



**POSGRADO EN CIENCIA E INGENIERÍA DE MATERIALES
INSTITUTO DE INVESTIGACIONES EN MATERIALES**

**EMPLEO DE MODELOS DE AGRIETAMIENTO
TIPO PALMQVIST EN LA EVALUACIÓN DE
LA TENACIDAD A LA FRACTURA EN ACEROS
BORURADOS AISI 1045**

T E S I S

QUE PARA OBTENER EL GRADO DE:

**MAESTRO EN CIENCIA E INGENIERÍA DE
MATERIALES**

P R E S E N T A:

ROBERTO ROSAS MELÉNDEZ

TUTOR: DR. IVÁN ENRIQUE CAMPOS SILVA



MÉXICO, D. F.

FEBRERO 2008



Universidad Nacional
Autónoma de México



UNAM – Dirección General de Bibliotecas
Tesis Digitales
Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS ©
PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

Todo el material contenido en esta tesis esta protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.

JURADO ASIGNADO:

Presidente: Dr. Joan Genesca Llongeras

Vocal: Dr. Stephen Muhl Saunders

Vocal: Dr. Julio Alberto Juárez Islas

Vocal: Dr. Arturo Barba Pingarrón

Suplente: Dr. Iván Enrique Campos Silva

Lugares donde se realizó la tesis:

- Instituto de Investigaciones en Materiales, Universidad Nacional Autónoma de México.
- Facultad de Química, Departamento de Metalurgia, Universidad Nacional Autónoma de México.
- Escuela Superior de Ingeniería Mecánica y Eléctrica, Unidad Zacatenco, Instituto Politécnico Nacional.
- Universidad Autónoma Metropolitana, Unidad Azcapotzalco.
- Tecnológico de Monterrey, Campus Ciudad de México.
- Tecnológico de Monterrey, Campus Ciudad Santa Fe.
- Tecnológico de Monterrey, Campus Estado de México.

TUTOR DE TESIS:

DR. IVÁN ENRIQUE CAMPOS SILVA

Dedico esta tesis:

A Dios, por la oportunidad de vivir,

A mis padres, Carmen y Roberto, por ser el más grande apoyo,

A mi Renatita, por su comprensión y amor,

A mis hermanos, Samuel, Luli y Armando, por creer en mí,

y

A Jenny, quién la leyó primero y quién siempre estuvo ahí.

AGRADECIMIENTOS

- ✓ A Iván Campos, que con su amistad, paciencia y enseñanza me llevó tan lejos e hizo posible esta tesis.
- ✓ A mi Jurado, que con su tiempo y buen consejo pude enriquecer este trabajo.
- ✓ A mis amigos y compañeros, Mónica, Rodrigo, Pablo y Mario, por una bonita amistad y tantas horas de estudio.
- ✓ A Arturo Barba por ser un gran maestro y amigo.
- ✓ A Milton Elías por todas las horas de laboratorio dedicadas a este trabajo de tesis y tanta ayuda desinteresada.
- ✓ A Jorge, Carlos y a la Escuela Superior de Ingeniería Mecánica y Eléctrica unidad Zacatenco del Instituto Politécnico Nacional por ser parte determinante para finalizar este proyecto.
- ✓ A Noe, Sergio, Justo y a todo el Departamento de Metalurgia de la Universidad Autónoma Metropolitana unidad Azcapotzalco por el privilegio de haber trabajado y aprendido de ellos.
- ✓ A Oscar Bautista, Arturo Ponce, Luis Neri y al Tecnológico de Monterrey Campus Ciudad de México por un gran comienzo en el camino que concluye con este trabajo de tesis.
- ✓ A Teresa Cotera, Víctor de la Cueva y al Tecnológico de Monterrey Campus Santa Fe por su apoyo y confianza ciega.
- ✓ A Ulises Figueroa y al Tecnológico de Monterrey Campus Estado de México por abrirme sus puertas.
- ✓ A Alejandro García Hinojosa y al Departamento de Metalurgia de la Facultad de Química de la Universidad Nacional Autónoma de México por toda la asesoría y apoyo que siempre se me otorgó.
- ✓ Al CONACYT, al Posgrado en Ciencia e Ingeniería de Materiales, al Instituto de Investigaciones en Materiales y a la Universidad Nacional Autónoma de México por haber sido parte fundamental en mi formación académica.
- ✓ A todos mis seres queridos y amigos que de un modo u otro hacen que siga adelante.

ÍNDICE

Lista de figuras	IV
Lista de tablas	VIII
Nomenclatura	X
Resumen	XIII
Abstract	XIV
Introducción	XV
Antecedentes	XVII
Justificación	XX
Objetivo general	XXII
Objetivos específicos	XXII
Metodología	XXIV
Capítulo 1 Tratamiento termoquímico de borurización	1
1.1 Generalidades del tratamiento termoquímico de borurizado	1
1.1.1 Medios en los que se lleva a cabo el proceso de borurización	4
a) Borurización en polvo	4
b) Borurización en estado líquido	5
c) Borurización en estado gaseoso	5

d) Borurización en plasma	6
e) Borurización en pasta	6
1.1.2 Generalidades de los boruros formados en el proceso de borurización	7
1.2 Modelo matemático que describe la movilidad del boro en las fases boruradas	11
1.2.1 Primera ley de Fick	11
1.2.2 Segunda ley de Fick	13
1.2.3 Ecuación de Arrhenius	16
Capítulo 2 Tenacidad a la fractura por microindentación tipo Vickers	19
2.1 Generalidades	19
2.1.1 Ensayo de microdureza Vickers	21
2.2 Modelos de agrietamiento tipo Palmqvist para la determinación de la tenacidad a la fractura empleando microindentación tipo Vickers	25
2.2.1 Ecuación de M. T. Laugier	25
2.2.2 Ecuación de K. Niihara	26
2.2.3 Ecuación de K. Niihara, R. Morena y D. P. H. Hasselman	28
2.2.4 Ecuación de D. K. Shetty, I. G. Wright, P. N. Mincer y A. H. Clauer	29
Capítulo 3 Procedimiento experimental	31
3.1 Proceso experimental de borurización en pasta	31
3.1.1 Observación y determinación del espesor de las capas boruradas	33
3.1.2 Análisis por difracción de rayos X	37
3.2 Ensayo de microdureza Vickers en capas borurizadas	40
3.3 Fractura por microindentación en capas borurizadas	42
Capítulo 4 Análisis de Resultados	51
4.1 Estudio de la movilidad del boro en la fase Fe ₂ B en aceros borurados AISI 1045	52

4.2 Ensayo de microdureza Vickers en capas boruradas Fe ₂ B	56
4.2.1 Perfiles de microdureza en aceros borurados AISI 1045	56
4.2.2 Dureza real o verdadera del boruro Fe ₂ B	59
4.3 Tenacidad a la fractura K_C por microindentación tipo Vickers	61
4.4 Validación de tres modelos de agrietamiento tipo Palmqvist para la determinación de la tenacidad a la fractura	73
Conclusiones	77
Recomendaciones para trabajos futuros	80
Anexos	
Anexo A Solución a la segunda ley de Fick	81
Anexo B Microfotografías de capas boruradas en aceros AISI 1045	84
Anexo C Microfotografías de perfiles de microdureza en capas boruradas Fe ₂ B	87
Anexo D Datos para la evaluación de la tenacidad a la fractura en capas boruradas Fe ₂ B	94
Anexo E Microfotografías obtenidas por la técnica de fractura por microindentación tipo Vickers en capas boruradas Fe ₂ B	114
Referencias	118
Publicaciones realizadas durante el presente trabajo	122

LISTA DE FIGURAS

Figura 1.1 Difusión de átomos de boro en un sustrato metálico (Fe) para la formación de boruros intermetálicos FeB y Fe₂B sobre la superficie del sustrato.

Figura 1.2 Aplicaciones de aceros borurizados en la industria: (a) engranes (acero 1015), (b) pernos (acero 1045), (c) pistones (acero 4140, H12 y H13), (d) cojinetes (acero E52100), (e) bujes (acero D2, D3, 302, 316), (f) pernos y dados para forja (acero L6), (g) rodillos (acero O2 y O7) y (h) moldes (acero 410).

Figura 1.3 Micrografía de hierro nodular borurizado en polvo en donde se observa la formación de una bicapa de fases FeB y Fe₂B.

Figura 1.4 Diagrama de fases Fe-B.

Figura 1.5 Morfología de capas boruradas para diferentes aceros: (a) Acero borurado AISI 1018, (b) Acero borurado AISI H13, y (c) Acero borurado AISI 304.

Figura 1.6 Solución sólida intersticial y dos planos separados cierta distancia α .

Figura 1.7 Cambio de concentración al haber difusión en una distancia interplanar α .

Figura 1.8 Perfil de concentraciones asumido para el crecimiento del boruro de hierro en su fase Fe₂B.

Figura 2.1 Representación esquemática de los dos grupos de agrietamiento generados por microindentación Vickers: (a) Ejemplo de una indentación superficial (vista aérea). (b) Agrietamiento tipo radial (vista en sección transversal). (c) Agrietamiento tipo Palmqvist (vista en sección transversal).

Figura 2.2 Microindentador Vickers.

Figura 2.3 Representación esquemática del espaciamiento permitido entre microindentaciones Vickers: (a) Caso en el que no haya agrietamiento presente en el material. (b) Caso en el que haya agrietamiento presente en el material.

Figura 2.4 Microindentaciones tipo Vickers con una carga de 9.8 N en el boruro de hierro Fe₂B formado sobre la superficie de un acero AISI 1045.

Figura 2.5 Vista transversal de un agrietamiento en el régimen tipo Palmqvist cuyas grietas poseen una geometría semi-circular.

Figura 2.6 Modelo de agrietamiento tipo Palmqvist por K. Niihara.

Figura 3.1 Representación esquemática del molde de acrílico. (a) Colocación de las probetas de acero AISI 1045 sobre la base del molde. (b) Cierre de las dos secciones simétricas del molde de acrílico y la posición final de las muestras de acero con el recubrimiento de la pasta de carburo de boro sobre su superficie.

Figura 3.2 Sección transversal de muestras de acero AISI 1045 borurizados con la presencia de la capa Fe_2B a la temperatura de 1000 °C y 4 mm de espesor de pasta de carburo con tiempos de tratamiento de: (a) 2, (b) 4, (c) 5, (d) 6 y (e) 8 h. Magnificación 20x.

Figura 3.3 Criterio de medición para el espesor de la capa de boruro de hierro.

Figura 3.4 Espesores en [μm] de la capa de boruro de hierro Fe_2B en función del tiempo a las temperaturas de tratamiento de: (a) 850, (b) 900, (c) 950 y (d) 1000 °C.

Figura 3.5 Interacción constructiva entre rayos X y el material cristalino. Dicha interacción sucede en ángulos que satisfacen la ley de Bragg.

Figura 3.6 Patrón de difracción por rayos X originado durante la detección de la fase Fe_2B en la superficie de una probeta de acero AISI 1045 borurizado a 1000 °C durante 8 h.

Figura 3.7 Perfil de microdureza de la capa borurada Fe_2B para el acero borurado AISI 1045 a una temperatura de 1000 °C con 2 h de tratamiento. Magnificación 50x.

Figura 3.8 Criterio de medición para encontrar el valor de c . Imagen por microscopía óptica (50x), a una carga de 9.8 N.

Figura 3.9 Fractura por microindentación Vickers para muestras borurizadas de aceros AISI 1045 a la temperatura de 950 °C con cargas de: (a) 1.9, (b) 2.9, (c) 4.9 y (d) 9.8 N con 8 h de tratamiento. Magnificación 50X.

Figura 3.10 Comportamiento de la longitud de grieta en función de la carga de indentación a las temperaturas de: (a) 900, (b) 950 y (c) 1000 °C.

Figura 4.1 Cinética de crecimiento del boruro Fe_2B en el acero borurado AISI 1045.

Figura 4.2 Comportamiento tipo Arrhenius para la evaluación de la movilidad del boro en el boruro Fe_2B en función de las temperaturas de tratamiento.

Figura 4.3 Perfil de microdurezas obtenido en la capa borurada Fe_2B : (a) 850 °C, (b) 900 °C, (c) 950 °C y (d) 1000 °C.

Figura 4.4 Microdureza real en función de las cargas de indentación para diferentes distancias desde la superficie del boruro Fe_2B con temperaturas de tratamiento de: (a) 900, (b) 950 y (c) 1000 °C.

Figura 4.5 Comportamiento de K_C (modelo de M. T. Laugier) en función de la carga de indentación a las temperaturas de tratamiento de: (a) 900, (b) 950 y (c) 1000 °C.

Figura 4.6 Comportamiento de K_C (modelo de K. Niihara) en función de la carga de indentación a las temperaturas de tratamiento de: (a) 900, (b) 950 y (c) 1000 °C.

Figura 4.7 Comportamiento de K_C (modelo de K. Niihara, R. Morena y D. P. H. Hasselman) en función de la carga de indentación a las temperaturas de tratamiento de: (a) 900, (b) 950 y (c) 1000 °C.

Figura 4.8 Comportamiento de K_C (modelo de D. K. Shetty, I. G. Wright, P. N. Mincer y A. H. Clauer) en función de la carga de indentación a las temperaturas de tratamiento de: (a) 900, (b) 950 y (c) 1000 °C.

Figura 4.9 Correlación del parámetro normalizado de tenacidad a la fractura/microdureza en función de la razón de la longitud de la grieta tipo Palmqvist g/l para capas boruradas Fe_2B . Modelo de de K. Niihara.

Figura 4.10 Correlación del parámetro normalizado de tenacidad a la fractura/microdureza en función de la razón de la longitud de la grieta tipo Palmqvist g/l para capas boruradas Fe_2B . Modelo de K. Niihara, R. Morena y D. P. H. Hasselman.

Figura 4.11 Relación entre tenacidad a la fractura (K_C) y el parámetro dureza – resistencia al agrietamiento $(HW)^{1/2}$ para capas boruradas Fe_2B . Modelo de D. K. Shetty, I. G. Wright, P. N. Mincer y A. H. Clauer.

Figura B.1 Sección transversal de muestras de acero AISI 1045 borurizados con la presencia de la capa Fe_2B a la temperatura de 850 °C y 4 mm de espesor de pasta de carburo de boro con tiempos de tratamiento de: (a) 2, (b) 4, (c) 5, (d) 6 y (e) 8 h. Magnificación 20x.

Figura B.2 Sección transversal de muestras de acero AISI 1045 borurizados con la presencia de la capa Fe_2B a la temperatura de 900 °C y 4 mm de espesor de pasta de carburo de boro con tiempos de tratamiento de: (a) 2, (b) 4, (c) 5, (d) 6 y (e) 8 h. Magnificación 20x.

Figura B.3 Sección transversal de muestras de acero AISI 1045 borurizados con la presencia de la capa Fe_2B a la temperatura de 950 °C y 4 mm de espesor de pasta de carburo de boro con tiempos de tratamiento de: (a) 2, (b) 4, (c) 5, (d) 6 y (e) 8 h. Magnificación 20x.

Figura C.1 Perfiles de microdureza de las capas boruradas Fe_2B formadas en la superficie de aceros AISI 1045 a una temperatura de 850 °C con tiempos de tratamiento de: (a) 2, (b) 4, (c) 5, (d) 6 y (e) 8 h. Magnificación 50x.

Figura C.2 Perfiles de microdureza de las capas boruradas Fe_2B formadas en la superficie de aceros AISI 1045 a una temperatura de 900 °C con tiempos de tratamiento de: (a) 2, (b) 4, (c) 5, (d) 6 y (e) 8 h. Magnificación 50x.

Figura C.3 Perfiles de microdureza de las capas boruradas Fe_2B formadas en la superficie de aceros AISI 1045 a una temperatura de 950 °C con tiempos de tratamiento de: (a) 2, (b) 4, (c) 5, (d) 6 y (e) 8 h. Magnificación 50x.

Figura C.4 Perfiles de microdureza de las capas boruradas Fe_2B formadas en la superficie de aceros AISI 1045 a una temperatura de 1000 °C con tiempos de tratamiento de: (a) 2, (b) 4, (c) 5, (d) 6 y (e) 8 h. Magnificación 50x.

Figura E.1 Fractura por microindentación Vickers para la muestra borurizada de acero AISI 1045 a la temperatura de 850 °C con carga de 2.9 N con 8 h de tratamiento. Magnificación 50X.

Figura E.2 Fractura por microindentación Vickers para muestras borurizadas de aceros AISI 1045 a la temperatura de 900 °C con cargas de: (a) 1.9, (b) 2.9 y (c) 4.9 N con 8 h de tratamiento. Magnificación 50X.

Figura E.3 Fractura por microindentación Vickers para muestras borurizadas de aceros AISI 1045 a la temperatura de 1000 °C con cargas de: (a) 1.9, (b) 2.9, (c) 4.9 y (d) 9.8 N con 8 h de tratamiento. Magnificación 50X.

LISTA DE TABLAS

Tabla 3.1 Espesores de la capa de boruro de hierro Fe_2B en función de los tiempos y temperaturas de tratamiento.

Tabla 3.2 Tamaño de grieta (c) promedio por cada distancia de microindentación desde la superficie hasta $25\ \mu\text{m}$. Temperatura de tratamiento $850\ ^\circ\text{C}$.

Tabla 3.3 Tamaño de grieta (c) promedio por cada distancia de microindentación desde la superficie hasta $55\ \mu\text{m}$. Temperatura de tratamiento $900\ ^\circ\text{C}$.

Tabla 3.4 Tamaño de grieta (c) promedio por cada distancia de microindentación desde la superficie hasta $65\ \mu\text{m}$. Temperatura de tratamiento $950\ ^\circ\text{C}$.

Tabla 3.5 Tamaño de grieta (c) promedio por cada distancia de microindentación desde la superficie hasta $85\ \mu\text{m}$. Temperatura de tratamiento $1000\ ^\circ\text{C}$.

Tabla 3.6 Validación de la presencia de grietas tipo Palmqvist a través de las pendientes obtenidas de los gráficos de $\ln g$ versus $\ln P$.

Tabla 4.1 Constantes de crecimiento parabólico para el boruro de hierro Fe_2B .

Tabla 4.2 Coeficientes de difusión para el boruro de hierro en su fase Fe_2B .

Tabla 4.3 Comparación de los valores de energía de activación propuestos por diferentes autores para aceros borurados AISI 1045.

Tabla 4.4 Valores de esfuerzos residuales térmicos en aceros borurados AISI 1045.

Tabla 4.5 Valores del factor de intensidad de esfuerzos para el boruro de hierro Fe_2B obtenidos por la ecuación de M. T. Laugier.

Tabla 4.6 Valores del factor de intensidad de esfuerzos para el boruro de hierro Fe_2B obtenidos por la ecuación de K. Niihara.

Tabla 4.7 Valores del factor de intensidad de esfuerzos para el boruro de hierro Fe_2B obtenidos por la ecuación de K. Niihara, R. Morena y D. P. H. Hasselman.

Tabla 4.8 Valores del factor de intensidad de esfuerzos para el boruro de hierro Fe_2B obtenidos por la ecuación de D. K. Shetty, I. G. Wright, P. N. Mincer y A. H. Clauer.

Tabla 4.9 Valores promedio del factor de intensidad de esfuerzos.

Tabla 4.10 Comparación de los valores de tenacidad a la fractura para capas boruradas propuestos por diferentes autores.

Tabla 4.11 Ecuaciones obtenidas del ajuste de los datos experimentales por medio de una regresión lineal.

Tabla D.1 Valores de tenacidad a la fractura para la carga de 1.9 N a las temperaturas de tratamiento de: (a) 850 (b) 900 (c) 950 y (d) 1000 °C.

Tabla D.2 Valores de tenacidad a la fractura para la carga de 2.9 N a las temperaturas de tratamiento de: (a) 900 (b) 950 y (c) 1000 °C.

Tabla D.3 Valores de tenacidad a la fractura para la carga de 4.9 N a las temperaturas de tratamiento de: (a) 900 (b) 950 y (c) 1000 °C.

Tabla D.4 Valores de tenacidad a la fractura para la carga de 9.8 N a las temperaturas de tratamiento de: (a) 950 y (b) 1000 °C.

NOMENCLATURA

k - Constante de difusividad

u - Espesor de la capa de boruro de hierro

t - Tiempo

α - Distancia Interplanar

N - # átomos/plano

Γ - Probabilidad de un evento exitoso

J - Flujo de átomos

C - Concentración

$\frac{\partial C}{\partial x}$ - Gradiente de concentración

D - Coeficiente de difusión

D_o - Constante de difusividad

$C_{Fe_2B}(u, t)$ - Concentración de boro a un espesor “ u ” durante un tiempo “ t ”

D_{Fe_2B} - Coeficiente de difusión de boro

erf - Función error Gaussiana

A - Solvente

B - Solute

β - Relación de volumen específico entre el substrato y Fe_2B

C_s - La concentración de boro en la superficie

C_{eFe_2B} - La concentración de boro en la interfase Fe_2B /austenita

C_{iFe_2B} - La concentración de boro en la interfase austenita/ Fe_2B

C_o - La concentración inicial de boro en el substrato

k^* - Constante de Boltzmann

ΔG - Energía libre de Gibbs

T - Temperatura

ν_d - Frecuencia de Debeye

- η_c - Número de átomos
- N_{AV} - Número de Avogadro
- R - Constante universal de los gases ideales
- H^* - Entalpía
- ΔS - Entropía
- Q - Energía de activación
- l - Mitad de la diagonal de la huella del indentador
- g - Longitud de grieta
- c - Longitud de la grieta medida desde el centro de la huella del indentador
- HV - Microdureza Vickers
- H - Dureza
- P - Carga
- A_s - Área superficial de la indentación
- γ - Ángulo de cara del indentador
- d - Longitud total de la diagonal de la indentación
- K_c - Factor de intensidad de esfuerzos crítico
- P_r - Fuerza impulsora residual para el crecimiento de grieta
- E - Modulo de Young
- k' - Constante de calibración
- K^{SC} - Factor de intensidad de esfuerzos para una representación semi-circular
- K^{CLP} - Factor de intensidad de esfuerzos para una representación radial
- k^p - Constante de calibración
- k_o - Constante de calibración
- σ - Esfuerzo de tensión residual generado durante la remoción de la carga
- Q' - Integral elíptica
- ϕ - Factor de restricción
- σ_y - Esfuerzo de fluencia
- ξ - Ángulo del indentador
- m - Profundidad de la grieta

W - Resistencia al agrietamiento de un material

\bar{g} - Promedio de las cuatro grietas medidas en las esquinas del indentador

λ_o - Longitud de onda de rayos X

d_{hkl} - Distancia interplanar

I - Intensidad de picos en un patrón de difracción de rayos X

σ_{th} - Esfuerzo residual térmico

ν - Modulo de Poisson

α_l - Coeficiente de expansión térmico que para la fase Fe₂B

α_s - Coeficiente de expansión térmico que para el substrato

P_{hkl} - Densidad Polar

RESUMEN

En el presente estudio se evalúa la cinética de crecimiento y la tenacidad a la fractura en capas de boruros de hierro Fe_2B sobre la superficie de aceros AISI 1045. El coeficiente de difusión del boro en la fase borurada se determinó a través de la solución fundamental de la segunda ley de Fick y la ecuación de balance de masa en las interfases de crecimiento, considerando que las capas boruradas obedecen la ley de crecimiento parabólico. Asimismo, se utilizaron cuatro modelos bajo el régimen de agrietamiento tipo Palmqvist para la determinación del valor de la tenacidad a la fractura del boruro de hierro. La formación de la fase Fe_2B se llevó a cabo por borurización en pasta a las temperaturas de 850, 900, 950 y 1000 °C con tiempos de tratamiento de 2, 4, 5, 6 y 8 h por cada temperatura, empleando un espesor de pasta de carburo de boro constante de 4 mm sobre la superficie del substrato. Debido al potencial de boro empleado y la ausencia de elementos de aleación, tales como Cr, Ni, Mo, V, W, en el substrato se obtuvieron capas monofásicas y aserradas de boruros Fe_2B .

La caracterización mecánica de las capas boruradas se realizó en dos etapas: la primera consistió en determinar la influencia de los parámetros experimentales (tiempo y temperatura de tratamiento) en la dureza de la fase Fe_2B ; el ensayo de microdureza Vickers se realizó a una carga constante de 1.9 N variando las distancias de microindentación sobre la superficie de la capa en función del espesor de la fase borurada y el tamaño de la diagonal producida. Por otro lado, en la segunda etapa, se evaluó en forma experimental la tenacidad a la fractura, empleando la teoría de mecánica de la fractura por indentación para el régimen de grietas tipo Palmqvist, seleccionando las muestras boruradas a un tiempo constante de 8 h para cada una de las temperaturas de tratamiento, y variando las cargas de aplicación en 1.9, 2.9, 4.9 y 9.8 N, así como las distancias de indentación.

Finalmente, los resultados de la tenacidad a la fractura en las capas boruradas obtenidas por las restricciones teóricas de los cuatro modelos empleados fueron analizados entre sí, en función de las diferentes distancias y cargas de indentación, y relacionando gráficamente el valor de tenacidad a la fractura con el agrietamiento para obtener el mejor ajuste de tres de los cuatro modelos empleados.

ABSTRACT

The growth kinetics and fracture toughness of the Fe₂B iron boride layer has been evaluated in this study on AISI 1045 steel surfaces. The boron diffusion coefficient of the borided phase was calculated with the second Fick's law and with the mass balance equation at the growth interphases, considering that borided layers obey the parabolic growth law. Also, four models considering the Palmqvist type cracking regime were employed for the evaluation of the fracture toughness on boride layers. The paste boriding process was carried out at temperatures of 850, 900, 950 and 1000 °C, with exposure times of 2, 4, 5, 6, and 8 h, using 4 mm of boron carbide paste thickness at the surface of the samples. Fe₂B monolayer with a saw-toothed morphology at the growth interphase was obtained due to the absence of alloying elements, such as Cr, Ni, Mo, V, W, in the substrate and a low boron potential at material surface.

The mechanical characterization of the borided layers was carried out in two stages: the first, consisted of determining the influence of the experimental parameters (time and temperature treatment) in the Fe₂B phase hardness; Vickers micro-hardness tests were carried out at a 1.9 N constant load modifying the micro-indentation distances from the surface as a function of the thickness of the borided layers and the diagonal size impression. On the other hand, in the second stage, the fracture toughness was experimentally determined by means of induced-fracture indentation using the Palmqvist type cracking, with samples boronized at a constant time of 8 h for each of the treatment temperatures, and varying micro-indentation distances and applied loads in 1.9, 2.9, 4.9, and 9.8 N.

Finally, the fracture toughness results on borided layers obtained by the four Palmqvist crack models were analyzed to each other, based on the different indentation distances and loads. The present work shows the behavior between the fracture toughness and the crack resistance to obtain the best adjustment of three of the four employed models.

INTRODUCCIÓN

La borurización en pasta es un tratamiento termoquímico alternativo para la modificación de superficies de materiales ferrosos y no ferrosos a través de la difusión de boro y la subsecuente formación de fases boruradas tipo $(Fe,M)B$ y $(Fe,M)_2B$, donde M corresponde a los elementos de aleación presentes en el sustrato y que difunden en las capas de boruros de hierro. Debido a la alta dureza obtenida por este tratamiento (alrededor de 2000 HV) en comparación con tratamientos termoquímicos como la carburización, nitruración o carbonitruración, es necesaria la interpretación de las propiedades mecánicas, físicas y químicas de las capas de boruros de hierro formadas en la superficie del sustrato.

La importancia del análisis de la cinética de crecimiento de las fases boruradas permite la optimización y automatización del proceso de borurización en pasta, en donde conociendo los parámetros experimentales del proceso (esencialmente tiempo, temperatura de tratamiento y espesor de capa), es factible predecir los valores de los coeficientes de difusión del boro en las fases FeB y Fe_2B [1-4].

Asimismo, una de las propiedades mecánicas más importantes en diseño es el valor de tenacidad a la fractura. Este parámetro mecánico indica el comportamiento del material con presencia de grietas, fisuras, porosidad, etc., y por ende, establece las condiciones óptimas de diseño en componentes ingenieriles para un buen funcionamiento. Asimismo, la abrasión y la adhesión son las principales formas de desgaste, siendo característicos de casi todos los tipos de esfuerzos mecánicos. Los aceros borurizados son resistentes a la abrasión debido a su extrema dureza en la superficie, siendo aplicables en los sistemas de transporte neumático, componentes de máquinas para procesar plástico (tornillos de extrusión), rodamientos y cojinetes para bombas de extracción de petróleo, válvulas de bola, émbolos para la industria del vidrio y componentes en la maquinaria textil.

El presente trabajo de investigación determina, por una parte, el coeficiente de difusión del boro en la fase Fe_2B para el acero borurado AISI 1045, empleando un modelo matemático que describe la evolución de crecimiento de las fases de boruros de hierro a través de la solución fundamental de la segunda ley de Fick y las ecuaciones de

balance de masa en las interfases de crecimiento. El modelo asume que la difusión del boro se realiza en forma unidireccional y que el crecimiento de los boruros obedece la ley de crecimiento parabólico.

Igualmente, los valores de tenacidad a la fractura por microindentación en capas borurizadas tipo Fe_2B son determinados por 4 modelos de agrietamiento tipo Palmqvist [5,6], donde se establecen los criterios teóricos de la Mecánica de la Fractura Lineal Elástica asumidos por cada modelo. En cada modelo, los parámetros experimentales a considerar son la mitad de la diagonal de la microindentación (l), la longitud de grieta generada en los vértices de la indentación (g), la microdureza (HV) y el módulo de Young (E) de la fase borurada, la carga de aplicación (P) y el valor de c que equivale a $l + g$.

Finalmente, este trabajo de investigación analiza los valores de la tenacidad a la fractura de la fase Fe_2B , en función de las distancias de microindentación generadas a lo largo del espesor de la capa borurada, de las cargas de aplicación y de las temperaturas del tratamiento termoquímico de borurización en pasta. Por otro lado, se establece la relación de los valores de tenacidad de la fractura en función del agrietamiento tipo Palmqvist, para la determinación del mejor ajuste de tres de los cuatro modelos empleados, siendo exclusivamente para aceros borurados AISI 1045.

ANTECEDENTES

La borurización en pasta ha sido implementada en México a partir del año de 1997 [2]. Dentro de este trabajo pionero, se utilizó a la pasta de carburo de boro como una alternativa al proceso tradicional de borurización en caja empleado en Europa. Bajo el método por pasta, se determinó una alternativa de preparación de las muestras cuando se requiere reducir el trabajo manual utilizado en la borurización en polvo, además su ventaja radica en altos volúmenes de trabajo y en tratamientos selectivos. La pasta consta de B_4C (aproximadamente 76% en peso de boro) y activadores, en donde es posible el control del potencial químico de boro de acuerdo al espesor de pasta de carburo de boro que recubre la superficie de la pieza y a la preparación de la pasta que se basa en la relación agua/polvo utilizado.

Una atmósfera inerte es necesaria para la utilización de la pasta de carburo de boro, siendo argón puro el gas empleado durante el tratamiento termoquímico. La atmósfera controlada determina la profundidad de la capa de boruro obtenida, teniendo mayor espesor en comparación con métodos de borurización en polvo [3,4].

Los primeros aceros endurecidos bajo el método de borurización en pasta en México, fueron aceros comerciales principalmente en la industria de herramientas de corte, maquinaria, para construcción y en la industria alimenticia. Dentro de la caracterización mecánica realizada en la superficie de los substratos expuestos al tratamiento termoquímico, se determinaron inicialmente el comportamiento al desgaste e impacto, e incluso la cinética de crecimiento de fases boruradas con tiempos y temperaturas variables de tratamiento.

El estudio de la cinética de crecimiento de las capas boruradas ha sido de interés en los últimos 20 años. Diversos modelos de transferencia de masa han sido propuestos para la determinación del coeficiente de difusión del boro en las fases boruradas [1-3, 7-9]. En la mayoría de estos modelos, se considera que el perfil de concentración del boro para el crecimiento de una o más fases es lineal, siendo constantes las concentraciones de boro en las interfases de crecimiento y en la superficie del sustrato. En todo momento del proceso de borurización, se alcanzan las condiciones de equilibrio termodinámico y el crecimiento de la(s) capa(s) obedece la ley de crecimiento

parabólico $u = 2k\sqrt{t}$. Es importante mencionar que el coeficiente de difusión es obtenido a través de la ecuación de balance de masa en la(s) interfase(s) de crecimiento, siendo dependiente de la constante de crecimiento k .

Igualmente, la influencia de la temperatura de tratamiento en la movilidad del boro en la fase(s) borurada(s) se establece en términos de la ecuación de Arrhenius. Sin embargo, es necesario establecer que el valor del coeficiente de difusión obtenido en [1-3, 7-9], además de estar en función de la temperatura a la que se realice la borurización, es susceptible a los criterios de medición experimental de la capa borurada, lo que genera incertidumbre en la información obtenida y obliga a realizar un proceso de medición estadísticamente confiable.

Dentro de los últimos trabajos en el proceso de borurización en pasta, las técnicas de lógica difusa y modelación por redes neuronales han sido implementadas [10,11]. Principalmente, estos estudios se basan en determinar la cinética de crecimiento de capas boruradas tipo Fe_2B en aceros estructurales AISI 1045, donde los espesores de capa dependen de los tiempos de tratamiento y los espesores de pasta de carburo de boro empleados en el proceso. Los resultados obtenidos por ambas técnicas y confrontados con resultados experimentales del espesor de la capa Fe_2B , indican una precisión del 97% aproximadamente.

Por otro lado, es mínima la investigación que se ha realizado acerca de la tenacidad a la fractura en las fases FeB y Fe_2B . Los autores en [12-15] aplican los principios de fractura por indentación para evaluar la tenacidad a la fractura de las fases FeB y Fe_2B en substratos de hierro puro y aceros grado herramienta. Las grietas fueron generadas por microdurezas tipo Vickers en un intervalo de cargas entre 0.5 y 3.0 N. En estos estudios, se asume un modelo de agrietamiento tipo radial-media [16], estableciendo mediciones de la longitud total de la grieta en vértices simétricos de las indentaciones producidas sobre las capas boruradas. Los resultados muestran una variación de la tenacidad a la fractura en función del tiempo de tratamiento, lo que indica una dependencia entre el espesor de la capa borurada y la tenacidad a la fractura.

Finalmente, en [17,18] se determinaron los valores de tenacidad a la fractura y tenacidad a la fractura fractal en aceros borurizados AISI 1045 con tiempos de tratamiento de 4 y 6 h a las temperaturas de 950 y 1000 °C con 5 mm de espesor de

pasta de carburo de boro que rodeó la superficie de las muestras. Estos estudios se basaron en técnicas de microindentación Vickers, bajo una carga constante de 1.9 N, midiendo la longitud de grieta en los vértices de la indentación y estableciendo un comportamiento potencial de la tenacidad a la fractura de la fase Fe_2B en función de la mitad de la diagonal de indentación. Igualmente el modelo de agrietamiento empleado fue del tipo radial-media, realizando más de 480 mediciones de microdureza a lo largo del espesor de la capa de boruro de hierro.

La contribución del presente trabajo es determinar el coeficiente de difusión del boro en la fase borurada Fe_2B a través de la ecuación de balance de masa en la interfase de crecimiento Fe_2B /substrato y considerando que el crecimiento del boruro en la superficie del acero AISI 1045 obedece la ley de crecimiento parabólico. Por otro lado, se realiza la evaluación de la tenacidad a la fractura del boruro de hierro empleando la técnica de microindentación Vickers, asumiendo que el crecimiento de la grieta en los vértices de la indentación es del tipo Palmqvist. Los modelos de agrietamiento utilizados en la evaluación de la tenacidad a la fractura se encuentran en función de las diferentes distancias de microindentación, las cargas de prueba y de las temperaturas de tratamiento.

JUSTIFICACIÓN

La optimización y automatización del proceso de borurización en pasta representa un área de oportunidad para su aplicación en la industria de tratamientos termoquímicos en México, debido a que puede sustituir métodos convencionales de endurecimiento superficial al obtener mejores propiedades de resistencia a la abrasión, corrosión y desgaste por la elevada dureza obtenida en la superficie del material. Además, disminuye el riesgo por emisiones contaminantes en comparación con tratamientos que requieren de baño en sales.

Con el fin de aportar información para la optimización del tratamiento, en este estudio se analizó la influencia de los parámetros de tiempo, temperatura y manteniendo constante el potencial de boro sobre la superficie de las piezas, sobre la cinética de crecimiento y la tenacidad a la fractura de los boruros de hierro Fe_2B obtenidos sobre un acero estructural AISI 1045. Asimismo, la selección de un acero al carbono representa la posibilidad de reducción de costos, por ser una alternativa para sustituir aceros de alta aleación.

Por otro lado, la resistencia al desgaste de las capas boruradas está relacionada con la tenacidad a la fractura de las fases. En materiales frágiles, cuando una partícula dura interactúa con la superficie, se genera la fractura, que más adelante se propaga y desprende material, originando partículas de desgaste, corte y rayado. El método de microindentación para determinar la tenacidad a la fractura en materiales frágiles es una técnica no destructiva y sencilla, que requiere únicamente de una superficie pulida y plana del material. La generación de grietas producidas por contacto mecánico entre el indentador y la superficie del material dependen esencialmente de la geometría del indentador y la carga aplicada.

Las relaciones empleadas por otros investigadores, para definir la tenacidad a la fractura de capas boruradas [12-15], están basadas en ecuaciones que son válidas para modelos de agrietamiento tipo radial-media, sin embargo, no se ha explicado el porqué de esta consideración.

El presente trabajo utiliza modelos de agrietamiento tipo Palmqvist, como una alternativa en la evaluación de la tenacidad a la fractura de capas boruradas, realizando

más de 610 indentaciones para validar los modelos propuestos en este estudio. Asimismo, no se tienen referencias bibliográficas donde se propongan modelos de agrietamiento tipo Palmqvist en la evaluación de este parámetro mecánico. La mayoría de los autores que han evaluado la tenacidad a la fractura en capas boruradas asumen que el agrietamiento es del tipo radial-media, sin explicar el porqué del uso de este modelo.

OBJETIVO GENERAL

Evaluación de la cinética de crecimiento y caracterización mecánica de capas boruradas formadas en la superficie de aceros AISI 1045 a través de un modelo de transferencia de masa con condiciones en la frontera y el empleo de la técnica de fractura por microindentación para la determinación del coeficiente de difusión del boro y la tenacidad a la fractura en la fase Fe_2B .

Objetivos específicos

1. Modelar el crecimiento de la capa de boruro de hierro Fe_2B sobre la superficie de aceros AISI 1045 en función de los parámetros experimentales de la temperatura y tiempo de tratamiento, manteniendo constante el espesor de pasta de carburo de boro sobre la superficie del material, en la determinación numérica de la velocidad de difusión del boro en la fase borurada.
2. Determinar el comportamiento mecánico de la fase borurada Fe_2B empleando el ensayo de microdureza Vickers para establecer la dureza de la capa de boruro de hierro a diferentes distancias de microindentación en función del tiempo y temperatura del tratamiento termoquímico.
3. Validar los resultados experimentales de la tenacidad a la fractura (K_C) de la fase Fe_2B obtenida a las temperaturas de 850, 900, 950 y 1000°C con 8 h de tratamiento, utilizando los principios de fractura por microindentación en materiales cerámicos, para evaluar el comportamiento de K_C en función de las distancias y cargas de indentación sobre la capa borurada.
4. Establecer la relación de los valores de tenacidad a la fractura en función del agrietamiento tipo Palmqvist para tres de los cuatro modelos empleados, utilizando todo el conjunto de experimentos de borurización en pasta y fractura por microindentación para proponer el modelo de mejor ajuste en la evaluación

de tenacidad a la fractura del boruro de hierro Fe_2B en aceros borurados AISI 1045.

METODOLOGÍA

La metodología y planteamiento del presente proyecto consistió en tres etapas:

- a) Evolución de la cinética de crecimiento de capas boruradas sobre la superficie de aceros estructurales AISI 1045. El tratamiento termoquímico consistió en modificar los parámetros experimentales tiempo y temperatura del proceso, manteniendo constante el espesor de pasta de carburo de boro, los cuales inciden drásticamente en la formación del boruro de hierro sobre la superficie del material. Por otro lado, la evolución de los frentes de crecimiento se determinó a través de la solución clásica de la segunda ley de Fick y de la ecuación de balance de masa. El modelo matemático permite describir, de forma cuantitativa, la velocidad de difusión del boro en la fase Fe_2B .
- b) Evaluación de la microdureza de la capa borurada Fe_2B en función del tiempo y temperatura de tratamiento. Los ensayos se realizaron con un indentador tipo Vickers a una carga constante de 1.9 N. El número de microindentaciones efectuadas a lo largo de la superficie del boruro de hierro se determinaron conforme al espesor de la capa y el tamaño de la huella de indentación. Los perfiles de microdureza se establecieron en forma general en un intervalo de 15 - 125 μm desde la superficie de los aceros borurados.
- c) Determinación de la tenacidad a la fractura en capas boruradas tipo Fe_2B . Se seleccionaron las muestras boruradas con un tiempo de 8 h a para las diferentes temperaturas de tratamiento, con el objetivo de tener mayor área de indentación sobre la fase borurada. Se emplearon cuatro modelos de agrietamiento tipo Palmqvist (ver [5,6] y referencias que se encuentran en ellas) bajo cargas de 1.9, 2.9, 4.9 y 9.8 N aplicadas a diferentes distancias de microindentación desde la superficie del acero a lo largo de la capa borurada. Se realizaron 10 microindentaciones por cada distancia y carga de aplicación dando un total de 610 indentaciones. Por otro lado, se recabaron los datos experimentales de la

mitad de la diagonal de indentación, la longitud de las grietas generadas en los vértices de la huella y las microdurezas de la fase empleando un microscopio óptico Olympus GX51 y el software *Image Pro-Plus V 4.0*. Los resultados de K_c obtenidos por cada modelo fueron comparados entre sí y con las diferentes distancias y cargas de microindentación.

CAPÍTULO 1

Tratamiento termoquímico de borurización

El presente Capítulo se encuentra dividido en las dos siguientes secciones:

En la sección 1.1 se define lo que es el tratamiento termoquímico de borurización. Además se describen las generalidades de las fases formadas durante el proceso así como los diferentes medios para llevar a cabo la borurización.

En la sección 1.2 se definen los modelos matemáticos que describen la cinética de difusión del boro en la fase borurada Fe_2B .

1.1 Generalidades del tratamiento termoquímico de borurizado

La borurización es un tratamiento de endurecimiento superficial que se lleva a cabo en medios sólidos, líquidos y gaseosos. El propósito de este proceso es aplicarlo en la superficie de aleaciones ferrosas y no ferrosas para modificar sus propiedades químicas, físicas y mecánicas tales como la resistencia a la abrasión, desgaste, resistencia a la corrosión y límite de fatiga.

Dicho tratamiento es un proceso metalúrgico que es llevado a cabo por difusión, específicamente por transferencia de masa. Al someter un material a altas temperaturas en un ambiente rico en boro, los átomos de boro se difunden en la matriz de la superficie metálica para posteriormente ser absorbidos en los intersticios de la red [14]. Durante este proceso se forman boruros intermetálicos en la superficie del sustrato que forman una capa (figura 1.1). La capa puede formarse de una sola fase de boruros o de varias fases; por lo general los boruros formados son FeB y Fe_2B , siendo fases intersticiales y de elevada dureza. Debido a la influencia de los elementos aleantes en el metal la capa formada puede variar en su espesor y en su dureza.

El material debe contener cierto grado de limpieza superficial (libre de óxido) antes de ser tratado para no inhibir la difusión del boro atómico en su superficie; además debe someterse a temperaturas elevadas (800 a 1100 °C) en un intervalo de tiempo de 30 minutos a 12 horas. Después de borurizar, se define un medio de enfriamiento (aire, aceite o salmuera) con base en las propiedades que se deseen para el sustrato. Esencialmente, una matriz martensítica, en el caso de aceros de bajo a alto carbono, es recomendable, siendo un tratamiento térmico de revenido alternativo posterior al temple [19]. Idealmente se sugiere una superficie monofásica de boruro tipo Fe_2B debido a que esta fase es mucho más tenaz que una capa polifásica $\text{FeB}/\text{Fe}_2\text{B}$ para aplicaciones industriales en donde se requieran materiales metálicos con mejores propiedades de desgaste, abrasión, resistencia a la corrosión y límite de resistencia a la fatiga.

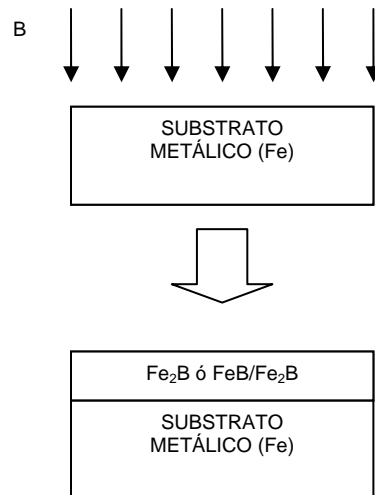


Figura 1.1 Difusión de átomos de boro en un sustrato metálico (Fe) para la formación de boruros intermetálicos FeB y Fe_2B sobre la superficie del sustrato.

La borurización es un proceso cuyas ventajas sobre otros tratamientos termoquímicos consisten en aumentar la dureza de la superficie del material, ya que forma compuestos intermetálicos con elevados puntos de fusión. La microdureza medida en la escala de Vickers (kg/mm^2 o HV) de los boruros formados en la superficie de la aleación ferrosa varía entre 1600 y 1900 unidades dependiendo del tipo de material, mientras que la dureza de aleaciones ferrosas nitruradas va desde 650 a 1700 unidades, y la de aleaciones ferrosas de baja aleación cementadas va desde 650 a 950 unidades [20]. Con esta información, es visible que entre los tratamientos termoquímicos ya mencionados, el borurizado es el que brinda mayor dureza superficial al acero. La

superficie del material borurizado no sólo es atractiva por su alta dureza sino también por el bajo coeficiente de fricción de las fases formadas durante el tratamiento ya que aumenta significativamente las propiedades tribológicas del material [19].

La figura 1.2 muestra algunas de las aplicaciones para diferentes tipos de aceros borurizados que se han llevado a cabo exitosamente en la industria [21].



Figura 1.2 Aplicaciones de aceros borurizados en la industria: (a) engranes (acero 1015), (b) pernos (acero 1045), (c) pistones (acero 4140, H12 y H13), (d) cojinetes (acero E52100), (e) bujes (acero D2, D3, 302, 316), (f) pernos y dados para forja (acero L6), (g) rodillos (acero O2 y O7) y (h) moldes (acero 410).

En aleaciones no ferrosas, el borurizado resulta ser un tratamiento con resultados igualmente atractivos. En la escala de Vickers (kg/mm^2 o HV) se conoce que el molibdeno borurizado forma fases intermetálicas que pueden tener hasta un valor de 2500 en su dureza. El titanio forma boruros con durezas de hasta 3370 HV. También es factible borurizar niobio, tántalo, hafnio y zirconio en donde se generan intermetálicos de más de 2000 HV de dureza [19].

Los valores de dureza superficial mencionados exceden a los del acero, teniendo una desventaja económica considerable debido a que son materiales de costos elevados. Además entre más elementos de aleación contenga el sustrato, mayor tiempo se requerirá para que el boro atómico difunda, retardando el crecimiento de la capa, lo que representa un mayor uso del equipo y por lo tanto, mayor costo económico para realizar el tratamiento [22].

1.1.1 Medios en los que se lleva a cabo el proceso de borurización

a) Borurización en polvo

El método consiste en introducir la pieza a borurizar en una caja de acero resistente al calor, sellada, que en su interior contenga una mezcla de sales en polvo. Es un procedimiento altamente ventajoso ya que es muy fácil de llevar a cabo y de relativa seguridad [23], además el método no requiere la inducción en la cámara del horno de atmósfera inerte. Comercialmente es posible encontrar polvos de carburo de boro con las siguientes composiciones:

- 5% B_4C , 90% SiC , 5% KBF_4
- 50% B_4C , 45% SiC , 5% KBF_4
- 85% B_4C , 15% Na_2CO_3
- 95% B_4C , 5% $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$
- 84% B_4C , 16% $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$

En donde el carburo de silicio actúa como diluyente el cual controla el flujo de boro activo; los otros compuestos actúan como activadores (substancias que inducen la reacción de boro en el substrato ferroso para la formación de una capa borurada) [19]. El espesor de la capa formada depende de cuatro factores: tiempo de tratamiento, temperatura, composición del substrato y el potencial de boro del compuesto (porcentaje en peso de boro atómico presente). En materiales ferrosos se recomiendan temperaturas de 700 °C a 900 °C [3]. La desventaja de este tipo de borurización es que es complicado llevarla a cabo para tratar piezas de un mismo lote con diferentes condiciones de tiempo y temperatura. Por ejemplo, si se establece una temperatura pero se requiere borurizar a diferentes tiempos de tratamiento, se necesitaría un crisol o refractario de acero para cada muestra y esto representa un costo extra y poca practicidad en el proceso. Además, al sumergirse la pieza por completo en el baño de sales, se pierde la opción de endurecer secciones específicas de la pieza.

b) Borurización en estado líquido

Este proceso puede realizarse introduciendo la pieza de trabajo en un baño de sales formado de tetraborato de sodio ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$). Este tratamiento no es de interés, debido a que la remoción del excedente de tetraborato de sodio sobre la superficie de la pieza posterior al tratamiento, es un proceso costoso y de alta precisión para no dañar la capa de boruros obtenida [19].

c) Borurización en estado gaseoso

Este tipo de borurización es posible llevarla a cabo por medio de la utilización de las siguientes mezclas en estado gaseoso:

- $(\text{B}_2\text{H}_6) - \text{H}_2$ (Diborano)
- $\text{N}_2 - \text{H}_2$
- Componentes orgánicos de boro como $(\text{CH}_3)_3\text{B}$ y $(\text{C}_2\text{H}_5)_3\text{B}$

[19]

Esta técnica también presenta una gran desventaja a comparación de la borurización en estado sólido. El problema radica en que los compuestos son muy volátiles, el diborano es altamente tóxico y explosivo, además estas mezclas llegan a presentar reacciones violentas con el agua, así que no es recomendable su uso [23].

d) Borurización en plasma

A comparación de la borurización líquida o gaseosa este proceso es más efectivo, sólo que aún no es utilizado tanto como la borurización en estado sólido. Consiste en la descarga de un agente borurizante (BCl_3) sobre una superficie metálica. Es un proceso que permite un buen control en el espesor de la capa y en su composición; reduce considerablemente el tiempo de tratamiento así como la temperatura brindando un ahorro considerable de energía y por lo tanto minimizando costos; elimina la utilización de hornos y diversos equipos otorgando mayor sencillez para aplicar el tratamiento. La problemática de este método es que se trata de un proceso extremadamente tóxico y por esta razón no ha podido ser del todo aceptado [19].

e) Borurización en pasta

Este método es una alternativa para el borurizado en polvo. La pasta se compone de carburo de boro (B_4C) y criolita (Na_3AlF_6) [3]. El proceso consiste en preparar una pasta con una relación de agua/polvo de 0.2 y rociarla sobre el substrato repetidamente hasta obtener una un espesor de pasta de carburo de boro entre 1 y 4 mm. I. Campos *et al.* [3] llegan a la conclusión de que a mayor sean los espesores de pasta de carburo de boro, la cinética de crecimiento de las capas boruradas aumenta, es decir, a temperaturas y tiempos iguales de tratamiento se obtienen mayores tamaños de capa cuando se aplican espesores de pasta de carburo de boro más gruesos sobre substratos metálicos. La fabricación de moldes de acrílico, en donde se colocan las piezas a borurar, es una posibilidad que permite impregnar la pasta de carburo de boro sobre la superficie de la pieza hasta alcanzar el espesor deseado. Para eliminar el excedente de humedad en la pasta las muestras impregnadas de carburo de boro se calientan a 100 °C. Posteriormente, la pieza se calienta a una temperatura promedio

entre 850 °C y 1000 °C en un intervalo de tiempo que va desde 2 hasta 8 horas. El hecho de que se aplique la pasta de carburo de boro manualmente sobre la superficie deseada, permite tener un proceso de borurizado más controlado y específico en secciones del espécimen; es decir, es un proceso selectivo [24]. Además, el método permite borurar un volumen amplio de muestras. El proceso se realiza en una mufla convencional bajo una atmósfera inerte controlada de argón o nitrógeno puro para evitar la oxidación del sustrato metálico. Para este proceso, hasta el momento no se ha reportado que se hayan encontrado fases que sugieran la difusión de boro en criolita (Na_3AlF_6).

1.1.2 Generalidades de los boruros formados en el proceso de borurización

La capa de boruros de hierro formada en el sustrato ferroso puede ser de una fase o de dos fases (figura 1.3). Generalmente cuando se forma una capa de una sola fase, la fase formada es Fe_2B . Cuando se forma una capa de dos fases se forma una capa polifásica tipo $\text{FeB}/\text{Fe}_2\text{B}$.

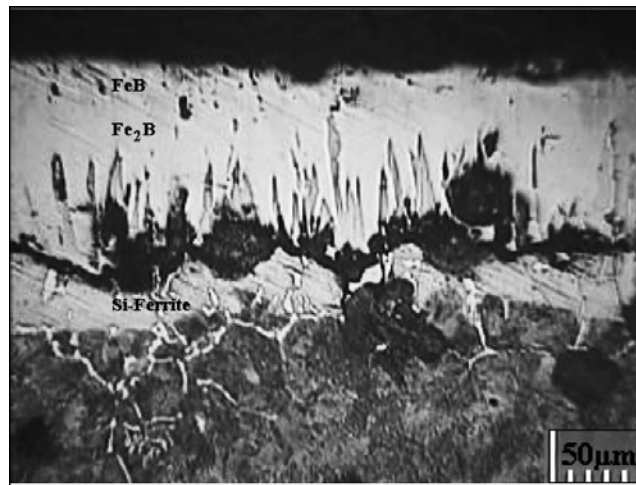


Figura 1.3 Micrografía de hierro nodular borurizado en polvo en donde se observa la formación de una bicapa de fases FeB y Fe_2B [14].

La estructura de un boruro está determinada por el tamaño relativo de los átomos de boro y los del metal en el que se difunde, así como su fuerte tendencia a combinarse

entre ellos. De acuerdo al diagrama de fases Fe-B se presentan dos fases características durante el tratamiento (ver figura 1.4). La fase Fe_2B , con un contenido de boro del 9% en peso, tiene una estructura cristalina tetragonal y se forma bajo la generación de esfuerzos de compresión. La fase FeB tiene una estructura cristalina ortorrómbica y aproximadamente 16% en peso de boro, formándose bajo la generación de esfuerzos de tensión, además de que es un intermetálico más frágil que el boruro Fe_2B .

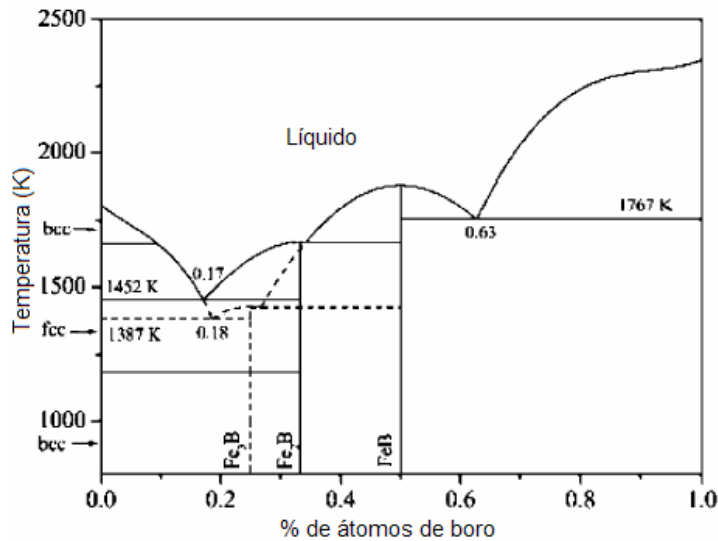


Figura 1.4 Diagrama de fases Fe-B [23].

La formación de boruros de hierro durante el proceso de borurización consiste en dos reacciones principalmente. En primer lugar, ocurre la nucleación de las partículas de boruro de hierro en la superficie del sustrato, posteriormente se lleva a cabo un proceso difusivo en donde comienza el crecimiento de la capa en la superficie metálica. El espesor de la capa obtenida dependerá fuertemente de la temperatura a la que se realice el proceso y del tiempo de tratamiento. El crecimiento de las capas boruradas obedecen la ley de crecimiento parabólico:

$$u = 2k\sqrt{t} \quad (1.1)$$

En donde:

k \equiv Constante de difusividad [$\mu\text{m s}^{-1/2}$] que depende de la temperatura

u \equiv Espesor de la capa [μm]

t \equiv Tiempo [s] en el que se lleva a cabo el proceso

La presencia de FeB y Fe₂B podría explicarse de la siguiente manera. El boro atómico tiene una pequeña, pero finita, solubilidad sólida en el acero; mientras esta solubilidad sólida no sea excedida, solamente podrá hacerse presente el boro en la matriz ferrosa en solución sólida. Sin embargo, si el límite de solubilidad es alcanzado, la fase Fe₂B se formará, la cual pudiera crecer con un frente plano durante el tratamiento de borurización si se provee suficiente boro atómico en la superficie. Durante el proceso difusivo, las fronteras de grano contribuyen llevando a cabo una formación de boruros localizada en dichas fronteras, asimismo, el transporte de átomos a través de ellas es mayor, y entonces las fronteras de grano pudieran perturbar la formación de un frente plano y el boruro Fe₂B formado tendría una morfología irregular, o en forma aserrada. Sin embargo, el punto que debe enfatizarse no es el hecho de que la aparición de Fe₂B ocurra con una morfología aserrada, sino que el hecho de que una vez que se haya formado una capa de Fe₂B continua, ésta actuará como una barrera de difusión ya que algunas de las propiedades de éste boruro, como su alto punto de fusión y estabilidad, son características de compuestos conocidos como buenos inhibidores de difusión, por lo tanto, se espera que Fe₂B pudiera ser una barrera para la difusión de boro o hierro. Para que Fe₂B siga creciendo ininterrumpidamente se requiere un flujo continuo de hierro o boro, dependiendo de en que lado de la interfase Fe₂B ocurra el crecimiento. Si se asume que el crecimiento de este boruro es hacia adentro, es decir, en la interfase Fe/Fe₂B, y que el flujo de boro se previene por la ya existente barrera de difusión Fe₂B, la relación Fe-B no se encontrará al nivel requerido para continuar formando Fe₂B. Dicha relación será menor ya que el boro atómico se irá acumulando detrás de la capa Fe₂B. De esta manera, el boro tendería a reaccionar con Fe₂B en la interfase B/Fe₂B y ocurriría la siguiente reacción:



Esta secuencia de eventos explica porque la fase encontrada en la superficie es generalmente FeB en aceros tratados durante largos periodos de tiempos y a elevadas temperaturas en donde la velocidad de difusión es mayor.

Por otro lado, el grado de aserración entre la capa y el substrato pudiera también depender de la cantidad de elementos aleantes que se tiene en el material tales como el Cr, W, Mo y V. Generalmente los aceros de baja y media aleación generan capas de mayor aserración en comparación con los aceros de alta aleación, cuyos frentes de

crecimiento de las fases tienden a ser planos. Estos elementos de aleación se introducen en forma sustitucional en los extremos de las aserraciones formadas por las capas, disminuyendo el flujo de boro activo en esas zonas y por ende, la columnaridad de los frentes de crecimiento. En consecuencia, una matriz metálica con alta concentración de elementos aleantes puede propiciar la formación de una bicapa $\text{FeB}/\text{Fe}_2\text{B}$, pues como se ha explicado con anterioridad, esto resulta cuando el boruro Fe_2B ha alcanzado un crecimiento continuo y puede actuar como una barrera de difusión. Por debajo de las capas formadas, se presenta una zona de difusión debido a la precipitación masiva de boruros de hierro tipo Fe_2B , sin coalescerse y dispersos, formando una interfase de coloración oscura con el núcleo del material. En la figura 1.5 se ilustran las morfologías de capa de boruros de hierro formadas en la superficie de aceros comerciales.

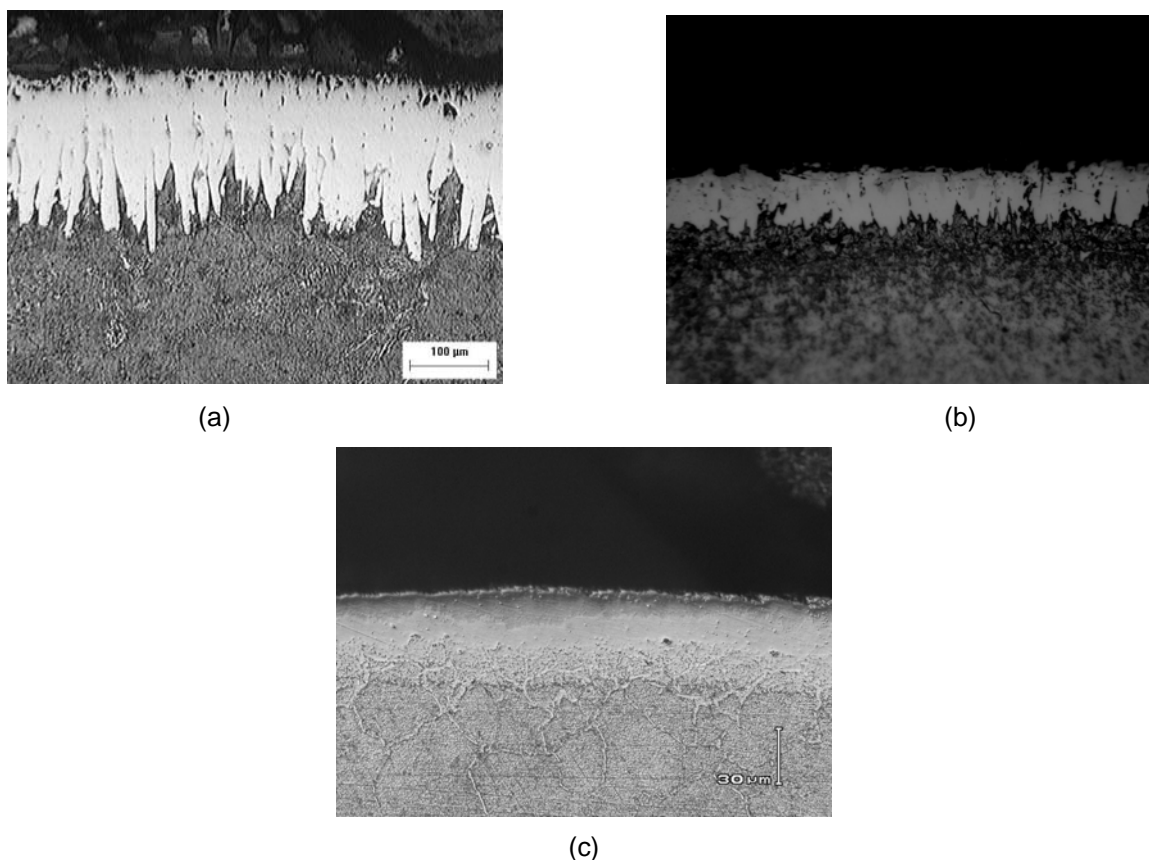


Figura 1.5 Morfología de capas boruradas para diferentes aceros: (a) Acero borurado AISI 1018, (b) Acero borurado AISI H13, y (c) Acero borurado AISI 304. (Cortesía: Dr. Iván Enrique Campos Silva)

En aplicaciones industriales, la presencia de una sola fase Fe_2B es deseable en comparación con una policapa tipo $\text{FeB}/\text{Fe}_2\text{B}$ debido a la formación de grietas en la interfase de crecimiento provocado por la diferencia en los coeficientes de dilatación térmica¹ de ambas fases que generan esfuerzos residuales de compresión y tensión durante el crecimiento de los boruros [23].

1.2 Modelo matemático que describe la movilidad del boro en las fases boruradas

1.2.1 Primera ley de Fick

La difusión es el movimiento de átomos a través de un medio sólido, líquido o gaseoso. En la borurización, se entiende como la deposición de átomos de boro (soluto) en una red metálica (solvente).

Se define una solución sólida intersticial y dos planos a una cierta distancia " α " (figura 1.6).

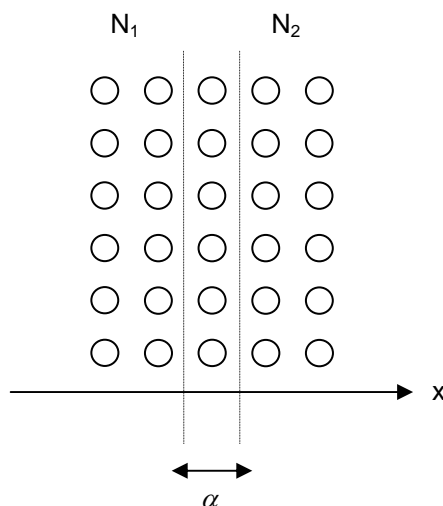


Figura 1.6 Solución sólida intersticial y dos planos separados cierta distancia α .

¹ El coeficiente de expansión térmica de la fase FeB es aproximadamente 3 veces más alta en comparación con el coeficiente de la fase Fe_2B ($23 \times 10^{-6} / ^\circ\text{C}$ versus $7.85 \times 10^{-6} / ^\circ\text{C}$).

En donde se definen las siguientes variables:

$$N \equiv \# \text{ átomos} / \text{plano}$$

$\Gamma \equiv$ Probabilidad de un evento exitoso

El flujo de átomos (J) de un plano a otro esta dado por el producto de " N " y " Γ " de la siguiente manera:

$$\begin{aligned} \vec{J}_{12} = \frac{1}{6} N_1 \Gamma \quad \text{ó} \quad \vec{J}_{21} = \frac{1}{6} N_2 \Gamma \\ \vec{J} = \frac{1}{6} (N_1 - N_2) \Gamma \end{aligned} \quad (1.2)$$

En donde el valor de $1/6$ representa uno de los seis posibles sitios intersticiales hacia donde puede saltar un átomo cuando difunde.

Ahora se define la concentración como el número de átomos en un plano sobre un área unitaria:

$$C = \frac{N}{\alpha} \quad (1.3)$$

Combinando la ecuación (1.2) y la ecuación (1.3) se obtiene:

$$\vec{J} = \frac{1}{6} \alpha (C_1 - C_2) \Gamma \quad (1.4)$$

Al haber difusión entre dos distancias interplanares, la concentración de átomos inicial disminuye y el gradiente de concentraciones puede modelarse de la siguiente manera:

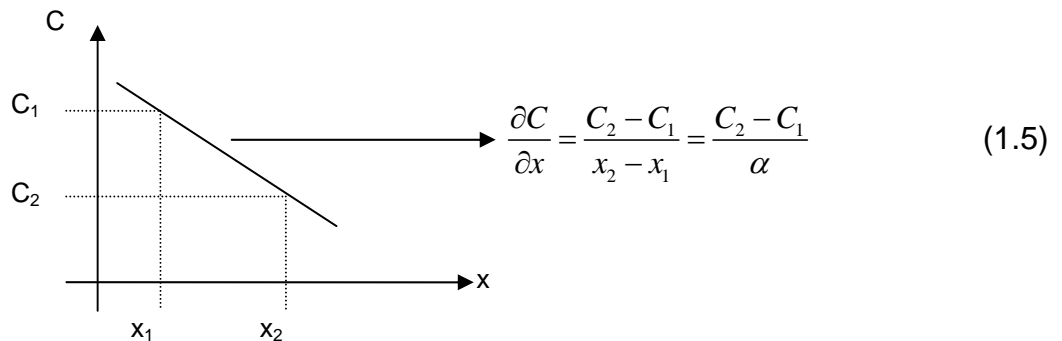


Figura 1.7 Cambio de concentración al haber difusión en una distancia interplanar α .

El resultado de combinar la ecuación (1.4) con la ecuación (1.5) es:

$$\vec{J} = -\frac{1}{6} \alpha^2 \Gamma \frac{\partial C}{\partial x} \quad (1.6)$$

Ahora se define “ $D = \alpha^2 \frac{\Gamma}{6}$ ” como una constante de difusividad para expresar lo que se conoce como la Primera Ley de Fick.

$$\vec{J} = -D \frac{\partial C}{\partial x} \quad (1.7)$$

1.2.2 Segunda ley de Fick

La Segunda Ley de Fick asume que el flujo de átomos en un área unitaria no será siempre constante, es decir, va a variar con respecto a la distancia. Si se obtiene la derivada con respecto a “ x ” de la Primera Ley de Fick obtenemos:

$$\frac{dJ}{dx} = -D \frac{\partial^2 C}{\partial x^2} \quad (1.8)$$

En donde “ $\frac{dJ}{dx}$ ” se define como el gradiente de concentración con respecto al tiempo.

De aquí que la Segunda Ley de Fick sea:

$$D \frac{\partial^2 C}{\partial x^2} = \frac{dc}{dt} \quad (1.9)$$

Cuya solución fundamental (ver anexo A) con reflexión en la frontera, para el caso del tratamiento termoquímico de borurizado, y considerando al coeficiente de difusión constante es:

$$C_{Fe_2B}(u, t) = A + B \operatorname{erf} \left(\frac{z}{2\sqrt{D_{Fe_2B}t}} \right) \quad (1.10)$$

En donde:

$C_{Fe_2B}(u, t) \equiv$ Concentración de boro a un espesor “ u ” durante un tiempo “ t ”

$D_{Fe_2B} \equiv$ Coeficiente de difusión de boro [$\mu\text{m s}^{-1/2}$]

$\operatorname{erf} \equiv$ Función error Gaussiana

$A \equiv$ Solvente

$B \equiv$ Soluto

El perfil de concentraciones sugerido por I. Campos *et al.* [4], en una forma simplificada para el crecimiento de la capa de boruro de hierro Fe_2B durante el proceso de borurización en pasta es el siguiente:

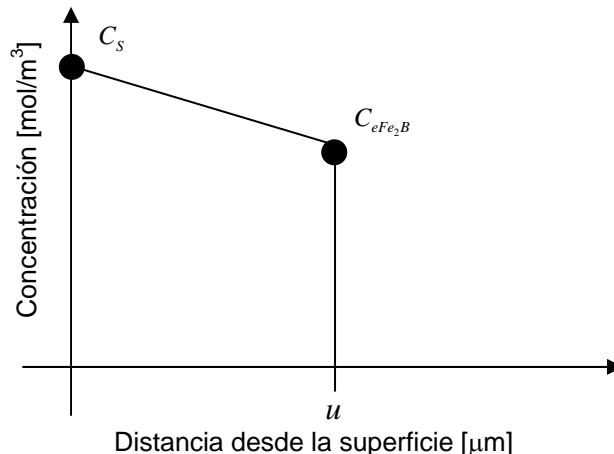


Figura 1.8 Perfil de concentraciones asumido para el crecimiento del boruro de hierro en su fase Fe_2B .

Donde:

C_s \equiv La concentración de boro en la superficie

$C_{e\text{Fe}_2\text{B}}$ \equiv La concentración de boro en la interfase Fe_2B /austenita

u \equiv Espesor de la capa Fe_2B

Para el problema de difusión del boro en las fases boruradas, I. Campos *et al.* [2] asumen las siguientes consideraciones:

- La cinética de crecimiento es controlada por la difusión del boro en la fase Fe_2B .
- El crecimiento de la capa ocurre como consecuencia de la difusión del boro perpendicular a la superficie del espécimen.
- La concentración de boro en la superficie no cambia durante el proceso de borurización.
- La formación de la capa obedece la ley de crecimiento parabólico (ver ecuación (1.1)).
- El coeficiente de difusión es independiente de las concentraciones de boro en las interfaces de crecimiento y es dependiente de la temperatura.

Las siguientes condiciones iniciales y de frontera son consideradas para el problema de difusión:

$$C_{Fe_2B}(0, t) = C_s \quad (1.11)$$

$$C_{Fe_2B}(u, t) = C_{eFe_2B} \quad (1.12)$$

$$C_{Fe_2B}(x, 0) = C_0 \quad (1.13)$$

Que al ser sustituidas en la ecuación (1.5), pueden expresarse como se muestra a continuación.

$$C(x=0, t) = C(0, t) = \left(\frac{C_{eFe_2B} - C_s}{\gamma} \right) (0) + C_s = C_s \quad (1.14)$$

$$C(x=\gamma, t) = C(\gamma, t) = \left(\frac{C_{eFe_2B} - C_s}{\gamma} \right) (\gamma) + C_s = C_{eFe_2B} \quad (1.15)$$

$$C(x, t=0) = C_0 \quad (1.16)$$

Al sustituir las condiciones iniciales y de frontera en la ecuación (1.10) el perfil de concentración de boro en la fase Fe₂B se expresa como:

$$C_{Fe_2B}(x, t) = C_s + \frac{C_{eFe_2B} - C_s}{\text{erf}\left(\frac{u}{2\sqrt{D_{Fe_2B}t}}\right)} \text{erf}\left(\frac{x}{2\sqrt{D_{Fe_2B}t}}\right) \quad (1.17)$$

Por otro lado, en la interfase Fe₂B/substrato, la ecuación de balance de masa se establece como:

$$(C_{iFe_2B} - \beta C_0) \frac{du}{dt} = -D_{Fe_2B} \left. \frac{\delta C_{Fe_2B}}{\delta x} \right|_{x=u} \quad (1.18)$$

Al combinar la ecuación (1.18) con la ecuación de crecimiento parabólico y el perfil de concentración de boro en la fase Fe₂B, se establece la siguiente ecuación:

$$(C_{iFe_2B} - \beta C_0) k = -\sqrt{\frac{D_{Fe_2B}}{\pi}} \left[\frac{C_{eFe_2B} - C_s}{\text{erf}\left(\frac{k}{\sqrt{D_{Fe_2B}}}\right)} \exp\left(-\frac{k^2}{D_{Fe_2B}}\right) \right] \quad (1.19)$$

El valor del coeficiente de difusión del boro en la fase Fe₂B es obtenido conociendo las constantes de crecimiento parabólico que se generan a través de los resultados

experimentales del proceso y de los valores de concentración del boro en la interfase de crecimiento, donde [3]:

$\beta \equiv$ Relación de volumen específico entre el substrato y Fe_2B

$$C_s = 100.5 \times 10^3 \text{ mol/m}^3$$

$$C_{e\text{Fe}_2\text{B}} = 59.8 \times 10^3 \text{ mol/m}^3$$

$$C_{i\text{Fe}_2\text{B}} = \frac{2}{3} C_{e\text{Fe}_2\text{B}}$$

$$C_o \approx 0$$

1.2.3 Ecuación de Arrhenius

Para que un átomo pase de una posición de equilibrio a otra se necesita una energía de activación. La probabilidad de que un átomo tenga esa energía se expresa con la ecuación de Boltzmann:

$$P(\Delta G) = k^* \exp\left(-\frac{\Delta G}{k^*T}\right) \quad (1.20)$$

En donde:

$$k^* = 1.38 \times 10^{-23} \text{ J/K} \text{ (Constante de Boltzmann)}$$

$\Delta G \equiv$ Energía libre de Gibbs [Joules]

$T \equiv$ Temperatura [K]

La probabilidad de que un átomo tenga la energía necesaria para difundirse es proporcional a la probabilidad de que haya un salto exitoso, es decir:

$$\Gamma \propto P(\Delta G) \quad (1.21)$$

Al combinar la ecuación (1.20) y la ecuación (1.21) se obtiene:

$$\Gamma = v_d \eta_c k^* \exp\left(-\frac{\Delta G}{k^*T}\right) \quad (1.22)$$

Siendo el factor " $v_d \eta_c$ " es una constante de proporcionalidad donde:

$$v_d = 10^{13} \text{ Hz} \text{ (Frecuencia de Debye)}$$

$\eta_c \equiv$ Número de átomos

Recordando que se había definido la difusividad como “ $D = \alpha^2 \frac{\Gamma}{6}$ ”, la ecuación (1.22) se expresa de la siguiente manera:

$$D = \frac{1}{6} \alpha^2 v_d \eta_c k^* \exp\left(-\frac{\Delta G}{k^* T}\right) \quad (1.23)$$

Al multiplicar la constante de Boltzmann ($k^* = 1.38 \times 10^{-23} \text{ J/K}$) por el número de Avogadro ($N_{AV} = 6.023 \times 10^{23} / \text{mol}$) se obtiene la constante universal de los gases ideales que se define como “ $R = k N_{AV} = 8.314 \text{ J/molK}$ ”.

Sustituyendo el valor de “ R ” en la ecuación (1.23) se obtiene que la difusividad puede expresarse como:

$$D = \frac{1}{6} \alpha^2 v_d \eta_c R \exp\left(-\frac{\Delta G}{RT}\right) \quad (1.24)$$

La energía libre de Gibbs (ΔG) se define en términos de la Entropía y la Entalpía con la siguiente relación:

$$\Delta G = H^* - T\Delta S \quad (1.25)$$

En donde:

$H^* \equiv$ Entalpía [J]

$\Delta S \equiv$ Entropía [J/K]

El resultado de combinar la ecuación (1.24) con la ecuación (1.25) es:

$$D = \frac{1}{6} \alpha^2 v_d \eta_c R \exp\left(-\left(\frac{H^* - \Delta S T}{RT}\right)\right) \quad (1.26)$$

$$D = \frac{1}{6} \alpha^2 v_d \eta_c R \exp\left(-\frac{H^* + \Delta S T}{RT}\right) \quad (1.27)$$

$$D = \frac{1}{6} \alpha^2 v_d \eta_c R \exp\left(-\frac{H^*}{RT} + \frac{\Delta S}{R}\right) \quad (1.28)$$

$$D = \frac{1}{6} \alpha^2 v_d \eta_c R \exp\left(\frac{\Delta S}{R}\right) \exp\left(-\frac{H^*}{RT}\right) \quad (1.29)$$

Donde se define como una constante de difusividad " $D_o = \frac{1}{6} \alpha^2 v_d \eta_c R \exp\left(\frac{\Delta S}{R}\right)$ " en $[m^2 s^{-1}]$ que se expresa en términos de la Ecuación de Arrhenius, la cual es representativa para procesos activados térmicamente:

$$D = D_o \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right) \quad (1.30)$$

En donde:

$Q \equiv$ Energía de activación [J]

CAPÍTULO 2

Tenacidad a la fractura por microindentación tipo Vickers

El capítulo se encuentra dividido en las dos siguientes secciones:

En la sección 2.1 se introduce en forma breve las ventajas de la técnica de microindentación tipo Vickers para la evaluación de la tenacidad a la fractura.

En la sección 2.2 se presentan los modelos que determinan el factor de intensidad de esfuerzos K_c en materiales cerámicos bajo el régimen de agrietamiento tipo Palmqvist.

2.1 Generalidades

Cada vez es más común el uso de microindentaciones tipo Vickers como técnica para el estudio de propiedades mecánicas como dureza y tenacidad a la fractura. En materiales frágiles tales como los cerámicos, dicha técnica provee ventajas como la de ser un ensayo no destructivo; puede aplicarse en especímenes cuyo tamaño sea del orden de micras; demanda únicamente una superficie pulida con acabado espejo por medio de soluciones de grano fino como la sílica coloidal; utiliza un indentador de diamante universal; la geometría piramidal del indentador genera grietas en sus vértices sobre los materiales frágiles que son fácilmente medibles por microscopía óptica; y además es una prueba rápida y de costo bajo [5].

En 1957, S. Palmqvist observó que al aplicar una carga sobre una superficie frágil por medio de un indentador Vickers se genera una grieta la cuál es un indicador de la tenacidad de un material [5]. El estudio para la determinación de la tenacidad a la fractura de algún material por medio de indentaciones tipo Vickers ha generado una considerable cantidad de modelos divididos en dos grupos; el de grietas tipo radial y el de grietas tipo Palmqvist (ver figura 2.1).

Los modelos basados en grietas tipo radial se aplican para materiales dúctiles, en donde el agrietamiento generado al aplicar la carga por medio del indentador tipo piramidal no sólo se presenta sobre la superficie, sino que además crece en dirección normal al plano de indentación formando un perfil de agrietamiento radial en el material (ver figura 2.1*b*).

Por otra parte, los modelos basados en grietas tipo Palmqvist son empleados comúnmente en materiales cerámicos frágiles; por ejemplo, fases intermetálicas precipitadas en una aleación ferrosa mediante algún tratamiento termoquímico como la cementación, la nitruración o la borurización. Se considera que el perfil de agrietamiento no es de tipo radial, ya que la superficie se encuentra en un estado de esfuerzos diferente al substrato del material, el cual no se ve considerablemente afectado al momento del impacto del indentador (ver figura 2.1*c*).

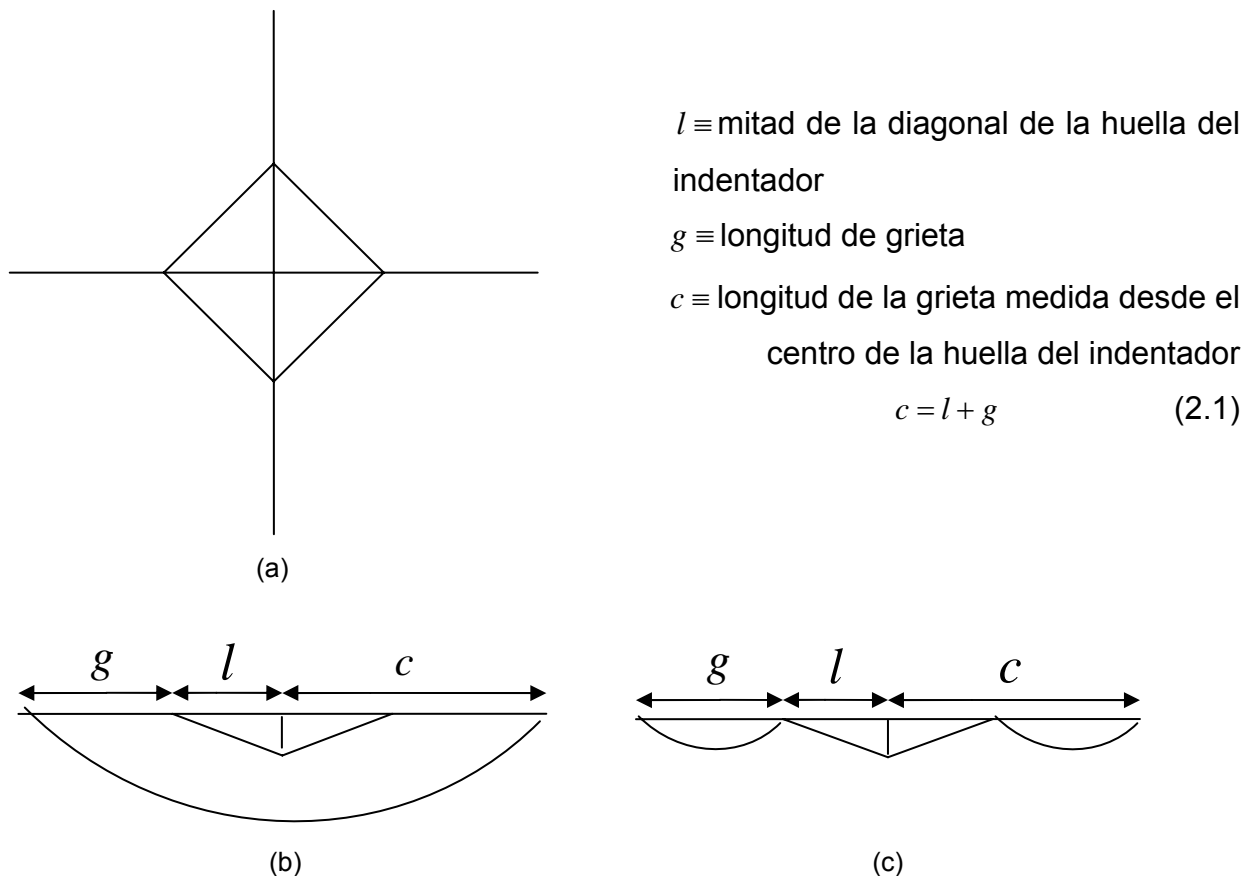


Figura 2.1 Representación esquemática de los dos grupos de agrietamiento generados por microindentación Vickers: (a) Ejemplo de una indentación superficial (vista aérea). (b) Agrietamiento tipo radial (vista en sección transversal). (c) Agrietamiento tipo Palmqvist (vista en sección transversal) [5].

2.1.1 Ensayo de microdureza Vickers

Para medir la dureza de un material, los ensayos de dureza consisten en penetrar perpendicularmente la superficie de la pieza hasta generar una huella que sea un indicador de la resistencia a la penetración del espécimen en estudio. Para ensayos de macrodureza, los más usuales se llevan a cabo en durómetros Rockwell y Brinell, en donde una esfera de acero duro o diamante se comprime contra la superficie de un material y se mide el diámetro de la huella; entre más pequeño sea el diámetro de la impresión, más duro será el material [25].

Asimismo, el ensayo Knoop y el Vickers son ensayos de microdureza, que de la misma manera que los anteriores, generan una impresión sobre la superficie de un material pero con la diferencia de que sus huellas son lo suficientemente pequeñas para ser medidas por medio de microscopia, además de que el indentador es de geometría piramidal.

Específicamente hablando del ensayo de microdureza Vickers, al generar una huella de geometría piramidal (ver figura 2.1a) por medio del indentador en la superficie de un material, se procede a medir la diagonal de la impresión y por medio de la ecuación (2.2) se mide el valor de la dureza [5,26]. Mientras sea mayor la longitud de la diagonal, menor será la microdureza.

$$HV = 1000 \left(\frac{P}{A_s} \right) \quad (2.2)$$

En donde:

$HV \equiv$ Microdureza Vickers [gf/mm²]

$P \equiv$ Carga aplicada [gf]

$A_s \equiv$ Área superficial de la indentación [μm²]

La ecuación (2.2) puede reescribirse en función de la longitud de la diagonal de la indentación como muestra (2.3) a continuación:

$$HV = 2000 \left(\frac{P \sin\left(\frac{\gamma}{2}\right)}{d^2} \right) = 1854.4 \left(\frac{P}{d^2} \right) \quad (2.3)$$

En donde:

$\gamma \equiv$ Ángulo de cara del indentador (ver figura 2.2)

$d \equiv$ Longitud total de la diagonal de la indentación [μm]

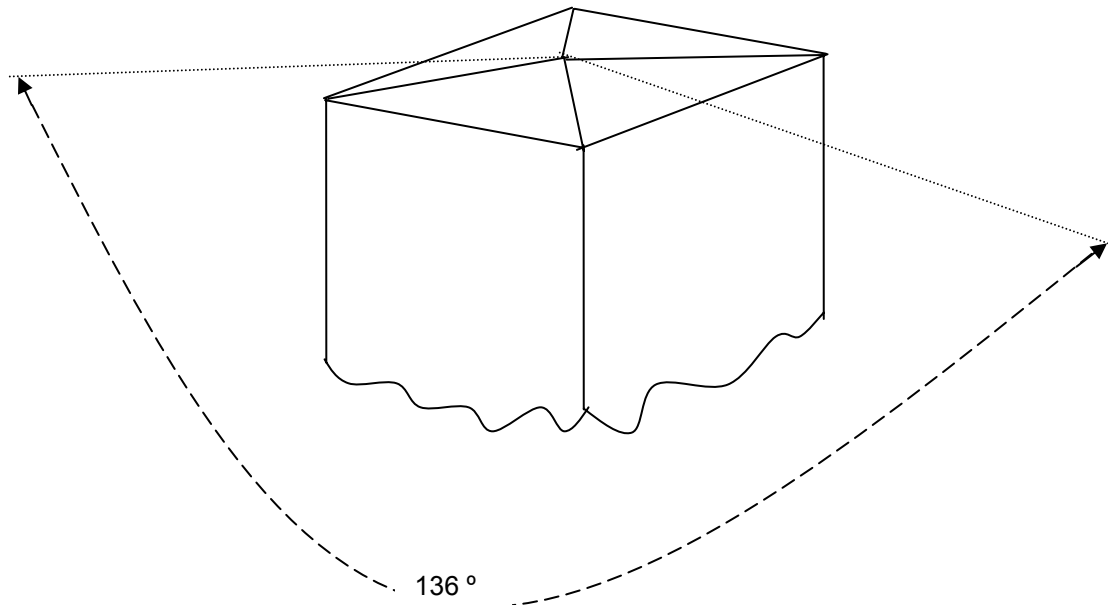


Figura 2.2 Microindentador Vickers [27].

Finalmente la microdureza Vickers la podemos reportar en unidades de [GPa] expresando la ecuación (2.3) de la siguiente manera:

$$HV = 0.0018544 \left(\frac{P}{d^2} \right) \quad (2.4)$$

En donde:

$P \equiv$ Carga aplicada [N]

$d \equiv$ Longitud total de la diagonal de la indentación [mm]

La carga es un parámetro que se define previo a la realización del ensayo. Las magnitudes de las durezas obtenidas no necesariamente varían en función de la carga, sin embargo, cuando se incrementa la carga de indentación, mayor será la longitud promedio de las dos diagonales de la indentación. Las cargas empleadas durante el ensayo de microdureza Vickers son de 0.5, 1.0, 1.9, 2.9, 4.9 y 9.8 N.

Por último, según el estándar ASTM C 1327 – 99 [26], debe definirse que el mínimo espaciamiento entre centros de indentaciones sea mayor o igual a cuatro veces la

longitud de la diagonal (d) como lo muestra la figura 2.3a; y en el caso de que exista agrietamiento en los vértices de la huella el mínimo espaciado entre centros de indentaciones debe ser mayor o igual a cinco veces la longitud de la grieta media desde el centro de la indentación (c) como lo muestra la figura 2.3b.

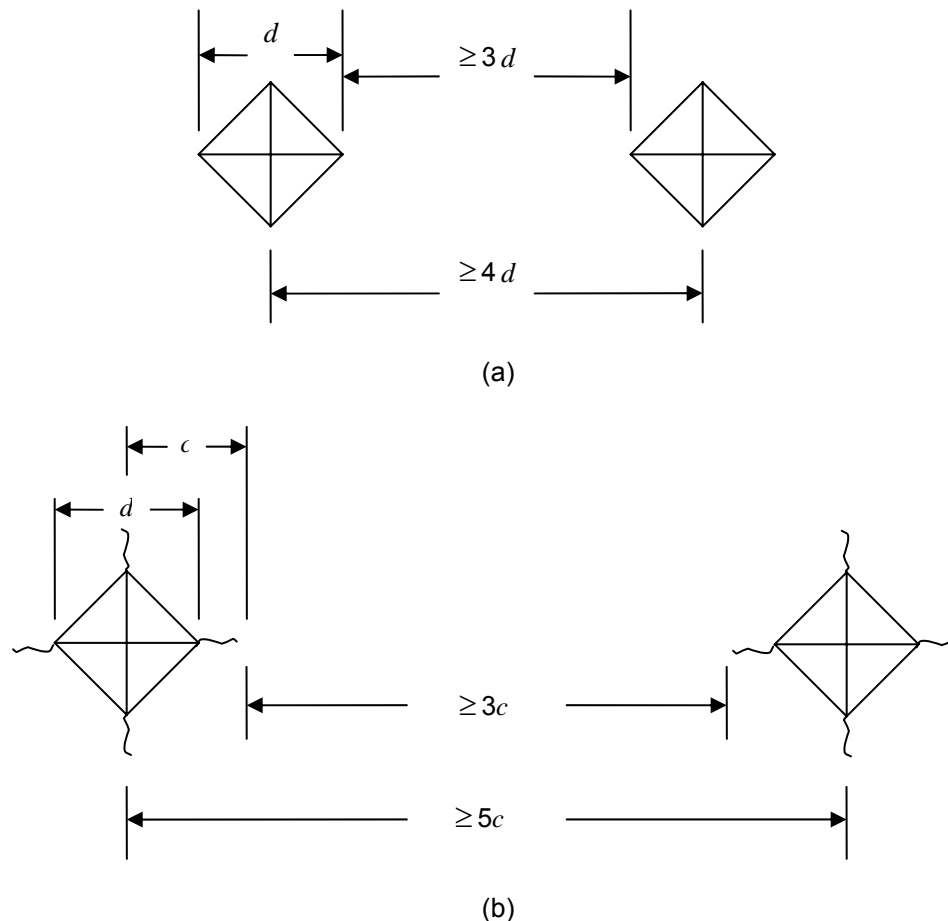


Figura 2.3 Representación esquemática del espaciado permitido entre microindentaciones Vickers: (a) Caso en el que no haya agrietamiento presente en el material. (b) Caso en el que haya agrietamiento presente en el material [26].

Las huellas generadas vía microindentación tipo Vickers en materiales cerámicos complejos como carburos, nitruros o boruros precipitados en materiales metálicos suelen presentar agrietamientos en los vértices del indentador piramidal. El agrietamiento se propaga tanto en longitud como en profundidad cuando existe la descarga del penetrador Vickers (ver figura 2.4).

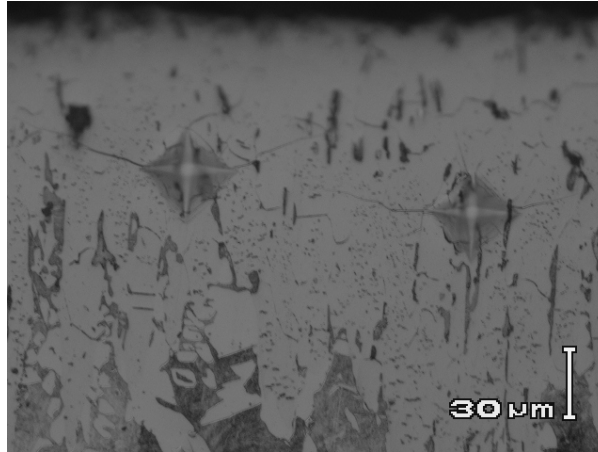


Figura 2.4 Microindentaciones tipo Vickers con una carga de 9.8 N en el boruro de hierro Fe_2B formado sobre la superficie de un acero AISI 1045.

Como puede observarse, es más común que las grietas paralelas a la superficie del acero generadas por microindentación Vickers sean de mayor tamaño que las que se producen en dirección normal, asimismo, para cuestiones de caracterización mecánica se consideran las dimensiones de grietas obtenidas en dirección paralela a la superficie. La medición de la mitad de la diagonal de la huella del indentador y de la longitud de la grieta generada en los vértices de la indentación es un proceso sencillo utilizando microscopía óptica.

La presencia de agrietamiento en el régimen de grietas tipo Palmqvist se puede verificar como a continuación se describe [5,28]:

- Las grietas tipo Palmqvist se originan en superficies cuyo estado de esfuerzos es diferente al del substrato.
- Del gráfico de $\ln g$ versus $\ln P$, cuando se obtienen pendientes con valores entre 0.5 y 1.
- Si el cociente de la mitad de la diagonal de la huella del indentador con la longitud de la grieta es ≤ 3 .

2.2 Modelos de agrietamiento tipo Palmqvist para la determinación de la tenacidad a la fractura empleando microindentación tipo Vickers

Se define como “ K_c ” al factor de intensidad de esfuerzos que es un parámetro de diseño que indica la tenacidad a la fractura de un material. El cálculo de dicho factor está en función del tamaño de la grieta (g), la mitad de la diagonal de la huella del indentador (l) y de la longitud de la grieta medida desde el centro de la huella del indentador (c). La medición experimental de estos tres parámetros permite determinar la resistencia a la propagación de grietas de algún material en particular por medio de los diversos modelos que se encuentran en la literatura.

Existen una cantidad considerable de modelos que estudian la tenacidad a la fractura vía indentaciones tipo Vickers. En esta sección se describirán únicamente los modelos basados en agrietamientos tipo Palmqvist, donde se fundamenta el trabajo del presente proyecto de investigación.

2.2.1 Ecuación de M. T. Laugier

Basado en un régimen de agrietamiento radial, B. R. Lawn *et al.* [29] determinaron la siguiente ecuación para análisis de tenacidad a la fractura:

$$K_c \propto P_r / c^{3/2} \quad (2.5)$$

Donde:

$K_c \equiv$ Factor de intensidad de esfuerzos [$\text{Pa m}^{1/2}$]

$P_r \equiv$ Fuerza impulsora residual para el crecimiento de grieta [N]

El término P_r es proporcional al módulo de Young (E) y a la dureza (H), y por medio de una constante de calibración obtenida experimentalmente (k') la ecuación (2.5) se expresa como una igualdad:

$$K_c = k' \left(\frac{E}{H} \right)^{2/3} \frac{P}{c^{3/2}} \quad (2.6)$$

Siendo P la carga aplicada al indentador.

G. R. Anstis *et al.* [30] validaron la ecuación (2.6) trabajando con un número amplio de cerámicos, sin embargo, M. T. Laugier (ver [31] y referencias que se encuentran en ella) observó que el modelo no debería aplicarse en materiales donde la geometría de la grieta no fuera radial, sino representada por semi-círculos, derivando la siguiente expresión analítica:

$$K^{SC} = 2 \left(\frac{\pi}{2 + \pi} \right)^{1/2} \left(\frac{g}{l} \right)^{-1/2} K^{CLP} \quad (2.7)$$

K^{SC} \equiv Factor de intensidad de esfuerzos para una representación semi-circular [$\text{Pa m}^{1/2}$]

K^{CLP} \equiv Factor de intensidad de esfuerzos para una representación radial [$\text{Pa m}^{1/2}$]

El término (K^{CLP}) es equivalente a la ecuación (2.6) que al ser sustituida en la ecuación (2.7) deriva al modelo propuesto por M. T. Laugier:

$$K_C = k^p \left(\frac{g}{l} \right)^{-1/2} \left(\frac{E}{H} \right)^{2/3} \frac{P}{c^{3/2}} \quad (2.8)$$

Siendo $k^p = 0.015$ una constante de calibración obtenida experimentalmente para una geometría de grieta representada por semi-círculos como lo esquematiza la figura 2.5 (régimen de grietas tipo Palmqvist).

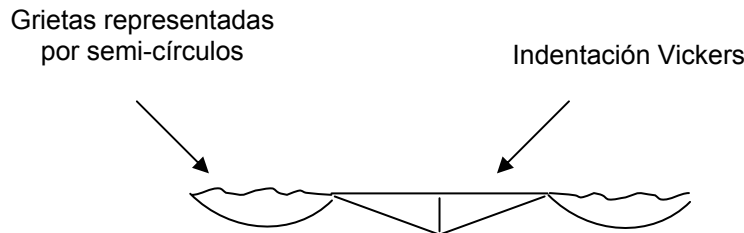


Figura 2.5 Vista transversal de un agrietamiento en el régimen tipo Palmqvist cuyas grietas poseen una geometría semi-circular.

2.2.2 Ecuación de K. Niihara

A. G. Evans *et al.* [32] realizaron una caracterización de materiales frágiles por medio de indentaciones tipo Vickers, considerando un agrietamiento radial y modificando la ecuación de B. R. Lawn *et al.* [29] para proponer el siguiente modelo:

$$\left(\frac{K_C}{Hl^{1/2}} \right) \left(\frac{H}{E} \right)^{1/2} = 0.028 \left(\frac{c}{l} \right)^{-3/2} \quad (2.9)$$

Sin embargo, K. Niihara (ver [33] y referencias que se encuentran en ella) modificó la ecuación (2.9) proponiendo que el perfil de agrietamiento generado en materiales frágiles era tipo Palmqvist y no radial, donde la grieta crece como una semi-elipse tal y como se ilustra en la figura 2.6:

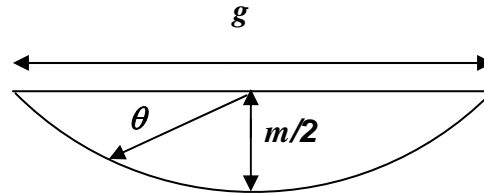


Figura 2.6 Modelo de agrietamiento tipo Palmqvist por K. Niihara [33].

Para este modelo en particular, el factor de intensidad de esfuerzos es considerado sólo para las intersecciones de la elipse con el eje que describe a la grieta ($\theta = 0$):

$$K_c = \frac{k_o \pi^{1/2} \sigma}{\sqrt{2Q'}} \left(\frac{m^2}{g} \right)^{1/2} \quad (2.10)$$

Aquí:

$k_o \equiv$ Constante de calibración

$\sigma \equiv$ Esfuerzo de tensión residual generado durante la remoción de la carga [Pa]

$Q' \equiv$ Integral elíptica

Por medio de un análisis de los conceptos clásicos de la Mecánica de la Fractura Lineal Elástica durante la descarga del indentador (ver [33] y referencias que se encuentran en ella), se definió el valor del esfuerzo de tensión residual en función de la dureza y del módulo de Young como se establece en la ecuación (2.11):

$$\sigma \cong 0.63 \left(\frac{H}{3^{2/5} \phi} \right) \left(\frac{E \phi \tan \xi}{H} \right)^{2/5} \quad (2.11)$$

En donde:

$\phi \equiv$ Factor de restricción que equivale aproximadamente a 2.7 y es la razón entre la dureza (H) y el esfuerzo de fluencia (σ_y) del material

$\xi \equiv$ Ángulo del indentador y equivalente a 19.7°

Por su parte, la integral elíptica (Q') y la profundidad de la grieta (m) se definen como:

$$Q = \int_0^{\pi/2} \left[\sin^2 \theta + \pi \left(\frac{m}{g} \right)^2 \cos^2 \theta \right]^{1/2} d\theta \quad (2.12)$$

$$m \cong \frac{0.5l}{\tan 74^\circ} \quad (2.13)$$

Para definir la ecuación (2.13), se hicieron observaciones cuantitativas que resultan del análisis de la profundidad de la indentación en relación directa con la geometría del indentador.

Combinando la ecuación (2.10) con las ecuaciones (2.11), (2.12) y (2.13), el modelo de K. Niihara [33] que representa el factor de intensidad de esfuerzos se establece como:

$$\left(\frac{K_c \phi}{Hl^{1/2}} \right) \left(\frac{H}{E\phi} \right)^{2/5} = 0.048 \left(\frac{g}{l} \right)^{-1/2} \quad (2.14)$$

2.2.3 Ecuación de K. Niihara, R. Morena y D. P. H. Hasselman

Antes de que K. Niihara [33] publicara su modelo en 1983, K. Niihara *et al.* [34] publicaron otra ecuación para definir el factor de intensidad de esfuerzos en materiales frágiles que presentan agrietamiento en el régimen de Palmqvist. La ecuación se presenta a continuación:

$$\left(\frac{K_c \phi}{Hl^{1/2}} \right) \left(\frac{H}{E\phi} \right)^{2/5} = 0.035 \left(\frac{g}{l} \right)^{-1/2} \quad (2.15)$$

La ecuación (2.15) se obtuvo por medio de una técnica de regresión lineal, donde se

ajusta el parámetro adimensional $\left(\frac{K_c \phi}{Hl^{1/2}} \right) \left(\frac{H}{E\phi} \right)^{2/5}$ versus $\left(\frac{g}{l} \right)$ para un grupo de datos

experimentales de materiales cerámicos tipo WC-Co (carburo de tungsteno-cobalto) que en 1964 V.W. Dawihl y G. Altmeyer (ver [34] y referencias que se encuentran en ella) obtuvieron siendo los primeros autores que propusieron el estudio de la tenacidad a la fractura en cermets.

K. Niihara *et al.* [34] validaron su modelo, reportando que para valores de g/l en un intervalo de 0.25 y hasta 2.5 aproximadamente, el gráfico mostró excelente linealidad,

llevándolos a concluir que el agrietamiento en el régimen de Palmqvist se hace presente si el cociente del tamaño de la grieta con la longitud de la mitad de la diagonal del indentador es ≤ 3 . Por su parte A. G. Evans *et al.* [32] publicaron un gráfico de

$\left(\frac{K_c \phi}{Hl^{1/2}}\right) \left(\frac{H}{E\phi}\right)^{2/5}$ versus $\left(\frac{c}{l}\right)$ para el mismo grupo de datos experimentales de WC-Co

considerando un régimen de agrietamiento radial. En el intervalo de 0.25 y hasta 2.5 aproximadamente aparecieron desviaciones considerables entre los datos experimentales y el ajuste, pero en un intervalo de $c/l \geq 2.5$ el gráfico presentó buen ajuste lineal, concluyendo que para valores de $c/l \geq 2.5$, las grietas deben considerarse de tipo radial.

2.2.4 Ecuación de D. K. Shetty, I. G. Wright, P. N. Mincer y A. H. Clauer

H. E. Exner [35] introdujo la expresión (2.16) como una definición de la resistencia al agrietamiento de un material, basándose en una relación lineal entre la carga aplicada y la suma de las longitudes de las grietas en los vértices del indentador.

$$W = \frac{P}{4\bar{g}} \quad (2.16)$$

$W \equiv$ Resistencia al agrietamiento de un material [N/m]

$\bar{g} \equiv$ El promedio de las cuatro grietas medidas en las esquinas del indentador [m]

Con base a la ecuación (2.16), D. K. Shetty *et al.* [36] modificaron la ecuación de K. Niihara [33] proponiendo el siguiente modelo:

$$K_c = 0.0937(HV \cdot W)^{1/2} \quad (2.17)$$

D. K. Shetty *et al.* [36] establecieron la ecuación (2.17) a través del ajuste lineal de $(HV \cdot W)^{1/2}$ versus K_c el cual fue tomado con validez, debido a la mínima desviación entre la línea de tendencia y los valores verdaderos de K_c , tomados del trabajo de otros autores (ver [36] y referencias que se encuentran en ella).

El estudio experimental de K. Shetty *et al.* [36] demostró que el agrietamiento en la superficie de un material tiene una dependencia lineal con respecto a la carga del indentador tal y como H. E. Exner [35] lo publicó en 1969. Así se concluyó que la

propuesta de B. Lawn *et al.* [29], donde el agrietamiento dependía exponencialmente en un factor de 2/3 con respecto a la carga del indentador, no aplicaba en regímenes de agrietamiento tipo Palmqvist.

El modelo de K. Shetty *et al.* [36] se simplifica sustituyendo la ecuación (2.18) en (2.17):

$$HV = 0.4636 \frac{P}{l^2} \quad (2.18)$$

Por lo tanto, el cálculo del factor de intensidad de esfuerzos para materiales frágiles que presenten agrietamiento en el régimen tipo Palmqvist puede expresarse como:

$$K_c = 0.0319 \left(\frac{P}{l\sqrt{g}} \right) \quad (2.19)$$

CAPÍTULO 3

Procedimiento experimental

La metodología experimental se dividió en tres partes:

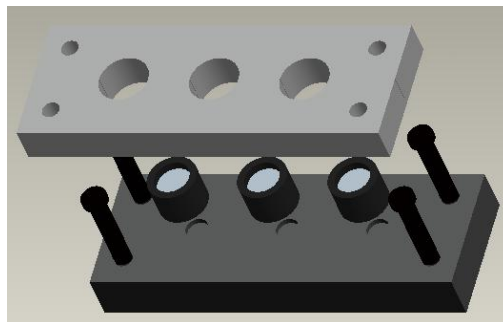
- Método de borurización en pasta en aceros estructurales AISI 1045.
- Empleo del ensayo de microdureza Vickers para la determinación de los perfiles de dureza en aceros borurados AISI 1045.
- Evaluación de la tenacidad a la fractura por microindentación en capas boruradas.

3.1 Proceso experimental de borurización en pasta

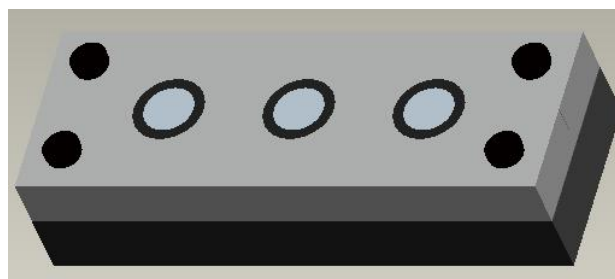
Los parámetros experimentales que deben ser considerados en el proceso de borurización en pasta son los siguientes:

1. Composición química de la pasta de carburo de boro
2. Relación agua/pasta de boro
3. Elaboración de los moldes para controlar el espesor de la pasta de carburo de boro sobre la superficie del material
4. Geometría de las probetas
5. Tiempo y temperatura de secado de la pasta para eliminar el exceso de humedad
6. Medio donde se lleva a cabo el tratamiento termoquímico (atmósfera inerte)
7. Temperatura del proceso
8. Tiempo del tratamiento
9. Espesor de pasta de carburo de boro
10. Composición y constitución físico-químico del sustrato
11. El medio de enfriamiento para el temple de las muestras borurizadas

Se prepararon muestras cilíndricas de acero AISI 1045 con un diámetro de 19.05 mm y 150 mm de longitud, con una composición química de 0.43-0.50% C, 0.6-0.9% Mn, 0.040% P, 0.050% S, y un tamaño de grano cercano a 6 ($45\ \mu\text{m}$) en la escala ASTM, las cuales fueron maquinadas y posteriormente recristalizadas durante 1 h a $650\ ^\circ\text{C}$ para eliminar el endurecimiento por deformación producido por el maquinado de las piezas. La relación agua/polvo para la preparación de la pasta se fijó en 0.2. La pasta consta principalmente de B_4C con un contenido en peso de boro del 76% y un activador denominado criolita (Na_3AlF_6). Posteriormente, las muestras fueron colocadas en moldes de acrílico para la impregnación de la pasta de carburo de boro con un espesor de 4 mm sobre la superficie de las muestras como se presenta en la figura 3.1.



(a)



(b)

Figura 3.1 Representación esquemática del molde de acrílico. (a) Colocación de las probetas de acero AISI 1045 sobre la base del molde. (b) Cierre de las dos secciones simétricas del molde de acrílico y la posición final de las muestras de acero con el recubrimiento de la pasta de carburo de boro sobre su superficie.

Se realizaron 2 secados de las muestras impregnadas con pasta de carburo de boro a $100\ ^\circ\text{C}$ para eliminar cualquier residuo de agua y posteriormente realizar el tratamiento a 850 , 900 , 950 y $1000\ ^\circ\text{C}$ con tiempos de 2, 4, 5, 6 y 8 h por cada temperatura. El tratamiento de borurización en pasta se realizó en una mufla convencional bajo una

atmósfera inerte de argón puro. Finalizado el tratamiento, las muestras fueron templadas en aceite, cortadas en su sección transversal y montadas en bakelita para su preparación metalográfica.

Las muestras fueron desbastadas con lijas de esmeril a partir del no. 240 hasta el 2000, siendo posteriormente pulidas en paño microcloth con sílica coloidal de $0.06 \mu\text{m}$. El ataque químico de las muestras se realizó con nital al 2% durante 10 segundos.

3.1.1 Observación y determinación del espesor de las capas boruradas

La observación y determinación del espesor de las capas de boruros de hierro Fe_2B sobre la superficie de las piezas, se efectuó por microscopía óptica utilizando un equipo de la marca Olympus GX51 y el analizador de imágenes *Image Pro-Plus V 4.0*.

La figura 3.2 muestra la sección transversal de muestras borurizadas de acero AISI 1045 que fueron expuestas a la temperatura de 1000°C durante 2, 4, 5, 6 y 8 horas con 4 mm de espesor de pasta de carburo de boro. Un análisis por GDOES (Glow Discharge Optical Emission Spectroscopy) pudiera confirmar la composición de la capa que se obtiene por medio del proceso de borurización en aceros AISI 1045. Sin embargo, por la presente incapacidad de realizar dicho análisis, y basado en el fundamento teórico de borurización en pasta, se asume que para aceros de bajo y medio carbono se obtiene una fase Fe_2B , de morfología aserrada entre la interfase capa/substrato y característica también del hierro puro sometido a tratamiento termoquímico de borurización. Como se observa en la figura 3.2, en el acero AISI 1045 (material metálico de bajo contenido en elementos de aleación) no se forman frentes totalmente planos de crecimiento del boruro Fe_2B , siendo las capas más uniformes conforme se incrementa el tiempo de tratamiento. Por debajo de las capas formadas, pudiera existir una zona de difusión debido a la precipitación masiva de boruros de hierro sin coalescerse y dispersos, esencialmente precipitados finos de la fase Fe_2B , formando una interfase de coloración oscura con el núcleo del material [1, 3, 4, 9, 37]. La serie de microfotografías para las temperaturas de tratamiento de 850 , 900 y 950°C se presentan en el Anexo B.

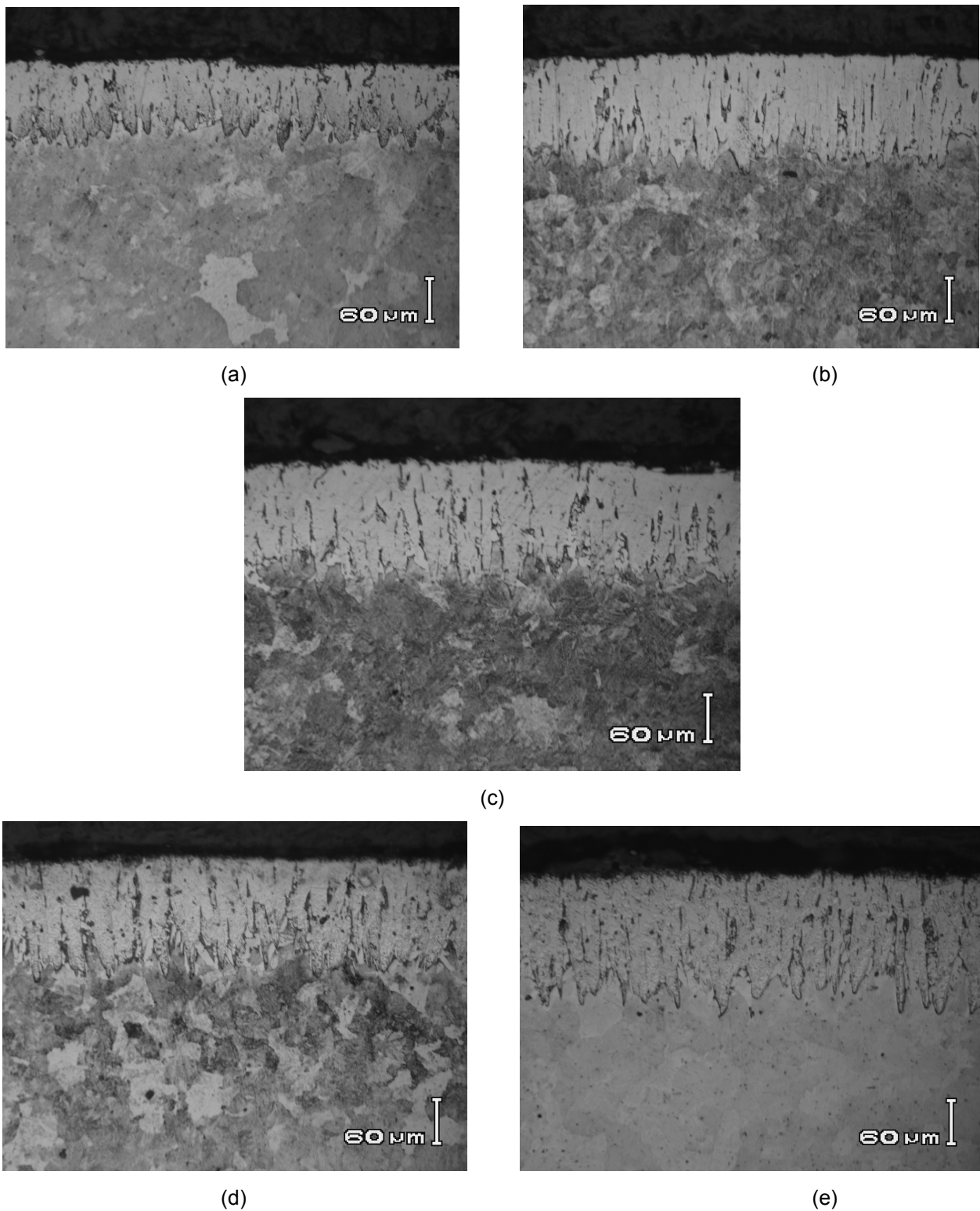


Figura 3.2 Sección transversal de muestras de acero AISI 1045 borurizados con la presencia de la capa Fe_2B a la temperatura de $1000\text{ }^\circ\text{C}$ y 4 mm de espesor de pasta de carburo de boro con tiempos de tratamiento de: (a) 2, (b) 4, (c) 5, (d) 6 y (e) 8 h. Magnificación 20x.

La medición experimental del espesor de la capa del boruro de hierro no es simple debido a la morfología aserrada que presenta la interfase de crecimiento. Asimismo, el modelo matemático propuesto en el capítulo 1, es susceptible a las mediciones de los espesores de capa, donde es necesario realizar mediciones estadísticamente confiables para el uso del modelo. Con el fin de minimizar el efecto de la rugosidad en la interfase, el tamaño de la capa se estableció como el promedio de las longitudes de cada diente [23, 38] (figura 3.3). Las microfotografías se digitalizaron para la medición del perfil de crecimiento de los boruros de hierro (figura 3.2) y se analizaron con el software *Image Pro-Plus V 4.0*, obteniendo un promedio de 50 longitudes de columnas medidas a partir de la distancia entre dos líneas paralelas, las cuales se colocaron en la superficie y en la punta de cada diente. Se empleó la escala de referencia en μm proporcionada por el microscopio óptico.

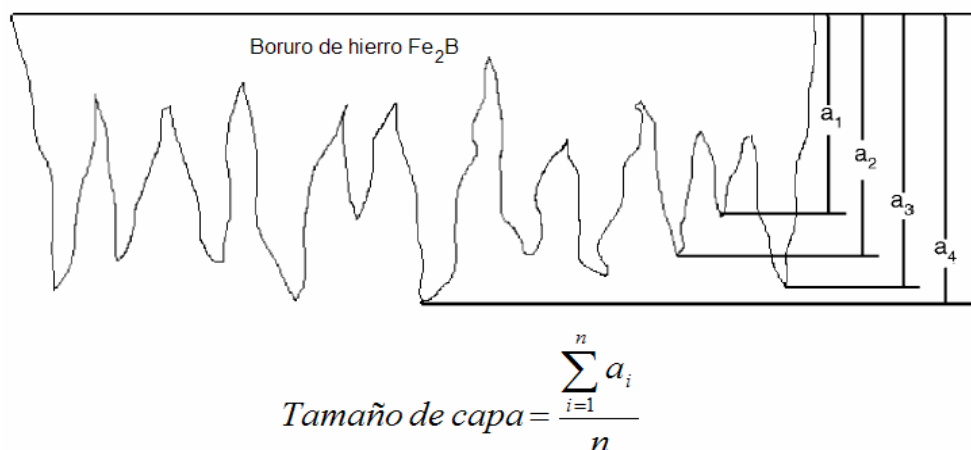
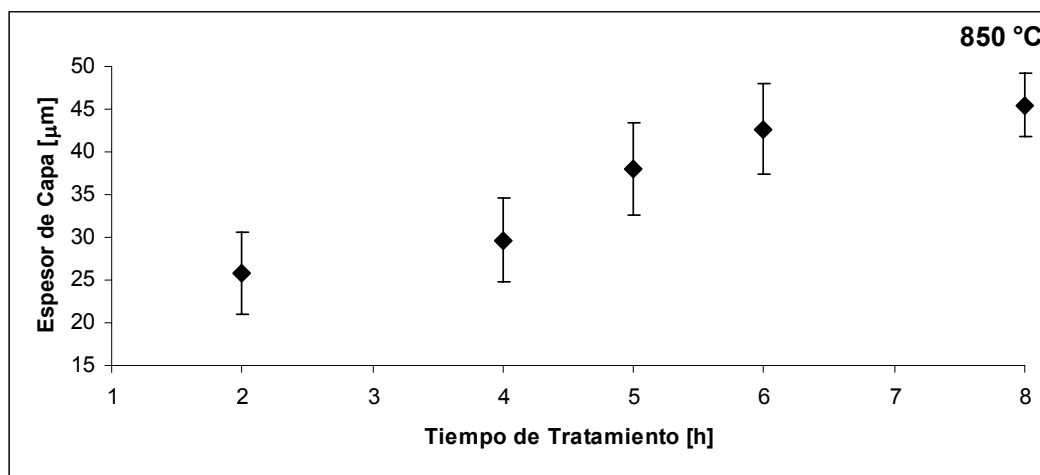


Figura 3.3 Criterio de medición para el espesor de la capa de boruro de hierro [23, 38].

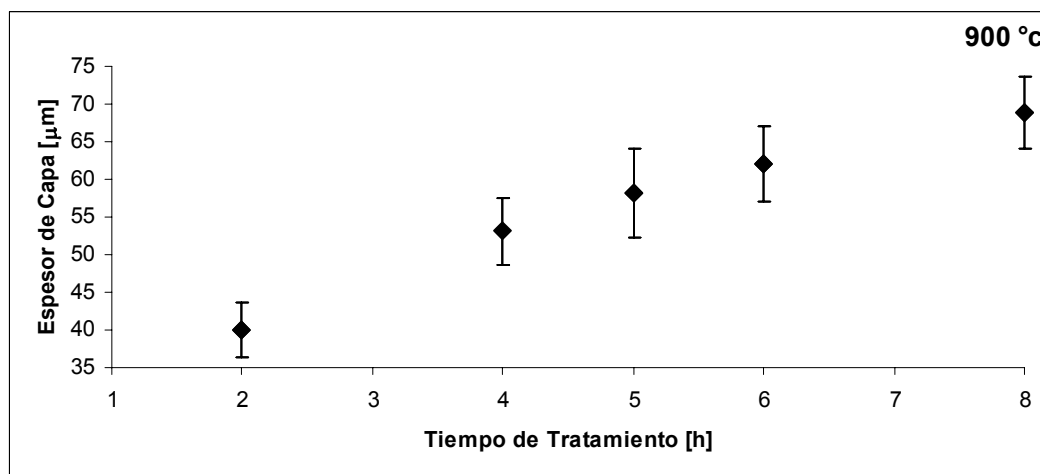
La tabla 3.1 y la figura 3.4 presentan los resultados de los espesores y desviación estándar de la fase Fe_2B , para los diferentes tiempos y temperaturas del tratamiento termoquímico. Con estos valores, se procedió a la evaluación del modelo presentado en el Capítulo 1, para calcular el coeficiente de difusión del boro en la fase Fe_2B ($D_{\text{Fe}_2\text{B}}$).

Tabla 3.1 Espesores en [μm] de la capa de boruro de hierro Fe_2B en función de los tiempos y temperaturas de tratamiento.

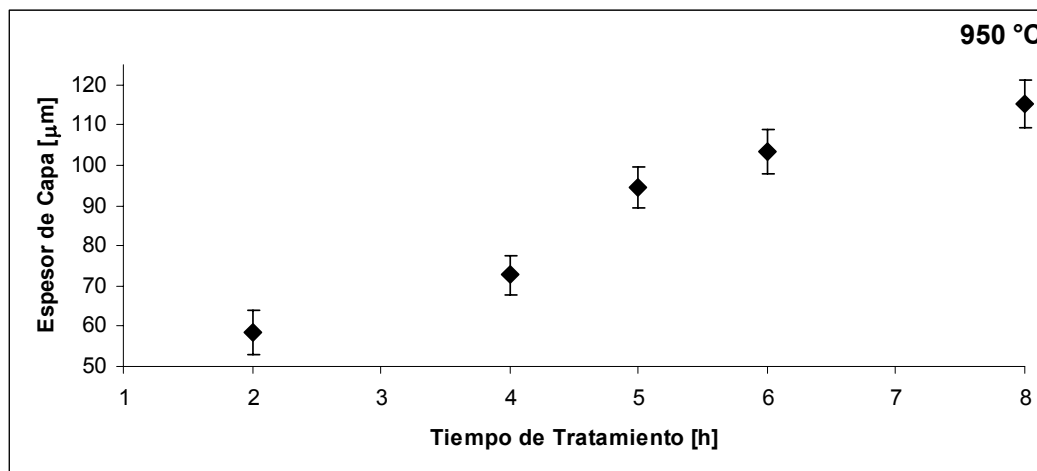
Temperatura [°C]	Tiempo de tratamiento [h]				
	2	4	5	6	8
850	25.8 ± 4.8	29.7 ± 4.9	38.0 ± 5.4	42.7 ± 5.3	45.5 ± 3.7
900	40.0 ± 3.6	53.1 ± 4.4	58.1 ± 5.9	62.1 ± 5.0	68.8 ± 4.8
950	58.4 ± 5.6	72.8 ± 4.9	94.5 ± 5.1	103.3 ± 5.5	115.4 ± 5.9
1000	80.4 ± 5.3	117.0 ± 6.3	123.5 ± 5.8	128.8 ± 6.1	140.6 ± 6.3



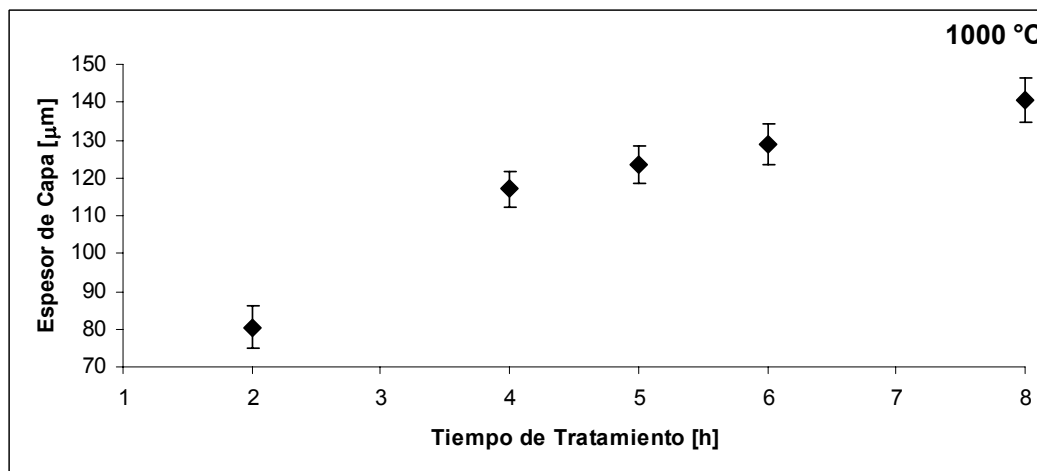
(a)



(b)



(c)



(d)

Figura 3.4 Espesores en [μm] de la capa de boruro de hierro Fe_2B en función del tiempo a las temperaturas de tratamiento de: (a) 850, (b) 900, (c) 950 y (d) 1000 °C.

3.1.2 Análisis por difracción de rayos X

Con el fin de verificar la presencia de la fase Fe_2B sobre la superficie del acero AISI 1045, se hizo un análisis por difracción de Rayos X en un equipo Phillips de alta resolución, aplicando sobre la pieza borurada una radiación CoK_α con una longitud de onda de 1.7889 \AA . Al incidir los rayos X sobre la muestra, éstos se dispersan en todas direcciones, la mayor parte de la radiación dispersada por un átomo anula la radiación dispersada en otros átomos. Sin embargo, los rayos X que llegan a ciertos planos

crystalográficos, forman ángulos específicos que se refuerzan (se encuentran en fase), en vez de anularse. Por lo tanto, para obtener la difracción de rayos X de los cristales Fe_2B sobre la capa borurada, es necesario que los ángulos entre el haz incidente y difractado estén en fase para satisfacer la ley de Bragg (ver (3.1)), tal como se muestra en la figura 3.5. El intervalo 2θ para el cual se satisface dicha relación es de 30 a 90° para los cristales de Fe_2B .

$$\text{sen}\theta = \frac{n\lambda_o}{2d_{hkl}} \quad (3.1)$$

En donde:

λ_o - Longitud de onda de rayos X

d_{hkl} - Distancia interplanar

$n = 1$ por ser una radiación monocromática

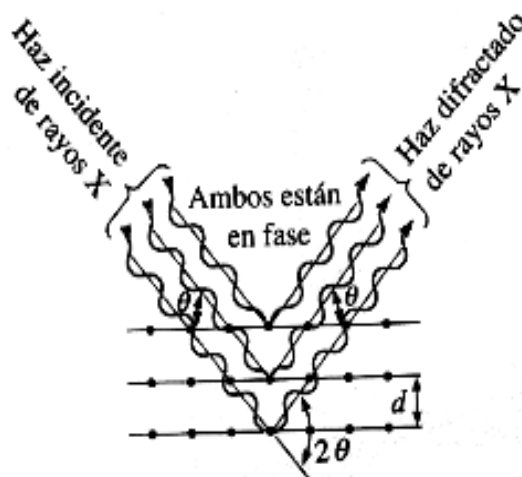


Figura 3.5 Interacción constructiva entre rayos X y el material cristalino. Dicha interacción sucede en ángulos que satisfacen la ley de Bragg.

El espectro resultante (figura 3.6), comprueba la presencia de la fase Fe_2B en la capa borurada a una temperatura de 1000 °C, durante 8 h. La mayor intensidad de los picos se registra en un ángulo aproximado de 45°.

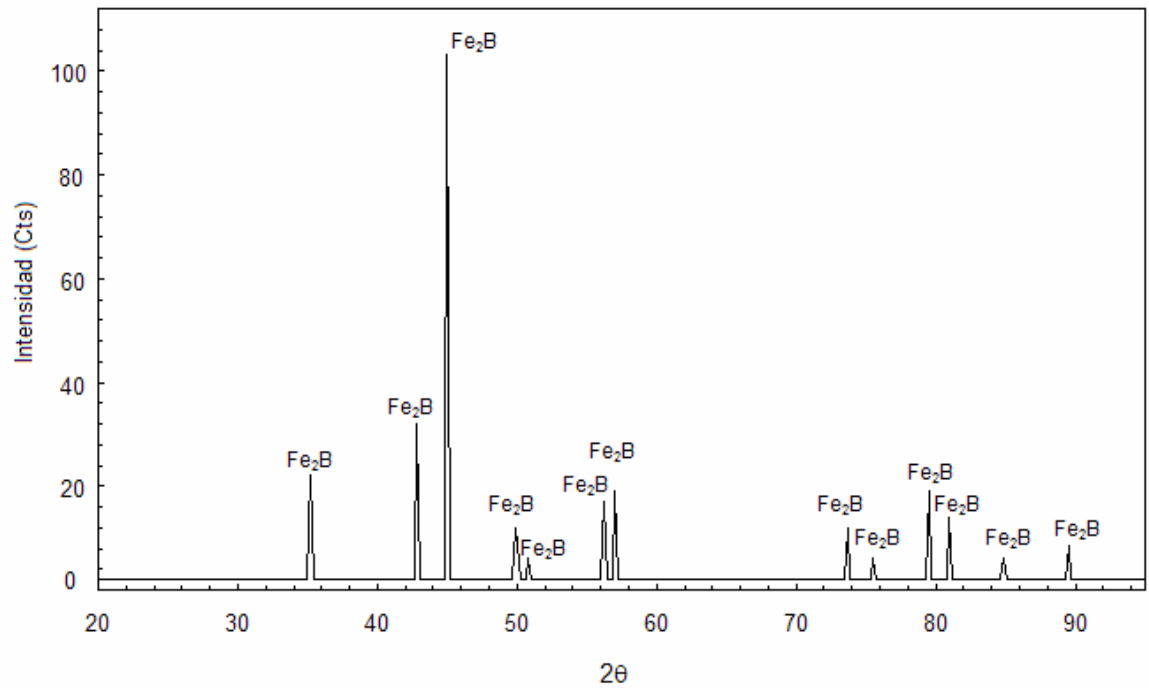


Figura 3.6 Patrón de difracción por rayos X originado durante la detección de la fase Fe₂B en la superficie de una probeta de acero AISI 1045 borurizado a 1000 °C durante 8 h.

3.2 Ensayo de microdureza Vickers en capas borurizadas

Las variables que influyen en la aplicación de la prueba de microdureza Vickers son las siguientes:

1. Carga aplicada
2. Tiempo de aplicación de la carga
3. Distancia entre cada indentación
4. Alineación de la muestra con respecto al indentador

Las pruebas de microdureza Vickers se realizaron con un microdurómetro modelo HVS 1000 serie 0004 cumpliendo con las normas establecidas² para este ensayo: limpieza previa del indentador, alineación de la muestra perpendicular al indentador, 15 s de tiempo en aplicación de carga, distancia entre indentaciones de acuerdo a su tamaño y eliminando las muestras deformadas por asimetrías en la impresión residual.

El procedimiento experimental consistió en determinar el perfil de microdurezas a lo largo de las veinte muestras borurizadas. El número de microindentaciones sobre la capa borurada se estableció en función del espesor de la capa borurada y el tamaño de la huella de indentación. Es decir, si se incrementa el tiempo y la temperatura de tratamiento, el espesor de la capa borurada aumenta, teniendo una mayor superficie de indentación sobre la fase borurada.

Las microindentaciones se realizaron bajo una carga constante de 1.9 N, iniciando todas las muestras con una distancia desde la superficie de 15 μm . La observación de las huellas de microdureza Vickers y sus mediciones se realizaron igualmente por el microscopio óptico y el software *Image Pro-Plus V 4.0*.

La figura 3.7 presenta el perfil de microdureza para el acero borurado AISI 1045 a una temperatura de 1000 °C con 2 h de tratamiento. Por otro lado, el Anexo C muestra las microfotografías de los perfiles de microdureza para la serie de experimentos restantes empleados en el presente proyecto.

² De acuerdo a la norma el Método de dureza por microindentación ASTM E384 y para Pruebas de dureza Vickers en Materiales Cerámicos Avanzados ASTM C1327.

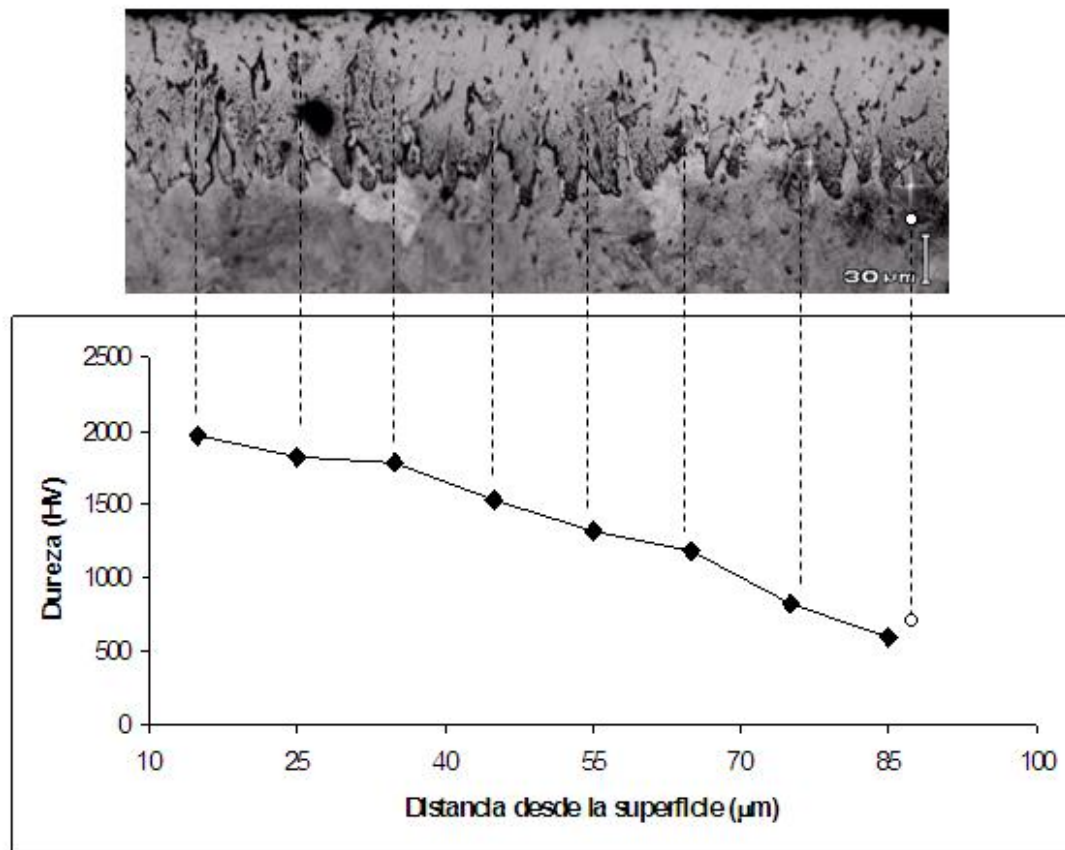


Figura 3.7 Perfil de microdureza de la capa borurada Fe_2B para el acero borurado AISI 1045 a una temperatura de 1000 °C con 2 h de tratamiento. Magnificación 50x.

El análisis de los perfiles de microdureza de las capas boruradas en función del tiempo y la temperatura de tratamiento se presentan en el capítulo 4. Además, se realizaron gráficos para relacionar la microdureza en función de la carga de indentación para diferentes temperaturas de tratamiento. Aquí se identificó que las indentaciones realizadas con cargas a partir de 4.9 N indican valores de microdureza con un mínimo grado de dispersión, es decir, los valores de microdureza se estabilizan. Es recomendable utilizar la dureza real (o independiente de la carga) para determinar la tenacidad a la fractura de la fase borurada y para eliminar el efecto de la dureza aparente para las ecuaciones de tenacidad a la fractura por microindentación.

3.3 Fractura por microindentación en capas borurizadas

Se han realizado diversas investigaciones de las propiedades tribológicas de los boruros de hierro, sin embargo, los autores que han determinado la tenacidad a la fractura en las fases FeB y Fe₂B a través de pruebas de microdureza Vickers han empleado el modelo de agrietamiento tipo radial-media propuesto por Lawn *et al.* [16, 39, 40] sin explicar el porqué del uso de este modelo [12-15].

Los indentadores agudos (cónico o piramidal) son preferidos para el análisis de la tenacidad a la fractura en materiales cerámicos ya que la falla se propaga en los vértices de la impresión residual, lo que facilita la localización y medición de la grieta.

Las pruebas de tenacidad a la fractura por microindentación se llevaron a cabo con un microdurómetro modelo HVS 1000 serie 0004 en las probetas borurizadas a 850, 900, 950 y 1000 °C, durante 8 h empleando la norma ASTM E384.

La selección de las muestras boruradas se realizó en base a tener un mayor espesor de capa, y por ende, mayor área para asegurar que la indentación se realice sobre la fase Fe₂B. Se aplicaron cuatro cargas de 1.9, 2.9, 4.9 y 9.8 N a distancias constantes desde la superficie de 15, 25, 35, 45, 55, 65 y 75 μm, tomándose 10 indentaciones por cada distancia y carga empleada a las diferentes temperaturas de tratamiento, dando un total de 610 indentaciones.

Para calcular la tenacidad a la fractura, el valor de c es adquirido experimentalmente, con el uso de microscopía óptica, a través de la suma del promedio de la mitad de la diagonal de la indentación (l), más el promedio de la longitud del perfil de microgrieta (g) (figura 3.8), empleando la herramienta *Measurement Thickness* del software *Image Pro-Plus V 4.0*. Para fines de este estudio, el modulo de Young de la fase Fe₂B es de 290 GPa [41] y se determinaron nuevamente los valores de microdureza del boruro de hierro para el conjunto de experimentos realizados.

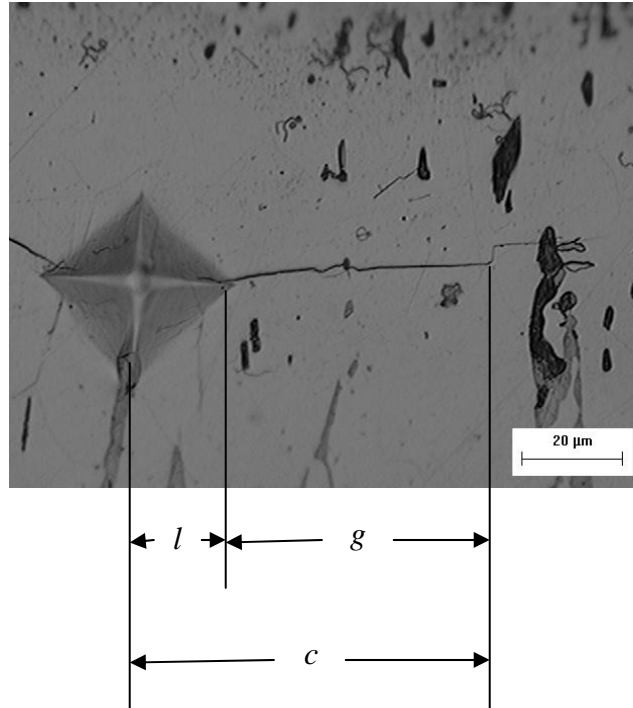


Figura 3.8 Criterio de medición para encontrar el valor de c . Imagen por microscopía óptica (50x), a una carga de 9.8 N.

Las tablas 3.2, 3.3, 3.4 y 3.5 presentan los valores promedio de 10 mediciones de la mitad de la diagonal de indentación (l), longitud de grieta (g), el valor de c (suma de $l + g$) y la cargas de indentación para las temperaturas del tratamiento de borurización de 850, 900, 950 y 1000 °C para el tiempo de 8 h. El Anexo D presenta todos los resultados obtenidos de l , g y c para cada temperatura de borurización.

Tabla 3.2 Tamaño de grieta (c) promedio por cada distancia de microindentación desde la superficie hasta 25 μm . Temperatura de tratamiento 850 °C.

Distancia desde la superficie (μm)	l (μm)	g (μm)	C (μm)	P (N)
15	7.0 ± 0.5	6.3 ± 1.3	13.3 ± 1.3	1.962
25	7.6 ± 0.7	4.7 ± 0.9	12.3 ± 1.1	1.962

Tabla 3.3 Tamaño de grieta (c) promedio por cada distancia de microindentación desde la superficie hasta $55 \mu\text{m}$. Temperatura de tratamiento $900 \text{ }^\circ\text{C}$.

Distancia desde la superficie (μm)	l (μm)	g (μm)	C (μm)	P (N)
15	6.7 ± 0.5	8.2 ± 1.4	14.9 ± 1.6	1.962
	9.1 ± 1.0	12.0 ± 2.8	21.1 ± 3.3	2.943
	--	--	--	4.905
25	6.9 ± 0.4	7.2 ± 1.4	14.1 ± 1.3	1.962
	9.2 ± 0.6	10.5 ± 2.7	19.7 ± 3.2	2.943
	14.6 ± 1.4	21.5 ± 5.9	36.1 ± 5.7	4.905
35	7.2 ± 0.3	6.3 ± 2.2	13.5 ± 2.0	1.962
	9.7 ± 0.6	7.8 ± 2.6	17.5 ± 2.7	2.943
	17.0 ± 2.3	15.7 ± 4.6	32.7 ± 5.0	4.905
45	7.7 ± 0.3	4.7 ± 1.3	12.4 ± 1.3	1.962
	11.3 ± 0.8	6.9 ± 2.9	18.2 ± 3.1	2.943
	--	--	--	4.905
55	8.5 ± 0.7	4.2 ± 1.1	12.7 ± 1.2	1.962
	--	--	--	2.943
	--	--	--	4.905

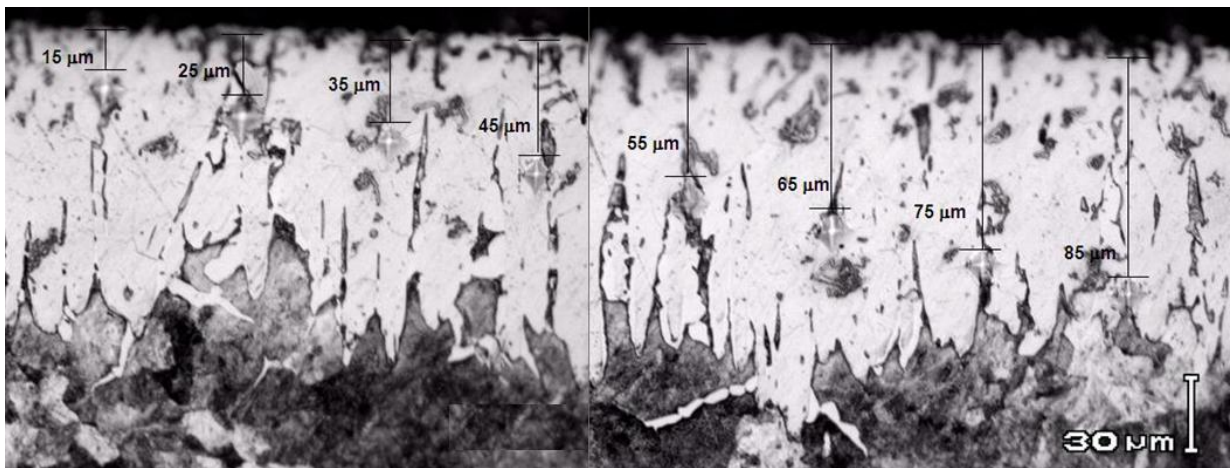
Tabla 3.4 Tamaño de grieta (c) promedio por cada distancia de microindentación desde la superficie hasta 65 μm . Temperatura de tratamiento 950 $^{\circ}\text{C}$.

Distancia desde la superficie (μm)	l (μm)	g (μm)	C (μm)	P (N)
15	7.3 ± 0.6	14.5 ± 5.1	21.8 ± 5.1	1.962
	9.5 ± 1.4	14.3 ± 4.1	23.8 ± 4.3	2.943
	--	--	--	4.905
	--	--	--	9.81
25	8.0 ± 0.4	10.6 ± 3.2	18.6 ± 3.2	1.962
	9.6 ± 0.3	10.1 ± 1.7	19.7 ± 1.6	2.943
	15.1 ± 2.7	23.8 ± 6.0	38.9 ± 8.0	4.905
	--	--	--	9.81
35	8.2 ± 0.5	7.8 ± 2.3	16.0 ± 2.1	1.962
	9.9 ± 0.6	9.4 ± 2.3	19.3 ± 2.4	2.943
	14.3 ± 1.4	20.5 ± 5.7	34.8 ± 6.1	4.905
	20.7 ± 3.1	24.6 ± 6.4	45.3 ± 6.8	9.81
45	8.7 ± 1.0	7.2 ± 2.1	15.9 ± 2.2	1.962
	10.1 ± 0.4	9.1 ± 2.3	19.2 ± 2.4	2.943
	14.8 ± 1.8	15.1 ± 5.9	29.9 ± 5.9	4.905
	21.8 ± 3.4	23.5 ± 6.7	45.3 ± 7.3	9.81
55	9.5 ± 1.2	4.9 ± 2.2	14.4 ± 1.8	1.962
	10.3 ± 0.4	7.9 ± 1.7	18.2 ± 1.8	2.943
	14.7 ± 1.4	12.3 ± 3.7	27.0 ± 4.2	4.905
	20.2 ± 1.2	20.2 ± 6.6	40.4 ± 6.2	9.81
65	10.4 ± 1.9	3.8 ± 0.9	14.2 ± 1.3	1.962
	10.9 ± 0.6	7.8 ± 2.5	18.7 ± 2.7	2.943
	16.2 ± 2.6	9.3 ± 2.9	25.5 ± 3.4	4.905
	--	--	--	9.81

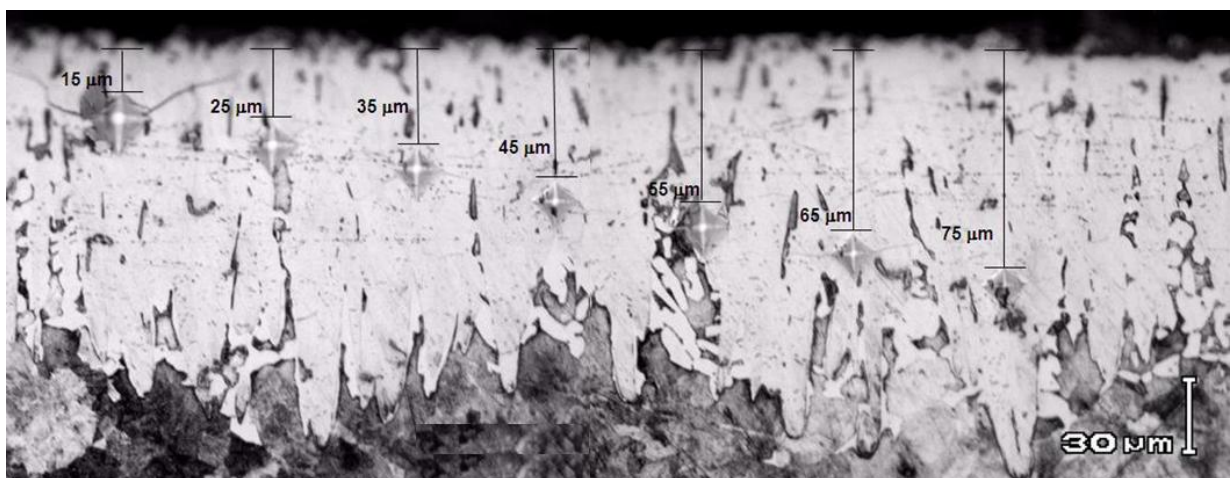
Tabla 3.5 Tamaño de grieta (c) promedio por cada distancia de microindentación desde la superficie hasta 85 μm . Temperatura de tratamiento 1000 $^{\circ}\text{C}$.

Distancia desde la superficie (μm)	l (μm)	g (μm)	c (μm)	P (N)
15	6.6 ± 0.3	12.9 ± 2.0	19.5 ± 2.2	1.962
	8.5 ± 0.3	16.1 ± 3.9	24.6 ± 3.8	2.943
	--	--	--	4.905
	--	--	--	9.81
25	6.8 ± 0.3	11.1 ± 1.4	17.9 ± 1.4	1.962
	8.8 ± 0.3	12.8 ± 3.0	21.6 ± 3.0	2.943
	12.6 ± 0.5	22.7 ± 4.4	35.3 ± 4.7	4.905
	--	--	--	9.81
35	6.9 ± 0.2	9.0 ± 1.5	15.9 ± 1.6	1.962
	9.1 ± 0.2	12.6 ± 2.9	21.7 ± 3.0	2.943
	13.1 ± 0.4	19.9 ± 3.0	33.0 ± 3.1	4.905
	19.3 ± 1.4	25.9 ± 4.2	45.2 ± 4.1	9.81
45	7.1 ± 0.3	9.8 ± 3.2	16.9 ± 3.2	1.962
	9.2 ± 0.2	9.8 ± 2.4	19.0 ± 2.3	2.943
	13.5 ± 0.3	19.8 ± 6.7	33.3 ± 6.5	4.905
	18.8 ± 0.4	27.0 ± 6.5	45.8 ± 6.4	9.81
55	7.1 ± 0.3	8.9 ± 2.5	16.0 ± 2.6	1.962
	9.4 ± 0.2	8.6 ± 2.5	18.0 ± 2.4	2.943
	13.9 ± 0.6	16.5 ± 3.3	30.4 ± 3.3	4.905
	19.5 ± 1.0	24.5 ± 6.0	44.0 ± 6.0	9.81
65	7.4 ± 0.3	7.9 ± 1.9	15.3 ± 1.9	1.962
	9.7 ± 0.5	8.1 ± 1.8	17.8 ± 1.8	2.943
	13.8 ± 0.4	14.5 ± 3.3	28.3 ± 3.2	4.905
	20.2 ± 1.1	19.3 ± 4.1	39.5 ± 3.9	9.81
75	7.5 ± 0.4	7.0 ± 1.1	14.5 ± 1.2	1.962
	10.2 ± 1.1	7.0 ± 1.8	17.2 ± 1.8	2.943
	14.2 ± 0.5	13.6 ± 5.2	27.8 ± 5.1	4.905
	--	--	--	9.81

De acuerdo a [5], un agrietamiento tipo Palmqvist es esperado cuando la gráfica de $\ln g$ versus $\ln P$ establece una pendiente entre $1/2$ y 1 . Por otro lado, este tipo de agrietamiento se presenta con cargas bajas de indentación, y depende esencialmente del tipo de material indentado [28]. La figura 3.9 presenta la serie de microfotografías³ para las grietas evaluadas a las cargas de 1.9, 2.9, 4.9 y 9.8 N bajo diferentes distancias de indentación sobre la capa Fe_2B obtenida a una temperatura de tratamiento de $950\text{ }^\circ\text{C}$.

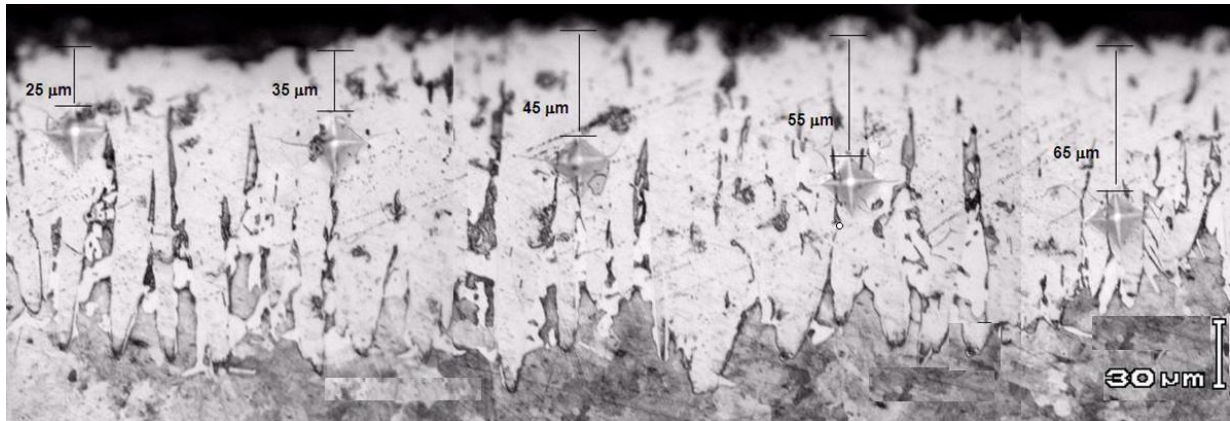


(a)

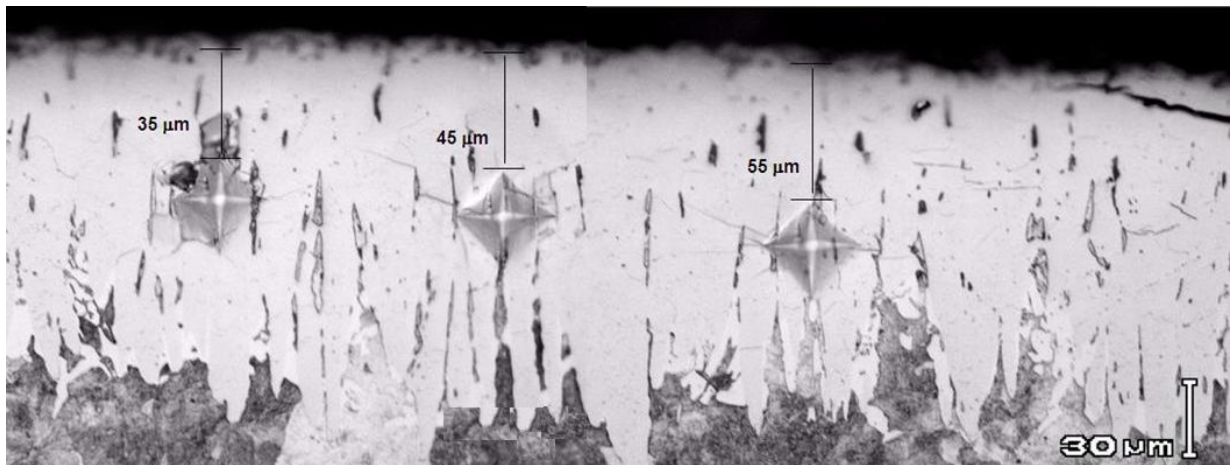


(b)

³ Las microfotografías obtenidas por el método de fractura por indentación para las temperaturas de 850 , 900 y $1000\text{ }^\circ\text{C}$ son presentadas en el Anexo E.



(c)

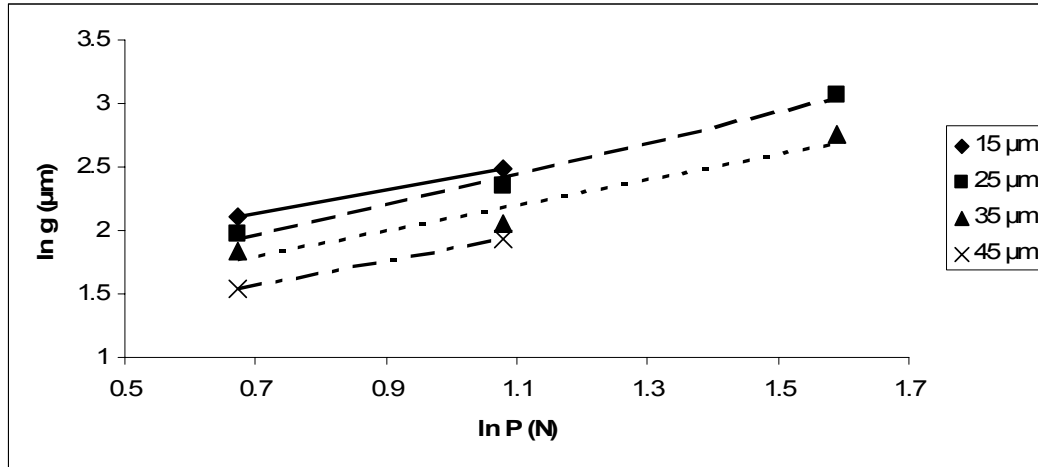


(d)

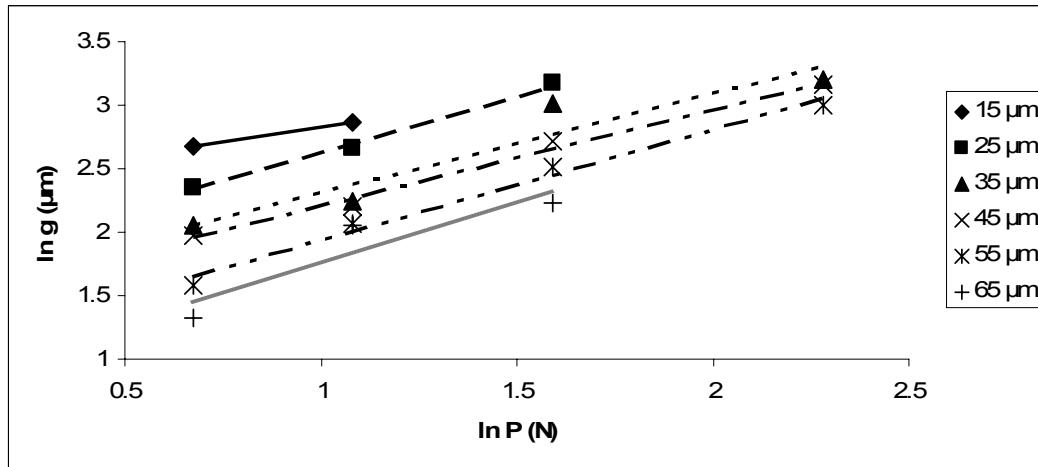
Figura 3.9 Fractura por microindentación Vickers para muestras borurizadas de aceros AISI 1045 a la temperatura de 950 °C con cargas de: (a) 1.9, (b) 2.9, (c) 4.9 y (d) 9.8 N con 8 h de tratamiento. Magnificación 50X.

La validación y presencia de grietas tipo Palmqvist generadas en los vértices de las huellas de microindentación Vickers se presentan en los gráficos de $\ln g$ versus $\ln P$ de la figura 3.10. Los valores de g fueron obtenidos del promedio de 10 indentaciones realizadas para cada condición de tiempo, temperatura y distancia desde la superficie del acero borurado, siendo datos estadísticamente confiables.

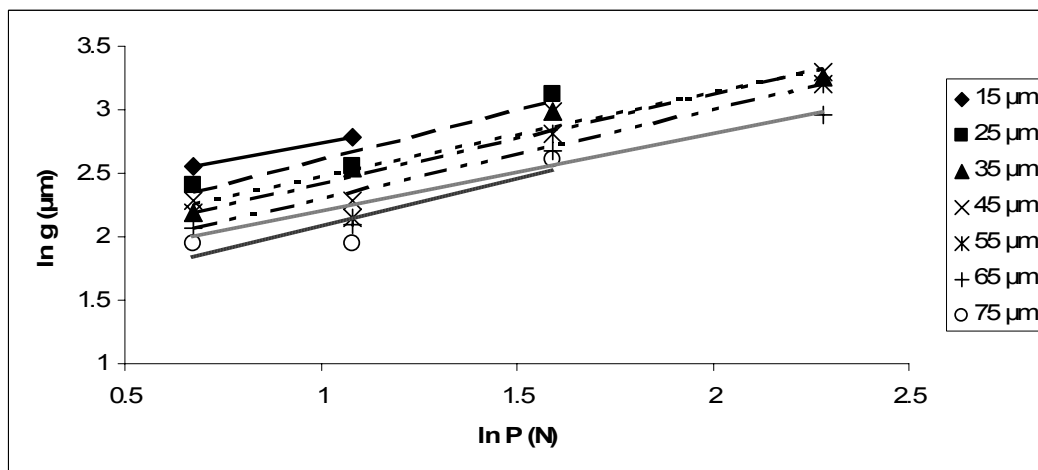
Los datos fueron agrupados en forma independiente en función de las temperaturas de tratamiento, siendo la temperatura de 850 °C el único dato excluido por tener solamente un punto en el gráfico. Las pendientes obtenidas se encuentran aproximadamente dentro del intervalo de 1/2 y 1 y se presentan en la tabla 3.6.



(a)



(b)



(c)

Figura 3.10 Comportamiento de la longitud de grieta en función de la carga de indentación a las temperaturas de: (a) 900, (b) 950 y (c) 1000 °C.

Tabla 3.6 Validación de la presencia de grietas tipo Palmqvist a través de las pendientes obtenidas de los gráficos de $\ln g$ versus $\ln P$.

Distancia desde la superficie (μm)	Temperaturas ($^{\circ}\text{C}$)		
	900	950	1000
15	0.94	0.45	0.56
25	1.20	0.89	0.79
35	1.01	0.78	0.66
45	0.98	0.76	0.70
55	--	0.87	0.70
65	--	0.96	0.61
75	--	--	0.74

Para el régimen de grietas tipo Palmqvist, cuya teoría se presentó en el capítulo 2, se ha determinado que para cargas pequeñas, la relación entre la mitad de la diagonal de indentación (l) y la longitud de grieta generada en los vértices de la indentación (g) debe ser ≤ 3 . Es razonable asumir que para capas pequeñas y frágiles en sustratos relativamente tenaces, tal es el caso de aceros borurados, es más apropiado usar las relaciones basadas en la morfología de grieta tipo Palmqvist, debido a que el agrietamiento se inicia en la superficie de la capa donde el material es más duro [42, 43].

Finalmente, la evaluación y análisis de los valores de tenacidad a la fractura por microindentación en capas borurizadas Fe_2B bajo los modelos de agrietamiento tipo Palmqvist propuestos por M. T. Laugier [31], K. Niihara [33], K. Niihara *et al.* [34] y D. K. Shetty *et al.* [36] y las condiciones experimentales del tratamiento de borurización en pasta, así como los ensayos de microdureza Vickers son presentados en el capítulo 4.

CAPÍTULO 4

Análisis de resultados

El presente capítulo se encuentra dividido en las cuatro siguientes secciones:

En la sección 4.1 se determina numéricamente el coeficiente de difusión del boro en la capa de boruro de hierro Fe_2B formada en la superficie de aceros AISI 1045. El modelo matemático que describe la movilidad del boro está fundamentado en la solución de la segunda ley de Fick, la ecuación de balance de masa en la interfase de crecimiento Fe_2B /substrato y la ley de crecimiento parabólico que describe la evolución del frente de crecimiento.

En la sección 4.2 se presentan los resultados de los perfiles de microdureza Vickers obtenidos en el boruro Fe_2B , fijando la carga de indentación en 1.9 N, con el fin de determinar la influencia de la temperatura y del tiempo de tratamiento en los gradientes de dureza desde la superficie de los aceros borurados hasta la interfase de crecimiento. Por otra parte, se aplican los conceptos de dureza aparente o verdadera en función de las diferentes cargas de indentación y las diferentes distancias desde la superficie para temperaturas variables del tratamiento termoquímico de borurización.

En la sección 4.3 se presentan los resultados de tenacidad a la fractura obtenidos por los cuatro modelos de agrietamiento en el régimen de Palmqvist. El comportamiento de K_C se evalúa en función de las cargas de indentación y distancias de microindentación realizadas a lo largo del espesor de la capa de boruro de hierro Fe_2B .

En la sección 4.4 se correlacionan los datos de tenacidad a la fractura en función del agrietamiento para tres de los cuatro modelos, con el objetivo de validar el mejor comportamiento de las ecuaciones de agrietamiento tipo Palmqvist para la fase borurada Fe_2B .

4.1 Estudio de la movilidad del boro en la fase Fe₂B en aceros borurados AISI 1045

Para el acero AISI 1045, se obtuvieron capas monofásicas de boruros de hierro Fe₂B con morfologías aserradas debido a la ausencia de elementos de aleación y a su tendencia de crecer en la dirección cristalográfica preferencial [001] [9]. El mecanismo de difusión del boro a través de los cristales del boruro (cristal tetragonal con dimensiones $a_0 = b_0 = 4.24 \text{ \AA}$, $c_0 = 5.11 \text{ \AA}$) ocurre de forma más rápida cuando los átomos saltan entre posiciones de la red más cercanas a lo largo de los átomos de boro que están conectados en cadenas [11]. Para permitir el mecanismo de difusión antes mencionado, una parte de las posiciones en las cadenas de los átomos de boro deben ser vacantes. Como resultado de este mecanismo de difusión, los cristales del boruro, que se encuentran en arreglo con sus cadenas de átomos de boro paralelas a la dirección de difusión no metálica, crecen más rápido que los otros. La orientación preferencial de los cristales que constituyen la capa superficial obtenida por la borurización de los aceros igualmente depende de los parámetros experimentales del proceso. Los boruros producidos por el proceso de borurización en pasta presentan una fuerte textura de crecimiento $\langle 001 \rangle$. El crecimiento de los cristales de boruros con otras orientaciones son más lentos y pronto suprimidos debido a que su crecimiento interactúa con otros cristales, resultando en una estructura con textura $\langle 001 \rangle$.

La figura 4.1 presenta la evolución del espesor de la capa compacta Fe₂B para los diferentes tiempos y temperaturas de tratamiento de borurización. La pendiente del gráfico representa el valor de la constante de crecimiento parabólico, k , presentada en el capítulo 1, ecuación (1.1).

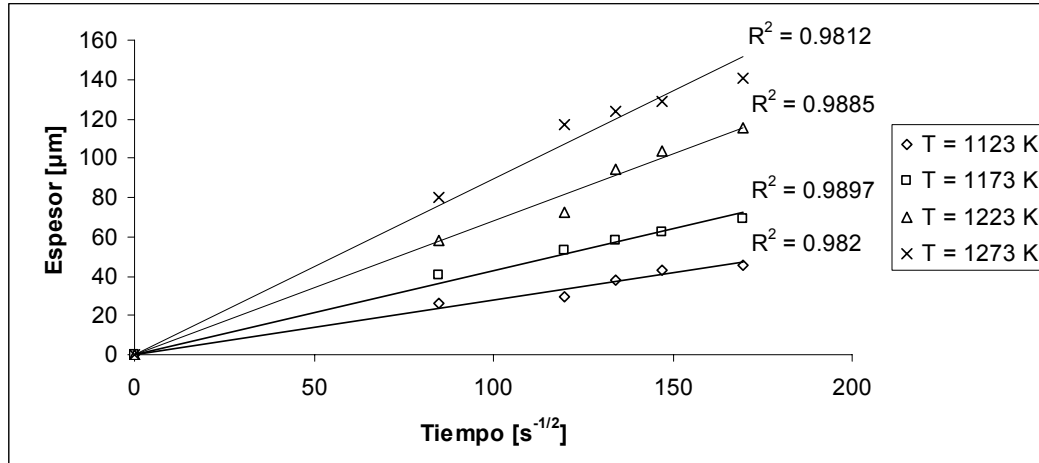


Figura 4.1 Cinética de crecimiento del boruro Fe_2B en el acero borurado AISI 1045.

La constante de crecimiento parabólico es un parámetro que se encuentra en función de la temperatura y del tiempo; conforme se incrementa el tiempo y la temperatura de tratamiento, mayor será el espesor de capa de boruro de hierro. La tabla 4.1 presenta las constantes de crecimiento para cada una de las cuatro temperaturas de tratamiento.

Tabla 4.1 Constantes de crecimiento parabólico para el boruro de hierro Fe_2B .

Temperatura [K]	$k \times 10^{-7}$ [$\text{m s}^{-1/2}$]
1123	2.76
1173	4.26
1223	6.79
1273	8.91

La ecuación de balance de masa, presentada en el capítulo 1, ecuación (1.19), se resolvió con el software *Mathematica 5* por el método de Newton – Raphson con 500 iteraciones para determinar los cuatro valores correspondientes al coeficiente de difusión del boro (Tabla 4.2) para las temperaturas de tratamiento.

Tabla 4.2 Coeficientes de difusión para el boruro de hierro en su fase Fe₂B.

Temperatura [K]	$D_{Fe_2B} \times 10^{-14} [m^2 s^{-1}]$
1123	1.59
1173	3.48
1223	9.45
1273	16.8

El coeficiente de difusión del boro en la fase Fe₂B presentó una mayor cinética de difusión para la temperatura de 1273 K, lo que refuerza que la movilidad del boro en la fase Fe₂B, al ser un proceso activado térmicamente, presenta una cinética de crecimiento que se incrementa conforme el aumento de la temperatura.

Evaluando los valores de los coeficientes de difusión del boro en la fase Fe₂B en cada temperatura del proceso, se determinó la energía de activación (Q) mediante la ecuación de Arrhenius. La figura 4.2 ilustra el comportamiento del logaritmo del coeficiente de difusión del boro en la fase Fe₂B en relación al inverso de la temperatura de tratamiento, en donde el término $-\frac{Q}{R}$ representa la pendiente del gráfico.

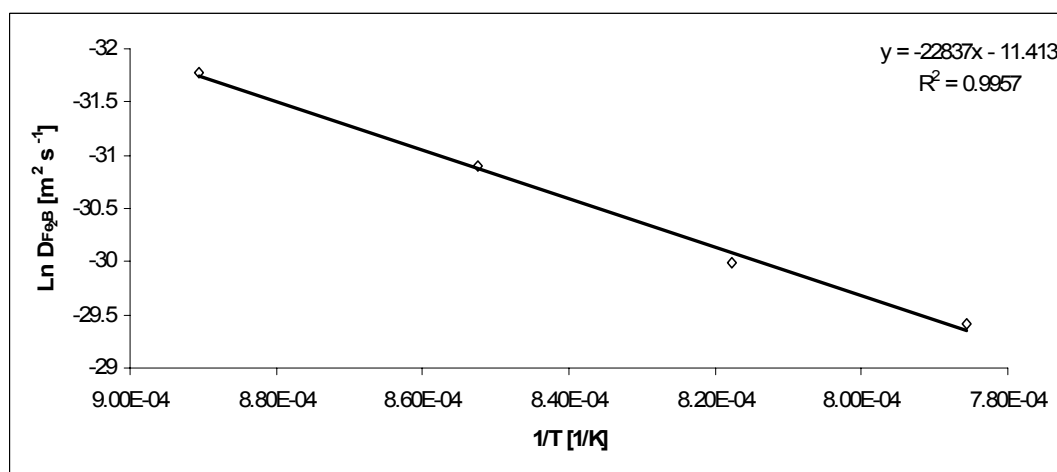


Figura 4.2 Comportamiento tipo Arrhenius para la evaluación de la movilidad del boro en el boruro Fe₂B en función de las temperaturas de tratamiento.

El gráfico muestra un excelente ajuste en su línea de tendencia, obteniendo una energía de activación $Q = 190 \text{ kJ}$. EL significado físico de la energía de activación Q del proceso representa la energía mínima necesaria para formar el boruro de hierro Fe_2B en la superficie del acero AISI 1045. En la tabla 4.3 se presentan valores de la energía de activación propuestas por otros autores y realizando una comparación con el valor obtenido en el presente trabajo, se observa que no hay una variación considerable entre el resultado reportado y los encontrados en la literatura.

Tabla 4.3 Comparación de los valores de energía de activación propuestos por diferentes autores para aceros borurados AISI 1045.

Q [kJ]	Referencia
176	[7]
223	[8]
179	[9]
156	[44]
190	Presente trabajo

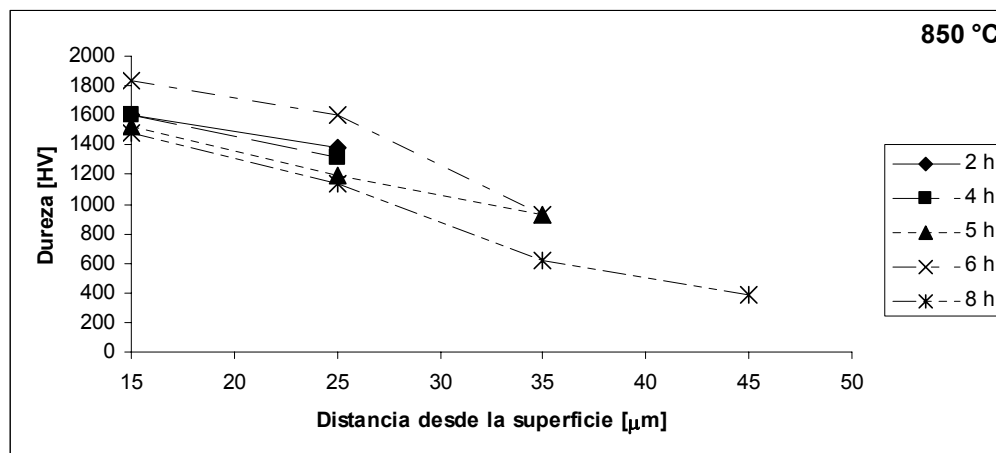
El coeficiente de difusión del boro en la fase Fe_2B obtenido en la simulación matemática en el intervalo de temperaturas de 850 a 1000°C bajo el proceso de borurización en pasta es:

$$D_{\text{Fe}_2\text{B}} = 1.1 \times 10^{-5} \exp\left(-\frac{190 \text{ kJ}}{RT}\right) \left[\frac{\text{m}^2}{\text{s}}\right] \quad (4.1)$$

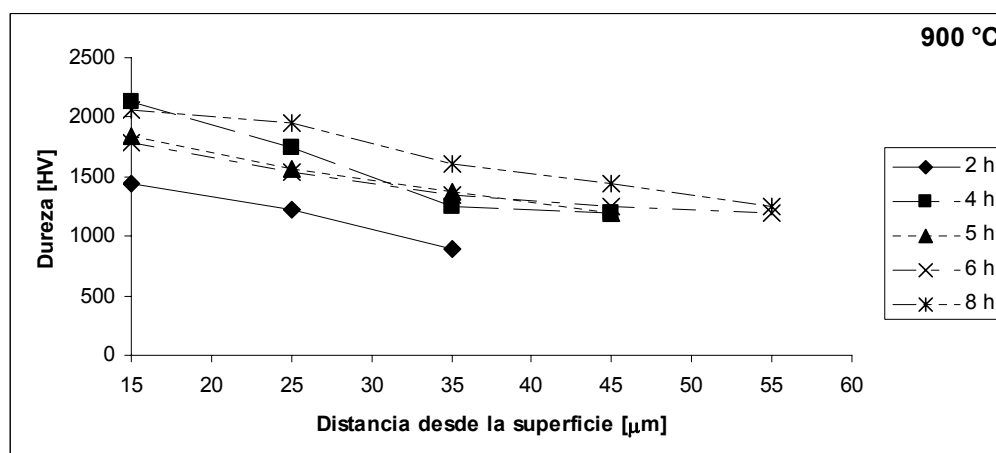
4.2 Ensayo de microdureza Vickers en capas boruradas Fe₂B

4.2.1 Perfiles de microdureza en aceros borurados AISI 1045

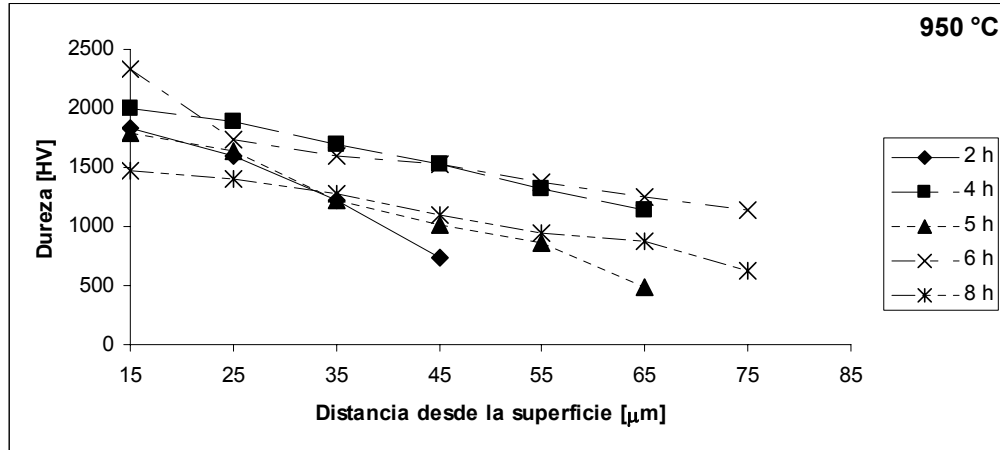
La dureza de un acero AISI 1045 templado en aceite es aproximadamente de 450 HV. El proceso de borurización en pasta incrementa considerablemente la dureza superficial de estos aceros (~2000 HV), como se observa en los perfiles de microdureza presentados en la figura 4.3. La carga de indentación se mantuvo constante en 1.9 N. El número de indentaciones realizadas a lo largo de la fase Fe₂B se encuentra en función del espesor de la capa de boruro de hierro.



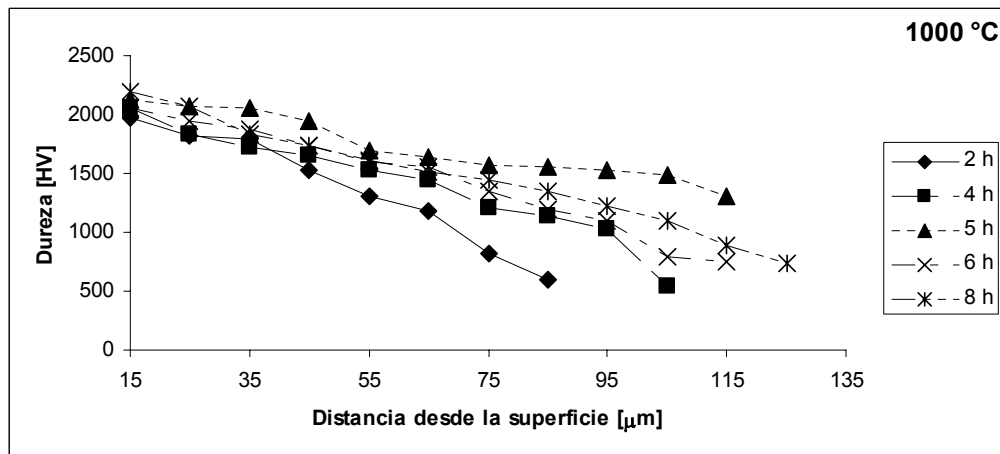
(a)



(b)



(c)



(d)

Figura 4.3 Perfil de microdurezas obtenido en la capa borurada Fe₂B: (a) 850 °C, (b) 900 °C, (c) 950 °C y (d) 1000 °C.

A pesar de que en el acero AISI 1045 (material de bajo contenido de elementos de aleación) se obtiene una única fase Fe₂B como resultado del tratamiento termoquímico de borurización, en la figura 4.3 se observa que la dureza decreta en función de la distancia desde la superficie. Puede notarse que a una distancia cercana a la superficie, la microdureza presenta una tendencia a aumentar para tiempos de tratamiento más elevados, lo cual podría deberse a que la difusión y concentración de boro atómico es mayor en la superficie provocando una mayor generación de esfuerzos residuales de tipo térmico que a su vez incrementan la dureza superficial del componente [45]. Asimismo, conforme la temperatura de tratamiento se incrementa, los valores de microdureza son cada vez menos dispersos posiblemente porque a temperaturas altas

la capa de boruro es más continua en las cercanías a la superficie del acero borurado AISI 1045. Además, el boruro Fe_2B es esencialmente anisotrópico, por lo tanto, en la superficie del material pudiera existir la conglomeración de nodos de Fe_2B , los cuales están formados por cristales aciculares con diferentes orientaciones de crecimiento y mecánicamente inconsistentes sobre la superficie de la muestra, que elevan el esfuerzo en la superficie del material y distorsionan la red cristalina [46]. Por otro lado, en las zonas del boruro más alejadas a la superficie del material se observan decrementos severos en los valores de dureza que son originados por la influencia del sustrato en las aserraciones del boruro. Finalmente, los perfiles de microdureza de la capa borurada están en relación a la textura de la fase Fe_2B cuyo crecimiento preferencial se encuentra en la dirección [001]; la orientación preferencial incrementa en función del espesor de capa y la temperatura de tratamiento.

Por medio de la ecuación (4.2) [47] se presentan en la tabla 4.4 los esfuerzos residuales térmicos de compresión en la superficie del boruro.

$$\sigma_{th} = \frac{E}{1-\nu}(\alpha_l - \alpha_s)(T - T_o) \quad (4.2)$$

En donde:

σ_{th} \equiv Esfuerzo residual térmico [Pa]

ν \equiv Modulo de Poisson que para el caso de capas boruradas equivale a 0.2

α_l \equiv Coeficiente de expansión térmico que para la fase Fe_2B equivale a $7.85 \times 10^{-6} / ^\circ\text{C}$

α_s \equiv Coeficiente de expansión térmico que para el sustrato equivale a $11.96 \times 10^{-6} / ^\circ\text{C}$

$(T - T_o)$ \equiv Gradiente de temperaturas desde temperatura ambiente a la temperatura de tratamiento

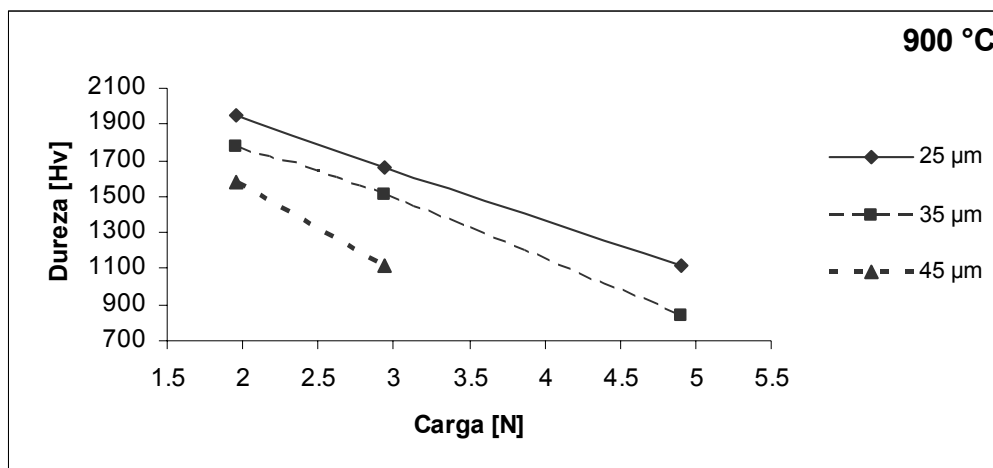
Tabla 4.4 Valores de esfuerzos residuales térmicos en aceros borurados AISI 1045 [47].

T [$^\circ\text{C}$]	σ_{th} [MPa]
850	-1240
900	-1310
950	-1390
1000	-1460

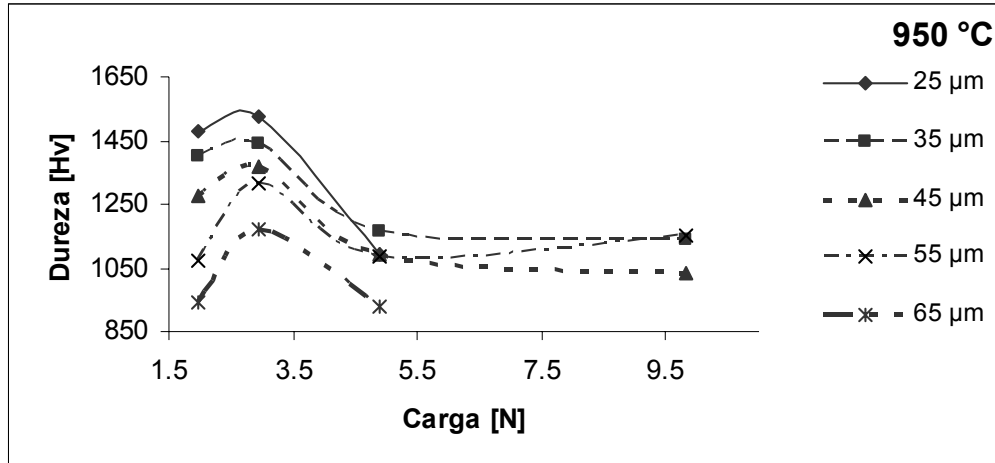
Según A. Byakova [46], la variación de los valores de esfuerzos residuales térmicos obtenidos para la fase Fe_2B se encuentran en función de la temperatura, variando en un intervalo de 1100 a 1800 MPa para aceros borurados AISI 1045. En la tabla 4.4, el valor de esfuerzo residual térmico de compresión menor corresponde a la temperatura de 850 °C y va en incremento conforme aumenta la temperatura. Asimismo, dicha tabla presenta la distribución de esfuerzos residuales paralelos a la superficie, y no considera los esfuerzos residuales perpendiculares. Los resultados obtenidos por medio de dicha ecuación revelan que los esfuerzos en capas boruradas monofásicas Fe_2B son de compresión con magnitudes dentro del intervalo de -1240 MPa para la temperatura de 1123 K a -1460 MPa para la temperatura de 1273 K.

4.2.2 Dureza real o verdadera del boruro Fe_2B

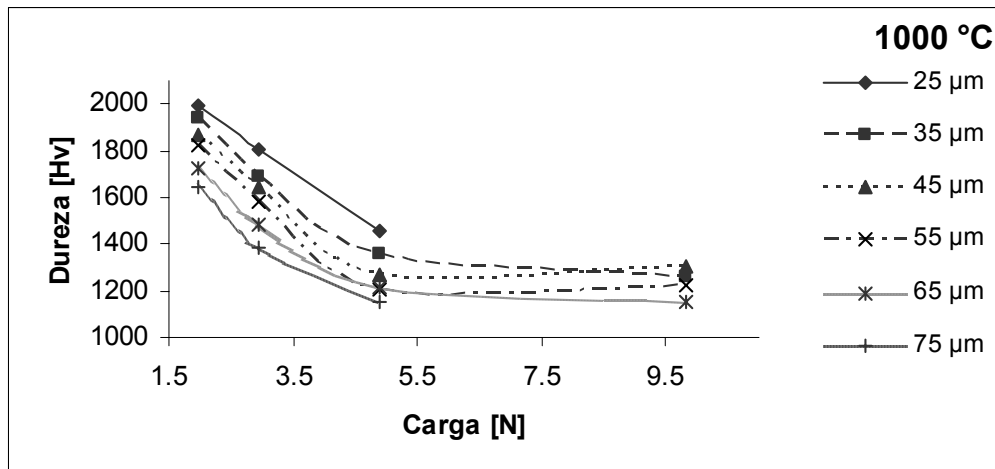
Con el fin de determinar la dureza real o verdadera de la fase Fe_2B , se seleccionaron las muestras boruradas con un tiempo de tratamiento constante de 8 horas a las diferentes temperaturas del tratamiento termoquímico de borurización en pasta. El análisis se realizó tomando las microdurezas del boruro en función de la carga de indentación para diferentes distancias desde la superficie de las piezas (ver figura 4.4).



(a)



(b)



(c)

Figura 4.4 Microdureza real en función de las cargas de indentación para diferentes distancias desde la superficie del boruro Fe_2B con temperaturas de tratamiento de: (a) 900, (b) 950 y (c) 1000 °C.

Con base en los gráficos presentados en la figura 4.4, la dureza real se presenta conforme se incrementa la carga de indentación para las diferentes distancias desde la superficie de la pieza. La figura 4.4 (a) no presenta un punto de estabilidad para la dureza, debido a que el espesor de la capa de boruro a la temperatura de 900 °C no permitió la obtención de datos suficientes para evaluar este comportamiento, sin embargo, la figura 4.4 (b) y 4.4 (c) muestran que a partir de 4.9 N los valores de dureza comienzan a estabilizarse. Es evidente que las mediciones de microdureza Vickers, con cargas aplicadas de 4.9 y 9.8 N, son influenciadas por la formación de grietas durante la indentación. De hecho, como las grietas se forman principalmente durante la aplicación

de la carga, una porción de energía que es usada para crear el tamaño de la indentación tiende a disiparse para la formación de la grieta. En base a los resultados de este proyecto, para una temperatura de 950 °C la dureza real se encuentra en un intervalo aproximado de 1100 a 1250 HV, y para una temperatura de 1000 °C la dureza real se encuentra en un intervalo de 1200 a 1400 HV. Cabe resaltar que la variación en los valores de dureza está en función con las distancias de microindentación. El objetivo de determinar la dureza real para el boruro es establecer dicho parámetro como constante para fines de cálculo de la tenacidad a la fractura [48].

4.3 Tenacidad a la fractura K_C por microindentación tipo Vickers

Para el estudio de la tenacidad a la fractura en la capa de boruro de hierro Fe_2B se realizaron un total de 610 microindentaciones, a las temperaturas de tratamiento de 850, 900, 950 y 1000 °C con un tiempo constante de 8 horas sobre las muestras boruradas de los aceros AISI 1045. El cálculo de los valores de K_C se llevó a cabo en los intervalos de las durezas reales presentados en la figura 4.4 para las temperaturas de 950 y 1000 °C bajo las cargas de 1.9, 2.9, 4.9 y 9.8 N. Para la temperatura de 900 °C se tomaron los valores medios para la carga de microindentación de 4.9 N. El único conjunto de datos experimentales excluido fue a la temperatura de 850 °C por tener un solo punto en el grafico.

Los modelos basados en el régimen de agrietamiento tipo Palmqvist, y presentados en el capítulo 2, fueron utilizados en la evaluación de la tenacidad a la fractura. En general para los cuatro modelos se emplea la carga de indentación, la longitud de grieta, el tamaño de la huella de indentación, el módulo de elasticidad y la dureza del material, en una forma o en otra. Usualmente estos parámetros son elevados a números fraccionarios como 0.4, 0.6 y 0.7. Asimismo, en otras ecuaciones de tenacidad a la fractura, los mismos parámetros son elevados a potencias de 0.5, 1.5 ó 2.0. Por otro lado, la única diferencia real entre un modelo y otro es el valor de los coeficientes representados en cada ecuación, los cuales son obtenidos en forma empírica por la calibración del valor de K_C determinado por métodos convencionales estandarizados.

En este respecto, la técnica de fractura por microindentación podría no ser una técnica ampliamente independiente de la tenacidad a la fractura del material.

El promedio de los resultados del valor de K_C obtenidos para los cuatro modelos de agrietamiento en el régimen tipo Palmqvist utilizados en este estudio se presentan a continuación en las Tablas 4.5, 4.6, 4.7 y 4.8.

Tabla 4.5 Valores del factor de intensidad de esfuerzos para el boruro de hierro Fe_2B obtenidos por la ecuación de M. T. Laugier [31].

K_C [MPa m ^{1/2}]					
Distancia desde la superficie [μm]	1.962 [N]	2.943 [N]	4.905 [N]	9.81 [N]	Temperatura [°C]
25	3.5 ± 1.0	3.5 ± 1.0	2.8 ± 1.3	-	900
35	4.6 ± 1.8	5.6 ± 2.4	5.0 ± 1.9	-	
45	6.5 ± 1.7	7.3 ± 2.5	-	-	
25	2.7 ± 1.0	3.7 ± 0.9	2.4 ± 0.6	-	950
35	4.0 ± 1.4	4.3 ± 1.2	2.9 ± 1.0	4.4 ± 1.8	
45	4.6 ± 1.4	4.6 ± 1.4	4.8 ± 2.2	4.6 ± 1.6	
55	8.0 ± 3.2	5.5 ± 1.8	5.6 ± 1.7	5.9 ± 2.7	
65	10.1 ± 3.3	6.0 ± 1.7	8.3 ± 2.3	-	
25	1.9 ± 0.4	2.5 ± 0.7	2.1 ± 0.7	-	1000
35	2.6 ± 0.6	2.7 ± 0.9	2.5 ± 0.5	4.0 ± 1.2	
45	2.6 ± 1.1	3.8 ± 1.2	2.9 ± 0.9	3.8 ± 1.1	
55	2.9 ± 1.1	4.7 ± 1.8	3.6 ± 0.8	4.3 ± 1.3	
65	3.4 ± 0.8	5.0 ± 1.4	4.2 ± 1.2	5.8 ± 2.0	
75	3.9 ± 0.8	6.3 ± 2.2	5.3 ± 2.7	-	

Tabla 4.6 Valores del factor de intensidad de esfuerzos para el boruro de hierro Fe₂B obtenidos por la ecuación de K. Niihara [33].

K_c [MPa m ^{1/2}]					
Distancia desde la superficie [μm]	1.962 [N]	2.943 [N]	4.905 [N]	9.81 [N]	Temperatura [°C]
25	3.9 ± 0.4	3.9 ± 0.5	3.4 ± 0.5	-	900
35	4.2 ± 0.7	4.6 ± 0.9	3.9 ± 0.6	-	
45	4.8 ± 0.6	4.8 ± 0.8	-	-	
25	3.2 ± 0.4	3.9 ± 0.4	3.2 ± 0.5	-	950
35	3.7 ± 0.5	4.1 ± 0.5	3.5 ± 0.5	4.5 ± 0.7	
45	3.7 ± 0.4	4.2 ± 0.5	4.2 ± 0.8	4.9 ± 1.0	
55	4.6 ± 0.7	4.4 ± 0.6	4.5 ± 0.6	5.1 ± 1.5	
65	5.0 ± 0.5	4.4 ± 0.6	5.1 ± 0.6	-	
25	3.1 ± 0.2	3.6 ± 0.4	3.4 ± 0.4	-	1000
35	3.5 ± 0.3	3.6 ± 0.5	3.6 ± 0.3	4.1 ± 0.9	
45	3.4 ± 0.5	4.1 ± 0.5	3.6 ± 0.4	4.0 ± 1.0	
55	3.5 ± 0.5	4.4 ± 0.7	3.9 ± 0.4	4.4 ± 1.0	
65	3.7 ± 0.4	4.4 ± 0.5	4.2 ± 0.4	5.0 ± 0.7	
75	3.9 ± 0.3	4.7 ± 0.7	4.5 ± 0.9	-	

Tabla 4.7 Valores del factor de intensidad de esfuerzos para el boruro de hierro Fe₂B obtenidos por la ecuación de K. Niihara, R. Morena y D. P. H. Hasselman [34].

K_c [MPa m ^{1/2}]					
Distancia desde la superficie [μm]	1.962 [N]	2.943 [N]	4.905 [N]	9.81 [N]	Temperatura [°C]
25	2.8 ± 0.3	2.9 ± 0.4	2.5 ± 0.3	-	900
35	3.1 ± 0.5	3.4 ± 0.6	2.8 ± 0.4	-	
45	3.5 ± 0.4	3.5 ± 0.6	-	-	
25	2.3 ± 0.3	2.9 ± 0.3	2.3 ± 0.3	-	950
35	2.7 ± 0.3	3.0 ± 0.4	2.6 ± 0.4	3.3 ± 0.5	
45	2.7 ± 0.3	3.0 ± 0.4	3.0 ± 0.6	3.2 ± 0.5	
55	3.4 ± 0.5	3.2 ± 0.4	3.3 ± 0.5	3.8 ± 0.8	
65	3.7 ± 0.4	3.2 ± 0.5	3.7 ± 0.4	-	
25	2.3 ± 0.2	2.6 ± 0.3	2.5 ± 0.3	-	1000
35	2.5 ± 0.2	2.6 ± 0.3	2.6 ± 0.2	3.4 ± 0.6	
45	2.5 ± 0.4	3.0 ± 0.4	2.6 ± 0.3	3.4 ± 0.4	
55	2.6 ± 0.4	3.2 ± 0.5	2.8 ± 0.3	3.5 ± 0.5	
65	2.7 ± 0.3	3.2 ± 0.4	3.0 ± 0.3	3.8 ± 0.6	
75	2.8 ± 0.2	3.4 ± 0.5	3.2 ± 0.7	-	

Tabla 4.8 Valores del factor de intensidad de esfuerzos para el boruro de hierro Fe₂B obtenidos por la ecuación de D. K. Shetty, I. G. Wright, P. N. Mincer y A. H. Clauer [36].

K_c [MPa m ^{1/2}]					
Distancia desde la superficie [μm]	1.962 [N]	2.943 [N]	4.905 [N]	9.81 [N]	Temperatura [°C]
25	3.4 ± 0.3	3.3 ± 0.6	2.4 ± 0.3	-	900
35	3.6 ± 0.5	3.7 ± 0.7	2.4 ± 0.4	-	
45	3.9 ± 0.5	3.3 ± 0.6	-	-	
25	2.5 ± 0.4	3.1 ± 0.3	2.3 ± 0.5	-	950
35	2.8 ± 0.3	3.2 ± 0.4	2.5 ± 0.4	3.2 ± 0.6	
45	2.8 ± 0.4	3.2 ± 0.5	2.9 ± 0.6	3.1 ± 0.7	
55	3.1 ± 0.4	3.3 ± 0.5	3.1 ± 0.5	3.6 ± 0.6	
65	3.2 ± 0.4	3.2 ± 0.5	3.3 ± 0.5	-	
25	2.8 ± 0.2	3.0 ± 0.3	2.6 ± 0.4	-	1000
35	3.1 ± 0.3	3.0 ± 0.4	2.7 ± 0.2	3.2 ± 0.3	
45	2.9 ± 0.4	3.3 ± 0.4	2.7 ± 0.3	3.3 ± 0.4	
55	3.0 ± 0.5	3.5 ± 0.5	2.8 ± 0.3	3.3 ± 0.5	
65	3.1 ± 0.4	3.5 ± 0.4	3.0 ± 0.3	3.6 ± 0.3	
75	3.2 ± 0.3	3.6 ± 0.5	3.2 ± 0.7	-	

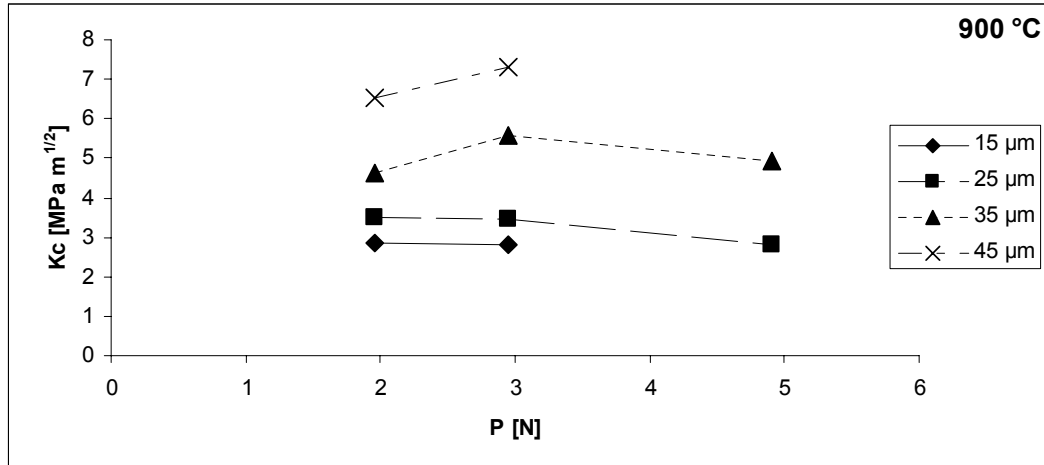
Como menciona A. V. Byakova [46], la tenacidad a la fractura evaluada con grietas normales $K_C(\perp)$ a la superficie es 30-80% mayor que la evaluada con grietas paralelas $K_C(\parallel)$, y cuando $P_{002}^4 \geq 2.5$, $K_C(\perp)$ alcanza el nivel de $K_C(\parallel)$ obteniendo valores de las longitudes de grietas equivalentes para ambos casos. Por el hecho de que las grietas normales a la superficie son más pequeñas que las paralelas, e incluso, a veces no aparecen, se asume que la condición crítica mencionada con anterioridad ($P_{002} \geq 2.5$) no se ha alcanzado y por lo tanto el valor de K_C en dirección paralela será el valor crítico de la tenacidad a la fractura del boruro de hierro Fe_2B . Por lo tanto, los valores de K_C propuestos de la tabla 4.5 a la tabla 4.8 son determinados utilizando únicamente grietas paralelas a la superficie. Por el hecho de que la tenacidad a la fractura es mayor en la dirección normal a la superficie, se asume que los esfuerzos de compresión son mayores en la dirección normal y retardan el crecimiento de la grieta producida por microindentación. Otra característica importante de este patrón de propagación de grietas es que no hay evidencia de deflexión de grietas o algún otro mecanismo de endurecimiento.

Un problema fundamental con la técnica de fractura por microindentación, tal como lo establece G. D. Quinn *et al.* [49], es que los materiales frágiles⁵ no se deforman y se fracturan por debajo de la indentación en forma similar a las propuestas de agrietamiento de los modelos presentados en este estudio.

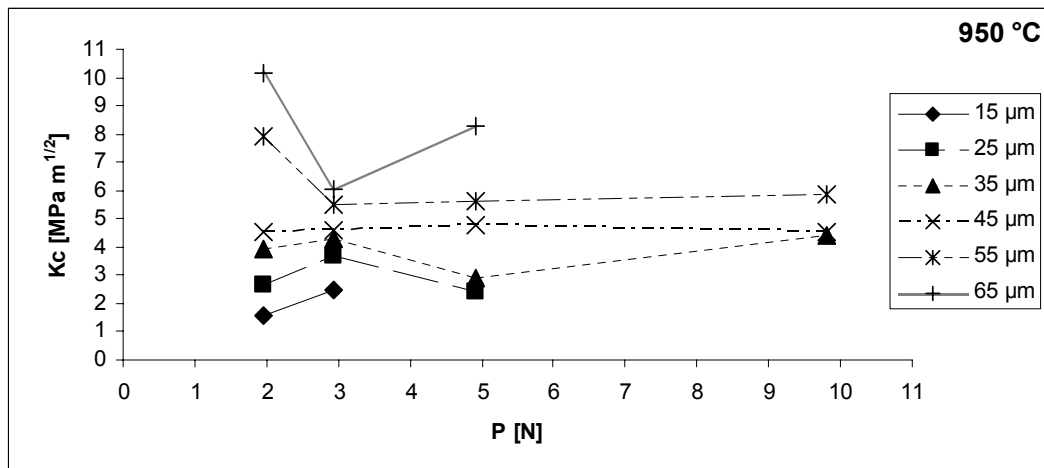
Es importante recalcar, que los valores de tenacidad a la fractura de la fase Fe_2B obtenidos por los cuatro modelos, son sensibles a la medición de la longitud de grieta emanada de los vértices de la indentación y a la anisotropía de la huella de indentación, siendo necesario descartar patrones de agrietamiento que se generaban en las caras laterales de la huella. Las figuras 4.5, 4.6, 4.7 y 4.8 ilustran que el comportamiento de K_C , utilizando los cuatro sistemas de ecuaciones de agrietamiento tipo Palmqvist, es esencialmente independiente de la carga.

⁴ La densidad polar P_{hkl} es la razón del número de cristales donde el que el eje de textura $[hkl]$, el cual es normal al plano $[uvw]$, coincide con el eje normal a la superficie del espécimen con el número de cristales de la misma orientación en un espécimen de textura libre [48].

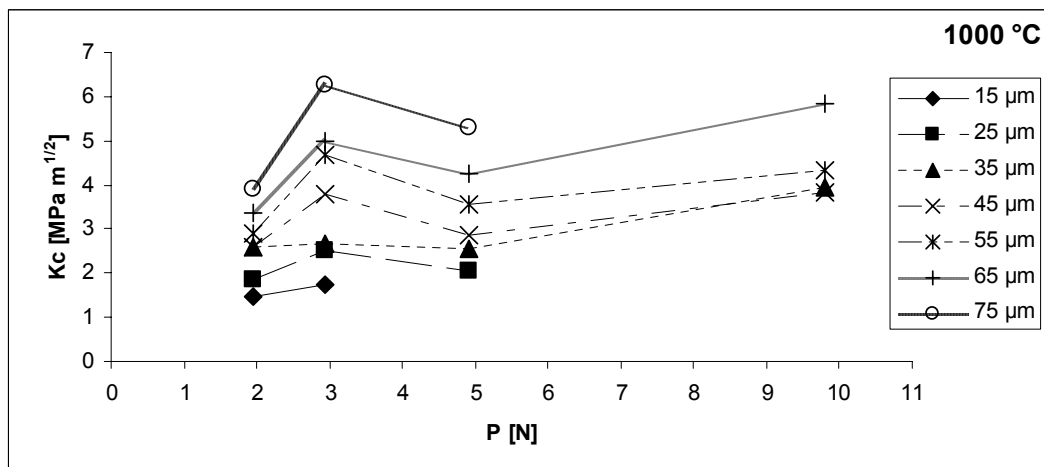
⁵ En la referencia [11], I. Campos *et al.* han determinado a través de microscopía de fuerza atómica, que la capa de boruro de hierro Fe_2B está constituida por cristales muy finos, lo que posiblemente ocasiona que la capa no se deforme y fracture de la misma manera conforme a los criterios establecidos por los modelos de agrietamiento tipo Palmqvist.



(a)

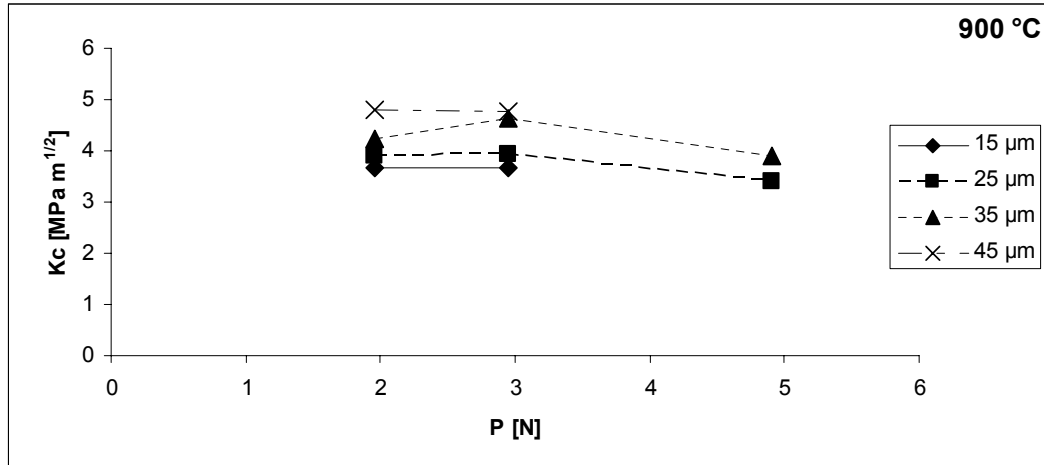


(b)

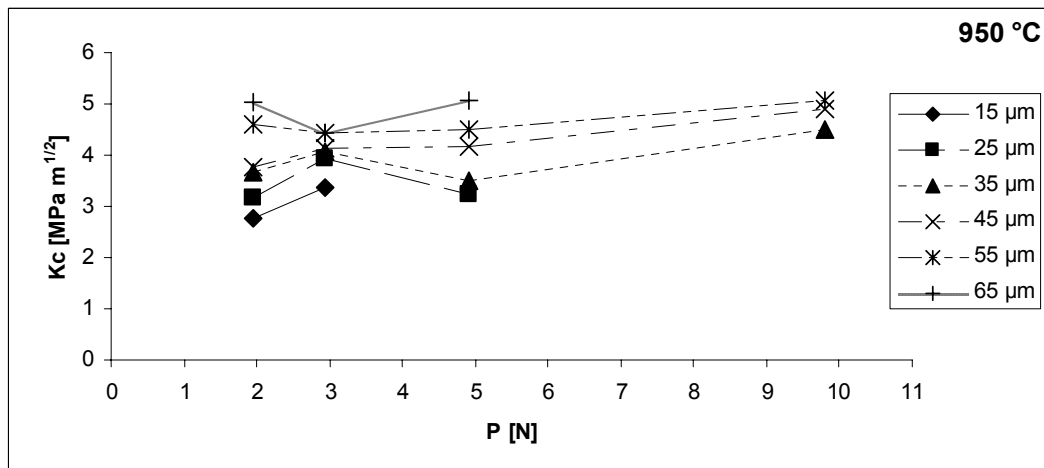


(c)

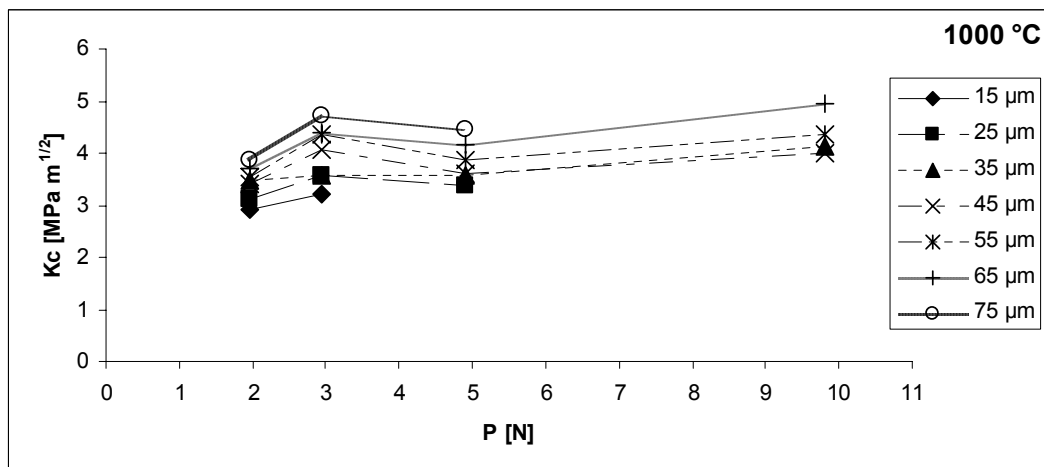
Figura 4.5 Comportamiento de K_C (modelo de M. T. Laugier) en función de la carga de indentación a las temperaturas de tratamiento de: (a) 900, (b) 950 y (c) 1000 °C.



(a)

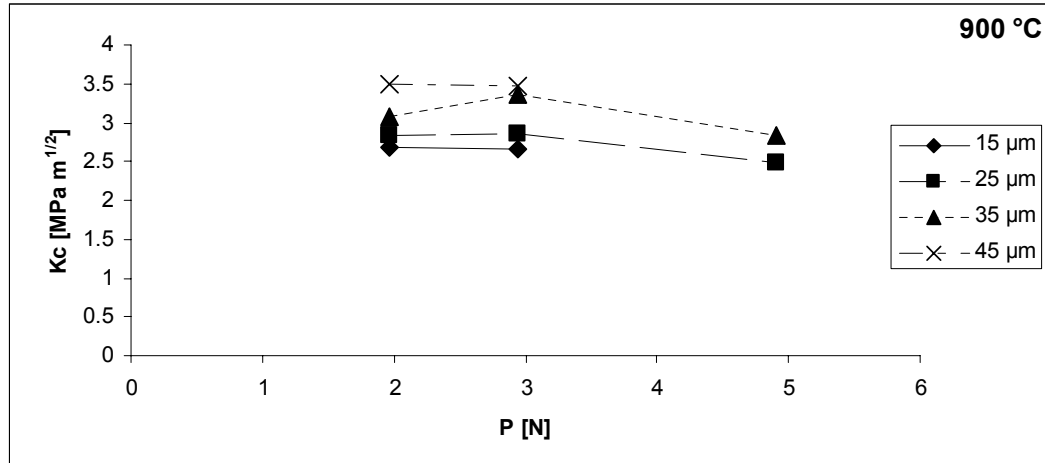


(b)

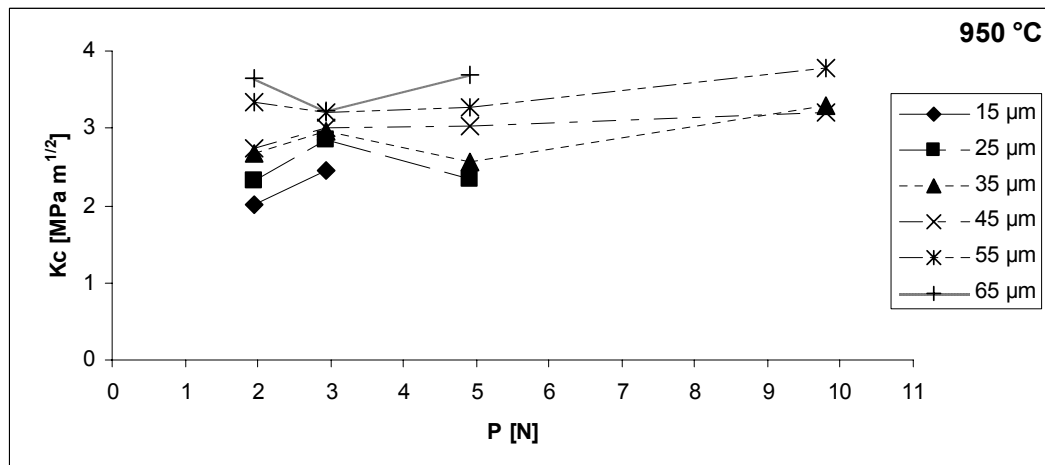


(c)

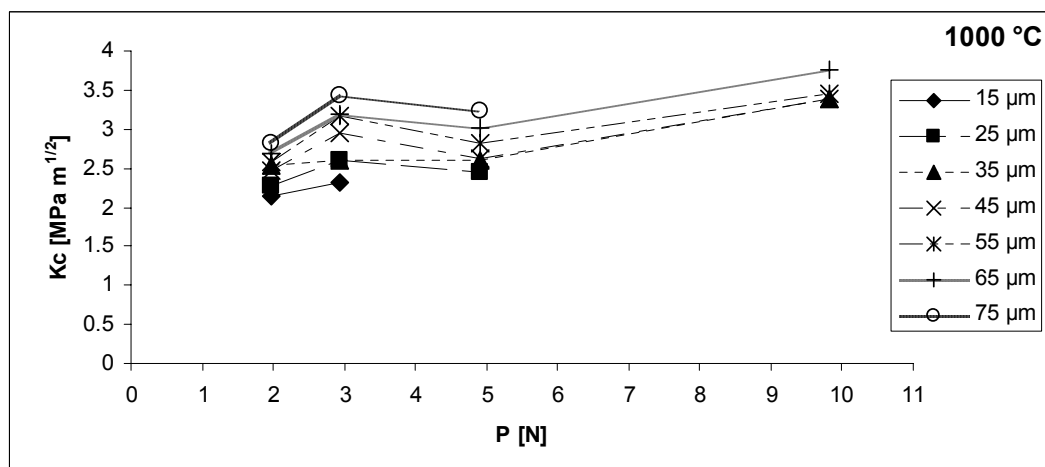
Figura 4.6 Comportamiento de K_c (modelo de K. Niihara) en función de la carga de indentación a las temperaturas de tratamiento de: (a) 900, (b) 950 y (c) 1000 °C.



(a)

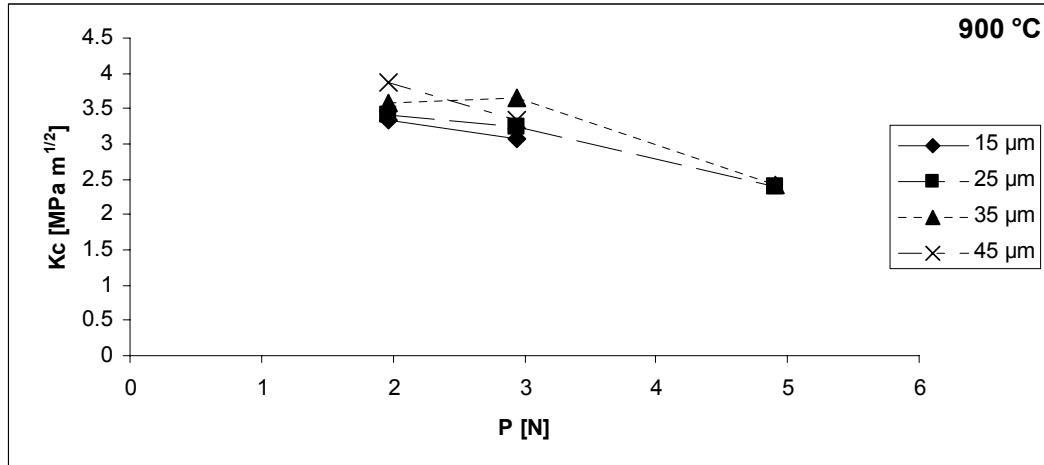


(b)

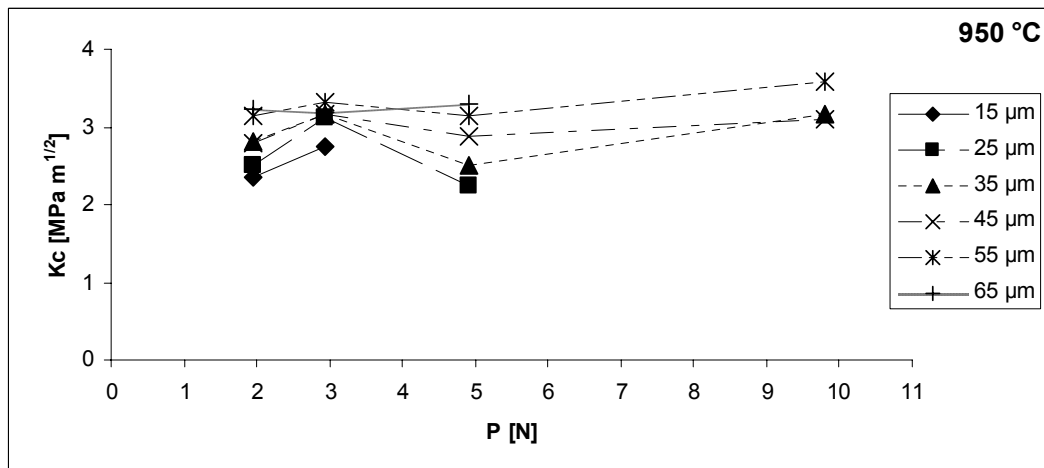


(c)

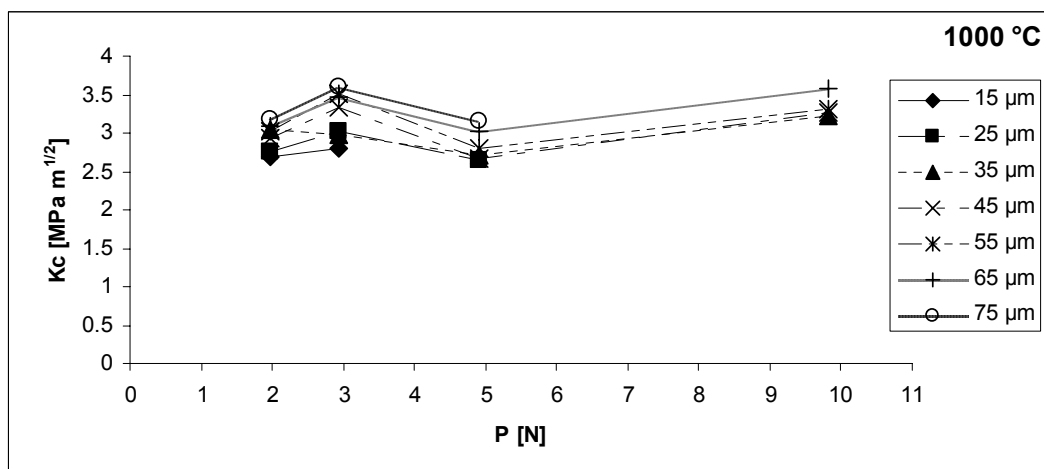
Figura 4.7 Comportamiento de K_C (modelo de K. Niihara, R. Morena y D. P. H. Hasselman) en función de la carga de indentación a las temperaturas de tratamiento de: (a) 900, (b) 950 y (c) 1000 °C.



(a)



(b)



(c)

Figura 4.8 Comportamiento de K_C (modelo de D. K. Shetty, I. G. Wright, P. N. Mincer y A. H. Clauer) en función de la carga de indentación a las temperaturas de tratamiento de: (a) $900\text{ }^\circ\text{C}$, (b) $950\text{ }^\circ\text{C}$ y (c) $1000\text{ }^\circ\text{C}$.

Los resultados de tenacidad a la fractura obtenidos, para cada uno de los cuatro modelos, presentan la misma tendencia a aumentar conforme se incrementa la distancia desde la superficie de indentación. Esto podría deberse a que la capa, al presentar una morfología aserrada, tiene más influencia del substrato en zonas más alejadas de la superficie. Por otra parte, este estudio no determina un valor único de K_c para la tenacidad a la fractura de la capa borurada. La tabla 4.9 presenta los promedios representativos de K_c para todo el conjunto de experimentos realizados a diferentes cargas de indentación, temperatura y distancias desde la superficie. Obviamente, los valores de K_c para estas condiciones caracterizan la tenacidad a la fractura de granos individuales pero no reflejan la resistencia al agrietamiento para una capa completa que se comporta como un medio continuo elástico.

Tabla 4.9 Valores promedio del factor de intensidad de esfuerzos.

Modelo	K_c [MPa m ^{1/2}]
M. T. Laugier [31]	4.5 ± 1.8
K. Niihara [33]	4.1 ± 0.6
K. Niihara, R. Morena y D. P. H. Hasselman [34]	3.0 ± 0.4
D. K. Shetty, I. G. Wright, P. N. Mincer y A. H. Clauer [36]	3.1 ± 0.4

Los valores de K_c calculados en este trabajo (ver Anexo D), representan los valores de tenacidad a la fractura para cada condición experimental establecida, sin embargo, haciendo un promedio para cada una de las cuatro ecuaciones se obtuvo un valor único. Comparando los valores de tenacidad a la fractura de los cuatro modelos, este valor no es constante para las diferentes distancias de indentación a lo largo del espesor de la capa de boruro de hierro.

Gráficamente el modelo de M. T. Laugier [31] presenta las dispersiones más grandes en los resultados de tenacidad a la fractura, además es la ecuación que determinó un valor de tenacidad a la fractura promedio con una mayor desviación estándar. La dispersión de los valores de tenacidad a la fractura de la fase borurada (ver figura 4.5) podría establecerse a que este modelo no determina un intervalo fijo de la razón g/l , en comparación con los otros tres modelos propuestos.

Los modelos de K. Niihara [33] y K. Niihara, R. Morena y D. P. H. Hasselman [34] presentan los valores de tenacidad a la fractura con menor dispersión en función de las distancias de indentación, siendo este comportamiento más visible a la temperatura de 1000°C, debido a la creación de capas de boruros de hierro más continuas a lo largo de la superficie del acero endurecido. La influencia de la temperatura de tratamiento también es visible en el comportamiento de la tenacidad a la fractura de la fase Fe₂B para el modelo de D. K. Shetty, I. G. Wright, P. N. Mincer y A. H. Clauer [36], donde a la temperatura de 1000°C los valores de K_c son menos dispersos para las diferentes distancias de microindentación.

Finalmente, hay que remarcar que los cálculos de los valores de K_c son sensibles a las mediciones realizadas de longitud de grieta (g) y mitad de la diagonal (l) de la huella del indentador, lo que podría ser un factor fundamental en la desviación de estos valores. Por ende, para disminuir el error de muestreo es recomendable realizar al menos 10 indentaciones por cada condición experimental para el cálculo de K_c .

En la tabla 4.10 se presentan los valores de K_c publicados por otros autores para diferentes aceros borurados a través de la técnica de fractura por microindentación Vickers. Los resultados de K_c son válidos para el modelo de agrietamiento tipo radial-media propuesto por A. G. Evans *et al.* [32] (ver ecuación (2.9)).

Los valores mostrados en la tabla 4.10 se encuentran dentro del rango de los valores obtenidos del presente proyecto. En [50] se establece que el valor de tenacidad a la fractura y la dureza de las fases boruradas está relacionado con la temperatura, tiempo de tratamiento, y con la interacción de los elementos de aleación del sustrato que se disuelven en los boruros formando fases multicomponentes tipo (Fe,M)B y (Fe,M)₂B donde M es el elemento de aleación, siendo parámetros determinantes en el incremento o disminución de la resistencia a la propagación de grietas en las capas boruradas.

Tabla 4.10 Comparación de los valores de tenacidad a la fractura para capas boruradas propuestos por diferentes autores.

Acero AISI	K_c [MPa m ^{1/2}]	Referencia
H13	3.8 ± 0.6	[50]
304	3.3 ± 0.8	[50]
1040	3.9 ± 0.8	[51]
P20	3.7 ± 0.9	[51]

4.4 Validación de tres modelos de agrietamiento tipo Palmqvist para la determinación de la tenacidad a la fractura

Como se menciona en el Capítulo 2, el modelo propuesto por K. Niihara, R. Morena y D. P. H. Hasselman [34] fue obtenido a través del ajuste de los datos experimentales que en 1964, V.W. Dawihl y G. Altmeyer (ver [34] y referencias que se encuentran en ella), obtuvieron para un grupo de materiales cerámicos tipo WC-Co (carburo de tungsteno-cobalto). De la misma manera, la técnica de regresión lineal (ver figuras 4.9, 4.10 y 4.11) es empleada en este trabajo para la validación de tres de los cuatro modelos de agrietamiento tipo Palmqvist.

Se realizó la normalización del parámetro de tenacidad a la fractura/dureza del material en función de la relación g/l para los modelos de K. Niihara [33] y K. Niihara *et al.* [34]. Para el modelo de K. Shetty *et al.* [36] se relacionó el valor de tenacidad a la fractura (K_c) con el parámetro de dureza – resistencia al agrietamiento (HV)^{1/2} para evaluar el comportamiento lineal que dichos autores proponen entre estos dos parámetros. Finalmente el modelo de M. T. Laugier [31] no se validó, pues la ecuación que el autor propone no es obtenida empíricamente, sino analíticamente por medio de una desviación de la ecuación que B. R. Lawn *et al.* [29] propusieron originalmente para un modelo de agrietamiento radial - media.

En el Anexo D se presentan los valores de dureza (H), longitud de la mitad de la diagonal (l), longitud de grieta (g) y factor de intensidad de esfuerzos (K_c) obtenido para las cuatro ecuaciones.

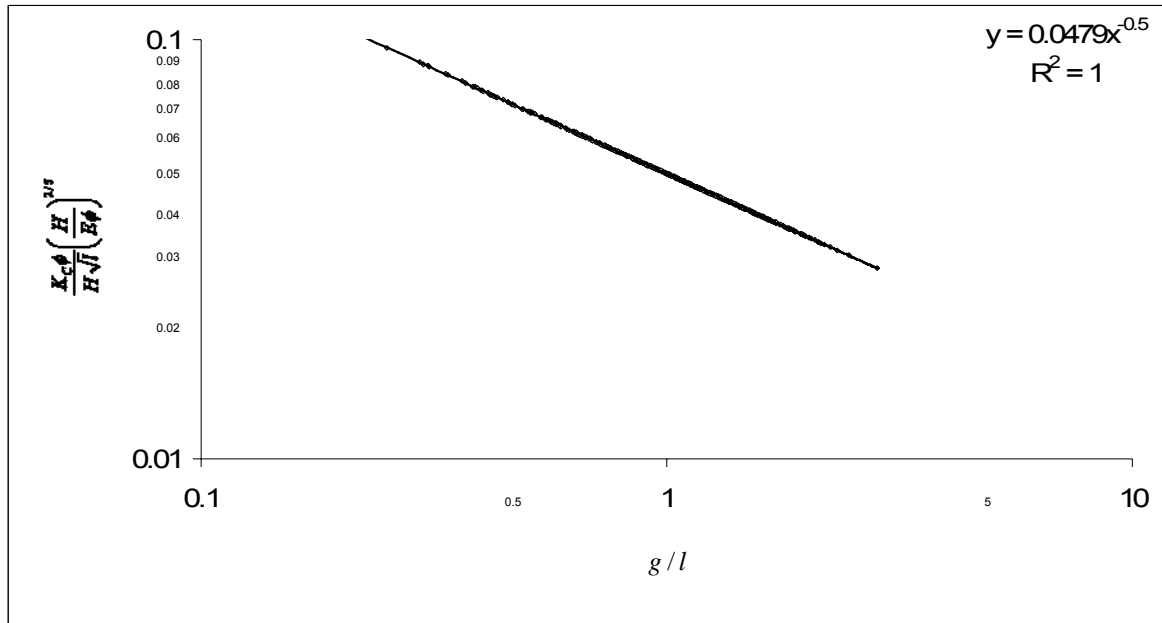


Figura 4.9 Correlación del parámetro normalizado de tenacidad a la fractura/microdureza en función de la razón de la longitud de la grieta tipo Palmqvist g/l para capas boruradas Fe_2B . Modelo de de K. Niihara [33].

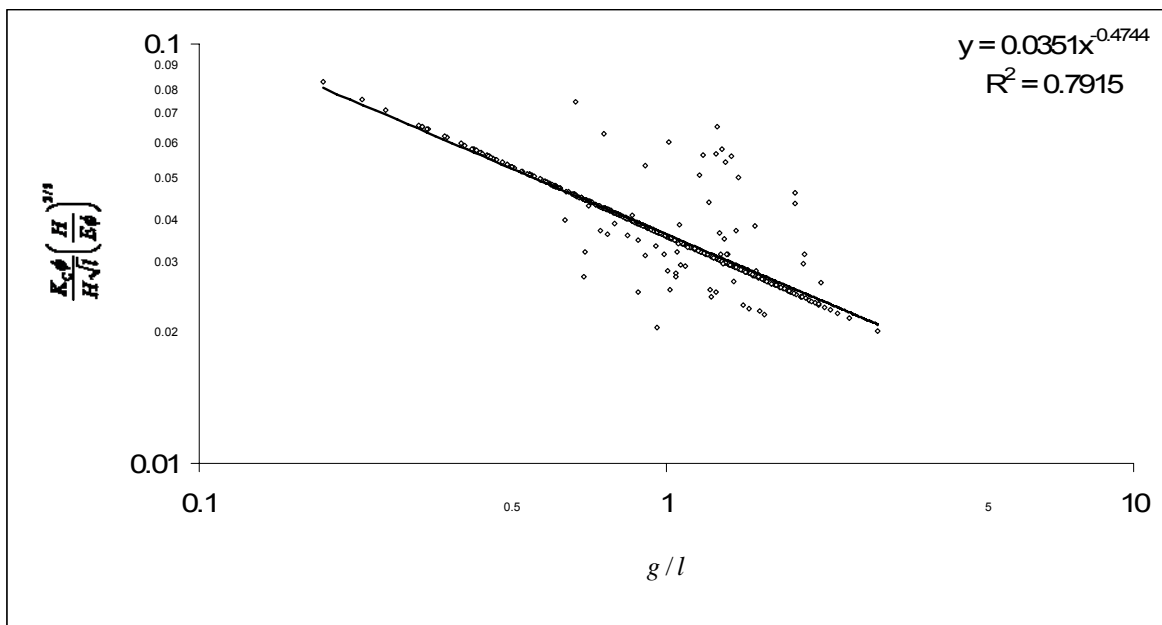


Figura 4.10 Correlación del parámetro normalizado de tenacidad a la fractura/microdureza en función de la razón de la longitud de la grieta tipo Palmqvist g/l para capas boruradas Fe_2B . Modelo de K. Niihara, R. Morena y D. P. H. Hasselman [34].

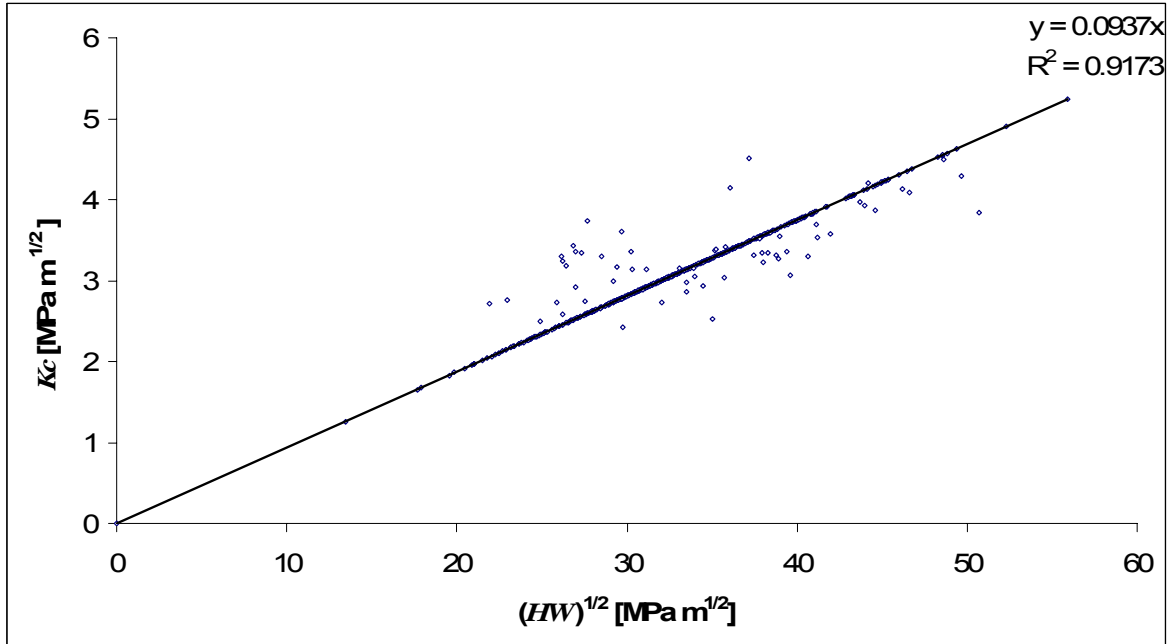


Figura 4.11 Relación entre tenacidad a la fractura (K_C) y el parámetro dureza – resistencia al agrietamiento $(HW)^{1/2}$ para capas boruradas Fe_2B . Modelo de D. K. Shetty, I. G. Wright, P. N. Mincer y A. H. Clauer [36].

Como puede observarse, los tres gráficos presentados en las figuras 4.9, 4.10, y 4.11 resultan con un ajuste potencial altamente aceptable. Para las primeras dos figuras, el valor de $-1/2$, resultado del ajuste de los datos obtenidos a diferentes distancias y cargas de microindentación, indica que las grietas tipo Palmqvist son mecánicamente equivalentes para una grieta semi-infinita cargada por una fuerza P a una distancia l desde el vértice de grieta. Asimismo, la correlación de los datos en el modelo de K. Niihara *et al.* [34] es baja en comparación de los datos experimentales obtenidos de la tenacidad a la fractura del acero borurado AISI 1045 utilizando el modelo de K. Niihara [33] que ajustan en forma excelente para relaciones pequeñas de g/l ; conforme la relación de g/l aumenta, el valor de K_C disminuye. Por su parte, el gráfico para el modelo de D. K. Shetty *et al.* [36] valida el planteamiento original de que la tenacidad a la fractura también puede establecerse por medio de una relación lineal en función de la resistencia al agrietamiento de un material.

La tabla 4.11 resume las ecuaciones representativas obtenidas por la técnica de regresión lineal para tres de los cuatro modelos de agrietamiento tipo Palmqvist. Los resultados establecen que el modelo de K. Niihara [33] es el que mejor ajusta los

valores experimentales de la tenacidad a la fractura de la capa borurada Fe₂B. Los valores de las pendientes se encuentran dentro del valor de 1/2 y una correlación de los datos de casi el 80% para el caso del modelo de K. Niihara *et al.* [34] y del 100% para los datos del modelo de K. Niihara [33]. Finalmente la correlación de los datos en el modelo de D. K. Shetty *et al.* [36] es del 90%, lo que indica la confiabilidad de este modelo en la evaluación de la tenacidad a la fractura en materiales cerámicos.

Tabla 4.11 Ecuaciones obtenidas del ajuste de los datos experimentales por medio de una regresión lineal.

Modelo	Ecuación
K. Niihara	$\left(\frac{K_c \phi}{Hl^{1/2}}\right) \left(\frac{H}{E\phi}\right)^{2/5} = 0.048 \left(\frac{g}{l}\right)^{-0.5} \quad (4.3)$
K. Niihara, R. Morena y D. P. H. Hasselman	$\left(\frac{K_c \phi}{Hl^{1/2}}\right) \left(\frac{H}{E\phi}\right)^{2/5} = 0.035 \left(\frac{g}{l}\right)^{-0.047} \quad (4.4)$
D. K. Shetty, I. G. Wright, P. N. Mincer y A. H. Clauer	$K_c = 0.0937 (HW)^{1/2} \quad (4.5)$

CONCLUSIONES

Mediante el proceso de borurización en pasta se realizó la formación de la capa borurada Fe_2B sobre la superficie de un acero estructural AISI 1045. El boruro se caracterizó con tres metodologías experimentales cuyos resultados fueron la determinación del coeficiente de difusión del boro y la energía de activación necesaria para la formación del boruro, la microdureza en función del espesor de la capa y de la carga de indentación, y por último, el comportamiento de tenacidad a la fractura de la fase Fe_2B por medio de cuatro modelos basados en agrietamiento en el régimen de Palmqvist, validados por medio de los datos experimentales obtenidos en este estudio.

Se asumen las siguientes conclusiones:

- a) La formación de las fases boruradas es un proceso metalúrgico modelado matemáticamente por las Leyes de Fick cuya formación obedece la ley de crecimiento parabólico dependiente de la temperatura y del tiempo de tratamiento. El modelo matemático que describe la movilidad del boro en la fase borurada es sensible a la medición del espesor de capa obtenida experimentalmente. Conforme se incrementa el tiempo y la temperatura del proceso, se generan capas más compactas y continuas en la superficie del acero borurado AISI 1045. La morfología de las capas de boruros de hierro son aserradas en las interfases de crecimiento, donde la dirección preferencial [001] se establece como la vía preferencial de difusión de los átomos de boro en la capa borurada.

- b) Asimismo, el comportamiento del coeficiente de difusión del boro en la fase Fe_2B es evaluado en función de las temperaturas de tratamiento. La ecuación de Arrhenius es empleada para la obtención de la energía de activación del sistema. La energía de activación representa la fuerza impulsora necesaria para formar el boruro de hierro sobre la superficie del acero AISI 1045. Asumiendo la ecuación de Arrhenius, el coeficiente de difusión del boro en la fase Fe_2B para un acero borurado AISI 1045, en el intervalo de temperaturas de $850^\circ\text{C} \leq T \leq 1000^\circ\text{C}$ se establece como:

$$D_{Fe_2B} = 1.1 \times 10^{-5} \exp\left(-\frac{190 \text{ kJ}}{RT}\right) \left[\frac{m^2}{s}\right]$$

- c) Los perfiles de microdureza obtenidos a las temperaturas de 850, 900, 950 y 1000 °C con una carga de aplicación constante de 1.9 N, presentan una elevada dureza variando entre 1000 y 2000 HV aproximadamente en la superficie del acero borurado AISI 1045. Los valores de microdureza superficial son dependientes del tiempo y la temperatura del proceso de borurización en pasta. Durante tratamientos largos (8 h y 1000°C), la difusión y concentración del boro atómico es mayor en la superficie, provocando una mayor generación de esfuerzos térmicos y esfuerzos residuales de compresión que a su vez incrementan la dureza superficial del componente.
- d) Se determinó la dureza real de las capas boruradas Fe₂B a través de la selección de las muestras boruradas con un tiempo de tratamiento constante de 8 h para las diferentes temperaturas de borurización en pasta. Los resultados indican que la dureza verdadera se encuentra en función de las cargas y de las diferentes distancias de microindentación desde la superficie del material borurado. Los resultados indican que a la temperatura de 950 °C la dureza real se encuentra en un intervalo aproximado de 1100 a 1250 HV, y para una temperatura de 1000 °C la dureza real se encuentra en un intervalo de 1200 a 1400 HV. A la temperatura de 900 °C la dureza verdadera no se evaluó, ya que el gráfico de *HV* vs. *P* no presentó un punto de estabilidad, debido a la influencia de un menor espesor de capa Fe₂B en comparación con las temperaturas de 950 y 1000 °C.
- e) La evaluación de la tenacidad a la fractura de la capa borurada Fe₂B se realizó a través del uso de cuatro modelos de agrietamiento tipo Palmqvist propuestos por diferentes autores. La validación del uso de los modelos se encuentran establecidos por los valores de las pendientes obtenidas entre 1/2 y 1 de los gráficos del *ln g* vs. *ln P*. Muchos patrones de agrietamiento irregulares tuvieron que ser descartados en los cálculos de tenacidad a la fractura, incrementando en función de las cargas de aplicación del ensayo de microdureza Vickers. Los resultados obtenidos en los

cuatro modelos no indican un valor constante de la tenacidad a la fractura del boruro de hierro, teniendo este parámetro influencia de las distancias de microindentación, las temperaturas del tratamiento de borurización, el espesor y la textura de la capa borurada, y posiblemente por la presencia de los esfuerzos residuales térmicos originados por la creación de la fase borurada en la superficie del acero AISI 1045. Para la evaluación de la resistencia al agrietamiento en condiciones frágiles de capas boruradas, es deseable utilizar el factor de intensidad de esfuerzos presentado en función de un ángulo de coordinación entre la dirección de propagación de grieta y la superficie.

- f) La diferencia fundamental entre los cuatro modelos utilizados en la evaluación de la tenacidad a la fractura de la capa borurada Fe₂B, son los valores de los coeficientes representados en cada ecuación. Lo anterior se asume debido a que las cuatro ecuaciones han sido obtenidas de forma empírica con valores de K_C tomados de la literatura para diferentes materiales cerámicos. El modelo de K. Niihara [33] presentó la menor dispersión de valores de tenacidad a la fractura en función de las diferentes cargas y distancias de microindentación. El valor promedio de K_C para la fase borurada Fe₂B obtenido por el modelo de K. Niihara [33] es de 4.1 ± 0.6 [MPa m^{1/2}] para el conjunto de experimentos realizados.
- g) La validación del uso de los modelos de agrietamiento tipo Palmqvist se estableció por la relación de la tenacidad a la fractura en función del agrietamiento tipo Palmqvist, empleando la técnica de regresión lineal. Los resultados establecen que los modelos de K. Niihara [33] y D. K. Shetty *et al.* [36] son los que mejor ajustan los valores experimentales de la tenacidad a la fractura de la capa borurada. La ecuación de M. T. Laugier [31] fue excluida de la validación debido a que no proviene de un análisis empírico.

RECOMENDACIONES PARA TRABAJOS FUTUROS

1. Se sugiere el estudio de modelos matemáticos alternativos para la determinación del coeficiente de difusión del boro en fases monofásicas Fe_2B y polifásicas FeB/Fe_2B para diferentes aceros de alta aleación empleados en la industria metal-mecánica. La finalidad de esto es poder automatizar y optimizar el proceso de borurización en pasta conociendo los parámetros cinéticos que se obtienen durante el tratamiento termoquímico.
2. Evaluación de la tenacidad a la fractura por microindentación tipo Vickers o Knoop en diferentes aceros borurados grado estructural, maquinaria, herramienta e inoxidables bajo los modelos de agrietamiento tipo Palmqvist, para realizar la comparación de los resultados obtenidos con el presente proyecto de investigación.
3. Aquí es importante preguntarse si realmente la técnica de fractura por microindentación es un método efectivo en la evaluación de la tenacidad a la fractura en capas monofásicas Fe_2B o polifásicas FeB/Fe_2B . Será necesario establecer pruebas experimentales estandarizadas (los ensayos de tenacidad a la fractura, propuestos en la norma ASTM E-399, no han sido aplicados actualmente en muestras boruradas) con el fin de validar o descartar los resultados obtenidos bajo la técnica de fractura por microindentación en diferentes aceros borurados, considerando las diferentes condiciones experimentales del tratamiento termoquímico de borurización.

ANEXO A

Solución a la segunda ley de Fick

La segunda ley de Fick, considerando que la difusión es unidireccional se representa como:

$$\frac{\partial c}{\partial t} = D \frac{\partial^2 c}{\partial x^2} \quad (\text{A.1})$$

Dado que la difusión obedece la ley de crecimiento parabólico, esta se considera inversamente proporcional al tiempo y se introduce el siguiente cambio de variable:

$$u(x,t) = \frac{x}{2\sqrt{t}} \quad (\text{A.2})$$

Las diferenciales parciales de (A.2) son $\frac{\partial u}{\partial t} = -\frac{x}{4t^{\frac{3}{2}}}$ y $\frac{\partial u}{\partial x} = \frac{1}{2\sqrt{t}}$. Por medio de la regla

de la cadena se define que:

$$\frac{\partial c}{\partial t} = \frac{\partial c}{\partial u} \cdot \frac{\partial u}{\partial t} = -\frac{\partial c}{\partial u} \cdot \frac{x}{4t^{\frac{3}{2}}} \quad (\text{A.3})$$

$$\frac{\partial c}{\partial x} = \frac{\partial c}{\partial u} \cdot \frac{\partial u}{\partial x} = \frac{\partial c}{\partial u} \cdot \frac{1}{2\sqrt{t}} \quad (\text{A.4})$$

$$\frac{\partial^2 c}{\partial x^2} = \frac{\partial^2 c}{\partial u^2} \cdot \left(\frac{1}{2\sqrt{t}}\right)^2 = \frac{\partial^2 c}{\partial u^2} \cdot \frac{1}{4t}$$

Sustituyendo (A.3) y (A.4) en la segunda ley de Fick:

$$-\frac{\partial c}{\partial u} \cdot \frac{x}{4t^{\frac{3}{2}}} = D \frac{\partial^2 c}{\partial u^2} \cdot \frac{1}{4t}$$

$$D \frac{\partial^2 c}{\partial u^2} \cdot \frac{1}{4t} + \frac{\partial c}{\partial u} \cdot \frac{x}{4t^{\frac{3}{2}}} = 0$$

$$\frac{\partial^2 c}{\partial u^2} \cdot \frac{1}{4t} + \frac{1}{D} \cdot \frac{\partial c}{\partial u} \cdot \frac{x}{4t^{\frac{3}{2}}} = 0$$

$$\frac{1}{4t} \left(\frac{\partial^2 c}{\partial u^2} + \frac{\partial c}{\partial u} \cdot \frac{x}{Dt^{\frac{1}{2}}} \right) = 0$$

$$\frac{\partial^2 c}{\partial u^2} + \frac{\partial c}{\partial u} \cdot \frac{x}{Dt^{\frac{1}{2}}} = 0 \quad (\text{A.5})$$

Sustituyendo el término $2u = \frac{x}{t^{\frac{1}{2}}}$ en (A.5):

$$\frac{\partial^2 c}{\partial u^2} + \frac{\partial c}{\partial u} \cdot \frac{2u}{D} = 0 \quad (\text{A.6})$$

La ecuación (A.6) puede resolverse proponiendo un cambio de variable. Haciendo el cambio como $\frac{\partial c}{\partial u} = Z$, se tiene que:

$$\frac{\partial}{\partial u} \cdot \left(\frac{\partial c}{\partial u} \right) + \left(\frac{\partial c}{\partial u} \right) \cdot \frac{2u}{D} = 0$$

$$\frac{\partial}{\partial u} \cdot (Z) + (Z) \cdot \frac{2u}{D} = 0$$

$$\frac{\partial Z}{\partial u} + \frac{2u}{D} Z = 0 \quad (\text{A.7})$$

Por medio del método de separación de variables:

$$\int \frac{\partial Z}{Z} = - \int \frac{2u}{D} \partial u$$

$$\ln Z = - \frac{u^2}{D} + c_1$$

$$Z = \exp \left(- \frac{u^2}{D} + c_1 \right)$$

$$Z = c_2 \cdot \exp \left(- \frac{u^2}{D} \right) \quad (\text{A.8})$$

Recordando que $\frac{\partial c}{\partial u} = Z$,

$$\frac{\partial c}{\partial u} = c_2 \cdot \exp \left(- \frac{u^2}{D} \right)$$

$$\partial c = c_2 \cdot \exp\left(-\frac{u^2}{D}\right) \partial u \quad (\text{A.9})$$

Proponiendo un cambio de variable $y = \frac{u}{\sqrt{D}} = \frac{x}{2\sqrt{Dt}}$, que a su vez se deriva como

$dy = \frac{du}{\sqrt{D}}$, y sustituyéndolo en (A.9) obtenemos que:

$$dc = c_2 \cdot \exp\left(-\frac{y^2 D}{D}\right) \cdot \sqrt{D} dy \quad (\text{A.10})$$

$$\int dc = c_2 \sqrt{D} \int \exp(-y^2) dy \quad (\text{A.11})$$

Realizando la siguiente modificación algebraica para (A.11):

$$\int dc = \frac{\sqrt{\pi D}}{2} c_2 \cdot \frac{2}{\sqrt{\pi}} \int_0^w \exp(-w^2) dw \quad (\text{A.12})$$

Podemos definir que para (A.12) $B = \frac{\sqrt{\pi D}}{2} c_2 = cte$ y recordando que la función error se

define como $\text{erf}\left(\frac{x}{2\sqrt{Dt}}\right) = \frac{2}{\sqrt{\pi}} \int_0^{\frac{x}{2\sqrt{Dt}}} \exp(-w^2) dw$, la segunda ley de Fick finalmente se

expresa como:

$$c(x,t) = A + B \text{erf}\left(\frac{x}{2\sqrt{Dt}}\right) \quad (\text{A.13})$$

ANEXO B

Microfotografías de capas boruradas en aceros AISI 1045

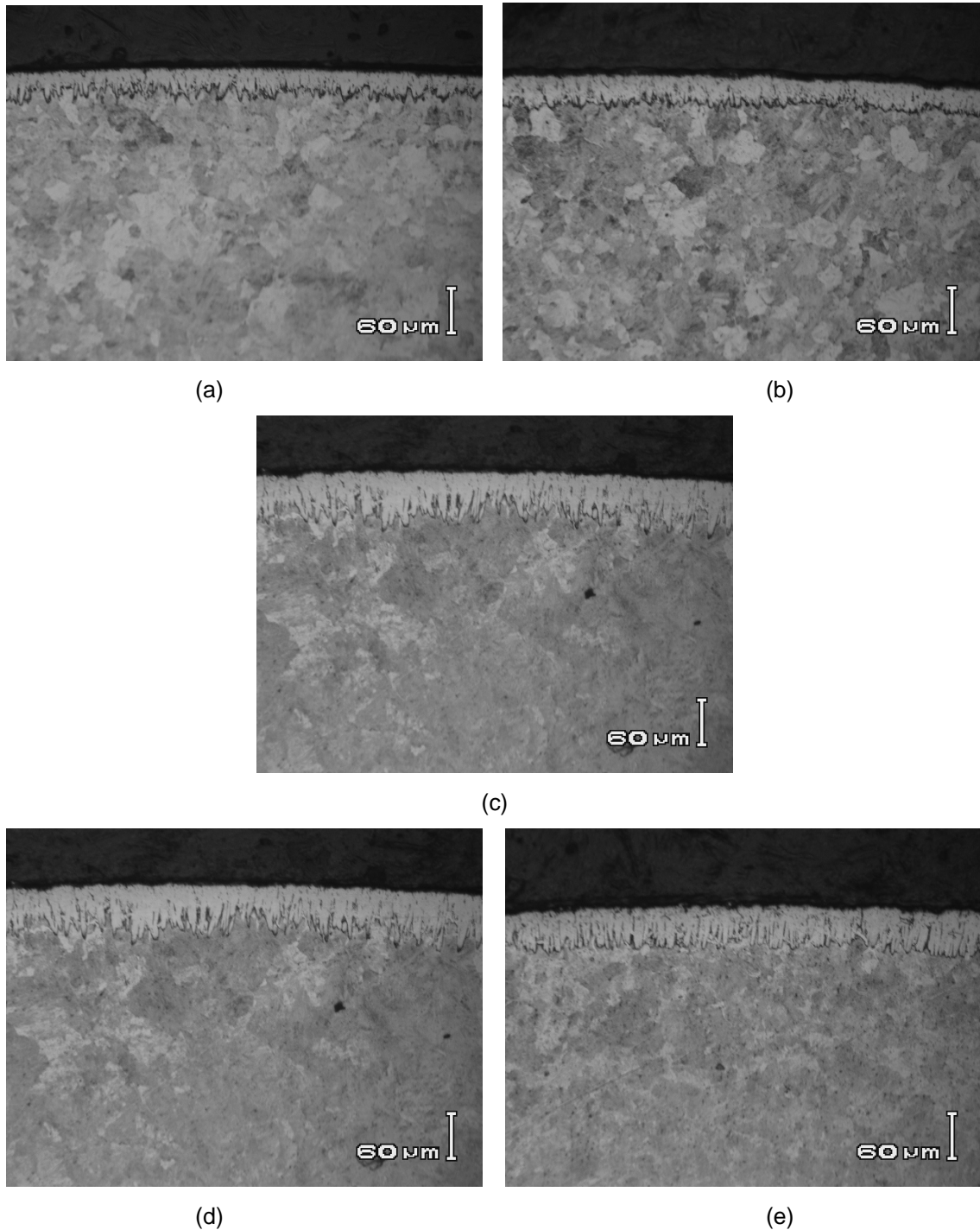


Figura B.1 Sección transversal de muestras de acero AISI 1045 borurizados con la presencia de la capa Fe_2B a la temperatura de 850 °C y 4 mm de espesor de pasta de carburo de boro con tiempos de tratamiento de: (a) 2, (b) 4, (c) 5, (d) 6 y (e) 8 h. Magnificación 20x.

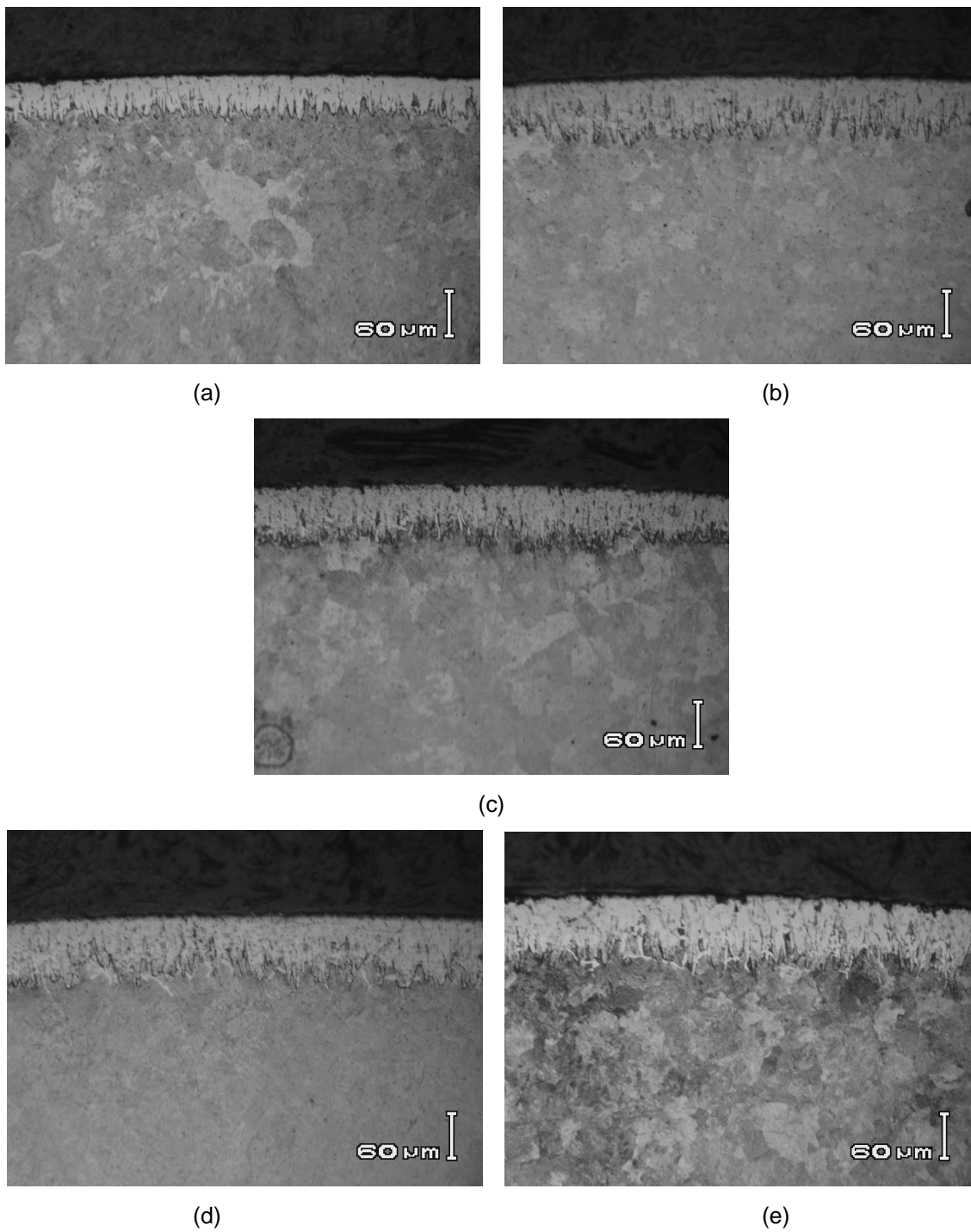


Figura B.2 Sección transversal de muestras de acero AISI 1045 borurizados con la presencia de la capa Fe_2B a la temperatura de $900\text{ }^\circ\text{C}$ y 4 mm de espesor de pasta de carburo de boro con tiempos de tratamiento de: (a) 2, (b) 4, (c) 5, (d) 6 y (e) 8 h. Magnificación 20x.

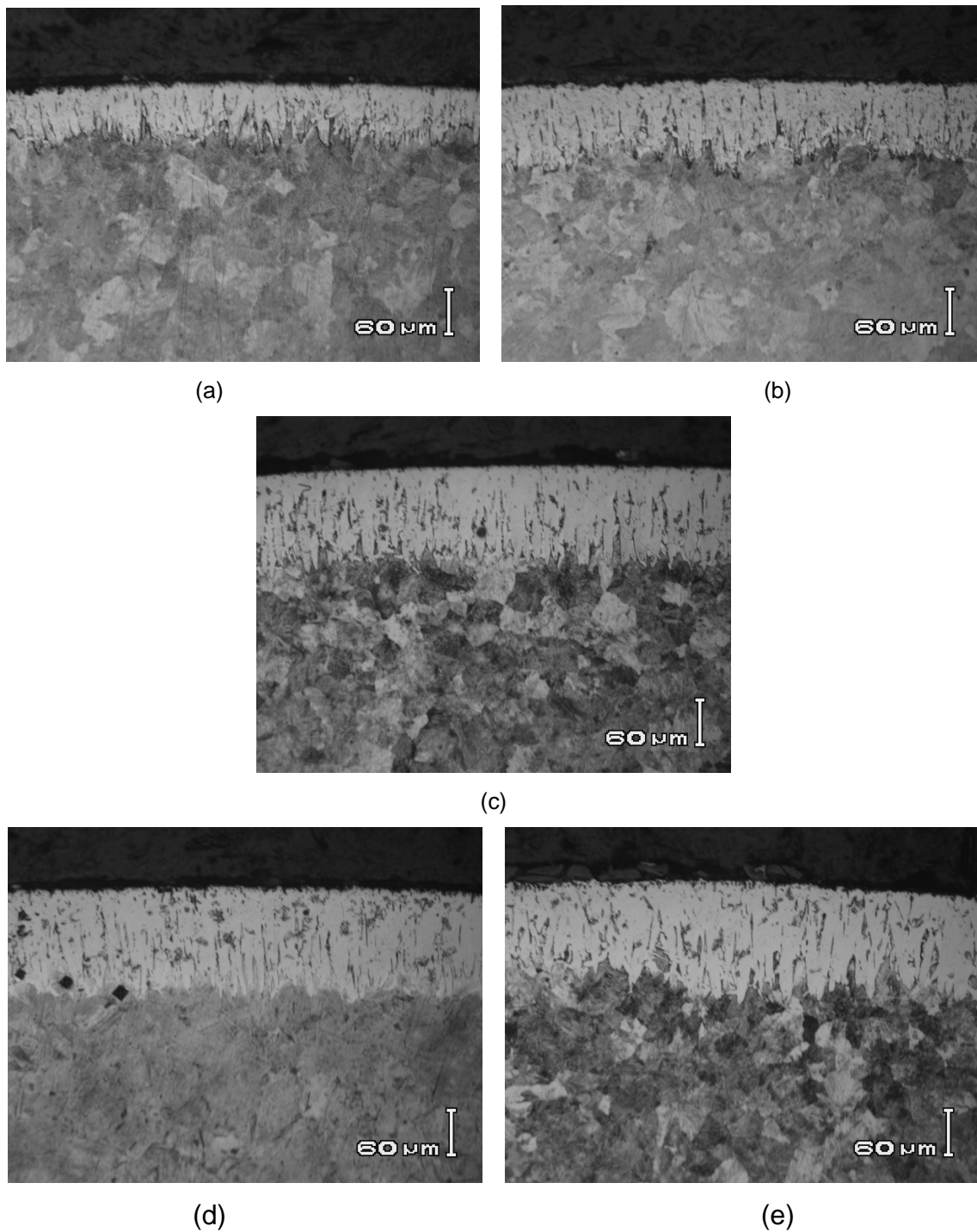


Figura B.3 Sección transversal de muestras de acero AISI 1045 borurizados con la presencia de la capa Fe_2B a la temperatura de 950 °C y 4 mm de espesor de pasta de carburo de boro con tiempos de tratamiento de: (a) 2, (b) 4, (c) 5, (d) 6 y (e) 8 h. Magnificación 20x.

ANEXO C

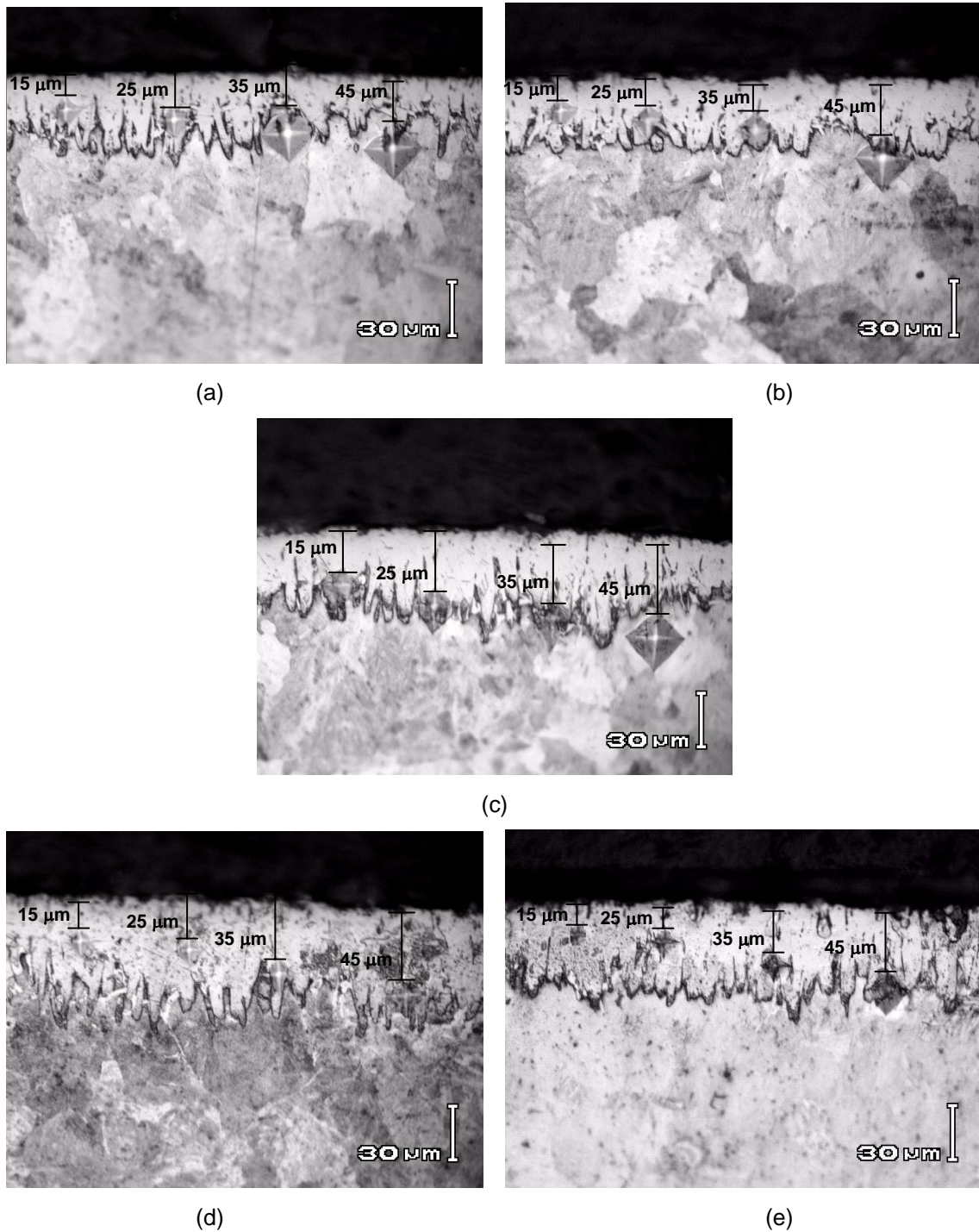
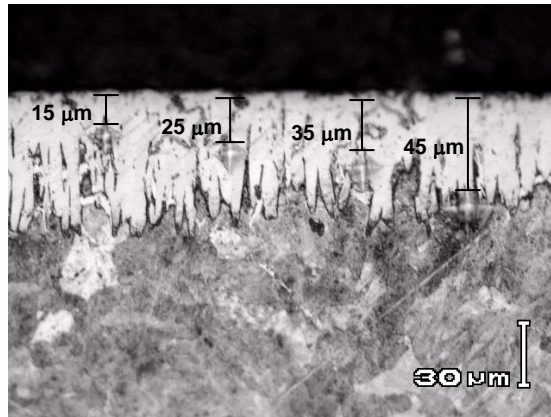
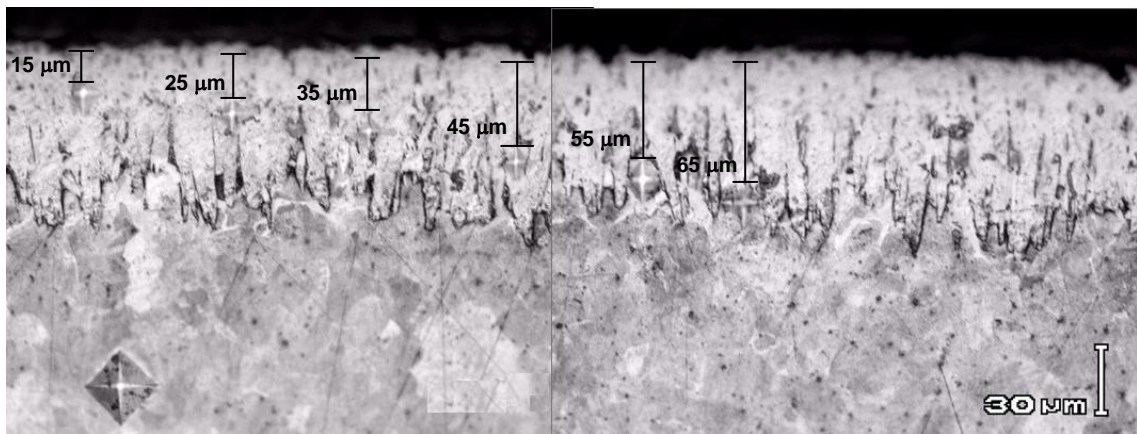
Microfotografías de perfiles de microdureza en capas boruradas Fe₂B

Figura C.1 Perfiles de microdureza de las capas boruradas Fe₂B formadas en la superficie de aceros AISI 1045 a una temperatura de 850 °C con tiempos de tratamiento de: (a) 2, (b) 4, (c) 5, (d) 6 y (e) 8 h.

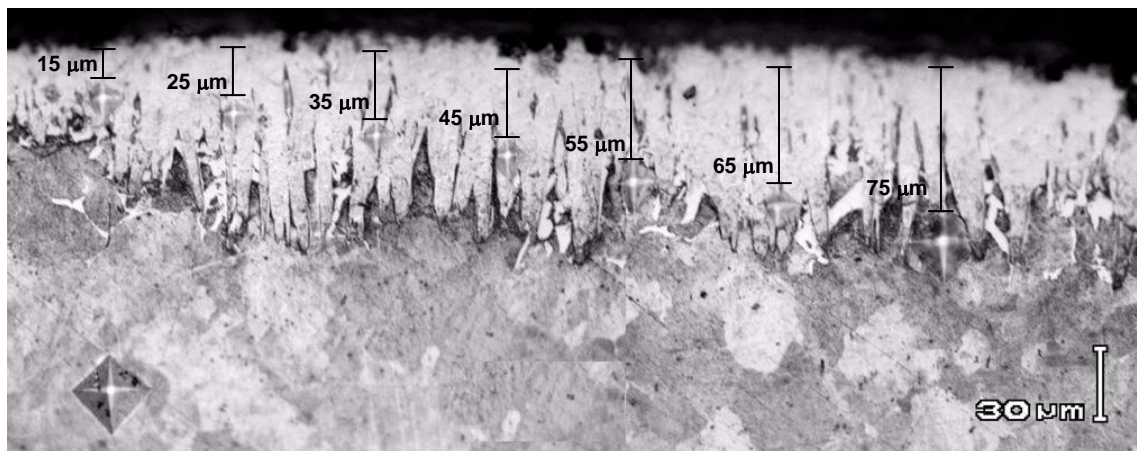
Magnificación 50x.



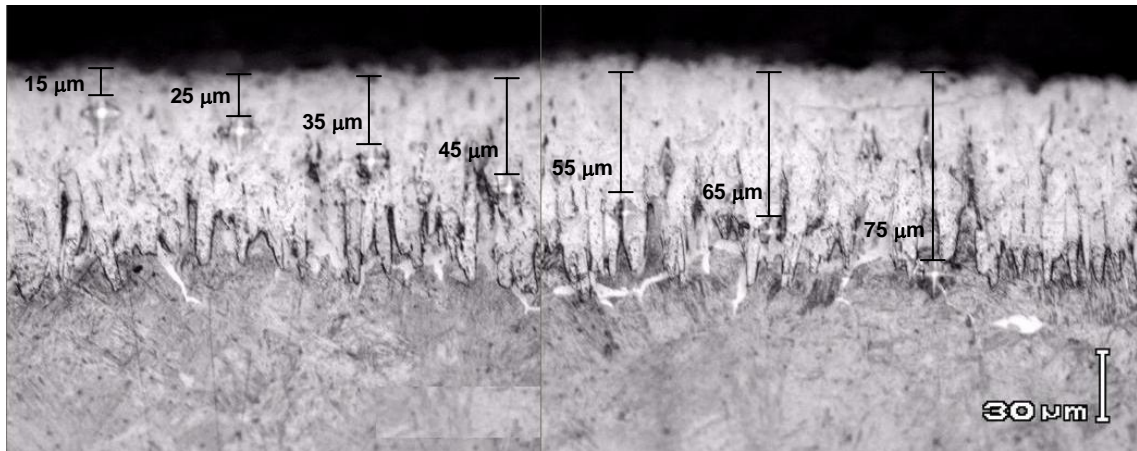
(a)



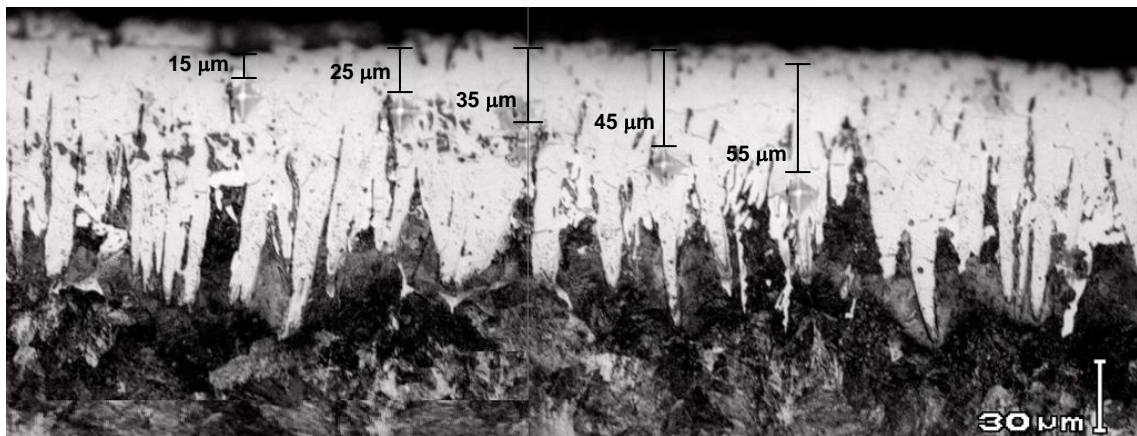
(b)



(c)

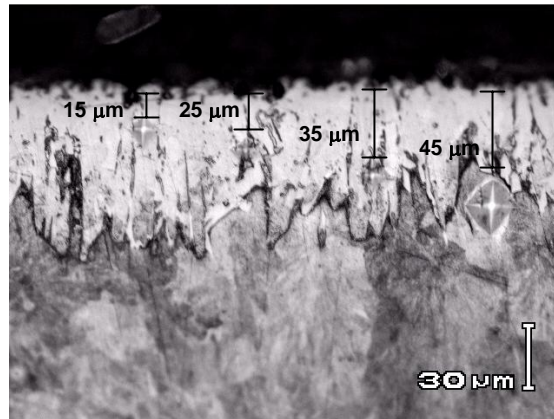


(d)

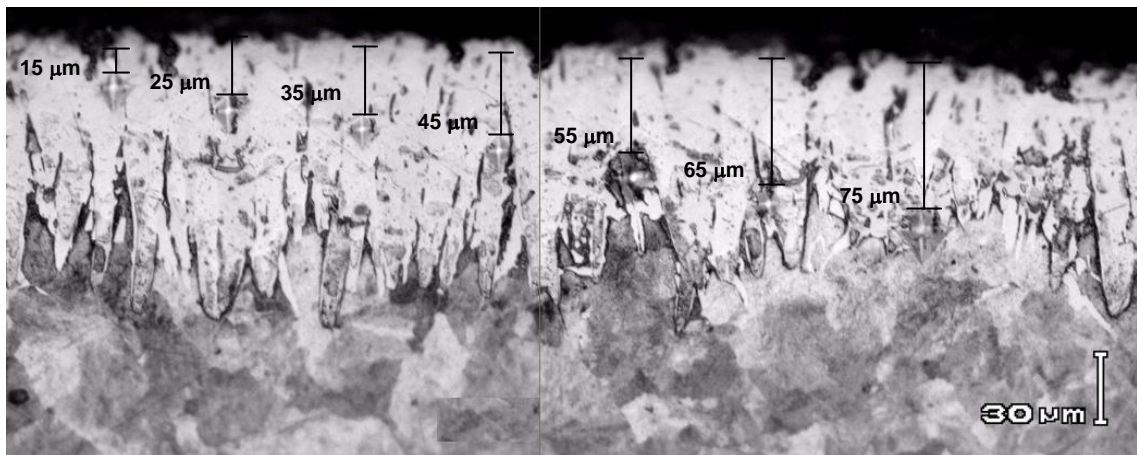


(e)

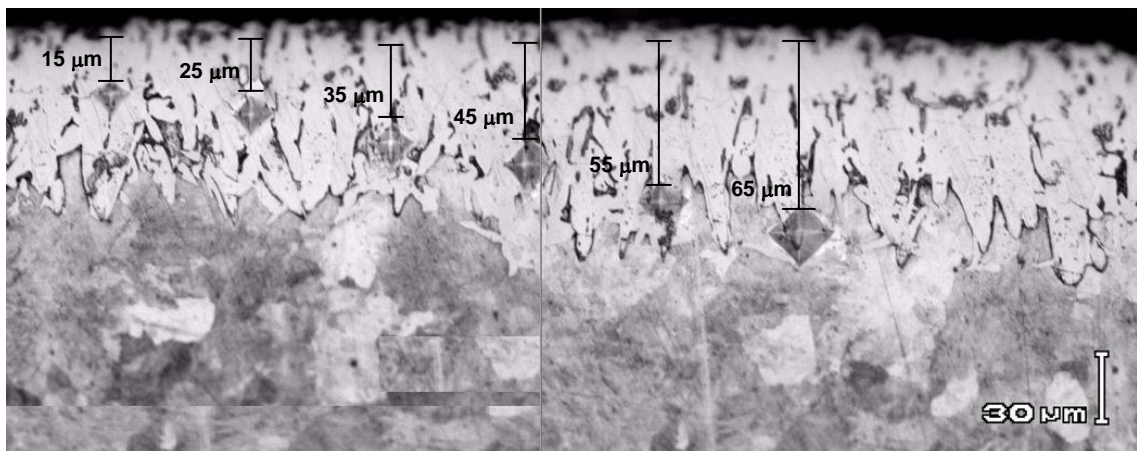
Figura C.2 Perfiles de microdureza de las capas boruradas Fe_2B formadas en la superficie de aceros AISI 1045 a una temperatura de $900\text{ }^\circ\text{C}$ con tiempos de tratamiento de: (a) 2, (b) 4, (c) 5, (d) 6 y (e) 8 h. Magnificación 50x.



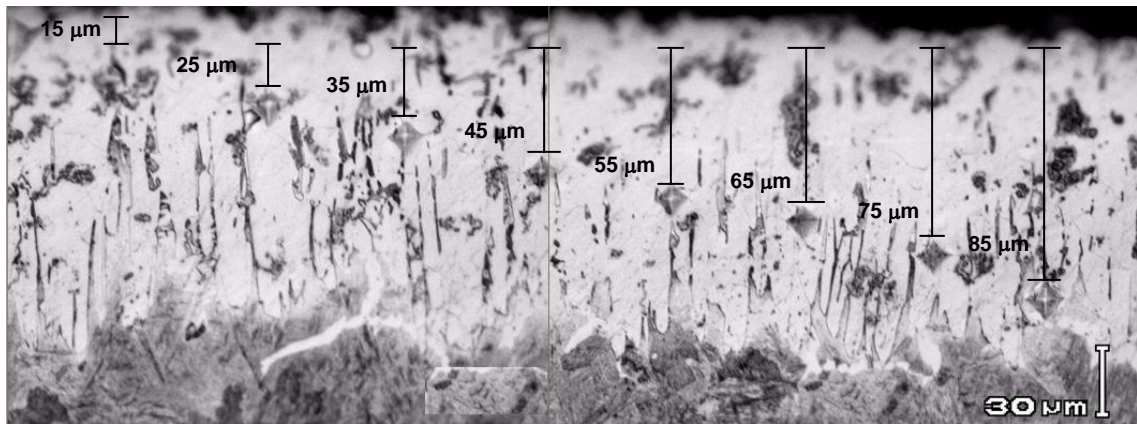
(a)



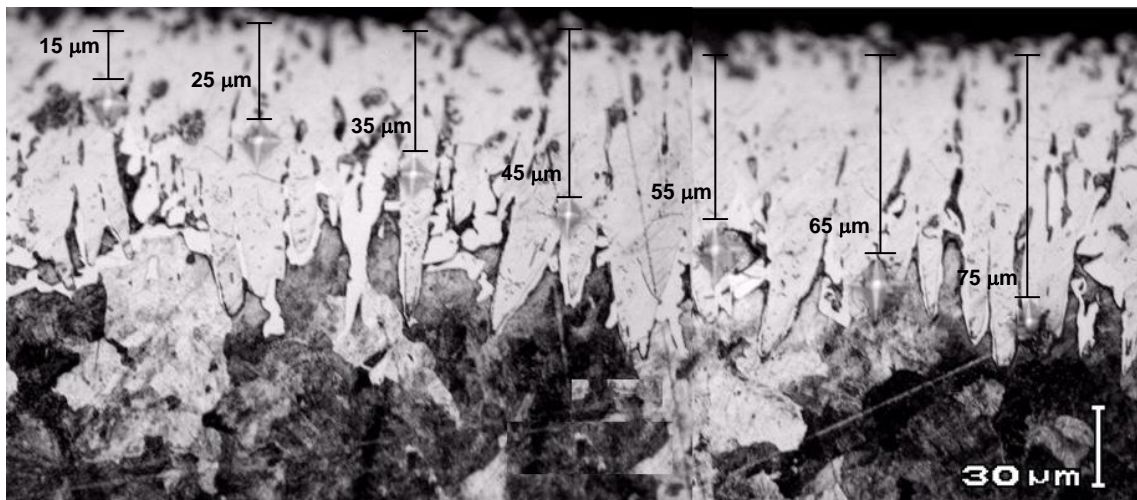
(b)



(c)



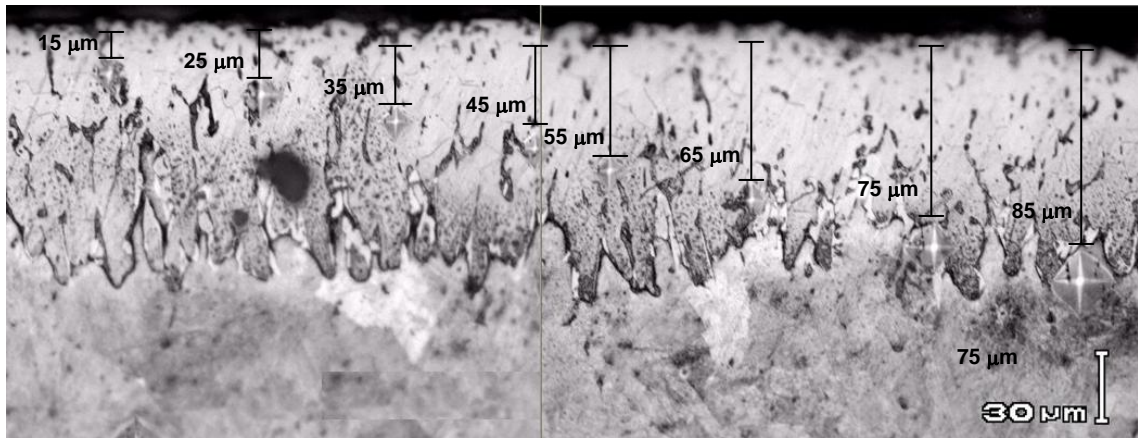
(d)



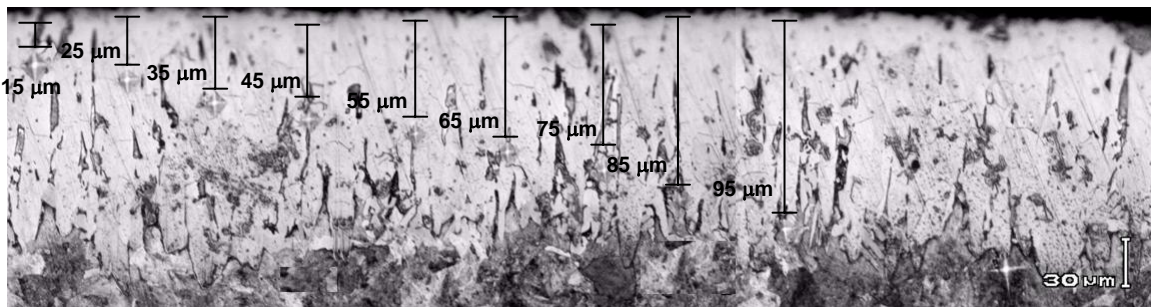
(e)

Figura C.3 Perfiles de microdureza de las capas boruradas Fe_2B formadas en la superficie de aceros AISI 1045 a una temperatura de $950\text{ }^\circ\text{C}$ con tiempos de tratamiento de: (a) 2, (b) 4, (c) 5, (d) 6 y (e) 8 h.

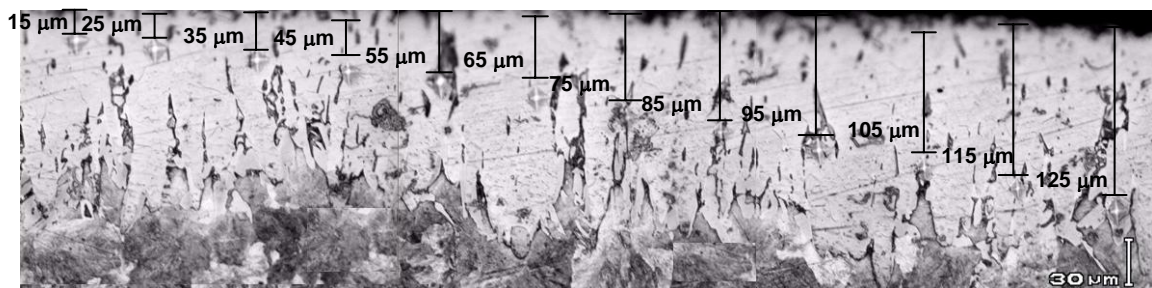
Magnificación 50x.



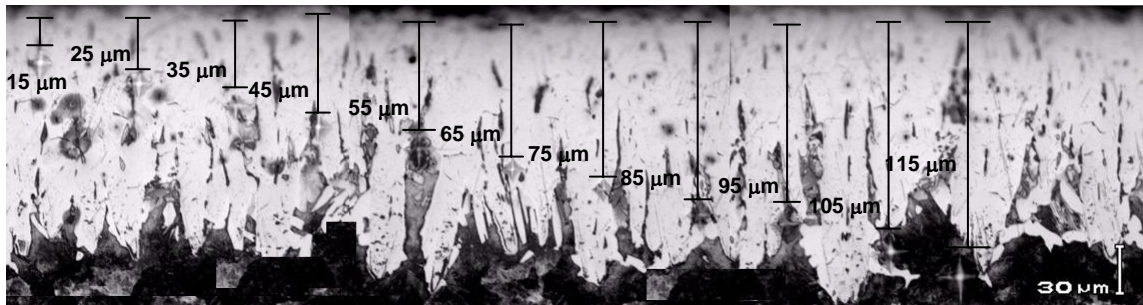
(a)



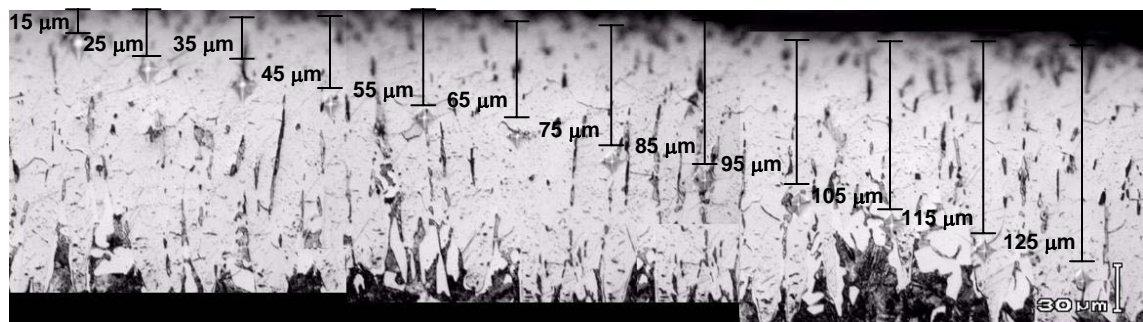
(b)



(c)



(d)



(e)

Figura C.4 Perfiles de microdureza de las capas boruradas Fe₂B formadas en la superficie de aceros AISI 1045 a una temperatura de 1000 °C con tiempos de tratamiento de: (a) 2, (b) 4, (c) 5, (d) 6 y (e) 8 h. Magnificación 50x.

ANEXO D

Datos para la evaluación de la tenacidad a la fractura en capas boruradas Fe₂B

Tabla D.1 Valores de tenacidad a la fractura para la carga de 1.9 N a las temperaturas de tratamiento de: (a) 850 (b) 900 (c) 950 y (d) 1000 °C.

(a)

Dist. de la superficie [m]	H [Vickers]	l [m]	g [m]	c [m]	g/l	M. T. Laugier	K. Niihara	K. Niihara, <i>et al.</i>	D. K. Shetty, <i>et al.</i>
						K_{Ic} [MPa m ^{1/2}]	K_{Ic} [MPa m ^{1/2}]	K_{Ic} [MPa m ^{1/2}]	K_{Ic} [MPa m ^{1/2}]
1.5E-05	1601	7.6E-06	5.0E-06	1.3E-05	0.7	5.6	4.5	3.3	3.7
1.5E-05	2191	6.5E-06	9.2E-06	1.6E-05	1.4	2.3	3.4	2.5	3.2
1.5E-05	2262	6.4E-06	4.3E-06	1.1E-05	0.7	5.8	5.1	3.7	4.7
1.5E-05	1738	7.3E-06	5.6E-06	1.3E-05	0.8	4.8	4.3	3.1	3.6
1.5E-05	1734	7.3E-06	6.2E-06	1.3E-05	0.8	4.3	4.1	3.0	3.4
1.5E-05	1693	7.4E-06	7.2E-06	1.5E-05	1.0	3.6	3.8	2.8	3.2
1.5E-05	1739	7.3E-06	6.3E-06	1.4E-05	0.9	4.2	4.1	3.0	3.4
1.5E-05	1983	6.8E-06	6.3E-06	1.3E-05	0.9	3.9	4.1	3.0	3.7
1.5E-05	1779	7.2E-06	6.7E-06	1.4E-05	0.9	3.9	4.0	2.9	3.4
1.5E-05	2331	6.3E-06	6.4E-06	1.3E-05	1.0	3.5	4.2	3.0	3.9
2.5E-05	1379	8.2E-06	4.4E-06	1.3E-05	0.5	6.9	4.7	3.4	3.6
2.5E-05	2004	6.8E-06	6.9E-06	1.4E-05	1.0	3.5	3.9	2.9	3.5
2.5E-05	1888	7.0E-06	3.1E-06	1.0E-05	0.4	8.6	5.9	4.3	5.1
2.5E-05	1647	7.5E-06	4.7E-06	1.2E-05	0.6	6.0	4.7	3.4	3.9
2.5E-05	1411	8.1E-06	4.4E-06	1.2E-05	0.5	6.9	4.8	3.5	3.7
2.5E-05	1604	7.6E-06	4.7E-06	1.2E-05	0.6	6.0	4.7	3.4	3.8
2.5E-05	1197	8.8E-06	4.9E-06	1.4E-05	0.6	6.6	4.4	3.2	3.2
2.5E-05	1563	7.7E-06	4.6E-06	1.2E-05	0.6	6.3	4.7	3.4	3.8
2.5E-05	1600	7.6E-06	4.1E-06	1.2E-05	0.5	7.1	5.0	3.7	4.1
2.5E-05	2327	6.3E-06	4.9E-06	1.1E-05	0.8	4.8	4.7	3.4	4.5

(b)

Dist. de la superficie [m]	H [Vickers]	l [m]	g [m]	c [m]	g/l	M. T. Laugier	K. Niihara	K. Niihara, <i>et al.</i>	D. K. Shetty, <i>et al.</i>
						K_c [MPa m ^{1/2}]	K_c [MPa m ^{1/2}]	K_c [MPa m ^{1/2}]	K_c [MPa m ^{1/2}]
1.5E-05	1740	7.3E-06	7.3E-06	1.5E-05	1.0	3.5	3.8	2.8	3.2
1.5E-05	2119	6.6E-06	8.1E-06	1.5E-05	1.2	2.7	3.7	2.7	3.3
1.5E-05	2191	6.5E-06	5.1E-06	1.2E-05	0.8	4.8	4.6	3.4	4.3
1.5E-05	2661	5.9E-06	8.2E-06	1.4E-05	1.4	2.4	3.7	2.7	3.7
1.5E-05	1693	7.4E-06	1.0E-05	1.7E-05	1.3	2.4	3.2	2.3	2.7
1.5E-05	2062	6.7E-06	7.5E-06	1.4E-05	1.1	3.1	3.8	2.8	3.4
1.5E-05	2064	6.7E-06	8.6E-06	1.5E-05	1.3	2.6	3.6	2.6	3.2
1.5E-05	2412	6.2E-06	9.9E-06	1.6E-05	1.6	1.9	3.3	2.4	3.2
1.5E-05	2258	6.4E-06	8.2E-06	1.5E-05	1.3	2.6	3.7	2.7	3.4
1.5E-05	1833	7.1E-06	9.1E-06	1.6E-05	1.3	2.6	3.4	2.5	2.9
2.5E-05	1647	7.5E-06	6.3E-06	1.4E-05	0.8	4.3	4.0	2.9	3.3
2.5E-05	2005	6.8E-06	6.8E-06	1.4E-05	1.0	3.5	4.0	2.9	3.5
2.5E-05	1940	6.9E-06	5.0E-06	1.2E-05	0.7	5.2	4.6	3.4	4.1
2.5E-05	2193	6.5E-06	7.3E-06	1.4E-05	1.1	3.1	3.9	2.8	3.6
2.5E-05	1682	7.4E-06	7.1E-06	1.5E-05	1.0	3.7	3.8	2.8	3.2
2.5E-05	2020	6.8E-06	8.0E-06	1.5E-05	1.2	2.9	3.7	2.7	3.3
2.5E-05	2035	6.8E-06	7.8E-06	1.5E-05	1.2	2.9	3.7	2.7	3.3
2.5E-05	2331	6.3E-06	7.9E-06	1.4E-05	1.3	2.7	3.7	2.7	3.5
2.5E-05	2004	6.8E-06	1.0E-05	1.7E-05	1.5	2.1	3.3	2.4	2.9
2.5E-05	1692	7.4E-06	5.7E-06	1.3E-05	0.8	4.7	4.3	3.1	3.5
3.5E-05	1636	7.5E-06	5.8E-06	1.3E-05	0.8	4.7	4.2	3.1	3.4
3.5E-05	1740	7.3E-06	3.6E-06	1.1E-05	0.5	7.7	5.4	3.9	4.5
3.5E-05	1837	7.1E-06	6.4E-06	1.3E-05	0.9	4.0	4.1	3.0	3.5
3.5E-05	1647	7.5E-06	5.0E-06	1.2E-05	0.7	5.6	4.6	3.3	3.7
3.5E-05	1624	7.6E-06	4.3E-06	1.2E-05	0.6	6.7	4.9	3.6	4.0
3.5E-05	1947	6.9E-06	5.6E-06	1.3E-05	0.8	4.5	4.4	3.2	3.8
3.5E-05	1945	6.9E-06	9.7E-06	1.7E-05	1.4	2.3	3.3	2.4	2.9
3.5E-05	1996	6.8E-06	7.4E-06	1.4E-05	1.1	3.2	3.8	2.8	3.4
3.5E-05	1740	7.3E-06	1.0E-05	1.7E-05	1.4	2.3	3.2	2.3	2.7
3.5E-05	1668	7.5E-06	5.1E-06	1.3E-05	0.7	5.4	4.5	3.3	3.7
4.5E-05	1524	7.8E-06	5.1E-06	1.3E-05	0.7	5.6	4.5	3.2	3.5
4.5E-05	1738	7.3E-06	3.1E-06	1.0E-05	0.4	9.0	5.8	4.2	4.9
4.5E-05	1522	7.8E-06	4.5E-06	1.2E-05	0.6	6.5	4.8	3.5	3.8

4.5E-05	1605	7.6E-06	3.9E-06	1.1E-05	0.5	7.4	5.1	3.7	4.2
4.5E-05	1379	8.2E-06	3.5E-06	1.2E-05	0.4	8.6	5.3	3.9	4.1
4.5E-05	1523	7.8E-06	3.6E-06	1.1E-05	0.5	8.1	5.3	3.8	4.2
4.5E-05	1542	7.8E-06	7.6E-06	1.5E-05	1.0	3.5	3.7	2.7	2.9
4.5E-05	1605	7.6E-06	5.4E-06	1.3E-05	0.7	5.2	4.3	3.2	3.5
4.5E-05	1738	7.3E-06	5.0E-06	1.2E-05	0.7	5.5	4.6	3.3	3.8
4.5E-05	1583	7.7E-06	4.8E-06	1.2E-05	0.6	5.9	4.6	3.3	3.7
5.5E-05	1448	8.0E-06	6.3E-06	1.4E-05	0.8	4.6	4.0	2.9	3.1
5.5E-05	1197	8.8E-06	2.7E-06	1.2E-05	0.3	11.5	6.0	4.3	4.3
5.5E-05	1448	8.0E-06	4.3E-06	1.2E-05	0.5	6.9	4.8	3.5	3.8
5.5E-05	1378	8.2E-06	2.8E-06	1.1E-05	0.3	10.7	6.0	4.4	4.6
5.5E-05	1362	8.3E-06	3.2E-06	1.1E-05	0.4	9.5	5.6	4.1	4.2
5.5E-05	1027	9.5E-06	4.5E-06	1.4E-05	0.5	7.7	4.6	3.3	3.1
5.5E-05	1485	7.9E-06	4.9E-06	1.3E-05	0.6	6.0	4.6	3.3	3.6
5.5E-05	1197	8.8E-06	5.1E-06	1.4E-05	0.6	6.3	4.3	3.2	3.1
5.5E-05	1594	7.6E-06	4.1E-06	1.2E-05	0.5	7.0	5.0	3.6	4.1
5.5E-05	964	9.8E-06	3.6E-06	1.3E-05	0.4	9.6	5.1	3.7	3.4

(c)

Dist. de la superficie [m]	H [Vickers]	l [m]	g [m]	c [m]	g/l	M. T. Laugier	K. Niihara	K. Niihara, <i>et al.</i>	D. K. Shetty, <i>et al.</i>
						K_c [MPa m ^{1/2}]	K_c [MPa m ^{1/2}]	K_c [MPa m ^{1/2}]	K_c [MPa m ^{1/2}]
1.5E-05	1175	7.6E-06	1.1E-05	1.9E-05	1.5	2.1	3.0	2.2	2.5
1.5E-05	1175	7.9E-06	1.4E-05	2.2E-05	1.8	1.6	2.7	1.9	2.1
1.5E-05	1175	7.0E-06	2.7E-05	3.4E-05	3.8	0.5	2.0	1.4	1.7
1.5E-05	1175	7.4E-06	1.7E-05	2.5E-05	2.3	1.1	2.5	1.8	2.0
1.5E-05	1175	7.5E-06	8.6E-06	1.6E-05	1.2	2.9	3.5	2.5	2.9
1.5E-05	1175	7.9E-06	1.4E-05	2.2E-05	1.8	1.6	2.7	1.9	2.1
1.5E-05	1175	7.3E-06	1.3E-05	2.0E-05	1.7	1.7	2.9	2.1	2.4
1.5E-05	1175	7.3E-06	1.3E-05	2.0E-05	1.7	1.6	2.9	2.1	2.4
1.5E-05	1175	7.2E-06	1.6E-05	2.4E-05	2.3	1.1	2.5	1.8	2.1
1.5E-05	1175	5.7E-06	1.1E-05	1.7E-05	2.0	1.4	3.2	2.3	3.3
2.5E-05	1175	7.9E-06	7.7E-06	1.6E-05	1.0	3.6	3.6	2.6	2.9
2.5E-05	1175	8.3E-06	8.2E-06	1.7E-05	1.0	3.5	3.5	2.5	2.6
2.5E-05	1175	7.9E-06	1.4E-05	2.2E-05	1.8	1.5	2.7	1.9	2.1
2.5E-05	1175	7.9E-06	1.3E-05	2.1E-05	1.6	1.8	2.8	2.0	2.2

2.5E-05	1175	8.3E-06	7.6E-06	1.6E-05	0.9	3.8	3.6	2.6	2.7
2.5E-05	1175	8.2E-06	1.6E-05	2.4E-05	1.9	1.4	2.5	1.8	1.9
2.5E-05	1175	8.5E-06	9.5E-06	1.8E-05	1.1	2.9	3.2	2.3	2.4
2.5E-05	1175	8.0E-06	8.3E-06	1.6E-05	1.0	3.3	3.5	2.5	2.7
2.5E-05	1175	7.3E-06	1.3E-05	2.1E-05	1.8	1.5	2.8	2.0	2.3
2.5E-05	1175	7.3E-06	8.0E-06	1.5E-05	1.1	3.1	3.6	2.6	3.1
3.5E-05	1175	8.0E-06	9.0E-06	1.7E-05	1.1	2.9	3.3	2.4	2.6
3.5E-05	1175	8.8E-06	5.1E-06	1.4E-05	0.6	6.3	4.4	3.2	3.2
3.5E-05	1175	8.2E-06	1.3E-05	2.1E-05	1.5	1.9	2.8	2.0	2.1
3.5E-05	1175	8.0E-06	7.0E-06	1.5E-05	0.9	4.1	3.8	2.8	3.0
3.5E-05	1175	8.6E-06	5.8E-06	1.4E-05	0.7	5.4	4.1	3.0	3.0
3.5E-05	1175	8.5E-06	7.1E-06	1.6E-05	0.8	4.3	3.7	2.7	2.8
3.5E-05	1175	8.7E-06	6.4E-06	1.5E-05	0.7	4.8	3.9	2.8	2.8
3.5E-05	1175	8.2E-06	7.6E-06	1.6E-05	0.9	3.8	3.6	2.6	2.8
3.5E-05	1175	7.4E-06	1.0E-05	1.8E-05	1.4	2.2	3.2	2.3	2.6
3.5E-05	1175	7.3E-06	7.0E-06	1.4E-05	0.9	3.7	3.9	2.8	3.2
4.5E-05	1175	8.0E-06	6.8E-06	1.5E-05	0.8	4.2	3.8	2.8	3.0
4.5E-05	1175	1.1E-05	6.2E-06	1.7E-05	0.6	6.3	3.8	2.8	2.3
4.5E-05	1175	8.6E-06	7.1E-06	1.6E-05	0.8	4.3	3.7	2.7	2.7
4.5E-05	1175	8.1E-06	5.2E-06	1.3E-05	0.6	5.7	4.4	3.2	3.4
4.5E-05	1175	8.8E-06	6.5E-06	1.5E-05	0.7	4.9	3.9	2.8	2.8
4.5E-05	1175	9.0E-06	1.2E-05	2.1E-05	1.4	2.2	2.8	2.0	2.0
4.5E-05	1175	8.7E-06	6.0E-06	1.5E-05	0.7	5.2	4.0	2.9	2.9
4.5E-05	1175	9.1E-06	5.3E-06	1.4E-05	0.6	6.3	4.2	3.1	3.0
4.5E-05	1175	7.8E-06	8.3E-06	1.6E-05	1.1	3.2	3.5	2.5	2.8
4.5E-05	1175	7.4E-06	8.0E-06	1.5E-05	1.1	3.1	3.6	2.6	3.0
5.5E-05	1175	1.0E-05	2.6E-06	1.3E-05	0.3	13.3	5.9	4.3	3.8
5.5E-05	1175	1.1E-05	3.3E-06	1.4E-05	0.3	11.3	5.2	3.8	3.1
5.5E-05	1175	9.5E-06	4.4E-06	1.4E-05	0.5	7.8	4.6	3.3	3.1
5.5E-05	1175	8.4E-06	4.8E-06	1.3E-05	0.6	6.5	4.5	3.3	3.4
5.5E-05	1175	1.2E-05	3.5E-06	1.5E-05	0.3	11.0	5.0	3.6	2.9
5.5E-05	1175	9.3E-06	5.1E-06	1.4E-05	0.5	6.6	4.3	3.1	3.0
5.5E-05	1175	9.6E-06	5.2E-06	1.5E-05	0.5	6.7	4.2	3.1	2.9
5.5E-05	1175	9.3E-06	4.0E-06	1.3E-05	0.4	8.4	4.8	3.5	3.4
5.5E-05	1175	8.4E-06	1.0E-05	1.9E-05	1.2	2.6	3.1	2.2	2.3
5.5E-05	1175	7.6E-06	5.4E-06	1.3E-05	0.7	5.2	4.4	3.2	3.5

6.5E-05	1175	1.1E-05	3.6E-06	1.4E-05	0.3	10.4	5.0	3.6	3.1
6.5E-05	1175	1.2E-05	2.6E-06	1.4E-05	0.2	14.3	5.7	4.2	3.3
6.5E-05	1175	1.1E-05	3.2E-06	1.4E-05	0.3	11.5	5.3	3.8	3.2
6.5E-05	1175	8.6E-06	3.6E-06	1.2E-05	0.4	8.9	5.2	3.8	3.8
6.5E-05	1175	1.4E-05	2.6E-06	1.7E-05	0.2	16.0	5.5	4.0	2.7
6.5E-05	1175	1.1E-05	4.4E-06	1.5E-05	0.4	8.8	4.5	3.3	2.7
6.5E-05	1175	1.0E-05	4.3E-06	1.4E-05	0.4	8.4	4.7	3.4	3.0
6.5E-05	1175	1.0E-05	3.0E-06	1.3E-05	0.3	11.5	5.5	4.0	3.6
6.5E-05	1175	8.4E-06	5.3E-06	1.4E-05	0.6	5.8	4.3	3.1	3.2
6.5E-05	1175	7.8E-06	5.0E-06	1.3E-05	0.6	5.8	4.5	3.3	3.6

(d)

Dist. de la superficie [m]	H [Vickers]	l [m]	g [m]	c [m]	g/l	M. T. Laugier	K. Niihara	K. Niihara, <i>et al.</i>	D. K. Shetty, <i>et al.</i>
						Kc [MPa m ^{1/2}]	Kc [MPa m ^{1/2}]	Kc [MPa m ^{1/2}]	Kc [MPa m ^{1/2}]
1.5E-05	1300	6.4E-06	1.0E-05	1.6E-05	1.6	1.9	3.3	2.4	3.1
1.5E-05	1300	6.2E-06	1.4E-05	2.0E-05	2.2	1.2	2.8	2.1	2.7
1.5E-05	1300	6.7E-06	1.3E-05	2.0E-05	1.9	1.5	2.9	2.1	2.6
1.5E-05	1300	6.9E-06	1.4E-05	2.1E-05	2.1	1.3	2.7	2.0	2.4
1.5E-05	1300	6.5E-06	1.1E-05	1.8E-05	1.7	1.7	3.1	2.3	2.9
1.5E-05	1300	6.4E-06	1.2E-05	1.9E-05	1.9	1.5	3.0	2.2	2.8
1.5E-05	1300	6.4E-06	1.1E-05	1.7E-05	1.7	1.8	3.2	2.3	3.0
1.5E-05	1300	7.1E-06	1.4E-05	2.1E-05	2.0	1.4	2.7	2.0	2.3
1.5E-05	1300	6.3E-06	1.2E-05	1.9E-05	2.0	1.4	3.0	2.2	2.8
1.5E-05	1300	6.7E-06	1.7E-05	2.3E-05	2.5	1.0	2.5	1.8	2.3
2.5E-05	1300	6.5E-06	1.1E-05	1.7E-05	1.6	1.8	3.2	2.3	2.9
2.5E-05	1300	7.2E-06	1.2E-05	1.9E-05	1.6	1.8	3.0	2.2	2.5
2.5E-05	1300	7.0E-06	1.2E-05	1.9E-05	1.7	1.7	3.0	2.2	2.6
2.5E-05	1300	7.0E-06	8.7E-06	1.6E-05	1.2	2.7	3.5	2.5	3.0
2.5E-05	1300	6.6E-06	1.1E-05	1.8E-05	1.7	1.8	3.2	2.3	2.9
2.5E-05	1300	6.7E-06	1.1E-05	1.8E-05	1.6	1.8	3.1	2.3	2.8
2.5E-05	1300	6.8E-06	9.1E-06	1.6E-05	1.3	2.4	3.4	2.5	3.0
2.5E-05	1300	7.1E-06	1.3E-05	2.0E-05	1.8	1.6	2.8	2.1	2.4
2.5E-05	1300	6.4E-06	1.2E-05	1.8E-05	1.9	1.5	3.0	2.2	2.8
2.5E-05	1300	6.8E-06	1.3E-05	1.9E-05	1.8	1.5	2.9	2.1	2.6
3.5E-05	1300	6.6E-06	7.2E-06	1.4E-05	1.1	3.2	3.9	2.8	3.5

3.5E-05	1300	7.2E-06	7.7E-06	1.5E-05	1.1	3.2	3.7	2.7	3.1
3.5E-05	1300	7.0E-06	1.2E-05	1.9E-05	1.7	1.8	3.0	2.2	2.6
3.5E-05	1300	7.1E-06	8.5E-06	1.6E-05	1.2	2.8	3.5	2.6	3.0
3.5E-05	1300	6.7E-06	9.6E-06	1.6E-05	1.4	2.2	3.3	2.4	3.0
3.5E-05	1300	6.7E-06	9.8E-06	1.6E-05	1.4	2.2	3.3	2.4	3.0
3.5E-05	1300	7.1E-06	7.1E-06	1.4E-05	1.0	3.5	3.8	2.8	3.3
3.5E-05	1300	7.1E-06	1.1E-05	1.8E-05	1.5	2.0	3.1	2.2	2.6
3.5E-05	1300	6.7E-06	8.5E-06	1.5E-05	1.3	2.6	3.6	2.6	3.2
3.5E-05	1300	6.9E-06	8.9E-06	1.6E-05	1.3	2.5	3.5	2.5	3.0
4.5E-05	1300	6.6E-06	1.0E-05	1.7E-05	1.5	2.0	3.3	2.4	3.0
4.5E-05	1300	7.5E-06	5.6E-06	1.3E-05	0.7	4.9	4.3	3.1	3.5
4.5E-05	1300	7.2E-06	1.0E-05	1.7E-05	1.4	2.2	3.2	2.3	2.7
4.5E-05	1300	7.1E-06	7.2E-06	1.4E-05	1.0	3.4	3.8	2.8	3.3
4.5E-05	1300	6.9E-06	9.3E-06	1.6E-05	1.3	2.4	3.4	2.5	3.0
4.5E-05	1300	6.8E-06	1.0E-05	1.7E-05	1.5	2.0	3.2	2.4	2.9
4.5E-05	1300	7.1E-06	9.8E-06	1.7E-05	1.4	2.3	3.3	2.4	2.8
4.5E-05	1300	7.2E-06	1.1E-05	1.8E-05	1.5	2.1	3.2	2.3	2.7
4.5E-05	1300	7.0E-06	7.2E-06	1.4E-05	1.0	3.4	3.8	2.8	3.3
4.5E-05	1300	7.1E-06	1.8E-05	2.5E-05	2.5	1.0	2.5	1.8	2.1
5.5E-05	1300	6.7E-06	7.5E-06	1.4E-05	1.1	3.0	3.8	2.8	3.4
5.5E-05	1300	7.6E-06	7.7E-06	1.5E-05	1.0	3.4	3.6	2.7	3.0
5.5E-05	1300	7.2E-06	1.4E-05	2.2E-05	2.0	1.4	2.7	2.0	2.3
5.5E-05	1300	7.1E-06	5.3E-06	1.2E-05	0.7	5.0	4.5	3.3	3.8
5.5E-05	1300	7.0E-06	1.1E-05	1.8E-05	1.5	2.1	3.2	2.3	2.8
5.5E-05	1300	6.8E-06	9.3E-06	1.6E-05	1.4	2.4	3.4	2.5	3.0
5.5E-05	1300	7.5E-06	9.6E-06	1.7E-05	1.3	2.5	3.3	2.4	2.7
5.5E-05	1300	7.3E-06	9.2E-06	1.7E-05	1.3	2.6	3.4	2.4	2.8
5.5E-05	1300	7.0E-06	6.2E-06	1.3E-05	0.9	4.1	4.1	3.0	3.6
5.5E-05	1300	7.1E-06	9.5E-06	1.7E-05	1.3	2.4	3.3	2.4	2.9
6.5E-05	1300	7.1E-06	6.7E-06	1.4E-05	0.9	3.8	4.0	2.9	3.4
6.5E-05	1300	7.8E-06	6.8E-06	1.5E-05	0.9	4.1	3.9	2.8	3.1
6.5E-05	1300	7.7E-06	9.6E-06	1.7E-05	1.3	2.6	3.3	2.4	2.6
6.5E-05	1300	7.4E-06	7.4E-06	1.5E-05	1.0	3.5	3.7	2.7	3.1
6.5E-05	1300	7.1E-06	9.2E-06	1.6E-05	1.3	2.5	3.4	2.5	2.9
6.5E-05	1300	6.8E-06	6.2E-06	1.3E-05	0.9	4.0	4.2	3.0	3.7
6.5E-05	1300	7.5E-06	7.2E-06	1.5E-05	1.0	3.7	3.8	2.8	3.1
6.5E-05	1300	7.4E-06	1.2E-05	1.9E-05	1.6	1.8	2.9	2.1	2.4

6.5E-05	1300	7.4E-06	6.1E-06	1.4E-05	0.8	4.4	4.1	3.0	3.4
6.5E-05	1300	7.2E-06	7.7E-06	1.5E-05	1.1	3.2	3.7	2.7	3.1
7.5E-05	1300	7.1E-06	5.3E-06	1.2E-05	0.7	5.0	4.5	3.2	3.8
7.5E-05	1300	8.0E-06	5.5E-06	1.4E-05	0.7	5.3	4.3	3.1	3.3
7.5E-05	1300	7.7E-06	9.2E-06	1.7E-05	1.2	2.8	3.3	2.4	2.7
7.5E-05	1300	8.1E-06	6.4E-06	1.5E-05	0.8	4.5	3.9	2.9	3.0
7.5E-05	1300	7.3E-06	7.5E-06	1.5E-05	1.0	3.4	3.7	2.7	3.1
7.5E-05	1300	7.0E-06	7.7E-06	1.5E-05	1.1	3.1	3.7	2.7	3.2
7.5E-05	1300	7.7E-06	7.0E-06	1.5E-05	0.9	3.9	3.8	2.8	3.1
7.5E-05	1300	7.7E-06	7.3E-06	1.5E-05	1.0	3.7	3.7	2.7	3.0
7.5E-05	1300	7.4E-06	7.3E-06	1.5E-05	1.0	3.6	3.8	2.7	3.1
7.5E-05	1300	7.3E-06	7.0E-06	1.4E-05	1.0	3.7	3.9	2.8	3.3
8.5E-05	1300	7.4E-06	4.8E-06	1.2E-05	0.6	5.8	4.7	3.4	3.9
8.5E-05	1300	8.0E-06	6.4E-06	1.4E-05	0.8	4.5	4.0	2.9	3.1
8.5E-05	1300	8.0E-06	8.0E-06	1.6E-05	1.0	3.4	3.5	2.6	2.8
8.5E-05	1300	8.2E-06	5.4E-06	1.4E-05	0.7	5.6	4.3	3.1	3.3
8.5E-05	1300	7.3E-06	7.3E-06	1.5E-05	1.0	3.5	3.8	2.7	3.2
8.5E-05	1300	7.0E-06	7.3E-06	1.4E-05	1.0	3.4	3.8	2.8	3.3
8.5E-05	1300	7.7E-06	6.1E-06	1.4E-05	0.8	4.6	4.1	3.0	3.3
8.5E-05	1300	7.7E-06	5.5E-06	1.3E-05	0.7	5.2	4.3	3.1	3.5
8.5E-05	1300	7.8E-06	5.0E-06	1.3E-05	0.6	5.8	4.5	3.3	3.6
8.5E-05	1300	7.3E-06	6.5E-06	1.4E-05	0.9	4.0	4.0	2.9	3.3
9.5E-05	1300	7.6E-06	3.5E-06	1.1E-05	0.5	8.2	5.4	4.0	4.4
9.5E-05	1300	8.8E-06	8.2E-06	1.7E-05	0.9	3.7	3.4	2.5	2.5
9.5E-05	1300	8.0E-06	7.7E-06	1.6E-05	1.0	3.6	3.6	2.6	2.8
9.5E-05	1300	8.4E-06	7.3E-06	1.6E-05	0.9	4.1	3.7	2.7	2.8
9.5E-05	1300	7.5E-06	6.5E-06	1.4E-05	0.9	4.1	4.0	2.9	3.3
9.5E-05	1300	7.1E-06	7.0E-06	1.4E-05	1.0	3.6	3.9	2.8	3.3
9.5E-05	1300	7.9E-06	6.1E-06	1.4E-05	0.8	4.7	4.1	3.0	3.2
9.5E-05	1300	8.4E-06	4.8E-06	1.3E-05	0.6	6.5	4.6	3.3	3.4
9.5E-05	1300	7.8E-06	7.1E-06	1.5E-05	0.9	3.9	3.8	2.7	3.0
9.5E-05	1300	7.6E-06	6.4E-06	1.4E-05	0.8	4.3	4.0	2.9	3.3
1.1E-04	1300	7.8E-06	2.3E-06	1.0E-05	0.3	12.0	6.6	4.8	5.2
1.1E-04	1300	1.0E-05	4.6E-06	1.5E-05	0.4	8.0	4.5	3.2	2.9
1.1E-04	1300	8.1E-06	7.6E-06	1.6E-05	0.9	3.7	3.6	2.6	2.8
1.1E-04	1300	8.9E-06	5.4E-06	1.4E-05	0.6	6.0	4.2	3.1	3.0

1.1E-04	1300	7.5E-06	9.9E-06	1.7E-05	1.3	2.4	3.2	2.3	2.6
1.1E-04	1300	8.1E-06	7.3E-06	1.5E-05	0.9	3.9	3.7	2.7	2.9
1.1E-04	1300	8.0E-06	4.8E-06	1.3E-05	0.6	6.2	4.6	3.3	3.6
1.1E-04	1300	9.1E-06	4.6E-06	1.4E-05	0.5	7.3	4.6	3.3	3.2
1.1E-04	1300	8.2E-06	6.4E-06	1.5E-05	0.8	4.6	3.9	2.9	3.0
1.1E-04	1300	7.6E-06	6.2E-06	1.4E-05	0.8	4.4	4.1	3.0	3.3

Tabla D.2 Valores de tenacidad a la fractura para la carga de 2.9 N a las temperaturas de tratamiento de: (a) 900 (b) 950 y (c) 1000 °C.

(a)

Dist. de la superficie [m]	H [Vickers]	l [m]	g [m]	c [m]	g/l	M. T. Laugier	K. Niihara	K. Niihara, et al.	D. K. Shetty, et al.
						Kc [MPa m ^{1/2}]	Kc [MPa m ^{1/2}]	Kc [MPa m ^{1/2}]	Kc [MPa m ^{1/2}]
1.5E-05	1541	9.5E-06	1.8E-05	2.7E-05	1.9	1.6	2.9	2.1	2.3
1.5E-05	1448	9.8E-06	1.6E-05	2.6E-05	1.7	1.9	3.0	2.2	2.4
1.5E-05	1794	8.8E-06	1.2E-05	2.0E-05	1.3	2.7	3.7	2.7	3.1
1.5E-05	1445	9.8E-06	1.1E-05	2.0E-05	1.1	3.4	3.8	2.7	2.9
1.5E-05	1794	8.8E-06	9.1E-06	1.8E-05	1.0	3.7	4.2	3.0	3.5
1.5E-05	2285	7.8E-06	1.1E-05	1.8E-05	1.4	2.6	3.9	2.9	3.7
1.5E-05	2068	8.2E-06	1.0E-05	1.8E-05	1.2	3.0	4.0	2.9	3.6
1.5E-05	2120	8.1E-06	1.1E-05	1.9E-05	1.3	2.7	3.9	2.8	3.5
1.5E-05	1878	8.6E-06	1.1E-05	2.0E-05	1.3	2.8	3.8	2.8	3.3
1.5E-05	1106	1.1E-05	1.2E-05	2.3E-05	1.1	3.4	3.5	2.5	2.4
2.5E-05	1492	9.7E-06	9.3E-06	1.9E-05	1.0	4.0	4.0	2.9	3.2
2.5E-05	1337	1.0E-05	1.6E-05	2.6E-05	1.6	2.0	3.0	2.2	2.3
2.5E-05	1754	8.9E-06	1.0E-05	1.9E-05	1.2	3.2	3.9	2.8	3.3
2.5E-05	1418	9.9E-06	9.9E-06	2.0E-05	1.0	3.8	3.9	2.8	3.0
2.5E-05	1756	8.9E-06	1.1E-05	1.9E-05	1.2	3.1	3.9	2.8	3.3
2.5E-05	1837	8.7E-06	8.8E-06	1.7E-05	1.0	3.8	4.2	3.1	3.6
2.5E-05	1678	9.1E-06	8.4E-06	1.7E-05	0.9	4.3	4.3	3.1	3.6
2.5E-05	2068	8.2E-06	6.3E-06	1.5E-05	0.8	5.3	5.1	3.7	4.5
2.5E-05	1756	8.9E-06	1.3E-05	2.2E-05	1.4	2.4	3.5	2.5	3.0
2.5E-05	1477	9.7E-06	1.2E-05	2.2E-05	1.2	2.9	3.5	2.6	2.8
3.5E-05	1286	1.0E-05	7.9E-06	1.8E-05	0.8	5.2	4.3	3.1	3.2
3.5E-05	1477	9.7E-06	1.3E-05	2.2E-05	1.3	2.7	3.5	2.5	2.7
3.5E-05	1643	9.2E-06	1.0E-05	1.9E-05	1.1	3.5	3.9	2.9	3.2
3.5E-05	1235	1.1E-05	9.2E-06	2.0E-05	0.9	4.5	4.0	2.9	2.9

3.5E-05	1608	9.3E-06	5.4E-06	1.5E-05	0.6	7.2	5.4	3.9	4.4
3.5E-05	1717	9.0E-06	8.1E-06	1.7E-05	0.9	4.4	4.4	3.2	3.7
3.5E-05	1643	9.2E-06	8.1E-06	1.7E-05	0.9	4.5	4.4	3.2	3.6
3.5E-05	1572	9.4E-06	3.6E-06	1.3E-05	0.4	10.7	6.5	4.7	5.2
3.5E-05	1536	9.5E-06	7.5E-06	1.7E-05	0.8	5.1	4.5	3.3	3.6
3.5E-05	1335	1.0E-05	5.2E-06	1.5E-05	0.5	8.1	5.3	3.9	4.0
4.5E-05	1109	1.1E-05	5.0E-06	1.6E-05	0.4	9.0	5.3	3.9	3.7
4.5E-05	1128	1.1E-05	1.2E-05	2.3E-05	1.0	3.5	3.5	2.6	2.5
4.5E-05	1192	1.1E-05	4.9E-06	1.6E-05	0.5	8.9	5.4	3.9	3.9
4.5E-05	1215	1.1E-05	5.5E-06	1.6E-05	0.5	7.9	5.1	3.7	3.7
4.5E-05	849	1.3E-05	4.9E-06	1.8E-05	0.4	10.2	5.3	3.8	3.3
4.5E-05	1337	1.0E-05	7.5E-06	1.8E-05	0.7	5.4	4.4	3.2	3.4
4.5E-05	950	1.2E-05	5.7E-06	1.8E-05	0.5	8.5	4.9	3.6	3.3
4.5E-05	1237	1.1E-05	4.4E-06	1.5E-05	0.4	9.8	5.8	4.2	4.2
4.5E-05	1149	1.1E-05	7.1E-06	1.8E-05	0.6	6.2	4.5	3.3	3.2
4.5E-05	963	1.2E-05	1.3E-05	2.5E-05	1.1	3.4	3.3	2.4	2.2

(b)

Dist. de la superficie [m]	H [Vickers]	l [m]	g [m]	c [m]	g/l	M. T. Laugier	K. Niihara	K. Niihara, <i>et al.</i>	D. K. Shetty, <i>et al.</i>
						K _c [MPa m ^{1/2}]	K _c [MPa m ^{1/2}]	K _c [MPa m ^{1/2}]	K _c [MPa m ^{1/2}]
1.5E-05	1175	9.4E-06	8.4E-06	1.8E-05	0.9	4.4	4.3	3.1	3.4
1.5E-05	1175	9.1E-06	8.9E-06	1.8E-05	1.0	4.0	4.2	3.0	3.4
1.5E-05	1175	9.0E-06	1.7E-05	2.6E-05	1.9	1.6	3.0	2.2	2.5
1.5E-05	1175	9.8E-06	1.9E-05	2.9E-05	2.0	1.5	2.8	2.0	2.2
1.5E-05	1175	8.4E-06	1.3E-05	2.1E-05	1.5	2.3	3.6	2.6	3.1
1.5E-05	1175	8.8E-06	1.5E-05	2.4E-05	1.7	1.9	3.3	2.4	2.8
1.5E-05	1175	8.5E-06	2.1E-05	2.9E-05	2.4	1.1	2.8	2.0	2.4
1.5E-05	1175	8.8E-06	1.1E-05	2.0E-05	1.3	2.9	3.8	2.7	3.2
1.5E-05	1175	9.6E-06	1.6E-05	2.5E-05	1.6	2.0	3.1	2.3	2.5
1.5E-05	1175	1.3E-05	1.4E-05	2.7E-05	1.1	3.2	3.1	2.2	1.9
2.5E-05	1175	9.5E-06	7.8E-06	1.7E-05	0.8	4.9	4.4	3.2	3.5
2.5E-05	1175	9.7E-06	7.3E-06	1.7E-05	0.7	5.4	4.6	3.3	3.6
2.5E-05	1175	9.5E-06	1.1E-05	2.1E-05	1.2	3.0	3.7	2.7	2.9
2.5E-05	1175	1.0E-05	1.1E-05	2.1E-05	1.1	3.5	3.7	2.7	2.8
2.5E-05	1175	9.2E-06	1.1E-05	2.0E-05	1.2	3.0	3.7	2.7	3.1

2.5E-05	1175	9.4E-06	1.1E-05	2.0E-05	1.1	3.3	3.8	2.8	3.0
2.5E-05	1175	9.7E-06	1.1E-05	2.1E-05	1.2	3.2	3.7	2.7	2.9
2.5E-05	1175	9.5E-06	8.3E-06	1.8E-05	0.9	4.5	4.3	3.1	3.4
2.5E-05	1175	9.8E-06	1.1E-05	2.1E-05	1.1	3.2	3.7	2.7	2.9
2.5E-05	1175	9.0E-06	1.1E-05	2.0E-05	1.3	2.8	3.7	2.7	3.1
3.5E-05	1175	9.7E-06	8.5E-06	1.8E-05	0.9	4.5	4.2	3.1	3.3
3.5E-05	1175	1.0E-05	6.7E-06	1.7E-05	0.7	6.1	4.7	3.4	3.6
3.5E-05	1175	9.5E-06	1.0E-05	2.0E-05	1.1	3.5	3.9	2.8	3.1
3.5E-05	1175	1.1E-05	1.2E-05	2.2E-05	1.1	3.3	3.5	2.6	2.6
3.5E-05	1175	9.2E-06	6.8E-06	1.6E-05	0.7	5.5	4.8	3.5	3.9
3.5E-05	1175	9.5E-06	7.7E-06	1.7E-05	0.8	5.0	4.5	3.2	3.6
3.5E-05	1175	1.1E-05	7.8E-06	1.9E-05	0.7	5.5	4.3	3.1	3.1
3.5E-05	1175	9.9E-06	1.3E-05	2.3E-05	1.4	2.6	3.4	2.4	2.6
3.5E-05	1175	1.0E-05	9.5E-06	2.0E-05	0.9	4.1	3.9	2.9	3.0
3.5E-05	1175	9.1E-06	1.2E-05	2.1E-05	1.3	2.8	3.6	2.6	3.0
4.5E-05	1175	9.9E-06	1.2E-05	2.2E-05	1.2	3.0	3.6	2.6	2.7
4.5E-05	1175	1.0E-05	5.8E-06	1.6E-05	0.6	7.1	5.0	3.7	3.8
4.5E-05	1175	9.8E-06	9.6E-06	1.9E-05	1.0	3.9	4.0	2.9	3.1
4.5E-05	1175	1.1E-05	1.0E-05	2.1E-05	0.9	4.0	3.8	2.8	2.8
4.5E-05	1175	9.7E-06	6.5E-06	1.6E-05	0.7	6.1	4.8	3.5	3.8
4.5E-05	1175	9.6E-06	7.1E-06	1.7E-05	0.7	5.5	4.6	3.4	3.7
4.5E-05	1175	1.1E-05	7.8E-06	1.9E-05	0.7	5.5	4.3	3.1	3.1
4.5E-05	1175	1.0E-05	1.3E-05	2.3E-05	1.3	2.8	3.4	2.5	2.5
4.5E-05	1175	1.0E-05	9.4E-06	2.0E-05	0.9	4.2	4.0	2.9	3.0
4.5E-05	1175	9.9E-06	9.6E-06	1.9E-05	1.0	4.0	4.0	2.9	3.1
5.5E-05	1175	1.0E-05	7.1E-06	1.7E-05	0.7	5.7	4.6	3.3	3.5
5.5E-05	1175	1.1E-05	4.1E-06	1.5E-05	0.4	10.3	6.0	4.3	4.4
5.5E-05	1175	9.9E-06	8.9E-06	1.9E-05	0.9	4.3	4.1	3.0	3.2
5.5E-05	1175	1.1E-05	9.5E-06	2.0E-05	0.9	4.4	3.9	2.8	2.8
5.5E-05	1175	9.7E-06	6.5E-06	1.6E-05	0.7	6.1	4.8	3.5	3.8
5.5E-05	1175	1.0E-05	7.8E-06	1.8E-05	0.8	5.2	4.4	3.2	3.3
5.5E-05	1175	1.1E-05	7.5E-06	1.8E-05	0.7	5.8	4.4	3.2	3.2
5.5E-05	1175	1.0E-05	9.5E-06	2.0E-05	0.9	4.2	3.9	2.9	2.9
5.5E-05	1175	1.0E-05	8.9E-06	1.9E-05	0.9	4.5	4.1	3.0	3.1
5.5E-05	1175	1.0E-05	9.1E-06	1.9E-05	0.9	4.4	4.0	2.9	3.1
6.5E-05	1175	1.0E-05	6.7E-06	1.7E-05	0.6	6.3	4.7	3.4	3.5

6.5E-05	1175	1.2E-05	7.7E-06	2.0E-05	0.6	6.2	4.3	3.1	2.8
6.5E-05	1175	1.1E-05	9.1E-06	2.0E-05	0.9	4.5	4.0	2.9	3.0
6.5E-05	1175	1.1E-05	7.3E-06	1.9E-05	0.6	6.2	4.4	3.2	3.0
6.5E-05	1175	1.0E-05	8.2E-06	1.9E-05	0.8	5.0	4.2	3.1	3.2
6.5E-05	1175	1.0E-05	4.8E-06	1.5E-05	0.5	9.0	5.6	4.0	4.1
6.5E-05	1175	1.1E-05	6.1E-06	1.7E-05	0.5	7.5	4.8	3.5	3.4
6.5E-05	1175	1.2E-05	7.7E-06	1.9E-05	0.7	5.9	4.3	3.1	2.9
6.5E-05	1175	1.1E-05	6.2E-06	1.7E-05	0.6	6.9	4.9	3.5	3.6
6.5E-05	1175	1.1E-05	1.4E-05	2.5E-05	1.3	2.7	3.2	2.3	2.3

(c)

Dist. de la superficie [m]	H [Vickers]	l [m]	g [m]	c [m]	g/l	M. T. Laugier	K. Niihara	K. Niihara, <i>et al.</i>	D. K. Shetty, <i>et al.</i>
						K _c [MPa m ^{1/2}]	K _c [MPa m ^{1/2}]	K _c [MPa m ^{1/2}]	K _c [MPa m ^{1/2}]
1.5E-05	1300	8.2E-06	1.2E-05	2.0E-05	1.5	2.3	3.6	2.6	3.3
1.5E-05	1300	8.1E-06	2.4E-05	3.2E-05	2.9	0.8	2.6	1.9	2.4
1.5E-05	1300	8.4E-06	1.5E-05	2.3E-05	1.8	1.8	3.3	2.4	2.9
1.5E-05	1300	8.8E-06	1.7E-05	2.6E-05	1.9	1.6	3.1	2.2	2.6
1.5E-05	1300	9.1E-06	1.5E-05	2.4E-05	1.6	2.0	3.2	2.3	2.7
1.5E-05	1300	8.5E-06	2.1E-05	3.0E-05	2.5	1.1	2.7	2.0	2.4
1.5E-05	1300	8.5E-06	1.4E-05	2.3E-05	1.7	1.9	3.3	2.4	2.9
1.5E-05	1300	8.5E-06	1.1E-05	2.0E-05	1.3	2.7	3.8	2.7	3.3
1.5E-05	1300	8.7E-06	1.4E-05	2.3E-05	1.7	2.0	3.3	2.4	2.8
1.5E-05	1300	8.4E-06	1.8E-05	2.6E-05	2.1	1.4	3.0	2.2	2.6
2.5E-05	1300	8.6E-06	1.1E-05	2.0E-05	1.3	2.8	3.8	2.7	3.3
2.5E-05	1300	8.6E-06	1.8E-05	2.7E-05	2.1	1.4	3.0	2.1	2.6
2.5E-05	1300	8.5E-06	9.6E-06	1.8E-05	1.1	3.4	4.1	3.0	3.6
2.5E-05	1300	8.9E-06	1.2E-05	2.1E-05	1.3	2.7	3.6	2.6	3.1
2.5E-05	1300	9.2E-06	1.3E-05	2.2E-05	1.4	2.4	3.4	2.5	2.8
2.5E-05	1300	8.8E-06	1.3E-05	2.2E-05	1.4	2.4	3.5	2.6	3.0
2.5E-05	1300	8.5E-06	1.0E-05	1.9E-05	1.2	3.0	3.9	2.9	3.4
2.5E-05	1300	9.1E-06	1.0E-05	1.9E-05	1.1	3.4	3.9	2.9	3.2
2.5E-05	1300	9.1E-06	1.4E-05	2.3E-05	1.5	2.2	3.3	2.4	2.8
2.5E-05	1300	8.6E-06	1.7E-05	2.6E-05	2.0	1.5	3.0	2.2	2.6
3.5E-05	1300	9.2E-06	1.3E-05	2.2E-05	1.4	2.5	3.5	2.5	2.9
3.5E-05	1300	8.9E-06	1.8E-05	2.7E-05	2.0	1.5	3.0	2.1	2.5

3.5E-05	1300	8.7E-06	7.2E-06	1.6E-05	0.8	4.9	4.7	3.4	4.0
3.5E-05	1300	9.2E-06	1.4E-05	2.3E-05	1.5	2.3	3.4	2.5	2.8
3.5E-05	1300	9.3E-06	1.3E-05	2.2E-05	1.4	2.5	3.5	2.5	2.8
3.5E-05	1300	9.0E-06	1.0E-05	1.9E-05	1.2	3.2	3.9	2.8	3.2
3.5E-05	1300	9.0E-06	1.1E-05	2.0E-05	1.2	3.1	3.8	2.8	3.2
3.5E-05	1300	9.4E-06	1.2E-05	2.2E-05	1.3	2.7	3.5	2.6	2.8
3.5E-05	1300	9.2E-06	1.4E-05	2.3E-05	1.5	2.3	3.4	2.5	2.8
3.5E-05	1300	8.9E-06	1.5E-05	2.4E-05	1.7	1.9	3.2	2.3	2.7
4.5E-05	1300	9.2E-06	1.1E-05	2.1E-05	1.2	2.9	3.7	2.7	3.0
4.5E-05	1300	8.9E-06	1.5E-05	2.4E-05	1.6	2.0	3.3	2.4	2.7
4.5E-05	1300	9.2E-06	6.2E-06	1.5E-05	0.7	6.2	5.0	3.6	4.1
4.5E-05	1300	9.2E-06	9.2E-06	1.8E-05	1.0	3.8	4.1	3.0	3.4
4.5E-05	1300	9.3E-06	1.0E-05	2.0E-05	1.1	3.4	3.9	2.8	3.2
4.5E-05	1300	9.0E-06	9.8E-06	1.9E-05	1.1	3.5	4.0	2.9	3.3
4.5E-05	1300	9.2E-06	9.3E-06	1.9E-05	1.0	3.8	4.1	3.0	3.3
4.5E-05	1300	9.5E-06	8.0E-06	1.8E-05	0.8	4.7	4.4	3.2	3.5
4.5E-05	1300	9.3E-06	1.2E-05	2.1E-05	1.3	2.9	3.6	2.6	3.0
4.5E-05	1300	9.0E-06	7.8E-06	1.7E-05	0.9	4.6	4.5	3.3	3.7
5.5E-05	1300	9.3E-06	1.1E-05	2.0E-05	1.2	3.1	3.7	2.7	3.0
5.5E-05	1300	9.2E-06	1.3E-05	2.2E-05	1.4	2.5	3.5	2.5	2.9
5.5E-05	1300	9.4E-06	4.8E-06	1.4E-05	0.5	8.1	5.6	4.1	4.5
5.5E-05	1300	9.4E-06	8.3E-06	1.8E-05	0.9	4.5	4.3	3.1	3.5
5.5E-05	1300	9.8E-06	7.0E-06	1.7E-05	0.7	5.6	4.6	3.4	3.6
5.5E-05	1300	9.1E-06	9.2E-06	1.8E-05	1.0	3.8	4.1	3.0	3.4
5.5E-05	1300	9.5E-06	6.0E-06	1.5E-05	0.6	6.5	5.0	3.7	4.0
5.5E-05	1300	9.7E-06	7.2E-06	1.7E-05	0.7	5.4	4.6	3.3	3.6
5.5E-05	1300	9.4E-06	1.1E-05	2.1E-05	1.2	3.0	3.7	2.7	2.9
5.5E-05	1300	9.1E-06	8.4E-06	1.8E-05	0.9	4.2	4.3	3.1	3.5
6.5E-05	1300	9.4E-06	8.1E-06	1.7E-05	0.9	4.6	4.4	3.2	3.5
6.5E-05	1300	9.4E-06	8.7E-06	1.8E-05	0.9	4.2	4.2	3.1	3.4
6.5E-05	1300	9.9E-06	5.0E-06	1.5E-05	0.5	8.2	5.5	4.0	4.2
6.5E-05	1300	9.7E-06	1.2E-05	2.1E-05	1.2	3.0	3.6	2.6	2.8
6.5E-05	1300	1.0E-05	6.9E-06	1.7E-05	0.7	6.1	4.6	3.4	3.4
6.5E-05	1300	9.1E-06	7.2E-06	1.6E-05	0.8	5.1	4.7	3.4	3.9
6.5E-05	1300	9.6E-06	8.1E-06	1.8E-05	0.8	4.7	4.3	3.2	3.4
6.5E-05	1300	1.1E-05	8.2E-06	1.9E-05	0.8	5.2	4.2	3.1	3.0
6.5E-05	1300	9.5E-06	1.0E-05	1.9E-05	1.0	3.6	3.9	2.8	3.1

6.5E-05	1300	9.3E-06	7.3E-06	1.7E-05	0.8	5.1	4.6	3.3	3.7
7.5E-05	1300	9.5E-06	8.0E-06	1.8E-05	0.8	4.7	4.4	3.2	3.5
7.5E-05	1300	9.6E-06	8.1E-06	1.8E-05	0.8	4.7	4.3	3.2	3.4
7.5E-05	1300	1.0E-05	4.0E-06	1.4E-05	0.4	10.2	6.1	4.4	4.6
7.5E-05	1300	9.8E-06	6.3E-06	1.6E-05	0.6	6.4	4.9	3.6	3.8
7.5E-05	1300	1.3E-05	5.6E-06	1.9E-05	0.4	9.2	4.9	3.6	3.0
7.5E-05	1300	9.4E-06	5.8E-06	1.5E-05	0.6	6.8	5.2	3.8	4.2
7.5E-05	1300	9.9E-06	5.5E-06	1.5E-05	0.6	7.4	5.2	3.8	4.0
7.5E-05	1300	1.1E-05	8.0E-06	1.9E-05	0.7	5.4	4.2	3.1	3.1
7.5E-05	1300	9.9E-06	9.1E-06	1.9E-05	0.9	4.2	4.1	3.0	3.1
7.5E-05	1300	9.4E-06	9.6E-06	1.9E-05	1.0	3.7	4.0	2.9	3.2
8.5E-05	1300	9.6E-06	7.7E-06	1.7E-05	0.8	5.0	4.4	3.2	3.5
8.5E-05	1300	9.9E-06	7.2E-06	1.7E-05	0.7	5.6	4.6	3.3	3.5
8.5E-05	1300	1.0E-05	3.7E-06	1.4E-05	0.4	11.3	6.4	4.6	4.8
8.5E-05	1300	9.9E-06	8.7E-06	1.9E-05	0.9	4.5	4.2	3.0	3.2
8.5E-05	1300	1.4E-05	5.2E-06	2.0E-05	0.4	10.6	5.0	3.6	2.9
8.5E-05	1300	9.5E-06	7.2E-06	1.7E-05	0.8	5.3	4.6	3.4	3.7
8.5E-05	1300	9.9E-06	9.4E-06	1.9E-05	1.0	4.0	4.0	2.9	3.1
8.5E-05	1300	1.1E-05	5.0E-06	1.6E-05	0.4	9.0	5.4	3.9	3.8
8.5E-05	1300	1.0E-05	6.8E-06	1.7E-05	0.7	6.0	4.7	3.4	3.6
8.5E-05	1300	9.6E-06	7.5E-06	1.7E-05	0.8	5.1	4.5	3.3	3.6

Tabla D.3 Valores de tenacidad a la fractura para la carga de 4.9 N a las temperaturas de tratamiento de: (a) 900 (b) 950 y (c) 1000 °C.

(a)

Dist. de la superficie [m]	H [Vickers]	l [m]	g [m]	c [m]	g/l	M. T. Laugier	K. Niihara	K. Niihara, et al.	D. K. Shetty, et al.
						Kc [MPa m ^{1/2}]	Kc [MPa m ^{1/2}]	Kc [MPa m ^{1/2}]	Kc [MPa m ^{1/2}]
2.5E-05	1149	1.4E-05	1.5E-05	2.9E-05	1.1	3.9	4.0	2.9	2.8
2.5E-05	1215	1.4E-05	3.0E-05	4.4E-05	2.2	1.4	2.8	2.1	2.1
2.5E-05	1117	1.4E-05	1.6E-05	3.0E-05	1.1	3.8	3.9	2.8	2.8
2.5E-05	720	1.8E-05	1.4E-05	3.2E-05	0.8	5.7	4.0	2.9	2.4
2.5E-05	958	1.6E-05	3.0E-05	4.6E-05	1.9	1.7	2.8	2.0	1.8
2.5E-05	1146	1.4E-05	2.2E-05	3.7E-05	1.6	2.3	3.3	2.4	2.3
2.5E-05	1132	1.4E-05	2.5E-05	4.0E-05	1.8	1.9	3.1	2.2	2.2
2.5E-05	1437	1.3E-05	2.0E-05	3.2E-05	1.6	2.4	3.6	2.6	2.8
2.5E-05	1123	1.4E-05	2.0E-05	3.5E-05	1.4	2.7	3.4	2.5	2.4

2.5E-05	1177	1.4E-05	2.2E-05	3.6E-05	1.6	2.3	3.3	2.4	2.4
3.5E-05	1073	1.5E-05	1.4E-05	2.8E-05	0.9	4.6	4.1	3.0	2.9
3.5E-05	1000	1.5E-05	2.3E-05	3.9E-05	1.5	2.4	3.2	2.3	2.1
3.5E-05	597	2.0E-05	2.3E-05	4.3E-05	1.2	3.3	3.0	2.2	1.7
3.5E-05	523	2.1E-05	1.3E-05	3.4E-05	0.6	6.8	3.9	2.9	2.0
3.5E-05	695	1.8E-05	1.6E-05	3.4E-05	0.9	4.8	3.7	2.7	2.1
3.5E-05	963	1.6E-05	1.5E-05	3.0E-05	0.9	4.5	4.0	2.9	2.6
3.5E-05	698	1.8E-05	1.2E-05	3.0E-05	0.7	6.5	4.2	3.1	2.5
3.5E-05	819	1.7E-05	8.6E-06	2.5E-05	0.5	8.8	5.1	3.7	3.2
3.5E-05	898	1.6E-05	1.5E-05	3.1E-05	0.9	4.6	3.9	2.9	2.5
3.5E-05	1146	1.4E-05	1.7E-05	3.2E-05	1.2	3.3	3.7	2.7	2.6

(b)

Dist. de la superficie [m]	H [Vickers]	l [m]	g [m]	c [m]	g/l	M. T. Laugier	K. Niihara	K. Niihara, <i>et al.</i>	D. K. Shetty, <i>et al.</i>
						K _c [MPa m ^{1/2}]	K _c [MPa m ^{1/2}]	K _c [MPa m ^{1/2}]	K _c [MPa m ^{1/2}]
2.5E-05	1175	1.4E-05	3.3E-05	4.7E-05	2.3	1.3	2.7	2.0	2.0
2.5E-05	1175	1.3E-05	2.4E-05	3.7E-05	1.8	1.9	3.2	2.3	2.4
2.5E-05	1175	1.3E-05	1.6E-05	2.9E-05	1.2	3.4	3.9	2.9	2.9
2.5E-05	1175	1.3E-05	2.1E-05	3.4E-05	1.6	2.3	3.5	2.5	2.6
2.5E-05	1175	1.8E-05	2.7E-05	4.5E-05	1.5	2.4	2.8	2.1	1.7
2.5E-05	1175	2.1E-05	3.4E-05	5.5E-05	1.6	2.1	2.4	1.8	1.3
2.5E-05	1175	1.4E-05	2.4E-05	3.8E-05	1.7	2.1	3.2	2.3	2.2
2.5E-05	1175	1.4E-05	1.7E-05	3.1E-05	1.3	3.1	3.8	2.7	2.8
2.5E-05	1175	1.3E-05	2.1E-05	3.4E-05	1.5	2.4	3.5	2.5	2.6
2.5E-05	1175	1.7E-05	2.2E-05	3.9E-05	1.3	2.9	3.2	2.3	2.0
3.5E-05	1175	1.4E-05	1.5E-05	3.0E-05	1.1	3.8	3.9	2.9	2.8
3.5E-05	1175	1.4E-05	2.1E-05	3.4E-05	1.5	2.5	3.4	2.5	2.5
3.5E-05	1175	1.3E-05	2.0E-05	3.3E-05	1.5	2.6	3.5	2.6	2.6
3.5E-05	1175	1.4E-05	3.1E-05	4.5E-05	2.2	1.4	2.8	2.0	2.0
3.5E-05	1175	1.4E-05	2.9E-05	4.3E-05	2.0	1.6	2.9	2.1	2.1
3.5E-05	1175	1.4E-05	1.7E-05	3.1E-05	1.2	3.4	3.8	2.7	2.7
3.5E-05	1175	1.4E-05	1.8E-05	3.2E-05	1.3	2.9	3.7	2.7	2.7
3.5E-05	1175	1.3E-05	1.2E-05	2.6E-05	0.9	4.7	4.5	3.3	3.4
3.5E-05	1175	1.8E-05	2.2E-05	4.0E-05	1.2	3.2	3.2	2.3	1.9
3.5E-05	1175	1.4E-05	2.0E-05	3.4E-05	1.4	2.6	3.5	2.5	2.5

4.5E-05	1175	1.4E-05	1.1E-05	2.6E-05	0.8	5.7	4.6	3.3	3.2
4.5E-05	1175	1.4E-05	1.9E-05	3.2E-05	1.4	2.8	3.6	2.6	2.6
4.5E-05	1175	1.4E-05	1.6E-05	3.0E-05	1.2	3.4	3.9	2.8	2.8
4.5E-05	1175	1.4E-05	2.4E-05	3.8E-05	1.7	2.1	3.2	2.3	2.2
4.5E-05	1175	1.4E-05	2.5E-05	3.9E-05	1.7	2.0	3.1	2.2	2.2
4.5E-05	1175	1.8E-05	9.4E-06	2.7E-05	0.5	8.5	4.8	3.5	2.8
4.5E-05	1175	1.4E-05	1.3E-05	2.7E-05	1.0	4.3	4.3	3.1	3.2
4.5E-05	1175	1.4E-05	9.0E-06	2.3E-05	0.7	7.0	5.2	3.8	3.8
4.5E-05	1175	1.9E-05	1.5E-05	3.4E-05	0.8	5.2	3.8	2.7	2.2
4.5E-05	1175	1.4E-05	9.2E-06	2.3E-05	0.7	6.9	5.1	3.7	3.7
5.5E-05	1175	1.5E-05	8.6E-06	2.3E-05	0.6	7.7	5.3	3.8	3.7
5.5E-05	1175	1.4E-05	1.1E-05	2.5E-05	0.8	5.5	4.7	3.4	3.4
5.5E-05	1175	1.4E-05	1.1E-05	2.5E-05	0.8	5.7	4.7	3.4	3.4
5.5E-05	1175	1.5E-05	1.1E-05	2.6E-05	0.7	5.9	4.7	3.4	3.2
5.5E-05	1175	1.5E-05	2.0E-05	3.5E-05	1.4	2.8	3.4	2.5	2.4
5.5E-05	1175	1.9E-05	1.4E-05	3.2E-05	0.8	5.7	3.9	2.9	2.3
5.5E-05	1175	1.5E-05	8.5E-06	2.3E-05	0.6	7.9	5.3	3.8	3.6
5.5E-05	1175	1.4E-05	1.5E-05	3.0E-05	1.1	3.8	3.9	2.9	2.8
5.5E-05	1175	1.4E-05	1.5E-05	2.9E-05	1.0	4.1	4.0	2.9	2.8
5.5E-05	1175	1.4E-05	9.1E-06	2.3E-05	0.7	7.0	5.1	3.7	3.7
6.5E-05	1175	1.5E-05	8.4E-06	2.4E-05	0.6	8.2	5.3	3.8	3.5
6.5E-05	1175	2.0E-05	8.2E-06	2.9E-05	0.4	10.7	5.0	3.7	2.7
6.5E-05	1175	1.4E-05	1.0E-05	2.4E-05	0.7	6.5	4.9	3.6	3.4
6.5E-05	1175	1.5E-05	8.5E-06	2.3E-05	0.6	8.0	5.3	3.8	3.6
6.5E-05	1175	1.5E-05	1.7E-05	3.2E-05	1.1	3.6	3.7	2.7	2.5
6.5E-05	1175	2.2E-05	7.9E-06	3.0E-05	0.4	11.6	5.1	3.7	2.6
6.5E-05	1175	1.6E-05	6.7E-06	2.3E-05	0.4	10.7	5.8	4.2	3.8
6.5E-05	1175	1.5E-05	8.3E-06	2.3E-05	0.6	8.1	5.4	3.9	3.8
6.5E-05	1175	1.6E-05	9.3E-06	2.5E-05	0.6	7.6	5.0	3.6	3.3
6.5E-05	1175	1.4E-05	8.5E-06	2.3E-05	0.6	7.8	5.3	3.9	3.7

(c)

Dist. de la superficie [m]	H [Vickers]	l [m]	g [m]	c [m]	g/l	M. T. Laugier	K. Niihara	K. Niihara, <i>et al.</i>	D. K. Shetty, <i>et al.</i>
						K_c [MPa m ^{1/2}]	K_c [MPa m ^{1/2}]	K_c [MPa m ^{1/2}]	K_c [MPa m ^{1/2}]
2.5E-05	1300	1.2E-05	1.4E-05	2.6E-05	1.1	3.8	4.3	3.1	3.5
2.5E-05	1300	1.2E-05	2.1E-05	3.4E-05	1.7	2.1	3.4	2.5	2.7
2.5E-05	1300	1.2E-05	2.3E-05	3.6E-05	1.9	1.8	3.3	2.4	2.6
2.5E-05	1300	1.3E-05	2.1E-05	3.4E-05	1.7	2.1	3.4	2.5	2.7
2.5E-05	1300	1.2E-05	2.0E-05	3.2E-05	1.7	2.1	3.6	2.6	2.9
2.5E-05	1300	1.3E-05	2.8E-05	4.1E-05	2.1	1.6	3.0	2.2	2.2
2.5E-05	1300	1.3E-05	2.5E-05	3.7E-05	1.9	1.7	3.2	2.3	2.5
2.5E-05	1300	1.3E-05	2.7E-05	4.0E-05	2.1	1.5	3.0	2.2	2.3
2.5E-05	1300	1.3E-05	2.8E-05	4.1E-05	2.1	1.5	3.0	2.2	2.3
2.5E-05	1300	1.3E-05	2.0E-05	3.3E-05	1.5	2.4	3.5	2.6	2.7
3.5E-05	1300	1.3E-05	1.8E-05	3.1E-05	1.3	3.0	3.7	2.7	2.8
3.5E-05	1300	1.3E-05	2.4E-05	3.7E-05	1.9	1.9	3.2	2.3	2.5
3.5E-05	1300	1.2E-05	2.1E-05	3.3E-05	1.7	2.1	3.5	2.5	2.8
3.5E-05	1300	1.3E-05	1.7E-05	3.0E-05	1.4	2.9	3.8	2.8	2.9
3.5E-05	1300	1.3E-05	1.8E-05	3.1E-05	1.4	2.7	3.7	2.7	2.9
3.5E-05	1300	1.4E-05	2.0E-05	3.4E-05	1.5	2.5	3.5	2.5	2.6
3.5E-05	1300	1.3E-05	1.7E-05	3.0E-05	1.3	3.0	3.9	2.8	3.0
3.5E-05	1300	1.3E-05	2.5E-05	3.8E-05	1.9	1.8	3.1	2.3	2.4
3.5E-05	1300	1.4E-05	2.2E-05	3.5E-05	1.6	2.3	3.3	2.4	2.4
3.5E-05	1300	1.3E-05	1.7E-05	3.0E-05	1.3	3.1	3.8	2.8	2.9
4.5E-05	1300	1.4E-05	1.6E-05	3.0E-05	1.1	3.7	3.9	2.9	2.8
4.5E-05	1300	1.4E-05	1.5E-05	2.9E-05	1.1	3.7	4.0	2.9	2.9
4.5E-05	1300	1.3E-05	1.6E-05	2.9E-05	1.2	3.4	3.9	2.9	2.9
4.5E-05	1300	1.3E-05	1.7E-05	3.0E-05	1.3	3.1	3.8	2.8	2.9
4.5E-05	1300	1.3E-05	3.7E-05	5.0E-05	2.8	1.0	2.6	1.9	2.0
4.5E-05	1300	1.4E-05	1.9E-05	3.3E-05	1.4	2.7	3.6	2.6	2.6
4.5E-05	1300	1.4E-05	1.6E-05	2.9E-05	1.1	3.6	3.9	2.9	2.9
4.5E-05	1300	1.3E-05	2.4E-05	3.8E-05	1.8	1.9	3.2	2.3	2.4
4.5E-05	1300	1.4E-05	1.9E-05	3.3E-05	1.4	2.8	3.6	2.6	2.6
4.5E-05	1300	1.3E-05	1.8E-05	3.2E-05	1.4	2.8	3.7	2.7	2.7
5.5E-05	1300	1.4E-05	1.4E-05	2.8E-05	1.0	4.3	4.1	3.0	2.9
5.5E-05	1300	1.4E-05	1.2E-05	2.6E-05	0.9	5.0	4.5	3.3	3.3
5.5E-05	1300	1.4E-05	1.7E-05	3.1E-05	1.3	3.1	3.8	2.7	2.7

5.5E-05	1300	1.3E-05	1.5E-05	2.8E-05	1.1	3.7	4.0	2.9	3.0
5.5E-05	1300	1.3E-05	1.4E-05	2.7E-05	1.1	3.9	4.2	3.0	3.1
5.5E-05	1300	1.4E-05	1.9E-05	3.2E-05	1.3	2.9	3.6	2.6	2.6
5.5E-05	1300	1.4E-05	1.6E-05	2.9E-05	1.1	3.7	4.0	2.9	2.9
5.5E-05	1300	1.4E-05	2.4E-05	3.8E-05	1.8	2.0	3.2	2.3	2.4
5.5E-05	1300	1.4E-05	1.9E-05	3.3E-05	1.3	3.0	3.6	2.6	2.6
5.5E-05	1300	1.6E-05	1.6E-05	3.1E-05	1.0	4.0	3.8	2.8	2.5
6.5E-05	1300	1.5E-05	1.0E-05	2.5E-05	0.7	6.3	4.8	3.5	3.3
6.5E-05	1300	1.4E-05	1.1E-05	2.5E-05	0.8	5.7	4.7	3.4	3.4
6.5E-05	1300	1.4E-05	1.3E-05	2.7E-05	0.9	4.6	4.3	3.1	3.1
6.5E-05	1300	1.3E-05	1.3E-05	2.6E-05	0.9	4.7	4.4	3.2	3.3
6.5E-05	1300	1.3E-05	1.4E-05	2.7E-05	1.0	4.1	4.2	3.1	3.2
6.5E-05	1300	1.4E-05	1.6E-05	3.0E-05	1.2	3.5	3.9	2.8	2.8
6.5E-05	1300	1.4E-05	1.3E-05	2.7E-05	1.0	4.5	4.3	3.1	3.1
6.5E-05	1300	1.4E-05	2.2E-05	3.5E-05	1.6	2.3	3.4	2.4	2.5
6.5E-05	1300	1.4E-05	1.7E-05	3.1E-05	1.2	3.3	3.7	2.7	2.7
6.5E-05	1300	1.4E-05	1.6E-05	2.9E-05	1.1	3.6	4.0	2.9	2.9
7.5E-05	1300	1.5E-05	9.5E-06	2.4E-05	0.6	7.1	5.0	3.6	3.4
7.5E-05	1300	1.4E-05	6.7E-06	2.1E-05	0.5	9.9	6.0	4.3	4.2
7.5E-05	1300	1.4E-05	6.9E-06	2.1E-05	0.5	9.4	5.9	4.3	4.3
7.5E-05	1300	1.5E-05	1.3E-05	2.8E-05	0.8	5.1	4.3	3.1	2.9
7.5E-05	1300	1.4E-05	1.2E-05	2.6E-05	0.9	4.9	4.5	3.3	3.3
7.5E-05	1300	1.4E-05	1.7E-05	3.1E-05	1.3	3.1	3.7	2.7	2.7
7.5E-05	1300	1.4E-05	1.9E-05	3.3E-05	1.3	3.0	3.6	2.6	2.5
7.5E-05	1300	1.4E-05	2.0E-05	3.3E-05	1.4	2.7	3.5	2.6	2.6
7.5E-05	1300	1.4E-05	2.0E-05	3.5E-05	1.4	2.6	3.4	2.5	2.4
7.5E-05	1300	1.4E-05	1.2E-05	2.5E-05	0.8	5.2	4.6	3.4	3.4

Tabla D.4 Valores de tenacidad a la fractura para la carga de 9.8 N a las temperaturas de tratamiento de: (a) 950 y (b) 1000 °C.

(a)

Dist. de la superficie [m]	H [Vickers]	l [m]	g [m]	c [m]	g/l	M. T. Laugier	K. Niihara	K. Niihara, et al.	D. K. Shetty, et al.
						K _c [MPa m ^{1/2}]	K _c [MPa m ^{1/2}]	K _c [MPa m ^{1/2}]	K _c [MPa m ^{1/2}]
3.5E-05	1175	2.4E-05	2.7E-05	5.1E-05	1.1	4.3	4.1	3.0	2.5
3.5E-05	1175	1.9E-05	3.1E-05	5.0E-05	1.6	2.7	4.0	2.9	2.9
3.5E-05	1175	1.8E-05	1.7E-05	3.5E-05	1.0	5.3	5.4	3.9	4.2
3.5E-05	1175	2.5E-05	1.7E-05	4.2E-05	0.7	7.9	5.1	3.7	3.0
3.5E-05	1175	2.5E-05	2.8E-05	5.4E-05	1.1	4.2	3.9	2.9	2.3
3.5E-05	1175	1.9E-05	3.2E-05	5.0E-05	1.7	2.5	3.9	2.9	3.0
3.5E-05	1175	2.1E-05	2.2E-05	4.3E-05	1.0	4.7	4.6	3.4	3.1
3.5E-05	1175	1.9E-05	2.5E-05	4.4E-05	1.3	3.6	4.4	3.2	3.3
3.5E-05	1175	1.7E-05	3.2E-05	4.9E-05	1.8	2.3	4.0	2.9	3.2
3.5E-05	1175	1.9E-05	1.5E-05	3.4E-05	0.8	6.7	5.7	4.1	4.2
4.5E-05	1175	2.3E-05	3.0E-05	5.3E-05	1.3	3.7	3.6	3.0	2.5
4.5E-05	1175	2.5E-05	2.4E-05	4.9E-05	1.0	3.6	5.8	2.5	2.5
4.5E-05	1175	2.0E-05	2.1E-05	4.0E-05	1.0	4.2	5.4	3.3	3.5
4.5E-05	1175	2.9E-05	2.0E-05	4.9E-05	0.7	6.3	5.4	3.0	2.4
4.5E-05	1175	2.4E-05	2.6E-05	5.0E-05	1.1	4.8	3.9	3.2	2.6
4.5E-05	1175	2.0E-05	1.9E-05	3.8E-05	1.0	5.1	5.4	3.6	3.7
4.5E-05	1175	1.9E-05	3.7E-05	5.6E-05	2.0	2.3	3.2	2.9	2.7
4.5E-05	1175	2.0E-05	2.2E-05	4.2E-05	1.1	4.2	5.1	3.3	3.3
4.5E-05	1175	1.9E-05	2.4E-05	4.4E-05	1.2	3.3	5.1	3.0	3.3
4.5E-05	1175	1.9E-05	1.3E-05	3.2E-05	0.7	7.8	6.2	4.4	4.5
5.5E-05	1175	2.0E-05	2.3E-05	4.3E-05	1.2	5.4	3.5	3.9	3.3
5.5E-05	1175	2.0E-05	2.1E-05	4.0E-05	1.1	4.6	4.9	3.5	3.5
5.5E-05	1175	2.0E-05	3.1E-05	5.1E-05	1.6	2.4	4.4	2.7	2.9
5.5E-05	1175	2.0E-05	1.3E-05	3.2E-05	0.6	12.0	4.6	5.5	4.5
5.5E-05	1175	1.9E-05	2.6E-05	4.4E-05	1.4	5.0	3.1	4.0	3.3
5.5E-05	1175	2.0E-05	1.5E-05	3.5E-05	0.7	6.8	6.2	4.0	4.1
5.5E-05	1175	1.9E-05	2.7E-05	4.6E-05	1.4	3.7	3.8	3.3	3.1
5.5E-05	1175	2.3E-05	2.0E-05	4.3E-05	0.9	4.5	6.0	3.0	3.1
5.5E-05	1175	2.2E-05	1.4E-05	3.6E-05	0.7	6.1	7.4	3.5	3.8
5.5E-05	1175	2.1E-05	1.3E-05	3.3E-05	0.6	8.0	6.8	4.2	4.3

(b)

Dist. de la superficie [m]	H [Vickers]	l [m]	g [m]	c [m]	g/l	M. T. Laugier	K. Niihara	K. Niihara, <i>et al.</i>	D. K. Shetty, <i>et al.</i>
						K_c [MPa m ^{1/2}]	K_c [MPa m ^{1/2}]	K_c [MPa m ^{1/2}]	K_c [MPa m ^{1/2}]
3.5E-05	1300	2.1E-05	2.6E-05	4.7E-05	1.2	4.6	3.6	3.5	2.9
3.5E-05	1300	1.8E-05	3.5E-05	5.2E-05	2.0	2.3	3.4	3.0	3.0
3.5E-05	1300	2.1E-05	2.1E-05	4.2E-05	1.0	4.0	5.6	3.1	3.3
3.5E-05	1300	1.8E-05	2.3E-05	4.0E-05	1.3	6.0	3.1	4.6	3.7
3.5E-05	1300	1.9E-05	2.4E-05	4.3E-05	1.3	5.4	3.1	4.2	3.4
3.5E-05	1300	2.1E-05	2.2E-05	4.3E-05	1.0	4.1	5.3	3.1	3.2
3.5E-05	1300	1.9E-05	2.9E-05	4.7E-05	1.5	3.4	3.5	3.4	3.2
3.5E-05	1300	2.1E-05	3.0E-05	5.1E-05	1.5	2.7	4.4	2.7	2.7
3.5E-05	1300	1.9E-05	2.4E-05	4.4E-05	1.3	3.3	5.0	3.0	3.3
3.5E-05	1300	1.9E-05	2.5E-05	4.4E-05	1.4	3.6	4.3	3.3	3.4
4.5E-05	1300	1.9E-05	2.7E-05	4.6E-05	1.4	4.4	3.2	3.8	3.2
4.5E-05	1300	1.8E-05	3.9E-05	5.7E-05	2.1	1.9	3.3	2.7	2.7
4.5E-05	1300	1.9E-05	1.6E-05	3.5E-05	0.9	5.7	5.8	3.9	4.1
4.5E-05	1300	1.9E-05	3.6E-05	5.5E-05	1.9	3.1	2.6	3.3	2.7
4.5E-05	1300	1.9E-05	2.4E-05	4.3E-05	1.3	5.4	3.2	4.1	3.4
4.5E-05	1300	1.9E-05	2.9E-05	4.7E-05	1.6	2.9	4.1	3.1	3.2
4.5E-05	1300	2.0E-05	2.6E-05	4.5E-05	1.3	4.0	4.0	3.3	3.1
4.5E-05	1300	1.9E-05	2.4E-05	4.3E-05	1.3	3.7	4.4	3.3	3.4
4.5E-05	1300	1.9E-05	2.4E-05	4.3E-05	1.2	3.4	5.1	3.1	3.4
4.5E-05	1300	1.9E-05	2.5E-05	4.3E-05	1.3	3.6	4.3	3.3	3.4
5.5E-05	1300	1.9E-05	3.6E-05	5.5E-05	1.9	3.0	2.8	3.3	2.8
5.5E-05	1300	2.0E-05	2.6E-05	4.5E-05	1.3	3.5	4.4	3.1	3.2
5.5E-05	1300	1.9E-05	1.7E-05	3.7E-05	0.9	5.2	5.8	3.6	3.9
5.5E-05	1300	1.9E-05	2.3E-05	4.3E-05	1.2	5.7	3.3	4.1	3.3
5.5E-05	1300	1.9E-05	2.6E-05	4.5E-05	1.3	5.0	3.1	4.0	3.2
5.5E-05	1300	2.0E-05	2.7E-05	4.7E-05	1.4	3.1	4.4	3.0	3.1
5.5E-05	1300	2.2E-05	2.2E-05	4.4E-05	1.0	4.7	4.9	3.2	3.0
5.5E-05	1300	1.9E-05	2.1E-05	4.0E-05	1.1	4.4	4.9	3.5	3.6
5.5E-05	1300	1.9E-05	3.1E-05	5.0E-05	1.6	2.3	4.4	2.7	2.9
5.5E-05	1300	1.9E-05	1.6E-05	3.5E-05	0.8	6.4	5.5	4.1	4.2
6.5E-05	1300	2.0E-05	1.5E-05	3.4E-05	0.7	9.6	4.5	4.9	4.1
6.5E-05	1300	2.0E-05	1.6E-05	3.6E-05	0.8	6.6	5.8	4.0	4.0
6.5E-05	1300	2.0E-05	2.0E-05	3.9E-05	1.0	4.4	5.5	3.3	3.6

6.5E-05	1300	2.0E-05	2.0E-05	3.9E-05	1.0	7.1	3.6	4.4	3.6
6.5E-05	1300	2.1E-05	1.9E-05	4.1E-05	0.9	7.1	4.0	4.1	3.4
6.5E-05	1300	2.0E-05	1.6E-05	3.6E-05	0.8	6.0	5.8	3.8	3.9
6.5E-05	1300	2.3E-05	1.7E-05	4.0E-05	0.7	6.4	5.6	3.6	3.3
6.5E-05	1300	2.0E-05	2.1E-05	4.0E-05	1.1	4.6	5.0	3.5	3.5
6.5E-05	1300	1.9E-05	2.9E-05	4.8E-05	1.5	2.6	4.6	2.8	3.0
6.5E-05	1300	2.0E-05	2.2E-05	4.2E-05	1.1	4.1	5.0	3.2	3.3

Anexo E

Microfotografías obtenidas por la técnica de fractura por microindentación tipo Vickers en capas boruradas Fe_2B

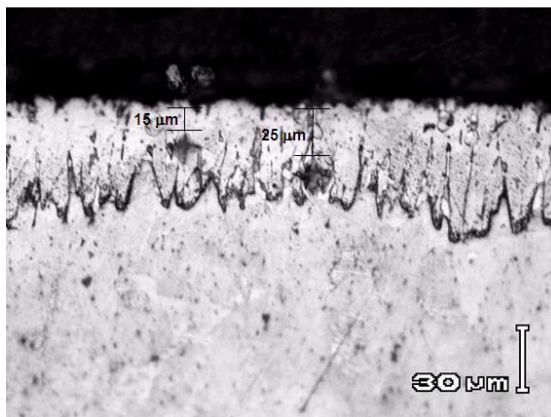
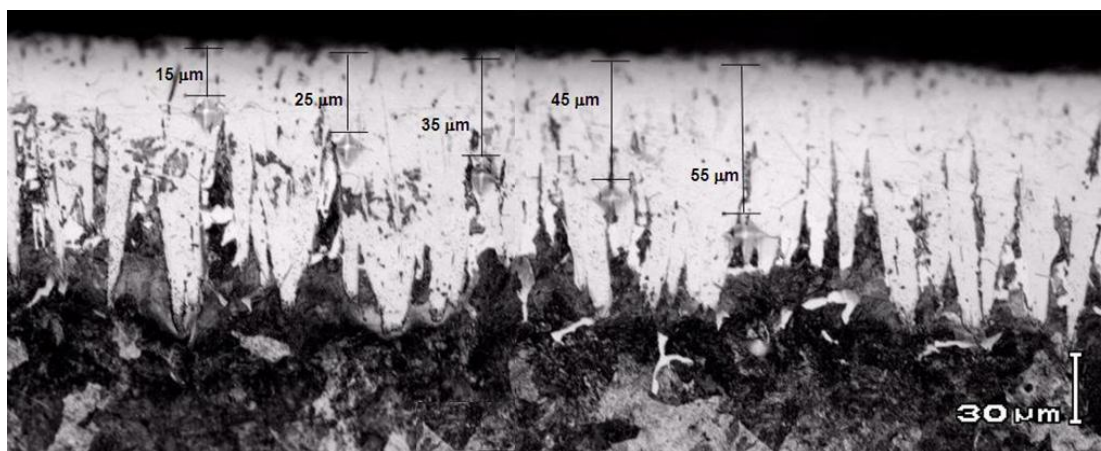
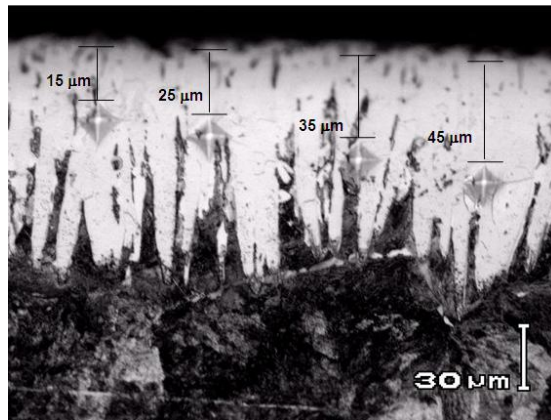


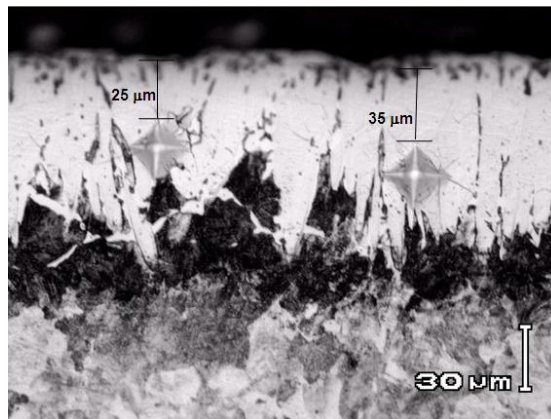
Figura E.1 Fractura por microindentación Vickers para la muestra borurizada de acero AISI 1045 a la temperatura de 850 °C con carga de 2.9 N con 8 h de tratamiento. Magnificación 50X.



(a)

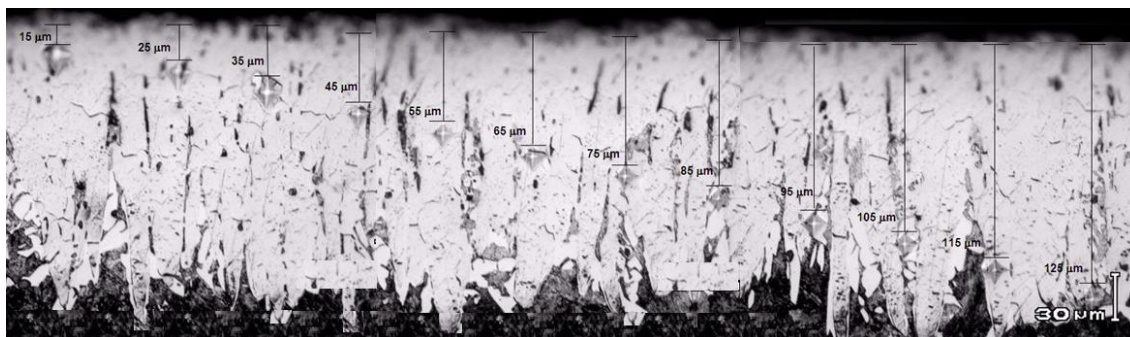


(b)



(c)

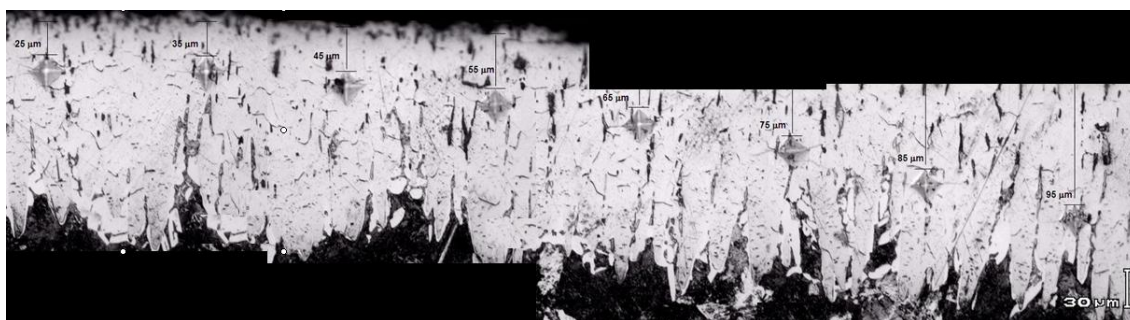
Figura E.2 Fractura por microindentación Vickers para muestras borurizadas de aceros AISI 1045 a la temperatura de 900 °C con cargas de: (a) 1.9, (b) 2.9 y (c) 4.9 N con 8 h de tratamiento. Magnificación 50X.



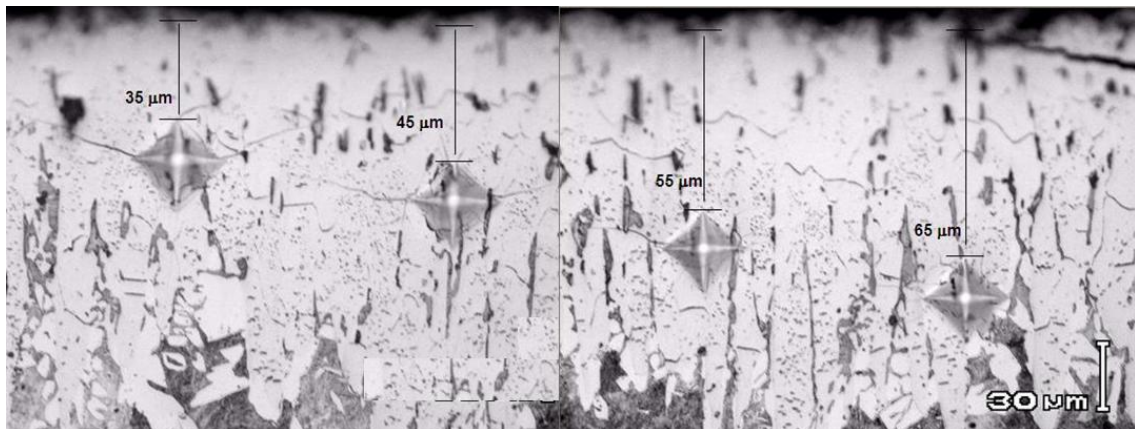
(a)



(b)



(c)



(d)

Figura E.3 Fractura por microindentación Vickers para muestras borurizadas de aceros AISI 1045 a la temperatura de 1000 °C con cargas de: (a) 1.9, (b) 2.9, (c) 4.9 y (d) 9.8 N con 8 h de tratamiento. Magnificación 50X.

REFERENCIAS

- [1] E. Meléndez, I. Campos, E. Rocha, M. A. Barrón. *Structural and strength characterization of steels subjected to boriding thermochemical process*. Materials Science and Engineering A 234-236 (1997) 900-903.
- [2] I. Campos, J. Oseguera, U. Figueroa, J. A. García, O. Bautista, G. Kelemenis. *Kinetic study of boron diffusion in the paste boriding process*. Materials Science and Engineering A 352 (2003) 261-265.
- [3] I. Campos, O. Bautista, G. Ramírez, M. Islas, J. de la Parra, L. Zuñiga. *Effect of boron paste thickness on the growth kinetics of Fe₂B boride layers during the boriding process*. Applied Surface Science 243 (2005) 429–436.
- [4] I. Campos, R. Torres, O. Bautista, G. Ramírez, L. Zuñiga. *Effect of boron paste thickness on the growth kinetics of polyphase boride coatings during the boriding process*. Applied Surface Science 252 (2006) 2396-2403.
- [5] C. B. Ponton, R. D. Rawlings. *Vickers indentation fracture toughness test. Part 1. Review of literature and formulation of standardized indentation toughness equations*. Materials Science and Technology 5 (1989) 865-872.
- [6] C. B. Ponton, R. D. Rawlings. *Vickers indentation fracture toughness test. Part 2. Application and critical evaluation of standardized indentation toughness equations*. Materials Science and Technology 5 (1989) 961-976.
- [7] C.M. Brakman, A.W.J. Gommers and E.J. Mittemeijer, *Proceedings of Heat Treatment '88, The Institute of Metals*, (1988) p. 211-217.
- [8] S. Sen, U. Sen, C. Bindal. *An approach of kinetic study of borided steels*. Surface and Coatings Technology 191 (2005) 274-285.
- [9] I. Campos, G. Ramírez, U. Figueroa, J. Martínez, O. Morales. *Evaluation of boron mobility on the phases FeB, Fe₂B and diffusion zone in AISI 1045 and M2 steels*. Applied Surface Science 253 (2007) 3469-3475.
- [10] I. Campos, M. Islas, E. González, P. Ponce. *Use of fuzzy logic for modeling the growth of Fe₂B boride layers during boronizing*. Surface and Coatings Technology 201 (2006) 2717-2723.

- [11] I. Campos, M. Islas, G. Ramírez, C. VillaVelázquez, C. Mota. *Growth kinetics of borided layers: artificial neural network and least square approaches*. Applied Surface Science 253 (2007) 6226-6231.
- [12] I. Uslu, H. Comert, M. Ipek, O. Ozdemir, C. Bindal. *Evaluation of borides formed on AISI P20 steel*. Materials and Design 28 (2007) 55-61.
- [13] Ozbek, C. Bindal. *Mechanical properties of boronized AISI W4 steel*. Surface and Coatings Technology 154 (1) (2002) 14-20.
- [14] U. Sen, S. Sen, F. Yilmaz. An evaluation of some properties of borides deposited on boronized ductil iron. Materials Processing Technology 148 (2004) 1-7.
- [15] S. Sen, I. Ozbek, U. Sen, C. Bindal. *Mechanical behavior of borides formed on borided cold work steel*. Surface and Coating Technology 135 (2001) 173-177.
- [16] B. Lawn. *Fracture of Brittle Solids*. 2nd Ed. (Cambridge Solid State Science Series, 1993).
- [17] Giselle Ramírez Sandoval, "Caracterización de grietas auto-afines en capas borurizadas para aceros estructurales AISI 1045", Tesis de Maestría en Ingeniería Mecánica, SEPI-ESIME Zacatenco, Octubre 2006.
- [18] G. Ramírez, I. Campos, A. Balankin. *Fracture toughness of iron boride layers obtained by the paste boriding process*. Materials Science Forum 553 (2007) 21-26.
- [19] A. K. Sinha. *Boronizing*. ASM Handbook, OH, USA, J. Heat Treatment 4 (1991) 437.
- [20] P, Dearnley. T, Bell. *Surface Engineering*. Vol. 1 (No. 3). 1985. p 203 – 217.
- [21] S. Alwart, C. Ulrich. *Abrasive Resistant Hard Steel Surfaces produced by Boriding*. Industrial Heating; Oct. 1998; 65, 10; Career and Technical Education. p. 47.
- [22] C. Fischer, R. Schaaber, *Proceedings of Heat Treatment '76*. The Metals Society. 1976. p 27 – 30.
- [23] A. Graf von Matuschka. *Boronizing*. Carl Hanser Verlag. Munich, FRG 1980.
- [24] C. Fischer, R. Schaaber. *Surface Modification Technologies*. Marcel Dekker. 1989.
- [25] Askeland, Donald. Phulé, Pradeep. *Ciencia e Ingeniería de los Materiales*. Thomson. Cuarta Edición. México 2004.
- [26] ASTM *Standard Test Method for Vickers Indentation Hardness of Advanced Ceramics* (C 1327 – 99).

- [27] ASTM *Standard Test Method for Microindentation Hardness of Materials* (E 384 – 99).
- [28] K. M. Liang, G. Orange, G. Fantozzi. *Evaluation by indentation of fracture toughness of ceramic materials*. Journal of Materials Science 23 (1990) 207-214.
- [29] B. R. Lawn, A. G. Evans, D. B. Marshall. *Elastic-plastic indentation damage in ceramics; the median-radial crack system*. Journal of the American Ceramic Society 63 (1980) 574-581.
- [30] G.R. Anstis, P. Chantikul, B. R. Lawn, D. B. Marshall. *A critical evaluation of indentation techniques for measuring fracture toughness: I, direct crack measurement*. Journal of the American Ceramic Society. 64 (1981) 533-538.
- [31] M. T. Laugier. *New formula for indentation toughness in ceramics*. Journal of Materials Science Letters 6 (1987) 355-356.
- [32] A. G. Evans, E. A. Charles. *Fracture toughness determination by indentation*. Journal of the American Ceramic Society. 59 (1976) 371-372.
- [33] K. Niihara. *A fracture mechanics analysis of indentation –induced Palmqvist crack in ceramics*. Journal of Materials Science Letters 2 (1983) 221-223.
- [34] K. Niihara, R. Morena, D. P. H. Hasselman. *Evaluation of K_{IC} of brittle solids by the indentation method with low crack-to-indent ratios*. Journal of Materials Science Letters 1 (1982) 13-16.
- [35] H. E. Exner. *The influence of sample preparation on Palmqvist method for toughness testing of cemented carbides*. Trans Metal Soc AIME 245 (1969) 677-683.
- [36] D. K. Shetty, I. G. Wright, P. N. Mincer, A. H. Clauer. *Indentation fracture of WC-Co cermets*. Journal of Materials Science 20 (1985) 1873-1882.
- [37] I. Campos, M. Palomar, A. Amador, R. Ganem, J. Martínez. *Evaluation of the corrosion resistance of iron boride coatings obtained by paste boriding process*. Surface and Coatings Technology 201 (2006) 2438-2442.
- [38] V. Jain, G. Sundararajan. *Influence of the pack thickness of the boronizing mixture on the boriding of steel*. Surface and Coatings Technology. 149 (1) (2002) 21–26.
- [39] B. Lawn, R. Wilshaw. *Indentation Fracture: principles and applications*. Journal of Materials Science. (1975) 1049-1081
- [40] B. Lawn, E. Fuller. *Equilibrium penny-like cracks in indentation fracture*. Journal of Materials Science 10 (1975) 2016 - 2024.

- [41] N. Frantzevich, F.F. Voronov, S.A. Bakuta, *Elastic constants and elastic modulus for metals and non-metals: Handbook*, Primera edición, Naukova Dumka Press, Kiev (1982).
- [42] I. Campos, G. Ramírez, C. VillaVelázquez, U. Figueroa, G. Rodríguez. *Study of microcracks morphology produced by Vickers indentation on AISI 1045 borided steels*. Materials Science and Engineering A, *in press*, doi: 10.1016/j.msea.2007.04.052.
- [43] I. Campos, M. Farah, N. López, G. Bermúdez, R. Rosas, C. VillaVelázquez. *Evaluation of the tool life and fracture toughness of cutting tools hardened by the paste boriding process*. Surface and Coatings Technology, *aceptado para publicación*.
- [44] H. Kunst, O. Schaaber, Harterei-Tech Mitt. 22 (1967) 1 -25.
- [45] A. Galibois, O. Boutenko, B. Voyzelle: *Mécanisme de formation des couches borurées sur les aciers a haut carbone-I. Technique des pates*. Acta Metallurgica 28 (1980) 1753-1763
- [46] A. V. Byakova. *Influence of texture on the strength and supporting capacity of boride coatings*. Poroshkovaya Metallurgiya 4 (364) (1993) 36-43.
- [47] D. Golanski, A. Marczuk, T. Wierzchon. *Numerical modeling of the residual stresses in borided layers on steel substrate*. Journal of Materials Science Letters 14 (1995) 1499-1501.
- [48] Z. Li, A. Ghosh, A. S. Kobayashi, R. C. Bradt: *Indentation Fracture Toughness of Sintered Silicon Carbide in the Palmqvist Crack Regime*. Journal of the American Ceramic Society 77 (1989) 904-911.
- [49] G. D. Quinn, R. C. Bradt. *On the Vickers indentation fracture toughness test*. Journal of the American Ceramic Society 90 (2007) 673-680.
- [50] S. Taktak. *Some mechanical properties of borided AISI H13 and 304 steels*. Materials and Design 28 (6) (2007) 1836-1843.
- [51] I. Uslu, H. Comert, M. Ipek, F. G. Celebi, O. Ozdemir, C. Bindal. *A comparison of borides formed on AISI 1040 and AISI P20 steels*. Materials and Design 28 (6) (2007) 1819-1826.

PUBLICACIONES REALIZADAS DURANTE EL PRESENTE TRABAJO

- I. Campos, R. Rosas, U. Figueroa, C. VillaVelázquez, A. Meneses, A. Guevara. *Fracture toughness evaluation using Palmqvist crack models on AISI 1045 borided steels*. Journal of Materials Science and Engineering A (aceptado).
- R. Rosas, I. Campos. *Influencia de la temperatura y tiempo de borurización en la tenacidad a la fractura de un acero borurado AISI 1045*. XVI International Materials Research Congress. Cancún, México. Agosto 2007.