con indentador Berkovich. Las dos curvas representan las bandas de dispersión experimental (a) Zona FTF; (b) Zona LTF

5.29.	Curvas P vs h resultantes de la indentación sobre las zonas FTF y LTF. Comparación con los resultados en el ABC. Las dos curvas representan las bandas de dispersión experimental
5.30.	Perfil de la impronta generada en el ensayo de microindentación sobre la zona LTF, utilizando una geometría de indentador Vickers. Relevamiento mediante AFM y postprocesamiento digital de la imagen utilizando el programa Gwyddion101
5.31.	Curvas $\sigma_{verdadera}$ vs $\varepsilon_{verdadera}$ resultantes del ajuste de los datos por medio de los factores de corrección determinados. a) FTF; b)LTF102
5.32.	Curvas P vs h resultantes de los modelos FEM con los datos obtenidos mediante el método propuesto por Mata et al., (2003) antes y después del ajuste. a) FTF; b) LTF103
5.33.	Perfiles de las improntas resultantes de los modelos FEM. Comparación de los perfiles con los datos del método Mata et al., (2003) antes y después del ajuste. a) FTF; b) LTF
5.34.	Detalle de las superficies de fractura resultantes de los ensayos con solicitaciones cuasiestáticas en FGE ferrítica. a) Detalle SEM; b) Detalle microscopía óptica104
5.35.	Caracterización de la interface matriz-nódulo. a) Probeta de tracción de sección variable; b) Deformación puntual relevada; c) Zona de localización de las deformaciones. Metalografías ópticas a dos niveles de deformación diferentes
5.36.	Curva tensión deformación obtenida durante el ensayo de tracción en el SEM mostrando los puntos a los cuales las siguientes fotografías fueron tomadas. a)"Slip lines" en la matriz observada en el SEM en el punto 1 de la curva; b) Descohesión de la interface observada en el SEM en el punto 2 de la curva; c) Crecimiento de las cavidades alrededor de los nódulos, observados en el SEM en el punto 3 de la curva (Dong et al, 1997)

6.1.	Microestructura de una FGE ferritica a 50X. a) Revelada despues del ataque color
	en escala de grises; b) Imagen binarizada de la matriz metálica, FTF (región
	blanca) y LTF (región negra)
6.2.	Continuo macroscópico con un elemento de volumen representativo (EVR) local 113
6.3.	Celdas microestructurales utilizadas para evaluar la convergencia en función del
	tamaño de elemento
6.4.	Convergencia de los modelos FEM en función del tamaño de elemento, para seis
	diferentes celdas microestructurales118
6.5.	Detalle de un RVE discretizado con elementos de tamaño s=1µm119
6.6.	Resultados de los parámetros elásticos homogenizados como una función del área
	de análisis. El tamaño del elemento es s = $1\mu m$. Las barras de error indican la
	dispersión de los resultados de las observaciones de seis diferentes geometrías
	para cada área de análisis. Las etiquetas indican la magnificación asociada al área
	de analisis. a) Modulo de Young; b) Modulo de Poisson
6.7.	Tamaños de celda microestructural utilizados. a) $50X / 8,54x10^{5} \mu m^{2}$; b) $100X / 100X / 100X$
	$2,14 \times 10^{9} \mu\text{m}^{2}; \text{ c}) 200\text{X} / 0,534 \times 10^{9} \mu\text{m}^{2}; \text{ d}) 500\text{X} / 0.0854 \times 10^{9} \mu\text{m}^{2}120$
6.8.	Resultado del índice de anisotropía como una función del área de análisis. Las
	barras de error indican la dispersión de los resultados de las observaciones de seis
	diferentes geometrías para cada área de análisis. Las etiquetas indican la
	magnificación asociada al area de analísis 121
7.1.	Esquema de la respuesta constitutiva completa para la FMOF. a) Dominio macro
	durante el régimen estable del material; b) Respuesta de la tensión homogenizada
	en funcion de la deformación insertada en el dominio micro para el regimen
	constitutiva del elemento cohesivo en la escala macro para el régimen inestable 127
7.2.	Detalle del modelo utilizado en la macroescala 128
1.3.	Curva de degradación del modelo conesivo utilizado en la interface M-N 129
7.4.	Secuencia de trabajo para el desarrollo del modelo computacional multiescala en
	la microescala. Tamaño de celda microestructural de 100X. a)Microestructura
	Binarizada; b) Generación de geometría; c)Generación de Malla de elementos

- 7.5. Curvas σ_{verdadera} vs ε_{verdadera} resultantes del análisis inverso desarrollado en la matriz metálica de la FGE ferrítica y el posterior ajuste según (7.1). (a) FTF; (b)
 LTF.
- 7.6. Comparación entre las curvas σ vs ε resultantes del modelo multiescala para G_f= 250, 2.500 y 10.000N/m (casos 1, 2 y 3 respectivamente) con la curva experimental. Las barras de error en la curva experimental indican la dispersión de los resultados. a) σ_{crítica}=140Mpa; b) σ_{crítica}=180Mpa; c) σ_{crítica}=220Mpa. d) σ_{crítica}=140, 180 y 220Mpa (casos A, B y C respectivamente) con G_f=2.500N/m......134

- 7.12. Evolución del daño microestructural en el modelo con las propiedades $\sigma_{crítica}=180MPa$ y G_f= 250N/m para los estadíos I-IV. Las zonas blancas

	evidenciadas entre elementos, son regiones que mantienen la continuidad matemática del problema.	139
7.13.	Análisis del daño en la interface M-N, resultante de los modelos con $\sigma_{crítica}=180$ MPa para $\epsilon=0.7\%$. a) Modelo con Gf=250N/m (modelo B1); b) Modelo con Gf=2.500N/m (modelo B2).	140
7.14.	Análisis de la deformación plástica equivalente en la escala micro, resultante de los modelos con $\sigma_{crítica}$ =180MPa para ϵ =0.7%. Escala con un valor de deformación máxima de 1,5%. a) Modelo con Gf=250N/m (modelo B1); b) Modelo con Gf=2.500N/m (modelo B2).	140
7.15.	Celdas microestructurales utilizadas para verificar el tamaño de RVE. a-d) 100X; e) 50X	142
7.16.	Curvas de σ vs ε resultantes del modelo multiescala para celdas microestructurales de tamaños 100X. Comparación con una celda microestructural de tamaño 50X y la curva experimental. Las barras de error en la curva experimental indican la dispersión de los resultados.	143
7.17.	Secuencia de generación de geometrías a partir de una metalografía óptica. a) Metalografía relevada con reactivo color (Rivera et al, 2002); b) Secuencia de generación de geometría sin considerar las zonas LTF; c) Secuencia de generación de geometría considerando las zonas LTF	144
7.18.	Ejemplo del modelo microestructural de 50X considerando LTF.	144
7.19.	Curvas de σ vs ϵ resultantes del modelo multiescala e incorporando las zonas LTF para tamaños de celda microestructural de 100X y 50X.	145
7.20.	Detalle de la celda microestructural para $\epsilon = 1\%$ (100X). a) Nódulos ubicados sobre la BDPL completamente despegados de la matriz; b) Influencia de las LTF en el desarrollo de la BDPL; c) Comparación de la deformación plástica desarrollada en LTF y FTF.	146
7.21.	Análisis de la deformación plástica equivalente en la celda microestructural para $\epsilon=1\%$ (50X)	147

Índice de Tablas

3.1.	Microestructuras requeridas y los ciclos de tratamiento térmicos involucrados34
3.2.	Composición química de la colada (% en peso)
3.3.	Caracterización de las muestras en Bruto de Colada (ASTM A247)37
3.4.	Durezas resultantes en cada una de las microestructuras obtenidas
4.1.	Resultado del análisis estadístico de los datos61
4.2.	Resultados de la metodología 262
4.3.	Deformación del contorno de la cavidad nodular64
5.1.	Resultado del análisis geométrico sobre las micrografías78
5.2.	Propiedades determinadas experimentalmente en FGE ferrítica mediante el ensayo de tracción
5.3.	Resultados del análisis inverso siguiendo el método Mata et al., (2003)90
5.4.	Resultados del análisis inverso sobre el ABC, siguiendo el método Dao et al., (2001)
5.5.	Parámetros elastoplásticos determinados91
5.6.	Resultados del análisis inverso siguiendo el método propuesto por Mata et al., (2003)
5.7.	Resultado de los parámetros obtenidos mediante el método Mata et al., (2003) y el posterior ajuste a través de los factores de corrección propuestos102
7.1.	Parámetros del modelo elastoplástico de la expresión (7.1), para ambas zonas de la matriz metálica
7.2.	Parámetros de la interface M-N utilizados en el análisis inverso133
7.3.	Resultados de las σ y ϵ evaluadas en el inicio y fin de la decohesión M-N141

1.1. Contexto y motivación

Las fundiciones de grafito esferoidal (FGE) constituyen una familia de fundiciones de hierro coladas, que son crecientemente aplicadas en la construcción de partes de máquinas y vehículos, de alta responsabilidad. La creciente aplicación industrial del material en las últimas dos décadas ha sido posible gracias a los continuos esfuerzos en I+D, que han permitido optimizar sus propiedades, sus procesos productivos, y han desarrollado una larga serie de variantes composicionales y microestructurales. Este desarrollo, sin embargo, está lejos de haber sido completado, y los esfuerzos deben continuar si se propone mantener la competitividad de las FGE.

Frente a este espectro de gran variedad de aplicaciones en partes de responsabilidad, existe un relativo vacío en el conocimiento referido a la evolución de los procesos de fractura de FGE. En efecto, mientras que los procesos de fractura de aceros han sido muy ampliamente estudiados, los conocimientos respecto de la fractura de FGE son escasos. Esta falta de información constituye una barrera en el desarrollo de estas aleaciones, ya que, por ejemplo, resulta sumamente dificultoso extraer información de un análisis fractográfico posterior a la fractura de una pieza en servicio, y en consecuencia se pierde uno de los mayores elementos de diagnóstico empleados en el análisis de falla. En este sentido, es pertinente comenzar tratando la relevancia del problema general, que es la optimización de la competitividad de las fundiciones de grafito esferoidal (FGE). Como ya se ha dicho anteriormente, el empleo de las FGE es creciente a nivel mundial. Este material, en sus diversas variantes, continúa reemplazando con éxito a otros materiales, como los aceros colados, mecanizados o forjados, y las aleaciones de aluminio. Sin embargo, este avance se verifica dentro de un marco de extrema competencia entre los distintos materiales metálicos, y más aún si se incorporan a la escena los materiales compuestos. De esta manera, será posible encontrar numerosos ejemplos en los cuales se informa sobre la adopción de FGE en reemplazo de otras aleaciones, pero también se encontrarán, simultáneamente, reportes sobre el reemplazo de FGE por otros materiales. Dentro de este marco, los desarrollos tecnológicos documentados juegan un rol sumamente importante, por cuanto aportan evidencias que soportan potenciales aplicaciones.

Sin continuos esfuerzos en investigación, cualquier material perdería gradualmente sus ventajas comparativas.

A medida que las piezas de FGE son utilizadas con mayor frecuencia en piezas altamente solicitadas, los eventos de rotura suceden, y resulta indispensable realizar análisis de falla para identificar las causales del evento y diseñar las medidas correctivas necesarias para el funcionamiento seguro. Cuando el material constructivo es acero, existe abundante información sobre la naturaleza de la superficie de fractura ante distintas solicitaciones y mecanismos de propagación de fisuras. Sin embargo, cuando las piezas son de fundición de grafito esferoidal, se verifica una ausencia de estudios sistemáticos que provean información necesaria para tipificar los procesos de fractura. Esta falta de información es, en general, asociada a un elevado nivel de dificultad en el análisis de la fractura, dada principalmente por la complejidad microestructural, fundamentada en la existencia de nódulos de grafito de diversos tamaños y dispersos en forma irregular sobre una matriz metálica, la cual a su vez, puede presentar diversas fases. Más complejo se hace el análisis si se pretende tener en cuenta los efectos típicos de los productos colados, como son las heterogeneidades en la matriz metálica producto de la microsegregación, las cuales como hipótesis general, tienden a ser zonas "frágiles" de la microestructura. En este contexto, existe un marco sumamente complejo para ser abordado solo desde un punto de vista experimental y es en esta instancia donde se plantea la necesidad de utilizar las herramientas de la mecánica computacional.

Los avances en el campo de la simulación computacional y el nuevo nivel de modelado matemático y solución computacional sirven para desarrollar 'laboratorios virtuales' en los que se optimiza el ciclo de diseño completo de materiales y sistemas. No obstante, la predicción de las propiedades de un material compuesto (entendiendo en este caso a las FGE heterogéneas como material compuesto) conociendo sus componentes y geometría no es una tarea trivial y requiere de modelos micromecánicos adecuados. La existencia de una microestructura heterogénea y la interacción compleja entre los componentes microscópicos, determinan completamente la respuesta mecánica del material heterogéneo en la macroescala o escala de observación. La influencia de la microestructura del material en la respuesta estructural adquiere aún mayor importancia en el modelado de localización de deformaciones y falla, debido a que muy probablemente estos mecanismos de degradación tomen caminos preferenciales a través de zonas débiles existentes a nivel micromecánico. Los enfoques convencionales basados en análisis monoescala, revelan una capacidad limitada para capturar respuestas mecánicas sofisticadas inducidas por las heterogeneidades. Es en este contexto donde las formulaciones multiescala surgen como una poderosa herramienta de modelado,

proveyendo un marco teórico general y riguroso capaz de describir el espectro constitutivo completo de materiales heterogéneos, incluyendo la evolución del daño microestructural en escenarios de fractura complejos. Siguiendo este enfoque, durante las últimas décadas, se ha propuesto una gran diversidad de estrategias multiescala direccionadas a analizar, mediante el desarrollo de nuevos modelos matemáticos, el comportamiento mecánico constitutivo de materiales heterogéneos. Cada una de estas técnicas se ha formulado a partir de diferentes enfoques teóricos. Sin embargo, a partir del concepto de energía de fractura y basado en ideas originalmente propuestas por Dugdale et al., (1960), Barenblatt et al., (1962), Hillerborg et al., (1976); Planas & Elices, (1992), Elices et al., (2002), se han desarrollado modelos mecánicos cohesivos muy simples, extremadamente efectivos e incrementalmente utilizados (Tvergaard & Hutchinson, 1992). En efecto, la utilización de elementos cohesivos caracterizando la respuesta mecánica en la microestructura, dentro de un modelo multiescala parece ser una herramienta extremadamente potencial para el abordaje de la fractura en FGE.

El presente trabajo aborda el estudio de la fractura de las FGE de forma integral, combinando metodologías de trabajo experimental y modelado computacional.

1.2. Objetivos generales y específicos

1.2.1. Objetivo general

Comprender los complejos procesos de daño en fundiciones de hierro con grafito esferoidal (FGE), a partir de la evolución de los fenómenos que se desarrollan a nivel microestructural.

1.2.2. Objetivos específicos

- Determinar los modos de fractura predominantes en FGE de matrices ferríticas, perlíticas (en condición "as-cast") y ausferríticas, bajo condiciones de ensayos con cargas dinámicas y cuasi-estáticas.
- Desarrollar metodologías experimentales tendientes a evaluar la utilidad de los rasgos topográficos característicos de las superficies de fractura, en la determinación de la dirección de propagación macroscópica.
- Desarrollar metodologías para la caracterización geométrica, topológica y mecánica de la microestructura de las FGE.

• Elaborar modelos multiescala para la descripción de los procesos de daño. Estos modelos deben de poder ser validados a partir de la evidencia experimental.

1.3. Organización de este trabajo

Esta tesis doctoral está organizada de la siguiente forma:

El capítulo II constituye la revisión bibliográfica de los temas principales abordados durante el desarrollo de la tesis. El capítulo se divide en secciones de acuerdo a la temática particular. La sección A está destinada a revisar los conceptos generales respecto a las fundiciones de hierro en general, particularizando la descripción a las fundiciones de hierro con grafito esferoidal al final de la sección. En la sección B, se detallan los modos de fractura característicos reportados mediante la observación de la superficie de fractura a través de imágenes obtenidas en el microscopio electrónico de barrido (SEM). A su vez, se analizan los antecedentes de estudios fractográficos en fundición de hierro con grafito esferoidal. Por último, en la sección C, se describen los trabajos en el área de modelado numérico tanto para determinar propiedades mecánicas como para validar modelos experimentales sobre FGE.

El capítulo III constituye la primera parte de desarrollo de este trabajo, la cual surge como consecuencia de la revisión bibliográfica de los antecedentes fractográficos en el material de estudio. Se determina experimentalmente los modos de falla característicos en FGE. Se describen las características propias del material a utilizar, así como también la planificación de las actividades tendientes a cumplir con los objetivos específicos planteados al inicio del capítulo.

En el capítulo IV se desarrollan metodología destinadas a evaluar la dirección de propagación de una superficie de fractura de origen desconocido, mediante la interpretación y caracterización de los rasgos fractográfico característicos evidenciados en el Capítulo III. A su vez, se emplean técnicas experimentales para la determinación de la rugosidad de la superficie de fractura, y se evalúa los cambios en función de la naturaleza de la carga empleada en la fractura y la microestructura.

En el capítulo V se desarrolla una muy detallada caracterización microestructural y mecánica tanto a nivel macroscópico como microscópico, especializando el análisis para las FGE de matrices ferríticas. Se evalúan también los micromecanismos de daño durante el proceso de fractura. Estos resultados servirán como base de datos para implementar y validar los modelos multiescalas de los capítulos siguientes.

En el capítulo VI se especializan e implementan herramientas computacionales para homogenizar el comportamiento mecánico en el rango elástico de FGE mediante técnicas de análisis multiescala. Se plantean estrategias de generación de geometrías a partir de micrografías ópticas obtenidas experimentalmente. Se determinan las propiedades elásticas efectivas del material homogenizado sin la necesidad de utilizar ningún parámetro de ajuste y se validan los resultados con los datos experimentales. Estos resultados sientan bases para el posterior análisis no-lineal.

En el capítulo VII, se extiende el modelo desarrollado en el capítulo VI a un modelo nolineal de daño temprano, el cual considera la decohesión del nódulo de grafito respecto de la matriz metálica.

En el capítulo VIII, se resumen las principales conclusiones y los trabajos futuros propuestos.

Finalmente, se presenta un listado de la bibliografía consultada, ordenado alfabéticamente junto con los Anexos A y B. El lector encontrará en el Anexo A, un ATLAS fractográfico complementario a los resultados experimentales reportados en el Capítulo III y IV y en el Anexo B, la producción científica derivada del desarrollo de la tesis.

2.1. Conceptos generales sobre Fundiciones de hierro

2.1.1. Tipos de fundiciones de hierro

El proceso de solidificación de las fundiciones de hierro involucra siempre una transformación eutéctica. Las aleaciones con un contenido de carbono (C) del 4,3% se conocen como eutécticas, las que contienen porcentajes de C menores a este valor son denominadas hipoeutécticas y las que se encuentran por encima de dicho valor se llaman hipereutécticas. Dependiendo de la composición química y de la velocidad de enfriamiento, las aleaciones pueden solidificar de acuerdo al diagrama de equilibrio Fe-C estable o metaestable (ASM Handbook, 1992). En la Figura 2.1, se presenta a modo de ejemplo el diagrama Fe-C metaestable (Guliaev, 1977).



Figura 2.1. Esquema del diagrama de fases Fe-C metaestable (Guliaev, 1977).

Cuando la solidificación ocurre siguiendo el diagrama metaestable Fe-Cm, el eutéctico que se forma es austenita + cementita (ledeburita) y el material resultante será una "*fundición blanca*" (ver Figura 2.2a). Para el caso de que la solidificación ocurra de acuerdo al diagrama estable, el eutéctico que se forma será austenita-grafito, dando lugar a las denominadas

"fundiciones con grafito libre". Las diferentes morfologías del grafito libre permiten diferenciar distintos tipos de fundiciones de hierro de gran interés industrial, tales como*fundiciones grises* (con grafito laminar), *fundiciones vermiculares* (con grafito en forma de "vermes" o "gusanos") y *fundiciones esferoidales o nodulares* (con grafito esferoidal) (Guliaev, 1977). Estos tipos de fundiciones se muestran en la Figura 2.2b, c y d respectivamente.



Figura 2.2. Fundiciones de hierro con distintas morfologías de grafito. a) Fundición Blanca; b) Fundición gris con grafito laminar; c) Fundición gris con grafito vermicular; d) Fundición gris con grafito nodular.

2.1.2. Propiedades mecánicas de las fundiciones de hierro

Las fundiciones blancas poseen elevada resistencia al desgaste y dureza, pero carecen prácticamente de deformación plástica y son extremadamente frágiles debido a la presencia de altos porcentajes de cementita en la microestructura. En el caso de fundiciones con grafito libre, las propiedades dependerán tanto de la matriz metálica como de la cantidad y morfología del grafito. Debido a que el grafito posee una resistencia mecánica en tracción muy inferior a la de la matriz metálica, se lo puede considerar como la fase débil de la

microestructura. Como es natural, cuanto mayor sea la cantidad de grafito en la matriz, menores serán las propiedades mecánicas. Sin embargo, dichas propiedades dependen marcadamente de la morfología y distribución del grafito.

Las fundiciones grises presentan las menores propiedades mecánicas (resistencia a la tracción y elongación a la rotura) dentro de las fundiciones con grafito libre, debido a que la morfología laminar del grafito (consideradas grietas agudas dentro de la microestructura) genera elevadas concentraciones de tensiones en la matriz metálica y reduce la sección resistente de la matriz metálica. Este tipo de fundiciones tienen una tensión de rotura que oscila entre 150 y 450MPa, dependiendo de su microestructura. No obstante, las fundiciones grises tienen un óptimo comportamiento en casos donde sea necesario amortiguar vibraciones. Por esto, además de razones económicas, este material es muy utilizado en la construcción de distintas partes de motores de combustión interna, como por ejemplo blocks, obteniéndose un funcionamiento más regular, más suave y menos ruidoso (Walton, 1981).

La fundición vermicular presenta propiedades mecánicas (resistencia a la tracción, a la fatiga, ductilidad y resistencia al impacto) y térmicas superiores a las de una fundición laminar, para una matriz similar. Para las fundiciones vermiculares, las tensiones de rotura se encuentran entre 300 y 700MPa. Este tipo de fundición es usada, entre otras aplicaciones, en campanas y discos de freno de automóviles debido a su alta resistencia a la fatiga térmica en relación a otros materiales.

Las fundiciones esferoidales (FGE) sobrepasan los valores de tensión de rotura de las fundiciones grises y vermiculares, llegando a tensiones de fluencia que se pueden comparar a las de los aceros de alta resistencia (entre 700 y 900MPa). Este incremento en las propiedades mecánicas se debe principalmente a que en este tipo de fundiciones el grafito se encuentra en forma de esferas, lo que genera una menor concentración de tensiones en la matriz con respecto a un grafito con geometría laminar o vermicular. Estas elevadas propiedades mecánicas han llevado a las FE a una creciente utilización en una gran variedad de usos. Estos van desde piezas pequeñas, tales como engranajes, cigüeñales y partes de suspensión de automóviles, hasta piezas de gran tamaño, como por ejemplo, en la fabricación de recipientes para el almacenaje de residuos nucleares, las cuales exceden las 75 toneladas de peso, o fabricación de grandes piezas en la industria eólica.
2.1.3. Particularidades de las fundiciones de hierro con grafito libre

En las últimas décadas, las fundiciones de hierro con grafito libre han ganado importancia en la industria mundial. Esto puede ser atribuido, en parte, a las mejoras realizadas en las técnicas de moldeo, fusión y colado, y también a los avances metalúrgicos que han permitido un notable aumento de las propiedades de estos materiales. Sumado a esto, las fundiciones de hierro en general tienen la gran ventaja de poder ser aplicadas a la producción en serie de piezas de distintos tamaños y geometrías, brindando en algunas aplicaciones una solución más eficaz que la presentada por los aceros soldados o forjados. Los procesos de fabricación por fusión y colada tienen la gran ventaja de permitir diseñar piezas de difícil geometría, y llegar a la forma y dimensiones finales prácticamente sin la necesidad de etapas posteriores de mecanizado. De esta manera se evitan procesos como desbaste por arranque de viruta, rectificado, soldado, etc., lo que origina una disminución de tiempos y costos de producción (ASM Handbook, 1992). El aspecto económico, combinado con la mejora de las propiedades mecánicas logradas en las fundiciones de hierro con grafito libre, son las principales causas de la alta tasa de crecimiento de este material. Entre las importantes ventajas de las fundiciones de hierro con grafito libre recién mencionadas, también se pueden citar:

- Excelente maquinabilidad.
- Posibilidad de producir piezas de geometrías complejas o formas intrincadas sobre un amplio rango de espesores (libertad de diseño).
- Capacidad de rediseñar o combinar 2 o más componentes en una única pieza, reduciendo así costos de ensamble y tiempo.
- Mejor comportamiento ante vibraciones mecánicas que el acero y las aleaciones de aluminio.
- Elevada resistencia al choque térmico y a la corrosión.
- Características de auto-lubricación y buena resistencia al desgaste.
- Variedad de procesos de colado para bajas, medianas o elevadas producciones.

En lo que se refiere a su composición química, las fundiciones de hierro con grafito libre poseen un contenido de carbono y silicio mayor al de los aceros. Estos valores se encuentran generalmente entre 2 a 4% para el carbono y entre 1,5 a 4% para el silicio. Además, otros elementos están siempre presentes en la composición química, como el manganeso (entre valores de 0.2 a 1%) y azufre y fósforo en tenores variables, según el tipo de fundición. Por otra parte, las fundiciones se pueden alear con elementos metálicos como cobre, níquel o

molibdeno habitualmente con porcentajes máximos del orden del 1%, los cuales se adicionan para mejorar su resistencia mecánica y templabilidad. El agregado de mayores cantidades de estos elementos mejora la resistencia a la corrosión y las propiedades a elevadas temperaturas (ASM Handbook, 1992)

2.1.4. Fundiciones de hierro con grafito esferoidal

2.1.4.1. Reseña histórica

Las fundiciones con grafito esferoidal son las de mayor importancia tecnológica en la actualidad. Durante la primera mitad del siglo pasado, técnicos e investigadores se enfocaron en buscar la forma de optimizar las características de las fundiciones de hierro grises, fundamentalmente en lo referido a las propiedades mecánicas. Un objetivo común era obtener una fundición gris con propiedades mecánicas iguales, o superiores, a la fundición maleable sin recurrir a un largo y costoso tratamiento térmico. Como consecuencia de dichas investigaciones, a mediados del siglo pasado, se anunciaba la producción exitosa de una fundición con grafito libre hipereutéctica conteniendo grafito esferoidal, el cual se lograba mediante la adición a una fundición gris de pequeñas cantidades de Cerio. Se pudo observar que cambiando la forma del grafito de láminas a esferoides, se mejoraba en forma notable la ductilidad y la resistencia a la rotura. En 1949 se concedió la patente Nº 2.486.760 a la "International Nickel Company", asignando a Keith D. Millis, Albert P. Gegnebin y a Norman B.Pilling como los descubridores de la Fundición de Hierro con Grafito Esferoidal (Warda, 1990).

A partir de su descubrimiento, y debido a una gran inversión en investigación y desarrollo, se pudo lograr la producción con altos niveles de calidad lo que ha dado lugar a una creciente utilización en aplicaciones de alto compromiso.

2.1.4.2. Características metalúrgicas de las fundiciones de hierro con grafito esferoidal

Las FE se producen a través de un tratamiento de nodulización realizado durante la colada del metal fundido. En este tratamiento se emplean principalmente productos nodulizantes a base de cerio o magnesio, en cantidades que oscilan en un rango de 0,03% hasta 0,08% obteniéndose normalmente un tamaño de nódulo que va desde los 5 micrones hasta unas decenas de micrones (ASM Handbook, 1987). En las FE que contienen bajos niveles de inclusiones, de porosidad y de contenido de carburos, las propiedades mecánicas están determinadas principalmente por la microestructura de la matriz (Titanium, s.f.). Dicha

matriz, en condición bruto de colada, está habitualmente constituida por cantidades variables de ferrita y perlita, y la relación entre ambas fases depende de la composición química y/o de la velocidad de enfriamiento. Sin embargo, la microestructura final puede ser convenientemente ajustada mediante tratamientos térmicos, los cuales permiten obtener un amplio rango de propiedades mecánicas.

Existe una gran variedad de tratamientos, pero los más utilizados en la industria son el normalizado, el ferritizado, el temple y revenido, y el austemperizado. A continuación, se describen brevemente cada ciclo de tratamiento térmico, la microestructura deseada y las propiedades mecánicas resultantes.

El *normalizado* involucra como primera etapa un austenizado completo (encima de la temperatura crítica superior) a temperaturas del orden de 900°C hasta lograr una microestructura austenítica homogénea. Luego, la pieza es enfriada en aire desde la temperatura de austenizado buscando obtener una microestructura totalmente perlítica en toda la sección. Con estas matrices se logran tensiones de rotura cercanas a los 1.000MPa, combinadas con elongaciones de hasta aproximadamente 4% (Warda, 1990). Por otro lado, dichas microestructuras poseen poca ductilidad, baja resistencia al impacto y pobres propiedades fractomecánicas.

A través del *ferritizado* se obtienen microestructuras totalmente ferríticas. Este tratamiento se puede dividir básicamente en 2 tipos. El primer tipo, es un tratamiento que se suele denominar "de baja temperatura" o "tratamiento de ferritizado subcrítico", el cual consiste en someter a las piezas durante largos períodos de tiempo (20-30 horas) a temperaturas entre 700 y 730°C y luego dejarlas enfriar lentamente dentro del horno. En el segundo tratamiento, se calientan las piezas a temperaturas entre 870–900°C durante 3 o 4horas, dejándose luego enfriar las piezas muy lentamente dentro del horno, donde de acuerdo al diagrama de equilibrio Fe-C estable se forma matriz ferrítica. Las FE ferríticas poseen tensiones de rotura de hasta 450-500MPa aproximadamente, y elongaciones que pueden alcanzar 25% (Warda, 1990).

Mediante tratamientos de *temple y revenido* se pueden lograr estructuras de muy elevada resistencia mecánica, como lo es la martensita revenida. La dureza de la martensita varía de 50 a 68 Rockwell-C; su resistencia mecánica, de 175 a 250kg/mm², y su alargamiento de 2,5 a 0,5%. Al revenir la martensita, su dureza disminuye a medida que se eleva la temperatura, y en parecido sentido evoluciona la fragilidad (ASM Handbook, 1987).

El ADI es la variante más moderna de la FE y se logra sometiendo una FE convencional a un tratamiento térmico de austenizado, seguido de una etapa de austemperizado. Las ADI tienen una resistencia a la tracción significativamente superior a la de las FE perlíticas, presentando además una notable ductilidad y tenacidad, con muy buena resistencia a la fatiga y al desgaste. Debido a sus notables propiedades mecánicas, las ADI representan una excelente opción de reemplazo de aceros aleados templados y revenidos, tanto forjados como colados (ver Figura 2.3).



Figura 2.3. Propiedades mecánicas de las FE en función de la microestructura (Stephan, 1996).

2.1.4.3. Modelo de solidificación de fundiciones de hierro con grafito esferoidal

Estudios realizados sobre solidificación de FE (que datan de la década del 70') han logrado establecer claramente, mediante experiencias de solidificación interrumpida, que el grafito nuclea y crece en el líquido. A partir de dichos estudios preliminares, y con una continua investigación sobre el tema, en la actualidad se presentan tres teorías principales sobre los mecanismos de nucleación y crecimiento de las distintas fases, que permiten explicar la solidificación de FE eutécticas.

El modelo más antiguo propuesto por la literatura, denominado *modelo uninodular* (Fras, et al., 1997; Liu, 1999), se basa en que la austenita nuclea sobre los nódulos de grafito, los cuales nuclean en primer lugar en el líquido; es decir, la austenita no posee núcleos propios (Figura 2.4a-I y II). Con el avance de la solidificación, la austenita crece esféricamente alrededor de cada nódulo (Figura 2.4a-II), aumentando su tamaño hasta que entran en contacto entre sí (Figura 2.4a-III). Esto genera zonas aisladas de líquido que solidifican al final. Estas zonas últimas en solidificar se denominan zonas LTF (del inglés "Last To Freeze") y en ellas se encuentran generalmente las inclusiones, impurezas y demás defectos de colada característicos de las fundiciones.

El *modelo multinodular*, esquematizado en la Figura 2.4b, propone que el grafito y la austenita nuclean independientemente en el líquido (Sikora, et al., 1990). La austenita crece dendríticamente (Figura 2.4b-I) y a medida que la solidificación avanza, las dendritas de austenita atrapan a varios nódulos de grafito (Figura 2.4b-II). El carbono difunde hacia los nódulos y permite su crecimiento por difusión en estado sólido. Luego, los nódulos y las dendritas crecen cooperativamente, dejando entre ellas nuevamente zonas LTF (Figura 2.4b - III). Como resultado, el modelo uninodular predice un tamaño de grano de austenita mucho menor y una distribución más fina y de menor tamaño de zonas LTF que para el caso del modelo multinodular.

En los últimos años, Rivera et al., (1995) han presentado un nuevo modelo de solidificación, desarrollado sobre una nueva técnica macrográfica. Esta técnica permite documentar los pasos "I" y "II" del modelo de solidificación y se ha podido evidenciar que la austenita crece siempre dendríticamente y que cada dendrita atrapa un número muy elevado de nódulos de grafito. Este nuevo modelo de solidificación postula que el grafito y la austenita nuclean independientemente en el líquido (Figuras 2.4c-I y IV). En una primera instancia, el crecimiento de los nódulos de grafito tiene lugar por difusión del carbono desde el líquido a los nódulos. La austenita crece en forma dendrítica y a medida que el proceso de solidificación avanza, las dendritas de austenita atrapan a los nódulos de los alrededores (Figuras 2.4c-II y V). La difusión de carbono en estado sólido hace crecer a los nódulos y en consecuencia, una dendrita puede contener varios. La estructura de solidificación resultante está formada por unidades de solidificación multinodulares comúnmente llamadas células eutécticas. Las primeras zonas en solidificar, coincidentes con los ejes y los brazos de las dendritas de austenita, se suelen llamar FTF (del inglés first to freeze zones). A medida que las fases sólidas crecen y chocan con unidades vecinas (Figura 2.4c-III y VI), las últimas porciones liquido remanente localizado entre ellas son las ultimas zonas en solidificar y se suelen llamar LTF (Rivera et al., 2002). Este modelo presenta una gran diferencia, en comparación con los dos modelos anteriores, la cual radica en que las zonas LTF no se encuentran entre "unidades de solidificación" sino dentro de cada dendrita, es decir en forma intradendrítica. Por lo tanto, se puede concluir que cada dendrita de austenita contiene muchos nódulos de grafito, lo que contradice a la teoría uninodular. Por otro lado, la distribución y tamaño de las zonas "LTF" encontrados en estudios metalográficos se corresponden con lo predicho por el modelo multinodular, pero el tamaño de las unidades de solidificación es significativamente mayor. Por ejemplo, en la Figura 2.4c-VII y VIII, se compara la macrografía y la metalografía color, producto de nuevas técnicas experimentales propuestas

por Rivera et al., (1995) y se verifica la similitud con modelo propuesto, el cual resulta ser el que mejor explica el proceso de solidificación en FE.

Por otro lado, teniendo en cuenta el hecho de que las zonas LTF solidifican al final del proceso, los elementos de aleación e impurezas se pueden difundir y concentrarse en estas zonas, así como en pequeñas cavidades de contracción (Rivera, et al., 1995; Boeri & Weinberg, 1993), por lo que suelen ser zonas de la matriz metálica altamente heterogéneas. Este concepto de heterogeneidad y la consecuente influencia en las propiedades mecánicas de dichas zonas se analizará en el Capítulo V.



Figura 2.4. Modelos de solidificación propuestos para FGE de composición eutéctica. a) Modelo uninodular; b) Modelo plurinodular; c) Modelo propuesto por Rivera, et al., (1995).

2.2. Análisis fractográfico mediante SEM

Desde su desarrollo, la fractografía electrónica se ha aplicado tanto al estudio de los mecanismos de fractura básicos, como al análisis fractográfico de piezas que fallan de servicio. Las observaciones fractográficas en el microscopio electrónico de barrido (SEM) son a veces imprescindibles para determinar las causas de la rotura y a menudo permiten confirmar las predicciones basadas en las observaciones ópticas de bajos aumentos. Estos estudios son utilizados ampliamente y han permitido identificar características fractográficas y relacionarlas con las solicitaciones externas y a la microestructura de las diversas aleaciones metálicas. Con el fin de citar algunos ejemplos de la literatura específica, se puede ver en Ipohorski & Acuña, (1988); Anderson, (1995); ASM Handbook, (1996), Brooks & McGill , (1994); Wouters & Froyen , (1996) entre otros.

En esta sección, se describen brevemente los principales modos de fractura y sus rasgos fractográfico característicos reportados para aleaciones metálicas¹ y posteriormente, se presenta los antecedentes de estudios fractográficos en FGE.

2.2.1. Modos de fractura característicos

2.2.1.1. Fractura Dúctil

La fractotenacidad de un material está relacionada con su capacidad de deformar plásticamente y absorber energía durante el proceso de fractura por el mecanismo de deslizamiento de dislocaciones. Esta deformación plástica puede variar con cada microestructura y estado de tensiones, pero en todos los casos presenta una superficie de fractura fácilmente reconocible mediante las técnicas fractográficas convencionales. Ópticamente se caracteriza por una superficie más bien opaca, y observada a mayores aumentos en un microscopio electrónico, está caracterizada por pequeñas depresiones o cavidades (dimples) que son la resultante de la coalescencia de microcavidades iniciadas alrededor de inclusiones, partículas o discontinuidades que originan una concentración de tensiones y un aumento local de la deformación plástica. Durante el proceso de deformación las microcavidades existentes crecen bajo las tensiones existentes en el extremo de la fisura. Finalmente las paredes o ligamentos que separan estas microcavidades se rompen, resultando una superficie de fractura con depresiones semiesféricas o semielipsoidales denominadas simplemente "cavidades" ver Figura 2.5.

¹ El lector encontrará que, al no ser una solicitación evaluada en la tesis, no se reporta la Fractura por fatiga. En caso de interés, ver por ejemplo (ASM, 1996), (Anderson, 1995)



Figura 2.5. Fractura dúctil de un acero de bajo carbono. Se notan las cavidades (dimples) que son las resultantes de la coalescencia de microcavidades iniciadas alrededor de inclusiones, partículas o discontinuidades que originan una concentración de tensiones y un aumento local de la deformación plástica. Escala 10μm (Ipohorski & Acuña, 1988).

Tanto el diámetro como la profundidad de las cavidades dependen del número de sitios donde se puedan iniciar las microcavidades originales, y por supuesto de la plasticidad de la matriz. Una aleación que contenga un gran número de partículas dispersas presentará una mayor densidad de cavidades que un metal puro sin aleantes. En este último caso existen menos sitios de nucleación de microcavidades y en la superficie de fractura se observan entonces menos cavidades pero de mayores dimensiones. En un acero estructural es común observar una cavidad grande originada por una inclusión rodeada de una distribución de cavidades más pequeñas resultante de microcavidades nucleadas alrededor de pequeños precipitados, Figura 2.6. La forma y profundidad de estas cavidades depende del tamaño y distribución de las microcavidades originales, de la tensión aplicada (tracción, corte, desgarramiento) y por supuesto de la fractotenacidad del material. Así por ejemplo cuando la fractura se produjo por tracción simple, las cavidades son equiaxiadas, como se muestra en la Figura 2.5. Cuando la fractura se produce por tensiones de corte, como en todo borde dúctil a 45° de la superficie principal de rotura, las cavidades son más bien parabólicas y tienen sentidos opuestos en las dos superficies. En un desgarramiento por tracción las cavidades son también elongadas pero tienen el mismo sentido en ambas superficies y apuntan hacia el origen de la rotura. En este caso es inmediata la determinación del origen de la falla.



Figura 2.6. Fractura dúctil a alta temperatura en un acero estructural. Una aleación que contiene un gran número de partículas dispersas presenta una mayor densidad de cavidades que un metal puro sin aleantes. Escala 10µm (Ipohorski & Acuña, 1988).

2.2.1.2. Fractura por Clivaje

El clivaje es el mecanismo responsable de la mayoría de las roturas rápidas. Se produce por la separación de planos cristalográficos bien definidos, característicos de cada estructura. Por ejemplo en la mayoría de los metales cúbicos de cuerpo centrado los planos de clivaje son de la familia {100}. En materiales policristalinos las superficies de fractura originadas por clivaje están constituidas por facetas planas, cada una de ellas correspondiente a una familia de planos de clivaje de los granos cristalinos. La alta reflectividad óptica de estas facetas es la que caracteriza macroscópicamente una fractura frágil. Pero la presencia de clivaje no indica necesariamente una alta fragilidad del material. Algunos materiales dúctiles pueden presentar superficies de clivaje bajo solicitaciones de tracción. Las condiciones necesarias para una rotura por clivaje dependen del material particular y del tipo de carga. En general puede ocurrir clivaje bajo altas tensiones triaxiales, altas velocidades de deformación, y por supuesto a temperaturas por debajo de la transición dúctil-frágil. Se observa clivaje en metales y aleaciones bcc y hcp. Es más difícil una rotura por clivaje en materiales fcc dada la multiplicidad de sistemas de deslizamiento y la gran movilidad de dislocaciones. Pero en algunos casos pueden aparecer facetas con los rasgos característicos del clivaje en una fractura inducida por un ambiente corrosivo.

Desde el punto de vista cristalográfico, y dado que la separación se produce según planos cristalográficos, debería esperarse una superficie con facetas totalmente planas como resultado de una fractura por clivaje. Pero las distintas imperfecciones cristalinas, precipitados, bordes de grano, influyen sobre la propagación de una fisura por clivaje y

alteran entonces la regularidad de las facetas. Resulta así una superficie característica con rasgos fractográficos fácilmente identificables en una micrografía electrónica (ver Figura 2.7). En efecto, una rotura por clivaje avanza por medio de la propagación simultánea de fisuras sobre planos paralelos entre sí, correspondientes a una misma familia cristalográfica. Cuando estas fisuras se superponen o se acercan suficientemente, se unen a través de un escalón, a medida que se propaga la fisura los escalones se unen para formar escalones más pronunciados. Observado en el microscopio electrónico, el conjunto se asemeja al de los ríos de una cuenca, y por ello se denominan "cauces de río" (river patterns)². Un conjunto de ríos dentro de un grano cristalino corresponde entonces a los escalones entre planos de clivaje pertenecientes a una misma familia cristalográfica. Estos escalones son normalmente planos de clivaje secundario y su altura está relacionada con el ángulo que forma el eje de tracción con los planos de clivaje del grano considerado. Cuando la fisura alcanza otro grano cristalino, cambia la geometría de los nuevos ríos. En el caso de un borde de bajo ángulo, los escalones pueden continuar en el segundo grano. Pero si la desorientación es mayor, normalmente se forman escalones nuevos. Los cauces de río pueden también originarse en dislocaciones de hélice. En estos casos la altura del escalón aumenta a medida que se propaga la fisura.



Figura 2.7. Fractura por clivaje. Se pueden observar los característicos "cauces de río" (river patterns). Un conjunto de ríos dentro de un grano cristalino corresponde a escalones entre planos de clivaje pertenecientes a una misma familia cristalográfica. Los ríos convergen según el sentido de propagación en cada grano cristalino. Escala 10µm (Ipohorski & Acuña, 1988).

² Durante el desarrollo de la tesis, se utilizará el término "cauces de rio" en lugar del término "ríos de clivaje"

La formación de escalones se debe entonces a uno o más de los siguientes factores:

- Intersección del plano principal de clivaje con dislocaciones de hélice
- Fisuración secundaria
- Deformación y estrechamiento entre dos ramificaciones de la fisura principal

Dado que son varios los procesos que afectan la formación de escalones, se observa una gran variedad de formas de escalones y cauces de río. Los escalones formados por fisuración secundaria aparecen claramente definidos. Pero los escalones asociados a una gran deformación local, aparecen más gruesos y menos definidos. La microestructura del material también influye en la forma de los ríos. En un acero de bajo carbono con estructura perlítica las fisuras se propagan en los planos de clivaje de la ferrita bcc a través de las colonias de perlita. Pero en un acero con estructura de martensita revenida se observan pequeñas facetas de clivaje de dimensiones correspondientes a las de las agujas martensíticas.

Una primera observación de estos rasgos permite determinar la dirección local de propagación de la rotura, dado que los ríos convergen en la dirección de propagación en cada grano cristalino. Pero es necesario tener en cuenta que la dirección local no coincide necesariamente con la dirección macroscópica de propagación de la rotura. En granos vecinos pueden existir direcciones no paralelas, indicando que la propagación en un medio cristalino se produce a través de la fractura simultánea de granos individuales en distintas direcciones. La resultante de estas fracturas es la que constituye el frente de propagación de la rotura macroscópica.

Muchos materiales de alta resistencia fracturan por otro mecanismo, compuesto principalmente por clivaje con alguna coalescencia de microcavidades, denominado cuasiclivaje, Figura 2.8. Este es el caso de aceros martensíticos templados y revenidos donde la superficie de fractura frágil muestra también facetas, pero no tan definidas como en los casos de clivaje mencionados. Las primeras observaciones de este tipo de fractura no pudieron identificar a estos planos como de clivaje, aun cuando se observaron algunos ríos característicos. Actualmente está comprobado que las facetas corresponden a planos cristalográficos del tipo {100}. Además en el proceso de rotura por cuasi-clivaje, la fractura se origina dentro de las facetas, existiendo entonces una diferencia con el mecanismo de clivaje en el cual la separación de planos se origina en los bordes de los planos. El cuasi-clivaje puede observarse también en materiales que normalmente no tienen planos activos de clivaje, en aceros inoxidables austeníticos, en la fractura bajo medios corrosivos, o bajo estados de tensión triaxial.



Figura 2.8. Aspecto típico de una superficie de cuasi-clivaje de un acero martensítico templado y revenido. En el proceso de rotura por cuasi clivaje, la fractura se origina dentro de las facetas. Las dimensiones de las pequeñas facetas corresponden a las de las agujas martensíticas. Escala 10µm. (Ipohorski & Acuña, 1988).

Una característica del mecanismo de rotura por cuasi-clivaje es que la fractura se va produciendo por delante del frente de la fisura principal. Las facetas producidas se van uniendo luego por desgarramiento y coalescencia de microcavidades. Es de destacar que en una rotura por clivaje no se observan estos bordes de desgarramiento entre los cauces de río.

2.2.1.3. Fractura intergranular

Macroscópicamente la fractura intergranular se presenta como una superficie brillante, pero con un brillo menor que la fractura por clivaje. La fragilización intergranular de un metal puede ocurrir como resultado de un conjunto de procesos que afectan directamente el límite de grano y que convierte a estas zonas en la zona más débil de toda la estructura cristalina. En estos casos la fisura se nuclea y se propaga rápidamente a lo largo de las superficies intergranulares. En una micrografía electrónica, la morfología de las superficies de fractura resultantes es fácilmente identificable por el aspecto facetado que revela las formas exteriores de los granos cristalinos. En la Figura 2.9 se muestra un ejemplo típico de fractura intergranular donde se puede observar la forma de los granos del material, así como algunas regiones de fractura dúctil. También se observan fisuras secundarias, que corresponden a la descohesión de granos en planos perpendiculares a la superficie de la rotura principal.



Figura 2.9. Fractura intergranular de una muestra de titanio traccionado en una solución de iodo en metanol. Se notan claramente los distintos granos decohesionados, la forma de los granos del material, así como algunas pequeñas regiones de fractura dúctil. También se observan fisuras secundarias, que corresponden a la descohesión de granos en planos perpendiculares a la superficie de la rotura principal. (M = 500X).

De acuerdo a la morfología específica de la superficie de los granos, se pueden distinguir dos casos típicos. Cuando la fractura se produce por descohesión de los granos cristalinos y la superficie de grano es totalmente lisa sin evidencias de deformación plástica, se trata de una fractura intergranular frágil. Es el caso típico de fragilización por hidrógeno, o por segregación de un producto frágil que fractura sin dejar marcas propias. Las superficies de grano son totalmente lisas salvo alguna inclusión o precipitado grueso, sin rastros de otros productos que puedan asociarse con el proceso de fractura. En otros casos, la superficie de fractura muestra evidencias de un mecanismo de nucleación y crecimiento de microcavidades asociados a una precipitación intergranular, dando lugar a la formación de pequeñas microcavidades que cubren la superficie del grano. Este modo de fractura se denomina fractura intergranular dúctil. Existen muchos materiales en los que la fractura está asociada a precipitación intergranular. En ellos la fragilización por precipitación en borde de grano depende de diversos factores microestructurales, tamaño de grano, forma y distribución de precipitados, características de la interface. A mayor densidad de precipitación, menor es el tamaño y profundidad de las microcavidades.

2.2.2. Análisis fractográfico en FGE: Antecedentes

En esta subsección, se realiza una breve revisión de la información existente en la literatura sobre el proceso de fractura de las fundiciones de grafito esferoidal (FGE) y sus características fractográficas, poniendo especial énfasis en los trabajos tendientes a analizar la

influencia del tipo de esfuerzo y la microestructura del material, sobre las características topográficas de la superficie de fractura y los micromecanismos de daño asociados.

Los resultados de la mayoría de los artículos revisados indican que cuando se fracturan por tracción muestras de FGE de matrices ferríticas, el modo operante a temperatura ambiente es desgarramiento con coalescencia de microhuecos. La observación por SEM muestra que la matriz metálica exhibe numerosas depresiones en forma de copa (dimples) (ASM Handbook, 1996; Fierro et al., 2003; Martínez, 2010; Kocatepe et al., 2007; Bermont et al., 2002). Por ejemplo, Ohashi (2007) realizó una descripción cuantitativa de las superficies de fractura asociadas con el comportamiento de probetas ferríticas en el ensayo de tracción, teniendo en cuenta principalmente factores como el tamaño de los huecos, el espaciado de los huecos y el crecimiento lateral. En el caso de FGE de matriz perlítica, se ha reportado que las cavidades nodulares pueden ocasionar el arresto de la propagación de la fisura, siendo este efecto de mayor importancia para las matrices perlíticas con ferrita en "ojo de buey" (Eldoky & Voigt, 1986; Fierro et al., 2003). A su vez, para Villacís, et al., (1989) las trayectorias de la propagación de la fisura a través de la perlita son al azar, sin haber influencia de orientación alguna. Sin embargo, Martínez, (2010) reporta que las matrices perlíticas ofrecen un camino preferencial para la propagación de la fractura a través de la cementita, dando como resultado una típica superficie de fractura frágil con facetas de clivaje. En el caso particular de las ADI, se reporta el cuasi-clivaje como principal modo de fractura, presentando una coexistencia de zonas de fractura dúctil y facetas de clivaje, aparentemente en coincidencia con las zonas más frágiles de la matriz, en la que se presentan mayormente defectos y microsegregación (Martínez, 2010).

Desde el punto de vista de los micromecanismos de daño, el análisis se enfocó usualmente en la nucleación y crecimiento de la fisura. Berdin et al., (2001) utilizaron el modelo Gurson-Tvergaard-Needleman (GTN) para estudiar los mecanismos de daño en FGE ferrítica y ferrítico-perlíticas, utilizando ensayos de tracción in-situ en el SEM para monitorear la evolución del daño a nivel microestructural en forma experimental. En numerosos casos, la nucleación se asocia con la descohesión matriz-nódulo de grafito (Guillermer-Neel et al., 2000; Zhang et al., 1999; Dong et al., 1997; Bonora & Ruggiero, 2005). Son varios los estudios que proponen leyes analíticas para describir el crecimiento de los huecos, dependiendo de su geometría y el comportamiento de la matriz (ver por ejemplo Liu et al., 2002). En todos los casos, la interface matriz-nódulo presenta un rol relevante en el comienzo de la falla. En general, se postula a la decohesión de nódulo de grafito como el micromecanismo de daño inicial del proceso de fractura (Dong et al., 1997; Bonora & Ruggiero, 2005). Sin embargo, estudios recientes basados en la observación de la fractura de microprobetas de FGE ferríticas y ferrítico perlíticas, traccionadas y observadas "in situ" mediante SEM, han permitido estudiar en detalle el proceso de iniciación de la falla, caracterizando el rol de los nódulos de grafito, y la influencia del tipo de matriz (Di Cocco et al., 2010 y 2014; Iacoviello et al., 2008). En estos trabajos, se propone como micromecanismo inicial del daño a la iniciación y crecimiento de fisuras dentro de los nódulos de grafito, con una decohesión entre el núcleo del nódulo y la capa exterior del mismo (denominado "onion-like"). En estos casos, los autores asumen que la formación del nódulo de grafito se produce por medio de capas que rodean al núcleo formado desde el líquido a medida que el proceso de solidificación avanza. Sin embargo, en la actualidad, los modelos de nucleación y crecimiento del nódulo de grafito siguen siendo motivo de discusión.

En el caso de las superficies de fractura resultantes de solicitaciones de impacto, los resultados reportados por las distintas investigaciones han enfatizado el rol que cumple la matriz en la resistencia a la propagación de la fisura, reportando la disminución del "comportamiento dúctil", a medida que se incrementa la cantidad de perlita presente en la matriz, siendo los nódulos de grafito los que gobiernan o "indican" el camino por el cual la grieta se propaga en forma frágil (Fierro et al., 2003; Hafiz et al., 2005; Toktas et al., 2006; Rajnovic et al., 2008). A su vez, se ha observado que el modo de fractura de FGE de matriz perlítica es mayoritariamente frágil a todas las temperaturas en las cuales se han realizado los distintos ensayos reportados (Hafiz et al., 2005; Ratto et al., 2001) mientras que en matrices ADI, de mayor resistencia mecánica que las perlíticas, existe una importante contribución de los mecanismos de fractura dúctiles. En este caso, a medida que la temperatura de ensayo disminuye, el modo de fractura cambia gradualmente de dúctil a frágil, y se ha visualizado un mecanismo de fractura mixta, esencialmente cuasi-clivaje en la matriz y coalescencia de micro huecos alrededor de los nódulos (Voigt et al., 1986; Rajnovic et al., 2008; Martinez et al., 2000 y 2010). Por su parte, los trabajos de Fan et al., (1994) y Dai et al., (2002) evidenciaron la tendencia de la fisura a propagar a lo largo de la interface ferrita-austenita del ADI.

Por último, Bermont et al.,(2002) caracterizaron y cuantificaron el grado de rugosidad de superficies de fractura a través de análisis fractográficos, con el fin de desarrollar métodos y modelos que podrían permitir estimar el nivel crítico de tensiones y deformaciones.

Postularon ecuaciones empíricas que utilizan factores como la rugosidad de la superficie de fractura y el conteo nodular, para diversas condiciones de ensayo-microestructura-tamaño de pieza.

2.3. Modelado computacional en FGE

Como se mencionó en las secciones previas, existe un amplio rango de variables microestructurales en FGE (distribución y morfología de fases en la matriz metálica y de los nódulos de grafito) y modos de fracturas de características complejas. Naturalmente, el desarrollo experimental necesario para abordar un estudio completo, tendiente a analizar cada una de estas variables resulta sumamente extenso y laborioso. Es en este contexto en donde las herramientas de la mecánica computacional se presentan con la versatilidad suficiente para poder considerar, evaluar y modificar dichas variables microestructurales y las consecuencias en el comportamiento mecánico asociadas, proporcionando una valiosa herramienta para ayudar a la mejor comprensión del comportamiento mecánico de materiales en general, y potencialmente útil para FGE en particular.

Sin embargo, a pesar de que la tecnología de FGE se ha desarrollado desde el año 1948, el número de trabajos que abordan la predicción precisa de la respuesta constitutiva macroscópica resultante desde un punto de vista computacional, así como las interacciones entre los microconstituyentes y los efectos geométricos relacionados, hoy en día, sigue siendo muy limitada (Bonora et al., 2005; Boccardo et al., 2012; Carazo et al., 2014). Los métodos de elementos finitos, de contorno y los elementos discretos se han utilizado para estudiar la respuesta elástica efectiva de FGE (Bonora et al., 2005; Carazo et al., 2014), la propagación de grietas por fatiga (Ortiz et al., 2001) y fractura (Basso et al., 2009; Kosteski et al., 2011).

Las hipótesis empleadas comúnmente en la descripción geométrica de la microestructura juegan un papel clave cuando se trata de modelos computacionales. La bibliografía específica reporta tres métodos comúnmente utilizados para dar cuenta de la magnitud y distribución espacial de los nódulos en el desarrollo del modelo computacional. Algunos autores suponen que los nódulos de grafito son de un tamaño medio y con arreglos periódicos (Bonora et al., 2005). Otra estrategia genera las microestructuras artificialmente por medio de algoritmos computacionales (Ortiz et al., 2001; Basso et al., 2009; Ortiz et al., 2001; Kosteski et al., 2011). Por último, también se plantea extraer directamente la geometría del modelo, tanto la distribución espacial como la morfología de los nódulos de grafito, a partir de micrografías reales (Carazo et al., 2014).

En este contexto, en la mayoría de los trabajos presentados en la literatura, la microestructura en FGE se modela simplemente como una matriz con "huecos", para la cual un modelo constitutivo del tipo GTN parece funcionar bien (Steglich et al., 1996; Zhang et al., 1999; Berdin & Hausild, 2002; Liu et al., 2002). En este marco, el papel de los nódulos de grafito se encuentra completamente desconsiderado, fundamentado en que la naturaleza "débil" de estas partículas repercute en una contribución a la rigidez del material limitada o completamente insignificante. Sin embargo, dada la evidencia experimental, algunos trabajos reportan modelos en donde los nódulos presentan diversas propiedades, sobre todo en lo que respecta al comportamiento elástico, e incluso asumiendo tensiones residuales producto de las diferencias entre los coeficientes de expansión térmica durante la solidificación (ver por ejemplo Bonora & Ruggerio, 2005).

Por otro lado, desde el punto de vista convencional, muchos de los trabajos enfocados a FGE estudian la relación entre las propiedades mecánicas y la microestructura, para modelos que se basan en un punto de vista fenomenológico de la observación experimental. Por ejemplo, Wenzhen & Baicheng, (1996) desarrollaron cálculos de la tensión de fluencia, tensión de rotura y deformación en función de la dureza, la cual determinaron como una relación lineal de la fracción de volumen de perlita, utilizando expresiones experimentales desarrolladas por Lundback et al., (1988). En esta línea, Guo et al., (1997) propusieron una relación para caracterizar las mismas propiedades, pero teniendo en cuenta las características del nódulo de grafito y la matriz metálica y discutiendo la influencia del conteo nodular, nodularidad, fracción de grafito, y proporciones de ferrita y perlita, en los mecanismos de fractura.

En los últimos años han surgido los modelos multiescala como una herramienta de gran potencialidad. Una característica importante de los modelos multiescala es que las relaciones constitutivas se formulan a nivel de cada componente microestructural, utilizando para ello modelos simples, fáciles de formular y caracterizar. En este sentido, las propiedades resultantes del material en la escala macro, se determinan a partir de conocer las características de los componentes de la microestructura, a través del análisis de un elemento volumen representativo (RVE) periódico o el desarrollo de un modelo de celda unidad (UCM) (Adams & Crane, 1984; Allen & Boyd, 1993). Este enfoque no solo permite calcular la respuesta de material en los regímenes tanto elásticos como plásticos, sino que si los mecanismos de daño se contabilizan, también permite predecir la ocurrencia de una falla catastrófica bajo diferentes condiciones de carga y de los estados de triaxialidad de tensiones. Este enfoque ha sido ampliamente utilizado para predecir el comportamiento constitutivo en la macroescala de materiales compuestos, por ejemplo, Hashin & Shtrikman, (1963) y Hashin & Rosen, (1964) determinaron los limites superiores e inferiores de las constantes elásticas, utilizando principios variacionales de energía. En este sentido, el enfoque se basa en gran medida en el método de elementos finitos (FEM), ya que las no linealidades en el comportamiento de los constituyentes pueden ser fácilmente representadas, así como también los cambios de temperatura, plasticidad, daños, etc.

Siguiendo esta línea, y desde el punto de vista de la determinación de las propiedades constitutivas, Boccaccini, (1997), aplicó una formulación analítica desarrollada previamente por Mazilu & Ondracek, (1990) para estudiar la influencia de la fracción de los nódulos de grafito, la morfología de los mismos, la relación de aspecto (evaluada generalmente como la relación entre la longitud de los ejes principales del nódulo) y la dirección de la tensión aplicada, en el módulo de Young. Por su parte, Pundale et al., (2000) determinaron el módulo de Young efectivo en FGE asumiendo un modelo del tipo UCM. Consideraron a los nódulos de grafito como huecos en la matriz metálica y evaluaron la influencia de la fracción de volumen, forma, tamaño y distribución de los mismos en los resultados. Del mismo modo, Wolfgang et al., (2003) propusieron un modelo UCM 3D autoconsistente para simular el efecto de la relación de aspecto del nódulo de grafito en el módulo de Young de FGE. En su simulación, emplearon una celda unitaria de forma cubica que se compone de un nódulo de grafito rodeado por ferrita con la misma relación de aspecto, en donde las propiedades elásticas son obtenidas por medio de una carga uniaxial sobre la celda. Los cálculos se realizaron por medio del método de los elementos finitos, obteniendo el módulo de Young y Poisson para diversas orientaciones y relaciones de aspecto. A su vez, Collini & Nicoletto, (2005) también propusieron un modelo UCM para predecir la ley constitutiva y la falla en FGE de matrices ferrítico-perlíticas. Los modelos se desarrollaron en el marco de la mecánica de medios continuos y FEM, respectivamente. Estos autores investigaron el efecto de algunas de las características microestructurales, tales como la fracción de volumen de grafito y la proporción ferrita/perlita de la matriz metálica en las propiedades mecánicas. Una continuación de este trabajo fue presentada por Nicoletto et al., (2006). Por su parte, Bonora & Ruggerio, (2005) estudiaron los micromecanismos de fractura sobre FGE ferrítica a través de un completo modelo de elementos finitos, el cual considera la decohesión de los nódulos, el efecto de las tensiones residuales y el daño dúctil en la matriz.

Aunque la UCM se presenta como una herramienta muy potente y útil, varios autores han señalado sus limitaciones, sobre todo cuando los efectos de la interacción entre las inclusiones son importantes (Terada et al, 2000; Kouznetsova et al, 2001; Ostoja-Starzewski, 2005). Del

mismo modo, Wriggers et al (1998) demostraron las limitaciones de la UCM incluso cuando se considera una estructura periódica. Kosteski et al., (2001) determinó que los análisis basados en microestructuras periódicas resultan adecuados para elaborar descripciones cualitativas del comportamiento de los materiales, pero puede conducir a resultados erróneos, especialmente cuando los fenómenos no lineales están implicados. En general, las simulaciones de microestructuras no periódicas se basan en análisis de homogenización de elementos de volumen representativos (RVE) (Hollister et al., 1994; Zohdi & Wriggers, 2000). En este sentido, Carazo et al.,(2014) extendieron el estudio de Wolfgang et al., (2003) en FGE perlíticas, mediante un enfoque numérico basado en un modelo computacional multiescala, utilizado para predecir las propiedades elásticas efectivas. En este caso, el modelo utiliza el concepto de RVE y los resultados numéricos de los RVE rectangulares y hexagonales se compararon con los resultados de la expresión analítica propuesta por Boccaccini, (1997). Determinaron que la forma externa de la RVE no influye marcadamente en las propiedades efectivas y que, para evaluar en forma precisa un valor efectivo del módulo de Young a nivel macroscópico, resulta sumamente necesario un análisis multiescala detallado, sobre todo en la caracterización microestructural y el análisis del tamaño del RVE.

Por último, los modelos multiescala han sido ampliamente difundidos y utilizados en el modelado de materiales. En lo que respecta a la caracterización elasto-plástica y la consecuente fractura, la respuesta media homogeneizada puede resultar altamente compleja debido a los fenómenos de interacción mecánica entre las fases, sobre todo cuando se incorporan no-linealidades como es la generación de daño a nivel microestructural. En este sentido, la extensión directa de este tipo de modelo a materiales que experimentan ablandamiento y falla da origen a formulaciones mecánicas que pierden consistencia física, dado que la noción de RVE pierde sentido.

2.4. Conclusiones

La relación entre las características fractográficas, los modos de fractura y las solicitaciones externas se encuentran bien descriptas en la literatura técnica para la mayoría de las aleaciones de uso tecnológico que comparten campos de aplicación con las FGE.

La revisión bibliográfica muestra que la fractura de las FGE ha sido crecientemente estudiada en los últimos años. Las investigaciones se encargaron de analizar los procesos de fractura de las FGE, relacionando las características microestructurales propias del material, la clase de solicitación actuante y el medio en el cual el material está inserto. A su vez, la implementación del SEM como herramienta de análisis de las superficies de fractura junto con el avance en las técnicas de modelado permitieron validar algunos mecanismos propuestos por diferentes autores.

Las características identificadas hasta el momento difieren de las habituales en aceros y otras aleaciones metálicas de uso industrial. La presencia de dos heterogeneidades particulares de este tipo de aleaciones, los nódulos esferoidales de grafito y las zonas últimas en solidificar, microsegregadas y con presencia de defectos, influyen marcadamente sobre la morfología de las superficies de fractura. En repetidas oportunidades se destaca el rol protagónico que cumplen los nódulos de grafito en los diferentes procesos de fractura, aunque todavía no se ha alcanzado un acuerdo entre los distintos autores. En la mayoría de los casos se proponen mecanismos que no se verificaron aun, dada la dificultad intrínseca de la experimentación involucrada. Pocos trabajos realizaron un análisis sistemático centrado en la interpretación de las superficies de fractura de FGE generada por distintas condiciones de cargas y medios ambientes. En rigor, en la mayoría de los casos, los trabajos reportan análisis fractográficos que son secundarios a un estudio de propiedades mecánicas, con lo cual, la información es escasa y se presenta en forma disgregada.

Por su parte, la utilización de modelos multiescala utilizando el concepto de RVE presenta un panorama apropiado para el modelado de la fractura en FGE. Sin embargo, todavía son pocos los trabajos que abordan el análisis con esta estrategia, restringiéndose en general a la determinación de las propiedades elásticas efectivas.

Considerando las particularidades de las FGE, parecerían ser los modelos basados en el concepto de RVE, los que potencialmente permiten describir en forma más precisa el comportamiento mecánico de FGE. A su vez, la consideración de los mecanismos de daño que se producen entre el nódulo de grafito y la matriz metálica parecería tomar relevancia al

momento de modelar la respuesta elasto-plástica, por lo que, si se quiere modelar el comportamiento elasto-plástico considerando el daño en FGE, resulta necesario adoptar un modelo que permita la decohesión del nódulo de grafito respecto de la matriz metálica.

3.1. Introducción

Como se mencionó, la información referida a la fractura de FGE en general, y a su aspecto fractográfico en particular, resulta escasa y disgregada. Cualquier intento por ampliar los conocimientos referidos a los análisis fractográficos en FGE, debe involucrar un análisis detallado y secuencial, en donde tanto los factores metalúrgicos como la naturaleza de los esfuerzos externos aplicados puedan ser diferenciados, analizados y tipificados. En este sentido, en este capítulo se identifican los mecanismos de falla predominantes ante distintas solicitaciones, y se cuantifican los efectos de las variables que afectan al proceso de fractura.

El estudio involucra un análisis experimental de la fractura de FE de diferentes matrices ante dos condiciones de carga bien diferenciadas como son las solicitaciones estáticas y dinámicas. A partir de los resultados de análisis fractográficos se determinan los modos de fractura predominantes para las microestructuras típicamente utilizadas en la industria.

Como resultados, se comprueba que la heterogeneidad del material, que incluye una dispersión de partículas esferoidales de grafito de decenas de micrones de diámetro, conduce a una fractura de características complejas bien diferenciadas de las de los aceros. A partir de la extensa base de datos experimentales generada, se construye un pequeño atlas fractográfico para las condiciones de ensayo analizadas.

3.2. Metodología experimental

3.2.1. Obtención y caracterización del material de partida

Dado el gran volumen de material necesario para llevar a cabo la primera etapa experimental de la tesis, se decidió realizar una colada industrial de 3000 Kg de fundición nodular en la empresa Megafund S.A, cuya planta de producción se encuentra ubicada en la Ruta 200 Km. 66 (Gral. Las Heras, provincia de Buenos Aires).

Siguiendo técnicas convencionales de fusión, nodulización, inoculación y colada en molde de arena, se obtuvieron bloques Y de FGE de 25mm según las especificaciones de la norma ASTM A897M. A modo de ejemplo, un bloque Y de 25 mm, un esquema del seccionamiento

de la zona útil (zona calibrada) y las dos zonas calibradas utilizadas para la obtención de las diversas muestras empleadas a lo largo de la tesis se esquematizan en la Figura 3.1 .



Figura 3.1. Bloque Y de 25mm colado en molde de arena. a) Bloque Y obtenido; b) Esquema del seccionamiento de la zona calibrada; c) Zona calibrada utilizada para el mecanizado de probetas.

La composición química se determinó empleando un espectrómetro de emisión óptica con excitación por chispa, marca Baird DV6. Para la caracterización as-cast, muestras metalográficas obtenidas a partir de las zonas calibradas del bloque "Y" se seccionaron e incluyeron en baquelita, para una mejor manipulación. Una vez incluidas, las superficies se desbastaron con lijas al agua desde granulometría 80 a 1000. Posteriormente, se pulieron a espejo con paño, utilizando como abrasivo una suspensión de partículas de alúmina. Se las lavó con alcohol isopropílico y se efectuó un ataque metalográfico utilizando nital al 2% como reactivo químico. Los microconstituyentes, el conteo nodular, nodularidad y tamaños de nódulos fueron determinados mediante la aplicación de los procedimientos detallados en la Norma ASTM A247 y posteriormente validados mediante la utilización de un microscopio óptico OLYMPUS PMG3 y un software de procesamiento digital de imágenes Image Pro-Plus, MediaCybernetics.

3.2.2. Tratamientos térmicos

Con el fin de homogenizar la microestructura de partida y mejorar las condiciones del mecanizado, se realizó un tratamiento térmico de recocido de ferritización en todas las zonas calibradas (previamente seccionadas de los bloques Y), consistente en un calentamiento a 920°C por 4 horas seguido de un enfriamiento lento en etapas. Posteriormente, con el objeto de obtener las microestructuras ausferríticas con dos grados diferentes de resistencia, se desarrollador nuevos ciclos de tratamientos térmicos (CTT). Una representación esquemática de los CTT se presenta en la Figura 3.2. El detalle completo de cada CTT se lista en la Tabla 3.1.



Figura 3.2. Representación esquemática de los ciclos de tratamientos térmicos. a) Ferritizado; b) Austemperado de alta temperatura; c) Austemperado de baja temperatura.

En todos los casos, se utilizó un horno eléctrico del tipo mufla con un controlador de temperaturas programable. Para la etapa de austemperado en las muestras ADI, se utilizó un horno para tratamientos isotérmicos a baja temperatura con una mezcla de sales de bajo punto de fusión (NaNO₂ y KNO3 en proporciones iguales) con controlador de temperatura electrónico. A su vez, se mecanizaron cilindros de 10mm de diámetro y 40mm de longitud para ser utilizados como testigos de los tratamientos térmicos, y se realizaron medidas de dureza sobre las piezas tratadas, con el fin de verificar los resultados del ciclo térmico programado y la consecuente microestructura deseada. Las medidas de dureza se realizaron empleando el método Brinell en un durómetro universal "Ibertest" modelo "DU-250" siguiendo la norma ASTM E10. Los valores reportados corresponden al promedio de al menos 3 mediciones. Es importante aclarar que el error en la medición de la temperatura durante el tratamiento térmico se encuentra directamente asociado al error de la termocupla utilizada, el cual (para el rango de temperaturas de trabajo) ronda en un 1% sobre el valor medido. A su vez, todos los tratamientos térmicos se realizaron con la misma mufla, termocupla y controlador, por lo que no existe una diferencia entre las temperaturas de los

tratamientos térmicos asociado a estos factores y consecuentemente, se asegura una repetitividad de los resultados en cuanto a tratamientos térmicos se refiere.

Matriz metálica requerida	Ciclo de tratamiento térmico						
Perlítica	Microestructura resultante "bruto de colada"						
Ferrítica	Austenizado a 920°C y mantenimiento por 4hs seguido de un						
	enfriamiento lento en etapas consistente de :						
	• Enfriamiento a 750°C y mantenimiento por 24hs						
	• Enfriamiento a 650°C y mantenimiento por 24hs						
	• Enfriamiento a temperatura ambiente dentro del horno.						
Ausferrítica (360)	Austenizado a 920°C y mantenimiento por 1h seguido de un						
	enfriamiento isotérmico a 360°C y mantenimiento durante 1,5hs						
Ausferrítica (280)	Austenizado a 900°C por 1h seguido de un enfriamiento isotérmico						
	a 280°C y mantenimiento durante 1,5hs						

Tabla 3.1. Microestructuras requeridas y los ciclos de tratamiento térmicos involucrados

3.2.3. Obtención de probetas y ensayos mecánicos

Como se indicó previamente en la Sección 3.1, el estudio requiere la rotura de probetas y la consecuente generación de superficies de fractura resultantes de diversas condiciones de ensayos. En consecuencia, se planificaron ensayos de impacto Charpy (solicitación de naturaleza dinámica) a diversas temperaturas, y ensayos de flexión en tres puntos con carga monótona creciente (solicitación de naturaleza cuasi-estática). Para ello, a partir de las zonas calibradas previamente seccionadas, se mecanizaron probetas Charpy entalladas en "V" y probetas SEN (B) siguiendo los lineamientos de las normas ASTM E23, ASTM A327M y ASTM E399 respectivamente. Un esquema del seccionamiento de los bloques Y de 25mm utilizados y las probetas resultantes luego del mecanizado se observa en la Figura 3.3.

Los ensayos de impacto se llevaron a cabo mediante un péndulo AMSLER 130/688 con una energía máxima de 300 J y una velocidad de impacto de 5 m/seg (ver Figura 3.4). Para evaluar el efecto de la temperatura sobre las superficies de fractura resultantes, se utilizaron cuatro temperaturas de ensayo abarcando un rango clásico de trabajo desde -20°C a 60°C. Los ensayos de flexión en tres puntos con carga cuasiestática se realizaron empleando una máquina universal de ensayos Mohr & Federhaff con una velocidad de desplazamiento del cabezal de 8.4x10⁻³ mm/seg (ver Figura 3.5). Durante el desarrollo de la tesis, la nomenclatura

para identificar las probetas luego de cada uno de los ensayos considerará la matriz metálica, la naturaleza de la carga empleada y la temperatura de ensayo utilizada (ver Figura 3.6).



Figura 3.3. Seccionamiento del bloque "Y" y obtención de probetas para ensayos mecánicos. a) Probeta para ensayo de impacto Charpy con entalla en v; b) Probetas para ensayo de flexión en 3 puntos SENB.



Figura 3.4. Péndulo AMSLER 130/688 con una energía máxima de 300 J. Detalles del montaje de probeta antes del ensayo.



Figura 3.5. Maquina universal de ensayos Mohr & Federhaff. Detalles del montaje de probeta antes del ensayo de flexión en tres puntos.



Figura 3.6. Representación esquemática de la convención utilizada para la nomenclatura de las probetas.

3.3. Resultados y discusión

3.3.1. Composición química y caracterización microestructural

La composición química resultante del análisis espectrométrico sobre la FGE utilizada se lista en la Tabla 3.2. La composición química resultó ligeramente hipoeutéctica y es estándar para este tipo de materiales, con pequeñas cantidades de Cu y Mn necesarias para conferir la austemperabilidad suficiente para los tratamientos de austemperado.

Los resultados de la caracterización de la microestructura en bruto de colada según los lineamientos de la norma ASTM A 24 se listan en la Tabla 3.3. La nodularidad resultó alta, siendo la colada óptima para este tipo de estudios.

Tabla 5.2. Composición química de la colada (% en peso)									
С	Si	Mn	S	Р	Mg	Cu	Ni	Cr	CE
3,32	2,36	0,31	0,012	0,016	0,033	0,62	0,025	0,058	4,10
Tabla 3.3. Caracterización de las muestras en Bruto de Colada (ASTM A247)									
Conteo nodular [nódulos/mm ²]] N	Nodularidad		Tamaño de nódulo		dulo	
100				>95%		6			

Tabla 3.2 Composición química de la colada (% en peso)

3.3.2. Tratamientos térmicos

Las microestructuras resultantes de los diversos ciclos de tratamientos térmicos se muestran en la Figura 3.7. Los valores de durezas obtenidos en cada una de las microestructuras se listan en la Tabla 3.4. Los datos concuerdan con lo reportado en la literatura específica para estas clases de FGE (AFS Handbook, 1992).





Figura 3.7. Microestructuras a magnificaciones de 100X y 200X respectivamente. a) Perlítica (As Cast); b) Ferrítica; c) ADI₂₈₀; d) ADI₃₆₀.

Tabla 3.4. Durezas resultantes en cada una de las microestructuras obtenidas

Identificación	F	Р	ADI ₃₆₀	ADI280	
Dureza Brinell	149	272	350	456	

3.3.3. Análisis de la superficie de fractura mediante SEM

En esta sección, se reportan los resultados del análisis fractográfico por medio del microscopio electrónico de barrido (SEM), se identifican los rasgos topográficos característicos en cada caso y se los relaciona con los modos de fractura predominantes.

3.3.3.1. Superficies de fractura resultantes de solicitaciones dinámicas-Impacto

La Figura 3.8 muestra las superficies de fractura generadas bajo condiciones de impacto a diferentes temperaturas sobre FGE ferrítica. A bajas temperaturas, (-20°C, ver Figura 3.8a) la superficie presenta facetas de clivaje con cauces de rio definidos y escasa deformación de las cavidades nodulares. Ambas características implican un modo de falla predominantemente frágil. A temperaturas de ensayo de 0°C (Figura 3.8b) las facetas de clivaje continúan dominando, pero las cavidades nodulares muestran mayor deformación. A temperatura ambiente (Figura 3.8c) una significativa fracción de la superficie de fractura presenta huecos dúctiles con gran deformación de las cavidades nodulares, mientras que la superficie restante muestra facetas de clivaje. A temperaturas de 60°C, Figura 3.8d, la superficie de fractura está dominada por mecanismos de fractura dúctiles y no se evidencian facetas de clivaje.

Al examinar la superficie con una mayor magnificación, ver Figura 3.9a, se observa que, incluso para los ensayos llevados a cabo a -20°C, las porciones de matriz que rodean inclusiones no metálicas presentan un cierto grado de deformación plástica. La Figura 3.9b muestra detalles de las facetas de clivaje presentes en la superficie de fractura originadas como resultado de la separación de planos atómicos. Se evidencian cauces de ríos de diferentes tamaños y morfología (Ipohorski et al., 1988; Anderson, 1995).

Las superficies de fractura resultantes de solicitaciones de impacto a diferentes temperaturas en FGE perlítica se muestran en la Figura 3.10. Una superficie de fractura frágil conformada por facetas de clivaje, cauces de los ríos definidos y fisuras entrantes a la superficie se evidencia a -20°C (ver Figura 3.10a). A medida que la temperatura de ensayo se incrementa, el modo de fractura predominante no cambia y sólo se observa una ligera disminución en el número de fisuras entrantes a la superficie. Incluso para las muestras ensayadas a 60°C, los contornos de las cavidades nodulares muestran poca o ninguna evidencia de deformación plástica (ver Figura 3.10d). Sólo se observan algunas regiones muy pequeñas de fractura dúctil, tanto a temperaturas altas como bajas, según se muestra en la Figura 3.11. En todas las condiciones evaluadas se observa una mezcla de facetas de clivaje y rasgos dispersos de deformación dúctil.



Figura 3.8. Superficie de fractura de FI. a)-20°C; b)0°C; c) 20°C; d) 60°C.



Figura 3.9. Superficie de fractura de FI-20.

Estos resultados evidencian las notables diferencias entre los mecanismos de fractura de la fundición ferrítica y perlítica, en concordancia con lo reportado por otros autores (Fierro V.E. et al., 2003; Hafiz M.F. et al, 2005; Toktaş et al., 2006.; Rajnovic et al., 2008). En esta instancia, resulta interesante analizar el trabajo de Hafiz et al, (2005), quienes reportaron los valores de la energía de fractura total absorbida (Et) durante los ensayos de impacto a temperatura ambiente (sobre probetas Charpy con entalla en V), así como la energía de iniciación de fractura (Ei) y la energía de propagación de la fractura (Ep). Encontraron que la energía de iniciación de fractura (Ei) no se ve afectada significativamente por la variación microestructural de ferrita a perlita pero, sin embargo, encontraron una gran dependencia de la energía de propagación de la fractura (Ep) con las fases constitutivas de la microestructura, incrementándose notablemente para los casos de microestructuras ferríticas. A su vez, determinaron que la energía de propagación para una FGE ferrítica resulta mayor a la energía de iniciación (72% aproximadamente) mientras que en las FGE perlíticas, la relación se invierte notablemente (15% aproximadamente). Estas diferencias soportan las observaciones en las superficies de fractura ya que, en FGE ferrítica, la energía total de fractura se disipa mayormente en la deformación plástica de la matriz, produciendo mecanismos de fractura dúctiles con deformación apreciable de la matriz metálica, particularmente en zonas internodulares y en los contornos de las cavidades nodulares (ver por ejemplo Figura 3.8c). La variación del modo predominante de fractura a bajas temperaturas tiene relación con la fragilidad (a temperaturas en torno al lower shelf) de la fase ferrita, conducente a una fractura frágil. Contrariamente, en el caso de las FGE perlíticas, la energía total de fractura se disipa mayormente al momento de la iniciación, por lo que el efecto de la temperatura en el camino preferencial de propagación no se observa y el modo predominante de fractura resulta en clivaje para todas las condiciones evaluadas.



Figura 3.10. Superficies de fractura de PI. a) -20°C; b) 0°C; c) 20°C; d) 60°C.



Figura 3.11. Superficies de fractura de PI. Altos aumentos. a) -20°C; b) 60°C.

Para el caso de las superficies de fractura resultantes ADI360I-20 (ver Figura 3.12a), el modo de fractura predominante es frágil, con facetas de clivaje y escasas zonas con presencia de deformación plástica. Se observa que las facetas de clivaje son más pequeñas que las que se encuentran tanto en la FGE ferrítica (ver Figura 3.9b) como en la perlítica (ver Figura 3.10). En este sentido, los resultados reportados por Fan et al, (1994) y Dai et al., (2002) permiten asociar estos menores tamaños de facetas de clivaje con la tendencia de la fisura a propagar en la matriz del ADI a lo largo de la interface ferrita-austenita, cuya distribución y morfología son de tamaños más pequeños que las láminas de perlita y los granos de ferrita. A su vez, en la Figura 3.12b, se observa algunas zonas dúctiles dispersas y contornos de cavidades nodulares deformados, evidenciando un mecanismo de fractura predominante de cuasi-clivaje. A medida que la temperatura de ensayo se incrementa, los contornos de las cavidades nodulares presentan una mayor deformación plástica, al igual que los contornos de las inclusiones, los cuales se concentran principalmente en las últimas zonas en solidificar de la matriz. Con un incremento de la temperatura aún mayor, el crecimiento y coalescencia de los contornos de las cavidades nodulares, inclusiones y eventualmente microhuecos nucleados se hacen más evidentes y en consecuencia, el mecanismo de fractura predominante cambia de cuasi-clivaje a dúctil, con presencia de facetas de cuasi-clivaje en pequeñas zonas aisladas de la superficie de fractura (ver Figura 3.12d).



Figura 3.12. Superficies de fractura de ADI₃₆₀I. a) -20°C; b) 0°C; c) 20°C; d) 60°C.

En la Figura 3.13a, se observa en detalle las facetas de cuasi-clivaje presentes en la muestra ADI360I-20. Se evidencian facetas cuyos rasgos son característicos del modo de fractura de cuasi-clivaje. En este punto, es de destacar que, tal como se observa en la Figura 3.9b, cuando el modo de fractura característico es el clivaje, no se observan estos bordes de desgarramiento entre los cauces de ríos generados en el proceso de fractura. Según lo reportado por Ipohorski et al., (1988), el motivo de esta diferencia radica en que en el proceso de rotura por cuasi-clivaje, la fractura se origina dentro de las facetas, existiendo entonces una diferencia con el mecanismo de clivaje, en el cual la separación de planos se origina en los bordes de los mismos. Por su parte, en las Figuras 3.13 b y c, se observa la deformación plástica de los contornos de las cavidades nodulares e inclusiones, justo con los microhuecos generados durante el proceso de fractura. Estos resultados concuerdan con lo reportado por Fierro et al., (2003) y Rajnovic et al., (2008) quienes realizaron un estudio fractográfico en ADI en el rango de la transición dúctil-frágil. En función de sus aportes y las observaciones experimentales, el comportamiento en fractura de las ADI ante solicitaciones de impacto a diferentes temperaturas puede explicarse de la siguiente manera; a temperaturas por encima de la transición (upper shelf), la zona plástica en el frente de la fisura resulta grande y ampliamente extendida, debido a que la ferrita y austenita son dúctiles, lo cual conduce a un modo de fractura predominantemente dúctil (Sidjanin et al., 1994)(ver Figura 3.12d y Figura 3.14d). En la región de temperaturas de transición, la ferrita se vuelve frágil, mientras que la austenita mantiene su ductilidad. La zona plástica en el frente de la fisura se ve reducida por la ferrita frágil, pero con posibilidad de extenderse sobre la austenita. En este caso, un modo predominante de fractura mixto está presente (ver Figura 3.12b, c y Figura 3.14b, c). A temperaturas por debajo de la transición (lower shelf), tanto la ferrita como austenita son frágiles y consecuentemente un mecanismo predominante cuasi-clivaje domina la fractura (ver Figura 3.13a y Figura 3.15a). El comportamiento descripto anteriormente permite interpretar las pequeñas diferencias observadas en las superficies de fractura de las muestras ADI360 con las del grado de mayor resistencia ADI280 (ver Figura 3.14), las cuales al tener una temperatura de austemperado menor, y perteneciendo a la misma colada, poseen una levemente menor cantidad de austenita retenida. En concordancia con esto, Riabov et al., (2002) reportaron que los valores de tenacidad de impacto de todos los grados de ADI disminuyeron con la reducción de la temperatura de ensayo y con la reducción del contenido de austenita retenida.


Figura 3.13. Superficie de fractura de ADI₃₆₀I. a) Facetas de cuasiclivaje, -20°C; b) Deformación en cavidades nodulares, 60°C; c) Deformación en cavidades de inclusiones y microhuecos, 60°C.



Figura 3.14. Superficie de fractura de ADI₂₈₀. a) -20°C; b) 0°C; c) 20°C; d) 60°C.



Figura 3.15. Detalle de los microhuecos en la superficie de fractura de ADI₂₈₀. a) -20°C; b) 60°C.

Por otro lado, en la Figura 3.16, se observan las macrografías de las superficies de fractura de las distintas muestras, fracturadas bajo cargas de impacto a diferentes temperaturas. Se debe notar que, para el caso de la FGE ferrítica, la energía requerida para la fractura aumenta tres veces al elevar la temperatura desde -20 hasta 60°C. Asimismo, el brillo de las superficies cambia notablemente, lo que refleja los cambios drásticos en el mecanismo de fractura microscópico detallado anteriormente. Para las demás microestructuras, este aumento se reduce a 2, 1,3 y 1,3 para las ADI360, ADI280 y P respectivamente. Sin embargo, solo se evidencian pequeños cambios en el grado de deformación plástica macroscópica. Estos incrementos de la energía resultan aún más marcados y evidentes en ensayos de impacto sobre muestras sin entalla (ver Figura 3.17). Aún para estos casos, el grado de deformación plástica macroscópico sigue siendo pequeño, lo cual indirectamente hace notar el complejo proceso de fractura y las diversas interacciones entre los parámetros microestructurales en juego. A su vez, tal como se mencionó anteriormente, los valores reportados para los ADI280 (de mayor resistencia) son menores a los de las ADI360 en todos los casos.



Figura 3.16. Macrografías de la superficies de fractura resultantes de los ensayos de impacto a distintas temperaturas sobre probetas Charpy con entalla en V. a) FGE ferrítica; b) FGE perlítica; c) ADI₃₆₀; d) ADI₂₈₀.



Figura 3.17. Curva resultante de los ensayos de impacto a distinta temperatura sobre diferentes microestructuras. a) Probetas Charpy sin entalla; b) Probetas Charpy con entalla en V.

3.3.3.2. Superficies de fractura resultantes de solicitaciones cuasiestática

La Figura 3.18 muestra la superficie de la muestra FFIx. Se evidencia un modo de fractura totalmente dúctil, con contornos de las cavidades nodulares e inclusiones altamente deformadas y sin presencia de facetas de clivaje en la superficie. Se observan notables diferencias al comparar las superficies de fractura resultantes de ensayos con cargas dinámicas a temperatura ambiente (muestra FI20) y cargas cuasi-estáticas (muestra FFlex.). Luego del ensayo cuasi-estático, la superficie de fractura muestra una topografía de mayor rugosidad y una densidad nodular aparente mucho mayor a la superficie de fractura resultante del ensayo de impacto, en donde se pueden observar algunas facetas dispersas de clivaje (ver Figura 3.19). Siendo ambas muestras pertenecientes a la misma colada y presentando la misma caracterización "as-cast", es decir, con nodularidades, tamaños de nódulos y particularmente conteo nodulares similares, esta aparentemente mayor densidad nodular se justifica principalmente por dos características distintivas:

- En primer lugar, se produce una mayor deformación de las cavidades nodulares debido a la deformación plástica que tiene lugar cuando la carga es lenta y monotónica creciente.
- En segundo lugar, durante la propagación de la fisura se produce una gran deformación plástica en la matriz metálica de las regiones internodulares, descohesión de la interface matriz nódulo y un posterior fenómeno de "acuellamiento". Consecuentemente, se produce un camino de propagación de la fisura principal internodular de características más rugosas.



Figura 3.18. Superficies de fractura de FFlx.



Figura 3.19. Superficies de fractura resultantes de solicitaciones dinámicas y cuasi-estáticas a temperatura ambiente. a) FI20; b) Fflx.

En la Figura 3.20, se muestran las superficies de fracturas de ensayos de flexión con cargas cuasi-estáticas sobre FGE perlíticas. Al igual que en impacto, (ver Figura 3.10) las facetas de clivaje dominan la superficie de fractura y se identifica deformación plástica de la matriz metálica tanto en los escalones de clivaje como en otras zonas de la superficie de fractura (ver

Figura 3.21). Consecuentemente, el modo predominante de fractura es frágil, con facetas de clivaje y cauces de ríos definidos en toda la superficie, sin mayores cambios evidentes respecto de la naturaleza de la carga aplicada.



Figura 3.20. Superficies de fractura de PFlx. Diferentes aumentos.



Figura 3.21. Superficies de fractura de PFlx. Evidencia de deformación plástica en un escalón de clivaje.

En la Figura 3.22 y Figura 3.23 se observan las superficies de fractura de las muestras ADI₃₆₀Flx y ADI₂₈₀Flx respectivamente. Del mismo modo que lo reportado para las superficies de fractura de las muestras ADI₃₆₀I, se observa una apreciable deformación plástica de los contornos de las cavidades nodulares e inclusiones y algunas zonas aisladas evidenciando facetas de cuasi-clivaje (ver Figura 3.22b). En la Figura 3.22c, se observa el detalle de las regiones de cuasi-clivaje indicadas por el recuadro punteado de la Figura 3.22b. La deformación de los contornos de inclusiones se observa en mayor detalle en la Figura 3.22d, donde también se identifican algunas inclusiones contenidas en sus cavidades por medio de flechas blancas, lo cual evidencia la microplasticidad asociada al modo de fractura. Similares resultados fueron reportados por Kilicli et al., (2010) y Martínez, (2010).



Figura 3.22. Superficies de fractura de la muestra ADI360Flx. Diferentes magnificaciones.

Al observar la superficie de fractura en $ADI_{280}Flx$, se identifica el mismo modo de fractura predominante de cuasi-clivaje (ver Figura 3.23). Comparativamente con el grado de menor resistencia (ADI_{360}), se evidencia similar deformación plástica en el contorno de las cavidades nodulares pero, en este caso, las facetas de cuasi-clivaje aparecen mucho más dispersas, y en mayores cantidades, tal como se evidencia de comparar la Figura 3.22b con la Figura 3.23b. A su vez, al igual que lo reportado en la comparación FI20 con FFlx, cuando se observan las superficies de fractura a altos aumentos (ver Figura 3.24), la nodularidad aparente para el caso de las muestras $ADI_{280}Flx$, es menor que las muestras $ADI_{360}Flx$. Estas diferencias concuerdan con sus mayores valores de resistencia mecánica y menor ductilidad (AFS Ductile Iron Handbook, 1992).



Figura 3.23. Superficies de fractura de la muestra ADI280Flx. Diferentes magnificaciones.



Figura 3.24. Superficies de fractura resultantes de solicitaciones cuasi-estáticas de flexión. a) ADI₃₆₀; b) ADI280.

3.4. Conclusiones

Los trabajos desarrollados permitieron evaluar, en un modo secuencial y exhaustivo, las superficies de fractura resultantes de solicitaciones dinámicas y cuasi-estáticas sobre FGE de matrices típicamente utilizadas en la industria como lo son las FGE ferríticas, perlíticas (condición as-cast) y ADI con dos grados diferentes de resistencia. Del análisis resulta:

- En todas las matrices investigadas las superficies de fractura presentan distintos grados de micromecanismos frágiles o dúctiles, dependiendo de las solicitaciones externas, temperatura y la propia ductilidad de la matriz. La evolución desde la fractura dúctil a la frágil está siempre ligada a una mayor participación del mecanismo de clivaje. Sin embargo, esta transición se verifica bajo distintas condiciones externas para cada tipo de matriz, lo que hace que la predicción del comportamiento de una pieza de FGE ante un set de solicitaciones resulta difícil de predecir.
- Se genera un atlas fractográfico (ver ANEXO A). En el desarrollo del mismo, se utilizan los resultados de las fractografías SEM para cada condición evaluada, junto con las correspondientes micrografías ópticas de los perfiles de fractura, las cuales se presentarán en el siguiente capítulo.

4.1. Introducción

Los resultados del Capítulo III mostraron que el modo de falla predominante sufre cambios en función de las características microestructurales, condiciones de carga y temperaturas de ensayo que conducen a la fractura de FGE. Sin embargo, surge en esta instancia la necesidad de analizar en mayor detalle los rasgos topográficos característicos evidenciados con el objetivo de caracterizar cuantitativamente la superficie de fractura. El análisis se divide en dos etapas:

En una primera etapa se realizan mediciones y comparaciones con el objetivo de establecer la relación entre los rasgos topográficos característicos de las superficies de fractura, resultantes de las diversas combinaciones microestructura/ condición de ensayo, con la dirección de propagación de la fisura principal a nivel macroscópico. Se plantea como hipótesis la utilización de la deformación de los contornos de las cavidades nodulares para los modos de falla predominantemente dúctiles, y la composición de las direcciones locales de los cauces de ríos generados por la unión de las facetas de clivaje, cuando el modo predominante de falla es frágil, consistente de facetas de clivaje y cauces de ríos definidos.

En una segunda etapa se caracteriza la rugosidad de la superficie de fractura mediante la evaluación de los perfiles de fractura obtenidos a partir de las superficies de fractura en las diversas condiciones de ensayo y para las distintas microestructuras. Se detallan las metodologías para determinar cada parámetro utilizado y se reportan los principales resultados.

4.2. Relación entre los rasgos topográficos y la dirección de propagación

4.2.1. Hipótesis de partida

Como bases de las metodologías que se plantearán en esta sección, se postulan las siguientes hipótesis:

• Como se mencionó en la Sección 2.2.1, la literatura reporta que los cauces de ríos convergen en una sola fisura siguiendo la dirección de propagación local de la fisura.

Por lo tanto, se asume como hipótesis que la dirección de propagación de los cauces de río guarda relación con la dirección de propagación macroscópica de la fisura principal.

- En reiteradas oportunidades se mencionó el rol distintivo que tiene el nódulo de grafito en el proceso de fractura y se evidenció que su presencia conlleva a superficies de fractura de características muy distintas respecto de los aceros. Como se reportó en la Sección 3.3.3, durante la propagación de la fisura se produce una gran deformación plástica en la matriz metálica de las regiones internodulares, descohesión de la interface matriz-nódulo y un posterior fenómeno de "acuellamiento", más evidente cuando la fractura resulta de solicitaciones cuasi-estáticas. Consecuentemente, se produce un camino de propagación de la fisura principal internodular de características más rugosas. En virtud de esto, en los casos que se evidenció deformación del contorno de las cavidades nodulares, se asume como hipótesis de partida que la determinación y orientación, permite estimar la dirección de propagación principal de la fisura a través del tratamiento estadístico de los datos. Bajo estas condiciones, se consideran las cavidades nodulares cuyas orientaciones se mantienen entorno al plano de la superficie de fractura y se desprecia el efecto del cambio de orientación debido a la rugosidad superficial.
- En ambos casos, las fractografías SEM se obtuvieron manteniendo la misma orientación. Por lo tanto, se asume que la dirección de propagación principal de la fisura es concordante con una dirección de propagación en el plano de la entalla. A su vez, a efectos de evitar las condiciones de contorno y los cambios morfológicos debidos a los diversos cambios en los estados tensionales durante el proceso de fractura, se analizaron las zonas centrales de las superficies (ver Figura 4.1).



Figura 4.1. Representación esquemática de la metodología de análisis para evaluar la dirección de propagación principal de la fisura.

4.2.2. Metodología de análisis y resultados

4.2.2.1. Dirección de propagación de fisuras para el modo de fractura frágil

Bajo la hipótesis detallada en la Sección 4.2.1, la metodología empleada consistió en identificar la dirección de propagación local de la fisura en cada faceta de clivaje por medio de la observación de las direcciones de los cauces de ríos, y referirla a la dirección principal de propagación de fisura, la cual se preestableció en los ensayos. Se aplicaron dos metodologías diferentes de análisis. En ambos casos la dirección principal de propagación de la fisura se fijó en 0°.

Metodología 1

Se identificó un vector de propagación local en el punto en el cual dos cauces de río convergen, caracterizado por el ángulo formado con respecto a la dirección principal de propagación de la fisura (ver Figura 4.2). Los numerosos vectores locales se promediaron, y la dirección resultante se comparó con la dirección principal de propagación de la fisura a nivel macroscópico.



Figura 4.2. Metodología utilizada para definir el vector de propagación local sobre la superficie de fractura en clivaje.

En la Figura 4.3, se esquematiza el análisis para una fractografía SEM correspondiente a una FGE perlítica fracturada en el ensayo de impacto a 60°C. En la Tabla 4.1, se reportan los resultados del análisis estadístico de los datos. En todos los casos, la media (X) del conjunto de datos se mantuvo entre -10° a 10° y el valor de la moda de la distribución (Mo) en 0°. Estos resultados no sólo muestran que el promedio de los vectores locales de propagación revela la dirección de propagación predominante, sino también, en el análisis local, se observa con mayor frecuencia relativa en esta dirección. Para una mejor interpretación del conjunto de datos, en la Figura 4.4 se representan gráficamente los histogramas de frecuencias relativas de observación. Las direcciones locales se agruparon en 20 intervalos que van desde -180° a 180°, en concordancia con el sistema de referencia utilizado en la presente metodología (ver Figura 4.2).



Figura 4.3. Análisis cuantitativo de la imagen SEM de la superficie de fractura, a través del software de procesamiento digital de imágenes Image Pro-Plus. FGE perlítica ensayada a impacto a 60°C.



Tabla 4.1. Resultado del análisis estadístico de los datos

Figura 4.4. Histogramas generados a partir del conjunto de datos. FGE perlítica; a) PI-20; b) PI60; c) PFlx; d) FI-20.

Metodología 2

En este método, los vectores de propagación local se midieron siguiendo los lineamientos de la metodología 1, pero en este caso, los mismos se agruparon en función de la faceta de clivaje asociada. El vector resultante para cada faceta se identificó con el nombre de "vector de clivaje" (VI) y se le dio un módulo cuya magnitud resulta proporcional al tamaño de la zona de clivaje que caracteriza (|vi| = Ai). Posteriormente, se calculó un "vector principal"

(Mi) como la resultante de la sumatoria de los vectores de clivaje y su dirección se caracterizó por el ángulo definido entre Mi y la dirección principal de propagación de la fisura, llamada $_{\beta}$ (ver Figura 4.5). La Figura 4.6a, b y c esquematizan los Vi calculados para diferentes facetas de clivaje asociadas (flechas blancas), en una superficies de fractura resultantes de las muestras PI-20, PI60 y PFlx respectivamente. En la Tabla 4.3., se reportan los valores de la dirección principal de Mi. Los valores de $_{\beta}$ resultan del promedio de las mediciones en cinco campos de observación a 300X, para cada uno de las condiciones de ensayo.



Figura 4.5. Metodología para obtener el "vector principal" (Mi) desde la composición de cada vector local (Vi).



Figura 4.6. Análisis del vector faceta en cada superficie de fractura. a) PI-20; b) PI60; c) PFlx.

	PI-20	PI60	PFlx	FI-20
β [⁰]	-5	4	-8	9

Tabla 4.2. Resultados de la metodología 2.

Los resultados de la Tabla 4.2 indican que la mayor diferencia entre el vector principal y la dirección principal de propagación de la fisura a nivel macroscópico es de 8° para el ensayo

de flexión. Este resultado concuerda con los valores reportados en la metodología 1 y en consecuencia, ambas se pueden utilizar para identificar con muy buena precisión la dirección principal de propagación de la fisura.

4.2.2.2. Dirección de propagación de fisuras para el modo de fractura dúctil

Cuando la fractura dúctil es el modo de falla predominante, el método se basó en la medición de la deformación plástica de la matriz metálica que rodea a los nódulos de grafito y se aplicó en las zonas centrales de las muestras utilizadas. Para cada nódulo presente en la superficie de fractura se definió una elipse, con el mejor ajuste posible al contorno de la cavidad nodular deformada. Luego, se midieron las longitudes de proyecciones de la elipse sobre las direcciones paralela (Y) y perpendicular (X) a la dirección principal de propagación de la fisura, como se ilustra en la Figura 4.7. A su vez, se midió el ángulo formado entre el eje mayor de la elipse y la dirección principal de propagación de la fisura a nivel macroscópico (α). La metodología exige tiempo y cuidado. En la Tabla 4.3, se presentan los resultados de las mediciones de la relación Y/X y el ángulo α . Los valores surgen del promedio de al menos cuatro campos de observación a 100X. Los resultados se agruparon en función del valor de la proporción Y/X. Se observa que la mayor proporción de las cavidades nodulares tienden a deformarse predominantemente en la dirección del eje Y, correspondiente a la dirección principal de propagación de las cavidades nodulares tienden a



Figura 4.7. Metodología utilizada para medir el parámetro que caracteriza la deformación del contorno de la cavidad nodular cuando el modo de fractura es predominantemente dúctil.

Marzo 2015

Muestra	Deformación en eje Y [%]	Deformación equiaxial [%]	Deformación en eje X [%]	Contornos analizados	Angulo (β)
FI60	66	23	10	254	$2{,}70\pm0{,}18^{\mathrm{o}}$
Fflx	77	15	8	135	$0,80\pm0,14^{\circ}$
ADI360I-20	72	6	23	74	$1,90\pm0,28^{\circ}$
ADI360I60	68	7	24	111	$2,20\pm0,30^{\circ}$
ADI ₃₆₀ Flx	78	11	12	161	$9{,}00\pm0{,}20^{\rm o}$

Tabla 4.3. Deformación del contorno de la cavidad nodular.

Para una mejor interpretación del conjunto de datos, se grafican histogramas y funciones de la frecuencia relativa acumulada de la relación Y/X. Los resultados muestran que para la FGE ferrítica bajo de la condición de impacto a 60°C, el 66% de las cavidades nodulares analizadas tienen una relación Y/X>1, mientras que para el caso de flexión, este valor se incrementa a 77%. Para las dos clases de ADI, en todas las condiciones de ensayo, la relación Y/X>1 para al menos el 68% del conjunto de datos. Se observa que la fracción de los contornos nodulares que presentan una mayor deformación a lo largo del eje Y aumenta a medida que la temperatura de ensayo en impacto se incrementa, lo mismo ocurre al comparar con el ensayo cuasi-estático. A modo de ejemplo, en la Figura 4.8 se grafican los histogramas y la función de frecuencia relativa acumulada resultantes del análisis sobre las muestras de FGE de matriz ferrítica.

Por otro lado, los valores medios de $_{\beta}$ muestran una desviación máxima respecto del eje Y (referencia) de 9,00 ± 0,20°, el cual corresponde a la muestra ADI360I-20. En la Figura 4.9, se esquematiza los valores de $_{\beta}$ para cada condición evaluada. Teniendo en cuenta que el eje de referencia se establece a lo largo de la dirección principal de propagación de la fisura macroscópica, se puede concluir que este método permite identificar la dirección principal de propagación con buena aproximación. Es interesante remarcar que este último resultado es independiente del eje de referencia escogido, lo que resulta necesario en el análisis de superficies de fractura cuya dirección de propagación de fisura es de origen desconocido.



Figura 4.8. Datos resultantes de la medición experimental de Y/X sobre FGE ferrítica. a) FI60; b) FFlx.



Figura 4.9. Representación gráfica de la medida experimental del ángulo _β

4.3. Análisis cualitativo y cuantitativo de los perfiles de fractura

En esta sección, se realiza una detallada caracterización de los perfiles de fractura con dos fines específicos:

- Analizar la rugosidad de la superficie de fractura y los cambios en la misma en función de la naturaleza de la carga aplicada y las condiciones microestruturales.
- Obtener una sólida base de datos experimentales de los perfiles de fractura, que permitan validar futuros modelos computacionales.

4.3.1. Metodología de procesamiento y análisis de datos

Cada muestra fracturada se seccionó a lo largo de un plano perpendicular a la entalla utilizando un disco de corte metalográfico bajo condiciones cuidadosas a fin de minimizar la deformación plástica. Luego, las muestras fueron incluidas en baquelita. La primer etapa de desbaste involucró un desbaste manual de aproximadamente 800µm para eliminar cualquier volumen de metal que pudiera haber sido afectado por el proceso de corte. Luego de realizada la primera observación metalográfica, se procedió a realizar un nuevo desbaste con el fin de observar nuevos perfiles de propagación correspondientes a un plano distinto. Así se obtuvieron cinco secciones sucesivas, empleando tiempos de desbaste más cortos, con el objetivo de eliminar una capa de 500µm aproximadamente. Estas secciones se distribuyeron de manera uniforme desde la línea central.

El análisis de la rugosidad superficial se llevó a cabo mediante el uso de parámetros de rugosidad definidos a partir de los perfiles de fractura mediante el criterio de Underwood et al., (1987), quienes establecieron la ecuación estereológica a partir del cual se puede determinar la magnitud de la superficie real de fractura, considerando el grado de rugosidad (Rs), siendo

$$Rs = \left(\frac{4}{\pi}\right)(Rl - 1) + 1 = \left(\frac{St}{SA}\right)$$
(4.1)

donde St representa el área real de la superficie de fractura y SA la superficie proyectada. A su vez,

$$Rl(mm/mm) = {Lt \choose L'}$$
(4.2)

siendo Lt la medida de la longitud real del perfil de la fractura y L'la longitud proyectada.

A partir de la medición de Lt y L 'en los perfiles de fractura, se calcularon los valores de RL y RS, en cada caso, utilizando la expresión (4.1) y (4.2) respectivamente. Rs se calcula como la relación entre el área real de superficie de fractura (St) y la unidad de superficie proyectada (SA). Considerando a SA como una unidad de superficie proyectada, (SA=1mm), y teniendo en cuenta que SA<St, podemos asumir que el parámetro adimensional Rs siempre va a ser mayor que 1 y representa una medida de la rugosidad superficial (4.1). A su vez, también se define el parámetro Ry tal que:

$$Ry(mm/mm) = \left(\frac{Ymax}{Ymin}\right)$$
(4.3)

donde Y_{max} e Y_{min} representan la altura del pico más alto y valle más profundo del perfil de fractura.

Estos parámetros de rugosidad también fueron utilizados por otros autores tanto para caracterizar la superficie de fractura como para comparar el comportamiento mecánico bajo variadas condiciones de ensayo tanto en aleaciones metálicas (Pokluda, et al., 2004; Drar et al., 2006; Dlouhý et al., 2008) como en materiales compuestos (Ficker et al., 2010). Dado a que el número de mediciones de las variables consideradas en el análisis es pequeño, los datos estadísticos se ajustaron según la distribución t de Student, considerando un intervalo de confianza de, 95% (Box et al., 2005).

En todos los casos, las medidas conducentes a determinar los parámetros de rugosidad se realizaron a lo largo de la zona de propagación estable de la fisura o en la zona central de la misma. En la Figura 4.10, se observa una representación esquemática de los parámetros utilizados para caracterizar la rugosidad de los perfiles y de la metodología para definir los sucesivos niveles de observación.



Figura 4.10. Metodología de observación de la superficie de fractura.

Para la cuantificación numérica de los parámetros de rugosidad superficial, se utilizó el software Image Pro-Plus. Los resultados se obtuvieron del promedio de veinte campos de observación en cinco niveles sucesivos.

4.3.2. Resultados

En la Figura 4.11, se observan los valores del parámetro Rs representativo de cada perfil de fractura. Para los ensayos de impacto y flexión en tres puntos sobre FGE ferrítica y ADI, se evidencia un leve incremento de Rs a medida que los mecanismos de deformación plástica tuvieron mayor participación en el modo predominante de falla, siendo más evidente en el caso de los perfiles de fractura con matrices ferríticas (Figura 4.12). Para esta microestructura en particular (ver Sección 3-3.3), el modo predominante de falla tiende a cambiar pasando de frágil a dúctil a medida que la temperatura se incrementa. Se observa una marcada diferencia con la velocidad de aplicación de la carga, donde los mecanismos de nucleación, crecimiento y coalescencia de microhuecos, junto con deformación de las cavidades nodulares, tienden a ser el principal modo de falla cuando se aplican las cargas de manera cuasi-estática a temperatura ambiente (Martínez, 2010; Fernandino & Boeri, 2014). En las demás microestructuras evaluadas, las diferencias se hacen menos notorias y por lo tanto, los valores de Rs reportados no permiten establecer claras tendencias. Esta característica se asocia principalmente al mecanismo de fractura resultantes de los ensayos de impacto y flexión en tres



puntos sobre FGE perlítica. Las mismas no presentaron cambios significativos en el mecanismo de fractura predominante, siendo clivaje en todas las condiciones evaluadas.

Figura 4.11. Parámetro Rs resultantes de los perfiles de fractura de FGE. a) Ferrítica; b) Perlítica; c) ADI₃₆₀; d) ADI₂₈₀.



Figura 4.12. Perfiles de fractura. FGE ferrítica. a) FI-20; b) FFlx.



Figura 4.13. Superficies y perfiles de fractura resultantes de los ensayos de impacto y flexión en tres puntos. FGE perlítica. a) PI-20; b) PI60; c) PFlx.

Por otro lado, en la Figura 4.14 se observa los valores del parámetro Ry en cada uno de los perfiles de fractura evaluados.



Figura 4.14. Parámetro Ry resultantes de los perfiles de fractura de FGE. a) Ferrítica; b) Perlítica; c) ADI₃₆₀; d) ADI₂₈₀.

Los resultados para los casos de FGE ferrítica y los dos grados de ADI resultan esperables de acuerdo a los valores Rs, es decir, a medida que los mecanismos de deformación plástica aparecieron en mayor medida, el valor del parámetro Ry presenta leves incrementos. Para el caso de FGE perlítica, se observaran claras diferencias entre las dos solicitaciones. Los

perfiles de fractura resultantes de flexión tuvieron valores Ry iguales a 178µm aproximadamente, mientras que en el ensayo de impacto, Ry fue próximo a 135µm aproximadamente. Las micrografías más representativas de los perfiles de fractura, resultantes de las diversas condiciones de ensayo en las microestructuras evaluadas, se observan en la Figura 4.15.



Figura 4.15. Perfiles de fractura resultantes para las diferentes condiciones de ensayo (100x). a) Ferrítica; b) Perlítica; c) ADI₃₆₀; d) ADI₂₈₀.

4.4. Conclusiones

Los resultados reportados en el capítulo permitieron desarrollar metodologías de análisis fractográfico específicas, aplicadas a diversas condiciones microestructurales fracturadas bajo solicitaciones diversas. Las principales conclusiones se enumeran a continuación:

- Se proponen metodologías complejas para la determinación de la dirección principal de propagación de la fisura de origen desconocido, a través de observaciones fractográficas y post-procesamiento de las imágenes SEM. Para las superficies de fractura que presentan modos de fractura frágil consistentes de facetas de clivaje con cauces de río definidos, el método propuesto se basa en un análisis cuidadoso de los cauces de río a lo largo de los planos de clivaje. En las superficies de fractura cuyo modo predominante es dúctil, el método se basa en la medición de la deformación plástica de la matriz metálica que rodea a los nódulos de grafito. No se reporta en la literatura específica análisis fractográfico de estas características, particularmente en FGE.
- La rugosidad de la superficie de fractura medida haciendo uso de los parámetros establecidos en la literatura presenta pequeñas variaciones entre las distintas matrices y condiciones de ensayos. No se obtuvo una clara tendencia que permita establecer resultados concretos respecto de la variación de la rugosidad en cada situación evaluada. Sin embargo, para FGE perlítica, se observa que la relación entre la altura del pico más alto y el valle más profundo del perfil de fractura resulta dependiente de la naturaleza de la carga aplicada, sin mayores variaciones respecto de la temperatura en el ensayo de impacto. Estas diferencias no son evidenciadas de la simple observación SEM, por lo que esta relación resulta potencialmente útil en un análisis fractográfico de origen desconocido.
- Por último, se genera una significativa base de datos fractográfico de los perfiles de fractura, los cuales son potencialmente útiles para evaluar, comparar y/o validar modelos computacionales que consideren daño microestructural. Particularmente, en el Capítulo VII, se utilizarán los perfiles de fractura resultantes de FGE ferríticas solicitadas en forma cuasiestática, tanto para evaluar la participación de los nódulos de grafito en la etapa inicial del proceso de fractura, como también para comparar los resultados numéricos con los experimentales en la escala microestructural.

Caracterización geométrica, topológica y mecánica de FGE ferrítica

5.1. Introducción

Durante el desarrollo de las actividades propuestas en los capítulos III Y IV, se realizaron estudios sistemáticos de la fractura de FGE con distintas microestructuras, solicitadas a diversas condiciones de carga y se han identificado los modos de fractura característicos para diversas combinaciones de microestructuras-solicitaciones. Se evaluaron también los cambios en la rugosidad de la superficie de fractura mediante análisis cuantitativos y cualitativos de los perfiles de fractura y se han correlacionado los rasgos topográficos característicos del modo de fractura predominante con la dirección de propagación de la fisura principal durante el proceso de fractura. Sin embargo, la literatura reporta variaciones en las propiedades mecánicas en función del tamaño, morfología y distribución del grafito, como así también de las fases presentes en la microestructura, posiblemente conducentes a mecanismos de fractura bien diferenciados (AFS Handbook, 1992; Bermont et al., 2002; Fierro et al., 2003; Hafiz et al., 2005; Toktaş et al., 2006). En consecuencia, la extensión de los resultados reportados en los capítulos III y IV a FGE que presenten diferentes distribuciones y geometrías de los nódulos de grafito, como así también otras heterogeneidades microestructurales, no es inmediata. Si se quisiera identificar cuantitativamente el efecto de las diversas variables microestructurales sería necesario llevar adelante un muy extenso programa experimental que excedería los alcances de este trabajo de tesis. Por lo tanto, surge en esta instancia la necesidad de incorporar herramientas de la mecánica computacional al estudio en curso, procurando establecer relaciones que permitan identificar el efecto de las interacciones entre los diferentes micro-constituyentes y el proceso de fractura y validarlos con los datos experimentales, para de esta forma contribuir a la formulación de hipótesis que expliquen los distintos mecanismos de falla actuantes.

En este contexto, resulta lógico y necesario comenzar los estudios sobre una sola configuración microestructural. Por consiguiente, de aquí en adelante, se estudiará el comportamiento de FGE de matriz ferrítica. Resulta entonces necesario caracterizar en forma detallada la FGE ferrítica, tanto en lo que respecta a las características morfológicas y metalúrgicas de las fases presentes como así también a las propiedades mecánicas asociadas.

La caracterización de la microestructura de la FGE necesita de datos geométricos y constitutivos del comportamiento del material. La descripción geométrica es típicamente dada en términos de fracción volumétrica de grafito, nodularidad (como medida de la esfericidad de los nódulos) y conteo nodular (el número de nódulos por unidad de área). En general, mayores conteos nodulares promueven mejores propiedades mecánicas (AFS Handbook, 1992). En lo que respecta a los datos del comportamiento constitutivo del material, la suposición habitual en FGE es suponer la existencia de una matriz homogénea (Bonora et al., 2005; Ghosh et al., 1995; Carazo et al., 2014; Hollister et al., 1994; Hashin et al., 1983; Ortiz et al., 2001a; Basso et al., 2009; Kosteski et al., 2011; Ortiz et al., 2001b). Sin embargo, como se reportó en la Sección 2.1.4, la evidencia experimental muestra que la matriz presenta un alto grado de heterogeneidad producto de la microsegregación e impurezas presentes. Consecuentemente, resulta necesario desarrollar un análisis experimental que permita evaluar dichas heterogeneidades y analizar su influencia en las propiedades mecánicas a nivel microestructural.

En función de lo mencionado en el párrafo anterior, en este capítulo se desarrolla una detallada caracterización de la FGE de matriz ferrítica utilizada para los estudios fractográficos presentados en los Capítulo III y IV. El análisis comienza con una breve descripción microestructural mediante técnicas convencionales de análisis metalográfico. Posteriormente, se realiza una caracterización geométrica de los nódulos de grafito mediante técnicas de observación metalográfica y procesamiento digital de imágenes. Se evalúa forma y distribución de los mismos y se evalúa el tamaño del RVE para la caracterización, desde el punto de vista de la distribución espacial y geométrica.

Luego, se realiza una detallada descripción e identificación de las heterogeneidades presentes en la matriz metálica, resultantes del proceso de solidificación (ver Sección 2.1.4) mediante el uso de técnicas de ataque color.

A su vez, se realiza una caracterización de las propiedades elastoplásticas en dos escalas diferentes:

- La macroescala, en donde se caracteriza en forma convencional mediante ensayos de tracción, el comportamiento mecánico del material, identificando las propiedades elastoplásticas del mismo y comparándolas con la bibliografía especializada.
- La microescala, en donde se implementan técnicas de micro y nano indentación combinadas con diversas metodologías propuestas en la literatura y modelos FEM, con el fin de obtener las propiedades elastoplásticas de las diversas zonas de la matriz metálica del material.

Por último, se analizan los micromecanismos de daño conducentes a la fractura en base a observaciones experimentales propias y de terceros.

5.2. Caracterización metalúrgica y microestructural

La composición química, el ciclo de tratamiento térmico y la microestructura de FGE ferrítica resultante, se reportaron en las Secciones 3.3.1 y 3.3.2.

5.2.1. Microestructura de la matriz

La caracterización de la microestructura de la matriz se llevó a cabo mediante la observación metalográfica luego de realizar un ataque color. Las muestras se desbastaron y pulieron a espejo siguiendo técnicas convencionales de pulido metalográfico y luego, se atacaron químicamente utilizando un reactivo color sensible a la segregación de Si compuesto de 10g de NaOH, 40g de KOH, el ácido pícrico 10g y 50ml de agua destilada, según lo reportado por Rivera et al., (1995). El ataque reactivo se aplicó en ebullición a 120°C por 90 segundos. Las microestructuras típicas de la matriz se observan en la Figura 5.1. A diferencia de la microestructura revelada por el ataque convencional (ver por ejemplo Figura 3.7b) donde no de observan heterogeneidades significativas en la matriz ferrítica, en este caso la matriz presenta zonas de distinta coloración: una zona de color verde asociada a las FTF (del inglés "First to freeze"), que contiene nódulos de grafito, y otra zona de color naranja-amarillo que está asociada al LTF (del inglés "Last to freeze").



Figura 5.1. Metalografías resultantes del ataque color. Distintas magnificaciones. a) 50X; b) 100X; c) 200X.

En la Figura 5.2a, se puede apreciar el alto grado de heterogeneidad presente en las zonas LTF, donde se observan inclusiones, microrechupes, segundas fases precipitadas, etc. Un detalle de la zona punteada se observa en la Figura 5.2b. En ella se pueden apreciar precipitados de formas cuboidales junto con otros precipitados alargados y alineados, correspondientes a restos de cementita de la perlita que no llegaron a disolverse por completo

en el tratamiento de ferritización empleado. Esta heterogeneidad presente en la matriz ferrítica permite suponer que esta fase puede presentar heterogeneidades en sus propiedades mecánicas que deben ser caracterizadas, si se quiere implementar una descripción numérica de su comportamiento micromecánico.



Figura 5.2. Heterogeneidades presentes en LTF. a) Metalografía color (500X); b) Detalle de una región de la zona LTF (1.000X).

5.2.2. Caracterización geométrica de los nódulos de grafito

Con el fin de caracterizar tanto la distribución especial como la forma y tamaño de los nódulos de grafito, se llevó a cabo un detallado análisis micrográfico. El análisis utiliza micrografías obtenidas a partir de muestras seccionadas del bloque Y de 25mm, tal como se ilustra en la Figura 5.3. Las imágenes microscópicas digitalizadas se procesaron utilizando el software de procesamiento de imagen Imagen-Pro Plus, ver la Figura 5.4a y b, con el objetivo de obtener imágenes en blanco y negro (binarizadas) que distingan a la matriz y los nódulos de grafito. Posteriormente, las imágenes resultantes se utilizaron para llevar a cabo el conteo nodular y para medir el área de nódulos, diámetro, nodularidad y perímetro, como se muestra en la Figura 5.4c. Los datos se analizaron en función de la clase de tamaño de los nódulos (SC del inglés "size class") de acuerdo con la norma ASTM A247. Un ejemplo de la cuantificación según el SC se muestra en la Figura 5.5.

En esta etapa del análisis resulta relevante determinar cuál es el tamaño (o la superficie) de la muestra que se debe utilizar para obtener una descripción estadísticamente representativa de la morfología de su grafito. Con este fin, se realizaron una serie de análisis a magnificaciones de 50X, 100X, 200X y 500X (ver Figura 5.6). Las áreas de observación asociadas oscilaron entre 8.545µm2 (500X) a 854.536µm2 (50X). Para cada magnificación, se consideraron al menos veinte campos de observación diferentes en posiciones aleatorias. Las

partículas y zonas oscuras de la matriz metálica con tamaños inferiores a 5μ m no se consideraron en el análisis, y se asumen como impurezas, microrechupes y defectos característicos que no se asocian al tamaño y distribución de los nódulos.



Figura 5.3. Metodología para obtener las muestras metalográficas necesarias para el análisis.



Figura 5.4. Micrografías ópticas de FGE ferrítica (Magnificación de 50X). a) Imagen original; b) Imagen binarizada; c) Resultado del análisis de los nódulos de grafito.



Figura 5.5. Cuantificación de los nódulos de grafito por su SC (50X).



Figura 5.6. Ejemplos de las áreas de análisis. a) 500X; b) 200X; c) 100X; d) 50X.

Los resultados del análisis micrográfico se listan en la Tabla 5.1. El diámetro de nódulos asociados a los SC 8, 7 y 6 son 15µm, 30µm y 50µm, respectivamente. Se observa que la

dispersión de los resultados depende en gran medida del tamaño de la zona de análisis. En todos los casos, las dispersiones disminuyen con el incremento del área analizada. Estos resultados proporcionan información valiosa para el tamaño del Elemento de Volumen Representativo (RVE) que será empleado más adelante en las descripciones numéricas del comportamiento mecánico de la FGE. En la Figura 5.7, se grafica el conteo nodular y la fracción de grafito resultantes de la caracterización nodular, en función del área de análisis. Las muestras obtenidas a magnificaciones de 50X y 100X exhibieron una dispersión en los nódulos cuantificados de 13% y 15% respectivamente, resultados que se consideran suficientemente ajustados para ser asociados a RVE's (ver Figura 5.7a). A su vez, la fracción de 213600µm² aproximadamente (ver Figura 5.7b). En consecuencia, desde el punto de vista de la distribución geométrica de los nódulos de grafito, una muestra micrográfica debe tener al menos 28 nódulos para ser asimilada como RVE.

Tabla 5.1. Resultado del análisis geométrico sobre las micrografías.

	Área de análisis [µm ²]	Nódulos cuantificados	Relación de aspecto (a _r)	Fracción de grafito (c _i) [%]	Conteo Nodular [nod/mm²]	SC8 [%]	SC7 [%]	SC6 [%]
50X	854536	$95\pm13\%$	$1,\!28\pm0,\!26$	$9,5\pm1,5$	114 ± 12	28 ± 3	52 ± 5	20 ± 2
100X	213634	$28\pm15\%$	$1,\!24 \pm 0,\!24$	$10 \pm 2,2$	131 ± 20	29 ± 9	56 ± 10	15 ± 7
200X	53408	$8\pm38\%$	$1,\!24\pm0,\!26$	12 ± 4	150 ± 57	29 ± 14	59 ± 20	12 ± 8
500X	8545	$1,5\pm63\%$	$1,\!25 \pm 0,\!27$	$15\pm6,5$	175 ± 110	30 ± 23	62 ± 33	8 ± 16





5.3. Caracterización mecánica a nivel macroestructural

5.3.1. Ensayo de tracción

Los ensayos de tracción se realizaron sobre muestras mecanizadas a partir de las zonas calibradas de los bloques Y de 25mm. Las probetas utilizadas son de pequeñas dimensiones ("small-size") según especifica la norma ASTM E8M (ver Figura 5.8). Los ensayos de tracción se llevaron a cabo de acuerdo con las especificaciones de la norma ASTM E8M, en una máquina de ensayos universal Morh y Federhaff de 30Tn de capacidad máxima. Para la determinación de la deformación local de la probeta, se utilizó un extensómetro MTS (632.11F-20). El equipamiento utilizado y el montaje de la probeta de tracción y del extensómetro se observan en la Figura 5.9.



Figura 5.8. Seccionamiento y obtención de las probetas de tracción "small size" a partir del bloque Y de 25mm. a) Esquema de trabajo y dimensiones; b) Ejemplo de probetas mecanizadas.



Figura 5.9. Ensayo de tracción. a) Equipamiento completo para realizar el ensayo; b) Montaje del extensómetro MTS; c) Visualización del sistema adquisidor de datos.

A fin de determinar la dispersión experimental de los resultados, se realizaron ocho ensayos de tracción. Los valores máximos y mínimos se representan en la Figura 5.10. En la Tabla 5.2, se listan los valores obtenidos, los cuales concuerdan con los resultados reportados en la literatura especializada (AFS Handbook, 1992).



Figura 5.10. Curva σ vs ε resultante del ensayo de tracción sobre probetas "small-size" de FGE ferrítica. Las barras de error indican la dispersión experimental.

 Tabla 5.2. Propiedades determinadas experimentalmente en FGE ferrítica mediante el ensayo de tracción.

	Módulo de Young (E) [GPa]	Módulo de Poisson (v)	σ _{0,2} [MPa]	σ _{UTS} [MPa]
Resultados experimentales	176 ± 7	$0,28^{3}$	275 ± 8	425 ± 13
AFS Handbook (1992)	169	0,28	289	414

³ El valor del módulo de Poisson fue obtenido de la literatura y su valor es constante para las diversas microestructuras presentes en la FGE (Warda, 1990).

5.4. Caracterización mecánica a nivel microestructural

5.4.1. Introducción

Un tema controversial en la extracción de propiedades mecánicas a partir de las curvas de carga aplicada (P) vs profundidad de penetración (hs) resultantes de los ensayos de indentación instrumentada, se refiere a la posibilidad de encontrar más de un sólido que esencialmente presenta el mismo comportamiento de contacto, es decir, similares curvas P vs h. Varios aspectos relacionados con la unicidad de la solución proporcionada por métodos inversos fueron discutidos por Cheng et al., (1999), Dao et al., (2001), Mata et al., (2003), Casals et al., (2005,2007), Lan et al., (2007a, 2007b), Chen et al., (2007) y Liu et al., (2009), Cheng et al., (1999) quienes realizaron simulaciones numéricas destinadas a demostrar que solo utilizando las curvas de carga y descarga resultantes de ensayos de microindentación con indentadores cónicos o piramidales, no puede determinarse de forma única la relación tensión deformación. Dao et al., (2001) realizaron un estudio computacional exhaustivo para identificar el grado en que las propiedades elastoplásticas de materiales dúctiles se pueden determinar a partir de ensayos de indentación instrumentada y cuantificar la sensibilidad de tales propiedades extraídas ante las variaciones en los datos de indentación reportados experimentalmente. Por su parte, Mata et al., (2003) desarrollaron formulaciones matemáticas para correlacionar la dureza y el fenómeno de pile-up o sinking-in alrededor de indentaciones agudas con las propiedades mecánicas biaxiales. Del mismo modo, Casals et al., (2005) realizaron un análisis dimensional completo y extensas simulaciones de elementos finitos de microidentación con indentadores Vickers y Berkovich, dirigidas a discutir la dualidad intrínseca de propiedades mecánicas (es decir, límite de elasticidad, módulo de Young, exponente de endurecimiento y la dureza) extraídos de experimentos de microindentación instrumentados. A su vez Tho et al., (2005) llevaron a cabo un extenso análisis de elementos finitos en grandes deformaciones para investigar la singularidad de la respuesta de los materiales elastoplásticas de endurecimiento por deformación que obedecen la ley de potencia, durante los procesos de carga y descarga de microindentación instrumentada, donde se demostró que no siempre es posible lograr una relación de uno a uno entre las propiedades del material elastoplástico y la curva de carga-desplazamiento para un solo indentador. Lan et al., (2007a, 2007b) estudiaron en forma sistemática la unicidad, reversibilidad y sensibilidad asociados a siete métodos (directo e inverso) que determinan propiedades mecánicas a partir de indentaciones. Los resultados dependen de la elección de la geometría del indentador (es
decir, esférica o aguda), la naturaleza de los análisis computacional (es decir, pequeñas o grandes de deformación), el número de penetradores utilizados en los experimentos (es decir, simples o múltiples) y los parámetros medidos a partir de la respuesta indentación (es decir, carga o descarga). Por su parte, Chen et al., (2007) y Liu et al., (2009) abordaron la cuestión de la unicidad de la respuesta mecánica, y mostraron la existencia de "materiales místicos", los cuales tienen distinta propiedades elastoplásticas pero con un comportamiento casi idéntico en indentación, y proporcionaron pautas útiles para utilizar correctamente esta técnica experimental para medir las propiedades de materiales elasto-plásticos.

De esta breve introducción, se observa que la determinación de la propiedades a escala microestructural resulta un tema "abierto" y en consecuencia, resulta muy difícil poder hacer una estimación de las propiedades sin formular hipótesis y realizar análisis experimentales complementarios.

5.4.2. Hipótesis de partida

En base a lo expuesto en la sección anterior, la caracterización del comportamiento elastoplástico a nivel microestructural, sobre todo para el caso de la FGE en general, y en particular en el caso de matrices ferríticas, requiere de una serie de hipótesis, las cuales se enumeran a continuación:

- Para la caracterización de la respuesta elástica en las zonas de interés (FTF y LTF) se considera factible la obtención del módulo de Young (E) por medio de la metodología propuesta por Oliver & Pharr, (1992). Esta metodología es ampliamente utilizada y aceptada en la literatura especifica.
- 2. Para la caracterización en el rango plástico, se asimila a la matriz metálica de una FGE ferrítica a un acero estructural de bajo carbono en estado recocido, dicha hipótesis radica en la naturaleza metalúrgica de las fases presentes, las cuales en ambos casos, resultan ferríticas. En consecuencia, tanto en la caracterización de la respuesta en el rango elástico como en el plástico se utilizará como punto de comparación y ajuste las propiedades de un acero de bajo carbono del tipo AISI 1010 (de aquí en más "ABC").
- Se considera que el comportamiento elastoplástico del ABC puede ser representado mediante la ley de Ludwik, (1909). Esta aproximación resulta comúnmente adoptada para materiales metálicos (ver por ejemplo, Celentano et al., 2012).
- Se considera factible la obtención de la tensión de fluencia (σ_{ys}) y el coeficiente de endurecimiento por deformacion (n) por medio de los metodos propuestos por Mata et al., (2003) y DAO et al., (2001). Naturalmente, la selección de los últimos dos métodos

anteriormente mencionados se basa en la relativa simplicidad de los mismos y en la posibilidad de realizarlos con el equipamiento disponible.

5.4.3. Métodos propuestos por MATA et al., (2003) y DAO et al., (2001)

En esta sección, se describe muy brevemente ambos métodos y se menciona las herramientas necesarias para el abordaje experimental. El análisis se realiza en vistas de determinar las propiedades elasto-plásticas de las zonas FTF y LTF de la matriz metálica.

5.4.3.1. Método propuesto por Mata et al., (2003)

En sus trabajos, Mata et al., (2002 y 2003) analizaron mediante simulaciones FEM diferentes regímenes de deformación de contacto y derivaron formulaciones matemáticas para correlacionar la dureza y la deformación entorno a la impronta luego del ensayo de indentación con las propiedades mecánicas uniaxiales. Presentaron un método para estimar propiedades plásticas basadas en dos parámetros fundamentales, la dureza H y α ⁴, mediante el cual se incorpora la ocurrencia de pile up o sinking-in durante el proceso de indentación de la zona de análisis siendo

$$\sqrt{\alpha'} = \frac{h}{hs} \tag{5.1}$$

donde h representa la profundidad real de la impronta y hs la ideal como se esquematiza en la Figura 5.11.



Figura 5.11. Determinación del parámetro α' mediante el relevamiento de la impronta generada durante el proceso de indentación.

⁴ Con el fin de ser consistentes con la nomenclatura a lo largo de la tesis, se identificará al parámetro α como α '

El método considera una respuesta uniaxial de los sólidos indentados según el siguiente modelo elástico lineal-plástico potencial:

$$\varepsilon = \begin{cases} \frac{\sigma/E}{\sigma s} & \sin(\sigma < \sigma s) \\ \frac{\sigma}{E} \left(\frac{\sigma}{\sigma s}\right)^{\frac{1}{n}} & \sin(\sigma > \sigma s) \\ \frac{\sigma}{E} \left(\frac{\sigma}{\sigma s}\right)^{\frac{1}{n}} & \sin(\sigma > \sigma s) \end{cases}$$
(5.2)

donde ε es la deformación total, *E* es el módulo de Young, n es el coeficiente de endurecimiento por deformación y σys es la tensión de fluencia.

Como resultado final, el método presenta un algoritmo de análisis inverso a partir del cual, con los datos del módulo de Young (E), dureza (H) y el valor del parámetro α , se obtienen la tensión de fluencia (σ_{ys}) y el coeficiente de endurecimiento por deformacion (n). Detalles del método se pueden ver en Mata et al., (2003).

5.4.3.2. Método propuesto por DAO et al., 2001

Por medio de un exhaustivo estudio computacional para identificar el grado en que las propiedades elastoplásticas de materiales dúctiles pueden ser estimadas a partir de indentación instrumentada y cuantificar la sensibilidad de tales propiedades extraídas, a las variaciones en los datos obtenidos desde las indentaciones, propusieron un análisis inverso como método para proporcionar una solución única de módulo de Young reducido (Er) y la dureza (H). Con esta información, los valores de σ_{ys} y n pueden ser determinadas para la mayoría de los casos, en los cuales la ley de endurecimiento potencial representa la respuesta completa de tensión-deformación uniaxial. A su vez, al igual que en caso anterior, para describir el comportamiento del material se consideró una ley potencial elasto-plástica del tipo:

$$\sigma = \begin{cases} \epsilon E & \text{si} (\sigma < \sigma y s) \\ R \epsilon^n & \text{si} (\sigma > \sigma y s) \end{cases}$$
(5.3)

donde ε es la deformación total, *E* es el módulo de Young, R es un coeficiente de resistencia, n es el coeficiente de endurecimiento por deformación y σys es la tensión de fluencia. Detalles del método se pueden ver en Dao et al.,(2001).

5.4.4. Metodología de indentación instrumentada

Para la caracterización de las respuestas elasto-plásticas del material, se desarrollaron ensayos micro y nanoindentación instrumentada combinados con microscopía de fuerza atómica (AFM del inglés "Atomic Force Microscopy").

Los ensayos se realizaron usando un equipo Tl900 Hysitron equipado con la nanosonda multirango y un indentador de Vikers y Berkovich para los ensayos de micro y nano indentación respectivamente. Las indentaciones se realizaron utilizando patrones rectangulares como se muestra en la Figura 5.12b.



Figura 5.12. Ensayos de microindentación. a) Microestructura revelada después del ataque con el reactivo color (Las zonas LTF se observan brillantes); b) Patrones de microindentación.

Para los casos de microindentación, se utilizó un método de control por desplazamiento, en donde el desplazamiento máximo se preestableció en 1.000nm (ver Figura 5.13a). Este valor se determinó teniendo en cuenta el tamaño de la impronta necesaria para obtener una discretización del área de análisis con al menos 25 indentaciones.

En los casos de nanoindentación, se utilizó un método de control por carga, en donde la carga máxima se estableció en un valor de 9500µN (ver Figura 5.13b).



Figura 5.13. Modos de control de la indentación utilizados. a) Función de desplazamiento utilizado en los ensayos de microindentación; b) Función de carga utilizada en los ensayos de nanoindentación.

5.4.4.1. Determinación de la respuesta elástica de los microconstituyentes

Los módulos de Young del nódulo de grafito, FTF y LTF se determinaron siguiendo el muy conocido y aceptado método de Oliver & Pharr, (1992). La curva carga vs desplazamiento resultante de los ensayos de microindentación sobre las tres zonas identificadas se grafican en la Figura 5.14. Se evidencia un gran contraste entre el comportamiento de los nódulos de grafito y las otras dos zonas pertenecientes a la matriz metálica. Las zonas FTF y LTF presentan comportamientos similares, pero las zonas LTF exhiben una mayor dispersión. El módulo de Young determinado para cada indentación se agrupó en función de la zona indentada y se analizó en forma estadística. En la Figura 5.15 se grafica un histograma de los resultados en cada zona de análisis. Los valores medios y distribuciones normales de los módulos de Young son:

$$E_{n \acute{o} du lo} = 18 \pm 4 \text{ GPa}, \tag{5.4}$$

$$E_{FTF} = 212 \pm 6 \text{ GPa} \tag{5.5}$$

У

$$E_{LTF} = 239 \pm 9 \text{ GPa}$$
 (5.6)



Figura 5.14. Ejemplo de las curvas carga vs desplazamiento determinadas mediante los ensayos de microindentación sobre las zonas de FTF, LTF y nódulos de grafito. Control por desplazamiento (1.000nm).



Figura 5.15. Histograma con los resultados del módulo de Young resultante de las microindentaciones.

Los resultados del módulo de Young en el nódulo de grafito presentan una dispersión muy acotada y con valores muy inferiores al de los reportados para las dos zonas diferenciadas de la matriz metálica. A su vez, las zonas FTF y LTF presentan módulos de Young con distribuciones cuyos valores medios difieren en un 10% aproximadamente, por lo que no presentan gran contraste en el comportamiento elástico.

5.4.4.2. Determinación de la respuesta elasto-plástica de las zonas LTF y FTF

En función de la breve revisión realizada en la Sección 5.4.1, referida a extraer las propiedades elasto-plásticas a partir de los ensayos de indentación instrumentada, y en base a las hipótesis planteadas en la Sección 5.4.2, la determinación de la respuesta σ vs ε para las zonas FTF y LTF en el rango elastoplástico se llevó a cabo luego de un exhaustivo trabajo experimental sobre el ABC. El objetivo de este desarrollo es "poner a punto" las metodologías experimentales tendientes a determinar las propiedades en un material bien caracterizado en la bibliografía, para luego aplicarlas en las zonas FTF y LTF de la matriz metálica. Parra ello, se plantearon los siguientes pasos:

- En primer lugar, se aplican los algoritmos de extracción de propiedades elastoplásticas propuestos en la metodología de Mata et al., (2003), la cual combina técnicas de indentación instrumentada con microscopía de fuerza atómica.
- En segundo lugar, se compararan los valores anteriormente mencionados con los obtenidos siguiendo la metodología propuesta por Dao et al., (2001), en donde los datos de los ensayos de indentación extraídos de las curvas P vs h, son utilizados en un algoritmo resultante del análisis adimensional para obtener las propiedades elastoplásticas características en forma inversa.
- Finalmente, se analizan los datos de ambas metodologías y se selecciona aquella que presente mejores resultados respecto de lo reportado en la bibliografía.

Determinación de las Propiedades elasto-plásticas en el ABC

Aplicación del método Mata et al., (2003)

Las curvas P vs h resultantes de los ensayos sobre el ABC se observan en la Figura 5.16. Las dos curvas representan los límites de la dispersión experimental.



Figura 5.16. Curvas resultantes de los ensayos de nanoindentación instrumentada sobre el ABC. Control por carga (Pmax = 9500µN). Indentador de geometría Berkovich. Las dos curvas representan las bandas de dispersión experimental.

Como se mencionó anteriormente (ver Sección 5-4.3.1), el método requiere el parámetro α ', el cual relaciona el nivel de pile-up desarrollado luego del proceso de indentación. Surge en esta instancia la necesidad de estimar el valor experimental del pile-up para estas condiciones de ensayo. En este sentido, se recurre a la bibliografía específica y particularmente al trabajo desarrollado por Hu et al., (2013) en el que reportan una serie de correlaciones entre diversos factores durante el ensayo de indentación instrumentada, entre los que se encuentra el efecto de la tensión de fluencia, el coeficiente de endurecimiento por deformación, coeficiente de fricción y la máxima profundidad de penetración respecto del valor máximo del pile-up. Por ejemplo, la relación entre el máximo valor del pile-up y la máxima profundidad de penetración para un acero de bajo carbono se observa en la Figura 5.17. Resulta evidente observar como a medida que se incrementa la profundidad de penetración, el valor del pile-up máximo aumenta. En base a estos datos, se realizó una extrapolación con el fin de encontrar el punto de interés, el cual corresponde a una profundidad de penetración de 385nm (valor medio de hmax experimental). Como resultado, se obtuvo un valor de pile-up de aproximadamente 58nm.



Figura 5.17. Relación entre el máximo valor del pile-up y la máxima profundidad de penetración para un acero de bajo carbono (Hu et al., 2003). Extrapolación al punto de interés.

Una vez determinados estos valores, se implementó el algoritmo inverso propuesto. Los resultados se listan en la Tabla 5.3.

	H(Gpa) ⁵	$\sqrt{\alpha}$ '	n	σ _{ys} (Mpa)	
ABC	$1,7 \pm 0,08$	1,12 ⁶	$0,17 \pm 0,0035$	264±12	

Tabla 5.3. Resultados del análisis inverso siguiendo el método Mata et al., (2003).

Aplicación del método Dao et al., (2001)

Los resultados de aplicar el algoritmo de análisis inverso sobre los datos experimentales obtenidos a partir de los ensayos de nanoindentación sobre el ABC, se listan en la Tabla 5.4 Los resultados de σ_{ys} se ajusta al rango especificado en la bibliografía, sin embargo, el valor del coeficiente de endurecimiento por deformación (n) se sobreestima.

⁵ Para mantener la coherencia con la presente metodología, la dureza H mostrada se calcula utilizando la verdadera área proyectada de la impronta tal como se mide por microscopía óptica convencional.

⁶ Hu et al., (2013)

ABC				
Parámetros	Resultados experimentales	Algoritmo inverso		
hr [nm]	347±7	346		
hm[nm]	383±7	376		
$\frac{dp}{dh}$ [N/nm]	0,00044887±0,000008	0,000440		
Pmax [N]	$9546,39 \pm 3,17 \text{ x}10^{-6}$	0,00954639 x10 ⁻⁶		
Wp/Wt	0,907±0,01	0,915		
Am [m ²]	$3,04\pm0,08 \text{ x}10^{-12}$	$3,09 \times 10^{-12}$		
Ered[Pa]	$195 \pm 4 \text{ x} 10^9$	192,1 x10 ⁹		
C [Pa]	65x10 ⁹	$57 \text{ x} 10^9$		
Pav [Pa]	$3,5\pm0,1x10^9$	$3,09 ext{ x10}^9$		
n	0,18-0,21	0,24		
E [Pa]	$213\pm 5 \times 10^{9}$	$210,2 \times 10^9$		
σ _{ys} [Pa]	280-350 x10 ⁶ (IRAM,1981)	$293 \text{ x} 10^6$		

Tabla 5.4. Resultados del análisis inverso sobre el ABC, siguiendo el método Dao et al., (2001).

Luego de aplicar ambas metodologías, los parámetros elasto-plásticos determinados se lista en la Tabla 5.5. Se observa que el método propuesto por Mata & Alcala, (2003) presenta valores de σ_{ys} y n que difieren un 7% y 13% con el valor medio reportado en la bibliografía respectivamente mientras que con el método propuesto por Dao et al., (2001) las diferencias rondan en un 17% y 23%. Consecuentemente, el método de Mata et al., (2003) parecería ser el método más adecuado para determinar las propiedades elasto-plásticas del material.

 Tabla 5.5. Parámetros elasto-plásticos determinados.

	σ _{ys} [MPa]	n
(IRAM, 1981),(ASM, 1987)	210-280	0,18-0,21
Mata et al., (2003)	264	0,17
Dao et al., (2001)	293	0,24

Por otro lado, en la Figura 5.18 se observan las curvas $\sigma_{verdadera}$ vs $\varepsilon_{verdadera}$ para cada juego de valores determinados, con sus respectivas leyes constitutivas. Los límites para determinar la curva del ABC se especificaron a partir del rango de propiedades reportados en la literatura, bajo la hipótesis del comportamiento según la ley de Ludwik, (1909). En ambos métodos, se evidencia una diferencia en el comportamiento obtenido respecto de la respuesta del ABC utilizado como ajuste.



Figura 5.18. Curvas σ verdadera vs ε verdadera determinadas siguiendo los dos métodos propuestos en el ABC.

Basados en estas observaciones, resulta sumamente complejo obtener las propiedades a nivel microestructural, sobre todo en zonas indentadas cuyas propiedades mecánicas "a priori" no conocemos y son de difícil estimación (como es el caso de las zonas LTF, microsegregadas y con presencia de defectos). Se plantea en esta instancia la necesidad de avanzar mediante el desarrollo de modelos FEM que permitan reproducir, bajo ciertas consideraciones, el ensayo de indentación. Posteriormente, se plantea realizar un análisis inverso sobre el ABC para luego, especializar el problema a las zonas FTF y LTF.

Ajuste de los parámetros elasto-plásticos- Modelo computacional

Desarrollo del modelo

Como se mencionó en el comienzo de la sección, para simular la respuesta de indentación de las regiones de sólidos elasto-plásticos, se desarrollaron modelos FEM mediante la utilización del paquete de elementos finitos de propósito general ABAQUS[®]. La indentación tridimensional inducida a través de un indentador Berkovich se aproximó con modelos bidimensionales de simetría axial, eligiendo un indentador cónico ("cono equivalente") cuyo ángulo en el vértice es tal que la relación entre el área proyectada y la profundidad de penetración en dos dimensiones fuese la misma que para el indentador Berkovich, resultando un ángulo en el vértice del cono equivalente de 70,2996° (ver Figura 5.19). En todos los

casos, el indentador se modeló como un cuerpo rígido, y por simplicidad, se asumió que no existe fricción durante el contacto. Esta forma de aproximar los modelos tridimensionales de indentación a partir de una geometría de simetría axial es ampliamente utilizada y validada en la literatura especifica (ver por ejemplo Mata et al., 2003; Fischer-Cripps, 2004, Pelletier et al., 2006 y Swaddiwudhipong et al., 2005).



Figura 5.19. Indentador Berkovich y determinación del semiángulo del cono equivalente.

El sólido indentado se modeló utilizando 57698 elementos cuadriláteros bilineales estructurados de cuatro nodos (CAX4R). De acuerdo con estudios previos, por ejemplo, Pelletier et al., (2000) y Antunes et al., (2006), la malla cerca de la indentador necesita ser lo suficientemente fina para mejorar la calidad de los resultados en esta región. Por lo tanto, para asegurar la precisión numérica, se desarrollaron cuatro regiones con tamaños de malla diferentes. Se diseñó una fina malla cerca de la zona de contacto e incrementando gradualmente el tamaño lejos de la misma. El diseño de la malla axisimétrica utilizada para los cálculos se observa en la Figura 5.20. Un detalle de la zona a indentar se puede observar en la Figura 5.20b. En la carga máxima, se consideró al menos 50 elementos en la zona de contacto material-indentador. A su vez, el efecto de la deformación superficial alrededor de la indentación se cuantificó mediante la deformación producto del apilamiento de material en el entorno de la impronta.



Figura 5.20. Diseño de malla axisimétrica para los cálculos de indentación. a) Modelo completo (dominio de 100µm x 100µm discretizado con 57698 elementos); b) Detalle de la zona indentada (dominio de 1,5µm x 1,5µm discretizado con 14400 elementos).

Resultados, validación experimental y análisis inverso

En la Figura 5.21 se grafican las curvas resultantes de los sucesivos modelos FEM. Los resultados correspondientes al modelo cuyos datos de entrada fueron los reportados en la bibliografía (ABC-modelo) se encontraron dentro de los límites de la dispersión experimental de los ensayos de nanoindentación, mientras que los modelos generados con los resultados de las metodologías de Mata et al., (2003) y Dao et al., (2001) presentaron respuestas P vs h menores y mayores respectivamente. En todos los casos, la pendiente de descarga resultó ligeramente superior a los datos experimentales, con escasa variación en el entorno de los valores determinados.

Al analizar el perfil de la impronta generado y la ocurrencia del pile-up comparativamente, las diferencias entre la respuesta elasto-plástica de ambos modelos se hacen más notoria (ver Figura 5.21). Los modelos resultantes de las propiedades obtenidas por el método Dao et al., (2001) generan una deformación entrono a la impronta aproximadamente 50% menor. En la Figura 5.22, se observan las respuestas de la deformación entorno a la impronta resultante de los modelos de indentación FEM desarrollados. En la Figura 5.22a, se observa el "camino de nodos" utilizados para relevar el perfil de la impronta durante el proceso de indentación, así como también el sistema de referencia utilizado en las figuras. En la Figura 5.23, se grafican los valores numéricos del perfil de la impronta.



Figura 5.21. Comparación entre las curvas P vs h resultantes de los modelos FEM axisimétricos y las curvas experimentales del ensayo de nanoindentación.



Figura 5.22. Modelo de indentación axisimétrico sobre el ABC desarrollado en ABAQUS[®]. Campos de desplazamientos entorno a la impronta, resultantes de la indentación sobre el ABC con propiedades obtenidas de diferentes fuentes. a) Modelo con propiedades extraídas de la bibliografía; b) Modelo con propiedades extraídas del método Dao et al., (2001); c) Modelo con propiedades extraídas del método Mata et al., (2003).

Se observa que los modelos resultantes de las propiedades obtenidas con la metodologías de Mata et al., (2003) y Dao et al., (2001), resulta en valores de pile-up de 17nm y 36nm respectivamente, mientras que con los modelos obtenidos de los datos reportados en la bibliografía, se obtiene un valor de 60nm. Estos valores difieren con lo extrapolado experimentalmente en un 71%, 41% y 1% respectivamente.



Figura 5.23. Perfiles de las improntas resultantes de los modelos FEM. a) Perfil axisimétrico completo; b) Magnificación de la zona del pile-up.

En base a estos resultados, se verifican grandes discrepancias entre las propiedades del ABC y los valores obtenidos por ambos métodos, lo que genera la necesidad de plantear nuevas hipótesis y realizar un ajuste de los datos obtenidos. En consecuencia, se propone utilizar coeficientes de corrección sobre la metodología que mejor se adapte al comportamiento elasto-plástico del material metálico. Luego, bajo las hipótesis planteadas en la Sección 5-4.2, se asumió que las propiedades de las zonas indentadas se pueden determinar afectando los valores resultantes de la metodología seleccionada por los factores de corrección. En este sentido, se identificó al método propuesto por Mata et al., (2003) como el que mejor caracteriza el comportamiento elasto-plástico, por ser el que presenta un mejor ajuste con los resultados experimentales, sobre todo en lo referido al pile-up.

Una vez definido esto, se consideró una curva promedio de los valores máximos y mínimos reportados en la bibliografía para el ABC (curva promedio) y se realizó la interpolación de la curva experimental resultante del modelo Mata et al, (2003), utilizando el método de mínimos cuadrados. En la Figura 5.24, se observa la curva de correlación ln (σ) vs ln(\mathcal{E}) utilizada para el ajuste de la curva del ABC.



Figura 5.24. Correlación lineal entre los datos resultantes del método Mata et al., (2003) y la curva promedio del ABC.

Los valores de σ_{ys} y n resultan

$$n_{ajustado} = 0,107 \tag{5.7}$$

$$\sigma_{\rm ys/ajustado} = 372 Mpa. \tag{5.8}$$

En la Figura 5.25, se grafican las curvas σ verdadera vs ε verdadera con los datos resultantes del método Mata et al, (2003) y el posterior ajuste. De la interpolación resulta un incremento de 41% en el valor de σ ys y una disminución de 48% en el valor de n. Los factores de corrección asociados son 1,41 y 0,52 respectivamente.

Posteriormente, con los valores afectados por los coeficientes de corrección, se realizaron nuevos modelos FEM y se analizaron las curvas resultantes. En la Figuras 5.26 se comparan las curvas P vs h obtenidas en forma experimental con los valores resultantes de los modelos FEM, utilizando el comportamiento elasto-plástico de los datos del método Mata et al., (2003) antes y después del ajuste con los factores de corrección propuestos. En la Figura 5.27, se comparan los perfiles de la impronta obtenidos numéricamente en ambos casos.

Los resultados "ajustados" permiten obtener una mejora del 12% en el comportamiento P vs h y un 39 % respecto de la deformación entorno a la impronta (pile-up). Estos datos permiten asimilar la aplicación de los factores de corrección para obtener los valores de las propiedades elasto-plásticas de las zonas LTF y FTF.



Figura 5.25. Curvas $\sigma_{verdadera}$ vs $\varepsilon_{verdadera}$ del ABC. Ajuste experimental de los datos.



Figura 5.26. Curvas P vs h resultantes de los modelos FEM sobre ABC. Comparación de las curvas con los datos del método Mata et al., (2003) antes y después del ajuste. Las dos curvas experimentales representan las bandas de dispersión.



Figura 5.27. Perfiles de las improntas resultantes de los modelos FEM sobre el ABC. Comparación de los perfiles con los datos del método Mata et al., (2003) antes y después del ajuste.

5.4.4.3. Determinación de las propiedades elastoplásticas en las zonas FTF y LTF

En base a los resultados presentados en la sección anterior, resulta inmediata la aplicación de la metodología utilizada para el ABC en la determinación de las propiedades elastoplásticas en las zonas FTF y LTF respectivamente.

Las curvas P vs h resultantes de los ensayos sobre las zonas identificadas como FTF y LTF se observan en la Figura 5.28. En los casos de las zonas LTF y FTF, los resultados evidencian una importante dispersión, siendo mayor en las zonas LTF. Este comportamiento de los resultados es coherente con las mayores heterogeneidades presentes en la microestructura, tal como se reportó en la Sección 5.2.1 (ver Figura 5.2). A su vez, y en función de las hipótesis de partida, se contrastaron estos datos con los ensayos de nanoindentación sobre el ABC (ver Figura 5.29). De la comparación, se observan pequeñas diferencias en la zona de descarga, lo cual concuerda con los resultados de los ensayos de microindentación instrumentada desarrollados en la Sección 5.4.4 e implican pequeñas diferencias en el módulo de Young de las zonas de FGE respecto del ABC. A su vez, resulta interesante remarcar que estos resultados se alinean en el sentido de las hipótesis presentadas en la Sección 5.4.2.



Figura 5.28. Curvas resultantes de los ensayos de nanoindentación instrumentada con indentador Berkovich. Las dos curvas representan las bandas de dispersión experimental. a) Zona FTF; b) Zona LTF.



Figura 5.29. Curvas P vs h resultantes de la indentación sobre las zonas FTF y LTF. Comparación con los resultados en el ABC. Las dos curvas representan las bandas de dispersión experimental.

En esta instancia y, en función de lo reportado para el ABC, se plantean los siguientes pasos:

- Aplicar los análisis inversos propuestos por la metodología Mata et al., (2003)
- Aplicar los factores de corrección a las curvas experimentales resultantes del método.
- Modelar la respuesta P vs h y el perfil de la impronta mediante FEM y de esta forma verificar que se producen las mejoras evidenciadas en el ABC
- Obtener los parámetros elasto-plásticos en ambas zonas.

Aplicación del Método Mata et al., (2003) en las zonas FTF y LTF

Para la aplicación del método sobre las zonas FTF y LTF se realizaron nuevas rutinas de microindentación instrumentada. Con el fin de evaluar la deformación entorno a la impronta, y consecuentemente, determinar el valor del pile-up en ambas zonas, se relevó el perfil de la impronta generada a través de AFM. Posteriormente, se realizó un postprocesamiento digital de las imágenes a través del programa modular de análisis y visualización de datos para SPM (del inglés "scanning probe microscopy") Gwyddion[®]. En la Figura 5.30 se observa a modo de ejemplo el relevamiento del perfil de la impronta sobre la zona LTF, y la representación 3D de la misma resultante del postprocesamiento con el software Gwyddion[®].

Cabe destacar en este punto, tal cual lo reportado por Mata et al, (2002), en donde realizaron estudios de la deformación durante el contacto entre el indentador y el material, la deformación alrededor de la impronta no es constante, sino que se ve afectada por la geometría del indentador, siendo, en general, máxima aproximadamente en L/2 y mínima en los vértices.



Figura 5.30. Perfil de la impronta generada en el ensayo de microindentación sobre la zona LTF, utilizando una geometría de indentador Vickers. Relevamiento mediante AFM y postprocesamiento digital de la imagen utilizando el programa Gwyddion.

En la Tabla 5.6 se muestran los valores de tensión de fluencia (σ_{ys}) y el coeficiente de endurecimiento por deformación (n) determinados a partir del método, así como los valores de dureza (H) y el parámetro $\sqrt{\alpha}$, determinados experimentalmente en cada una de las zonas.

	H(Gpa)	$\sqrt{\alpha}$	n	σys(Mpa)
Zona FTF	$1,65 \pm 0,09$	$1,1 \pm 0.001$	$0,205 \pm 0,010$	212 ± 15
Zona LTF	$2,00 \pm 0,133$	$1,1 \pm 0.003$	$0,217 \pm 0,011$	274 ± 18

Tabla 5.6. Resultados del análisis inverso siguiendo el método propuesto por Mata et al., (2003).

Aplicación de los factores de corrección y modelado mediante FEM

Una vez determinados los parámetros característicos siguiendo la metodología Mata et al., (2003), se aplicaron los factores de corrección propuestos para el ABC. Las curvas resultantes de aplicar los factores de correccion sobre las zonas FTF y LTF se muestran en la Figura 5.31. Los valores de la σ_{ys} y n resultantes se listan en la Tabla 5.7.



Figura 5.31. Curvas $\sigma_{verdadera}$ vs $\varepsilon_{verdadera}$ resultantes del ajuste de los datos por medio de los factores de corrección determinados. a) FTF; b) LTF.

Tabla 5.7. Resultado de los parámetros obtenidos mediante el método Mata et al., (2003) y el
posterior ajuste a través de los factores de corrección propuestos.

	FTF		LTF	
	σys[Pa]	n	σys[Pa]	n
Mata et al.,(2003)	212	0,205	274	0,217
Mata et al.,(2003)-Ajustado	300	0,13	386	0,137

Con los valores afectados por los coeficientes de corrección, se realizaron nuevos modelos FEM y se analizaron las curvas resultantes. En la Figuras 5.32 y 5.33 se muestran las curvas P vs h y los perfiles de la impronta resultantes del modelo. Notar que las curvas P vs h en las zonas FTF y el valor de la altura máxima del perfil de la impronta luego del ajuste difieren en menos del 1% respecto del ABC, indicando la validez de la hipótesis inicial. A su vez, para el caso de las zonas LTF, el ajuste de los parámetros repercute en una mejora significativa de la altura máxima del perfil (aproximadamente un 76% respecto del ABC) a pesar de no presentar marcadas diferencias en el comportamiento de la curva P vs h.



Figura 5.32. Curvas P vs h resultantes de los modelos FEM con los datos obtenidos mediante el método propuesto por Mata et al., (2003) antes y después del ajuste. a) FTF; b) LTF.





Figura 5.33. Perfiles de las improntas resultantes de los modelos FEM. Comparación de los perfiles con los datos del método Mata et al., (2003) antes y después del ajuste. a) FTF; b) LTF.

5.5. Micromecanismos de daño

Con el objetivo de evaluar en forma cualitativa el daño a nivel microestructural que precede a la fractura en FGE ferrítica, se realizaron diversas observaciones experimentales. La Figura 5.34 muestra en detalle un nódulo de grafito y su cavidad nodular presentes en una superficie de fractura de FGE ferrítica, fracturada bajo solicitaciones cuasi-estáticas (ver Capítulo III). En la Figura 5.34a, se observa una imagen SEM de la superficie de fractura. Se evidencia un nódulo de grafito que mantiene su integridad estructural mientras que la cavidad nodular y más precisamente el contorno de la misma, muestra una gran deformación plástica, lo cual indica que la fractura final se desarrolla luego de un período de deformación plástica significativo, evidenciado también por la generación y crecimiento de los microhuecos cercanos al contorno de la cavidad. Del mismo modo, en la Figura 5.34b se observa una microscopía óptica del perfil de fractura, en donde nuevamente se observa un nódulo de grafito que, en general, mantiene su integridad y a su vez, despegado de la matriz metálica.



Figura 5.34. Detalle de las superficies de fractura resultantes de los ensayos con solicitaciones cuasiestáticas en FGE ferrítica. a) Detalle SEM; b) Detalle microscopía óptica.

Las observaciones realizadas indican que la fractura dúctil es precedida por una importante deformación plástica, tal como es esperable para este tipo de microestructuras. Con el objetivo de caracterizar en mejor detalle el proceso de deformación plástica previo a la fractura a nivel microestructural, se realizaron ensayos de tracción sobre probetas cilíndricas de sección variable, en las que las secciones transversales se dimensionaron de modo tal que a lo largo de la longitud calibrada se obtienen tensiones que van desde la de fluencia hasta la de rotura. La determinación de la deformación se llevó a cabo mediante la medición consecutiva de marcas impresas en la probeta a lo largo de la misma. La metodología experimental del ensayo de tracción responde a lo reportado en la Sección 5.3.1 para el ensayo de tracción sobre las probetas "small size". La Figura 5.35a muestra la probeta de tracción de sección variable utilizada para el desarrollo de un ensayo experimental. Las Figuras 5.35b presenta los valores de deformación obtenidos a lo largo de la probeta una vez fracturada. Por su parte, las Figuras 5.35c muestran microscopías ópticas a distintos niveles de deformación. Se observa que para deformaciones del orden del 0,5%, algunos nódulos experimentan el comienzo de la decohesión respecto de la matriz. Ya para deformaciones cercanas al 1%, se observan nódulos que presentan una decohesión más marcada. Para deformaciones cercanas al 10%, se evidencian algunas cavidades nodulares altamente deformadas en la dirección de tracción, sin presencia de fisuras en la matriz metálica. Entorno a las zonas más cercanas a la superficie de fractura (18% de deformación aproximadamente), incluso se observa una leve compresión de los nódulos de grafito entorno al eje de tracción (geometría nodular ovalada) sin pérdida de la integridad estructural y sin presencia de fisuras secundarias. A pesar de ser una metodología relativamente sencilla, los resultados permiten inferir que no se evidencia nucleación de fisuras al menos hasta el 18% de la deformación. Estas observaciones concuerdan con las reportadas por otros autores, como por ejemplo Dong et al, (1997), Bonora & Ruggiero, (2005) y Di Cocco et al. (2010) quienes analizaron el comportamiento de FGE ferríticas ante solicitaciones de tracción, poniendo especial énfasis en el daño microestructural.

Por otro lado, la observación nódulos que experimentan decohesión en diversas zonas cercanas a la superficie de fractura, dan indicios de un proceso de disipación de energía de daño fuera de la zona de propagación de la fisura principal. Este concepto será considerado en el Capítulo VII.



Figura 5.35.Caracterización de la interface matriz-nódulo. a) Probeta de tracción de sección variable; b) Deformación puntual relevada; c) Zona de localización de las deformaciones. Metalografías ópticas a dos niveles de deformación diferentes.

En esta instancia, resulta interesante evaluar los límites en los cuales ocurren los procesos de daño a nivel microestructural. En este sentido, en la Figura 5.36, se presenta los resultados del ensayo de tracción en SEM "in-situ" realizados por Dong et al, 1997. Durante el desarrollo del ensayo, evidenciaron el comienzo de la decohesión matriz-nódulo instantes antes que el material llegue al límite elástico convencional. Del mismo modo, en la Figura 5.37, se observan los resultados reportados por Bonora et al, 2005, quien realizó modelado de FGE ferrítica incorporando daño mediante el método de celda unitaria. En su trabajo, Bonora et al, 2005, reportaron que tan pronto como la aplicación de la carga externa es lo suficientemente fuerte para recuperar el estado de la tensión residual de compresión a lo largo de la interfaz (asociada a los diferentes coeficientes de contracción térmica durante el proceso

de solidificación), la descohesión del nódulo ocurre. Una vez terminado el proceso de descohesión, los nódulos de grafito solo se oponen a la contracción lateral debido al coeficiente de Poisson de la matriz metálica.



Figura 5.36. Curva tensión deformación obtenida durante el ensayo de tracción en el SEM mostrando los puntos a los cuales las siguientes fotografías fueron tomadas. a)"Slip lines" en la matriz observada en el SEM en el punto 1 de la curva; b) Decohesión de la interface observada en el SEM en el punto 2 de la curva; c) Crecimiento de las cavidades alrededor de los nódulos, observados en el SEM en el punto 3 de la curva (Dong et al, 1997).



Figura 5.37. Comparación entre la predicción de la respuesta tensión verdadera vs. deformación verdadera y los datos experimentales (puntos huecos y puntos negros). Las imagenes A-C muestran la evolución de la deformación plástica y el proceso de decohesión con el aumento general de la deformación en la celda unidad. La carga actúa horizontalmente con respecto a la celdas mostradas (Bonora & Ruggiero, 2005).

En base a estos resultados, tanto propios como de terceros se evidencia una decohesión matriz-nódulo a instancias tempranas de deformación. Las cavidades nodulares se deforman plásticamente y, en general, los nódulos mantienen su integridad estructural. Por lo tanto, desde un punto de vista cualitativo, el nódulo de grafito soporta el esfuerzo de compresión que le impone la matriz metálica al momento de deformarse plásticamente durante el proceso de fractura. Por su parte, la interface matriz-nódulo resulta suficientemente débil como para producirse la rotura de la misma, y la consecuente decohesión, a instancias tempranas de deformación. Contrariamente, la matriz metálica no presenta evidencias de nucleación de fisuras a nivel microestructural, al menos hasta deformaciones macroscópicas entorno al 20%. Por lo que, una vez terminado el proceso de decohesión del nódulo de grafito, la deformación plástica localizada en las regiones internodulares y en la cavidad nodular "despegada" del nódulo, resulta el mecanismo impulsor del desarrollo del daño dúctil en la matriz (ver por ejemplo el trabajo de Liu et al., 2002). Posteriormente, la competencia entre la deformación plástica y la triaxialidad de tenciones local determina la condición para la iniciación de una fisura dúctil, resultante de la nucleación y crecimiento de microhuecos que generan la fractura del material, tal como se reporta en los trabajos de (Berdin & Hausîld, 2002) y se evidencia experimentalmente en las superficies de fractura evaluadas en el Capítulo III.

5.6. Conclusiones

Se caracterizó de un modo exhaustivo las características geométricas de los nódulos de grafito, el comportamiento elasto-plástico de la matriz metálica y los micromecanismos de daño de una FGE de matriz ferrítica. Las principales conclusiones se enumeran a continuación.

- Desde el punto de vista macroscópico, se relevaron las curvas de tracción y se compararon los resultados con los reportados en la bibliografía específica para similares grado de FGE.
- A partir de la detallada caracterización geométrica de los nódulos de grafito, se determinó que, la fracción de grafito tiende a estabilizarse cuando se considera un área de observación de 213600µm² aproximadamente. La muestra debe tener al menos 28 nódulos presentes para ser asimilada como RVE desde el punto de vista de la distribución geométrica de los nódulos. Estos tamaños surgen de considerar micrografías a magnificaciones de 100X.

- Mediante técnicas de metalografía color, se identifican las zonas microsegregadas de la matriz metálica de la FGE ferrítica en estudio, resaltando el alto grado de heterogeneidad presente en las zonas LTF. Para caracterizar las propiedades de la matriz en cada una de estas zonas se desarrollan estrategias de indentación instrumentada aplicadas sobre las zonas FTF y LTF y se determinan las propiedades elásticas. Los resultados muestran que estas dos zonas diferenciadas en la matriz metálica presentan módulos de Young similares y consecuentemente, la matriz metálica puede ser asimilada como una matriz de comportamiento elástico homogéneo.
- Se realiza un exhaustivo análisis experimental para determinar las propiedades elastoplásticas de las zonas FTF y LTF de la matriz metálica. Se identifica la necesidad de especializar las metodologías propuestas en la literatura y se proponen factores de corrección para ser aplicados a las zonas FTF y LTF. Como resultado, se determinan los parámetros elasto-plásticos de las mismas. Se verifican las hipótesis planteadas mediante la combinación de resultados experimentales y modelo FEM del proceso de indentación instrumentada. El desarrollo evidencia la dificultad intrínseca en la determinación de las propiedades a partir de los métodos reportados en la literatura, particularmente considerando la dispersión experimental y fundamenta la necesidad de realizar un análisis más profundo para cada caso en particular. Los resultados permiten establecer claras diferencias en el comportamiento elasto-plástico de ambas zonas.
- Se identifica que los micromecanismos de fractura característicos para solicitaciones cuasi-estáticas resultan de una decohesión matriz-nódulo a instancias tempranas de deformación, seguido por el crecimiento de la cavidad nodular (mecanismo impulsor del desarrollo del daño dúctil en la matriz). Posteriormente, la nucleación y crecimiento de microhuecos son los mecanismos responsables de generar la fractura del material, a deformaciones cercanas al 20%.

6.1. Introducción

En este capítulo, se desarrolla un exhaustivo procedimiento para la predicción del comportamiento elástico en FGE. El procedimiento se basa en la homogeneización asintótica computacional de RVE's. Entre las diversas definiciones disponibles en la literatura (ver por ejemplo los trabajos de Hashin, 1983; Willis, 2002; Kanit et al., 2003), en este capítulo se asimila al RVE como el mínimo volumen de material cuyo comportamiento es equivalente al de un volumen de un material equivalente homogéneo. La geometría de los RVE's se toma a partir de micrografías reales, ya que este procedimiento ofrece una mejor oportunidad para simular tanto microestructuras de matrices más complejas, como así también diversas morfologías y distribuciones de grafito y, muy importante, para contemplar futuras simulaciones de fenómenos no lineales que demandan información detallada acerca de la microestructura.

El tamaño de la RVE se evalúa en términos de descriptores geométricos de la microestructura (fracción de grafito y de conteo de nódulos y tamaño) y la invariancia e isotropía de la respuesta elástica homogeneizada. Las propiedades elásticas homogeneizadas son validadas por medio de ensayos experimentales.

6.2. Homogenización computacional

El análisis de homogenización se realizó con el objetivo de determinar un tamaño de RVE que permita representar, en forma adecuada, las propiedades elásticas macroscópicas del material. Según lo reportado en la Sección 5.2.1, las dos zonas diferenciadas en la matriz metálica, FTF y LTF, presentaron propiedades elásticas muy similares. Se propone en esta instancia asimilar a las zonas FTF y LTF como un solo material, al que se lo denomina "matriz metálica", con su módulo de Young calculado como el valor medio de ambas zonas, ponderado por la fracción de área ocupada. Para la determinación de la fracción de LTF y FTF presente en la matriz metálica, se postprocesaron las metalografías color y se cuantificaron mediante el software Image-Pro Plus (ver Figura 6.1). Los resultados fueron

78% de FTF y 22% de LTF, con una dispersión de menos de 2%. En función de esto, el módulo de Young para la matriz metálica resultó

$$E_{matrix} = 217 \pm 8 \text{ GPa.} \tag{6.1}$$



Figura 6.1. Microestructura de una FGE ferritica a 50X. a) Revelada despues del ataque color en escala de grises; b) Imagen binarizada de la matriz metálica, FTF (región blanca) y LTF (región negra).

Notar que el valor medio del módulo de Young calculado en (6.1) es de aproximadamente 3% mayor que valor convencional utilizado para un acero de bajo carbono(por ejemplo AISI-1010), el cual ronda en los 210GPa. Sin embargo, la dispersión experimental concuerda razonablemente con estos valores.

Por otro lado, las propiedades del nódulo de grafito se asimilan a las propiedades elásticas de la expresión (5.4).

6.2.1. Formulación

El análisis de homogenización computacional utiliza el método de homogenización asintótico, como fue introducido por Hollister & Kikuchi, (1992). El método considera dos escalas: La escala macro, en la cual se calculan las propiedades elásticas homogeneizadas, y la escala micro, en la cual se representa la microestructura del material, ver Figura 6.2. El método asume la separación entre las escalas, lo que significa que la longitud característica de la micro-escala **l**, digamos el tamaño de los nódulos en el caso de FGE ferrítica, es mucho más pequeño que la longitud característica de la macroescala **L**.



Figura 6.2. Continuo macroscópico con un elemento de volumen representativo (EVR) local.

También se asume para la presente aplicación que el material tiene una respuesta lineal elástica en ambas, la macro y micro escala. La relación entre las tensiones y deformaciones en la macroescala están dadas en términos del tensor de rigidez homogenizado C tal que:

$$\sigma = \mathbb{C} \varepsilon , \tag{6.2}$$

donde los campos macroscópicos pueden ser computados como el volumen promedio de su contraparte microscópica sobre todo el dominio del RVE, es decir:

$$\sigma = \frac{1}{V_{RVE}} \int_{V_{RVE}} \sigma_{\mu} \, dV \, y \tag{6.3}$$

$$\varepsilon = \frac{1}{V_{RVE}} \int_{V_{RVE}} \varepsilon_{\mu} \, dV. \tag{6.4}$$

Las tensiones y deformaciones microscópicas en el RVE están dadas por

$$\sigma_{\mu} = \mathbb{C}_{\mu} \, \varepsilon_{\mu}. \tag{6.5}$$

Sin pérdida de generalidad, el campo de desplazamientos en la microescala, u_{μ} se asume de la forma

$$u_{\mu}(y) = u + \bar{u}(y) + \tilde{u}_{\mu}(y) \tag{6.6}$$

donde u es el desplazamiento en la macro-escala

$$\bar{u}(y) = \varepsilon \cdot y \tag{6.7}$$

lineal donde y es la coordenada micro en el EVR, y \tilde{u}_{μ} es una fluctuación del desplazamiento. El campo de deformación microscópico asociado al campo de desplazamiento en la ecuación (6.5) es:

$$\varepsilon_{\mu} = \varepsilon + \tilde{\varepsilon}_{\mu} .$$
 (6.8)

Aunque el método de homogeneización asintótica es rigurosamente válido para microestructuras periódicas, es decir, aquellas compuestas por celdas unitarias reiteradas en el dominio, Terada et al., (2000) mostraron que las condiciones de contorno periódicas se podrían aplicar en medios heterogéneos no-periódicos para estimar las propiedades mecánicas. De hecho, se demostró que los resultados obtenidos por medio de otras técnicas convergen a los resultados obtenidos utilizando condiciones de contorno periódicas, cuando el tamaño de la muestra es lo suficientemente grande.

En general, el campo de deformación en la escala macro no se conoce a priori. Sin embargo, ya que el problema es lineal, cualquier ε arbitraria puede ser escrita como una combinación lineal de las deformaciones unitarias, que se define como

$$\varepsilon_{pm}^{11} = \begin{bmatrix} 1 & 0 \\ 0 & 0 \end{bmatrix}, \ \varepsilon_{pm}^{22} = \begin{bmatrix} 0 & 0 \\ 0 & 1 \end{bmatrix} and \ \varepsilon_{pm}^{12} = \begin{bmatrix} 0 & 1 \\ 1 & 0 \end{bmatrix}.$$
(6.9)

Una vez que los tres estados de deformaciones microscópicas son conocidos, el tensor de estructura local \mathbb{M}_{ijpm} , el cual relaciona la deformación macroscópica ε_{pm}^{kl} y la deformación microscópica $\varepsilon_{\mu_{ij}}^{kl}$, se calcula como:

$$\varepsilon_{\mu_{ij}}^{kl} = \mathbb{M}_{ijpm} \varepsilon_{pm}^{kl}. \tag{6.10}$$

Una vez que M es conocido, la deformacion local a cualquier punto dentro del RVE puede ser calculada para una deformación arbitraria macroscópica homogénea como:

$$\varepsilon_{\mu} = \mathbb{M} \varepsilon. \tag{6.11}$$

El tensor de elasticidad homogenizado \mathbb{C} puede también ser calculado a partir de M. Partiendo de la ley de Hooke a un nivel macroscópico (6.4), ambos lados son integrados sobre el RVE y divididos por el total del volumen del RVE resultando:

$$\frac{1}{V_{EVR}} \int_{V_{EVR}} \sigma_{\mu} \ dV = \frac{1}{V_{EVR}} \int_{V_{EVR}} \mathbb{C}_{\mu} \ \varepsilon_{\mu} \ dV.$$
(6.12)

Sustituyendo ϵ_{μ} por el resultado en (6.11) y recordando (6.3) y (6.4) se obtiene:

$$\sigma = \left(\frac{1}{V_{RVE}} \int_{V_{RVE}} \mathbb{C}_{\mu} \mathbb{M} \, dV \right) \varepsilon, \tag{6.13}$$

donde el tensor de rigidez homogenizado es:

$$\mathbb{C} = \frac{1}{V_{EVR}} \int_{V_{EVR}} \mathbb{C}_{\mu} \mathbb{M} \, dV.$$
(6.14)

En general, el tensor de rigidez \mathbb{C} es anisótropo. Sin embargo, la evidencia experimental muestra que las FGE presenta una respuesta isotrópica en la macroescala. En consecuencia, se propuso determinar tanto el módulo de Young como el módulo de Poisson a partir de la componente isotrópica de \mathbb{C} , y utilizar la anisotropía de \mathbb{C} como un indicador de la representatividad de los resultados. Entre otras posibilidades (Browaeys et al., 2004; Dinçkaln et al., 2010; Ta et al., 2010), el tensor \mathbb{C}^{iso} de un material isotrópico para la condición de deformación plana en dos dimensiones puede ser descripto usando el módulo de corte μ :

$$\mathbb{C}^{iso} = 2\kappa \mathbb{S} + \sqrt{5}\mu \mathbb{D},\tag{6.15}$$

donde S y \mathbb{D} son respectivamente el tensor esférico y desviador normalizados respectivamente.

$$S = \frac{1}{2} \begin{bmatrix} 1 & 1 & 0 \\ 1 & 1 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{bmatrix}$$
(6.16)

у

$$\mathbb{D} = \frac{1}{\sqrt{5}} \begin{bmatrix} 1 & -1 & 0\\ -1 & 1 & 0\\ 0 & 0 & 1 \end{bmatrix}.$$
 (6.17)

Los tensores $S y \mathbb{D}$ son un par ortogonal para el producto escalar asociado a la norma de Frobenius. Entonces, el tensor de rigidez isotrópica equivalente más cercano a \mathbb{C} , que se denota como \mathbb{C}_{eq}^{iso} , puede ser calculado por la siguiente proyección:

$$2\kappa_{eq}^{iso} = \langle \mathbb{C}, \mathbb{S} \rangle, \tag{6.18}$$

$$\sqrt{5}\mu_{eq}^{iso} = \langle \mathbb{C}, \mathbb{D} \rangle \tag{6.19}$$

у

$$\mathbb{C}_{eq}^{iso} = 2\kappa_{eq}^{iso}\mathbb{S} + \sqrt{5}\mu_{eq}^{iso}\mathbb{D}.$$
(6.20)

Los símbolos κ_{eq}^{iso} y μ_{eq}^{iso} en las ecuaciones anteriores son los módulos de compresibilidad y de corte del tensor isotrópico equivalente. Bajo una condición de deformación plana, los módulos de corte y compresibilidad equivalentes están relacionados con el módulo de Young y el coeficiente de Poisson a través de:

$$\kappa_{eq}^{iso} = \frac{E}{2(1-2\nu)(1+\nu)}$$
(6.21)

у

$$\mu_{eq}^{iso} = \frac{E}{2(1+\nu)} \tag{6.22}$$

Finalmente, el índice propuesto por Ta et al., (2010), perteneciente a [0,1], es utilizado para evaluar la anisotropía del tensor elástico homogenizado,

$$I_a = \sqrt{\frac{\left\|\mathbb{C} - \mathbb{C}_{eq}^{iso}\right\|_F^2}{\|\mathbb{C}\|_F^2}},\tag{6.23}$$

donde $\|\cdot\|_F^2$ denota la norma de Frobenious. Por ejemplo, $I_a = 0$ indica isotropía y a medida que el valor se incrementa, también lo hace el nivel de anisotropía, en el límite $I_a = \infty$.

6.2.2. Implementación

El procedimiento anterior se implementó en el contexto de FEM y codificado en Matlab[®]. Los campos de deformaciones microscópicas para las tres deformaciones unitarias de la ecuación (6.9) se calcularon mediante modelos de elementos finitos de RVE's de forma rectangular. Las geometrías del modelo se generan automáticamente a partir de las micrografías experimentales como las observadas en la Figura 6.3. Los modelos se discretizaron utilizando elementos lineales regulares. El valor de las propiedades elásticas C_{μ} de cada elemento se especificó dependiendo de si se encuentra en la posición de la matriz o nódulo de grafito. Las condiciones de contorno para cada uno de los casos de carga se establecieron mediante la ecuación (6.7) con el valor de ε correspondiente. La periodicidad de la solución se cumple estableciendo condiciones de contorno periódicas.

Los detalles de implementación se pueden encontrar en Barbero, (2008). La estructura del tensor M se computó en el centroide de cada elemento a partir de los valores ε_{pm}^{kl} en (6.9). Con este fin, se estableció un sistema de ecuaciones para cada caso de carga, utilizando las deformaciones macroscópicas ε_{pm}^{kl} y su correspondiente $\varepsilon_{\mu_{ij}}^{kl}$ en la microescala. Aprovechando las simetrías en ε_{pm}^{kl} , $\varepsilon_{\mu_{ij}}^{kl}$ and \mathbb{M}_{ijpm} , \mathbb{M}_{ijpm} se calculó resolviendo tres juegos de ecuaciones matriciales.

$$\begin{cases} \varepsilon_{ij}^{11} \\ \varepsilon_{ij}^{22} \\ \varepsilon_{ij}^{12} \\ \varepsilon_{ij}^{12} \end{cases} = \begin{bmatrix} \varepsilon_{\mu 11}^{11} & \varepsilon_{\mu 22}^{11} & 2\varepsilon_{\mu 12}^{11} \\ \varepsilon_{\mu 11}^{22} & \varepsilon_{\mu 22}^{22} & \varepsilon_{\mu 12}^{22} \\ \varepsilon_{\mu 11}^{12} & \varepsilon_{\mu 22}^{12} & \varepsilon_{\mu 12}^{12} \end{bmatrix} \begin{cases} \mathbb{M}_{ij11} \\ \mathbb{M}_{ij22} \\ \mathbb{M}_{ij12} \end{cases}.$$
(6.24)

Una vez \mathbb{M} es conocido, el tensor de rigidez homogenizado se calculó utilizando (6.14). Dado que solo un valor de \mathbb{M}_{ijkl} y $\mathbb{C}_{\mu ijkl}$ es dado por cada elemento, la integral en (6.14) fue aproximada mediante la suma

$$\mathbb{C} = \frac{1}{\sum_{p=1}^{N} V_i} \sum_{p=1}^{N} \mathbb{C}^p_\mu \mathbb{M}^p V_i, \tag{6.25}$$

donde N es el número de elementos de la discretización del EVR y V_i son sus volúmenes. Los cómputos anteriores fueron realizados para un completo juego de micrografías introducidas en la Sección 5.2.2. Un ejemplo en cada tamaño de celda microestructural se ilustra en la Figura 6.3.
Se estudió en primer lugar el efecto del tamaño de elemento en el valor del módulo de elasticidad homogeneizado. Dado el carácter aleatorio de las microestructuras, se analizaron seis geometrías diferentes (ver Figura 6.3).



Figura 6.3. Celdas microestructurales utilizadas para evaluar la convergencia en función del tamaño de elemento.

Los resultados del análisis de convergencia en función del tamaño de elemento se muestran en la Figura 6.4.



Figura 6.4. Convergencia de los modelos FEM en función del tamaño de elemento, para seis diferentes celdas microestructurales.

Se evidencia una pérdida de linealidad de los resultados relacionado con el tamaño promedio de los nódulos de la familia que más se repiten (35µm aproximadamente). A su vez, y en todos los casos evaluados, los resultados indican una tendencia lineal para tamaño de

elementos tendiendo a cero. Esta convergencia lineal está asociada a la mejora en la representación de la geometría del modelo, sin embargo, en vistas de la dispersión experimental y en un modo conservativo, se seleccionó para todos los modelos evaluados, un tamaño de elemento $1\mu m$. Este tamaño de elemento permite discretizar los nódulos pertenecientes a la familia de menor tamaño con al menos 80 elementos. En la Figura 6.5, se observa, a modo de ejemplo, un detalle de un área de la microestructura discretizada.



Figura 6.5. Detalle de un RVE discretizado con elementos de tamaño s=1µm.

6.3. Resultados

La Figura 6.6 representa los resultados para el módulo de Young homogeneizado y el módulo de Poisson en términos del tamaño de la muestra (área de análisis). Cada punto en el grafico es el promedio de seis modelos FEM para cada área de análisis; las barras de error indican la dispersión de los resultados. Se puede observar que los valores para ambos, E y v convergen hacia valores constantes a medida que el área de las muestras aumenta. Al mismo tiempo, la dispersión de los resultados disminuye monótonamente desde 21GPa hasta 7GPa para el módulo de Young y de 0.00721 a 0.00226 con el incremento del área de la muestra. Un ejemplo de los tamaños de celda microestructural considerados se ilustra en la Figura 6.7.



Figura 6.6. Resultados de los parámetros elásticos homogenizados como una función del área de análisis. El tamaño del elemento es s=1µm. Las barras de error indican la dispersión de los resultados de las observaciones de seis diferentes geometrías para cada área de análisis. Las etiquetas indican la magnificación asociada al área de análisis. a) Módulo de Young; b) Módulo de Poisson.



Figura 6.7. Tamaños de celda microestructural utilizados. a) $50X / 8,54x10^5 \ \mu m^2$; b) $100X / 2,14 \ x10^5 \ \mu m^2$; c) $200X / 0,534 \ x10^5 \ \mu m^2$; d) $500X / 0.0854 \ x10^5 \ \mu m^2$.

La dependencia de los resultados con el tamaño de la muestra también se aborda en términos de anisotropía. Los resultados para el índice de la anisotropía, I_a , se presentan en la Figura 6.8. Se puede observar que, al igual que para E y v anteriormente, el índice de anisotropía converge y su dispersión disminuye con el incremento del tamaño de muestra.

Los resultados anteriores permiten observar que las muestras de más de 0,213mm² (esto es, las correspondientes a aumentos de 100X) resultan en el cálculo de las propiedades elásticas isótropas de independientes del tamaño, con valores de dispersión menores al 4%. En otras palabras, para esta configuración microestructural, el RVE debe contener un mínimo de 28 nódulos (ver Tabla 5.1).

El tensor de rigidez homogenizado para el RVE es:

$$\mathbb{C} = \begin{bmatrix} 210,7741 & 84,2951 & 0,28534 \\ 84,2951 & 215,2425 & 0,0039 \\ 0,28534 & 0,0039 & 63,8648 \end{bmatrix}.$$
 (6.26)

El índice de anisotropía asociado para el RVE $I_a = 0,00886 \pm 0,00226$. Con el fin de interpretar cuantitativamente este último resultado, hay que considerar por ejemplo, que el valor del índice de anisotropía para un tensor elástico ortotrópico con $E_1 = 2E_2$ es $I_a = 0,311$; para $E_1 = 1,2E_2$ es $I_a = 0,086$ y para $E_1 = 1,02E_2$ es $I_a = 0,009$.



Figura 6.8. Resultado del índice de anisotropía como una función del área de análisis. Las barras de error indican la dispersión de los resultados de las observaciones de seis diferentes geometrías para cada área de análisis. Las etiquetas indican la magnificación asociada al área de análisis.

Los valores homogenizados asociados para el módulo de Young y el coeficiente de Poisson para una FGE de matriz ferrítica resultan:

$$E = 171 \pm 7 GPa$$
 (6.27)

у

$$\nu = 0.282 \pm 0.001 \tag{6.28}$$

respectivamente.

Como consecuencia de la comparación de los resultados en (6.27) y (6.28) con los datos de la Tabla 5.2, resulta que el valor medio para el módulo de Young homogeneizada presenta una discrepancia menor del 2% con respecto al valor experimental. Del mismo modo, la discrepancia entre los valores homogeneizados y los valores de referencia para la relación de Poisson es menor que 1%.

El resultado para el módulo de Young también es comparado con el la estimación analítica utilizada por otros autores en FGE (Boccardo et al., 2012; Barbero, 2008), la cual está basada en los estudios de Boccaccini et al., (1997), y que utiliza una formulación analítica desarrollada por Mazilu et al., (1990), para estudiar la influencia de la fracción, forma y volumen de los nódulos de grafito en el módulo de Young. La solución analítica planteada es:

$$E_{Boccaccini} = E_{matrix} \left\{ 1 - \frac{\pi}{9A} \left[9 - \frac{1}{1+1.99C} - \frac{3}{1+1.68C} - \frac{1/5}{1+1.04C} \right] \right\}$$
(6.29)

donde

$$A = \frac{\left(\frac{4\pi}{C_{i}}\right)^{\frac{2}{3}} \left(\frac{z}{x}\right)^{-\frac{1}{3}}}{\sqrt{1 + \left(\left(\frac{z}{x}\right)^{-2} - 1\right) \cos^{2}\alpha_{i}}}$$
(6.30)

$$B = \left(\frac{4\pi}{c_i}\right)^{\frac{1}{3}} \left(\frac{z}{x}\right)^{\frac{1}{3}} \sqrt{1 + \left(\left(\frac{z}{x}\right)^{-2} - 1\right)\cos^2\alpha_i}$$
(6.31)

У

$$C = \frac{1}{B} \left\{ \frac{E_{matrix}}{E_{nodule}} - 1 \right\},\tag{6.32}$$

donde $cos^2 \alpha_i$, que describe la orientación de los nódulos, toma el valor $cos^2 \alpha_i = 0,33$ para el presente caso (orientación estadísticamente al azar) ; c_i es la fracción de los nódulos de grafito; y z/x es la relación de aspecto de los nódulos. La expresión (6.29) es evaluada en toda la zona de análisis (véase la Figura 6.5a), utilizando los valores experimentales para E_{matrix} and E_{nodule} en las expresiones (6.1) y (5.4), respectivamente; y los datos de la fracción de volumen de grafito y la relación de aspecto del análisis micrográfico de los nódulos, véase la Tabla 5.1.

El valor resultante correspondiente al tamaño del EVR es

$$E_{Boccaccini} = 176 \pm 6 \, GPa \tag{6.33}$$

Este valor, presenta una desviación del 4% con respecto a los resultados del procedimiento de homogenización.

6.4. Conclusiones

En este capítulo, se presenta un procedimiento general para la predicción del comportamiento elástico de FGE ferrítica por medio de análisis multiescala. El procedimiento combina el análisis micrográfico para obtener directamente los datos geométricos para los modelos micromecánicos, y un análisis computacional de homogeneización asintótica para calcular la respuesta elástica en la macroescala. También se utilizan como datos de entrada, las propiedades elásticas de los microconstutiyentes determinadas en el Capítulo V, mediante la utilización de ensayos de indentación instrumentada.

- El RVE está dimensionado en términos de la anisotropía del tensor elástico macroscópico homogeneizado y la invariancia y la dispersión de los valores homogeneizados para el módulo de Young y la relación de Poisson. En concordancia con los resultados reportados para la caracterización geométrica de los nódulos de grafito en la Sección 5-2.2, se concluye que para poder ser asimilada a un RVE, una muestra debe contener, al menos, 28 nódulos, en una superficie de alrededor de 213.000µm2. Muestras de estas características se obtienen de micrografías magnificadas 100 veces (100x). RVE's de este tamaño permiten el cálculo de tensores elásticos macroscópicos con un grado de anisotropía menor al 1%. El módulo de Young asociado y el coeficiente de Poisson tienen dispersiones de 4% y 1% respectivamente.
- En concordancia con otros autores, véase, por ejemplo Carazo et al., (2014), se encontró que la influencia del tamaño de RVE es más notable en el módulo de Young que en la relación de Poisson.
- Los valores homogeneizados para el módulo de Young y la relación de Poisson están en excelente acuerdo con los resultados experimentales utilizados para la validación. Las desviaciones entre las predicciones numéricas y las mediciones son menos de 2%. También hay un muy buen acuerdo, menos que 5% de diferencia, entre las predicciones numéricas y las estimaciones de análisis para el módulo de Young debido a Boccaccini, (1997).

• El procedimiento propuesto se puede aplicar inmediatamente a la caracterización elástica de microestructuras más complejas, con más fases presentes en la microestructura; como son los casos de FGE perlítica o ausferrítica (ADI).

Análisis multiescala del daño temprano en FGE ferrítica

7.1. Introducción

En este capítulo se analiza el comportamiento mecánico de FGE mediante técnicas de análisis multiescala, considerando el régimen elastoplástico y eventos de daño a nivel microestructural. El análisis se lleva a cabo utilizando una Formulación Multiescala Orientada a la Falla (FMOF) propuesta por Sánchez et al., (2013) implementada en un esquema de elementos finitos. Se modela la respuesta σ vs ε macroscópica y la evolución del daño a nivel microestructural, consistente del despegue gradual y decohesión final del nódulo de grafito, hasta el 1% de la deformación macroscópica (de aquí en adelante, a esta etapa del proceso de fractura se la denominará "daño temprano"). Este análisis se realiza bajo la hipótesis de pequeñas deformaciones.

El modelo en la microescala se alimenta con los datos de la caracterización elastoplástica de los microconstituyentes y la evaluación de los micromecanismos de daño durante el proceso de fractura, desarrollados en las Secciones 5.4 y 5.5. Los resultados se comparan con los perfiles de fractura obtenidos en el Capítulo IV y con la evidencia experimental reportada en la bibliografía. Por su parte, el comportamiento en la macroescala se compara con los datos experimentales resultantes del ensayo de tracción, presentados en la Sección 5.3.

7.2. Modelo multiescala orientado a falla

La FMOF brinda una respuesta homogeneizada objetiva durante toda la historia de carga del material, lo que permite modelar la falla de un material utilizando el concepto de RVE. La FMOF representa un avance respecto de la utilización de las metodologías multiescala clásicas aplicadas a la degradación de materiales (ver Sánchez et al., 2013).

La FMOF se identifica como una herramienta apta para modelar el proceso de fractura de FGE. Su aplicación en esta tesis surge de la colaboración con sus autores, el Dr. Alfredo Huespe y el Dr. Pablo Sánchez⁷, quienes facilitaron generosamente la implementación computacional y la adecuaron según los requerimientos específicos de este trabajo.

⁷ Investigadores del Centro de Investigación de Métodos Computacionales (CIMEC) - CONICET

A continuación, se listan las principales características de la implementación:

- Está implementada en el entorno MATLAB[®], lo que facilitó la integración con otras rutinas implementadas en este trabajo para el pre y pos procesamiento de los modelos.
- Flexibilidad en la imposición de restricciones cinemáticas a nivel del RVE.
- Diversidad de modelos constitutivos, en este aspecto se diferencian modelos fenomenológicos convencionales y modelos constitutivos que encapsulan el proceso de salto de escala y homogeneización.
- Diversidad de tipologías de elementos finitos, incluyendo la posibilidad de combinar elementos convencionales con elementos con discontinuidades embebidas.
- Desarrollo de una estructura de datos flexible y apropiada que soporta cálculo distribuido.

En la sección siguiente, se presenta una descripción general de la FMOF.

7.2.1. Formulación Multiescala Orientada a Falla.

En la FMOF, la respuesta constitutiva de un punto en la escala macroscópica queda completamente definida mediante dos regímenes mecánicos claramente diferenciados (ver Figura 7.1). Un régimen estable ($t < t_N$), previo a la nucleación de la fisura a nivel macroscópico y un régimen inestable ($t > t_N$), luego de la nucleación. Así, la solución al problema de equilibrio macro requiere la utilización de dos modelos multiescala:

- Un Modelo Multiescala Clásico (MMCl) para la parte regular del dominio macro, es decir para la región cuyos puntos tienen comportamiento estable (t < t_N). Es interesante notar que este régimen admite nucleación y propagación de daño en la escala microestrcutural.
- Un Modelo Multiescala Cohesivo (MMCo) para los puntos ubicados sobre la fisura macro, es decir, para la región cuyos puntos tienen comportamiento inestable (t > t_N). En esta región se nuclea la fisura a nivel macroestructural con la consecuente pérdida de capacidad de carga.



Figura 7.1. Esquema de la respuesta constitutiva completa para la FMOF. a) Dominio macro durante el régimen estable del material; b) Respuesta de la tensión homogenizada en función de la deformación insertada en el dominio micro para el régimen estable); c) Dominio macro durante el régimen inestable del material; d) Respuesta constitutiva del elemento cohesivo en la escala macro para el régimen inestable.

Sobre la base de lo mencionado en la Sección 7.1, este trabajo queda comprendido en el régimen estable, el cual utiliza un procedimiento convencional de homogeneización, ampliamente aceptado y bien establecido en la literatura (De Souza Neto & Feijóo 2006, 2008 y 2011; Peric et al., 2011). Los detalles de la formulación como también los de la implementación de elementos finitos se pueden ver en Toro (2013) y Sánchez et al., (2013).

7.2.2. Descripción General de la implementación

En este análisis, se mantiene la misma convención del Capítulo VI para identificar las variables en la macro y micro escala. Así, se identificará a las tensiones y deformaciones en la macroescala como σ y ϵ y en la microescala como σ_{μ} y ϵ_{μ} .

La respuesta macroscópica σ vs ε surge de considerar el esfuerzo y la deformación en el punto de integración de un elemento triangular de tensión constante, sometido a tracción uniaxial, como el que se ilustra en la Figura 7.2.



Figura 7.2. Detalle del modelo utilizado en la macroescala.

En la escala microestructural, la geometría del modelo se especifica a partir de las micrografías obtenidas en forma experimental. En la malla de elementos finitos, se utilizan elementos cuadriláteros lineales y elementos cohesivos en las interfaces. Cada "set" de elementos se caracteriza por un modelo constitutivo, el cual se selecciona en función del comportamiento mecánico de las fases. Para el caso de interés de este trabajo, se selecciona los siguientes modelos constitutivos:

• Elementos pertenecientes a la matriz metálica que siguen un modelo de elastoplasticidad J2 con endurecimiento isótropo del tipo

$$\sigma(\varepsilon) = \sigma_{\rm ys} + \theta H \varepsilon_p + (\sigma_{\infty} - \sigma_0) [1 - e^{(-\delta \varepsilon_p)}]$$
(7.1)

donde $H \ge 0$, $\sigma_{\infty} \ge \sigma_0 \ge 0$, y $\delta \ge 0$ son constantes del material, θ es un coeficiente que permite activar ($\theta = 1$) o desactivar ($\theta = 0$) la parte lineal de la respuesta (en nuestro caso $\theta = 1$) y ε_p es la deformación plástica equivalente que define el endurecimiento isotrópico de la superficie de fluencia de Von Mises. (Simo & Hughes, 2000).

- Elementos pertenecientes al nódulo de grafito que siguen un modelo de elasticidad lineal, caracterizado por el módulo de Young (E), el coeficiente de Poisson (v)
- En cuanto a los sets de elementos de interfaces Matriz-Nódulo (M-N) que siguen un modelo de daño "cohesivo", caracterizado con una tensión crítica (σ_{crítica}), una energía

de fractura (G_f) y con una curva de degradación exponencial según se esquematiza en la Figura 7.3. El modelo calcula la pendiente inicial de la curva exponencial de ablandamiento mediante un método de regularización constitutiva basado en el concepto de Smeared Crack Approach (SCA) (Rots ,1988), tal que, dada la $\sigma_{crítica}$, se obtenga la G_f. Para más detalles ver Sánchez et al., (2013).



Figura 7.3. Curva de degradación del modelo cohesivo utilizado en la interface M-N.

7.3. Implementación del modelo

7.3.1. Discretización del modelo a escala micro

Al igual que lo reportado en la Sección 6.2.2, la geometría del problema se generó a partir de microestructuras relevadas experimentalmente siguiendo las técnicas metalográficas convencionales reportadas en la Sección 3.2.1 y las metodologías de post-procesamiento reportadas en la Sección 5.2.2. El mallado de la geometría se realizó utilizando elementos cuadriláteros en una malla irregular. Posteriormente, se asignaron las condiciones de contorno periódicas, se generaron las interfaces cohesivas, se diferenciaron los "sets de elementos" y se ingresaron las propiedades mecánicas de cada uno de ellos. Como resultado, se identifican los elementos de la matriz metálica asociados a las zonas FTF, los nódulos de grafito y la correspondiente interface cohesiva M-N. Esta secuencia de trabajo se ilustra en la Figura 7.4.



Figura 7.4. Secuencia de trabajo para el desarrollo del modelo computacional multiescala en la microescala. Tamaño de celda microestructural de 100X. a)Microestructura Binarizada; b) Generación de geometría; c)Generación de Malla de elementos cuadrilateros lineales, d)Asignación de condiciones de contorno periodicas y generacion de interfaces cohesivas; e)Modelo microestructural resultante; f) Detalle de la interface M-N. Los distintos colores asignados representan los diferentes sets de

elementos.

7.3.2. Asignación de propiedades a los sets de elementos

La asignación de las propiedades de los materiales para los tres sets de elementos es como siguen:

• Para los elementos pertenecientes a la matriz metálica, se utilizaron las propiedades elasto-plásticas determinadas en la Sección 5.4.4. Para esto, se calcularon las constantes del material según el modelo dado en la expresión (7.1). Las curvas resultantes del ajuste se grafican en la Figura 7.5. Los valores de las constantes del material se reportan en la Tabla 7.1.



Figura 7.5. Curvas $\sigma_{verdadera}$ vs $\varepsilon_{verdadera}$ resultantes del análisis inverso desarrollado en la matriz metálica de la FGE ferrítica y el posterior ajuste según (7.1). (a) FTF; (b) LTF.

Set	Modelo de daño	Parámetros característicos						
		E [GPa]	v	σ _{ys} [MPa]	σ_{∞} [MPa]	σ ₀ [MPa]	δ	H [MPa]
FTF	Elastoplasticidad J2 (7.1)	212	0,3	300	450	280	0,9	9
LTF		236	0,3	650	580	380	0,55	7

 Tabla 7.1. Parámetros del modelo elastoplástico de la expresión (7.1), para ambas zonas de la matriz metálica.

 Para los nódulos de grafito, se utilizaron las propiedades elásticas determinadas en la Sección 5-4.3 (ver expresión 5.2). Para caracterizar las interfaces cohesivas, se necesitan los valores de σ_{crítica} y G_f, los cuales resultan sumamente complejos de determinar experimentalmente y para los que no existen datos reportados en la bibliografía. En consecuencia, la caracterización de la interface M-N será objeto de estudio en el análisis de la proxima sección.

7.4. Análisis multiescala

7.4.1. Estrategia de análisis

Se propone utilizar el modelo multiescala como herramienta para estudiar la evolución del daño, utilizando como parámetros la $\sigma_{crítica}$ y G_f de la interface M-N. Para esto, se resolvieron sucesivos modelos multiescala con distintas combinaciones de σ crítica y G_f y los resultados se analizaron comparando su comportamiento con la evidencia experimental en las escalas macro y micro. Se utilizó el RVE de 100X, el cual resultó del análisis elástico del Capítulo VI, asumiendo que el daño localizado en el rango de deformaciones evaluado no lo invalida. Luego, se verificará esta hipótesis.

Las combinaciones de $\sigma_{crítica}$ y G_f que se utilizaron en cada uno de los modelos se seleccionan según el siguiente criterio:

- Para las σ_{crítica}, se consideraron valores entre la tensión de rotura del nódulo de grafito, la cual ronda en 100MPa (Basso et al., 2009) y la tensión de fluencia de la zona FTF (ver Tabla 7.1). Los valores adoptados son:
 - $\sigma_{crítica} = 140 MPa (A)$
 - $\sigma_{crítica} = 180 MPa (B)$
 - $\sigma_{crítica} = 220 MPa (C)$
- Para las G_f, se consideraron valores entre la energía de fractura del nódulo de grafito, la cual ronda en los 250N/m y la energía de fractura de acero de bajo carbono, el cual ronda en los 10.000N/m (Basso et al., 2009). Los valores adoptados son
 - $G_f = 250 \text{N/m}(1)$
 - $G_f = 2.500 \text{N/m} (2)$
 - $G_f = 10.000 \text{N/m}(3)$

Como resultado, se obtuvieron nueve combinaciones de propiedades de las interfaces, cuyos valores se listan en la Tabla 7.2

Modelo	Interface	σ _{crítica} [Mpa]	G _f [N/m]		
A1		140			
B 1		180	250		
C1		220			
A2		140			
B2	M-N	180	2.500		
C2		220			
A3		140			
B3		180	10.000		
C3		220			

Tabla 7.2. Parámetros de la interface M-N utilizados en el análisis inverso.

Por otro lado, se evalúa un caso de referencia (Po) sin decohesión M-N, es decir, sin la interface cohesiva M-N.

7.4.2. Respuesta macroscópica

Los resultados de σ vs ε del análisis multiescala a nivel macro se observan en la Figura 7.6. En cada caso, se comparan los resultados con la curva experimental determinada en la Sección 5-3.1. De este análisis resulta:

- La respuesta macroscópica hasta valores entorno al ϵ =0,45% no es sensible a las variaciones en G_f ya que, a pesar de variar ésta en hasta dos órdenes de magnitud (modelos 1 y 3), las curvas se superponen de manera sistemática (ver Figuras 7.6a, b y c). Para ϵ >0,45%, las curvas para G_f=250N/m (modelos 1) evidencian una significativa perdida de resistencia respecto de las curvas para G_f=2.500N/m y 10.000N/m (modelos 2 y 3).
- La respuesta macroscópica es sensible a σ_{crítica} (comparar modelos A y C). Se puede observar que σ_{crítica}=140MPa (modelo A) resulta en curvas por debajo de la respuesta en σ vs ε experimental, mientras que σ_{crítica}=220MPa (modelo C) resulta en curvas por encima (ver por ejemplo Figura 7.6d).

Del análisis anterior, resulta que valores de G_f entre 2.500-10.000N/m y $\sigma_{crítica}$ =180MPa (modelos B2 y B3) presentan los mejores ajustes con las curvas experimentales.

En la Figura 7.7, se comparan las respuestas de los modelos para los casos Po y B2 con la experimental. Se evidencia un cambio notorio en el comportamiento macroscópico como consecuencia del desarrollo de la descohesión M-N, lo que contribuye a validar el papel central que juega la decohesión de los nódulos en el comportamiento del material.



Figura 7.6. Comparación entre las curvas σ vs ε resultantes del modelo multiescala para $G_f=250$, 2.500 y 10.000N/m (casos 1, 2 y 3 respectivamente) con la curva experimental. Las barras de error en la curva experimental indican la dispersión de los resultados. a) $\sigma_{crítica}=140$ Mpa; b) $\sigma_{crítica}=180$ Mpa; c) $\sigma_{crítica}=220$ Mpa. d) $\sigma_{crítica}=140$, 180 y 220Mpa (casos A, B y C respectivamente) con $G_f=2.500$ N/m.



Figura 7.7. Comparación entre las curvas σ vs ε resultantes del modelo multiescala con G_f=2.500N/m y $\sigma_{crítica}$ =180MPa (modelo B2), la curva sin daño en la interface M-N (Po) y la curva experimental. Las barras de error en la curva experimental indican la dispersión de los resultados.

7.4.3. Respuesta microscópica

En las Figuras 7.8, se observan las curvas de σ vs ε resultantes del modelo multiescala con $\sigma_{crítica}$ =180MPa y G_f= 2.500N/m (modelo B2), mientras que en la Figura 7.9 se presenta el detalle de la evolución del daño a nivel microestructural. En la Figura 7.9-I, se observan nódulos de grafito que presentan daño en la interface M-N (caracterizado por el color rojo intenso) y la localización de las deformaciones en zonas internodulares, generando una banda de deformación plástica localizada (BDPL). En esta instancia, todos los nódulos ubicados en la BDPL presentan daño en sus interfaces (de aquí en más se identificará este instante como *inicio de decohesión*, asociado a una σ_{inicio} y ε_{inicio} en la escala macro). También se evidencian nódulos por debajo de la BDPL que no presentan daño en su interface. Resulta interesante notar que, a pesar de estar en ɛ del orden de 0,1%, las deformaciones plásticas en la escala micro son un orden de magnitud superior. En la Figura 7.9-II, se observa cómo evoluciona el daño. Se identifican nódulos con decohesión M-N completa en todo su contorno y nódulos todavía ligados a la matriz. Al igual que en el caso anterior, los nódulos que no forman parte de la BDPL no presentan signos de decohesión. A medida que el proceso de daño avanza, ver Figura 7.9-III, se produce el instante en el que todos los nódulos ubicados sobre la BDPL están completamente despegados de la matriz (este instante se identificará en lo que sigue como *fin de decohesión*, asociados a una σ_{fin} y ε_{fin} en la escala macro) y un consecuente cambio de pendiente en la respuesta macroscópica. Se evidencia deformaciones plásticas en la escala micro del 7% aproximadamente. A partir de este punto, solo se desarrolla deformación plástica en la matriz y la decohesión de algunos nódulos que no se encuentran ubicados en la BDPL (ver Figura 7.9-IV). Los valores aproximados de σ y ϵ observados en las Figuras 7.9-I y III concuerdan con lo reportado en los trabajos de Dong et al., (1997) y Bonora et al., (2005).

Por otro lado, al comparar el modelo en la microescala para el instante de fin de decohesión con el perfil de fractura resultante de la superficie de fractura de la FGE ferrítica en la misma magnificación (100X), se observan grandes similitudes (ver Figura 7.10). Se evidencian nódulos que participan activamente en la generación de la BDPL y consecuentemente, localizan el daño a nivel microesteructural, junto con nódulos que, aparentemente, no tienen influencia en el proceso de fractura y mantienen la cohesión con la matriz.



Figura 7.8. Comparación entre las curva de σ vs ε resultante del modelo multiescala para $\sigma_{crítica}$ =180MPa y G_f=2.500N/m y la curva experimental. Las barras de error en la curva experimental indican la dispersión de los resultados.





Figura 7.9. Evolución del daño microestructural en el modelo con las propiedades $\sigma_{crítica}=180$ Mpa y $G_f=2.500$ N/m para los estadíos I-IV. Las zonas blancas evidenciadas entre elementos, son regiones que mantienen la continuidad matemática del problema.



Figura 7.10. Comparación a escala micro entre los resultados numéricos y los perfiles de fractura resultantes del desarrollo experimental del Capítulo IV.

De la misma forma, en las Figuras 7.11 y 7.12 se ilustra el daño microestructural, para el modelo con igual $\sigma_{crítica}$ (180MPa) pero con una G_f=250N/m (modelo B1).



Figura 7.11. Comparación entre las curva de σ vs ε resultante del modelo multiescala para $\sigma_{crítica}=180$ MPa y G_f=250N/m y la curva experimental. Las barras de error en la curva experimental indican la dispersión de los resultados.





Figura 7.12. Evolución del daño microestructural en el modelo con las propiedades $\sigma_{crítica}$ =180MPa y G_f= 250N/m para los estadíos I-IV. Las zonas blancas evidenciadas entre elementos, son regiones que mantienen la continuidad matemática del problema.

El comportamiento general es análogo al del caso del modelo B2 (ver Figuras 7.9 y 7.10). Sin embargo, de la comparación minuciosa de la evolución del daño en ambas microestructuras (decohesión M-N y deformación plástica equivalente), se identifican las siguientes diferencias:

- El modelo B2, presenta una mayor cantidad de interfaces M-N dañadas fuera de la BDPL respecto del modelo B1. En particular, en la Figura 7.13, se compara el daño en la interface M-N para los modelos B1 y B2, para ε=0.7%. Se observa el detalle de un nódulo que se encuentra, en el caso de G_f=2.500N/m (modelo B2) con una decohesion completa, mientras que para G_f=250N/m (modelo B1), solo se observa daño en una zona de la interface. En la Figura 7.13b, se identifican también otros nódulos con similares comportamientos mediante las flechas negras.
- En lo que se refiere a la deformación plástica, en la Figura 7.14, se compara la deformación plástica equivalente en la escala micro para ε =0.7%. En este caso, con el fin de hacer notar las diferencias, la escala de deformación se ajusta a valores máximos



de 1,5%. Se evidencia que la deformación plástica equivalente entorno a los nódulos del modelo B2 resultan aproximadamente el doble de las observadas en el modelo B1.

Figura 7.13. Análisis del daño en la interface M-N, resultante de los modelos con $\sigma_{crítica}$ =180MPa para ϵ =0.7%. a) Modelo con Gf=250N/m (modelo B1); b) Modelo con Gf=2.500N/m (modelo B2).



Figura 7.14. Análisis de la deformación plástica equivalente en la escala micro, resultante de los modelos con $\sigma_{crítica}$ =180MPa para ϵ =0.7%. Escala con un valor de deformación máxima de 1,5%. a) Modelo con Gf=250N/m (modelo B1); b) Modelo con Gf=2.500N/m (modelo B2).

Estas observaciones permiten argumentar la diferencia en los comportamiento σ vs ε entre los modelos B1 y B2 para $\varepsilon > 0.45\%$ (ver Sección 7.4.2, Figura 7.6b). La pérdida de resistencia de B1 respecto de B2, obedece a en la primera se da la localización más marcada del daño en la BDPL. En contraste, B2, con G_f= 2.500N/m, habilita más mecanismos de daño (decohesión y plasticidad) fuera de la BDPL. Estas observaciones resaltan la influencia de la G_f en el proceso de daño temprano. Esta predicción del modelo sobre la ocurrencia del daño en la interface M-N fuera de la BDPL, concuerda con las observaciones experimentales reportadas en la Sección 5.5.

Por su parte, en la Tabla 7.3, se reportan los valores de σ_{inicio} , ε_{inicio} , σ_{fin} , ε_{fin} para todos los casos evaluados. Estos valores se normalizan con limite elástico convencional de la FGE ferrítica ($\sigma/\sigma_{0.2}$) y con la deformación macroscópica a ese nivel de tensión ($\varepsilon/\varepsilon(\sigma_{0.2})$).

	Inicio decohesión M-N				Fin decohesión M-N			
	σ _{inicio} [Mpa]	$\sigma_{inicio}/\sigma_{0,2}$	ε _{inicio} [%]	$\epsilon_{inicio}/\epsilon_{(\sigma 0,2)}$	σ _{fin} [Mpa]	$\sigma_{fin}/\sigma_{0,2}$	ε _{fin} [%]	$\epsilon_{fin}/\epsilon_{(\sigma0,2)}$
A1	126	0,46	0,08	0,22	254	0,92	0,3	0,81
A2	135	0,49	0,085	0,23	260	0,95	0,4	1,08
A3	135	0,49	0,085	0,23	263	0,96	0,45	1,22
B1	175	0,64	0,115	0,31	280	1,02	0,45	1,22
B2	175	0,64	0,115	0,31	282	1,03	0,5	1,35
B3	175	0,64	0,115	0,31	285,5	1,04	0,57	1,54
C1	211	0,77	0,15	0,41	290	1,05	0,645	1,74
C2	220	0,80	0,16	0,43	300	1,09	0,665	1,80
C3	216	0,79	0,155	0,42	306	1,11	0,705	1,91
Bonora & Ruggiero (2005)	170	0,65	0,123	0,31	270	1,04	0,004	1,25

Tabla 7.3. Resultados de las σ y ε evaluadas en el inicio y fin de la decohesión M-N.

Los resultados en la tabla permiten observar las siguientes diferencias:

- Las σ_{crítica} de la interface M-N tienen influencia principalmente en la etapa de inicio del daño. Se observa que la relación σ_{inicio}/σ_{0.2} se incrementa un 67% al comparar los resultados para σ_{crítica} de 140MPa y 220MPa. Este efecto se ve claramente disminuido en la etapa de fin de decohesión, en donde la relación σ_{fin}/σ_{0.2} solo presenta un incremento del 15% aproximadamente. Por su parte, al analizar la relación ε_{inicio}/ε_{(σ0,2), y} ε_{fin}/ε_(σ0,2) se observan incrementos del 82% y 65% respectivamente.
- En cuanto a la Gf, variaciones de dos órdenes de magnitud presentan incrementos en ε_{inicio}/ε_(σ0,2) de un 4% como máximo, mientras que ε_{fin}/ε_(σ0,2) se incrementa en un 15%, 26% y 29% para σ_{crítica} de 140, 180 y 220MPa respectivamente. Por su parte, tanto la relación σ_{inicio}/σ_{0.2} como σ_{fin}/σ_{0.2} prácticamente no presentan variaciones.

Finalmente, del análisis integral de las respuestas macro y microestructural, se concluye que el comportamienco cohesivo de la interface M-N está caracterizado por una 180MPa < $\sigma_{crítica} < 220$ MPa y 2.500N/m < G_f < 10.000N/m. Estos valores logran los mejores acuerdos con los resultados experimentales en el comportamiento de ambas escalas.

7.4.4. Verificación del tamaño del RVE

Como se mencionó a lo largo del capítulo, el desarrollo presentado hasta el momento se llevó a cabo considerando una única celda microestructural de tamaño 100X. Naturalmente, surge la necesidad de verificar la hipótesis sobre la validez del RVE. Para ello, con el fin de verificar la dispersión de los resultados, se evaluaron 4 modelos considerando celdas microestructurales diferentes con tamaños de 100X. A su vez, se agregó un modelo cuyo tamaño de celda microestructural fue de 50X. En la Figura 7.15, se listan las cinco celdas microestructurales evaluadas. En la Figura 7.16, se reportan las curvas σ vs ϵ resultantes de cada celda microestructural.

La dispersión de las respuestas macroscópicas de los modelos B2 de 100x, es suficientemente estrecha para que no haya superposición entre éstas y las curvas de B1 (comparar Figura 7.16 con 7.11). Sobre la base de estos resultados, y afines de este análisis, las celdas microestructurales de 100X se asimilan como RVE.

Por otro lado, este tamaño de RVE resulta en una dispersión máxima en las curvas de σ y ε de 9% y 3% respectivamente. Estas son más estrechas que las dispersiones experimentales de σ y ε , que alcanzan al 14% y 12% respectivamente. A su vez, al evaluar los resultados del modelo utilizando un tamaño de celda microestructural de 50X, se encuentra que este cae dentro de la dispersión de los modelos de 100X.



Figura 7.15. Celdas microestructurales utilizadas para verificar el tamaño de RVE. a-d) 100X; e) 50X.

142



Figura 7.16. Curvas de σ vs ε resultantes del modelo multiescala para celdas microestructurales de tamaños 100X. Comparación con una celda microestructural de tamaño 50X y la curva experimental. Las barras de error en la curva experimental indican la dispersión de los resultados.

7.4.5. Influencia de las zonas LTF

En base a los resultados de la Sección 5.4.4, se evidencia que el comportamiento en el rango plástico de las zonas LTF difiere al de las zonas FTF. Se plantea en esta instancia analizar la influencia que tienen las zonas LTF en la respuesta tanto a nivel macro como microestructural. El procedimiento de generación de la geometría para incorporar las zonas LTF al modelo resultó similar al detallado en la Sección 7.4.1. En la Figura 7.17 se esquematiza el procedimiento para la generación del modelo con y sin incorporación de las zonas LTF, a partir de una metalografía color.



Figura 7.17. Secuencia de generación de geometrías a partir de una metalografía óptica. a) Metalografía relevada con reactivo color (Rivera et al, 2002); b) Secuencia de generación de geometría sin considerar las zonas LTF; c) Secuencia de generación de geometría considerando las zonas LTF.

A su vez, se plantea también evaluar la influencia del tamaño de celda microestructural con la incorporación de este nuevo microconstituyente al modelo. En este sentido, se evaluó la respuesta σ vs ε tanto para celdas microestructurales de 100X como de 50X. Un ejemplo del modelo microestructural de 50X incorporando las zonas LTF se observa en la Figura 7.18.



Figura 7.18. Ejemplo del modelo microestructural de 50X considerando LTF.

En la Figura 7.19, se observa en forma comparativa las curvas de σ vs ε resultantes de los modelos multiescala con y sin la incorporación de las zonas LTF, para tamaños de celda microestructural de 100X y 50X. La incorporación de las zonas LTF no modifica en forma significativa la respuesta macroscópica, para ninguno de los tamaños de celda microestructurales evaluados.



Figura 7.19. Curvas de σ vs ε resultantes del modelo multiescala e incorporando las zonas LTF para tamaños de celda microestructural de 100X y 50X.

Por otro lado, en la Figura 7.20, se presenta un análisis del comportamiento microestructural para ε =1% en una celda microestructural de 100X. De la Figura 7.19a, se evidencia que la decohesión de los nódulos no se ve afectada por la presencia de las LTF y se reporta un resultado similar al obtenido sin LTF (ver Figura 7.9 en el instante IV). A su vez, tampoco se evidencia un cambio significativo en la ubicación de la banda de localización ni en los valores promedios de la deformación plástica equivalente en la celda microestructural, tal como se muestra en la Figura 7.20b. Al analizar en detalle el comportamiento de las zonas LTF, se observa que se encuentran con un nivel de deformación plástica promedio de un orden de magnitud menor respecto de las zonas FTF (ver Figura 7.20c). En la Figura 7.21, se presenta el mismo análisis para la celda microestructural de 50X. No se evidencian diferencias significativas a lo reportado para el caso de 100X.

De los resultados presentados anteriormente, se concluye que las zonas LTF no influyen en la etapa de daño temprano.



Figura 7.20. Detalle de la celda microestructural para ε=1% (100X). a) Nódulos ubicados sobre la BDPL completamente despegados de la matriz; b) Influencia de las LTF en el desarrollo de la BDPL;
c) Comparación de la deformación plástica desarrollada en LTF y FTF.



Figura 7.21. Análisis de la deformación plástica equivalente en la celda microestructural para ε =1% (50X).

7.5. Conclusiones

En este capítulo, se extendió el análisis multiescala para el rango elástico, a un modelo nolineal de daño temprano, el cual considera el comportamiento elastoplástico de la matriz y la decohesión del nódulo de grafito respecto de la matriz metálica. El análisis se llevó a cabo utilizando una novedosa Formulación Multiescala Orientada a Falla, la cual permite la incorporación de interfaces cohesivas y se encuentra formulada bajo la hipótesis de pequeñas deformaciones en la escala micro. Los modelos se alimentan y validan utilizando los resultados experimentales obtenidos en los capítulos previos y son utilizados para evaluar la influencia de las propiedades cohesivas de la interface matriz-nódulo, tanto en la respuesta a nivel macro como el daño a nivel micro.

Las principales conclusiones del capítulo resultan:

• El comportamiento cohesivo de la interface matriz-nódulo está caracterizado por una 180MPa < $\sigma_{crítica}$ < 220MPa y 2.500N/m < G_f < 10.000N/m. Estos valores logran los mejores acuerdos con los resultados experimentales en el comportamiento de ambas escalas. Estos resultados concuerdan con las evidencias experimentales y con lo reportado por Dong et al., (1997) y Bonora & Ruggiero (2005).

- La $\sigma_{crítica}$ en las interfaces tienen una gran influencia en la respuesta macroscópica. Su influencia a nivel microestructural se remite a la etapa de inicio de la decohesión matriznódulo.
- La respuesta macroscópica hasta valores entorno al ε =0,45% no es sensible a las variaciones en G_f. En contraste, para ε >0,45%, la Gf influye tanto en la respuesta macro como microestrcutural, lo que remarca la importancia de Gf en el proceso de daño temprano. Valores de G_f= 2.500N/m, habilitan más mecanismos de daño (decohesión y plasticidad) fuera de la zona donde se localizan las deformación plásticas en la microestructura (BDPL), mientras que valores de G_f=250N/m localizan mayormente el daño en la BDPL. La ocurrencia del daño en la interface M-N fuera de la BDPL, concuerda con las observaciones experimentales reportadas en la Sección 5.5.
- Se verifica que el RVE de 100X, determinado para el modelo lineal, es válido para analizar los mecanismos de daño temprano.
- Se determina que las zonas LTF no influyen en la etapa de daño temprano.

La Formulación Multiescala Orientada a Falla resultó apta para analizar el daño temprano, mostrándose robusta, versátil y con capacidad para modelar los micromecanismos de falla asociados. Los resultados de los análisis multiescala permitieron avanzar en la comprensión de los micromecanismos de daño de la FGE. Sobre la base de su desempeño en este trabajo, se encontró que presenta potencial para aplicarse al análisis de etapas más avanzadas de daño, pero esto requerirá de su implementación bajo la hipótesis de grandes deformaciones

CAPÍTULO VIII Principales resultados y trabajo futuro

En el desarrollo de la presente tesis doctoral se han realizado contribuciones tanto en lo que respecta al análisis fractográfico como en las áreas de la mecánica de materiales y de la mecánica computacional. A su vez, se identificaron límites de aplicación de algunas de las metodologías de análisis reportadas en la bibliografía y se propusieron metodologías de análisis experimental para determinar propiedades mecánicas de microconstituyentes. Los principales resultados, sus aportes y los posibles trabajos futuros se enuncian a continuación.

8.1. Principales resultados

- En todas las matrices investigadas, las superficies de fractura presentaron distintos grados de micromecanismos frágiles o dúctiles, dependiendo de las solicitaciones externas, temperatura y la propia ductilidad de la matriz. La evolución desde la fractura dúctil a la frágil estuvo siempre ligada a una mayor participación del mecanismo de clivaje. Sin embargo, esta transición se verificó bajo distintas condiciones externas para cada tipo de matriz, lo que hace que la predicción del comportamiento de una pieza de FGE ante un set de solicitaciones resulte difícil de predecir.
- A partir de la extensa base de datos determinados, se elaboró un ATLAS fractográfico en FGE, conducente a organizar de manera sistemática, las imágenes SEM representativas de la superficie de fractura en cada condición evaluada.
- Se propusieron metodologías para la determinación de la dirección principal de propagación de la fisura de origen desconocido, a través de observaciones fractográficas y post-procesamiento de las imágenes SEM. Si bien los métodos planteados son ciertamente laboriosos, constituyen, a nuestro mejor saber, los únicos métodos reportados con este objeto hasta el presente.
- No se observaron grandes diferencias en la rugosidad de la superficie de fractura entre las distintas matrices y condiciones de ensayos evaluadas. Considerando los parámetros de rugosidad utilizados, solo en el caso de FGE de matrices perlíticas se obtuvieron resultados que permiten discernir entre las distintas solicitaciones.
- Se generó una significativa base de datos fractográfico de micrografías ópticas de los perfiles de fractura, los cuales son potencialmente útiles para evaluar, comparar y/o

validar modelos computacionales que consideren daño microestructural. Se anexó al Atlas fractográfico las micrografías ópticas de los perfiles de fractura características para cada condición evaluada.

- Se desarrollaron y pusieron a punto metodologías para la caracterización geométrica, topológica y mecánica a nivel microestructural, sobre FGE de matriz ferrítica y se caracterizaron los micromecanismos de daño asociados al proceso de fractura. El desarrollo permitió determinar las propiedades elastoplásticas de los microconstituyentes y las zonas microsegregadas. Se identificó la dificultad intrínseca en la determinación de las propiedades a partir de los métodos reportados en la literatura, particularmente considerando la dispersión experimental y fundamenta la necesidad de realizar un análisis más profundo para cada caso en particular.
- Los resultados permitieron establecer claras diferencias en el comportamiento elastoplástico de las zonas microsegregadas. No se reportan en la bibliografía estudios sobre las heterogeneidades presentes en la microestructura de FGE a este nivel de detalle, por lo que estos resultados son novedosos en lo que respecta a la caracterización micromecánica. Por su parte, se determinaron de manera cualitativa la ocurrencia de cada micromecanismo de daño asociado a la fractura final, evidenciando que, la etapa temprana de daño es dominada por la decohesión matriz-nódulo, mientras que la falla final del material responde a mecanismos de nucleación y coalescencia de microhuecos.
- En el marco de la mecánica computacional, se elaboraron modelos multiescala para la descripción de los procesos de daño a nivel microestructural. Los modelos tanto en la macroescala como en la microescala se alimentaron y validaron con resultados y observaciones experimentales. Los principales resultados se desglosan a continuación:
 - Se calcularon las propiedades elásticas efectivas de FGE ferrítica empleando técnicas de homogenización y modelado multiescala. Se determinó el tamaño del RVE en términos de la anisotropía del tensor elástico macroscópico homogeneizado y la invariancia y la dispersión de los valores homogeneizados para el módulo de Young y la relación de Poisson. Se determinó que micrografías ópticas de 100X pueden ser asimiladas como RVE. Los resultados de la homogenización de los modelos presentaron un excelente acuerdo con los resultados experimentales, a pesar de no haber utilizado ningún parámetro de ajuste o calibración, ya que tanto las geometrías características de la microestructura del material como las propiedades de los microconstituyentes resultaron de observaciones experimentales. Son escasos los

trabajos reportados en la bibliografía con este nivel de detalle, sobre todo en FGE, por lo que se considera haber realizado aportes originales en área de la mecánica computacional y específicamente en modelado multiescala.

- Se realizó el modelado multiescala de la evolución del daño temprano de FGE ferrítica, considerando el comportamiento elastoplástico de la matriz y la decohesión del nódulo de grafito. El análisis se llevó a cabo utilizando una novedosa Formulación Multiescala Orientada a Falla, la cual permite la incorporación de interfaces cohesivas y se encuentra formulada bajo la hipótesis de pequeñas deformaciones en la escala micro. Como resultado, se especificaron rangos de valores para la tensión crítica y la energía de fractura de la interface, para los que el modelo reproduce los comportamientos micro y macro mecánicos observados en el análisis experimental, es decir, el modelo permitió estimar las propiedades cohesivas de la interface matriznódulo. A su vez, se observó que la tensión crítica de la interface tiene una marcada influencia en la respuesta macroscópica. Su influencia en los micromecanismos de daño se remite a la etapa de inicio de la decohesión. Al analizar la energía de fractura, los resultados remarcaron la importancia que esta tiene en el proceso de daño. Se verificó que el RVE de 100X obtenido en el modelo lineal es válido para analizar los micromecanismos de daño temprano y se determinó que las zonas LTF no influyen en la etapa de daño temprano. Por último, se observó que Formulación Multiescala Orientada a Falla resultó apta para analizar el daño temprano, mostrándose robusta, versátil y con capacidad para modelar los micromecanismos de falla asociados. Los resultados de los análisis multiescala permitieron avanzar en la comprensión de los micromecanismos de daño de la FGE. No se encuentra en la bibliografía análisis multiescala de estas características, por lo que se considera a estos resultados importantes aportes en el área de la mecánica computacional y específicamente en el área de modelado multiescala.
- Finalmente, con los resultados presentados en esta tesis se avanza en la descripción, interpretación y comprensión de los complejos procesos de daño en FGE. La extensa base de datos experimental, las metodologías de análisis desarrolladas y los modelos multiescala implementados y validados, (los cuales solo se alimentan de los resultados experimentales) plantean las bases y, a nuestro entender, un panorama muy interesante para avanzar en la comprensión/predicción de la fractura en FGE, considerando los fenómenos que se desarrollan a nivel microestructural.

8.2. Trabajo Futuro

Los resultados derivados de la presente tesis son amplios, abarcando desde la caracterización fractográfico hasta el modelado multiescala. Se demostró la factibilidad de combinar en forma sinérgica herramientas de análisis experimental y computacionales multiescala para estudiar los micromecanismos de daño y falla en fundiciones nodulares. En este sentido, se encuentra que las metodologías desarrolladas tienen un importante potencial para ser aplicadas y extendidas a otros casos. Por lo tanto, a continuación se enumeran algunos de los trabajos que se podrían desarrollar a futuro:

- Sobre la base de su desempeño en este trabajo, se encontró que la Formulación Multiescala orientada a Falla presenta potencial para aplicarse al análisis de etapas más avanzadas de daño. En consecuencia una evolución natural de la tesis resultaría en avanzar en el modelado de FGE ferrítica hasta la instancia de la fractura final macroscópica, considerando la totalidad de los micromecanismos evidenciados experimentalmente. Para esto, resulta necesario utilizar formulaciones bajo la hipótesis de grandes deformaciones en la escala microestructural e incorporar leyes constitutivas que permitan evaluar el daño dúctil en la matriz metálica. A su vez, se deberán considerar nuevas técnicas experimentales que permitan determinar las diversas etapas del proceso de daño microestructural durante la evolución de la fractura, como podría ser los ensayos SEM "in-situ".
- Por otro lado, de los resultados y las discusiones realizadas a lo largo de la tesis se desprende que el modelo multiescala utilizado resulta sumamente versátil y potencialmente útil para predecir el comportamiento de FGE de mayores resistencias y menores deformaciones, como es el caso de la FGE perlítica. La fundamentación de esta afirmación radica tanto en las descripciones fractográficas mediante SEM y microscopia óptica como en la respuesta σ vs ε . Naturalmente, se deberá caracterizar en forma detallada los diversos aspectos microestructurales propios de este material y reportar los micromecanismos de fractura asociados durante la evolución del daño microestructural. En este contexto, avanzar en el modelado multiescala de la fractura en FGE de matrices de altas resistencias en general y de FGE perlítica en particular resulta una interesante línea de investigación que no ha sido abordada.
- Desde el punto de vista fractográfico, se plantea la posibilidad de extender el ATLAS de fractura presentado a solicitaciones en Fatiga. Las heterogeneidades propias de la FGE hacen que el análisis de la superficie de fractura en Fatiga sea muy complejo y particular.

- Se deberá realizar un estudio particular y detallado de cada microestructura y evaluar los ciclos de carga aplicados a cada una de ellas. Por otro lado, en los últimos años se han reportado en ensayos cuasiestáticos sobre FGE en general y en ADI en particular, fenómenos de fragilización en contacto con agua y otros medios. Las superficies de fractura resultantes presentan rasgos topográficos diferenciados de los convencionales, por lo que ampliar la información del ATLAS a estas condiciones también resultará en aportes significativos en lo referido al área de fractografía en FGE.
- Finalmente, aun cuando el tratamiento numérico del comportamiento mecánico y la fractura ha sido especializado para FGE, la extrapolación de las metodologías presentadas en la tesis doctoral resulta aplicable a materiales heterogéneos en general, particularmente aquellos materiales donde las propiedades elásticas efectivas representen una variable de elevado interés en el diseño microestructural, como también materiales cuyos mecanismos de fractura sean predominantemente frágiles.
Bibliografía

- AFS, 1984. Foundrymen's guide to Ductile Iron microstructures. Illinois: American Foundrymen's Society, Inc..
- AFS, 1992. *Ductile Iron Handbook*. Des Plaines(Illinois): American Foundrymen's Society,Inc..
- Anderson, T., 1995. *Fracture Mechanics: Fundamental and Applications*. 2nd edn ed. Boca Raton(Florida): CRC Press.
- Antunes, J. M., Menezes, L. F. & Fernandes, J. V., 2006. Three-dimensional numerical simulation of Vickers indentation tests. *Int. J. Solids Struct.*, Volumen 43, p. 784–806.
- Arabzabal, J., Gutierrez, I., Rodrigue-Ibabe, J. M. & Urcola, J. J., 1997. Influence of the amount and morphology of retained austenite on the mechanical properties of an austempered ductile iron. *Metall. Mater. Trans A28*, pp. 1143-1156.
- ASM, 1987. *Metals Handbook: Properties and Selections: Irons and Steels*. Ninth Edition ed. s.l.:ASM.
- ASM, 1996. Metals Handbook- Fractography. Ninth ed. Ohio: ASM International.
- ASTM, 1997b. Standard Test Methods for Impact Testing of Cast Irons. A327M.
- ASTM, 1997. Standard Test Method for Plane-Strain Fracture Toughness of Metallic Materials. E399.
- ASTM, 1998. Standard Test Method for Evaluating the Microstructure of Graphite in Iron Castings. A247.
- ASTM, 2001. Standard Test Method for Brinell Hardness of Metallic Materials. E10. s.l.:ASTM.
- ASTM, 2002. Standard Test Methods for Notched Bar Impact Testing of Metallic Materials. E23.
- ASTM, 2003. Standard Specification for Austempered Ductile Iron Casting. A897M. s.l.:ASTM.
- ASTM, 2004. Standard Test Methods for Tension Testing of Metallic Materials. E8M. s.l.:ASTM.
- Barbero, E. J., 2008. Finite Element Analysis of Composite Materials. CRC Press, Boca Ratón, USA..
- Barbero, E. J., 2008. *Finite Element Analysis of Composite Materials*. Boca Ratón: CRC Press.
- Barenblatt , G., 1962. The mathematical theory of equilibrium of cracks in brittle fracture. *Adv. Appl. Mech.*, Volumen 7, p. 55–129.
- Basso, A., Martinez, R., Cisilino, A. & Sikora, J., 2009. Experimental and numerical assessment of fracture toughness of dual-phase austempered ductile iron. *Fatigue and Fracture of Engineering Materials & Structures*, Volumen 33, pp. 1-11.
- Berdin , C., Dong , M. J. & Prioul , C., 2001. Local approach of damage and fracture toughness for nodular cast iron. *Engng Fract Mech*, Volumen 68, p. 1107–1117.

- Berdin, C., Dong, M. J. & Prioul, C., 2001. Local approach of damage and fracture toughness for nodular cast iron.. *Engineering Fracture Mechanics*, Volumen 68, p. 1107–1117.
- Berdin, C. & Hausîld, P., 2002. *Damage mechanisms and local approach to fracture, transferability of fracture mechanical characteristics*. Netherlands, Dlouhy', I. (Ed.). Kluwer Academic Publisher.
- Bermont, V. M., Castillo, R. N. & Sikora, J. A., 2002. Fracture Surfaces and Mechanical Properties in Ductile. *IronISIJ International*, 42(11), p. 1303–1308.
- Boccaccini, A. R., 1997. Effect of graphite inclusions on the young's modulus of cast iron. *Zeitschrift fur METALLKUNDE*, Volumen 88, pp. 23-26.
- Boccardo, A. D., Carazo, F. D. & Giusti, S. M., 2012. A comparison of effective properties of nodular cast-iron considering different shapes of the representative volume element. *Mecánica computacional*, Volumen XXXI, pp. 1799-1819.
- Boeri, R. & Weinberg, F., 1993. Microsegregation of alloying elements in cast iron. *Cast metals*, pp. 153-158.
- Bonora, N. & Ruggiero , A., 2005. Micromechanical modeling of ductile cast iron incorporating damage. Part I: Ferritic ductile cast iron.. *International Journal of Solids and Structures*, Volumen 42, p. 1401–1424.
- Box, G. E. R., Hunter, W. G. & Hunter, J. S., 2005. *Statistics for Experimenters:An Introductions to Design,Data Analysis, and Model Building.* 2 nd edn ed. New Jersey: John Wiley & Sons Inc..
- Brooks, C. R. & McGill, B. L., 1994. The Application of Scanning Electron Microscopy. *Materials Characterization*, Volumen 33, pp. 195-243.
- Browaeys, J. T. & Chevrot, S., 2004. Decomposition of the elastic tensor and geophysical applications.. *Geophysical Journal International*, 159(2), p. 667–678.
- Carazo, F. D., Giusti, S. M., Boccardo, D. & Godoy, L., 2014. Effective properties of nodular cast-iron: A multi-scale computational approach. *Computational Materials Science*, Volumen 82, pp. 378-390.
- Casals, O. & Alcalá, J., 2005. The duality in mechanical property extractions from Vickers and Berkovich instrumented indentation experiments. *Acta Mater.*, Volumen 53, p. 3545–3561.
- Celentano , D. J. y otros, 2012. Numerical simulation and experimental validation of the microindentation test applied to bulk elastoplastic materials. Modelling Simul.. *Mater. Sci. Eng.*, Volumen 20, pp. 1-32.
- Chandra, N., 2004. *Theoretical and Computational Aspects of Cohesive Zone Modeling*. Tallahassee(Florida State): Florida State University.
- Chandra, N. & Shet, C., 2004. A Micromechanistic Perspective of Cohesive Zone Approach in Modeling Fracture. Computer Modeling in Engineering & Sciences. *Computer Modeling in Engineering and Sciences*, 5(1), pp. 31-34.
- Cheng, Y. T. & Cheng, C. M., 1998a. J.Appl. Phys, Volumen 84, p. 1248.
- Cheng, Y. T. & Cheng, C. M., 1998b. Appl. Phys. Lett, Volumen 73, p. 614.
- Cheng, Y. T. & Cheng, C. M., 1999a. Int.J.Solids Struct., Volumen 36, p. 1231.
- Cheng, Y. T. & Cheng, C. M., 1999b. J.Mater. Res., Volumen 14, p. 3493.

- Chen, X., Ogasawara, N., Zhao, M. & Chiba, N., 2007. On the uniqueness of measuring elastoplastic properties from indentation: the indistinguishable mystical materials. *J. Mech. Phys. Solids*, Volumen 55, p. 1618–1660.
- Cho, G., 1992. *Shallow Crack Fracture Mechanics toughness Tests and Applications.*. 1st ed. ed. s.l.:Woodhead Publishing..
- Dai, P. Q., He, Z. R., Zheng, C. M. & Mao, Z. Y., 2001. In-situ SEM observation on the fractured austemperes ductile iron. *Materials Science and Engineering A*, pp. 319-321.
- Dao, M., Chollacoop, N., Vanvliet, K. J. & Venkatesh, T., 2001. Computational modeling of the forward and reverse problems in instrumented sharp indentation. *Acta mater.*, Volumen 49, p. 3899–3918.
- De Souza Neto, E. & Feijóo, R., 2008. On the equivalence between spatial and material volume averaging of stress in large strain multi-scale solid constitutive models. *Mechanics of Materials,* Volumen 40, p. 803–811.
- De Souza Neto, E. & Feijóo, R., 2006. Variational foundation on multi-scale constitutive models of solids: small and large strain kinematical formulation., s.l.: LNCC Research & Development Report No 16.
- De Souza Neto, E. & Feijóo, R., 2011. Variational foundations of large strain multiscale solid constitutive models: Kinematical formulation. s.l.:Weinheim.
- Di Cocco, V., Iacoviello, F. & Cavallini , M., 2010. Damaging micromechanisms characterization of a ferritic ductile cast iron. *Engineering Fracture Mechanics*, Volumen 77, p. 2016–2023.
- Di Cocco, V., Iacoviello, F., Rossi, A. & Iacoviello, D., 2014. Macro and microscopical approach to the damaging micromechanisms analysis in a ferritic ductile cast iron. *Theoretical and Applied Fracture Mechanics*, Volumen 69, pp. 26-33.
- Dinçkal, Ç. & Akgöz, Y. C., 2010. Decomposition of elastic constant tensor into orthogonal parts. *International Journal of Engineering, Science and Technology*, 2(6), pp. 22-46.
- Dlouhý, I. & Strnadel, B., 2008. The effect of crack propagation mechanism on the fractal dimension of fracture surfaces in steels. *Eng. Fract. Mech.*, Volumen 75, p. 726–738.
- Dong , M. J., Prioul , C. & François , D., 1997. Damage effect on the fracture toughness of nodular cast iron: part I. Damage characterization and plastic flow stress modeling. *Metall Mater Trans A*, Volumen 28, p. 2245–2254.
- Drar, H. & Svensson, I. L., 2006. Characterization of tensile properties and microstructures in directionally solidified Al-Si alloys using linear roughness index. *Mater. Charact.*, Volumen 57, p. 244–258.
- Dugdale, D., 1960. Yielding of steel sheets containing slits. J. Mech. Phys. Solids, Volumen 8, p. 100–108.
- Eldoky, L. & Voigt, R. C., 1986. Crack initiation and propagation in quenched and tempered ductile cast iron. 1986;86±104:631±6.. s.l., American Foundrymen's Society Inc., pp. 631-636.
- Fan, Z. K. & Smallman, R. E., 1994. Some observation on the fracture of austempered ductile iron. *Scripta Metallurgica Materialia*, 31(2), pp. 137-142.
- Fernandino, D. O. & Boeri, R. E., 2015. Study of the fracture of ferritic ductile cast iron under different loading conditions. *Fatigue Fract Engng Mater Struct*, p. 1–11.

- Ficker, T., Martišek, D. & Jennings, H. M., 2010. Roughness of fracture surfaces and compressive strength of hydrated cement pastes. *Cem. Concr. Res.*, Volumen 40, p. 947– 955..
- Fierro, V. E. y otros, 2003. Mechanical behaviour of spheriodal graphite cast iron in the temperature range between -100°c and +100°c. *Lat.Am.appl.res.[online]*, 33(1), pp. 327-793.
- Fisher-Crips, A., 2004. nanoindentation. New York: Springer.
- Ghosh, S. & Moorthy, S., 1995. Elastic-plastic analysis of arbitrary heterougeneous materials with the voroni cell finite element method. *Computational Methods in Applied Mechanics engineering*, 121((1-4)), pp. 373-409.
- Giannakopoulos, A. E., Larsson, P. L. & Vestergaard , R., 1994. Int. J.Solids Struct., Volumen 31, pp. 2679-2708.
- Guillermer-Neel, C., Feaugas, X. & Clavel, M., 2000. Mechanical behavior and damage kinetics in nodular cast iron: part I. Damage mechanisms. *Metall Mater Trans A*, Volumen 31, p. 3063–3074..
- Guillermer-Neel, C., Feaugas, X. & Clavel, M., 2000. Mechanical behavior and damage kinetics in nodular cast iron: part I. Damage mechanisms. *Metall Mater Trans A*, Volumen 31, pp. 3063-3074.
- Hafiz, M. F., Hammouda, A. & El-Gemae, S., 2005. *Impact Properties and Fractography of Spheroidal Graphite Cast Irons.*. Schaumburg, USA, American Foundry Society, pp. 1-12.
- Hashin, Z., 1983. Analysis of composite materials: A survey. *Journal of Applied Mechanics*, 50(3), pp. 481-505.
- Hillerborg, A., Modeer, M. & Petersson, P., 1976. Analysis of crack formation and crack growth in concrete by means of fracture mechanics and finite elements.. *Cement and concrete research*, p. 163–168.
- Hollister, S. J. & Kikuchi, N., 1992. Computational Mechanics A comparison of homogenization and standard mechanics analyses for periodic porous composites. *Computational Mechanics*, p. 73–95..
- Hu, Z., Lynne, K. J., Markondapatnaikuni , S. P. & Delfanian , F., 2013. *Materials Science&Engineering A*, Volumen 587, pp. 268-282.
- Iacoviello, F., Di Bartolomeo, O., Di Cocco, V. & Piacente, V., 2008. Damaging micromechanisms in ferritic-perlitic ductile cast irons.. *Materials science and Engineering* A, Volumen 478, pp. 181-186.
- Ipohorski, M. & Acuña, R. J., 1988. *Fractografía. Aplicación al análisis de fallas*, Buenos Aires: Comision Nacional de Energía Atomica.
- IRAM, 1981. Manual de aceros para construcciones mecánicas. Hojas características. s.l.:s.n.
- Kanit, T. y otros, 2003. Determination of the size of the representative volume element for random composites: Statistical and numerical approach.. *International Journal of Solids and Structures*, pp. 3647-3679.
- Kilicli, V. & Erdogan, M., 2010. The Nature of the Tensile Fracture in Austempered Ductile Iron with Dual Matrix microstructure. *Journal of Materials Engineering and Performance*, Volumen 19, p. 142–149.

- Kocatepe, K., Cerah, M. & Erdogan, M., 2007. The tensile fracture behaviour of intercritically annealed and quenched + tempered ferritic ductile iron with dual matrix structure. *Materials and Design*, Volumen 28, p. 172–181.
- Kosteski, L., Iturrioz, I., Batista, R. G. & Cisilino, A. P., 2011. The truss-like discrete element method in fracture and damage mechanics.. *Engineering Computations*, 28(6), pp. 765-787.
- Kostyleva, L. V., Ilyniski, V. A. & Zhukov, A. A., 1992. Microsegregation of silicon in ironcarbon alloys.. *Cast metals*, Volumen 5, pp. 109-113.
- Lan, H. Z. & Venkatesh, T. A., 2007a. On the uniqueness and sensitivity issues in determining the elastic and plastic properties of power-law hardening materials through sharp and spherical indentation. *Philos. Mag. A*, Volumen 87, p. 4671–4729.
- Lan, H. Z. & Venkatesh, T. A., 2007b. On the sensitivity characteristics in the determination of the elastic and plastic properties of materials through multiple indentation. *J. Mater. Res.*, Volumen 22, p. 1043–1063.
- Larsson, P. L. y otros, 1996. Int. J. Solids Struct., Volumen 33, pp. 221-248.
- Lee, M. Q., 2012. Material characterization by instrumented spherical indentation. *Mechanics* of *Materials*, Volumen 46, pp. 42-56.
- Liu, J. H., Hao, X. Y. & Liu, G. S., 2002. Microvoid evaluation of ferrite ductile iron under strain.. *Mater. Lett.*, Volumen 56, p. 748–755..
- Liu, L., Ogasawara, N., Chiba, N. & Chen, X., 2009. Can indentation technique measure unique elastoplastic properties? J. Mater. Res. 24, 784–800. J. Mater. Res., Volumen 24, pp. 784-800.
- Ludwik, P., 1909. Elem. Technol. Mech.. Berlin: Springer Verlag.
- Martínez, R. A., 2010. Fracture surfaces and the associated failure mechanisms in ductile iron with different matrices and load bearing. *Engineering Fracture Mechanics*, Volumen 77, p. 2749–2762.
- Martinez, R. A., Boeri, R. E. & Sikora, J. A., 2000. *Mecanismos de fractura en fundiciones de grafito esferoidal austemperizada-ADI*. Neuquen, Argentina, s.n., pp. 615-622.
- Mata, M. & Alcala , J., 2003. Mechanical property evaluation through sharp indentations in elastoplastic and fully plastic contact regimes. *J. Mater. Res.*, Volumen 17, pp. 1705-1709.
- Mata, M., Anglada, M. & Alcalá, J., 2002. Contact deformation regimes around sharp indentations and the concept of the characteristic strain. *J. Mater. Res.*, Volumen 17, pp. 964-976.
- Mazilu, P. & Ondracek, G., 1990. 2QWKHHIIHFWLYHRXQJ PRGXOXVRIHODVWLFLWIRUSI materials. Part I: The general model equation. Thermal effects in fracture of multiphase materials. Paderborn, Springer-Verlag, pp. 214-255.
- Motz, J. M., 1988. Microsegregations-an easily unnoticed influencing variable in the structural description of cast materials. *Practical Metallography*, Volumen 25, pp. 285-293.
- Ohashi, M., 2007. Extreme value analysis of ductile fracture surface by dimpled rupture associated with fracture behavior of tensile specimens. J. Mater. SCi., Volumen 42, pp. 9877-9887.
- Oliver , J., Cervera , M., Oller , S. & Lubliner , J., 1990. Isotropic damage models and

smeared crack analysis of concrete. *Computer Aided Analysis and design of concrete Structures.*, p. 945–957.

- Oliver, W. C. & Pharr, G. M., 1992. An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments. *Journal of Material Research*, pp. 1564-1583.
- Ortiz, J., Cisilino., A. & Otegui, J., 2001b. Boundary element analysis of fatigue crack propagation micromechanisms in austempered ductile iron.. *Engineering Analysis with Boundary Elements*, 25(6), p. 467–473.
- Ortiz, J., Cisilino, A. P. & Otegui, J. L., 2001a. Effect of microcracking on the micromechanics of fatigue crack growth in austempered ductile iron. *Fatigue and Fracture* of Engineering Materials and Structures, Volumen 4302, p. 591–605.
- Pelletier, H., Krier, J. & Mille, P., 2006. Characterization of mechanical properties of thin films using nanoindentation test. *Mech. Mater.*, Volumen 38, p. 1182–98.
- Peric , D., De Souza Neto, E., Feijóo , R. & Partovi , M., 2011. On micro-to-macro transitions for multi-scale analysis of non-linear heterogeneous materials: unified variational basis and finite element implementation.. *Int. J. Num. Meth. Eng.*, Volumen 87, p. 149–170.
- Pirondi, A. & Bonora, N., 2003. Modeling ductile damage under fully reversed cycling.. *Computational Material Science*, Volumen 26, p. 129–141.
- Planas, J. & Elices, M., 1992. Nonlinear fracture of cohesive material. *Int. J. of Fracture*, Volumen 51, p. 139–157.
- Pokluda, J., Šandera, P. & Horníková, P., 2004. Statistical approach to roughness-induced shielding effects. *Fatig. Fract.Eng. Mater. Struct.*, Volumen 27, p. 141–157.
- Qu, J. & Cherkaoui, M., 2006. Fundamentals of Micromechanics of Solids. s.l.:Wiley.
- Rajnovic, D., Eric, O. & Sidjanin, L., 2008. Rajnovic D., Eric O. and Sidjanin L., (2008). Transition temperature and fracture mode of as-cast and austempered ductile iron. *Journal* of Microscopy, 232(3), pp. 605-610.
- Ratto, P. y otros, 2001. Estudio de superficies de fractura en fundición esferoidal con distintas matrices. Posadas, Argentina, s.n., pp. 583-590.
- Riabov, M. V., Lerner, Y. S. & Fahmy, M. F., 2002. Effects of low temperatures on charpy impact toughness of austempered ductile irons. *J Mater Eng Perform*, pp. 496-503.
- Rivera, G., Boeri, R. & Sikora, J., 1995. Revealing the solidification structure of nodular iron. *Int J Cast Metals Res.*, 8(1), pp. 1-5.
- Rivera, G., Boeri, R. & Sikora, J., 2002. Revealing and characterizing solidification structure of ductile cast iron. *Material Science and technology*, pp. 691-698.
- Rivera, G. L., Boeri, R. E. & Sikora, J., 2003. *Research advance in Ductile Iron Solidification.* Des plaines II. USA, American Foundry Society Inc., pp. 1-11.
- Rodríguez, M. A. & Garrido Maneiro, 2007. *Mechanics of Materials*, Volumen 39, pp. 987-997.
- Rots, J., 1988. Computational modelling of concrete fracture. s.l.:Delft University. .
- Rots, L. P., Kusters, G. M. A. & Blaauwendraad, T., 1985. Smeared crack approach and fracture localization in concrete. *HERON*.

Sánchez, P. J., Blanco, P. J., Huespe, A. E. & Feijóo, R., 2011. Failure-oriented multi-scale

variational formulation for softening materials, s.l.: LNCC Internal Report.

- Sánchez, P. J., Blanco, P. J., Huespe, A. E. & Feijóo, R. A., 2013. Failure-Oriented Multiscale Variational Formulation: Micro-structures with nucleation and evolution of softening bands.. *Comput. Methods Appl. Mech. Engrg.*, Volumen 257, p. 221–247.
- Shet, C. & Chandra, N., 2002. Analysis of Energy Balance When Using Cohesive Zone Models to Simulate Fracture Processes. J. Eng. Mater. Technol., 124(4), pp. 440-450..
- Sidjanin, L., Smallman, R. E. & Boutorabi, S. M., 1994. Microstructure and fracture of aluminium austempered ductile iron investigated using electron microscopy. *Mater. Sci.Technol.*, Volumen 10, pp. 711-720.
- Simo, J. C. & Hughes, T. J. R., 2000. Computational Inelasticity. New york: Springer-Verlag.
- Swaddiwudhipong, S., Tho, K. K., Liu, Z. S. & Zeng, K., 2005. Material characterization based on dual indenters. *Int. J.Solids Struct.*, Volumen 42, pp. 69-83.
- Ta, Q. A., Clouteau, D. & Cottereau, R., 2010. Modeling of random anisotropic elastic media and impact on wave propagation. *European Journal of Computational Mechanics*, Volumen 19, p. 241–253.
- Terada, K., Hori, M., Kyoya, T. & Kikuchi, N., 2000. Simulation of the multi-scale convergence in computational homogenization approaches. *Int. J. Solids Struct.*, 37(16), p. 2285–2311.
- Tho, K. K., Swaddiwudhipong, S., Liu, Z. S. & Zeng, K., 2005. Simulation of instrumented indentation and material characterization. *Materials Science and Engineering A*, Volumen 390, p. 202–209.
- Toktaş G, T. M. T. A., 2006. (2006)Effect of matrix structure on the impact properties of an alloyed ductile iron. *Materials Characterization*, Volumen 57, pp. 290-299.
- Toro, S., 2013. *Modelado de falla de materiales mediante formulaciones multiescala*. Santa Fé: Universidad Nacional del Litoral.
- Tvergaard, V. & Hutchinson, J., 1992. The relation between crack growth resistance and fracture process parameters in elasto-plastic solids.. J. of the Mech. Phys. Solids, Volumen 40, p. 1377–1397.
- Underwood, E. & Banerji, K., 1987. Metal Handbook. 9th edn ed. s.l.: ASM, Metals Park.
- Venkatesh , T. A., Van Vliet , K. J. & Giannakopoulos, A. E., 2000. *Scripta mater*, Volumen 42, p. 833–839.
- Villacís, Verdesoto & Sikora, J., 1989. Crack initiation and propagation in Spheroidalgraphite Cast iron with Different Micromorphologies. *Cast metals*, 1(4), pp. 210-215.
- Voigt, R. C., Eldoky, L. M. & Chiou, H. S., 1986. Fracture of ductile cast irons with dual matrix structure.. s.l., American Foundrymen's Society Inc., pp. 645-656.
- Warda, R., 1990. Ductile Iron data for design engineers. Montreal: Rio Tinto Iron & Titanium.
- Willis, J. R., 2002. *Mechanics of composites. Lecture notes: Ecolepolytechnique.* University of Cambridge: s.n.
- Wouters, R. & Froyen, L., 1996. Scanning Electron Microscope Fractography in. *Materials Characterization*, Volumen 36, pp. 357-364.
- Xie, D. & Waas, A. M., 2006. Discrete cohesive zone model for mixed-mode fracture using

finite element analysis.. Engineering Fracture Mechanics, Volumen 73, p. 1783–1796.

- Zenjiro Yajima, Y. K. K. S. , H. M. a. T. Y., 2006. Crack Nucleation Mechanism of Austempered Ductile Iron during Tensile Deformation. *Materials Transactions*, 47(1), pp. 82-89.
- Zhang , K. S., Bai , J. B. & François , D., 1999. Ductile fracture of materials with high void volume fraction. *Int J Solids Struct*, Volumen 36, p. 3407–3415..
- Zhang, K. S., Bai , J. B. & François , D., 1999. Ductile fracture of materials with high void volume fraction. *Int. J. Solids Struct.*, Volumen 36, pp. 3407-3415.
- Zhou, J., Zhong, F., Schmits, W. & Engler, S., 1993. Application of a new color metallography technique to cast iron. *Prakt. Metallogr.*, Volumen 30, pp. 122-128.
- Zohdi, T. I. & Wriggers, P., 2000. On the sensitivity of homogenized material responses at infinitesimal and finite strains. *Communications in Numerical Methods in Engineering*, Volumen 16, p. 657–670.

ANEXOS

ANEXO A

Atlas fractográfico

	Ensayo Dinámico (Charpy)			
	Temperatura ambiente	Influencia de la temperatura		
		-20°C	60°C	
F				
P				
ADI 360	Sector Second	222 International Internationa		
ADI 280				



ANEXO B Producción científica

Durante el desarrollo de la tesis doctoral, se realizaron aportes tanto en revistas de circulación internacional, divulgación y presentaciones de trabajos en congresos internacionales, como así también se presentaron trabajos en encuentros específicos. Una lista de los trabajos desarrollados se presenta a continuación:

B1. Trabajos en revistas de circulación internacional

- D.O.Fernandino, A.P.Cisilino, R.E.Boeri. (2015). Determination of effective elastic properties of ferritic ductile cast iron by computational homogenization, micrographs and microindentation tests. *Mechanics of Materials* 83; 110-121.
- D.O.Fernandino, R.Boeri. (2015). Fracture of pearlitic ductile cast iron under different loading conditions. *Fatigue Fract Engng Mater Struct*, 2015, 38, 80–90.
- D.O.Fernandino, R.Boeri. Study of the fracture of ferritic ductile cast iron under different loading conditions. *Fatigue Fract Engng Mater Struct* 00, 1–11, doi: 10.1111/ffe.12220. (In press).

B2.Trabajos en congresos internacionales

- D.Fernandino, R.Boeri. Determination of the crack propagation direction of fractured ductile cast iron based on the characteristic features of the surface. *10th International Symposium on the Science and Processing of Cast Iron* \pm *SPCI10*, 2014.
- D.O.Fernandino, R.Boeri. Influencia de las zonas microsegregadas en el comportamiento micromecánico de la matriz metálica de una fundición de hierro con grafito esferoidal ferrítica. *XIV Congreso internacional de Metalurgia y materiales SAM-CONAMET 2014*.
 21 al 24 octubre. Estación Belgrano. Santa Fe.
- D.O.Fernandino, A.P.Cisilino, R.Boeri. Determinación de las propiedades elásticas efectivas en fundición nodular ferrítica mediante técnicas de homogenización computacional. XXI Congreso sobre Métodos Numéricos y sus Aplicaciones ENIEF. 23 al 26 septiembre 2014. Bariloche. Argentina (Resumen).

- D.O.Fernandino, R.Boeri. Análisis y cuantificación de los perfiles de fractura resultantes de diferentes modos de aplicación de carga, sobre fundiciones con grafito esferoidal" XIII Congreso Internacional de Ciencia y Tecnología de Metalurgia y Materiales SAM_CONAMET 2013, 20-23 Agosto, Iguazú, Argentina.
- D.O.Fernandino, R.Boeri. Análisis de las superficies de fractura generadas por impacto y flexión, en probetas de fundición gris esferoidal ferrítica" *XII Congreso binacional de Metalurgia y Materiales CONAMET-SAM 2012*, 22 al 26 de Octubre, Valparaíso, Chile.
- D.O.Fernandino, R.Boeri. Mecanismos de fractura de fundiciones de grafito esferoidal con diferentes matrices (Revisión)" XII Congreso binacional de Metalurgia y Materiales SAM-CONAMET 2011. 18-21 Octubre, Rosario, Argentina.
- D.O.Fernandino, R.Boeri, J Massone. Caracterización de la austemperabilidad de fundiciones esferoidales austenizadas parcialmente. XI Congreso Iberoamericano de Metales IBEROMET & CONAMET-SAM 2010. 2-5 Noviembre Viña del Mar, Chile.

B3.Trabajos en Workshops y encuentros

- D.O.Fernandino, A.P.Cisilino. Análisis y evaluación de las propiedades mecánicas efectivas mediante la combinación de técnicas de la mecánica computacional y técnicas experimentales sobre Fundición nodular ferrítica. *Workshop sobre modelado Multiescala de materiales*. 11 y 12 de abril. UTN Córdoba 2014.
- D.O.Fernandino. Observación de los modos predominantes de falla y caracterización de la superficie de fractura en Fundiciones de hierro nodulares Perlíticas. 4º Encuentro de Jóvenes Investigadores en Ciencia de Materiales 2012, 8-10 octubre, Mar del Plata, Argentina.

B4.Trabajos en Revistas de divulgación

Estudio comparativo de la superficie de fractura de fundiciones de grafito esferoidal ferríticas y perlíticas. Revista "El Fundidor" Nº 135 Septiembre/Octubre 2012. Cámara de Industriales Fundidores de la República Argentina.