



UNIVERSIDAD DE MALAGA

Programa de doctorado

Ingeniería Mecánica y Eficiencia Energética

Tesis doctoral

ESTIMACIÓN DE LA ZONA PLÁSTICA EN

TORNO A GRIETAS DE FATIGA VIA

MICROINDENTACIÓN


M^a Cristina López Crespo

Málaga, mayo 2023



UNIVERSIDAD
DE MÁLAGA

AUTORA: María Cristina López Crespo

 <https://orcid.org/0009-0000-0548-5527>

EDITA: Publicaciones y Divulgación Científica. Universidad de Málaga



Esta obra está bajo una licencia de Creative Commons Reconocimiento-NoComercial-SinObraDerivada 4.0 Internacional:

<https://creativecommons.org/licenses/by-nc-nd/4.0/legalcode>

Cualquier parte de esta obra se puede reproducir sin autorización pero con el reconocimiento y atribución de los autores.

No se puede hacer uso comercial de la obra y no se puede alterar, transformar o hacer obras derivadas.

Esta Tesis Doctoral está depositada en el Repositorio Institucional de la Universidad de Málaga (RIUMA): riuma.uma.es



UNIVERSIDAD DE MÁLAGA

Programa de doctorado

Ingeniería Mecánica y Eficiencia Energética

Departamento de Ingeniería Civil, de Materiales y Fabricación

Tesis doctoral

ESTIMACIÓN DE LA ZONA PLÁSTICA EN TORNO A
GRIETAS DE FATIGA VIA MICROINDENTACIÓN

QUANTIFICATION OF THE FATIGUE CRACK PLASTIC
ZONE VIA MICRO-INDENTATION

Autor:

M^a CRISTINA LÓPEZ CRESPO

Directores:

Dr. MANUEL ALEJANDRO SÁNCHEZ CRUCES

Dr. PABLO LÓPEZ CRESPO

Tesis doctoral presentada en la

ESCUELA DE INGENIERÍA de la UNIVERSIDAD DE MÁLAGA

para la obtención del Grado de Doctor

Málaga, mayo de 2023



DECLARACIÓN DE AUTORÍA Y ORIGINALIDAD DE LA TESIS PRESENTADA PARA OBTENER EL TÍTULO DE DOCTOR

D./Dña M^a Cristina López Crespo

Estudiante del programa de doctorado Ingeniería Mecánica y Eficiencia Energética de la Universidad de Málaga, autor/a de la tesis, presentada para la obtención del título de doctor por la Universidad de Málaga, titulada: Estimación de la zona plástica en torno a grietas de fatiga via microindentación /Quantification of the fatigue crack plastic zone via micro-indentation

Realizada bajo la tutorización de M^a Belén Moreno Morales y dirección de Manuel Alejandro Sánchez Cruces y Pablo López Crespo

DECLARO QUE:

La tesis presentada es una obra original que no infringe los derechos de propiedad intelectual ni los derechos de propiedad industrial u otros, conforme al ordenamiento jurídico vigente (Real Decreto Legislativo 1/1996, de 12 de abril, por el que se aprueba el texto refundido de la Ley de Propiedad Intelectual, regularizando, aclarando y armonizando las disposiciones legales vigentes sobre la materia), modificado por la Ley 2/2019, de 1 de marzo.

Igualmente asumo, ante a la Universidad de Málaga y ante cualquier otra instancia, la responsabilidad que pudiera derivarse en caso de plagio de contenidos en la tesis presentada, conforme al ordenamiento jurídico vigente.

En Málaga, a 5 de mayo de 2023.

Fdo.: Doctorando/a	Fdo.: Tutor/a
Fdo.: Director/es de tesis	

AUTORIZACIÓN PARA LA LECTURA DE LA TESIS

D. Manuel Alejandro Sánchez Cruces y D. Pablo López Crespo, Doctores del Área de Ciencia de Materiales e Ingeniería Metalúrgica, de la Universidad de Málaga, como Directores de la Tesis Doctoral titulada: “ESTIMACIÓN DE LA ZONA PLÁSTICA EN TORNO A GRIETAS DE FATIGA VIA MICROINDENTACIÓN”, presentada por Dña. M^a Cristina López Crespo en la ESCUELA DE INGENIERÍAS INDUSTRIALES de la UNIVERSIDAD DE MÁLAGA para la obtención del Grado de Doctor. Y Dña. Belén Moreno Morales, Doctora del Área de Ciencia de Materiales e Ingeniería Metalúrgica, de la Universidad de Málaga, como Tutora de la Tesis Doctoral.

Hacen constar que dicha tesis queda avalada por el artículo de investigación: “ESTIMATION OF THE PLASTIC ZONE IN FATIGUE VIA MICRO-INDENTATION” no presentado con anterioridad en otra tesis. Cumpliendo así las condiciones necesarias para su defensa ante el tribunal que designe la Comisión de Doctorado de la Universidad de Málaga.

En Málaga, mayo de 2023

*Fdo: M^a Cristina López Crespo
Estudiante de doctorado*

*Fdo: Manuel Alejandro
Sánchez Cruces
Co-director*

*Fdo: Pablo López
Crespo
Co-director*

*Fdo: M^a Belén
Moreno Morales
Tutora*



INFORMACIÓN SOBRE EL ARTÍCULO PUBLICADO QUE AVALA LA TESIS DOCTORAL

D./Dña M^a Cristina López Crespo

Estudiante del programa de doctorado Ingeniería Mecánica y Eficiencia Energética de la Universidad de Málaga, autor/a de la tesis, presentada para la obtención del título de doctor por la Universidad de Málaga, titulada: Estimación de la zona plástica en torno a grietas de fatiga via microindentación /Quantification of the fatigue crack plastic zone via micro-indentation

Realizada bajo la tutorización de M^a Belén Moreno Morales y dirección de Manuel Alejandro Sánchez Cruces y Pablo López Crespo

DECLARO QUE:

La tesis presentada está avalada por el artículo de investigación:

"Estimation of the plastic zone in fatigue via micro-indentation" C. Lopez-Crespo, A. S. Cruces, S. Seitl, B. Moreno, P. Lopez-Crespo. *Materials*, 2021, v. 14, 5885, doi.org/10.3390/ma14195885

No presentado con anterioridad en otra tesis. La revista *Materials* está indexada en *Journal Citation Reports*, con un Factor de Impacto de 3.748, y posición Q1 en la categoría *Metallurgy & Metallurgical Engineering* en el año 2021.

En Málaga, a 5 de mayo de 2023.

Fdo.: Doctorando/a	Fdo.: Tutor/a
Fdo.: Director/es de tesis	

Índice

.....	2
Índice.....	3
Lista de Tablas / List of Tables.....	5
Lista de Figuras / List of Figures.....	7
Nomenclatura / Nomenclature.....	10
Abreviaturas / Abbreviations.....	12
Agradecimientos	14
1. Resumen	15
2. Abstract.....	16
2.1 Background and structure of the thesis	16
2.2 Literature review.....	20
2.3 Materials and methods	23
2.4 Microindentation technique	26
2.5 Results and discussion	33
3. Antecedentes y estructura de la tesis.....	40
3.1 Contexto académico e industrial.....	40
3.2 Motivación y objetivos de la investigación.....	40
3.3 Objetivos.....	49
3.4 Estructura de la tesis	49
4. Revisión bibliográfica	51
5. Materiales y métodos	60
5.1. Material utilizado: Aleación de aluminio 2024-T351	60
5.2. Ensayos de fatiga	62
6. Técnica de microindentación.....	64
6.1. Descripción del procedimiento experimental de microindentación.	64
6.2. Análisis de sensibilidad.....	66
7. Resultados y discusión	72
7.1. Estimación de la zona plástica	72

7.2.	Análisis preliminar en el acero S355	81
8.	Conclusiones y líneas futuras de investigación	84
9.	Conclusions and future topics for research.....	87
10.	Referencias / References	90

Lista de Tablas / List of Tables

Tabla 1. Composición química en peso de la aleación de aluminio 2024-T351	24
Table 1. Chemical composition by weight of aluminium alloy 2024-T351.....	24
Tabla 2. Propiedades monotónicas de la aleación de aluminio 2024-T351 obtenidas en el ensayo uniaxial de tracción.....	24
Table 2. Monotonic properties of the 2024-T351 aluminium alloy obtained in the uniaxial tensile test.	24
Tabla 3. Parámetros de fatiga utilizados en las tres probetas.....	26
Table 3. Fatigue parameters used in the three specimens.	26
Tabla 4. Resumen de los tamaños de las zonas plásticas estimados experimentalmente con microindentación (PZ_{exp}) y calculados teóricamente siguiendo el modelo de Westergaard (PZ_{theo}).	39
Table 4. Summary of the sizes of the plastic zones estimated experimentally with microindentation (PZ_{exp}) and calculated theoretically following the Westergaard model (PZ_{theo}).	39
Tabla 5. Resumen de las técnicas para la caracterización de la zona plástica, con su tipología y referencia.	58
Table 5. Summary of the techniques used to characterize the plastic zone, together the type (invasive or non invasive) and the reference of each technique.	58
Tabla 6. Composición química en peso de la aleación de aluminio 2024-T351	61
Table 6. Chemical composition by weight of aluminium alloy 2024-T351.....	61
Tabla 7. Propiedades monotónicas de la aleación de aluminio 2024-T351 obtenidas en el ensayo uniaxial de tracción.....	62
Table 7. Monotonic properties of the 2024-T351 aluminium alloy obtained in the uniaxial tensile test.	62
Tabla 8. Parámetros de fatiga utilizados en las tres probetas.....	63
Table 8. Fatigue parameters used in the three specimens.	63
Tabla 9. Resumen de los tamaños de las zonas plásticas estimados experimentalmente con microindentación (PZ_{exp}) y calculados teóricamente siguiendo el modelo de Westergaard (PZ_{theo}).....	80

Table 9. Summary of the sizes of the plastic zones estimated experimentally with microindentation (PZ_{exp}) and calculated theoretically following the Westergaard model (PZ_{theo}).
.....80

Lista de Figuras / List of Figures

Figura 1. Curva de comportamiento tensión-deformación obtenida con el ensayo uniaxial de tracción de la aleación de aluminio 2024-T351.....	24
Figure 1. Monotonic stress-strain curve of 2024-T351 aluminium alloy obtained from the uniaxial tensile test.....	24
Figura 2. Micrografía óptica de la aleación de aluminio 2024-T351 que muestra las dos fases principales.	25
Figure 2. Optical micrograph of the 2024-T351 aluminium alloy showing the two main phases.....	25
Figura 3. Geometría de tensión compacta (CT) de la probeta, fabricada según la norma ASTM	26
Figure 3. Compact stress-strain (CT) geometry of the specimen, manufactured according to ASTM standard	26
Figura 4. Muestra de TC lista para ser cortada con una hoja de sierra circular.....	28
Figure 4. CT specimen ready to be cut with a circular saw blade.....	28
Figura 5: Diferentes indentaciones observadas en distintos acabados superficiales.....	30
Figure 5: Different indentations observed on different surface finishes.....	30
Figura 6. Mediciones de dureza media obtenidas con el ensayo de microdureza Vickers a lo largo de la dirección de crecimiento de la grieta para diferentes acabados superficiales	32
Figure 6: Average hardness measurements obtained with the Vickers microhardness test along the crack growth direction for different surface finishes	32
Figura 7. Mediciones de dureza media obtenidas con el ensayo de microdureza Vickers a lo largo de la dirección de apertura de la grieta para diferentes acabados superficiales	32
Figure 7. Average hardness measurements obtained by Vickers microhardness testing along the crack opening direction for different surface finishes	32
Figura 8. Mapas de contorno 2D de la microdureza alrededor de la punta de la grieta para las tres muestras	35
Figure 8. 2D contour maps of the microhardness around the crack tip for the three samples.....	35
Figura 9. Perfil de microdureza tomado a lo largo de la dirección de crecimiento de la grieta para P1 simple ($\Delta K=9,91\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$).....	37

Figure 9. Microhardness profile taken along the crack growth direction for single P1 ($\Delta K=9.91\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$).	37
Figura 10: Perfil de microdureza tomado a lo largo de la dirección de crecimiento de la grieta para P2 simple ($\Delta K=20,61\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$).	38
Figure 10: Microhardness profile taken along the crack growth direction for P2 single ($\Delta K=20.61\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$).	38
Figura 11. Perfil de microdureza tomado a lo largo de la dirección de crecimiento de la grieta para P3 simple ($\Delta K=30,23\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$).	38
Figure 11: Microhardness profile taken along the crack growth direction for P3 single ($\Delta K=30.23\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$).	38
Figura 12. Curva de comportamiento tensión-deformación obtenida con el ensayo uniaxial de tracción de la aleación de aluminio 2024-T351.	61
Figure 12. Monotonic stress-strain curve of 2024-T351 aluminium alloy obtained from the uniaxial tensile test.	61
Figura 13. Micrografía óptica de la aleación de aluminio 2024-T351 que muestra las dos fases principales.	62
Figure 13. Optical micrograph of the 2024-T351 aluminium alloy showing the two main phases.	62
Figura 14. Geometría de tensión compacta (CT) de la probeta, fabricada según la norma ASTM	63
Figure 14. Compact stress-strain (CT) geometry of the specimen, manufactured according to ASTM standard	63
Figura 15. Muestra de TC lista para ser cortada con una hoja de sierra circular.	65
Figure 15. CT specimen ready to be cut with a circular saw blade	65
Figura 16: Diferentes indentaciones observadas en distintos acabados superficiales.	68
Figure 16: Different indentations observed on different surface finishes	68
Figura 17. Mediciones de dureza media obtenidas con el ensayo de microdureza Vickers a lo largo de la dirección de crecimiento de la grieta para diferentes acabados superficiales	69
Figure 17: Average hardness measurements obtained with the Vickers microhardness test along the crack growth direction for different surface finishes	69
Figura 18. Mediciones de dureza media obtenidas con el ensayo de microdureza Vickers a lo largo de la dirección de apertura de la grieta para diferentes acabados superficiales	70

Figure 18. Average hardness measurements obtained by Vickers microhardness testing along the crack opening direction for different surface finishes.....	70
Figura 19. Composición de micrografías tipo mosaico mostrando las indentaciones realizadas para la probeta P1.....	72
Figure 19. Mosaic composition of micrographs showing the indentations applied to sample P1..	72
Figura 20. Mapas de contorno 2D de la microdureza alrededor de la punta de la grieta para las tres muestras	74
Figure 20. 2D contour maps of the microhardness around the crack tip for the three samples..	74
Figura 21. Perfil de microdureza tomado a lo largo de la dirección de crecimiento de la grieta para P1 simple ($\Delta K=9,91\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$).....	78
Figure 21. Microhardness profile taken along the crack growth direction for single P1 ($\Delta K=9.91\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$).	78
Figura 22: Perfil de microdureza tomado a lo largo de la dirección de crecimiento de la grieta para P2 simple ($\Delta K=20,61\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$).....	78
Figure 22: Microhardness profile taken along the crack growth direction for P2 single ($\Delta K=20.61\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$).	78
Figura 23. Perfil de microdureza tomado a lo largo de la dirección de crecimiento de la grieta para P3 simple ($\Delta K=30,23\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$).....	79
Figure 23: Microhardness profile taken along the crack growth direction for P3 single ($\Delta K=30.23\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$)	79
Figura 24. Mapa de contorno 2D de la microdureza alrededor de la punta de la grieta en un acero S355. Las coordenadas de la punta de la grieta están situadas en (0, 0).	82
Figure 24. 2D contour map of the microhardness around the crack tip in an S355 steel. The crack tip coordinates are located at (0, 0).....	82
Figura 25. Curvas de comportamiento tensión-deformación obtenida con el ensayo uniaxial de tracción de la aleación de aluminio 2024-T351 y del acero S355.	83
Figure 25. Monotonic stress-strain curves of 2024-T351 aluminium alloy and S355 steel obtained from the uniaxial tensile test.	83

Nomenclatura / Nomenclature.

Curva K-R	Resistencia a la extensión de la grieta
E	Módulo de Young
ΔK	Rango de factores de intensidad de la tensión
ΔK_I	Rango del factor de intensidad de la tensión en el modo I
K_I	Factor de intensidad de la tensión aplicada
ΔK_{eff}	rango de intensidad de la tensión efectiva
K_t	Factor de concentración de tensiones
HV	dureza Vickers
P	fuerza aplicada con el microindentador
d	media de las diagonales medidas en las indentaciones.
r y θ	coordenadas polares con respecto a la punta de la grieta
σ_u/σ_y	relación de endurecimiento por deformación
σ_y	tensión de elasticidad
n	valor del exponente de endurecimiento por deformación
ε	deformación uniaxial
σ	tensión uniaxial
r_p	radio de la zona plástica
PZ_{exp}	Tamaños de las zonas plásticas estimados experimentalmente con microindentación
PZ_{theo}	Tamaños de las zonas plásticas calculados teóricamente siguiendo el modelo de Westergaard

K-R curve	Crack extension resistance
E	Young's modulus
ΔK	Range of stress intensity factors
ΔK_I	Range of stress intensity factor in mode I
K_I	Applied stress intensity factor
ΔK_{eff}	effective stress intensity range.
K_t	Stress concentration factor
HV	Vickers hardness
P	force applied with the microindenter
d	mean of the measured diagonals in the indentations.
r and θ	polar coordinates with respect to the crack tip
σ_u/σ_y	strain hardening ratio
σ_y	yield stress
n	strain hardening exponent value
ε	uniaxial strain
σ	uniaxial stress
r_p	radius of the plastic zone
PZ_{exp}	Experimentally estimated plastic zone sizes with microindentation.
PZ_{theo}	Plastic zone sizes calculated theoretically following the Westergaard model

Abreviaturas / Abbreviations.

CT	Compact Tension
2D	Dos dimensiones
3D	Tres dimensiones
SSY	flexibilidad a pequeña escala (Small Scale Yielding)
LSY	flexibilidad a gran escala (Large Scale Yielding)
UMA	Universidad de Málaga
IESPJM	Instituto de Educación Secundaria Politécnico Jesús Marín
EII	Escuela de Ingenierías Industriales
TSA	técnica de Análisis de Tensión Termoelástica (Thermoelastic Stress Analysis)
BSEIA	análisis de imagen de electrones retrodispersados (backscattered electron image analysis)
DFT	procesamiento por transformada discreta de Fourier (discrete Fourier transform)
DIC	Correlación de Imagen Digital (Digital Image Correlation)
TEM	Microscopio Electrónico de Transmisión (Transmission Electron Microscope)
SEM	Microscopio Electrónico de Barrido (Scanning Electron Microscope)
EDS	espectroscopia de energía dispersiva de rayos X (Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy)
FE-SEM	Microscopio Electrónico de Barrido de Emisión de Campo (Field Emission Scanning Electron Microscope)
SACP	método patrón de canal de la zona seleccionada (Selected Area Channel Pattern)

ECCI	método de Imagen de Contraste por Canalización de Electrones
CT	Compact Tension
2D	Two-dimensional
3D	Three dimensional
SSY	Small Scale Yielding
LSY	Large Scale Yielding
UMA	University of Malaga
IESPJM	Jesús Marín Polytechnic Institute of Secondary Education
EII	School of Industrial Engineering
TSA	Thermoelastic Stress Analysis technique
BSEIA	backscattered electron image analysis
DFT	Discrete Fourier transform processing
DIC	Digital Image Correlation
TEM	Transmission Electron Microscope
SEM	Scanning Electron Microscope
EDS	Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy
FE-SEM	Field Emission Scanning Electron Microscope
SACP	Selected Area Channel Pattern method
ECCI	Electron Channel Contrast Imaging method

Agradecimientos

Deseo agradecer primeramente a mis directores de tesis Manuel Alejandro Sánchez Cruces y Pablo López Crespo por el apoyo y la confianza que me han dado durante estos años, por haberme despertado el interés por la investigación y brindarme la oportunidad de poder participar en ella. Deseo agradecer también la ayuda y soporte a nivel personal, institucional, académico y de laboratorio, a Miguel Ángel Luque Lama, responsable de mi trabajo de investigación en el Instituto de Educación Secundaria Politécnico Jesús Marín de Málaga, por su continuo apoyo y la puesta a disposición de un gran número de recursos tanto materiales como personales durante todos estos años. También deseo agradecerle al profesor Stanislav Seitl el apoyo dado durante mi estancia en Brno, por todas sus ayudas y consejos y permitirme acceder a varias herramientas claves para el estudio del comportamiento de materiales.

A los compañeros del grupo de investigación de fatiga en la universidad por sus consejos en el laboratorio, así como el resto de técnicos, que de buen grado me han ayudado en todo lo que ha estado en su mano. A los compañeros y técnicos del Instituto Politécnico, en especial a José María de Torres Rodríguez, por su paciencia para mostrarme las distintas herramientas aplicadas a la caracterización de materiales.

1. Resumen

El conocimiento preciso de la zona plástica en las grietas de fatiga es una forma muy directa y eficaz de cuantificar el daño en componentes que están sometidos a cargas cíclicas tales como los usados en la industria de la automoción. En este trabajo se propone una caracterización experimental ultrafina de la zona plástica basada en microindentaciones de Vickers. La metodología se aplica a diferentes probetas Compact Tension (CT) de la aleación de aluminio 2024-T351, utilizada normalmente en las industrias de la automoción y la aeronáutica. Las probetas se han sometido a un factor de intensidad de tensiones creciente. El trabajo experimental y el análisis de sensibilidad determinaron que el pulido óptimo de la superficie para conseguir un resultado lo más preciso posible, a través de la presente metodología, se trata de un acabado superficial de 3 μm y con una aplicación de una carga de 25 gramos de fuerza durante 15 segundos. Dichos parámetros producen los mejores resultados en términos de resolución y calidad de los datos. La metodología permite visualizar el tamaño y la forma de las zonas plásticas, tanto la zona cíclica como la zona monotonica, mediante mapas de contorno 2D. La comparación con el modelo analítico de Westergaard indica que la metodología, en general, sobreestima la zona plástica. La comparación con un acero con un contenido bajo en carbono S355 sugiere que la metodología funciona mejor para las aleaciones que presentan una alta relación de endurecimiento por deformación.

2. Abstract

2.1 Background and structure of the thesis

Academic and industrial context

This doctoral thesis was developed in the context of a collaboration between the University of Málaga (UMA) and the Instituto de Educación Secundaria Politécnico Jesús Marín. The work presented here is part of a larger project entitled "Characterisation and prediction of fatigue failure in automotive components".

Motivation and research objectives

Material fatigue is a process of premature failure or damage of materials subjected to varying loads [1]. Fatigue failure is the most important cause of in-service failure in the automotive industry [2]. Thus, moving components such as crankshafts, camshafts, pistons, bearings, etc. often suffer violent fracture caused by fatigue [3]. For this reason, the knowledge and prediction of fatigue failures in vehicle components is critical for automotive safety [4].

Fatigue failure occurs in mechanical components and moving parts subjected to time-varying dynamic loads. Under these conditions, material fracture can occur under loads considerably below the material strength (yield strength and ultimate strength) and suddenly [2]. Fatigue failure is one of the main causes of failure in the automotive industry and can occur as a consequence of material imperfections, design discontinuities, unexpected loads, thermal stress or fatigue. Among these, fatigue is the main cause of crack growth leading to structural failure [15]. Therefore, knowledge of fatigue crack growth is critical from the point of view of the structural integrity of vehicles.

Fatigue cracks initiate due to the movement of dislocations that form slip bands leading to crack nucleation, micro-crack growth and finally to the ultimate fracture of the component. The fatigue process consists of two periods, crack initiation and crack growth. The fatigue prediction methods are different for these two periods. The stress concentration factor K_t is used for crack initiation stage predictions, while the stress

intensity factor ΔK is used for fatigue crack growth predictions, where ΔK is the difference between the maximum and minimum stress intensity factors during a particular loading cycle ($\Delta K = K_{\max} - K_{\min}$).

Paris' law is the most widely used model for predicting fatigue crack growth. The law assumes that (i) the material is uniformly homogeneous, which is unrealistic, and (ii) the stress and strain at the crack tip are independent of the sample thickness, which is not correct. In theory, Paris' law is satisfied when crack propagation is controlled by the elastic deformation around the crack tip.

However, in practice, plastic deformation is always present in the vicinity of the stressed crack tip in ductile metallic materials. The concentration of stresses at the tip of a crack growing under cyclic loading generates local plasticisation. The size and shape of the plastic zone is a direct measure of the damage occurring at the crack tip. Consequently, precise knowledge of the evolution of the plastic zone could be extremely useful in quantifying damage in materials. For example, the size of the plastic zone could be used to estimate the fracture toughness of materials [18].

It is extremely complex to provide an adequate description of the size and shape of the plastic zone that takes into account the combined influence of stress state, loading types, crack length, dislocation density, material properties and dimensions. For this reason, the best known models in the literature have adopted only one of two approaches. Either they provide an approximation of size with a selected shape, e.g. the Irwin and Dugdale approaches, or they provide an impression of shape but retain the first approximation of size derived from the Von Mises or Tresca creep criteria. Research to date has tended to focus on the measurement of the plastic zone parallel to the direction of crack growth; however, little attention has been paid to characterising the plastic zone perpendicular to the direction of crack growth and determining the area of the plastic zone.

Given the key role of the plastic zone in understanding the damage caused in the zone in front of a fatigue crack, it seems logical to use the size and shape of the plastic zone as a gold standard to validate different types of numerical models based on the two-dimensional, 2D, and three-dimensional, 3D, finite element method [75-77], extended finite element method [78,79] or crystal plasticity finite element modelling [80,81]. This validation would clearly be more direct and therefore more reliable than the use

of other fatigue and fracture parameters that can only be calculated after processing the stress, strain or displacement data.

One method to experimentally characterise the plastic zone is to measure the hardness in different zones around the crack tip [89]. The volume of material within the plastic zone is plastically deformed and thus hardens. This increase in hardness can be detected with Vickers indentations [90]. This method has been used in previous studies because it is simple and based on direct measurements of a material property. Early work measured hardness along a straight line, which usually coincided with the direction of crack growth on Single Edge Notched Tension specimens [91, 92]. These results used about 20 measurement points to characterise the crack tip. Subsequent research focused on a number of issues related to both material and techniques. These include: the effect of using very low loading, the effect of microstructure [89], the effect of high temperatures in the plastic zone [93] or the influence of specimen geometry on the plastic zone [94]. However, the characterisation of the plastic zone was based on the measurement of the hardness along a straight line with the same direction as that of crack growth. In subsequent tests, the methodology was extended to four different directions [97, 98]. The measurements consisted of measuring the hardness radially from the crack tip. This allowed the study of relatively large plastic zones, but the data did not allow the generation of 2D maps.

To the authors' knowledge, only Bhattacharyya and co-authors [99] have performed a two-dimensional study of the plastic zone. In that study, 2D maps of the plastic zone in a bearing steel (M-50 NiL) were generated. In contrast to the present work, the plastic zone was not generated by the effect of a crack, but was referred to the plastic zone affected by rolling contact fatigue.

All the aforementioned works are based on few hardness measurements and do not allow for an adequate characterisation of the plastic zone. In addition, none of the previous works provides enough experimental details for the method to be reproduced in other materials and conditions. In this work we propose an improvement on previous work. We perform an ultra-fine experimental characterisation of the plastic zone based on micro-indentations and propose a criterion to identify the boundary between plastic and elastic behaviour.

On the other hand, numerous experimental details are provided so that the method can be reproduced in other laboratories, provided that static hardness measurement systems are available.

Objectives

The aim of the research is to experimentally and ultra-fine characterise the plastic zone based on micro-indentations and to propose a criterion for identifying the boundary between plastic and elastic behaviour.

To achieve this primary objective, the following tasks or sub-objectives are proposed:

- (1) Characterise the experimental plastic zone based on micro-indentations.
- (2) To develop an experimental methodology for the characterisation of the plastic zone.
- (3) To describe in detail the experimental work so that the method can be reproduced in other laboratories.
- (4) Perform a sensitivity analysis of the key experimental parameters, which have an effect on the microindentation measurements to estimate the plastic zone under optimal conditions.

Structure of the thesis

This thesis focuses on the experimental ultra-fine characterisation of the plastic zone to quantify damage in materials and to predict fracture instability. The content and order of the different chapters were defined to comply with the University of Malaga format requirements. The current *Chapter 2. Abstract* is an extended abstract including a summary of the entire thesis. This chapter is divided into 5 different sub-sections. Sub-section 2.1 includes a description of the context of this PhD from the academic and industrial point of views, a description of the motivation and research objectives, a concise list of the objectives pursued during this work and a explanation of the content of the thesis. In this section the research carried out is placed and justified; the objectives are established and the structure of the thesis is defined. This section also includes a historical overview from the first works in which fatigue was identified, through the process of fatigue crack formation, models for predicting crack formation, the plastic deformation generated around the crack tip and its influence on the

evolution of the crack itself, and models to determine the extent of the plastic zone. This sub-section also describes the concept of crack closure and crack growth delay mechanisms following overloading. Sub-section 2.2 includes the review of the literature related to this research. Here we review the different techniques to characterise the plastic zone experimentally and numerically, as well as methods to detect cracks in aircraft structures and engines. This chapter then compares two widely used techniques of full-field stress fields (TSA - Thermoelastic Stress Analysis) and displacement fields (DIC - Digital Image Correlation). Next, advances in this field of research are described, thanks to the Transmission Electron Microscope (TEM), Scanning Electron Microscope (SEM) and X-ray diffraction. Sub-section 2.3 describes the materials and methods employed. First of all, the material is described, both in terms of the main mechanical properties and the microstructure. This is followed by an explanation of the fatigue tests to which the samples were subjected. Sub-section 2.4 describes the experimental methods used, in particular the microindentation procedure. This explanation is complemented by a sensitivity analysis of the key experimental parameters, which have an effect on the microindentation measurements to estimate the plastic zone. Sub-section 2.5 presents the microindentation results for the different samples, calculates the theoretical plastic zone, compares the experimental and theoretical models and discusses them. The results of a preliminary analysis on a steel are then shown, following the same procedure as for aluminium. Following the requirements of the University of Malaga, the main conclusions are drawn and recommendations for future work are given in Chapter 9, some 50 pages after the previous section in English. Chapter 10 lists the references cited in the text. Additional details of all sections are given in the Spanish chapters.

2.2 Literature review

Various tools and techniques are available to experimentally measure fatigue crack extension and the plastic zone surrounding the fatigue crack. This is an essential step in order to accurately determine crack growth rates. Some of these techniques include acoustic emission, electrical and compliance methods [100].

The classical techniques are microhardness, etching, recrystallisation and strain gauges [24].

The microhardness measurement technique consists of performing hardness indentations ahead of or around the crack tip and determining the elastic-plastic limit as a sudden variation in hardness [105, 106].

Hahn and Rosenfield used an etching technique and observed dark and light etched regions in deformed and undeformed regions of the material [24]. Although the etching technique allowed direct measurement of the size and shape of the plastic zone, it is time-consuming and the etching conditions have to be determined separately for each material.

The recrystallisation method is based on the principle that the recrystallisation temperature depends on the amount of strain energy stored in a material. However, this technique cannot detect deformations of less than 2% [107,108].

The deformed grain method is applicable to materials with very fine grains. The deformed grains are observed with an optical microscope and the change in the aspect ratios of the grains is used to calculate the amount of deformation and determine the limits of the plastic zone, since the grains will not deform outside the plastic zone when the sample is released [24].

The strain gauge method can be used in the course of a test, but has not been widely used to measure the strain field around the crack tip due to the finite dimensions of the gauges [23]. Because of this, the starting signal represents the average strain along the length of the gauge and not at the specific point. These measurements are far away from the crack tip and their interpretation is not straightforward.

There are some non-invasive techniques that could be used to find the plastic zone, such as optical interference microscopy, Moiré interferometry, laser stippling or diffraction peak broadening detection. Many researchers have used optical methods to characterise fatigue crack growth, with DIC probably being the most popular optical technique due to its advantages. The plastic zone around fatigue cracks has been recently studied by DIC [109]. The methodology employed the strain maps generated by DIC to estimate the plastic zone. In these maps, the plastic zone boundaries were identified as the points with strain values matchin the yield strain. This DIC method

has some advantages, disadvantages and similarities, as compared to the method presented in this thesis. On the one hand, it allows estimating the plastic zone in a much faster fashion than with the micro-indentation method. On the other hand, the plastic zone can only be estimated with the previously described DIC method [109] while applying load to the specimen. Micro-indentation can be used to estimate the plastic zone without the need of having the specimen under load during the test, i.e. can be used *ex situ*. Both techniques are referred to the surface and so they produce realistic estimations of the plastic zone through the thickness only for thin specimens. For thick specimens with predominantly plane strain conditions, both methods can only provide information regarding the superficial plastic zone and cannot produce an accurate characterisation of the plastic zone in the regions far away from the surface (i.e. in the bulk of the specimen). The idea of using hardness measurements for characterising the plastic zone in this thesis was formulated because previous researches on the topic were relatively basic and could not provide sufficiently accurate estimations of the plastic zone. The first works performed hardness measurements along a line that normally coincided with the crack growing direction [41], [92]. In those early studies around 20 data points were taken to characterise the crack tip field. Subsequent works analysed the effect of different conditions on the plastic zone [89], [93], [94] but were still based on hardness measurements along single directions. Next, some researchers applied the method to few lines [97,98] that were still not enough to fully characterise the plastic zone. This is the first work that generates high-resolution 2D maps of the plastic zone around a fatigue crack based on micro-hardness measurements. The resolution achieved is comparable to much higher spec experimental systems. Moreover, the description of the experimental work was minimal in all previous works and did not allow the method to be easily reproduced in other materials and conditions. We believe this is another strong point of the current work. Plenty of experimental detail is provided in this thesis so that the method can be reproduced without difficulty in other laboratories. In addition, the work described in this thesis is based on a relatively simple, inexpensive and easy to use system. This is one of its main advantages and makes it potentially very interesting for a number of industries that do not necessarily have highly qualified staff. Moreover, this is the first time that a detailed sensitivity analysis is performed to study in detail the main influences in the procedure.

2.3 Materials and methods

This chapter will specify the two materials used in the tests. Then, the fatigue tests to which the different specimens have been subjected will be described.

2.3.1 Material used: Aluminium alloy 2024-T351

The main material used in this thesis has been aluminium alloy 2024-T351. This material has been selected due to its applications in the automotive industry [151-153] as well as other industries such as aeronautics [154-155]. The great impact caused by fatigue failures in the automotive industry is undoubted, in view of the large number of published works that try to explain and characterise different aspects of fatigue [9,156,157]. The chemical composition of the aluminium alloy used is summarised in table 1. The tensile test curve of the material is shown in Fig. 1. The mechanical properties of the alloy are given in Table 2 and the strain hardening ratio (σ_u/σ_y) is 1.31.

A micrograph showing the microstructure is presented in Fig. 2, recording a grain size of approximately 74 μm [158]. The grains appeared to be elongated in the vertical direction shown in Fig. 2. The vertical direction in Fig. 2 is the rolling direction used for manufacturing the original plate from which the specimens were cut. The microstructure is mostly formed by the α -phase with the intermetallic compound θ' (AlCu_2) as precipitate. These precipitates are a consequence of the heat treatment applied to the alloy and cause the increase of strength and hardness in the alloy. The average size of the precipitates is 6.8 μm and 8.6 μm in the crack growth direction and crack opening direction, respectively.

Tabla 1. Composición química en peso de la aleación de aluminio 2024-T351, facilitada por el fabricante. El resto es Al. (en peso %).

Table 1. Chemical composition by weight of aluminium alloy 2024-T351, provided by the manufacturer. The remainder is Al (by weight %)

Mn	Si	Cr	Cu	Zn	Pb	Fe	Ti	Mg
0.650	0.070	0.010	4.570	0.060	0.004	0.120	0.039	1.500

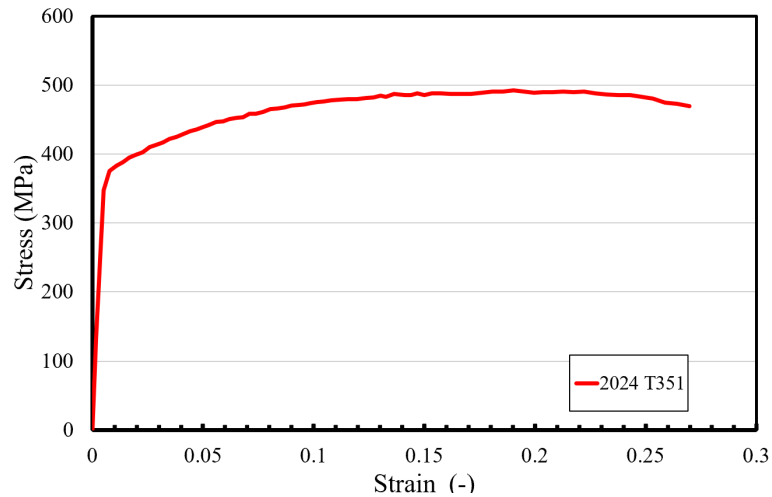


Figura 1. Curva de comportamiento tensión-deformación obtenida con el ensayo uniaxial de tracción de la aleación de aluminio 2024-T351.

Figure 1. Monotonic stress-strain curve of 2024-T351 aluminium alloy obtained from the uniaxial tensile test.

Tabla 2. Propiedades monotónicas de la aleación de aluminio 2024-T351 obtenidas en el ensayo uniaxial de tracción.

Table 2. Monotonic properties of the 2024-T351 aluminium alloy obtained in the uniaxial tensile test.

Yield stress, σ_y	375 MPa
Ultimate tensile stress, σ_u	492 MPa
Young's modulus, E	73 GPa

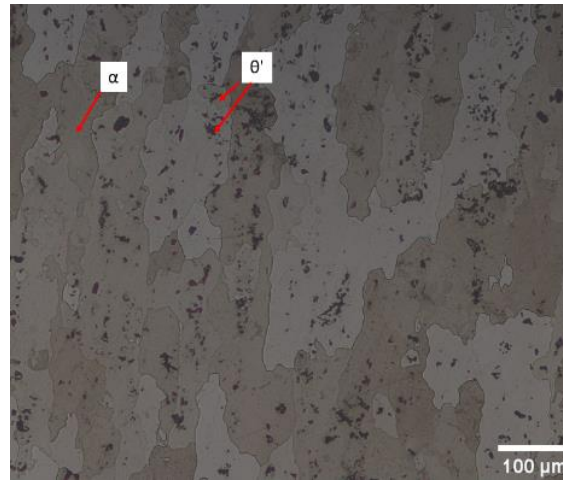


Figura 2. Micrografía óptica de la aleación de aluminio 2024-T351 que muestra las dos fases principales.

Figure 2. Optical micrograph of the 2024-T351 aluminium alloy showing the two main phases.

2.3.2 Fatigue tests

Three compact tension (CT) specimens were used for the fatigue tests. A schematic of the shape and dimensions of the specimens is shown in Fig. 3. The vertical direction from the micrograph (Fig. 2) coincided with the crack growing direction, while the crack opening direction on the CT specimen was the horizontal direction in the micrograph (Fig. 2). The initial crack length (Fig. 3) is 11 mm. The fatigue parameters are summarised in Table 3. Cyclic loading of the specimens was performed on an Instron 8501 loading machine. The loading ratio, R , was 0.1 for all specimens, and the loading frequency was 20 Hz during all tests. The maximum applied load was 2.1 kN in all cases. The different stress intensity factors (ΔK) were achieved by testing different crack lengths. The crack length was monitored with the help of a 5MP Limes CCD camera. The specimens were subjected to a constant load amplitude and an increasing ΔK . The number of cycles required to reach the crack length described in Table 3 was 40300 cycles, 612000 cycles and 646000 cycles for specimens S1, S2 and S3, respectively. By choosing three different crack lengths, the versatility of the methodology in that range of crack lengths is also verified.

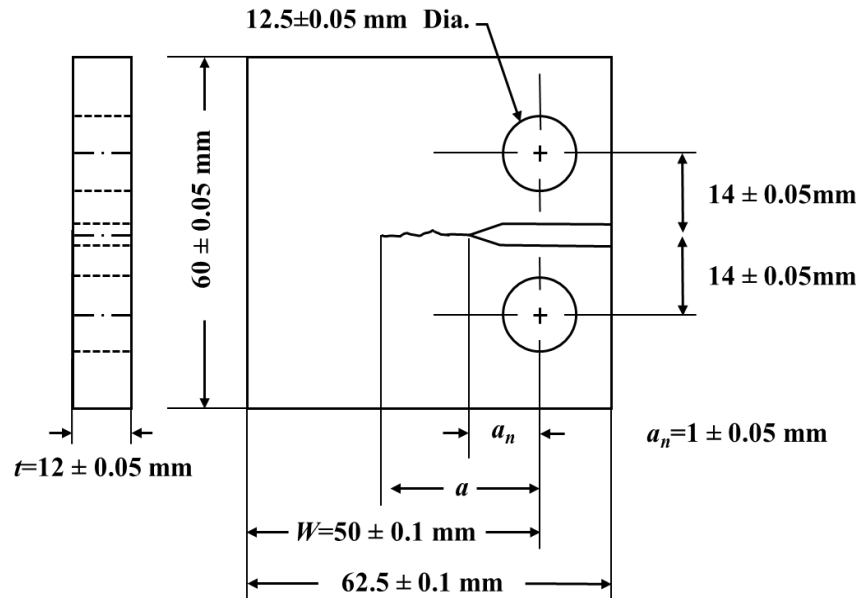


Figura 3. Geometría de tensión compacta (CT) de la probeta, fabricada según la norma ASTM [159].

Figure 3. Compact stress-strain (CT) geometry of the specimen, manufactured according to ASTM standard [159].

Tabla 3. Parámetros de fatiga utilizados en las tres probetas.

Table 3. Fatigue parameters used in the three specimens.

Specimen ID	a, mm	ΔK_I , MPa \sqrt{m}
S1	30.40	9.91
S2	37.61	20.61
S3	40.25	30.23

2.4 Microindentation technique

2.4.1 Description of the microindentation experimental procedure

The microindentation tests were carried out according to the ASTM standard [160]. A Matsuzawa MXT-70 microhardness tester was used for this purpose. The Vickers microhardness, HV, was measured with the tester, according to the following expression [160]:

$$HV = 1854.4 \frac{P}{a^2} \quad (1)$$

where P is the force applied with the microindenter and d is the average of the measured diagonals in the indentations. The diagonals in the indentation were measured with a 24 MP EOS 2000D digital camera attached to a Nikon Epiphot 280 optical microscope. The measurements were performed with the open source software ImageJ [161]. This is a relatively low specification system in the sense that it is unexpensive and relatively simple. There exist more modern hardness systems in the market that allow higher resolution and better accuracy. If higher-end microscopes and imaging systems are used, the quality of the readings can be improved. However, by using relatively simple arrays such as the configuration described, a more accurate plastic zone analysis is achieved than in previous studies [90,93,97,98]. This relatively simple configuration also allows the methodology to be used by workshops and industries not involved in research but severely affected by fatigue failures, such as the automotive industry.

One of the advantages of the current procedure is its low cost, which is not linked to low estimation resolution. To achieve the highest possible resolution, the crack tip region of the sample must be polished to a submicron degree. It is very difficult to achieve such a fine finish over the entire surface of the sample, so it is necessary to cut out a fragment of the sample. This is in contrast to recent work where the plastic zone has been determined by indentation measurements taken directly on the specimen [98]. The fragment under study must be significantly larger than the plastic zone so that the procedure does not distort the estimation results. Special care must be taken when cutting the specimen so as not to introduce additional plasticity into the specimen. In the current setup, the fragment was obtained by cutting it with a circular saw blade. The configuration required the assembly to be held firmly. The grip is obtained with a lever (see Fig. 4). A very strong grip in the crack opening direction near the holes (see Fig. 4.a) could induce some plastic deformation around the crack tip. The solution used in this case was to place the specimen in a vertical position (Fig. 4.b) so that the gripping force would not induce any additional load along the crack opening direction.

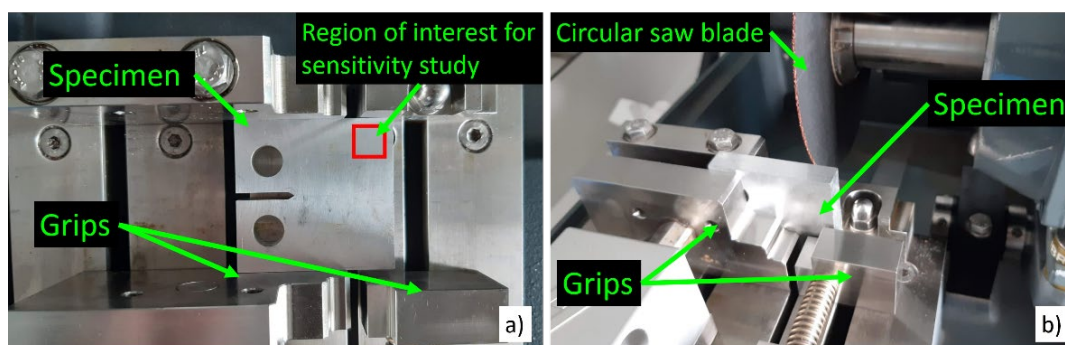


Figura 4. Muestra de TC lista para ser cortada con una hoja de sierra circular. (a) El agarre podría inducir una fuerza en la dirección de apertura de la grieta. (b) El agarre no induce ninguna carga que pueda afectar a la zona plástica de la grieta de fatiga.

Figure 4. CT specimen ready to be cut with a circular saw blade. (a) The grip could induce a force in the crack opening direction. (b) The grip does not induce any load that could affect the plastic zone of the fatigue crack.

According to the standard [160], the full force applied with the hardness test should be applied between 10 and 15 seconds. When the full hardness test force was applied for 10 seconds, the overall hardness was lower (smaller indentations) than for 15 seconds. This, in turn, causes the shape of the plastic zone to appear somewhat blurred and was detrimental to estimating the size of the plastic zone. As a consequence, the load was applied for 15 seconds for all hardness measurements.

2.4.2 Sensitivity analysis

To achieve good accuracy in the estimation of the plastic zone, the hardness measurements should be as close as possible. In addition, the load applied with the hardness tester directly affects the resolution for the estimation of the plastic zone. On the one hand, a higher load produces indentations with a better signal-to-noise ratio in each HV measurement. That is, the higher the load, the better the quality of each HV. On the other hand, the application of higher loads produces larger indentations. The distance between adjacent indentations should be greater than 2.5 times the length of the indentation diagonal, to avoid interference between consecutive measurements [160]. Therefore, the use of a higher force implies a lower resolution in the estimation of the plastic zone, as the number of HV measurements per unit area is lower, compared to a lower force. At the same time, lower forces will produce smaller

indentations and, therefore, surface preparation becomes increasingly critical [160]. Therefore, a parametric study was performed to identify a good balance in terms of indentation force, surface finish and accuracy in identifying the plastic zone.

For this purpose, series of measurements were taken along the crack opening direction and along the crack growth direction. Each series was taken in a straight line from a region away from the plastic zone to avoid the influence of crack tip plasticity. This is shown in Fig. 4.a as "Region of interest for sensitivity study".

The same distance in the material was used to cover 10 indentations taken at 25 gf and to cover 15 indentations taken at 10 gf. Three different surface finishes were studied. These were #800, #1200 and #3 μm , with #3 μm being the finest surface finish among the different cases studied. The #800 and #1200 surface finishes were obtained with #800 and #1200 grade SiC abrasive papers, respectively. The #3 μm finish was obtained by pre-loading the polishing cloth with 3 μm grade diamond in a carrier paste. The cloth was also moistened with emulsifying liquid during polishing. Fig. 5 shows some examples of the different surface finishes. The surface finishes #800 and #1200 were used to understand the effect of poor surface preparation on the microindentation process.

Fig. 5 also shows the different indentations obtained with the lowest and highest force. The improvement of the surface finish is evident in the different images shown in Fig. 5. The larger size of the indentations produced with 25 gf is also evident in the images shown in Fig. 5. This higher indentation implies a smaller number of measurements taken over the same distance, as seen in Fig. 5.

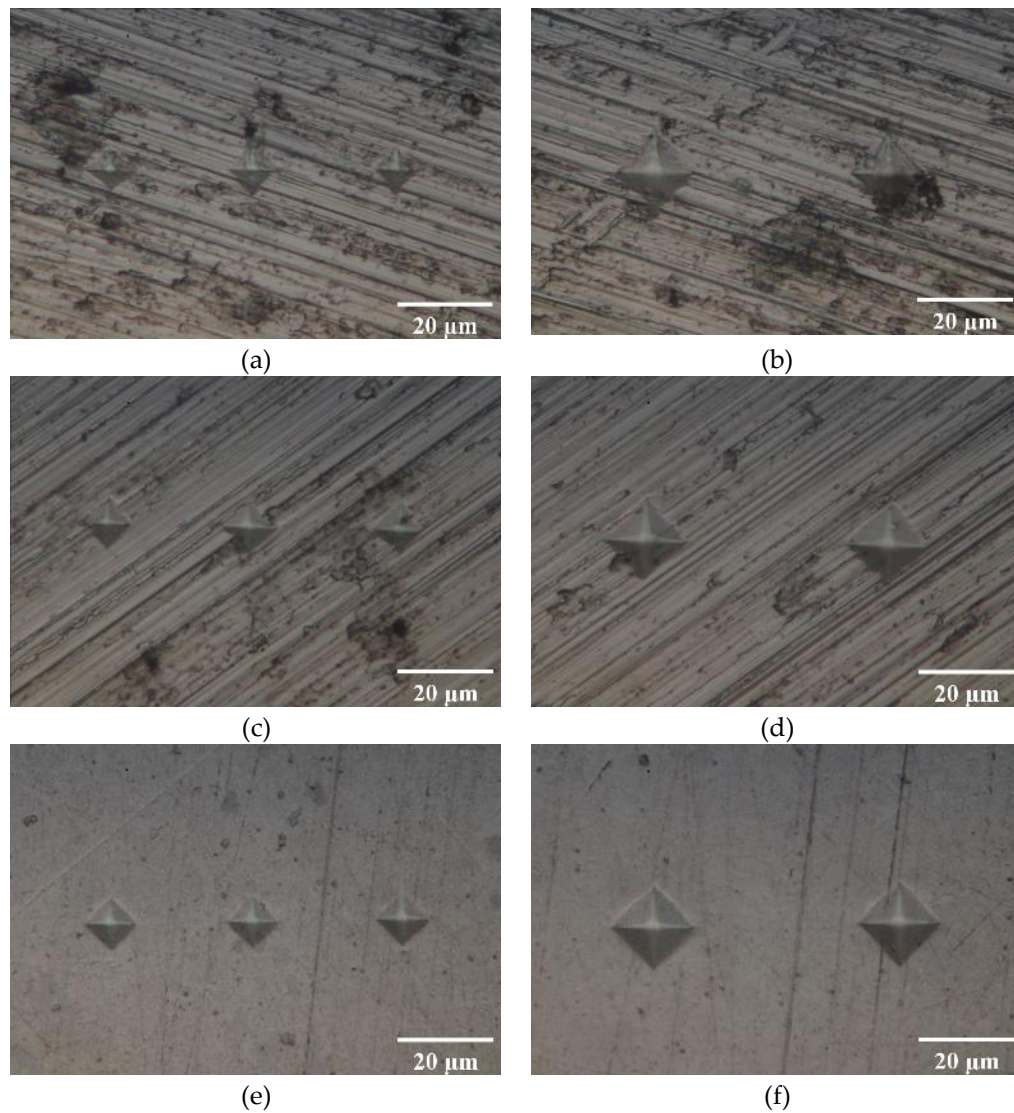


Figura 5: Diferentes indentaciones observadas en distintos acabados superficiales. a) Acabado superficial #800 e indentación obtenida con 10 gf, b) #800 y 25 gf, c) #1200 y 10 gf, d) #1200 y 25 gf, e) #3 μm y 10 gf, f) #3 μm y 25 gf. Todas las imágenes se tomaron en un microscopio óptico Nikon Epiphot 280 con un objetivo de 100X.

Figure 5: Different indentations observed on different surface finishes a) Surface finish #800 and indentation obtained with 10 gf, b) #800 and 25 gf, c) #1200 and 10 gf, d) #1200 and 25 gf, e) #3 μm and 10 gf, f) #3 μm and 25 gf. All images were taken on a Nikon Epiphot 280 optical microscope with a 100X objective.

#800 surface finish (Figs. 5.a and 5.b) shows very irregular indentations, especially below 10 gf (Fig. 5.a), where the difference between indentations is greater and the difference between the vertical and horizontal diagonal is large. When the difference between the diagonals is greater than 5%, the indentation should be discarded [160]. In addition, poor surface finish creates dark regions that make it difficult to measure the diagonals and thus decrease the quality of hardness measurements. In some cases,

these dark regions obscure the indentation to the point that measurement of the diagonal is not possible. Comparison between images taken at 10 gf (figs. 5.a, 5.c and 5.e) and images taken at 25 gf (figs. 5.b, 5.d and 5.f) clearly shows more larger indentations produced with increasing load. The step from #800 to #1200 clearly improves the quality of the indentations, although they are still quite irregular, especially below 10 gf (Fig. 5.c). The distortion of the indentations is clearly reduced when polishing to the next grade (#3 μm), as can be seen in Figs. 5.e and 5.f. In addition, the resulting imprint of the polishing direction is drastically reduced when using the 3 μm grade diamond in a carrier paste (see Figs. 5.e and 5.f). The finer polishing (Figs. 5.e and 5.f) produces the most regular indentations and the most uniform background, free of marks or traces, thus facilitating the measurement of the indentation diagonals.

The reproducibility of the measurements is studied by plotting the mean and standard deviation for the different experimental conditions. The results of the measurements along the crack growth direction and along the crack opening direction in a region away from the crack tip are shown in Figs. 6 and 7, respectively.

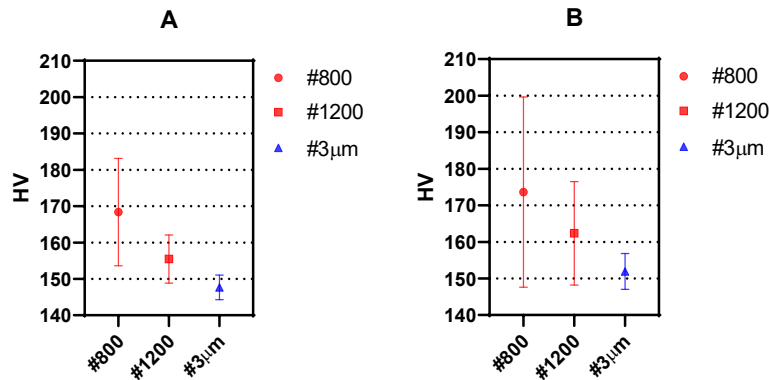


Figura 6. Mediciones de dureza media obtenidas con el ensayo de microdureza Vickers a lo largo de la dirección de crecimiento de la grieta para diferentes acabados superficiales. a) 25 gf y b) 10 gf. La desviación estándar se muestra como barras de error.

Figure 6: Average hardness measurements obtained with the Vickers microhardness test along the crack growth direction for different surface finishes a) 25 gf and b) 10 gf. The standard deviation is shown as error bars.

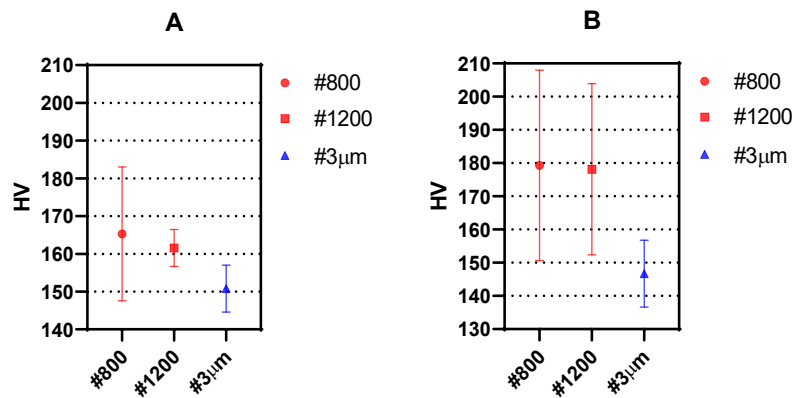


Figura 7. Mediciones de dureza media obtenidas con el ensayo de microdureza Vickers a lo largo de la dirección de apertura de la grieta para diferentes acabados superficiales. a) 25 gf y b) 10 gf. La desviación estándar se muestra como barras de error.

Figure 7. Average hardness measurements obtained by Vickers microhardness testing along the crack opening direction for different surface finishes a) 25 gf and b) 10 gf. The standard deviation is shown as error bars.

Careful observation of Figs. 6 and 7 suggested that there is little difference in the behaviour along the crack growing and the crack opening direction. A detailed comparison between Fig. 6 and Fig. 7 indicates that measurements along either direction are not higher or lower than the other direction. For example, the average value was slightly higher for Fig. 6A in the #800 surface finish, but slightly lower for

Fig. 6A in the #1200 and #3 μm cases. Nevertheless, the trend exhibited in the crack growing direction (Fig. 6) is more uniform than the trend in the crack opening direction (Fig. 7). The more uniformity appeared as a more linear decrease of the HV values as the surface finish is improved in Fig. 6, as compared to Fig. 7. In addition, the standard deviation decreases with improving surface finish in a more linear manner for the crack growing direction (Fig. 6) than in the crack opening direction (Fig. 7). This more complex behaviour in the crack opening direction might be caused by the smaller grain size along the crack opening direction than along the crack growing direction. The rolling direction coincides with the crack growing direction. Accordingly, there exists more grain boundaries along the crack opening direction than along the crack growing direction. The lower atomic packing factor in the grain boundary, together with the higher level of impurities in the grain boundary probably cause a higher scattering in the measurements along the crack opening direction than along the crack growing direction. Figs. 6 and 7 also show that both the mean values and the dispersion (measured as standard deviation) in the measurements decrease as the surface finish is improved. This is due to the easier penetration of the indenter into the surface due to the lower surface irregularities. This behaviour was also observed in previous work where higher scatter was recorded for lower indenter loads [89]. The fact that higher indenter loads produce lower overall HV values has also been observed in previous reproducibility studies [160]. This effect is observed for the different surface finishes studied. Consequently, the best results in both the crack growth direction (Fig. 6) and crack opening direction (Fig. 7) are obtained with a load of 25 gf and a surface finish of 3 μm .

2.5 Results and discussion

2.5.1 Estimation of the plastic zone

Fig. 8 shows the 2D contour maps of the microhardness measurements taken around the crack tip for the three samples. Following the results of the previous section, all indentations were performed with 25 gf load and 3 μm surface finish. About 2000 micro-indentations were taken on each map to properly characterise the evolution of the Vickers hardness around the crack tip.

Figs. 8.a, 8.b and 8.c show the results for samples P1, P2 and P3, respectively.

For validation, the theoretical monotonic plastic zone was also calculated in a similar way to previous work [162]. This theoretical estimate was based on the Westergaard stress field around the crack tip (equations 1 to 4) [163] combined with the Von Mises criterion [164]. This solution was established to understand the shape and size of the plastic zone [162,164,165]. Plane stress conditions were assumed, since the analysis is performed on the surface.

$$\sigma_{xx} = A_0 \cdot r^{-\frac{1}{2}} \cdot \cos\left(\frac{\theta}{2}\right) \cdot \left(1 - \sin\left(\frac{\theta}{2}\right) \cdot \sin\left(\frac{3\theta}{2}\right)\right) \quad (2)$$

$$\sigma_{yy} = A_0 \cdot r^{-\frac{1}{2}} \cdot \cos\left(\frac{\theta}{2}\right) \cdot \left(1 + \sin\left(\frac{\theta}{2}\right) \cdot \sin\left(\frac{3\theta}{2}\right)\right) \quad (3)$$

$$\tau_{xy} = A_0 \cdot r^{-\frac{1}{2}} \cdot \cos\left(\frac{\theta}{2}\right) \cdot \sin\left(\frac{\theta}{2}\right) \cdot \cos\left(\frac{3\theta}{2}\right) \quad (4)$$

$$A_0 = \frac{K_I}{\sqrt{2\pi}} \quad (5)$$

where r and θ are the polar coordinates with respect to the crack tip and K_I is the intensity factor of the applied stress.

The cyclic plastic zone was also calculated analytically and used as a reference for comparison. The theoretical cyclic plastic zone, according to [2]:

$$r_c(\theta) = \frac{1}{4\pi} \left(\frac{\Delta K_I}{2\sigma_y}\right)^2 \left[1 + \cos\theta + \frac{3}{2}\sin^2\theta\right] \quad (6)$$

where r_c and θ are the values of the polar coordinates of the cyclic plastic zone boundary, ΔK_I is the range of the mode I stress intensity factor and σ_y is the yield strength.

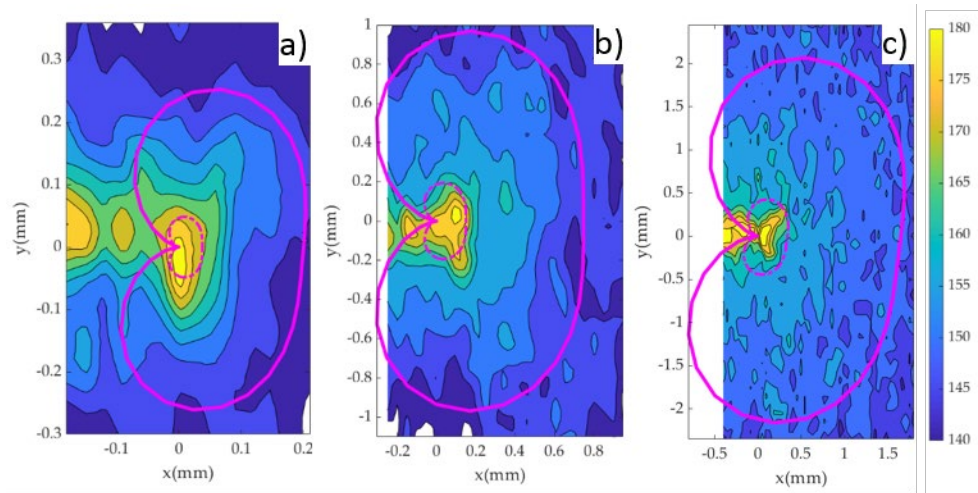


Figura 8. Mapas de contorno 2D de la microdureza alrededor de la punta de la grieta para las tres muestras: a) P1, $\Delta K=9,91\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$, b) P2, $\Delta K=20,61\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ y c) P3, $\Delta K=30,23\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$. La punta de la grieta se encuentra en las coordenadas (0, 0) en todos los mapas. La predicción teórica de Westergaard de la zona plástica monótonica se muestra como una línea sólida rosa. La zona plástica cíclica teórica se muestra como una línea discontinua rosa.

Figure 8. 2D contour maps of the microhardness around the crack tip for the three samples a) P1, $\Delta K=9.91\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$, b) P2, $\Delta K=20.61\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ and c) P3, $\Delta K=30.23\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$. The crack tip is located at coordinates (0, 0) in all maps. Westergaard's theoretical prediction of the monotonic plastic zone is shown as a pink solid line. The theoretical cyclic plastic zone is shown as a pink dashed line.

These theoretical plastic zones are also represented in Fig. 8 as pink solid line (monotonic) and pink dashed line (cyclic). The crack tip is located at the origin of coordinates (coordinates (0, 0) in Fig. 8).

The plastic zones have been corrected by slightly tilting them in Fig. 8.a and 8.c to compensate for the experimentally observed crack angle in samples P1 and P3. In the case of sample P2, the crack appeared perfectly horizontal at the time of analysis, so no angle correction was required in this case.

As shown in Fig. 8, the HV scale starts at 140HV and ends at 180HV, with steps of 5HV. According to the sensitivity analysis (Figs. 6 and 7), hardness values at 145HV or lower could be considered as unaffected by crack hardening [166].

The data collected outside the plastic zone was useful to identify the value of 145HV as the threshold value above which the material hardens. Consequently, the 145HV contour can be used to establish the boundaries of the monotonic plastic zone. Fig. 8 shows an acceptable agreement, both in size and shape, between the monotonic plastic

zone estimated by micro-indentation and the theoretical monotonic plastic zone, estimated according to the Westergaard solution. It is observed that the plastic zone according to the Westergaard model in general underestimates the size of the plastic zone, compared to the experimental results.

The shape of the microhardness contours coincides approximately with the boundary indicated by the Westergaard solution. It is also observed that the hardness measurements are affected by some noise (Fig. 8). This noise is probably caused by the naturally uneven distribution of the θ' (hardest phase) precipitates, as seen in Fig. 2. The fact that the size of the indentations is similar to the size of the θ' precipitates probably contributes to the distortion of the HV contours in Fig. 8. The noise is probably the reason why the Westergaard estimate of the plastic zone is closer to the 150 HV contour for P2 and P3, while for P1 it seems to be closer to the 145 HV contour (Fig. 8).

An additional analysis to compare the plastic zones can be performed by extracting the hardness profiles along the crack growth direction (X direction in Fig. 8). Figs. 9, 10 and 11 show the results of the profiles for samples P1, P2 and P3, respectively, by applying a Gaussian filter to the data [167]. All HV profiles show a brief initial increase in HV just ahead of the crack tip. Beyond this maximum, the data show two parts: an initial portion with a high negative slope followed by a region of lower negative slope.

For sample P2 (Fig. 10), the initial maximum is at $X = 0.10$ mm. The first high slope occurs between $X = 0.10$ and $X = 0.21$ mm. Finally, the third region with a lower negative slope occurs at $X > 0.21$ mm. A similar trend is clearly observed in all three samples. The similar behaviour in the three samples validates the current methodology. The two different slopes were also identified in different materials [90,93,97,98]. Ghodrat and co-authors also detected the initial rise just ahead of the crack tip in a 6061-T4 aluminium alloy [90]. The criterion to identify the boundary of the cyclic plastic zone was based on that defined previously by Gwider and Ranganathan [98]. They observed two different slopes as we move away ahead of the crack tip (increasing distance from the crack tip in Figs. 9, 10 and 11). The locus of the plastic zone is taken as the inflection point between the two slopes. This point is located at distance from

the crack tip 0.11, 0.21 and 0.35 mm, for samples P1, P2 and P3, respectively. These are summarized together with the theoretical estimations in Table 4.

Gwider and Ranganathan also defined the boundary of the monotonic plastic zone as the end of the second lower slope. However, this criterion for defining the boundary of the monotonic plastic zone seems somewhat imprecise for our data. Instead, it is proposed to use the first time the data reaches 145 HV as the boundary of the monotonic plastic zone. This demarcation seems more unambiguous and therefore easier to reproduce for other alloys and conditions. 145 HV is chosen because this value was previously identified as the threshold value above which the material hardens.

The scatter of the data appears to be lowest for sample P1 (Fig. 8), followed by sample P2 (Fig. 9), with the most scattered data for sample P3 (Fig. 10). This difference could be related to the different size of the regions of interest analysed for samples P1, P2 and P3 (see differences in the X-axes in Figs. 8, 9 and 10). The region of interest was larger for sample P3, as a larger plastic zone was expected. This in turn leads to more hard phases within the region of interest making the profile fluctuate more.

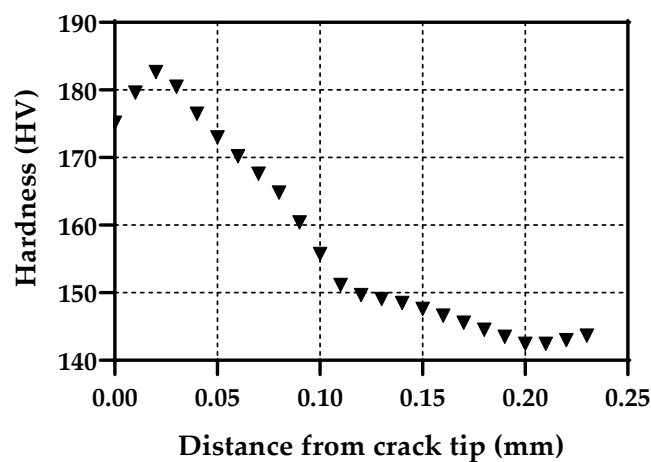


Figura 9. Perfil de microdureza tomado a lo largo de la dirección de crecimiento de la grieta para P1 simple ($\Delta K=9.91\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$).

Figure 9. Microhardness profile taken along the crack growth direction for single P1 ($\Delta K=9.91\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$).

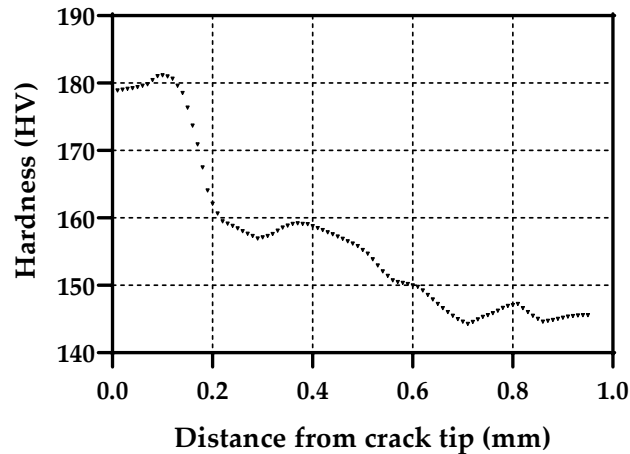


Figura 10: Perfil de microdureza tomado a lo largo de la dirección de crecimiento de la grieta para P2 simple ($\Delta K=20,61\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$).

Figure 10: Microhardness profile taken along the crack growth direction for P2 single ($\Delta K=20.61\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$).

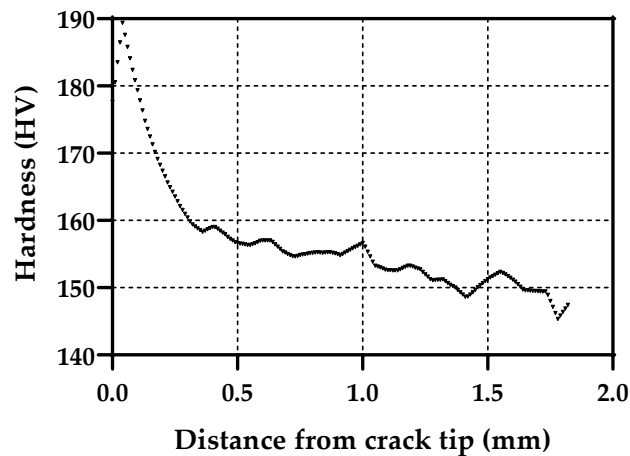


Figura 11. Perfil de microdureza tomado a lo largo de la dirección de crecimiento de la grieta para P3 simple ($\Delta K=30,23\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$).

Figure 11: Microhardness profile taken along the crack growth direction for P3 single ($\Delta K=30.23\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$).

The results of the experimentally obtained plastic zone size, the theoretical values, the error (in %) and the differences (in mm) between the two are summarised in Table 4. They were all obtained along the crack growing direction. It is observed that the experimental estimation of the monotonic plastic zone is adequate for all three

samples, with the highest error being 13.27% for sample P1. Table 4 clearly shows that the experimental estimates are better for the monotonic plastic zone than for the cyclic one. Moreover, the error in the estimation of the cyclic plastic zone decreases as the plastic zone increases. This suggests that the accuracy of the methodology for the alloy studied could be around 0.2 mm, in the sense that plastic zones (both monotonic and cyclic) of 0.2 mm or more seem to be well characterised. Following the discussion above, this accuracy is influenced by the relative size of the indentations with respect to the microstructural features. Looking at the difference between the theoretical and experimental estimates (last column of table 4), it is clear that the difference is not as large as it might first appear when looking at the cyclic error of samples P1 and P2.

Tabla 4. Resumen de los tamaños de las zonas plásticas estimados experimentalmente con microindentación (PZ_{exp}) y calculados teóricamente siguiendo el modelo de Westergaard (PZ_{theo}). También se muestra el error y la diferencia de las estimaciones con respecto a los resultados teóricos.

Table 4. Summary of the sizes of the plastic zones estimated experimentally with microindentation (PZ_{exp}) and calculated theoretically following the Westergaard model (PZ_{theo}). The error and the difference of the estimates with respect to the theoretical results are also shown.

Sample	Type of PZ	PZ _{exp} (mm)	PZ _{theo} (mm)	Error (%)	Difference (mm)
P1	Cyclic	0.11	0.04	197	0.07
	Mono	0.22	0.20	13.27	0.03
P2	Cyclic	0.21	0.15	40.00	0.06
	Mono	0.71	0.75	-5.16	-0.04
P3	Cyclic	0.35	0.34	2.94	0.01
	Mono	1.78	1.64	8.48	0.14

Note: Following the University of Malaga format requirements, the section including the conclusions in English is placed at the end of the thesis, just before the references (Chapter 9. Conclusions).

3. Antecedentes y estructura de la tesis

3.1 Contexto académico e industrial

Esta tesis doctoral se desarrolla en el contexto de una colaboración entre la Universidad de Málaga (UMA) y el Instituto de Educación Secundaria Politécnico Jesús Marín. El trabajo aquí presentado forma parte de un proyecto más amplio titulado “Caracterización y predicción del fallo por fatiga en componentes de automoción”. Dicho proyecto ha sido formalizado entre ambas instituciones como convenio de colaboración según Ley 40/2015 para la actuación de investigación científica, desarrollo e innovación, para impulsar la transferencia del conocimiento entre los dos actores públicos que, aun desarrollando su labor en los mismos sectores (docencia, industrial, mecánica, automoción), históricamente no han colaborado. Una de las principales especialidades de formación del Instituto de Educación Secundaria Politécnico Jesús Marín (en adelante IESPJM) es la automoción. El IESPJM imparte formación tanto en grados medios como superiores relativos a la automoción (grados en carrocería, en electromecánica de vehículos automóviles, en automoción, etc). Por otra parte, el equipo de profesores e investigadores de la Escuela de Ingenierías Industriales (EII) de la UMA desarrollan la investigación en el grupo de investigación PAIDI *TEP-183 Comportamiento y procesado de materiales*, dentro de la rama de “Tecnologías de la producción”. Una de las principales líneas de investigación del grupo de la UMA es el estudio del fallo por fatiga de materiales

3.2 Motivación y objetivos de la investigación

La fatiga de los materiales es un proceso de fallo prematuro o daño de materiales sometidos a cargas variables [1]. El fallo por fatiga es la causa de fallo en servicio más importante en la industria de la automoción [2]. Así, componentes móviles como cigüeñales, árboles de levas, pistones, cojinetes, etc. a menudo sufren una fractura violenta causada por la fatiga [3]. Por esta razón, el conocimiento y la predicción de

los fallos por fatiga en componentes de vehículos son críticos para la seguridad en la automoción [4].

El fallo por fatiga ocurre en componentes mecánicos y elementos móviles sometidos a cargas dinámicas variables en el tiempo. En estas condiciones, la fractura del material puede ocurrir bajo cargas considerablemente inferiores a la resistencia del material y de forma súbita [2]. El fallo por fatiga es una de las principales causas de fallo en la industria de la automoción y, dependiendo del componente afectado, el fallo puede provocar accidentes que suponían grandes daños materiales, daños medioambientales, víctimas mortales o problemas de responsabilidad civil [5].

El primer intento de identificar la fatiga fue realizado en el siglo XVIII por Wilhelm Albert, y desde entonces se han producido importantes avances en este campo [6]. Desde la identificación del mecanismo de fatiga, se han observado fallos por fatiga en muy diversos ámbitos, que van desde fallos en maquinaria, vehículos en movimiento, estructuras soldadas, aviones, trenes, recipientes a presión, etc. Tanto es así que el fallo por fatiga es considerado el mecanismo de fallo que más predomina en materiales metálicos [7] teniendo además una especial relevancia también en los materiales poliméricos y cerámicos. De entre las distintas industrias afectadas por los fallos de fatiga, merece especial atención la industria de la automoción, en la que el principal fallo de uniones soldadas es el deterioro por fatiga [8]. Existen además un gran número de componentes en la industria del automóvil que a menudo fallan por fatiga, tales como brazos de la suspensión inferior [9], rótulas del sistema de amortiguación [10], culatas del motor [11], resortes helicoidales de la suspensión [12], numerosas uniones soldadas [13], bombas de líquido refrigerante [14], etc. Se observa por tanto que el fallo por fatiga sigue afectando a demasiados componentes y órganos mecánicos dentro de la industria de la automoción.

Las grietas de fatiga pueden aparecer como consecuencia de imperfecciones en el material, discontinuidades en el diseño, cargas inesperadas, estrés térmico o fatiga. Entre ellas, la fatiga es la principal causa del crecimiento de las grietas que provoca el fallo estructural [15]. Por lo tanto, el conocimiento del crecimiento de las grietas por fatiga es fundamental desde el punto de vista de la integridad estructural de los vehículos.

Las grietas por fatiga se inician debido al movimiento de dislocaciones que forman bandas de deslizamiento que dan lugar a la nucleación de grietas, al crecimiento de microgrietas y finalmente a la fractura final del componente. El proceso de fatiga consta de dos periodos, uno de iniciación de la grieta y otro de crecimiento de la misma. Los métodos de predicción de la fatiga son diferentes para estos dos periodos. El factor de concentración de tensiones K_t se utiliza para las predicciones en la etapa de iniciación de grietas, mientras que el factor de intensidad de tensiones ΔK se utiliza para las predicciones de crecimiento de grietas por fatiga, donde ΔK es la diferencia entre los factores de intensidad de tensiones máximo y mínimo durante un ciclo de carga concreto ($\Delta K = K_{max} - K_{min}$). El factor de intensidad de la tensión ΔK proporciona la magnitud del campo de tensión elástica y representa la distribución de tensiones alrededor de la punta de la grieta. Se trata de una función de la geometría del componente agrietado, del tamaño y la longitud de la grieta y de la configuración de la carga [16].

La ley de Paris constituye el modelo más extendido de predicción del crecimiento de la grieta por fatiga, que relaciona el rango del factor de intensidad de tensión (ΔK) con la tasa de crecimiento de la grieta por ciclo (da/dN) para condiciones de flexibilidad a pequeña escala, Small Scale Yielding (SSY) (cuando la zona plástica en la punta de la grieta es pequeña en comparación con la longitud de la grieta) [17]. La ley asume que (i) el material es uniformemente homogéneo, lo cual no es realista, y (ii) la tensión y la deformación en la punta de la grieta son independientes del espesor de la muestra, lo cual no es correcto. En teoría, la ley de París se cumple cuando la propagación de la grieta está controlada por la deformación elástica que se produce alrededor de la punta de la grieta.

Sin embargo, en la práctica, la deformación plástica siempre está presente en las proximidades de la punta de la grieta sometida a tensión en los materiales metálicos dúctiles. La concentración de tensiones en la punta de una grieta que crece bajo cargas cíclicas, genera una plastificación local. El tamaño y la forma de la zona plástica es una medida directa del daño que tiene lugar en la punta de la grieta. En consecuencia, el conocimiento preciso de la evolución de la zona plástica podría ser extremadamente útil para cuantificar el daño en materiales. Por ejemplo, el tamaño de la zona plástica podría utilizarse para estimar la resistencia a la fractura de los materiales [18].

Dicho de otra forma, la fractura por fatiga se ve afectada de forma significativa por la zona de deformación plástica alrededor de la punta de la grieta, conocida como zona plástica. Consecuentemente, el tamaño de la zona plástica supondrá una poderosa herramienta para entender los fallos inesperados de los componentes. Por ejemplo, se podría arrojar algo de luz sobre la magnitud de las tensiones que tienen lugar antes de la fractura, basándose en las características de la zona plástica. El tamaño de la zona plástica depende de variables como el límite elástico, la tensión aplicada, el espesor de la muestra y la geometría de la grieta, por lo que presenta una clara interpretación física para describir la propagación de la grieta por fatiga [19]. El tamaño de la zona plástica es importante para el análisis estructural, ya que proporciona una estimación de cómo se comporta el material cuando se somete a tensión. Así, podría utilizarse para comprender los micromecanismos que controlan la deformación en la punta y, en última instancia, para comprender el proceso de fractura. Se ha demostrado que el tamaño de la zona plástica es proporcional al trabajo necesario para generar nuevas superficies de grietas [20].

Adicionalmente, la zona plástica puede utilizarse para predecir la inestabilidad de la fractura, por ejemplo, mediante el concepto de tasa de liberación crítica de energía elástica [21]. Para obtener la curva K-R de un material (resistencia a la extensión de la grieta), el tamaño de la zona plástica se suele añadir a la longitud física de la grieta para calcular la longitud efectiva de la grieta [22].

Durante los experimentos con Microscopio Electrónico de Barrido de Emisión de Campo, FE-SEM, Davidson observó que, el ciclo de tensión por fatiga da lugar a numerosas emisiones acústicas de bajo nivel; sin embargo, el avance del frente de la grieta a través de la zona plástica provoca ráfagas significativas de emisión acústica. Mediante el uso de sensores adecuados, este fenómeno puede utilizarse para la monitorización de la salud estructural del material [23].

El tamaño de la zona plástica (cuando se compara con la longitud de la grieta) indica si se cumple o no la condición SSY. Hanh y Rosenfield caracterizaron las zonas plásticas de tensión y deformación plana mediante la técnica de grabado y determinaron que es posible predecir el estado de tensión (tensión plana frente a deformación plana) a partir de la forma de la zona plástica [24].

En conclusión, la zona plástica desempeña un papel vital en el crecimiento de la grieta en componentes, por lo que es importante caracterizar la zona plástica de una punta de grieta por fatiga.

Los investigadores han propuesto varios modelos para determinar la extensión de la zona plástica de la punta de la grieta, incluyendo los trabajos pioneros de Irwin [25] y Dugdale [26]. Según Irwin, la extensión de la zona plástica r_p por delante de la punta de la grieta es proporcional al cuadrado del factor de intensidad de la tensión,

$$r_p = 1/[\Delta K_I/\sigma_y]^2 \quad (7)$$

donde, ΔK_I es el rango del factor de intensidad de la tensión y σ_y es el límite elástico. Realizó varias suposiciones, como la de considerar que el material es elástico-perfectamente plástico, es decir, que las tensiones no pueden superar la tensión de elasticidad σ_y , y que el valor del exponente de endurecimiento por deformación es $n=0$. Irwin analizó la situación sólo a lo largo del eje x y consideró que la forma de la zona plástica era circular.

No existe ninguna razón, a priori, para que la zona plástica sea circular [27].

Dugdale adoptó un enfoque diferente para determinar la extensión de la zona plástica. En el modelo Strip-Yield de Dugdale, la zona plástica se concibe como una franja estrecha que se extiende una distancia r_p por delante de la punta de la grieta. Este tipo de comportamiento se produce para algunos materiales, en particular, cuando el valor del exponente de endurecimiento por deformación $n \approx 0$, como el acero dulce recocido, pero no para todos los materiales [24].

La ecuación del tamaño de la zona plástica de Dugdale es:

$$r_p = \pi/8 [\Delta K_I/\sigma_y] \quad (8)$$

Tanto Irwin como Dugdale partieron de una respuesta de un material elástico-perfectamente plástico. Sin embargo, para los materiales endurecidos por deformación, se produce una menor redistribución de la tensión en el extremo de la grieta y, en consecuencia, el tamaño de la zona plástica sería menor. El comportamiento de las zonas plásticas en los materiales endurecidos por deformación sometidos a cargas de modo I en condiciones de elasticidad a pequeña escala (SSY) son presentadas por Hutchinson (1968) y por Rice y Rosengren (1968) y se conocen como singularidades HRR [28, 29]. Este análisis fue ampliado por Shih para cargas de modo mixto [30]. Se

obtuvo una respuesta elástico-plástica para las grietas de fatiga combinadas de modo I y modo II en función del valor del exponente de endurecimiento por deformación, n , y se pudieron estimar los contornos de la zona plástica. n es el exponente de endurecimiento por deformación en una representación Ramberg-Osgood del comportamiento constitutivo elástico-plástico representado por [31]:

$$\varepsilon = \sigma / E + [\sigma / A] \quad (9)$$

donde, ε es la deformación uniaxial, σ es la tensión uniaxial, E es el módulo de Young y A es un coeficiente de resistencia monotónico. En este caso, $n=1$ para un material elástico lineal y $n=\infty$ para un material elástico-perfectamente plástico. El valor de n se determina realizando una regresión lineal en un gráfico logarítmico de la tensión frente a la deformación. A pesar de que se han llevado a cabo numerosos estudios, utilizando enfoques analíticos y numéricos [32-38], estos contornos de la zona plástica en varios valores del exponente de endurecimiento por deformación nunca se han demostrado experimentalmente. El propósito de esta investigación es en parte, cubrir ese vacío caracterizando experimentalmente la zona plástica alrededor de una grieta.

Otra limitación significativa de los modelos de zona plástica de Irwin y Dugdale es que sus análisis son para grietas de modelos matemáticos ideales que no experimentan cierre de grieta. El concepto de cierre de grieta fue descubierto por Elber en 1970, cuando observó que las superficies de las grietas de fatiga entran en contacto entre sí incluso durante la carga cíclica de tensiones [39]. Se propuso que en la trayectoria de una grieta por fatiga queda una zona de deformación plástica residual. La grieta no se abre a menos que la carga aplicada sea suficiente para superar esta tensión residual de compresión presente en la zona de la trayectoria plástica. Este cierre de la grieta inducido por la plasticidad disminuirá la tasa de crecimiento de la grieta por fatiga al reducir el rango de intensidad de la tensión efectiva ΔK_{eff} [39]. Desde el descubrimiento del cierre de grietas por fatiga inducido por la plasticidad, se han identificado otras causas de cierre de grietas que incluyen fluidos viscosos [40], cambios de fase [41], óxidos [42] y rugosidad [43] en los laterales de la grieta. Los mecanismos de cierre de grietas son complejos y no están completamente definidos. Se han realizado numerosas investigaciones experimentales, análisis numéricos y estudios analíticos para determinar el efecto del grosor, la geometría de la muestra, el estado de tensión y la situación de carga en el cierre de la grieta [44-55]. Sin embargo,

el efecto de los valores del exponente de endurecimiento por deformación sobre el cierre de grietas por fatiga no se conoce bien y no se ha validado experimentalmente.

La predicción de la vida útil de los componentes estructurales y mecánicos es compleja, puesto que pueden estar sometidos a cargas de amplitud variable o a ciclos de sobrecarga ocasionales durante el funcionamiento. Se tiene constancia desde hace más de cinco décadas de que los ciclos de sobrecarga de magnitud suficiente pueden provocar un retraso o detención del crecimiento de la grieta [56-75]. Se han propuesto varios mecanismos diferentes para explicar el retraso del crecimiento de la grieta tras una sobrecarga [62]. Estos mecanismos propuestos son (i) el desvanecimiento de la punta de la grieta [63] (ii) las tensiones residuales de compresión cerca de la punta de la grieta [64] y las interacciones que las rodean en Determination tre la punta de la grieta y la zona de deformación [61, 62] (iii) el endurecimiento por deformación de la punta de la grieta [63] (iv) el cierre de la grieta debido a la deformación plástica residual en la trayectoria de la grieta que avanza [64, 65]. Entre estos mecanismos, el fenómeno del cierre de la grieta [60-69] y la extensión de la zona plástica situada directamente delante de la punta de la grieta [74] son los mecanismos más significativos para explicar los fenómenos transitorios posteriores a la sobrecarga, respaldados por un extenso número de pruebas [60-70].

Resulta extremadamente complejo ofrecer una descripción adecuada del tamaño y la forma de la zona plástica teniendo en cuenta la influencia combinada del estado de tensiones, los tipos de carga, la longitud de la grieta, la densidad de dislocación, las propiedades de los materiales y sus dimensiones. Por esta razón, los modelos más conocidos en la literatura han adoptado solamente uno de los dos enfoques. O bien ofrecen una aproximación del tamaño con una forma seleccionada, por ejemplo, los enfoques de Irwin y Dugdale, o bien proporcionan una impresión de la forma pero conservan la primera aproximación del tamaño derivada de los criterios de fluencia de Von Mises o Tresca. La investigación hasta la fecha ha tendido a centrarse en la medida de la zona plástica paralela a la dirección del crecimiento de la grieta; sin embargo, se ha prestado poca atención a la caracterización de la zona plástica perpendicular a la dirección del crecimiento de la grieta y a la determinación del área de la zona plástica.

Dado el papel clave de la zona plástica para entender el daño causado en la zona situada delante de una grieta por fatiga, parece lógico utilizar el tamaño y la forma de la zona plástica como un estándar de oro para validar diferentes tipos de modelos numéricos basados en el método de elementos finitos de dos dimensiones, 2D, y tres dimensiones, 3D, [75-77], método de elementos finitos extendidos [78,79] o modelización de elementos finitos de plasticidad cristalina [80,81]. Esta validación sería claramente más directa y, por lo tanto, más fiable que el uso de otros parámetros de fatiga y fractura que sólo pueden calcularse después de procesar los datos de tensión, deformación o desplazamiento.

Existe una serie de enfoques de fatiga destinados a predecir el fallo en condiciones de flexibilidad a pequeña escala, Small Scale Yielding (SSY) o de flexibilidad a gran escala Large Scale Yielding (LSY). Por ejemplo, las ecuaciones de Paris [82], Walker [83] o Forman [84] son, en general, más adecuadas para las condiciones SSY, mientras que la integral J [85], la teoría J-Q [86], la aproximación de tres términos J-A2 [87] o la solución J-Q modificada [88] fueron concebidas para las condiciones LSY o totalmente plásticas. La caracterización experimental precisa de la zona plástica permite identificar la transición entre SSY y LSY y, por lo tanto, ayuda a comprender por qué se debe utilizar uno u otro método en determinadas condiciones.

La estimación de la zona plástica basada en el radio plástica, r_p no es una medida fiable, ya que la forma de la zona plástica cambia con muestras de diferente grosor y y también respecto a los distintos modos de crecimiento de la grieta. Además, el tamaño de la zona plástica no es similar en la dirección paralela al crecimiento de la grieta y en la dirección perpendicular al crecimiento de la grieta. Para superar estos inconvenientes, el área de la zona plástica, que contiene información sobre el tamaño y la forma, podría ser una medida más fiable para predecir el trabajo plástico por delante de la punta de la grieta en lugar de basarse en el tamaño o la forma de la zona plástica.

Para caracterizar la zona plástica a escala macro, se ha seleccionado la técnica de Análisis de Tensión Termoelástica (TSA) porque tiene la capacidad de medir mapas de deformación de campo completo en una muestra de forma precisa y fiable y no requiere un conocimiento previo de las propiedades de los materiales. Para caracterizar la zona plástica a escala microscópica, se ha empleado el análisis de imagen de

electrones retrodispersados (BSEIA) y el procesamiento por transformada discreta de Fourier (DFT) para medir la distribución de la deformación plástica alrededor de la punta de una grieta por fatiga.

Un método para caracterizar experimentalmente la zona plástica consiste en medir la dureza en diferentes zonas alrededor de la punta de la grieta [89]. El volumen de material dentro de la zona plástica se deforma plásticamente y, por tanto, se endurece. Este incremento de la dureza puede detectarse con indentaciones de Vickers [90]. Este método se ha utilizado en estudios anteriores porque es sencillo y se basa en mediciones directas de una propiedad del material. En los primeros trabajos se medía la dureza a lo largo de una línea recta, que normalmente coincidía con la dirección de crecimiento de la grieta [91,92]. En estos resultados se empleaban unos 20 puntos de medición para caracterizar la punta de la grieta. Investigaciones posteriores se centraron en una serie de cuestiones relacionadas tanto con el material como con las técnicas. Dichas cuestiones son: el efecto de utilizar una carga muy baja, el efecto de la microestructura [89], el efecto de las altas temperaturas en la zona plástica [93] o la influencia de la geometría de la probeta en la zona plástica [94]. No obstante, la caracterización de la zona plástica se basaba en la medición de la dureza a lo largo de una línea recta con la misma dirección que la del crecimiento de la grieta. A lo largo de ensayos posteriores se extendió la metodología a cuatro direcciones diferentes [95,96]. Las mediciones consistieron en medir la dureza radialmente desde la punta de la grieta. Esto permitía estudiar zonas plásticas relativamente grandes, pero los datos no permitían generar mapas 2D.

Según el conocimiento de los autores, solo Bhattacharyya y sus coautores [99] han realizado un estudio bidimensional de la zona plástica. En dicho estudio se generaron mapas 2D de la zona plástica en un acero con cojinetes (M-50 NiL). A diferencia del presente trabajo, dicha zona plástica no fue generada por el efecto de una grieta, sino que, en su lugar, fue referida a la zona plástica afectada por una fatiga por contacto por rodadura.

Todos los trabajos mencionados se basan en pocas medidas de dureza y no permiten caracterizar adecuadamente la zona plástica. Además, ninguno de los trabajos anteriores aporta suficientes detalles experimentales como para que el método pueda ser reproducido en otros materiales y condiciones. En este trabajo se propone una

mejora respecto a los trabajos anteriores. Realizamos una caracterización experimental ultra fina de la zona plástica basada en micro-indentaciones y proponemos un criterio para identificar el límite entre el comportamiento plástico y elástico.

Por otro lado, se aportan numerosos detalles experimentales para que el método pueda ser reproducido en otros laboratorios, siempre que se disponga de sistemas estáticos de medida de dureza.

3.3 Objetivos

El objetivo de la investigación es realizar una caracterización de forma experimental y ultra fina de la zona plástica basada en micro-indentaciones y proponer un criterio para identificar el límite entre el comportamiento plástico y elástico.

Para alcanzar este objetivo primario, se proponen las siguientes tareas o subobjetivos:

- (1) Caracterizar la zona plástica experimental basada en microindentaciones.
- (2) Desarrollar una metodología experimental para la caracterización de la zona plástica.
- (3) Describir en detalle el trabajo experimental para que el método pueda ser reproducido en otros laboratorios.
- (4) Realizar un análisis de sensibilidad de los parámetros experimentales clave, que tienen efecto sobre las mediciones de microindentación para estimar la zona plástica en condiciones óptimas.

3.4 Estructura de la tesis

Esta tesis se centra en la caracterización experimental ultrafina de la zona plástica para cuantificar el daño en materiales y poder predecir la inestabilidad de la fractura.

El contenido y orden de los distintos capítulos de esta tesis se ha definido para ajustarse a los requisitos de formato de la Universidad de Málaga y para que el lector en español no requiera leer el texto en inglés. El capítulo 1 es el resumen de la tesis en español.

El capítulo 2 es un resumen extendido en inglés de en torno a 7000 palabras, que incluye, entre otros, los resultados más importantes de la tesis. En el capítulo 3 se sitúan y justifican las investigaciones realizadas; se establecen los objetivos y se define la estructura de la tesis. Se realiza también, en este capítulo, un recorrido histórico desde los primeros trabajos en los que se identificó la fatiga, pasando por el proceso de formación de grietas por fatiga, modelos de predicción de la formación de grietas, la deformación plástica generada en torno a la punta de la grieta y su influencia en la evolución de la propia grieta y modelos para determinar la extensión de dicha zona plástica. En este apartado también se describen el concepto de cierre de grieta y mecanismos de retraso de crecimiento de grieta posteriores a una sobrecarga. En el capítulo 4 se incluye la revisión bibliográfica de las diferentes técnicas para caracterizar la zona plástica experimental y numéricamente, así como métodos para detectar grietas en componentes de automoción y de otras industrias. A continuación, en este capítulo se describen distintas técnicas para caracterizar la zona plástica en fatiga. Por último, en base a la revisión de técnicas presentada, se justifica la técnica empleada en este trabajo. En el capítulo número 5, referente a los materiales y métodos utilizados, en primer lugar, se describe el material, tanto en lo que respecta a las principales propiedades mecánicas como a la microestructura. A continuación, se explican los ensayos de fatiga a los que se sometieron las muestras. En el capítulo número 6 se describen los métodos experimentales utilizados, concretamente el procedimiento de microindentación. Esta explicación se complementa con un análisis de sensibilidad de los parámetros experimentales clave, que tienen efecto sobre las mediciones de microindentación para estimar la zona plástica. En el capítulo 7 se presentan los resultados de la microindentación para las diferentes muestras, se calcula la zona plástica teórica, se comparan los modelos experimentales y teóricos y se discuten. En un segundo apartado del capítulo 7, se muestran los resultados de un análisis preliminar en un acero, siguiendo el mismo procedimiento que para el aluminio. En el capítulo 8 se exponen las principales conclusiones de esta tesis y recomendaciones para futuros trabajos. En el capítulo 9 se exponen las conclusiones de la tesis pero en idioma inglés, de acuerdo a los requisitos de la Universidad de Málaga. En el capítulo 10 se enumeran las referencias citadas en el texto.

4. Revisión bibliográfica

Existen diversas herramientas y técnicas para medir experimentalmente la extensión de la grieta de fatiga y la zona plástica que rodea a la grieta de fatiga. Se trata de un paso fundamental para poder determinar de forma precisa las velocidades de crecimiento de la grieta. Algunas de estas técnicas incluyen métodos caída de potencial eléctrico [100], de emisión acústica [101] y análisis de la flexibilidad [102]. La emisión acústica es una técnica no invasiva que proporciona una medición directa de la iniciación y propagación de la grieta de fatiga con alta sensibilidad. El reordenamiento atómico en los materiales y la liberación de energía de deformación elástica durante la extensión de la grieta dan lugar a emisiones acústicas [103]. Los sensores situados en la superficie de la muestra detectan las ondas acústicas. La salida de cada sensor se amplifica, se filtra y se analiza. Aunque la emisión acústica se utiliza desde hace unas cuatro décadas, siguen existiendo muchos problemas, como que sólo da una estimación cualitativa del daño. Por ello, se necesitan otras técnicas para obtener resultados cuantitativos.

Desde finales de los años 50, el método de las corrientes de Foucault se utiliza para detectar grietas superficiales en motores y otros componentes de automoción, y, para obtener información sobre la longitud y la profundidad de las grietas. Los equipos portátiles de detección de corrientes de Foucault utilizan variaciones de fase o de amplitud para estimar la profundidad o la longitud de las grietas, ya que la presencia de una grieta cambiará las corrientes de Foucault. En las mediciones de corrientes de Foucault, siempre hay un equilibrio entre la alta sensibilidad a frecuencias altas y la posibilidad de monitorizar grietas más profundas a frecuencias bajas [104].

A lo largo del transcurso del tiempo, se ha desarrollado un número considerable de técnicas para medir el tamaño de la zona plástica en la punta de la grieta. Las técnicas clásicas son la microdureza, el grabado, la recristalización y las galgas extensiométricas [24]. La técnica de medición de la microdureza consiste en realizar indentaciones de dureza por delante o alrededor de la punta de la grieta y determinar el límite elástico-plástico como una variación súbita de la dureza [105, 106]. Hahn y Rosenfield utilizaron una técnica de grabado y observaron regiones grabadas oscuras

y claras en regiones deformadas y no deformadas del material [24]. Aunque la técnica de grabado permitió medir directamente el tamaño y la forma de la zona plástica, requiere mucho tiempo y las condiciones de grabado tienen que determinarse por separado para cada material. El método de recristalización se basa en el principio de que la temperatura de recristalización depende de la cantidad de energía de deformación almacenada en un material. Pero esta técnica no permite detectar deformaciones inferiores al 2% [107,108].

El método del grano deformado es aplicable a materiales con granos muy finos. Los granos deformados se observan con un microscopio óptico y el cambio en las relaciones de aspecto de los granos se utiliza para calcular la cantidad de deformación y determinar los límites de la zona plástica, ya que los granos no se deformarán fuera de la zona plástica cuando la muestra se libere [24].

El método de las galgas extensométricas puede utilizarse en el curso de un ensayo, pero no ha sido muy utilizado para medir el campo de deformación alrededor de la punta de la grieta debido a las dimensiones finitas de las galgas [23]. Debido a esto, la señal de partida representa la deformación media a lo largo de la longitud de la galga y no al punto específico. Estas mediciones están muy alejadas de la punta de la grieta y su interpretación no es sencilla.

Existen algunas técnicas no invasivas que podrían emplearse para encontrar la zona plástica, como la microscopía de interferencia óptica, la interferometría de Moiré, el punteado láser o la detección del ensanchamiento de picos de difracción. Numerosos investigadores han utilizado métodos ópticos para caracterizar el crecimiento de grietas por fatiga, tales como correlación de imágenes. Los últimos estudios en los que se han empleado las técnicas de correlación de imágenes para caracterizar la zona plástica son recientes [109]. El procedimiento consistió en identificar la zona plástica a partir de los mapas de deformaciones proporcionados por correlación de imágenes. En dichos mapas, los límites de la zona plástica se identificaron como los puntos en los que el valor de la deformación se correspondía con la deformación de cedencia. Dicho método presenta ventajas, inconvenientes y similitudes, en comparación con el método descrito en esta tesis. Por un lado, permite realizar estimaciones de la zona plástica mucho más rápidas. Por otro lado, requiere que la pieza bajo estudio esté sometida a esfuerzos, y la estimación de la zona plástica sólo es posible *in situ*. En el

caso de las medidas de micro-dureza, el análisis se puede realizar sin necesidad de aplicar cargas durante la medida. En ambos casos las medidas son referidas a la superficie, por lo que proporcionan una buena estimación para todo el espesor siempre que la probeta se fina. Para probetas gruesas, en las que predominan las condiciones de deformación plana, ambos métodos tan solo proporcionan información del comportamiento en la zona superficial, no pudiendo caracterizar la zona plástica en las zonas alejadas de la superficie (el interior de la pieza). En el método óptico basado en la microscopía, se utiliza un microscopio rotativo con 50 aumentos para detectar el crecimiento de la grieta. La longitud de la grieta se mide en función de los ciclos a intervalos para obtener la distribución de da/dN frente a ΔK . La técnica óptica es sencilla, barata y no requiere calibración, pero requiere mucho tiempo y la automatización es cara. Esta técnica sólo puede realizarse si la superficie de la muestra es fácilmente accesible y está exenta de productos de corrosión u oxidación [110].

La técnica de microscopía de interferencia óptica utiliza un haz láser para realizar mediciones directas de la zona plástica basadas en las deformaciones fuera del plano de la probeta, pero requiere una probeta perfectamente pulida, sin discontinuidades y con una reflectividad del 95% [111]. Chanani et al. utilizaron la técnica de microscopía de interferencia óptica para identificar el comportamiento del crecimiento de la grieta a medida que la grieta avanza a través de la zona plástica en condiciones de tensión uniforme, y también confirmaron que, el retardo se produce en la zona plástica de sobrecarga durante el ensayo de fatiga en una serie de aleaciones de aluminio [111].

La técnica de Moiré emplea el principio de la interferencia de la luz, que proporciona una sensibilidad lo suficientemente alta como para medir pequeñas deformaciones proporcionando mapas de contorno del campo de desplazamiento en el plano paralelo y perpendicular a la grieta. La técnica se basa en la interferencia de dos rejillas regulares, una de referencia y otra de la muestra. La visualización simultánea de las dos rejillas produce un patrón de interferencia conocido como franjas, que son contornos de deformación perpendiculares a las líneas de la rejilla. Gianni empleó la técnica de Moiré para determinar la extensión de la zona plástica monotónica. La aparición de la plasticidad cíclica tras la descarga, según el modelo de fatiga de Rice, se dedujo a partir de un cambio brusco en el tipo de deformación alrededor de una grieta de fatiga. Se demostró que, las observaciones cuantitativas del tamaño de la zona

plástica delante de la punta de la grieta eran coincidentes con la estimación de Rice del tamaño de la zona plástica monotónica [112].

En 1995 Tay et al. emplearon una técnica de punteado láser para medir la zona plástica que fue observada por primera vez por Azushima en 1982. Se basa en el fenómeno de que la deformación plástica cambia la rugosidad de la superficie metálica [113, 114].

Steuwer et al. analizaron las grietas por fatiga utilizando la técnica de difracción y tomografía de rayos X de sincrotrón [115].

Patterson y Olden revisaron una serie de técnicas ópticas sin contacto para investigar el campo de desplazamiento alrededor de una grieta en crecimiento y los correspondientes campos de deformación a través de la componente elástica, como el análisis de tensión fotoelástica, la termoelasticidad y el método de las cáusticas. En el análisis de tensiones fotoelásticas, se observan franjas en un cuerpo transparente sometido a tensión y se visualizan utilizando luz polarizada [116]. En el método de las cáusticas se suele utilizar un láser, pero no está muy extendido debido a su complejidad [117]. La termoelasticidad es el cambio de tamaño y forma de un objeto sólido cuando la temperatura de dicho objeto fluctúa. Estos cambios de temperatura pueden medirse con un detector de infrarrojos sensible y la señal del detector es proporcional a la suma de las tensiones principales [118]. El análisis de tensiones termoelásticas (TSA) se basa en el principio de la termoelasticidad y se ha utilizado para estudiar las grietas por fatiga durante las últimas cuatro décadas [119-125]. Patki y Patterson emplearon la termoelasticidad para estudiar la extensión de la zona plástica de la punta de la grieta basándose en la diferencia de fase entre el TSA y las señales de esfuerzo [119].

Otra técnica de medición de campo completo ampliamente utilizada es la Correlación de Imágenes Digitales (DIC), que funciona comparando las fotografías digitales de un componente en diferentes etapas de deformación. Rossi et al. midieron el campo de deformación alrededor de la punta de la grieta utilizando DIC estéreo para identificar los movimientos fuera del plano. A continuación, utilizaron el método de los campos virtuales para identificar la zona plástica, identificando las partes de la probeta que se desvían del comportamiento elástico lineal [126]. Concluyeron que cualitativamente, se encuentra una adecuada correspondencia entre los mapas de error y la zona plástica evaluada por el FE-SEM. El método DIC es fiable y preciso para medir los campos de deformación y desplazamiento en una gran variedad de situaciones, pero da lugar a

graves errores y a una calidad deficiente cerca de las zonas de discontinuidad del desplazamiento, como las grietas y las bandas de cizallamiento, ya que los subsistemas utilizados para la correlación requieren una continuidad espacial [127]. Para superar esto, las regiones alrededor de las zonas de discontinuidad se eliminan del área de estudio antes del análisis. Esto produce resultados incompletos, ya que depende de la cantidad de área que se haya eliminado [128]. Además, no es sencillo identificar la zona plástica a partir de las imágenes DIC. Para localizar una zona plástica se requiere un conocimiento previo del material y hay que realizar una estimación sobre el valor y el componente de la deformación en el que comienza a producirse la plasticidad, lo cual puede introducir una incertidumbre significativa [129].

El rápido desarrollo del Microscopio Electrónico de Transmisión (TEM) y del Microscopio Electrónico de Barrido (SEM) a mediados del siglo XIX proporcionó nuevas y potentes herramientas para examinar las superficies de las fracturas con una resolución y profundidad de campo significativamente mejoradas [130]. En cierto modo, la fácil disponibilidad del MEB ha limitado el examen detallado mediante el TEM debido a la posibilidad de colocar grandes muestras en el microscopio para su examen en combinación con una resolución razonablemente alta y sin dificultades en la preparación de las muestras, como cortarlas en láminas finas con un grosor del orden de 250 μm , o perforar la muestra en discos de 3 mm de diámetro como máximo [131]. Hoy en día, el MEB se ha convertido en el instrumento de uso más común para el examen de las superficies de las fracturas debido a su mayor aumento. Más recientemente, se han puesto a disposición otras herramientas y técnicas, como la espectroscopia de energía dispersiva de rayos X (EDS), el microscopio Auger, el SEM de presión variable y el microscopio de fuerza atómica. La microscopía electrónica de barrido se ha empleado en numerosos estudios para evaluar la densidad de dislocaciones a microescala [132-135]. Una serie de métodos de microscopía electrónica de barrido han analizado cómo los cambios locales en la curvatura y dilatación de la red asociados a las dislocaciones afectan a la interacción de la red con los haces de electrones incidentes. El método Selected Area Channel Pattern (SACP) en microscopía electrónica de barrido es una técnica para caracterizar los límites de grano de los materiales policristalinos y para detectar la tensión plástica que caracteriza a la fractura intergranular. El método (SACP) genera una variación en la intensidad de los electrones retro-dispersados que se agrava con el aumento de la deformación

plástica [136-139]. Davidson y Lankford, que utilizaron el SACP para medir el tamaño de la zona plástica y la distribución de la deformación, concluyeron que el tamaño de la zona plástica no es proporcional a la tensión de fluencia para las grietas de fatiga y que el factor de intensidad de la tensión está correlacionado con el trabajo realizado en la creación de nuevas superficies de grietas [140]. La técnica está limitada al estudio de tamaños de grano inferiores al tamaño de la zona seleccionada y al hecho de que no todos los SEM son capaces de formar SACP. Además, la mayoría de los SEM con capacidad de SACP sólo pueden mover el haz sobre un área de unos pocos milímetros de distancia debido a las distorsiones esféricas y a los errores de enfoque [141]. Wilkinson et al. aplicaron con éxito el método de Imagen de Contraste por Canalización de Electrones (ECCI) utilizando un SEM disponible en el mercado equipado con un cañón de emisión de campo para revelar la formación de subgranos debido a la deformación adyacente a la grieta [142]. La ECCI puede revelar la distribución de dislocaciones y la deformación plástica en torno a una grieta de fatiga, pero requiere la difracción de electrones retrodispersados (EBSD) para medir las deformaciones dentro de la zona plástica. Un patrón EBSD es una forma de patrón Kikuchi que se observa en la distribución angular de los electrones retrodispersados emitidos por un cristal sobre el que se enfoca un haz de electrones incidente [143]. Queded et al. fueron los primeros en utilizar la EBSD para medir la deformación plástica [144]. Jia et al. determinaron cuantitativamente el cambio en el comportamiento plástico dependiente de la orientación del grano en los aceros austeníticos y de ferrita durante los ensayos de tracción in situ y concluyeron que la deformación plástica de los granos de ferrita es provocada por las acumulaciones de dislocaciones en los granos austeníticos adyacentes [145]. Aunque la EBSD es capaz de recoger información de pequeñas áreas de cientos de nanómetros de diámetro bajo el haz de electrones, la cuantificación se hace difícil a grandes niveles de deformación.

Liu et al. desarrollaron en 2004 una técnica de difracción tridimensional de rayos X (3D-XRD) para caracterizar las orientaciones locales, los estados de tensión y los límites de los granos con una resolución a escala de micras. Utilizaron el método de difracción Laue en lugar de la última difracción monocromática para evitar las complicaciones de la rotación de la muestra [146]. Con el desarrollo de la microdifracción de rayos X tridimensional utilizando radiación sincrotrón policromática y monocromática, Barabash et al. estudiaron las rotaciones locales de la

red tridimensional y la deformación elástica residual simultáneamente, caracterizando la configuración de dislocaciones en una superaleación basada en el níquel [147]. Sin embargo, esta técnica se encuentra en una fase de desarrollo preliminar y sufre los inconvenientes de los detectores débiles, el gran tamaño del haz de rayos X, los largos tiempos de recogida de datos y la baja resolución espacial. En 2014, Hruby et al. utilizaron la microdifracción Laue de rayos X y la microtomografía para examinar la plasticidad que rodea una grieta por fatiga en la aleación Al 7075-T651 [148]. Hruby et al. observaron que se realizaron numerosas pruebas con diferentes tamaños de recuadros hasta que se eligió un tamaño de recuadro apropiado, ya que se descubrió que el rendimiento de las estrategias de búsqueda de picos se veía afectado en gran medida por el tamaño de recuadro elegido. Si el tamaño del recuadro era demasiado pequeño, los picos más amplios podían no ajustarse y los picos podían adaptarse al ruido, mientras que si el tamaño del recuadro era demasiado grande, los picos agudos podían excluirse y el tiempo de cálculo aumentaba considerablemente [148]. En 2015, Withers empleó la difracción de rayos X de sincrotrón y las imágenes tomográficas para identificar el campo de deformación elástica utilizando las proximidades de la región ampliada del punto máximo de difracción [149]. Es posible aplicar la misma técnica utilizando rayos X de sincrotrón, pero la mayor penetración de los rayos en la superficie puede complicar el análisis de la profundidad [149]. Yang et al. utilizaron una técnica de difracción de electrones retrodispersados para medir la distribución de la deformación residual y el tamaño de la zona plástica alrededor de la punta de una grieta por fatiga y mostraron una buena concordancia con el tamaño de la zona plástica medido mediante la teoría de Dugdale. También compararon sus resultados con otra técnica de TSA bien establecida, mostrando un acuerdo sustancial con la zona plástica de TSA, lo que demuestra el gran potencial en la identificación del papel de la zona plástica de la punta de la grieta en el cierre de la misma [150].

La Tabla 5 incluye un resumen de los métodos más importantes descritos, así como su tipología (técnica invasiva o no invasiva) y una referencia.

Tabla 5. Resumen de las técnicas para la caracterización de la zona plástica, con su tipología y referencia.

Table 5. Summary of the techniques used to characterize the plastic zone, together the type (invasive or non invasive) and the reference of each technique.

Método	Tipología	Referencia
Emisión acústica	Invasivo	[101]
Caída de potencial eléctrico	Invasivo	[100]
Análisis de flexibilidad	Invasivo	[102]
Microdureza	Invasivo	[105]
Método de recristalización	Invasivo	[107]
Método del grano deformado	Invasivo	[24]
Correlación de imágenes	No invasivo	[109]
Microscopía de interferencia óptica	Invasivo	[111]
Interferometría Moiré	No invasivo	[112]
Punteado láser	No invasivo	[113]
Difracción de rayos X de sincrotrón	No invasivo	[114]
Fotoelasticidad	Invasivo	[116]
Método de las caústicas	No invasivo	[117]
Termoelasticidad	No invasivo	[119]
Método de los campos virtuales	No invasivo	[126]
TEM y SEM	Invasivo	[130]
EBSD	Invasivo	[144]

Como se puede observar en la descripción anterior, existe una gran cantidad de métodos disponibles para la estimación de la zona plástica generada en torno a una grieta de fatiga. Sin embargo, los métodos requieren o bien equipos experimentales muy costosos, o bien procedimientos muy complejos cuya precisión final no es suficiente para estimar la zona plástica de forma satisfactoria. En esta tesis se propone una nueva metodología con el objetivo de evitar estos dos inconvenientes. En primer

lugar, la metodología propuesta requiere un equipamiento relativamente barato, por lo que se podrá incorporar en talleres y laboratorios de automoción y de otras industrias en las que el deterioro por fatiga sigue siendo un problema grave. En segundo lugar, la metodología propuesta está basada en el endurecimiento que sufre el material en torno al vértice de la grieta. Se describe una metodología para detectar este endurecimiento, así como la mejor forma de implementar esta metodología y las limitaciones de la misma.

5. Materiales y métodos

En este capítulo se especificarán los dos materiales utilizados en los ensayos. A continuación, se describirán las pruebas de fatiga a las que han sido sometidas las distintas probetas.

5.1. Material utilizado: Aleación de aluminio 2024-T351

El principal material usado en esta tesis ha sido la aleación de aluminio 2024-T351. Se ha seleccionado este material debido a sus aplicaciones en el campo de la industria de la automoción [151-153] además de otras industrias como la aeronáutica [154,155]. El gran impacto que ocasionan los fallos por fatiga en la industria de la automoción es indudable, a la vista de la gran cantidad de trabajos publicados que intentan explicar y caracterizar distintos aspectos de fatiga [9,156,157]. La composición química de la aleación de aluminio usada se resume en la Tabla 6. La curva de ensayo de tracción del material se muestra en la Fig. 12. El ensayo de tracción se basó en la normativa ASTM B557 para aleaciones de aluminio, con probeta cilíndrica y con lectura de deformaciones mediante correlación de imágenes [170]. La carga se aplicó mediante una máquina de tracción electromecánica MTS Insight de 300 kN de carga máxima. Las propiedades mecánicas de la aleación se indican en la Tabla 7 y la relación de endurecimiento por deformación (σ_u/σ_y) es de 1,31.

En la Fig. 13 se presenta una micrografía que muestra la microestructura, registrándose un tamaño de grano de aproximadamente 74 μm [158]. Para ello se realizó un desbaste con lijas de granulometría #800, #1200 seguido de un pulido con pasta de diamante #3 μm , y se usó reactivo Keller (15 ml de ácido clorhídrico al 37%, 10 ml de ácido fluorhídrico al 48%, 25 ml de ácido nítrico al 65% y 50 ml de agua destilada).

El utilizado para el estudio de la microestructura fue una solución

La microestructura está formada mayoritariamente por la fase α con el compuesto intermetálico θ' ($AlCu_2$) como precipitado. Estos precipitados son consecuencia del tratamiento térmico aplicado a la aleación y causan el aumento de la resistencia y la dureza en la aleación. El tamaño medio de los precipitados es de $6,8 \mu m$ y $8,6 \mu m$ en la dirección de crecimiento de la grieta y en la dirección de apertura de la grieta, respectivamente.

Tabla 6. Composición química en peso de la aleación de aluminio 2024-T351, facilitada por el fabricante. El resto es Al. (en peso %).

Table 6. Chemical composition by weight of aluminium alloy 2024-T351, provided by the manufacturer. The remainder is Al (by weight %)

Mn	Si	Cr	Cu	Zn	Pb	Fe	Ti	Mg
0.650	0.070	0.010	4.570	0.060	0.004	0.120	0.039	1.500

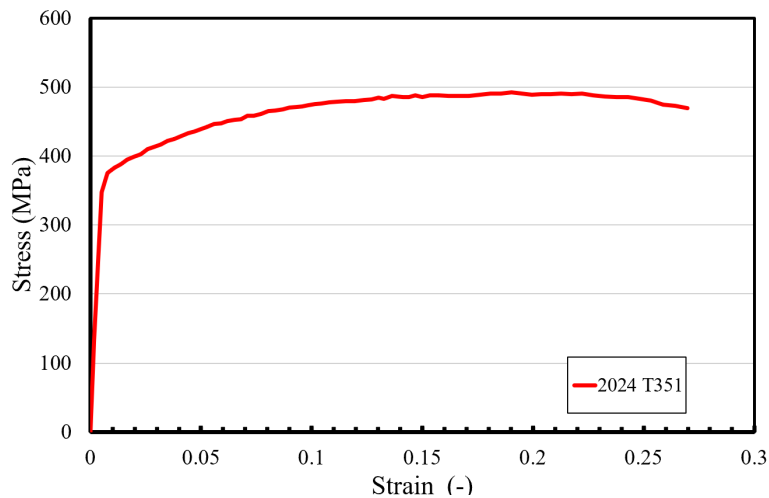


Figura 12. Curva de comportamiento tensión-deformación obtenida con el ensayo uniaxial de tracción de la aleación de aluminio 2024-T351.

Figure 12. Monotonic stress-strain curve of 2024-T351 aluminium alloy obtained from the uniaxial tensile test.

Tabla 7. Propiedades monotónicas de la aleación de aluminio 2024-T351 obtenidas en el ensayo uniaxial de tracción.

Table 7. Monotonic properties of the 2024-T351 aluminium alloy obtained in the uniaxial tensile test.

Yield stress, σ_y	375 MPa
Ultimate tensile stress, σ_u	492 MPa
Young's modulus, E	73 GPa

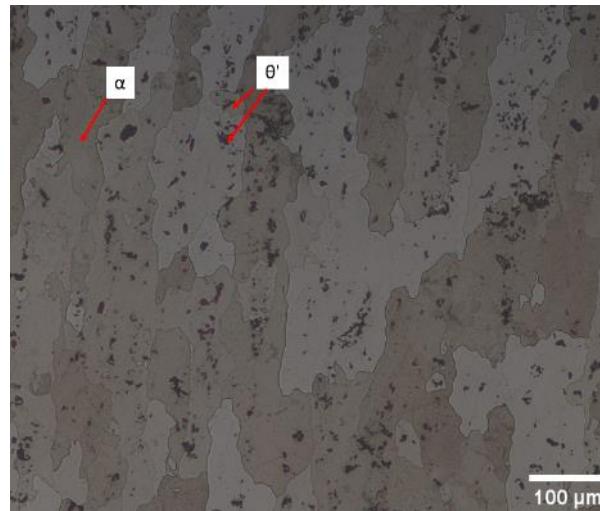


Figura 13. Micrografía óptica de la aleación de aluminio 2024-T351 que muestra las dos fases principales.

Figure 13. Optical micrograph of the 2024-T351 aluminium alloy showing the two main phases.

5.2. Ensayos de fatiga

Para los ensayos de fatiga se utilizaron tres probetas de tensión compacta (CT). En la Fig. 14 se muestra un esquema de la forma y las dimensiones de las probetas. La longitud de la grieta inicial (en la Fig. 14) es de 11 mm. Los parámetros de fatiga se resumen en la Tabla 8. La carga cíclica de las probetas se realizó en un equipo de carga Instron 8501. La relación de carga, R, fue de 0,1 para todas las probetas, y la frecuencia de carga fue de 20 Hz durante todos los ensayos. La carga máxima aplicada fue de 2,1 kN en todos los casos. Los diferentes factores de intensidad de tensiones (ΔK) se lograron probando diferentes longitudes de grieta. La longitud de la grieta se monitorizó con la ayuda de una cámara CCD Limes de 5MP. Las probetas se sometieron a una amplitud de carga constante y a un ΔK creciente. El número de ciclos

necesarios para alcanzar la longitud de grieta descrita en la Tabla 8 fue de 40300 ciclos, 612000 ciclos y 646000 ciclos para las probetas S1, S2 y S3, respectivamente.

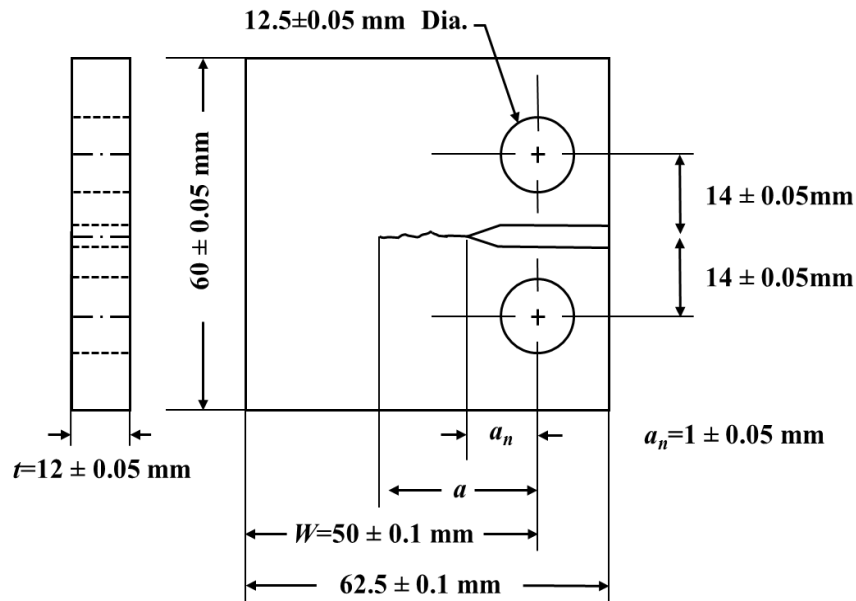


Figura 14. Geometría de tensión compacta (CT) de la probeta, fabricada según la norma ASTM [159].

Figure 14. Compact stress-strain (CT) geometry of the specimen, manufactured according to ASTM standard [159].

Tabla 8. Parámetros de fatiga utilizados en las tres probetas.

Table 8. Fatigue parameters used in the three specimens.

Specimen ID	a, mm	ΔK_I , MPa \sqrt{m}
S1	30.40	9.91
S2	37.61	20.61
S3	40.25	30.23

6. Técnica de microindentación

6.1. Descripción del procedimiento experimental de microindentación.

Los ensayos de microindentación se realizaron siguiendo la norma ASTM [160]. Para ello se utilizó un tester de microdureza Matsuzawa MXT-70. La microdureza Vickers, HV, se midió con el tester, de acuerdo con la siguiente expresión [160]:

$$HV = 1854.4 \frac{P}{d^2}$$

donde P es la fuerza aplicada con el microindentador y d es la media de las diagonales medidas en las indentaciones. Las diagonales en la indentación se midieron con una cámara digital EOS 2000D de 24 MP acoplada a un microscopio óptico Nikon Epiphot 280. Las mediciones se realizaron con el software de código abierto ImageJ [161].

Este es un sistema de especificaciones relativamente bajas. Si se utilizan microscopios y sistemas de imagen de gama más alta, la calidad de las lecturas puede mejorar. Sin embargo, mediante el uso de arreglos relativamente sencillos como la configuración descrita, se consigue un análisis de la zona plástica más preciso que en estudios anteriores [90,93,95,96]. Esta configuración relativamente sencilla permite además que la metodología pueda ser usada por talleres e industrias no ligadas a la investigación, pero afectadas de forma severa por los fallos por fatiga, como es el caso de la industria del automóvil.

Una de las ventajas del procedimiento actual es su bajo coste, que no está ligado a una baja resolución en las estimaciones. Para conseguir la mayor resolución posible, la región de la punta de la grieta en la muestra debe pulirse hasta un grado submicrónico. Resulta muy difícil conseguir un acabado tan fino en toda la superficie de la muestra, En consecuencia, es necesario cortar un fragmento de dicha muestra. Esto contrasta con trabajos recientes en los que la zona plástica se ha determinado a través de mediciones de indentación tomadas directamente en la probeta [98]. El fragmento objeto de estudio debe ser notablemente mayor que la zona plástica para que el

procedimiento no distorsione los resultados de la estimación. Hay que tener especial cuidado al cortar la probeta para no introducir plasticidad adicional en la misma. En la disposición actual, el fragmento se obtuvo cortándolo con una hoja de sierra circular. La configuración requirió que el montaje se sujetara firmemente. El agarre de la misma se obtiene con una palanca (véase la Fig. 15). Un agarre muy fuerte en la dirección de apertura de la grieta cerca de los orificios (véase la Fig. 15.a) podría inducir cierta deformación plástica alrededor de la punta de la grieta. La solución empleada en este caso fue colocar la probeta en posición vertical (Fig. 15.b) para que la fuerza de agarre no indujera ninguna carga adicional a lo largo de la dirección de apertura de la grieta.

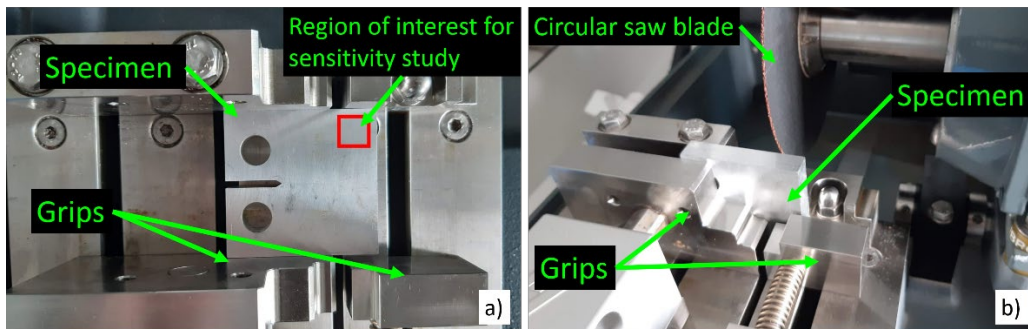


Figura 15. Muestra de TC lista para ser cortada con una hoja de sierra circular. (a) El agarre podría inducir una fuerza en la dirección de apertura de la grieta. (b) El agarre no induce ninguna carga que pueda afectar a la zona plástica de la grieta de fatiga.

Figure 15. CT specimen ready to be cut with a circular saw blade. (a) The grip could induce a force in the crack opening direction. (b) The grip does not induce any load that could affect the plastic zone of the fatigue crack.

Según la normativa [160], la fuerza total debe aplicarse entre 10 y 15 segundos. Al aplicar toda la fuerza de prueba durante 10 segundos, la dureza general fue menor (hendiduras más pequeñas) que durante 15 segundos. Esto, a su vez, provoca que la forma de la zona plástica aparezca algo borrosa y resultaba perjudicial para estimar el tamaño de la zona plástica. Como consecuencia, la carga se aplicó durante 15 segundos para todas las mediciones de dureza.

6.2. Análisis de sensibilidad

Para conseguir una buena precisión en la estimación de la zona plástica, las mediciones de dureza deben ser lo más cercanas posible. Además, la carga que se aplica con el durómetro afecta directamente a la resolución para la estimación de la zona plástica. Por un lado, una carga más alta produce indentaciones con una mejor relación señal/ruido en cada medición de la HV. Es decir, cuanto mayor es la carga, mejor es la calidad de cada HV. Por otro lado, la aplicación de cargas más altas produce huellas más grandes. La distancia entre indentaciones adyacentes debe ser mayor que 2,5 veces la longitud de la diagonal de la indentación, para evitar interferencias entre mediciones consecutivas [160]. Por lo tanto, el uso de una fuerza mayor implica una menor resolución en la estimación de la zona plástica, ya que el número de mediciones de HV por unidad de superficie es menor, en comparación con una fuerza menor. Al mismo tiempo, menores fuerzas producirán indentaciones más pequeñas y, por lo tanto, la preparación de la superficie se vuelve cada vez más crítica [160]. Por lo tanto, se realizó un estudio paramétrico para identificar un buen equilibrio en términos de fuerza de indentación, acabado superficial y precisión para identificar la zona plástica.

Para ello, se tomaron series de mediciones a lo largo de la dirección de apertura de la grieta y a lo largo de la dirección de crecimiento de la grieta. Cada serie se tomó en línea recta desde una región alejada de la zona plástica para evitar la influencia de la plasticidad de la punta de la grieta. Esto se muestra en la Fig. 15.a) como "Region of interest for sensitivity study".

Se utilizó la misma distancia en el material para cubrir 10 indentaciones tomadas a 25 gf y para cubrir 15 indentaciones tomadas a 10 gf. Se estudiaron tres acabados superficiales diferentes. Estos fueron #800, #1200 y #3 μm , siendo #3 μm el acabado superficial más fino entre los diferentes casos estudiados. Los acabados superficiales #800 y #1200 se obtuvieron con papeles abrasivos de SiC de grado #800 y #1200, respectivamente. El acabado #3 μm se obtuvo cargando previamente el paño de pulido con diamante de grado 3 μm en una pasta portadora. El paño también se humedeció con líquido emulsionante durante el pulido. Además, se probaron dos cargas diferentes, a saber, 10 gf y 25 gf. En la Fig. 16 se muestran algunos ejemplos de los

diferentes acabados superficiales. Los acabados superficiales #800 y #1200 se utilizaron para comprender el efecto de una mala preparación de la superficie en el proceso de microindentación.

La Fig. 16 también muestra las diferentes indentaciones obtenidas con la fuerza más baja y la más alta. La mejora del acabado de la superficie es evidente en las diferentes imágenes mostradas en la Fig. 16. El mayor tamaño de las hendiduras producidas con 25 gf también es evidente en las imágenes mostradas en la Fig. 16. Esta mayor indentación implica un menor número de mediciones realizadas sobre la misma distancia, como se observa en la Fig. 16.

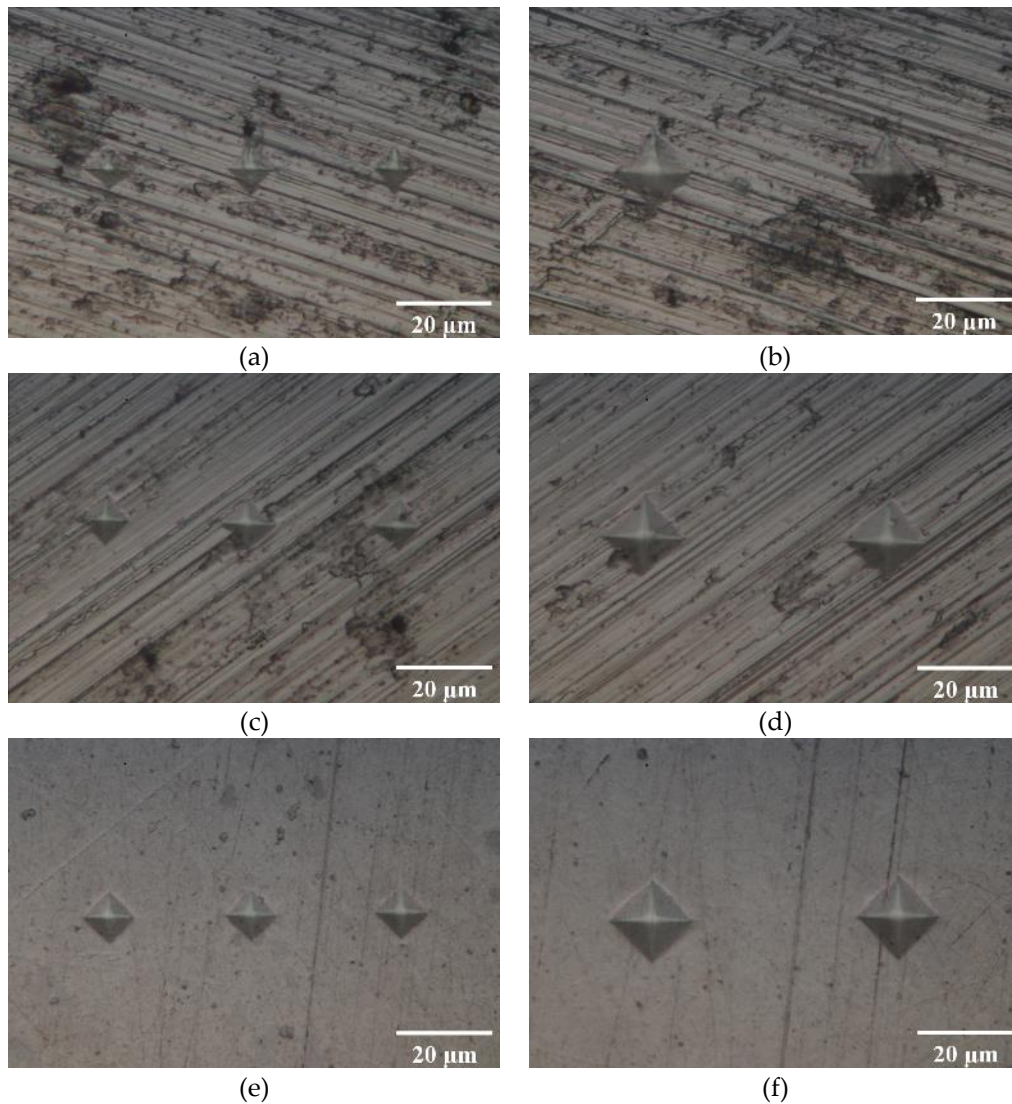


Figura 16: Diferentes indentaciones observadas en distintos acabados superficiales. a) Acabado superficial #800 e indentación obtenida con 10 gf, b) #800 y 25 gf, c) #1200 y 10 gf, d) #1200 y 25 gf, e) #3 µm y 10 gf, f) #3 µm y 25 gf. Todas las imágenes se tomaron en un microscopio óptico Nikon Epiphot 280 con un objetivo de 100X.

Figure 16: Different indentations observed on different surface finishes a) Surface finish #800 and indentation obtained with 10 gf, b) #800 and 25 gf, c) #1200 and 10 gf, d) #1200 and 25 gf, e) #3 µm and 10 gf, f) #3 µm and 25 gf. All images were taken on a Nikon Epiphot 280 optical microscope with a 100X objective.

El acabado de la superficie del #800 (Figs. 16.a y 16.b) muestra indentaciones muy irregulares, especialmente por debajo de 10 gf (Fig. 16.a), donde la diferencia entre indentaciones es mayor y la diferencia entre la diagonal vertical y la horizontal es grande. Cuando la diferencia entre las diagonales es superior al 5%, la muesca debe descartarse [160]. Además, el mal acabado de la superficie crea regiones oscuras que dificultan la medición de las diagonales y, por tanto, disminuye la calidad de las mediciones de dureza. En algunos casos, estas regiones oscuras oscurecen la

indentación hasta el punto de que la medición de la diagonal no es posible. La comparación entre las imágenes tomadas a 10 gf (Figs. 16.a, 16.c y 16.e) y las imágenes tomadas a 25 gf (Figs. 16.b, 16.d y 16.f) muestra claramente unas muescas más deformadas con la disminución de la carga. El paso de #800 a #1200 mejora claramente la calidad de las muescas, aunque siguen siendo bastante irregulares, especialmente por debajo de 10 gf (Fig. 16.c). La distorsión de las hendiduras se reduce claramente al pulir al siguiente grado (#3 μm), como se observa en las Figs. 16.e y 16.f. Además, la huella resultante de la dirección de pulido se reduce drásticamente al utilizar el diamante de grado 3 μm en una pasta portadora (ver Figs. 16.e y 16.f). El pulido más fino (Figs. 16.e y 16.f) produce las hendiduras más regulares y el fondo más uniforme, libre de marcas o huellas, facilitando así la medición de las diagonales de las hendiduras.

La reproducibilidad de las mediciones se estudia trazando la media y la desviación estándar para las diferentes condiciones experimentales. Los resultados de las mediciones a lo largo de la dirección de crecimiento de la grieta y a lo largo de la dirección de apertura de la grieta en una región alejada de la punta de la grieta se muestran en las Figs. 17 y 18, respectivamente.

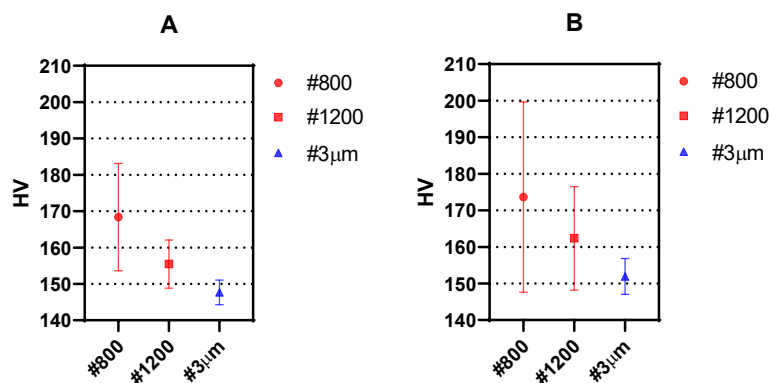


Figura 17. Mediciones de dureza media obtenidas con el ensayo de microdureza Vickers a lo largo de la dirección de crecimiento de la grieta para diferentes acabados superficiales. a) 25 gf y b) 10 gf. La desviación estándar se muestra como barras de error.

Figure 17: Average hardness measurements obtained with the Vickers microhardness test along the crack growth direction for different surface finishes a) 25 gf and b) 10 gf. The standard deviation is shown as error bars.

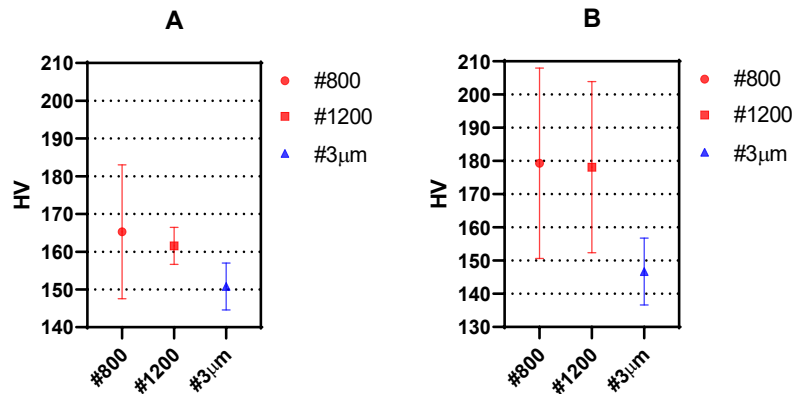


Figura 18. Mediciones de dureza media obtenidas con el ensayo de microdureza Vickers a lo largo de la dirección de apertura de la grieta para diferentes acabados superficiales. a) 25 gf y b) 10 gf. La desviación estándar se muestra como barras de error.

Figure 18. Average hardness measurements obtained by Vickers microhardness testing along the crack opening direction for different surface finishes a) 25 gf and b) 10 gf. The standard deviation is shown as error bars.

Al comparar las Figs. 17 y 18 se aprecian pequeñas diferencias en la dirección de crecimiento y la dirección de apertura de la grieta. Las medidas en las dos direcciones no tienden a ser claramente mayores o menores para cada una de las direcciones. For ejemplo, el valore medio observado en la Fig. 17A es ligeramente mayor para el acabado #800, pero ligeramente inferior para los acabados #1200 y #3µm. Sin embargo, la tendencia observada en la dirección de crecimiento (Fig. 17) es algo más uniforme que en la dirección de apertura (Fig. 18). Esta mayor uniformidad se aprecia en primer lugar en un descenso de los valores medios de HV más lineal con la mejora del acabado superficial. En segundo lugar, la desviación típica también decrece de manera más lineal en la dirección de crecimiento (Fig. 17) que en la dirección de apertura de la grieta (Fig. 18). Este comportamiento más complejo puede deberse al menor tamaño de los granos en la dirección de apertura que en la dirección de crecimiento (Fig. 13), como consecuencia de que la dirección de laminación coincide con la dirección de crecimiento. Existen, por tanto, más límites de grano a lo largo de la dirección de apertura de la grieta que a lo largo de la dirección de crecimiento de la grieta. Los límites de grano se caracterizan por tener un menor empaquetamiento atómico que el resto del material y por tener un porcentaje de impurezas mayores, como consecuencia del mayor estado energético en el que se encuentran los átomos en

estas regiones. Estos factores probablemente induzcan una mayor dispersión en las medidas de dureza que a la postre se traducen en un comportamiento más irregular en la dirección de apertura (Fig. 18) que en la dirección de crecimiento (Fig. 17). Las Figs. 17 y 18 muestran además que, tanto los valores medios como la dispersión (medida como desviación estándar) en las mediciones, disminuyen a medida que se mejora el acabado de la superficie. Esto se debe a la mayor facilidad de penetración del indentador en la superficie, debido a las menores irregularidades existentes en la misma. Este comportamiento se observó también en trabajos anteriores en los que se registró una mayor dispersión para cargas menores del indentador [89]. El hecho de que las cargas mayores del indentador produzcan valores generales de HV más bajos también se ha observado en estudios anteriores de reproducibilidad [160]. Este efecto se observa en los diferentes acabados superficiales estudiados. En consecuencia, los mejores resultados tanto en la dirección de crecimiento de la grieta (Fig. 17) como en la dirección de apertura de la grieta (Fig. 18) se obtienen con una carga de 25 gf y un acabado superficial de 3 μm . En base a los resultados obtenidos con carga de 25 gf y acabado superficial de 3 μm , el error en las medidas de micro-dureza se puede estimar en $\pm 3.4 \mu\text{m}$ en la dirección de crecimiento y $\pm 6.2 \mu\text{m}$ en la dirección de apertura de la grieta.

7. Resultados y discusión

7.1. Estimación de la zona plástica

Siguiendo los resultados de la sección anterior, todas las indentaciones se realizaron con 25 gf de carga y 3 μm de acabado superficial. Se tomaron alrededor de 2000 micro-indentaciones en cada mapa para caracterizar adecuadamente la evolución de la dureza Vickers alrededor de la punta de la grieta. La Fig. 19 muestra una foto mosaico con las medidas de dureza tomadas para la probeta P1. En la Fig. 19 se aprecia además la grieta de fatiga, que crece horizontalmente desde el borde izquierdo de la micrografía hacia la derecha. Con el objetivo de abarcar una mayor superficie, y, teniendo en cuenta la simetría del campo en torno al plano de la grieta, se tomaron más medidas a un lado de la grieta. Esa información se utilizó para extrapolar las medidas de dureza al otro lado de la grieta.

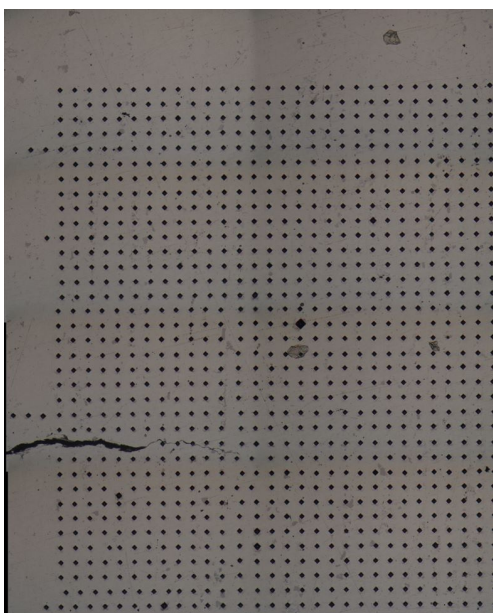


Figura 19. Composición de micrografías tipo mosaico mostrando las indentaciones realizadas para la probeta P1.

Figure 19. Mosaic composition of micrographs showing the indentations applied to sample P1.

La Fig. 20 muestra los mapas de contorno 2D de las mediciones de microdureza tomadas alrededor de la punta de la grieta para las tres muestras.

Las Figs. 20.a, 20.b y 20.c muestran los resultados de las muestras P1, P2 y P3, respectivamente.

Para la validación, también se calculó la zona plástica monotónica teórica de forma similar a los trabajos anteriores [162]. Esta estimación teórica se basó en el campo de tensiones de Westergaard alrededor de la punta de la grieta (ecuaciones 1 a 4) [163] combinado con el criterio de Von Mises [164]. Esta solución se estableció para entender la forma y el tamaño de la zona plástica [162,164,165]. Se asumieron condiciones de tensión plana, ya que el análisis se realiza en la superficie.

$$\sigma_{xx} = A_0 \cdot r^{-\frac{1}{2}} \cdot \cos\left(\frac{\theta}{2}\right) \cdot \left(1 - \sin\left(\frac{\theta}{2}\right) \cdot \sin\left(\frac{3\theta}{2}\right)\right) \quad (1)$$

$$\sigma_{yy} = A_0 \cdot r^{-\frac{1}{2}} \cdot \cos\left(\frac{\theta}{2}\right) \cdot \left(1 + \sin\left(\frac{\theta}{2}\right) \cdot \sin\left(\frac{3\theta}{2}\right)\right) \quad (2)$$

$$\tau_{xy} = A_0 \cdot r^{-\frac{1}{2}} \cdot \cos\left(\frac{\theta}{2}\right) \cdot \sin\left(\frac{\theta}{2}\right) \cdot \cos\left(\frac{3\theta}{2}\right) \quad (3)$$

$$A_0 = \frac{K_I}{\sqrt{2\pi}} \quad (4)$$

donde r y θ son las coordenadas polares con respecto a la punta de la grieta y K_I es el factor de intensidad de la tensión aplicada.

La zona plástica cíclica también se calculó analíticamente y se utilizó como referencia para la comparación. La zona plástica cíclica teórica, según [2]:

$$r_c(\theta) = \frac{1}{4\pi} \left(\frac{\Delta K_I}{2\sigma_y}\right)^2 \left[1 + \cos\theta + \frac{3}{2} \sin^2\theta\right] \quad (5)$$

donde r_c y θ son los valores de las coordenadas polares del límite de la zona plástica cíclica, ΔK_I es el rango del factor de intensidad de la tensión en el modo I y σ_y es el límite elástico.

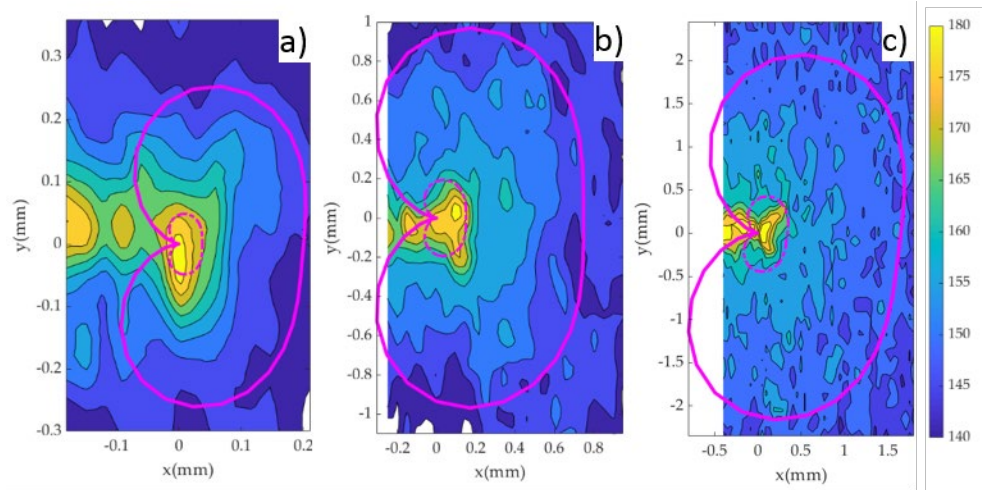


Figura 20. Mapas de contorno 2D de la microdureza alrededor de la punta de la grieta para las tres muestras: a) P1, $\Delta K=9,91\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$, b) P2, $\Delta K=20,61\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ y c) P3, $\Delta K=30,23\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$. La punta de la grieta se encuentra en las coordenadas (0, 0) en todos los mapas. La predicción teórica de Westergaard de la zona plástica monotónica se muestra como una línea sólida rosa. La zona plástica cíclica teórica se muestra como una línea discontinua rosa.

Figure 20. 2D contour maps of the microhardness around the crack tip for the three samples a) P1, $\Delta K=9.91\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$, b) P2, $\Delta K=20.61\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ and c) P3, $\Delta K=30.23\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$. The crack tip is located at coordinates (0, 0) in all maps. Westergaard's theoretical prediction of the monotonic plastic zone is shown as a pink solid line. The theoretical cyclic plastic zone is shown as a pink dashed line.

Estas zonas plásticas teóricas también se representan en la Fig. 20 como línea sólida rosa (monotónica) y línea discontinua rosa (cíclica). La punta de la grieta se encuentra en el origen de coordenadas (coordenadas (0, 0) en la Fig. 20). Las coordenadas del vértice de la grieta se obtuvieron combinando dos fuentes de información. Se tuvo en cuenta la posición del vértice de la grieta al someter la probeta a carga máxima y observar la superficie a través de un microscopio de larga distancia. Se tuvo en cuenta también la evolución de los contornos en el mapa 2D de valores de microdureza, dada su gran similitud a los campos de deformaciones. Las longitudes de grieta obtenidas de esta forma están recogidas en la Tabla 8. Las coordenadas del vértice de la grieta se estudiaron también mediante observación directa al microscopio al aplicar la técnica de microdureza. Este método generó longitudes de grieta ligeramente inferiores (en torno a $40\ \mu\text{m}$ menos) en comparación con las longitudes indicadas en la Tabla 8. Los valores recogidos en la Tabla 8 hacen referencia a la longitud de grieta medida en la superficie de la probeta bajo estudio. Sin embargo, para cada probeta existen formas alternativas para estimar la longitud de la grieta. Una de ellas consiste en tener en cuenta la evolución de la longitud de grieta a lo largo del espesor. Así, para historias

de carga similares a las usadas en este trabajo, se ha observado una mayor penetración de la grieta en el interior (región alejada de los laterales de la probeta) que en el exterior (superficie estudiada en esta investigación). La diferencia de longitudes es de aproximadamente 1.8 mm. Sin embargo, este valor es fuertemente dependiente del tipo de carga y del espesor de la probeta. Otra de ellas consiste en medir la longitud de la grieta en las dos caras de la probeta CT. En función de la microestructura de cada probeta, se pueden observar desajustes entre ambas caras. Para el material, geometría, espesor e historiales de carga estudiados, las diferencias observadas oscilan entre 0.4 mm y 2.6 mm. Dado que los resultados mostrados en la Fig. 20 se han obtenido en una de las caras de la probeta CT, por coherencia, las longitudes de grieta se obtienen en la misma cara de la probeta. No se ha tenido en cuenta la longitud de grieta a lo largo del espesor ni en la cara opuesta a aquella en la que se realizaron las medidas de microdureza. Las zonas plásticas se han corregido, inclinándolas ligeramente en la Fig. 20.a y 20.c para compensar el ángulo de la grieta observado experimentalmente en las muestras P1 y P3. En el caso de la muestra P2, la grieta aparecía perfectamente horizontal en el momento del análisis, por lo que no se requirió ninguna corrección del ángulo en este caso. La Fig. 20 también muestra la región con deformaciones plásticas localizada detrás del vértice de la grieta (coordenadas x negativas). Estos resultados sugieren que la metodología permite detectar la estela plástica. El estudio de la estela plástica está fuera del alcance de esta tesis doctoral, aunque los resultados podrán ser de utilidad para investigaciones futuras, como la validación de modelos de elementos finitos que simulen el crecimiento de grieta por fatiga.

Como se observa en la Fig. 20, la escala de HV comienza en 140HV y termina en 180HV, con pasos de 5HV. Según el análisis de sensibilidad (Figs. 17 y 18), los valores de dureza a 145HV o inferiores podrían considerarse como no afectados por el endurecimiento causado por la grieta [166].

Los datos recopilados fuera de la zona plástica fueron útiles para identificar el valor de 145HV como el valor umbral por encima del cual el material se endurece. En consecuencia, el contorno de 145HV puede utilizarse para establecer los límites de la zona plástica monotónica. La Fig. 20 muestra una concordancia aceptable, tanto en tamaño como en forma, entre la zona plástica monotónica estimada por micro-indentación y la zona plástica monotónica teórica, estimada según la solución de Westergaard. Se observa que la zona plástica según el modelo de Westergaard en

general subestima el tamaño de la zona plástica, en comparación con los resultados experimentales.

La forma de los contornos de microdureza coincide aproximadamente con el límite indicado por la solución de Westergaard. También se observa que las mediciones de dureza se ven afectadas por cierto ruido (Fig. 20). Este ruido probablemente sea causado por la distribución naturalmente desigual de los precipitados θ' (fase más dura), como se observa en la Fig. 13. El hecho de que el tamaño de las hendiduras sea similar al tamaño de los precipitados θ' probablemente contribuya a la distorsión de los contornos HV en la Fig. 20. El ruido es probablemente la razón por la que la estimación de Westergaard de la zona plástica está más cerca del contorno de 150 HV para P2 y P3, mientras que para P1 parece estar más cerca del contorno de 145 HV (Fig. 20). En cuanto a la zona plástica cíclica, la estimación teórica se sitúa en torno a los contornos de 170 y 175 HV.

Un análisis adicional para comparar las zonas plásticas puede realizarse extrayendo los perfiles de dureza a lo largo de la dirección de crecimiento de la grieta (dirección X en la Fig. 20). Las Figs. 21, 22 y 23 muestran los resultados de los perfiles para las muestras P1, P2 y P3, respectivamente, aplicando un filtro gaussiano a los datos [167]. Todos los perfiles de HV muestran un breve aumento inicial de HV justo por delante de la punta de la grieta. Más allá de este máximo, los datos muestran dos partes: una porción inicial con una alta pendiente negativa seguida de una región de menor pendiente negativa.

Para la muestra P2 (Fig. 22), el máximo inicial se encuentra en $X = 0,10$ mm. La primera pendiente alta tiene lugar entre $X = 0,10$ y $X = 0,21$ mm. Por último, la tercera región con una pendiente negativa menor tiene lugar en $X > 0,21$ mm. Se observa claramente una tendencia similar en las tres muestras. El comportamiento similar en las tres muestras valida la metodología actual. Las dos pendientes diferentes también se identificaron en diferentes materiales [90, 93,95,96].

Ghodrat y sus coautores también detectaron el aumento inicial justo por delante de la punta de la grieta en una aleación de aluminio 6061-T4 [90]. El límite entre la pendiente mayor y la menor se utilizó como lugar para la zona plástica cíclica, siguiendo los trabajos anteriores de Gwider y Ranganathan [98]. También definen el límite de la zona plástica monótonica como el final de la segunda pendiente inferior.

Sin embargo, este criterio para definir el límite de la zona plástica monotónica parece algo impreciso para nuestros datos. En su lugar, se propone utilizar la primera vez que los datos alcanzan los 145 HV, como límite de la zona plástica monotónica. Esta demarcación parece más inequívoca y, por tanto, más fácil de reproducir para otras aleaciones y condiciones. Se elige 145 HV porque ese valor se identificó previamente como el valor umbral por encima del cual el material se endurece.

La Fig. 20 permite también distinguir el material que ha quedado deformado plásticamente por detrás del vértice de la grieta, llamada estela plástica. La estela plástica se observa en tonos amarillos y verdes en torno a la coordenada $y = 0$, y coordenadas x negativas. A lo largo de la estela plástica, las medidas de dureza son consistentemente superiores a las regiones alejadas de la grieta (regiones fuera de la estela plástica). Dichos datos pueden ser interesantes de cara a la validación de modelos de elementos finitos que simulen el crecimiento de grieta por fatiga. El modelo de Westergaard no toma en consideración los estados de fatiga anteriores al instante analizado mediante micro-dureza y únicamente describe el campo creado por la singularidad de la grieta. Por esa razón, no se estudia la coincidencia entre el modelo de Westergaard en la región de la estela plástica. La dispersión de los datos parece ser menor para la muestra P1 (Fig. 20), seguida de la muestra P2 (Fig. 21), siendo los datos más dispersos los de la muestra P3 (Fig. 22). Esta diferencia podría estar relacionada con el diferente tamaño de las regiones de interés analizadas para las muestras P1, P2 y P3 (véanse las diferencias en los ejes X en las Figs. 20, 21 y 22). La región de interés era mayor para la muestra P3, ya que se esperaba una zona plástica más grande. Esto a su vez hace que haya más fases duras dentro de la región de interés haciendo que el perfil fluctúe más.

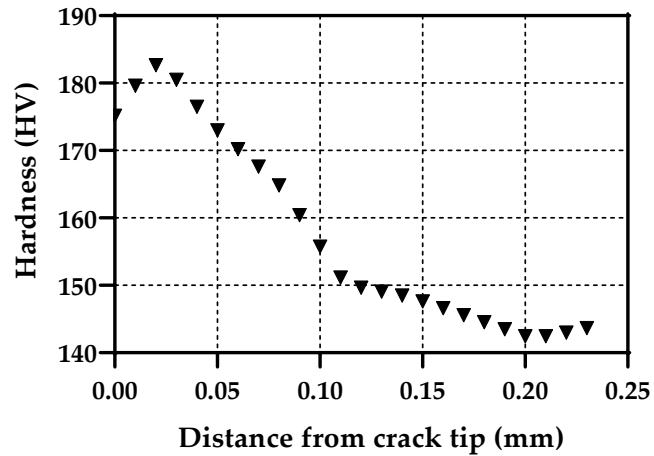


Figura 21. Perfil de microdureza tomado a lo largo de la dirección de crecimiento de la grieta para P1 simple ($\Delta K=9,91\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$).

Figure 21. Microhardness profile taken along the crack growth direction for single P1 ($\Delta K=9.91\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$).

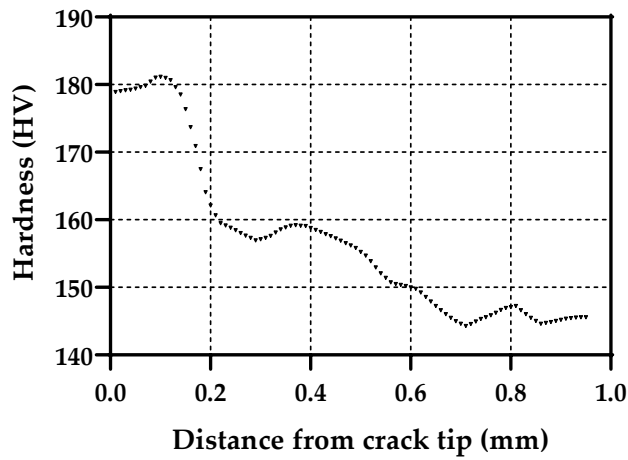


Figura 22: Perfil de microdureza tomado a lo largo de la dirección de crecimiento de la grieta para P2 simple ($\Delta K=20,61\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$).

Figure 22: Microhardness profile taken along the crack growth direction for P2 single ($\Delta K=20.61\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$).

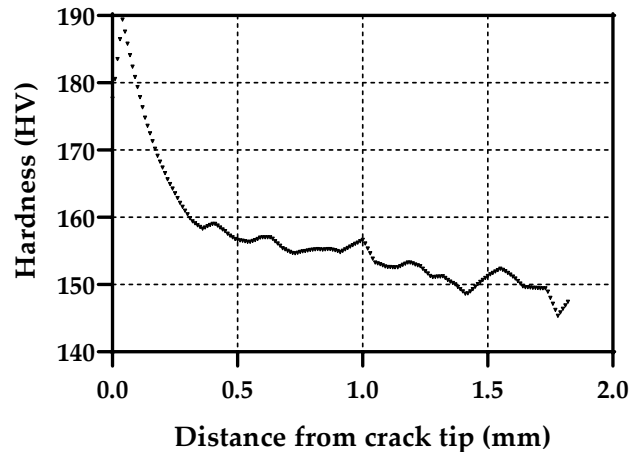


Figura 23. Perfil de microdureza tomado a lo largo de la dirección de crecimiento de la grieta para P3 simple ($\Delta K=30,23\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$).

Figure 23: Microhardness profile taken along the crack growth direction for P3 single ($\Delta K=30.23\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$)

Los resultados del tamaño de la zona plástica obtenidos experimentalmente, los valores teóricos, el error (en %) y las diferencias (en mm) entre ambas se resumen en la Tabla 9. Se observa que la estimación experimental de la zona plástica monotónica es adecuada para las tres muestras, siendo el mayor error el 13,27% para la muestra P1. La Tabla 9 muestra claramente que las estimaciones experimentales son mejores para la zona plástica monotónica que para la cíclica. Además, el error en la estimación de la zona plástica cíclica disminuye a medida que aumenta la zona plástica. Esto sugiere que la precisión de la metodología para la aleación estudiada podría estar en torno a 0,2 mm, en el sentido de que las zonas plásticas (tanto monotónicas como cíclicas) de 0,2 mm o más parecen estar bien caracterizadas. Siguiendo la discusión anterior, esta precisión está influenciada por el tamaño relativo de las indentaciones con respecto a las características microestructurales. Si se observa la diferencia entre las estimaciones teóricas y las experimentales (última columna de la Tabla 9), queda claro que la diferencia no es tan grande como podría parecer en principio al observar el error cíclico de las muestras P1 y P2.

Tabla 9. Resumen de los tamaños de las zonas plásticas estimados experimentalmente con microindentación (PZ_{exp}) y calculados teóricamente siguiendo el modelo de Westergaard (PZ_{theo}). También se muestra el error y la diferencia de las estimaciones con respecto a los resultados teóricos.

Table 9. Summary of the sizes of the plastic zones estimated experimentally with microindentation (PZ_{exp}) and calculated theoretically following the Westergaard model (PZ_{theo}). The error and the difference of the estimates with respect to the theoretical results are also shown.

Sample	Type of PZ	PZ_{exp} (mm)	PZ_{theo} (mm)	Error (%)	Difference (mm)
p1	Cyclic	0.11	0.04	197	0.07
	Mono	0.22	0.20	13.27	0.03
p2	Cyclic	0.21	0.15	40.00	0.06
	Mono	0.71	0.75	-5.16	-0.04
p3	Cyclic	0.35	0.34	2.94	0.01
	Mono	1.78	1.64	8.48	0.14

Como se ha descrito en el Capítulo 5, todas las medidas de dureza se han realizado en probetas planas de tipo CT. Esta cualidad de planitud es uno de los requisitos exigibles en las probetas o componentes analizados para que la metodología genere resultados satisfactorios. Una posible línea de trabajo futura consistiría en la adaptación de la metodología aquí descrita para su uso en probetas o componentes curvos. Se anticipa que la adaptación de la metodología requerirá indentadores de menor tamaño, tales como nano-indentadores, y que la eficacia será tanto mayor cuanto mayor sea el radio de curvatura de la pieza. En cualquier caso, para piezas de geometría compleja, con gran número de superficies curvas, el uso de esta metodología será muy limitado. En estos casos, lo más lógico y práctico será recurrir a técnicas numéricas, como el método de los elementos finitos.

7.2. Análisis preliminar en el acero S355

También se ha realizado un análisis preliminar en un acero S355 de bajo contenido en carbono. Se ha seguido el mismo procedimiento que el descrito con el aluminio. La Fig. 24 ilustra un mapa de contorno 2D típico de distribución de microdureza alrededor de la punta de la grieta. El mapa de contorno es claramente más ruidoso que el observado para la aleación de aluminio 2024-T351. Las variaciones en la dureza observadas en la Figura 24 en los mapas hacen que sea muy difícil identificar la zona plástica. El acero S355 empleado para este análisis tiene una relación de endurecimiento por deformación de 1,11, siendo este valor relativamente bajo para los metales [168]. La Fig. 25 incluye las curvas de tracción de ambos materiales y permite apreciar la mayor diferencia entre la tensión última de rotura en el caso de la aleación 2024-T351, en comparación con el acero S355. En todos los resultados se observó que calidad de los mismos era siempre mucho menor que los obtenidos en la aleación de aluminio 2024-T351. Esto se debe probablemente a que la medición de la dureza depende en gran medida del comportamiento de endurecimiento del material [160]. Una relación de endurecimiento más baja produce huellas de menor calidad para determinar la dureza y, por tanto, la visualización global de la zona plástica se vuelve más difícil. La mayor relación de endurecimiento de la aleación de aluminio 2024-T351 (1,31) mejora la relación señal/ruido y produce un mejor mapa para estimar la zona plástica, como se observa al comparar la Fig. 20 y la Fig. 24. Basándose en los resultados de estos dos materiales, parece que la metodología proporciona resultados fiables para los materiales que presentan relaciones de endurecimiento por deformación de 1,3 o más. Unas relaciones de endurecimiento por deformación más altas darían lugar a mayores diferencias de dureza entre el material dentro de la zona plástica y el material alejado de la zona plástica, lo que produciría unos límites de la zona plástica más claros. Debido a la baja calidad de los mapas de dureza obtenidos para el material S355, se decidió no profundizar más en la aplicación de la metodología descrita para esta aleación férrea. El análisis mostrado en este epígrafe es un estudio preliminar, por lo que las conclusiones alcanzadas no son tan concluyentes como las alcanzadas en la aleación de aluminio 2024. El trabajo adicional relativo al acero S355 se propone como trabajo de investigación de continuación al mostrado en esta tesis doctoral. Para confirmar la influencia de la relación de endurecimiento sería necesario

realizar estudios adicionales, con otras probetas de acero S355 con el objetivo de estudiar condiciones distintas. Dichas condiciones incluirán distintas longitudes de grieta, así como un análisis de sensibilidad similar al desarrollado para la aleación de aluminio 2024 pero aplicada al acero S355.

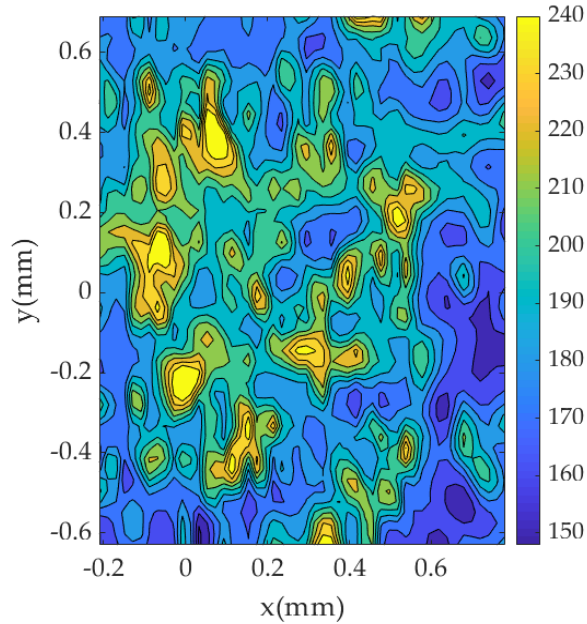


Figura 24. Mapa de contorno 2D de la microdureza alrededor de la punta de la grieta en un acero S355. Las coordenadas de la punta de la grieta están situadas en (0, 0).

Figure 24. 2D contour map of the microhardness around the crack tip in an S355 steel. The crack tip coordinates are located at (0, 0)

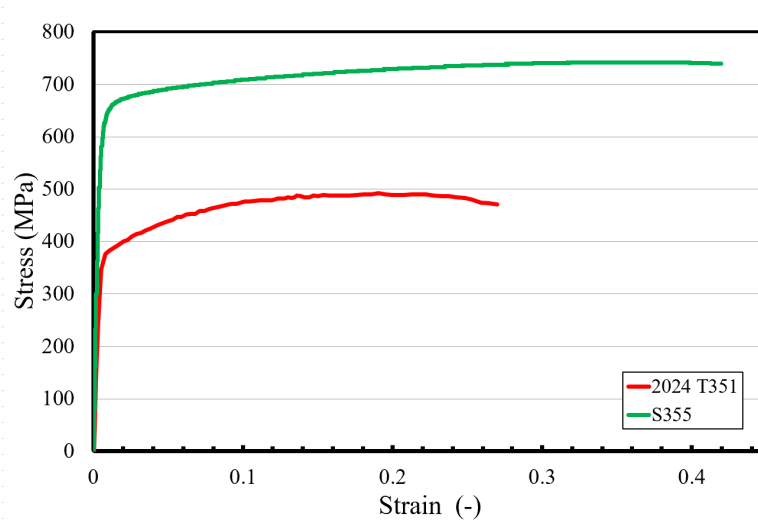


Figura 25. Curvas de comportamiento tensión-deformación obtenida con el ensayo uniaxial de tracción de la aleación de aluminio 2024-T351 y del acero S355.

Figure 25. Monotonic stress-strain curves of 2024-T351 aluminium alloy and S355 steel obtained from the uniaxial tensile test.

8. Conclusiones y líneas futuras de investigación

Se ha descrito una metodología basada en la microindentación Vickers para caracterizar la zona plástica monotónica y la zona plástica cíclica. Se basa en el análisis de mapas de contorno 2D de la evolución de la dureza alrededor de la punta de la grieta. La metodología se ha aplicado con éxito en una aleación de aluminio 2024-T351 que se usa extensivamente en la industria de la automoción. En este trabajo se han aplicado tres ΔK s diferentes, a saber, 9,91, 20,61 y 30,23 MPa \sqrt{m} . La aleación presenta una relación de endurecimiento por deformación relativamente alta.

Los mapas de contorno de las medidas de microdureza han permitido visualizar la zona plástica a partir de la evolución bidimensional de la microdureza en el entorno del vértice de la grieta. Los resultados suponen una mejora substancial a nivel de resolución en comparación con trabajos previos desarrollados en la misma línea de investigación. El procedimiento experimental se ha descrito con gran detalle para que la técnica pueda reproducirse fácilmente para otras aleaciones o condiciones. Los principales resultados pueden resumirse como sigue:

- El efecto de la microestructura ha sido identificado como la principal causa de ruido en los resultados. El hecho de que el tamaño de las indentaciones sea muy similar al de los precipitados duros de esta aleación disminuye probablemente la calidad de los resultados.
- Los resultados y el análisis de sensibilidad indican que, para la aleación actual, los mejores resultados se obtienen alcanzando un acabado superficial de 3 μm , utilizando una carga de 25 gf durante 15 segundos. Estos parámetros proporcionan un buen equilibrio en términos de resolución y calidad de cada microindentación para producir un mapa lo suficientemente fino como para que pueda ser utilizado para el análisis cuantitativo de las zonas plásticas.
- Los resultados también han demostrado que la forma y el tamaño pueden estimarse de forma aproximada a partir de los mapas de contorno 2D, en comparación con la estimación de la zona plástica de Westergaard. Los perfiles de dureza a lo largo de la dirección de crecimiento de la grieta han permitido realizar estimaciones aceptables de la zona plástica, tanto para las zonas plásticas monotónicas como para las cíclicas.

Para los casos estudiados, las estimaciones de las zonas plásticas monotónicas han sido, en general, mejores que las de la zona plástica cíclica.

- Los resultados indican que 0,2 mm parece ser el tamaño aproximado de la zona plástica que esta metodología capta de forma fiable. Pueden detectarse zonas plásticas muy por debajo de esta cifra, pero la visualización del tamaño y la forma puede resultar difícil.

- Basándose en trabajos anteriores, se propone un nuevo criterio para separar la contribución elástica de la contribución plástica a partir de las mediciones de microdureza, lo que permite recuperar la zona plástica monotónica y la cíclica. El procedimiento actual para determinar la zona plástica alrededor de una punta de grieta por fatiga se basa en el endurecimiento del material ensayado. En consecuencia, la aplicación de este procedimiento en materiales que experimentan un bajo endurecimiento por deformación arrojará resultados menos precisos.

- Parte de la novedad de la metodología actual reside en la combinación de datos experimentales tomados a microescala para generar parámetros globales (tamaño de la zona plástica). Creemos que este trabajo contribuye de esta forma a salvar la brecha entre los enfoques microestructurales y los de la mecánica de medios continuos para el diseño contra la fatiga.

Los resultados descritos en este trabajo pueden utilizarse para incorporar las características microestructurales a las simulaciones numéricas mediante modelos micromecánicos [80,81,169]. Este tipo de análisis podría mejorar la parte microestructural del presente estudio en lo que respecta a la zona plástica.

Debido a la simplicidad del procedimiento descrito y al costo relativamente bajo de los equipos utilizados, la metodología descrita se puede incorporar fácilmente en talleres y laboratorios de automoción y de otras industrias afectadas por fatiga para predicción de fallos por fatiga en componentes reales. La metodología presenta ciertas limitaciones ya que, teniendo en cuenta los resultados presentados, solo genera resultados satisfactorios para estimar la zona plástica en materiales cuya relación de endurecimiento sea elevada (superior a 1.3). Para relaciones de endurecimiento inferiores a 1.3, los resultados preliminares obtenidos sugieren que la metodología tiene poca eficacia para evaluar la zona plástica causada por grietas de fatiga. En

cualquier caso, para confirmar estos extremos, sería necesario un estudio más detallado sobre el acero S355. La metodología descrita solo es aplicable a superficies planas, lo cual, desde el punto de vista de la ingeniería de materiales es un logro interesante, dado el alto porcentaje de superficies planas que existen en componentes mecánicos y estructuras. Sin embargo, para todos aquellos componentes y estructuras que presenten superficies curvas, la metodología no podría aplicarse para estimar la zona plástica. Se propone esta línea de investigación como una continuación del trabajo descrito en esta tesis, a saber, la adaptación de la metodología propuesta para superficies curvas.

Dado que la información obtenida mediante esta metodología está ligada a medidas de dureza superficiales, la información relativa a la zona plástica también está ligada a la superficie. La metodología descrita, por tanto, no proporciona información del comportamiento en el interior del material. Así, aspectos tridimensionales y estados de deformación plana no son abordados por la metodología descrita. Esta limitación es común a la gran mayoría de técnicas de mecánica experimental, como correlación de imágenes, termoelasticidad, interferometría Moiré o interferometría speckle (ESPI), que, al igual que la técnica de micro-dureza, solo proporcionan información de la superficie del material. Por el contrario, estas otras técnicas experimentales requieren equipos mucho más complejos y, en general, caros, y, sobre todo, para su uso, requieren una formación mucho más intensa que para el uso de la máquina de micro-dureza. Por esta razón, el uso de estas otras técnicas experimentales sería más limitado en ambientes industriales.

La metodología presentada se ha aplicado a una aleación de aluminio 2024. Sin embargo, por limitaciones de tiempo propias de las tesis doctorales, no se han podido abordar otros materiales. Se propone el estudio de esta metodología para otros materiales de uso en la ingeniería, como futura línea de investigación.

9. Conclusions and future topics for research

A methodology based on Vickers microindentation has been described to characterise the monotonic plastic zone and cyclic plastic zone. It is based on the analysis of 2D contour maps of the hardness evolution around the crack tip. The methodology has been successfully applied on a 2024-T351 aluminum alloy that is extensively used in the automotive industry. In this work, three different ΔK s have been applied, namely 9.91, 20.61 and 30.23 MPa \sqrt{m} . The alloy exhibits a relatively high strain hardening ratio.

Contour maps of microindentation results taken around the crack tip have made it possible to visualise the plastic zone. The results herein shown are substantially more accurate than previous works in the field and allow a finer characterisation of the plastic zone. The experimental procedure has been described in great detail so that the technique can be easily reproduced for other alloys or conditions. The main results can be summarised as follows:

- The effect of the microstructure has been identified as the main cause of noise in the results. The fact that the size of the indentations is very similar to the hard precipitates of this alloy probably decreases the quality of the results.
- The results and sensitivity analysis indicate that, for the current alloy, the best results are obtained by achieving a surface finish of 3 μm , using a load of 25 gf for 15 seconds. These parameters provide a good balance in terms of resolution and quality of each microindentation to produce a map that is fine enough so that it can be used for quantitative analysis of the plastic zones.
- The results have also shown that shape and size can be roughly estimated from the 2D contour maps, compared to Westergaard's plastic zone estimation. Hardness profiles along the crack growth direction have allowed acceptable estimates of the plastic zone for both monotonic and cyclic plastic zones. For the cases studied, the estimates for the monotonic plastic zones were generally better than those for the cyclic plastic zone.

- The results indicate that 0.2 mm seems to be the approximate size of the plastic zone that this methodology reliably captures. Plastic zones well below this figure can be detected, but visualisation of size and shape can be difficult.
- Based on previous work, a new criterion is proposed to separate the elastic contribution from the plastic contribution from the microhardness measurements, allowing the monotonic and cyclic plastic zone to be recovered. The current procedure to determine the plastic zone around a fatigue crack tip is based on the hardening of the tested material. Consequently, the application of this procedure on materials undergoing low strain hardening will yield less accurate results.
- Part of the novelty of the current methodology lies in the combination of experimental data taken at the microscale to generate global parameters (size of the plastic zone). We believe that this work contributes in this way to bridging the gap between microstructural and continuum mechanics approaches to fatigue design.

The results described in this work can be used to incorporate microstructural features into numerical simulations using micromechanical models [80,81,169]. This type of analysis could improve the microstructural part of the present study with regard to the plastic zone.

Due to the simplicity of the described procedure and the relatively low cost of the equipment used, the described methodology can be easily incorporated in workshops and laboratories of automotive and other industries affected by fatigue for prediction of fatigue failures in real components. The methodology has some limitations such as the material having a high strain hardening ratio (greater than 1.3). Nevertheless the number of experiments performed during this research to identify this threshold (1.3) is not enough. Hence, a continuation of the research described in this thesis is to apply the methodology do different metal alloys with different strain hardening ratios and study the influence of the ratio on the accuracy for characterising the plastic zone. The methodology researched here can be applied to flat surfaces. A future topic for research is extending the methodology to curved surfaces. We anticipate this new field of research will involve smaller sized indentators. The effectiveness will be higher for larger radius of curvature and smaller indentators, such as nano-indentators.

Since this methodology is based on surface hardness measurements, the information of the plastic zone is also linked to the surface. Thus, the methodology described in this thesis does not characterise the behaviour in the bulk of the material. 3D issues and plane strain conditions cannot be studied with this methodology. This limitation is also common to most experimental techniques, such as Digital Image Correlation, thermoelastic stress analysis, Moiré interferometry or Electronic Speckle Pattern Interferometry (ESPI). These other experimental techniques together with micro-hardness generate only surface information. Nevertheless, they require more complex and expensive equipments and in order to use them the researcher or engineer needs a more intense training than micro-hardness technique. As a consequence, the use of these other experimental techniques might be more limited in industrial environments.

The methodology has been applied on 2024 aluminium alloy. Due to time limitations of the PhD thesis, it was not possible to conduct deep studies on other materials. Hence, the extension of the current methodology to other metal alloys is proposed a topic for further research.

10. Referencias / References

1. J.A. Bannantine, J.J. Corner, J.L. Handrock. Fundamentals of metal fatigue analysis. Prentice Hall, 1990.
2. S. Suresh. Fatigue of Materials. Cambridge University Press. Cambridge, 2004.
3. J.A. Valdes, J.J. Coronado, J.I. Garcia. Comparación y estudio de la fractura del cigüeñal de un motor de cuatro cilindros en línea. *Scientia et Technica*. 31, 2006, pp. 139–144.
4. G.E.T. Fontecha, J.G. Diaz. Análisis de falla del árbol de levas de un motor de seis cilindros en línea. *Iteckne*. 6, 2009, pp. 56–62.
5. A.M. Heyes. Automotive component failures. *Engineering Failure Analysis*. 5, 1998, pp. 129–141.
6. Zamanzadeh, Mehrooz, Larkin, Edward, Mirshams, Reza. Fatigue Failure Analysis Case Studies. *Journal of Failure Analysis and Prevention* 2015, V 15, pp. 1864-1245
7. W.D. Callister. Materials science and engineering: an introduction. John Wiley & Sons, 7th ed., New York, 2007.
8. S. M. Manladan, F. Yusof, S. Ramesh, M. Fadzil. A review on resistance spot welding of magnesium alloys. *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, September 2016.
9. Wong, W. Monotonic and Cyclic Fatigue Properties of Automotive Aluminum Alloys. SAE Technical Paper 840120, 1984.
10. J. Chetan, P. Khushbu, M. Nauman. The fatigue analysis of a vehicle suspension system-A review article. *International Journal of Advanced Computer Research*, Volume-2 Number-4 Issue-6 December-2012.
11. M Angeloni. Fatigue life evaluation of A356 aluminum alloy used for engine cylinder head. PhD thesis, ENS-Cachan, 2011.
12. Yan, S., Wang, Q., Chen, X. et al. Failure Analysis of an Automobile Coil Spring in High-Stress State. *J Fail. Anal. and Preven.* 19, 2019, pp. 361–368.

13. L.B.Godefroid, G.L.Faria, L.C.Cândido, S.C.Araujo. Fatigue failure of a welded automotive component. *Procedia Materials Science* 3, December 2014, pp. 1902-1907.
14. Krishnakumar Krishnasamy, D. Subbulekshmi, T. Deepa, B. M Gnanasekaran, T. Maridurai, M. Sriram, Srinivasan Suresh Kumar, Mebratu Markos. Fatigue Failure Analysis of a Gear in Automobile Engine Coolant Pump. *Advances in Materials Science and Engineering*, vol. 2022, Article ID 3982415, 8 pages, 2022.
15. S.J Findlay, N.D Harrison. Why aircraft fail. *Materials Today*, Volume 5, Issue 11, November 2002, pp. 18-25, ISSN 1369-7021
16. Kim, W.H.; Laird, C. Crack Nucleation and Stage I Propagation in High Strain Fatigue- II Mechanism. *Acta Metallurgica*. 1978, pp. 789–799.
17. Paris, P., Erdogan, F. A critical analysis of crack propagation laws. *J. Basic Eng. Trans.* 1963. ASME, pp. 528–534
18. Banerjee, S. Influencia del tamaño y la configuración de la probeta en el tamaño de la zona plástica, la tenacidad y el crecimiento de la grieta. *Eng. Fract. Mech.* 1981, 15, pp. 343-390.
19. T. L. Anderson. *Fracture Mechanics: Fundamentals and Applications*. 1995 CRC Press
20. Davidson, D.L.; Lankford. J. Fatigue crack tip plastic tip strain in high-strength aluminum alloys. *Fatigue Fract. Eng. Mater. Struct.* 1980, 3, pp. 289–303.
21. *Fracture Toughness Testing and its Applications*; ASTM International: West Conshohocken, PA, 1965;
22. Lu, L.; Wang, S. Relationship between crack growth resistance curves and critical CTOA. *Eng. Fract. Mech.* 2017, 173, pp. 146-156.
23. Fine, M.E. and Davidson, D.L. Quantitative measurement of energy associated with a moving crack in *Fatigue Mechanisms: Advances in quantitative measurement of physical damage*. American Society for Testing and Materials, 1983. pp. 350-370.
24. Hahn, G.T. and Rosenfield, A.R.. Sources of fracture toughness: the relation between K and the ordinary tensile properties of metals in applications related

- phenomenon in Titanium alloys. American Society for Testing and Materials, 1968. pp. 5-32.
25. Irwin G. Analysis of stresses and strains near the end of a crack traversing a plate, *Journal of Applied Mechanics*, 1957, 24, pp. 361–364.
26. Dugdale, D. S. Yielding of steel sheets containing slits. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 1960, 8 (2): pp. 100–104.
27. H.L. Ewalds, R. J. H. Wanhill. *Fracture Mechanics*. Butterworth-Heinemann Ltd, May 1984.
28. Hutchinson, J.W. 1968a. Singular behaviour at the end of a tensile crack in a hardening material. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids* 16, pp. 13–31. Hutchinson, J.W., 1968b. Plastic stress and strain fields at a crack tip. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids* 16, pp. 337–347.
29. Rice, J.R., Rosengren, G.F. Plane strain deformation near a crack tip in a power law hardening material. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 1968, 16, pp. 1–12.
30. Shih, C.F. Elastic–plastic analysis of combined mode crack problems, Ph.D. Thesis, Harvard University, Cambridge, MA. 1973.
31. Ramberg, W., & Osgood, W. R.. Description of stress–strain curves by three parameters. Technical Note No. 902, National Advisory Committee For Aeronautics. 1943.
32. S.N. Atluri, M. Nakagaki. J-Integral estimates for strain-hardening materials in ductile fracture problems, *AIAA J.*, 15 (7) 1977, pp. 831–92.
33. Panayotounakos, D. E. and Markakis, M. Closed form solutions of the differential equations governing the plastic fracture field in a power-law hardening material with low strain-hardening exponent. *Ingenieur-Archiv* 60, 1990, pp. 444-462.
34. Dong, P. and Pan, J. Plane-strain mixed-mode near-tip fields in elastic perfectly plastic solids under small scale yielding conditions. *International Journal of Fracture* 1990, 45, pp. 243–262.

35. Loghin, A., Joseph, P.F. Mixed mode fracture in power law hardening materials near Mode I, *Int. J. Fract.*, 123, 2003, pp. 81–106.
36. A. Sotiropoulou, N. Panayotounakou, D. Panayotounakos. Analytic parametric solutions for the HRR nonlinear elastic field with low hardening exponents, *Acta Mechanica*, 2006; 183(3): pp. 209–230.
37. S.A. English, N.K. Arakere. Effects of the strain-hardening exponent on two-parameter characterizations of surface-cracks under large-scale yielding. *Int. J. Plast.*, 27 (2011), pp. 920–939.
38. Md. Arefin Kowser, Md. Mahiuddin. An Iteration Method for Near-tip singular fields of a crack in a Power-law Hardening Material Using Asymptotic Analysis, *ICMIME 2013*, At Rajshahi, Bangladesh.
39. W. Elber. Fatigue crack closure under cyclic tension. *Engng Fracture Mech*, 1970. 2, pp. 37-45.
40. Endo, K., Okada, T., Komai, K. and Kiyoto, M. Fatigue crack propagation of steel in oil. *Bull. JSME*. 1972, 15, pp. 1316–1323.
41. Pineau, A. G. and Pelloux, R. M. Influence of strain-induced martensitic transformations on fatigue crack growth rates in stainless steels. *Metall. (1974) Trans.* 5, pp. 1103–1112.
42. Suresh, S., Zamiski, G. F. and Ritchie, R. O. Oxide-induced crack closure: an explanation for near-threshold corrosion fatigue crack growth behaviour *Metall. Trans. A: Phys. Metall.* 147 *Mater. Sci.*, 12A, 1982, pp. 1435–1443.
43. Walker, N. and Beevers, C. J. Fatigue crack closure mechanism in titanium. *Fatigue Fract. Engng. Mater. Struct.* 1, 1979, pp. 135–148.
44. R. Branco, D. Rodrigues, F. Antunes. Influence of through-thickness crack shape on plasticity induced crack closure. *Fatigue Fract Engng Mater Struct*, 31, 2008, pp. 209–220.
45. C.H. Wang, L.R.F. Rose, J.C. Newman. Closure of plane strain cracks under large scale yielding conditions. *Fatigue Fract Engng Mater Struct*, 25, 2002, pp. 127–139.

46. J. Wang, J.X. Gao, W.L. Guo, Y.P. Shen. Effects of specimen thickness, hardening and crack closure for the plastic strip model, *Theoretical and Applied Fracture Mechanics*, Volume 29, Issue 1, April–May 1998, pp. 49-57.
47. J.C. Newman Jr., H. Armen Jr. Elastic–plastic analysis of a propagating crack under cyclic loading *AIAA J.*, 13 (1975), pp. 1017–1023.
48. W. Guo. Fatigue crack closure under triaxial stress constraint—I. Experimental investigation. *Engng. Fract. Mech.*, 49 (1994), pp. 265–275.
49. C.Y. Kim, J.H. Song Fatigue crack closure and growth behaviour under random loading. *Engng. Fract. Mech.*, 49 (1994), pp. 105–120.
50. N.E. Ashbaugh, B. Dattaguru, M. Khobaib, T. Nicholas, R.V. Prakash, T.S. Ramamurthy, B.R. Seshadri, R. Sunder. Experimental and analytical estimates of fatigue crack closure in an aluminium copper alloy. I *Fatigue Fract. Engng. Mater. Struct.*, 20 (1997), pp. 951–961.
51. N.A. Fleck. Finite element analysis of plasticity-induced crack closure under plane strain conditions. *Engng. Fract. Mech.*, 25 (1986), pp. 441–449.
52. Hoffmann M, Seeger T. Dugdale solutions for strain hardening materials, the crack tip displacement in elastic–plastic fracture mechanics. *Workshop on the CTOD Methodology*, Geesthacht (Germany), 1985, pp. 57–77.
53. X.G. Chen, X.R. Wu, M.G. Yan. Dugdale model for strain hardening materials *Engng. Fract. Mech.*, 41 (1992), pp. 843–871.
54. S.R. Daniewicz, A closed-form small-scale yielding collinear strip yield model for strain hardening materials *Engng. Fract. Mech.*, 49 (1994), pp. 95–103.
55. P.S. Theocaris, E.E. Gdoutos. The modified Dugdale-Barenblatt model adopted to various configurations in metals *Int. J. Fracture*, 10 (1974), pp. 549–564.
56. R. E. Jones. Fatigue crack growth retardation after single cycle peak overload in T&II-4V titanium alloy. *Engineering Fracture Mech*, 5 (1973), pp. 585-604.
57. J. F. Knott and A. C. Pickard. Effects of overloads on fatigue crack propagation: aluminium alloys. *Met. Sci.*, 11 (1977), pp. 399-404.

58. Shin, C. S. and Hsu, S. H. On the mechanisms and behaviour of overload retardation in AISI-304 stainless steel. *Int. J. Fatigue*, 15 (1993), pp. 181–192.
59. Christensen RH. *Fatigue crack, fatigue damage and their detection*. Metal fatigue. New York:148 MacGraw-Hill; 1959.
60. Shijve J, Broek D. The result of a test program based on a gust spectrum with variable amplitude loading. *Aircraft Engng* 1962; 34: pp. 314–6.
61. Vecchio RS, Hertzberg RW, Jaccard R. On the overload induced fatigue crack propagation behavior in aluminium and steel alloys. *Fatigue Engng Mater Struct* 1984;7(3): pp. 181–94.
62. Ward-Close CM, Ritchie RO. On the role of crack closure mechanisms in influencing fatigue crack growth following tensile overloads in a titanium alloy: near threshold versus higher DK behaviour. In: *Mechanics of fatigue crack closure*, ASTM STP 982. Philadelphia: American Society for Testing and Materials; 1988. pp. 93–111.
63. Jones RE. Fatigue crack growth retardation after single-cycle peak overload in Ti–6Al–4V titanium alloy. *Engng Fract Mech* 1973;5, pp. 585–604.
64. Venkateswara Rao KT, Ritchie RO. Micromechanisms of transient fatigue crack growth behavior in aluminium–lithium alloys following single tensile overloads. In: *Fatigue crack growth under variable amplitude loading*. Elsevier; 1988. pp. 134–46.
65. L.P. Borrego, J.M. Ferreira, J.M. Pinho da Cruz, J.M. Costa. Evaluation of overload effects on fatigue crack growth and closure *Eng Fract Mech*, 70 (2003), pp. 1379–1397.
66. Bichler CH, Pippan R. Direct observation of the residual plastic deformation caused by a single tensile overload. In: McClung RC, Newman Jr JC, editors. *Advances in fatigue crack closure measurement and analysis*, ASTM STP 1343. West Conshohocken: American Society for Testing and aterials; 1999. pp.191–206.
67. C. Makabe, A. Purnowidodo, A.J. McEvily. Effects of surface deformation and crack closure on fatigue crack propagation after overloading and underloading. *Int J Fatigue*, 26 (2004), pp. 1341-1348.

68. Ch. Bichler, R. Pippan Effect of single overloads in ductile metals: A reconsideration *Eng Fract Mech*, 74 (2007), pp. 1344–1359.
69. R.I. Barabash, J.S. Chung, S.Y. Lee, P.K. Liaw, H. Choo, Y. Sun, et al. Neutron and X-ray Microbeam Diffraction Studies around a Fatigue-Crack Tip after Overload *Metall Mater Trans A*, 39 (2008), pp. 3164–3169.
70. S.Y. Lee, H. Choo, P.K. Liaw, E.C. Oliver, A.M. Paradowska. In situ neutron diffraction study of internal strain evolution around a crack tip under variable-amplitude fatigue-loading conditions *Scripta Mater*, 60 (2009), pp. 866–869.
71. J. Codrington, A. Kotousov. Crack growth retardation following the application of an overload cycle using a strip-yield model *Eng Fract Mech*, 76 (2009), pp. 1667–1682.
72. Krumar R, Garg SBL. Effect of yield strength and single overload cycles on effective stress intensity range ratio in 6061-T6 Al alloy *Engng Fract Mech* 1989;34(2): pp. 403–12.
73. Ling MR, Schijve J. The effect of intermediate heat treatments on overload induced retardations during fatigue crack growth in an Al-alloy. *Fatigue Fract Engng Mater Struct* 1992;15(5): pp. 421–30.
74. Skorupa M, Skorupa A, Schijve J, Machniewicz T, Korbut P. Effect of specimen thickness and stress ratio on fatigue crack growth after a single overload cycle on structural steel. In: *Proceedings 13th European Conference on Fracture (ICF13)*. Elsevier, 2000.
75. Dougherty, J.D.; Srivatsan, T.S.; Padovan, J. Propagación de grietas por fatiga y comportamiento de cierre del acero 1070 modificado: resultados experimentales. *Eng. Fract. Mech.* 1997, 56, pp. 189-212.
76. Branco, R.; Antunes, F. V; Costa, J.D. A review on 3D-FE adaptive remeshing techniques for crack growth modelling. *Eng. Fract. Mech.* 2015, 141, pp. 170-195.
77. López-Crespo, P.; Camas, D.; Antunes, F. V; Yates, J.R. A study of the evolution of crack tip plasticity along a crack front. *Theor. Appl. Fract. Mech.* 2018, 98, pp. 59-66.

78. Sukumar, N.; Moës, N.; Moran, B.; Belytschko, T. Método de elementos finitos extendido para el modelado tridimensional de grietas. *Int. J. Numer. Methods Eng.* 2000, 48, pp. 1549-1570.
79. Bergara, A.; Dorado, J.I.; Martin-Meizoso, A.; Martínez-Esnaola, J.M. Fatigue crack propagation in complex stress fields: Experimentos y simulaciones numéricas mediante el método de los elementos finitos extendidos (XFEM). *Int. J. Fatiga* 2017, 103, 112-121.
80. Cheong, K.-S.; Smillie, M.J.; Knowles, D.M. Predicción de la iniciación de grietas por fatiga mediante el modelado micromecánico basado en imágenes. *Acta Mater.* 2007, 55, pp. 1757-1768.
81. McDowell, D.L.; Dunne, F.P.E. Microstructure-sensitive computational modeling of fatigue crack formation. *Int. J. Fatigue* 2010, 32, pp. 1521-1542.
82. Paris, P.C.; Gomez, C.; Anderson, W.P. A rational analytic theory of fatigue. *Trend Eng.* 1961, 13, pp. 9-14.
83. Walker, K. The Effect of Stress Ratio During Crack Propagation and Fatigue for 2024-T3 and 7075-T6 Aluminum. En *Effects of Environment and Complex Load History on Fatigue Life*; ASTM International: West Conshohocken, PA, 1970; pp. 1-14.
84. Forman, R.G.; Kearney, V.E.; Engle, R.M. Numerical Analysis of Crack Propagation in Cyclic-Loaded Structures. *J. Basic Eng.* 1967, 89, pp. 459-463.
85. Rice, J.R. A Path Independent Integral and the Approximate Analysis of Strain Concentration by Notches and Cracks. *J. Appl. Mech.* 1968, 35, 379.
86. O Dowd, N.; Shih, C.F. Two-Parameter Fracture Mechanics: Theory and Applications. En *Fracture mechanics*. ASTM STP 1207, 24; American Society for Testing and Materials: West Conshohocken, PA, 1994; pp. 21-47.
87. Chao, Y.J.; Yang, S.; Sutton, M.A. On the fracture of solids characterized by one or two parameters: Theory and practice. *J. Mech. Phys. Solids* 1994, 42, pp. 629-647.
88. Zhu, X.-K.; Leis, B.N. Bending modified J-Q theory and crack-tip constraint quantification. *Int. J. Fract.* 2006, 141, pp. 115-134.

89. Nyström, M.; Soderlund, E.; Karlsson, B. Plastic zones around fatigue cracks studied by ultra-low-load indentation technique. *Int. J. Fatigue* 1995, 17, pp. 141-147.
90. Ghodrat, S.; Riemsdag, A.C.; Kestens, L.A.I. Measuring Plasticity with Orientation Contrast Microscopy in Aluminium 6061-T4. *Metals (Basel)*. 2017, 7, 108.
91. Pineau, A.G.; Pelloux, R.M. Influencia de las transformaciones martensíticas inducidas por la deformación en las tasas de crecimiento de grietas por fatiga en aceros inoxidables. *Met. Trans* 1974, 5, pp. 1103-1112.
92. Kwun, S.I.; Park, S.H. Plastic zone size measurement by critical grain growth method. *Scr. Metall.* 1987, 21, pp. 797-800.
93. Maeng, W.-Y.; Kim, M.-H. Comparative study on the fatigue crack growth behavior of 316L and 316LN stainless steels: effect of microstructure of cyclic plastic strain zone at crack tip. *J. Nucl. Mater.* 2000, 282, pp. 32-39.
94. Kudari, S.K.; Maiti, B.; Ray, K.K. Experimental investigation on possible dependence of plastic zone size on specimen geometry. *Frat. ed Integrita Strutt.* 2009, 7, pp. 57-64.
95. Do, T.-D.; Chalon, F.; Duong, P.-T.-M. Determinación del tamaño de la zona plástica mediante el uso de Nanotest para la aleación de aluminio 2024T351: Actas de la Conferencia Internacional, ICERA 2018. En *Lecture Notes in Networks and Systems*; 2018; pp. 236-245.
96. Gwider, A.; Ranganathan, N. Zonas plásticas en una punta de grieta por fatiga. *J. Fail. Anal. Prev.* 2019, 19, pp. 673-681.
97. Do, T.-D.; Chalon, F.; Duong, P.-T.-M. Determination of the Plastic Zone Size by Using Nanotest for Aluminum Alloy 2024T351: Proceedings of the International Conference, ICERA 2018. In *Advances in Engineering Research and Application; Lecture Notes in Networks and Systems Series*; Springer: Berlin/Heidelberg, Germany, 2018; pp. 236–245.
98. Gwider, A.; Ranganathan, N. Plastic Zones at a Fatigue Crack Tip. *J. Fail. Anal. Prev.* 2019, 19, pp. 673–681.

99. Bhattacharyya, A.; Subhash, G.; Arakere, N. Evolución de la zona plástica subsuperficial debido a la fatiga por contacto de rodadura del acero de rodamiento cementado M-50 NiL. *Int. J. Fatigue* 2014, 59, pp. 102-113.
100. Richards, C.E. The Measurement of crack length and shape during fracture and fatigue. Beevers, C.E. Ed., *Engineering Materials Advisory Services*, U.K., 1980. pp. 461.
101. T.M. Roberts, M. Talebzadeh. Acoustic emission monitoring of fatigue crack propagation. *Journal of Constructional Steel Research*. Volume 59, Issue 6, June 2003, pp. 695-712
102. Residual Stress Measurement by Successive Extension of a Slot: The Crack Compliance Method. *M B Prime Appl. Mech. Rev.* Feb 1999, 52(2): pp. 75-96
103. Bathias, C. Plastic Zone Formation and Fatigue Crack Growth. 4th International Conference on Fracture II, 1977. pp. 1307-1312.
104. Shanmugham, S. and Liaw P.K. Detection and monitoring of fatigue cracks. *Fatigue and Fracture ASM Handbook*. (19): pp. 210-223.
105. Luo, L.G., Ryks, A. and Embury, J.D. On the development of a metallographic method to determine the strain distribution ahead of a crack tip. *Metallography*, 1989. 23: pp. 101-117.
106. Kwun, S.I. and Fine, M.E. Dependence of cyclic plastic work of fatigue crack propagation on AK in MA87 Al P/M alloy. *Scripta Metallurgica*, 1980. 14: pp. 155-158.
107. Iino, Y. Accumulated plastic zone around fatigue crack in type 304 stainless steel. *Material Science and Technology*, 1976. 10(5): pp. 159- 164.
108. Tschegg, E., Faltin, C. and Stanzl, S. X-ray microbeam and recrystallization studies of plastic deformation around fatigue cracks. *Journal of Material Science*, 1980. 15(1): p. 131-138. American Society for Testing and Materials, 1983. pp. 350-370.
109. Yan Zhao, Dianyin Hu, Meng Zhang, Wei Dai and Weifang Zhang. In Situ Measurements for Plastic Zone Ahead of Crack Tip and Continuous Strain Variation

under Cyclic Loading Using Digital Image Correlation Method. *Metals* 2020, 10, 273; doi:10.3390/met10020273

110. Farahmand, B. *Fatigue Crack Growth and Applications. Fracture Mechanics of Metals, Composites, Welds, and Bolted Joints: Application of LEFM, EPFM, and FMDM Theory*, 2001, Springer, pp. 118-179.

111. Chanani, G.R., Determination of plastic-zone sizes at fatigue-cracks by optical interference technique. *International Journal of Fracture*, 1977. 13(1): pp. 394-399.

112. Nicoletto, G. Fatigue crack tip strains in 7075-T6 aluminum alloy. *Fatigue Fract. Eng. Mater. Struct.* 10, (1987) pp. 37-49.

113. T.E. Tay, C.M. Yap, C.J. Tay. Crack tip and notch tip plastic zone size measurement by the laser speckle technique, *Engineering Fracture Mechanics*, Volume 52, Issue 5, 1995, pp. 879-893.

114. A. Azushima and M. Miyagawa. Measurement of the plastic zone around a fatigue crack of a stainless steel structure member with a laser beam. *Proc. of Joint Conf on Experimental Mech* (1982), pp. 709-713.

115. Steuwer, A., Edwards, L., Pratihari, S., Ganguly, S., Peel, M., Fitzpatrick, M. E., Marrow, T. J. Withers, P. J., Sinclair, I., Singh, K. D., Gao, N., Buslaps, T. and Buffiere, J.-Y. In situ analysis of cracks in structural materials using synchrotron X-ray tomography and diffraction. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research, Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms* 246, (2006) pp. 217-225.

116. Patterson, E.A. and Olden, E.J. Optical analysis of crack tip stress fields: a comparative study. *Fatigue and Fracture of Engineering Materials and Structures*, 2004. 27 (7): pp. 623-636.

117. Lee, O.S. and Hong, S.K. Determination of stress intensity factors and J integrals using the method of caustics. *Engineering Fracture Mechanics*, 1993. 44: pp. 981-989.

118. Green A.E., Lindsay K.A. Thermoelasticity, *J. Elast.* 2, 1 (1972) pp 1-7.

119. Patki, A.S. and Patterson, E.A. Thermoelastic stress analysis of fatigue cracks subject to overloads. *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures*, 2010. 33(12): pp. 809-821.
120. Stanley, P. and Chan, W.K. The determination of stress intensity factors and crack tip velocities from thermoelastic infra-red emissions. In: *Proceedings of International Conference of Fatigue of Engineering Materials and Structures*, 1986. c262: pp. 105–114.
121. Lesniak, J.R., Bazile, D.J., Boyce, B.R., Zickel, M.J., Cramer, K.E. and Welch, C.S. Stress intensity measurement via infrared focal plane array. *Non-Traditional Methods of Sensing Stress, Strain, and Damage in Materials and Structures*. ASTM STP 1318, 1997.
122. Lin, S.T., Feng, Z. and Rowlands, R.E. Thermoelastic determination of stress intensity factors in orthotropic composites using the J-integral. *Engineering Fracture Mechanics*, 1997. 56(4): pp. 579-592.
123. Nurse, A.D. and Patterson, E.A. Determination of predominantly mode II stress intensity factors from isochromatic data. *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures*, 1993. 16: pp. 1339–1353.
124. Tomlinson, R.A., Nurse, A.D. and Patterson, E.A. On determining stress intensity factors for mixed mode cracks from thermoelastic data. *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures*, 1997. 20, pp. 217–226.
125. Diaz, F.A., Yates, J.R. and Patterson, E.A. Some improvements in the analysis of fatigue cracks using thermoelasticity. *International Journal of Fatigue*, 2004. 26: pp. 365–376.
126. 119. 120) M. Rossi, M. Sasso, G. Chiappini, E. Mancini, D. Amodio Identification of the plastic zone using digital image correlation *Frattura ed Integrità Strutturale*, 30 (2014) pp. 552-557.
127. *Issues in structural and materials engineering*, 2011, Published by Scholarly Editions, Atlanta, Georgia.
128. Poissant, J. & Barthelat. A Novel “Subset Splitting” Procedure for Digital Image Correlation on Discontinuous Displacement Fields, *F. Exp Mech* (2010) 50: 353.

129. Du, Y., Díaz, F.A., Burguete, R.L., Patterson E. A. Evaluation Using Digital Image Correlation of Stress Intensity Factors in an Aerospace Panel, *Exp Mech* (2011) 51: 45.
130. A Brief History of the Microscopy Society of America, <http://www.microscopy.org>.
131. Becker, W.T. and Lampman, S. Fracture Appearance and Mechanisms of Deformation and Fracture. *ASM Handbook*, 2002. 11: p. 559-586.
132. Davidson, D.L. and Lankford, J. Fatigue Mechanisms: Advances in quantitative measurement of Physical Damage. *Fatigue Engineering and Material Structures*, 1983. 6: p. 241.
133. Davidson, D.L. and Lankford, J. Fatigue crack growth in metals and alloys: mechanisms and micromechanics. *International Materials Reviews*, 1992. 37, pp. 45-76.
134. Brown, C.W. and Smith, G.C. *Advances in Crack Length Measurement*. Chamelon Press Ltd, London, 1982. p. 41.
135. Blochwitz, C. and Tirschler, W. In-situ scanning electron microscope observations of the deformation behaviour of short cracks. *Materials Science and Engineering*, 2000. A276: pp. 273–276.
136. Jieping, Z., Cheng, G. and Huljin, Z. Tensile deformation and fracture in high purity Titanium: In Situ Observation by Scanning Electron Microscope. *Materials Science and Engineering*, 1989. A114: pp. 89-96.
137. Crompton, J.S. and Martin, W. The study of local plastic strain in nickel based superalloys by selected area channelling patterns in the STEM. *Metallography*, 1980. (13): pp. 225-234.
138. Joy, D.C., Newbury, D.E. and Hazzledine, P.M. Anomalous crystallographic contrast on rolled and annealed specimens. *Scanning Electron Microscopy Symposium*, 1972. p. 97–104.
139. Joy, D.C. The observation of crystalline materials in the scanning electron microscope. *Journal of Microscopy*, 1972. (103): pp. 1–23.

140. Davidson, D.L. and Lankford, J. Fatigue crack tip plastic strain in high strength aluminium alloys. *Fatigue of Engineering Materials and Structures*, 1980. (3): p. 289-303.
141. J. Guyon, H. Mansour, N. Gey, M.A. Crimp, S. Chalal, N. Maloufi. Sub-micron resolution selected area electron channeling patterns, In *Ultramicroscopy*, Volume 149, 2015, pp. 34-44.
142. Wilkinson, A.J., Gonzalez, G. and Dingley, D.J. The measurement of local plastic deformation in metal-matrix composite by electron back-scatter patterns. *Journal of Microscopy*, 1993. (169): pp.255-261.
143. Wilkinson, A.J. and Dingley, D.J. The distribution of plastic deformation in a metal matrix composite caused by straining transverse to the fibre direction. *Acta Metallurgica Materialia*, 199. 40(12): pp. 3357-3368.
144. Quested, P.N., Henderson, P.J. and Mclean, M. Observations of deformation and fracture heterogeneities in a nickel base superalloy using electron backscattering patterns. *Acta Metallurgica*, 1988. 36: pp. 2743- 2752.
145. Jia, N., Lin Peng, R., Chai, G.C., Johansson, S. and Wang, Y.D. Direct experimental mapping of microscale deformation heterogeneity in duplex stainless steel. *Material Science and Engineering. A*, 2008. (491): pp. 425- 433.
146. Liu, W., Ice, G.E., Larson, B.C., Yang, W., Tischler, J.Z. and J.D. Budai. The three dimensional X-ray crystal microscope: A new tool for materials characterization. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 2004. (35A): pp. 1963–1967.
147. Barabash, O.M., Santella, M., Barabash, R.I., Ice, G.E. and Tischler, J., Measuring depth dependent dislocation densities and elastic strain in an indented Ni-based superalloy. *JOM*, 2010. 62(12): pp. 29-34
148. Hruby P. *Understanding Plasticity and Fracture in Aluminum Alloys and their Composites by 3D X-ray Synchrotron Tomography and Microdiffraction*, Arizona State University May 2014.
149. Withers PJ. *Fracture mechanics by three-dimensional crack-tip synchrotron X-ray microscopy*. *Philosophical transactions Series A, Mathematical, physical, and engineering sciences*. 2015; pp. 373- 2036.

150. Yang, Y., Crimp, M., Tomlinson, R.A. and Patterson E.A. Quantitative Measurement of Plastic Strain Field at a Fatigue Crack Tip. Proceedings of the Royal Society, 2012. pp. 1-17.
151. J.W.J Silva, A.G Bustamante, E.N Codaro, R.Z Nakazato, L.R.O Hein. Morphological analysis of pits formed on Al 2024-T3 in chloride aqueous solution. Applied Surface Science, Volume 236, 2004, pp. 356-365.
152. M. P. Jahan, P Kakavand, E. L. M. Kwang, M. Rahman & Y. S. Wong. An experimental investigation into the micro-electro-discharge machining behaviour of aluminium alloy (AA 2024). The International Journal of Advanced Manufacturing Technology volume 78, (2015) pp. 1127–1139.
153. F. Caiazzo, A. Caggiano. Laser Direct Metal Deposition of 2024 Al Alloy: Trace Geometry Prediction via Machine Learning, Materials 2018, 11(3), 444.
154. H. S. Halkacı, M. Türköz, O. Yiğit. Effects of Heat Treatment Conditions on the Mechanical Properties of AA 2024 Alloy, Applied Mechanics and Materials Vols. 217-219 (2012) pp. 1225-1229.
155. Y Jain, S Varin, S Prabhakaran, S Kalainathan. Effect of Multiple Laser Shock Peening without Coating on Al-2024-O Alloy for Automotive Applications. Mechanics, Materials Science & Engineering, 2017.
156. A. Saoudi, M. Bouazara, D. Marceau. Fatigue Failure Study of the Lower Suspension Vehicle Arm Using a Multiaxial Criterion of the Strain Energy Density. Journal of Mechanical Engineering 57(2011)4, pp. 345-356.
157. Y. Yang, H. Chen, J. Shen, Y. Li. Study on Fatigue Damage of Automotive Aluminum Alloy Sheet Based on CT Scanning, Advances in Condition Monitoring and Structural Health Monitoring 2021, pp 519–525.
158. ASTM E112-10, Standard Test Methods for Determining Average Grain Size. ASTM Int. 2010, pp. 1–27.
159. ASTM E647. Standard test method for measurement of fatigue crack growth rates. ASTM Int. 2001, 03, 43.

160. ASTM E384-08, Microindentation Hardness of Materials. ASTM Int. 2008, pp. 1–24.
161. ImageJ Available online: <https://imagej.net/Welcome> (accessed on Feb 22, 2019).
162. Vasco-Olmo, J.M.; James, M.N.; Christopher, C.J.; Patterson, E.A.; Díaz, F.A. Assessment of crack tip plastic zone size and shape and its influence on crack tip shielding. *Fatigue Fract. Eng. Mater. Struct.* 2016, 39, pp. 969–981.
163. Westergaard, H.M. Bearing pressures and cracks. *J. Appl. Mech.* 1939, 61, A49–A53.
164. Broek, D. *Elementary Engineering Fracture Mechanics*; 4th ed.; Kluwer Academic Publishers: Boston, 1986.
165. Janssen, M.; Zuidema, J.; Wanhill, R. *Fracture Mechanics*; 2nd ed.; Spon Press: Abingdon, 2006.
166. Purcell, A.H.; Weertman, J. Crack Tip Area in Fatigued Copper Single Crystals. *Met. Trans* 1974, 5, pp. 1805–1809.
167. González, R.C.; Woods, R.E. *Digital Image Processing*; Pearson Prentice Hall, 2008.
168. Dowling, N.E. *Mechanical Behavior of Materials. Engineering Methods for Deformation, Fracture, and Fatigue*; 4th ed.; Pearson Education Limited, 2012.
169. Shenoy, M.; Zhang, J.; McDowell, D.L. Estimating fatigue sensitivity to polycrystalline Ni-base superalloy microstructures using a computational approach. *Fatigue Fract. Eng. Mater. Struct.* 2007, 30, pp. 889–904.
170. ASTM B557-15, Standard Test Methods for Testing Wrought and Cast Aluminum- and Magnesium-Alloy Products. ASTM Int. 2015, 1–16.