

TRABAJO ESPECIAL DE GRADO

Comportamiento a la Fatiga – Corrosión en depósitos de tipo Multicapa sobre aceros estructurales

Presentado ante la Ilustre
Universidad Central de
Venezuela
Por los Bachilleres:
Antonio José Paiva Dorta
Freddy José Corsi Laverde
Para optar por el título de
Ingeniero Mecánico

Caracas, 2003

TRABAJO ESPECIAL DE GRADO

Comportamiento a la Fatiga – Corrosión en depósitos de tipo Multicapa sobre aceros estructurales

Tutor: **Prof. Crisanto Villalobos**

Presentado ante la Ilustre
Universidad Central de
Venezuela
Por los Bachilleres:
Antonio José Paiva Dorta
Freddy José Corsi Laverde
Para optar por el título de
Ingeniero Mecánico

Caracas, 2003

A mi madre
Elizabeth Dorta a quien
adoro y amo tanto

ANTONIO JOSE PAIVA DORTA

A mis padres
Jose Luis Corsi y
Omaira de Corsi,
A mis hermanas,
Yosmaira Corsi y
Riomar Corsi,
A todos mis sobrinos
Que los amo mas que
a nadie en el mundo

FREDDY J. CORSI L.

AGRADECIMIENTO

A mi madre, por haberme dado todo en la vida y por creer en mi. A mis abuelos por ayudarme y haberme dado todo en la vida

A mi novia Maria de los Ángeles por haberme apoyado y comprendido durante la realización de mi tesis

A la Universidad Central de Venezuela por haberme dado la formación profesional en el área de Ingeniería Mecánica.

Al FONACIT por el financiamiento concedido para esta investigación a través del proyecto Subvención S1-2000000642.

A mi tutor **Ing. Crisanto Villalobos**, por habernos dado ésta oportunidad y por la gran ayuda brindada para el desarrollo de éste trabajo.

A todos los profesores de la Escuela de Mecánica por habernos enseñado todo lo que aprendimos en nuestra carrera.

A todas aquellas personas que me apoyaron en la realización de esta tesis, en especial a los compañeros de Metalurgia, Prof. Eli Saul Puchi, Ing. Manuel John Ortiz y los muchachos del laboratorio de Aluminio.

A Freddy Corsi mi hermano del alma, por apoyarme en los momentos buenos y malos y por su amistad incondicional.

ANTONIO JOSE PAIVA

Al FONACIT por el financiamiento concedido para esta investigación a través del proyecto Subvención S1-2000000642.

A la Escuela de Ingeniería Mecánica y a todos sus profesores por darme los conocimientos necesarios para mi formación como ingeniero.

A todos los compañeros de la Escuela de Metalúrgica por ayudarnos incondicionalmente para el desarrollo de la tesis, en especial al Prof. Eli Saul Puchi y al Ing. Manuel John Ortiz.

A mi tutor el profesor Ing. Crisanto Villalobos, por su gran incondicional ayuda, compañía en los momentos de preparación de la tesis, preocupación y dedicación para con nosotros y por darnos la oportunidad de aprender acerca de este interesante tema de tesis.

A mi compañero de tesis y gran amigo Antonio José Paiva, por su excelente desempeño durante la tesis y en toda la carrera como amigo.

A todos mis panas, de la Facultad de Ingeniería por ser como son.

A toda mi familia por entenderme en todo momento, en especial a mi padre por darme todo su apoyo en todas mis decisiones y por enseñarme muchas cosas de la vida.

FREDDY J. CORSI L.

PAIVA DORTA, ANTONIO J. /Y/ CORSI LAVERDE, FREDDY J.

INFLUENCIA SOBRE EL COMPORTAMIENTO A LA FATIGA-CORROSIÓN EN DEPOSITOS DEL TIPO MULTICAPA SOBRE ACEROS ESTRUCTURALES DEL TIPO AISI 4340.

Tutor: **Prof. Crisanto J. Villalobos G.**

Tesis. Caracas. Universidad Central de Venezuela. Facultad de Ingeniería.

Escuela de Ingeniería Mecánica. 2003.

Palabras claves: Fatiga-Corrosión, Películas Delgadas, PAPVD

En el presente trabajo se evaluó el comportamiento a la fatiga-corrosión a flexión rotativa de un acero AISI 4340 templado y revenido recubierto con películas delgadas del tipo multicapa denominada Balinit Futura (TiAlN/TiN) y del tipo bicapa denominada Balinit Hardlube (TiAlN/WC/C), mediante la técnica PAPVD en específico *Arc Enhanced Magnetron Sputtering*. Se mecanizaron 100 probetas según las normas **ASTM A 370** y **ASTM E 606** para ensayos de tracción y de fatiga, respectivamente. Se realizaron los ensayos de Fatiga-Corrosión para los dos recubrimientos. Los valores de esfuerzo para la evaluación de propiedades de fatiga fueron: 726, 688, 650 y 612 MPa para ambos casos. A partir de estos datos de Fatiga-Corrosión se obtuvieron las curvas S-N del material para cada uno de los casos, obteniéndose de estas los coeficientes de la ecuación de Basquin, según la norma ASTM E 739. Se evaluaron superficialmente muestras cilíndricas para determinar la dureza compuesta del conjunto recubrimiento sustrato así como también del sustrato tanto en estado de entrega (Bonificado) como a la salida del reactor), mediante un Microdurómetro Vickers utilizando un barrido de cargas de: 1000, 500, 300, 200, 100, 50, 25 gramos. De los resultados obtenidos de dureza, entre otras cosas lo más importante es que se determinó que el proceso de deposición no provoca ningún efecto sobre la microestructura del material base. Los resultados de los ensayos de tracción muestran un leve aumento de las propiedades mecánicas en un 4,67 % en el Esfuerzo de Fluencia y un 4,17 % en La resistencia a la tracción para el conjunto sustrato-Balinit Futura mientras que para el conjunto sustrato-Balinit Hardlube los aumentos estuvieron en el orden de 4,88 % del esfuerzo de fluencia y 5,44 % de la resistencia a la tracción, en comparación con el material sin recubrimiento. En los ensayos de fatiga se encontró un aumento en la resistencia a la fatiga en ambiente corrosivo del acero recubierto en comparación con el acero sin recubrimiento. Adicionalmente del análisis fractográfico se pudo inferir algunos aspectos relacionados con el proceso de fractura producto del ensayo. Se encontró que las probetas presentan múltiples zonas de inicio de grieta por fatiga, y como era de esperarse en la zona de avance progresivo de la grieta se observó algún deterioro producto de la corrosión. Finalmente las observaciones sugirieron que para ambos casos las películas depositadas actuaron de manera efectiva como aislantes del medio corrosivo evitando su acción sobre el sustrato. Un aspecto de sumo interés derivado de este análisis es el hecho de verificar el mecanismo de nucleación y crecimiento de la grieta por fatiga, se observó que para el Balinit Futura, la nucleación de las grietas se originaba en los poros, mientras que para el Balinit Hardlube la nucleación se iniciaba en la intercara WC/C-TiAlN.

ÍNDICE

	Pág.
Introducción	1
Objetivos	3
CAPÍTULO I:	
1. MARCO TEÓRICO	4
1.1 Características del acero AISI 4340	4
1.1.1 Aleación	4
1.1.2 Aplicaciones	5
1.1.3 Características Mecánicas	6
1.2 Fatiga de los Metales	6
1.2.1 Aspectos Estructurales de la Fatiga	8
1.2.2 Esfuerzos Cíclicos presentes en la Fatiga	13
1.2.3 Términos de Fatiga	15
1.2.4 Curva de Whöler	15
1.2.4.1 Causa de dispersión estadística de los resultados en fatiga.	17
1.2.5 Propagación de Grietas en Fatiga	18
1.2.6 Factores que afectan la vida a la fatiga	25
1.3 Fatiga-Corrosión	32
1.3.1 Generalidades de la Corrosión	32
1.3.2 Fenómenos de Fatiga Corrosión	33
1.3.2.1 Variables que afectan la Fatiga-Corrosión	35

1.3.3 Efecto de algunos tratamientos superficiales sobre el comportamiento a la fatiga	40
1.4 Generalidades sobre procesos de modificación de superficies	45
1.4.1 Técnicas de Deposición	46
1.5 Deposición Física en fase de Vapor (PVD)	47
1.5.1 Aplicaciones del PVD	57
1.6 Deposición Física en fase de Vapor Asistida por Plasma (PAPVD)	58
1.6.1 Ventajas y Aplicaciones del Procesamiento por Plasma	60
1.6.2 Técnicas de PAPVD	61
1.6.2.1 Evaporación al Vacío	61
1.6.2.2 Bombardeo con Partículas Atómicas (Sputtering)	62
1.6.2.3 Ion Plating	63
1.7 Recubrimientos	66
1.7.1 BALINIT HARDLUBE	68
1.7.2 BALINIT FUTURA	69
CAPÍTULO II:	
2.0 Organigrama de trabajo	70
2. METODOLOGÍA EXPERIMENTAL	71
2.1 Obtención del Material Base	71
2.2 Maquinado y Preparación de las Probetas	71
2.3 Deposición de los Recubrimientos	74
2.4 Ensayos de Tracción	76
2.4.1 Obtención y Corrección de los Datos	77
2.5 Ensayos de Fatiga-Corrosión	80
2.5.1 Construcción de la Curva de Whöler	83
2.5.2 Determinación de la Ecuación de Basquin	83

2.6 Estudio Fractográfico	84
2.6.1 Preparación de las muestras para MEB	85
2.7 Caracterización del Conjunto	86
2.7.1 Microindentación Estática	86
2.8 Descripción de los Equipos	87
2.8.1 Maquina de Tracción	87
2.8.2 Maquina de Fatiga	88
2.8.3 Cortadora de Disco Abrasivo	88
2.8.4 Cortadora de Precisión	88
2.8.5 Microscopio Electrónico de Barrido	88
2.8.6 Equipo de Microindentación Estática	89

CAPÍTULO III:

3. RESULTADOS Y ANÁLISIS DE RESULTADOS	90
---	-----------

CAPÍTULO IV:

4. CONCLUSIONES	121
5. RECOMENDACIONES	123
6. REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS	124

INTRODUCCIÓN

En la actualidad se han desarrollado numerosas técnicas de modificación de superficie capaces de alterar substancialmente las propiedades de los materiales, estos desarrollos implican el aumento en la resistencia al desgaste, estabilidad química superficial lo cual se traduce en un incremento en la resistencia a la corrosión, aumento de la dureza y otras propiedades de carácter superficial que se ven incrementadas significativamente. Sin embargo estas mejoras en algunos casos producen el deterioro de otras propiedades mecánicas relacionadas con condiciones de servicio que involucran la existencia de cargas cíclicas.

El propósito fundamental de este proyecto es investigar el comportamiento a la fatiga bajo ambiente corrosivo de un acero AISI 4340 templado y revenido, recubierto con depósitos de tipo multicapa implantados por deposición física en fase vapor asistida por plasma PAPVD específicamente **"Arc Enhanced Magnetron Sputtering"** dichos recubrimientos son patentes industriales desarrollados por la empresa Balzers, el primero de ellos denominado comercialmente BALINIT FUTURA el cual consiste en depósitos de 24 capas alternantes con TiN / TiAlN con un espesor aproximado de 2 μm en la totalidad del recubrimiento. El segundo caso es un depósito de dos capas la más interna de TiAlN y la capa más externa de Wc/C, denominado comercialmente BALINIT HARDLUBE.

La aplicación de estos depósitos pretende adecuar las propiedades superficiales de los materiales de deposición, para aplicaciones que requieran entre otras cosas, alta resistencia al desgaste, estabilidad química a altas temperaturas, alta dureza, reducción de la fricción en servicio y de esta forma ampliar o sugerir otro campo de aplicaciones para este tipo de aleaciones de acero.

En este trabajo se caracterizará el comportamiento a la fatiga del conjunto recubrimiento - substrato con la finalidad de determinar la vida en servicio de los elementos o componentes de máquinas variando tanto las condiciones de amplitud de esfuerzo alternante, como del medio donde se realiza el ensayo. Así mismo, investigar más detalladamente el mecanismo de fractura del conjunto substrato – recubrimiento en los casos citados previamente.

OBJETIVOS:

OBJETIVO GENERAL:

Evaluar el efecto que produce la aplicación de películas obtenidas a través de un proceso de deposición física en fase vapor asistido por plasma (PAPVD) específicamente Arc Enhanced Magnetron Sputtering sobre el comportamiento de fatiga – corrosión en aceros del tipo AISI 4340 templado y revenido.

OBJETIVOS ESPECÍFICOS:

- Determinar el comportamiento a la fatiga bajo ambiente corrosivo de un acero AISI 4340 con un depósito multicapa llamado Balinit Futura (TiAlN/TiN/Ti) a través de la técnica PAPVD en términos de la ecuación de Basquin.
- Determinar el comportamiento a la fatiga bajo ambiente corrosivo de un acero AISI 4340 con un depósito llamado Balinit Hardlube (TiAlN/Wc/C), a través de la técnica PAPVD en términos de la ecuación de Basquin.
- Determinar para cada conjunto sustrato – recubrimiento la ecuación de Basquin que permite establecer la relación entre el S y Nf.
- Comparar el comportamiento a la fatiga corrosión de un acero AISI 4340 recubierto con Balinit Futura, con un acero AISI 4340 recubierto con Balinit Hardlube y a su vez con el acero base.

1. - MARCO TEÓRICO:

1.1.- CARACTERÍSTICAS DEL ACERO AISI 4340:

El acero al AISI 4340 (*romo-niquel-molibdeno*), se utiliza para la fabricación de elementos de máquinas sometidos a grandes esfuerzos cíclicos y/o estáticos.

La primera cifra de la designación 4340, indica el tipo de acero (elemento de aleación principal), el segundo dígito indica el porcentaje (%) en peso aproximado del elemento de aleación principal, y los dos últimos dígitos proporcionan el contenido medio de carbono en porcentaje en peso (%).

El acero AISI 4340 es conocido por su capacidad para alcanzar una alta resistencia al ser tratado térmicamente, presenta tanto una alta resistencia a la fatiga como también elevada ductilidad y tenacidad. Este acero es considerado como un estándar con el cual se comparan otros aceros de alta resistencia mecánica. ^[1]

1.1.1. - ALEACIÓN:

El acero AISI 4340 posee alta resistencia a la tracción y torsión, muy buena resistencia al desgaste y al impacto. Se suministra en estado bonificado, es decir templado y revenido, lo que permite en la mayoría de los casos su aplicación sin necesidad de tratamiento térmico posterior. Es utilizado a temperaturas de hasta 773 K, sin perder su estado de bonificado.

En la *tabla 1*, se presenta la composición química del acero AISI 4340, obtenida de la literatura, el cual considera que cantidades pequeñas de ciertos elementos que no están especificados o que no son requeridos pueden estar presentes en los aceros aleados. Estos elementos son considerados como impurezas y se aceptan en ciertas cantidades, por ejemplo para el acero AISI-SAE 4340 se permite una cantidad de Cobre (Cu) de hasta un 0.35% en peso.

Tabla 1. *Composición Química del acero AISI 4340, expresada en % en peso* ^[1]

C	Si	Mn	P	S	Cr	Ni	Mo	Fe
0.38-0.43	0.15-0.35	0.60-0.80	0.035	0.15-0.35	0.70-0.90	1.65-2.00	0.20-0.30	Balance

1.1.2. - APLICACIONES:

El acero al Cromo-Niquel-Molibdeno, es utilizado en partes de maquinarias sometidas a muy altas cargas dinámicas, por ejemplo: cigüeñales, ejes de leva, árboles de transmisión, barras de torsión, ejes de cardán, ejes de bombas, ejes para hélices de aviones, pernos y tuercas a alta carga de tracción, rodillos de transportadores, vástagos y pines, muñones, brazos de dirección, engranajes, discos de embragues, piezas de chasis, acoples, ejes de piñones, ruedas dentadas, moldes para inyección de plástico. ^[2]

1.1.3. - CARACTERÍSTICAS MECÁNICAS

En la *tabla 2* se presentan las características mecánicas más relevantes del acero AISI 4340.

Tabla 1.2. *Características mecánicas del AISI 4340* ^[2]

Estado de entrega	Bonificado
Resistencia a la tracción	833.54 – 1127.7 MPa
Límite de fluencia	637.4 - 735.47 MPa
Alargamiento	Mínimo 15 %
Contracción	Mínimo 55%
Mecanizado	Con buriles de acero rápido
Dureza Brinell	340 HB

1.2. – FATIGA DE LOS METALES:

Desde el año 1850, se ha reconocido que un material sometido a esfuerzos repetidos o fluctuantes fallara a un esfuerzo mucho más bajo que el necesario para producir la fractura en una sola aplicación de carga, a estas falla se les conoció con el nombre de fallas por fatiga. Posteriormente se ha estudiado este mecanismo de fractura y en la actualidad se ha llegado a afirmar que el 90% de todas las fracturas en servicio se deben al mecanismo de fatiga.

La falla por fatiga se puede producir sin presentar ningún tipo de indicativo previo que permita evitarla o detenerla antes de que se produzca. La

superficie de fractura suele ser, normal al eje de esfuerzo de tracción principal y pueden ser reconocidas generalmente por el aspecto de dicha superficie, que presenta dos regiones relativamente bien diferenciadas, una región lisa, debida al frotamiento que ocurre cuando se propaga la grieta a través de la sección de la pieza, y otra región rugosa, originada por la fractura catastrófica del material debida a la disminución del área efectiva de la sección.

Generalmente el progreso de la fatiga se ve indicado por la presencia de una serie de marcas anulares que parecen propagarse, desde el origen de la falla hacia la zona de fractura final o despegue, esta última caracterizada por presentar un cambio brusco de orientación del plano de fractura (aprox. 45°), llamado labio de corte o de despegue. Este cambio de orientación del plano de corte se atribuye a la condición de esfuerzo plano generada en la zona, por lo que la fractura ocurre obedeciendo el efecto de los esfuerzos cizallantes máximos principales, los cuales se hallan ubicados a un ángulo de 45° con respecto al eje principal de tensión. También es importante resaltar que las fallas por fatiga generalmente se originan en uno o varios puntos específicos de la superficie, que por alguna razón actúan como concentradores de esfuerzos.

Por definición, la fatiga es el cambio estructural, progresivo, localizado y permanente que ocurre en materiales sometidos a cargas cíclicas y deformaciones fluctuantes a un esfuerzo nominal cuyo valor máximo es inferior al esfuerzo de fluencia estático del material. La fatiga puede culminar en grietas y causar la fractura después de un número suficiente de fluctuaciones. ^[3]

La falla por fatiga es causada por tres condiciones básicas: 1) La acción simultanea de esfuerzos cíclicos que originan la grieta, 2) La acción de esfuerzos a tracción que adelantan y propagan el crecimiento de la grieta, y 3) La presencia de deformación plástica. Cabe destacar que si alguna de estas tres condiciones no se presenta no se produciría el inicio y la propagación de la grieta por fatiga.

El proceso de falla por fatiga puede dividirse en cinco etapas:

1. Deformación plástica, previa al inicio de la grieta por fatiga.
2. Inicio de una o más microgrietas.
3. Propagación o unión de microgrietas para formar una o más macrogrietas.
4. Propagación de una o más macrogrietas.
5. Falla final o fractura.^[3]

1.2.1. - ASPECTOS ESTRUCTURALES DE LA FATIGA.

Las grietas de fatiga se originan y propagan en regiones que presentan una deformación más severa. Debido a que la mayoría de los materiales ingenieriles presentan defectos y concentradores de esfuerzo, tales como inclusiones, poros, muescas, dislocaciones y otros, que intensifican la deformación, la mayor parte de las grietas de fatiga se originan y propagan en defectos estructurales.^[4]

Si el componente esta sometido a cargas de suficiente magnitud, se formará eventualmente alguna grieta o grietas de fatiga en alguna región de

tensiones altas, generalmente en la superficie; y se progresará gradualmente a través del material hasta producir la fractura total.

Hay dos o tres zonas que pueden identificarse en cada superficie fracturada:

- 1) Alrededor de la región de origen de la grieta la superficie tiene, a menudo, un aspecto liso mostrando señales conchoidales; esta es la zona en la que la grieta de fatiga se ha extendido con relativa lentitud.
- 2) A veces puede distinguirse una segunda zona menos lisa en la que la grieta se ha propagado más rápidamente, quizás en varios lugares a la vez, de modo que la superficie de fractura es irregular.
- 3) La tercera zona es el área en la cual se produjo la fractura final, cuando se redujo la sección y el metal no pudo aguantar la aplicación de la última carga. Esta zona puede tener un aspecto cristalino indicando que la fractura final fue frágil o un aspecto fibroso indicando una fractura final dúctil.

Si una pieza fracturada se ha sometido a cargas de compresión, puede perderse algún detalle en las superficies fracturadas como resultado de un repetido martilleo de la superficie agrietada antes de que tenga lugar la fractura completa, esta acción produce un aspecto pulido; otra característica de una falla por fatiga es la coloración u oxidación de parte de las superficies fracturadas indicando que ha existido una grieta durante algún tiempo.

Bajo la acción de cargas cíclicas, la zona plástica (o zona de deformación) se desarrolla desde la punta del defecto. Esta zona de alta deformación se transforma en un sitio ideal para la nucleación de una grieta de

fatiga. La grieta se propaga, bajo los esfuerzos aplicados, a través del material hasta la fractura total. A nivel microscópico, la característica más importante del proceso de fatiga, es la nucleación de una o más grietas bajo la influencia de esfuerzos que exceden el esfuerzo de fluencia, en sitios conocidos como extrusiones o intrusiones de bandas de deslizamiento (**Ver Fig. 1.1**).

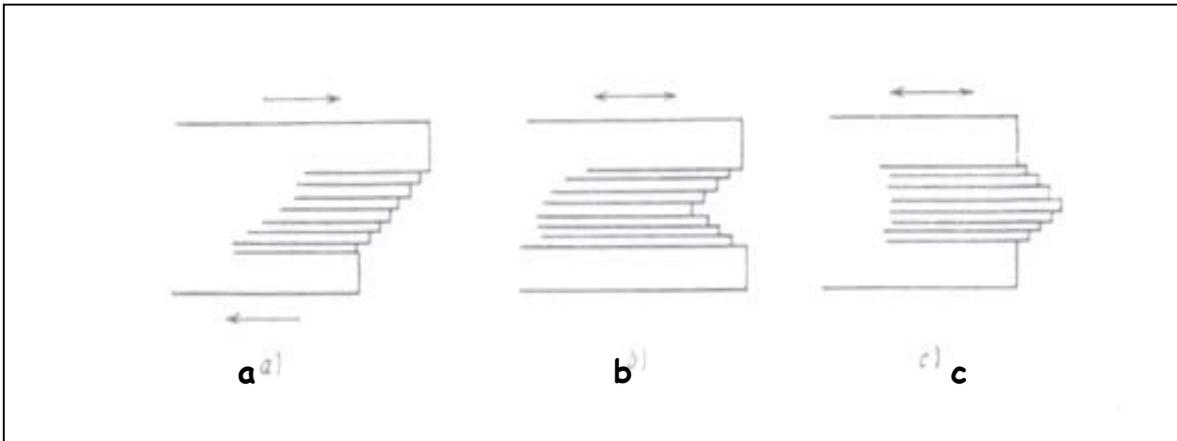


Fig. 1.1. *Conceptos de Word^[5] sobre la microdeformación que conduce a la formación de grietas de fatiga. a) Deformación estática; b) deformación de fatiga que conduce a la formación de una entalla superficial; c) deformación por fatiga que conduce a la extrusión de una banda de deslizamiento.*

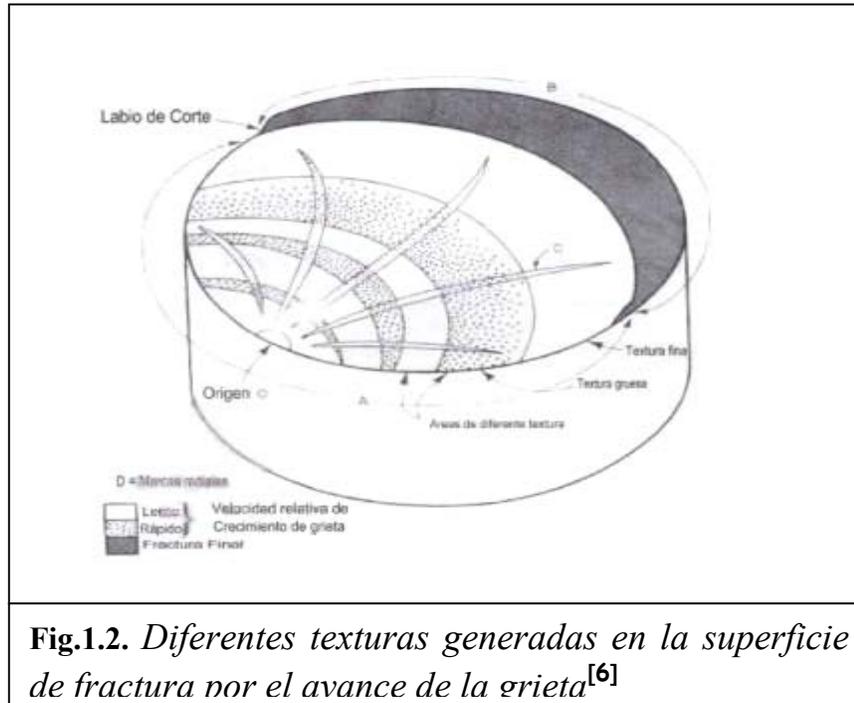
Al considerar las variaciones estructurales producidas por la fatiga, es conveniente distinguir entre ensayos realizados a bajo ciclaje en los que las probetas rompen a menos de 10^5 ciclos aproximadamente, y ensayos a alto ciclaje, en los que las probetas duran más de 10^6 ciclos. En el primer caso, generalmente se forman bandas de deslizamiento muy delgadas o finas, mientras que en el segundo caso las bandas de deslizamiento formadas son más gruesas. ^[5]

En materiales de alta resistencia o metales frágiles el mecanismo de fatiga no involucra la formación de bandas de deslizamiento y las microgrietas se forman directamente en discontinuidades y crecen directamente a lo largo de planos de máximo esfuerzo de tensión.

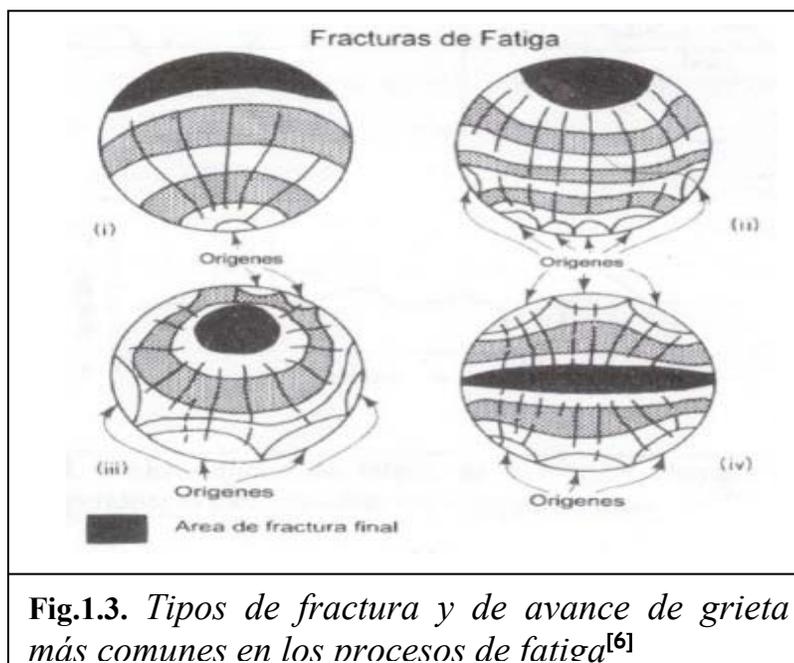
El proceso de fatiga, se divide generalmente en tres etapas. La primera se produce en los metales cuando el nivel de esfuerzos aplicados es inferior al límite elástico estático inicial, entonces se produce una deformación localizada que endurece el metal hasta que no resiste el esfuerzo aplicado.

La segunda etapa se extiende desde el momento de endurecimiento por deformación hasta la formación de una grieta visible de fatiga, es en esta etapa que se inicia la grieta de fatiga. La tercera etapa es la de propagación de la grieta hasta alcanzar un tamaño lo suficientemente grande para alcanzar la fractura total. ^[5]

Cada una de estas etapas generan una textura diferente en la superficie de la grieta como vemos en la **Fig. 1.2**; en esta figura se pueden observar dos zonas bien diferenciadas: **A**, área de fatiga, que es relativamente lisa; y **B**, área de fractura final, que posee una textura más rugosa e irregular. Esta área de fractura final, es evidencia de la deformación plástica que ocurre antes de la separación final. El área de fatiga contiene el origen o los orígenes **O** y otras características que indican la dirección y velocidad de crecimiento de grieta en cualquier etapa de su propagación. Las marcas radiales **D** y las marcas conchoidales **E**, son marcas residuales dejadas por el avance de la grieta y ambas pueden ser utilizadas para ubicar el origen de la misma. ^[6]

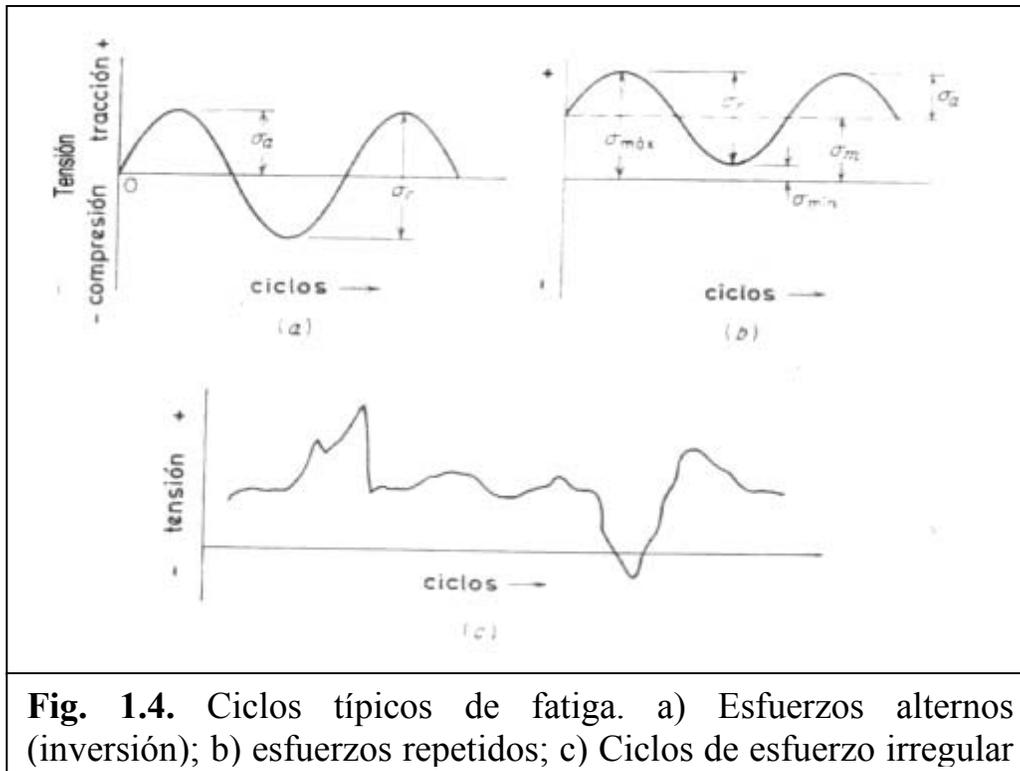


Si encontramos varios sitios de origen y fractura final, la grieta se puede propagar de diferentes maneras, tal como lo indica la **Fig. 1.3**, que dependerán de factores tales como el nivel de esfuerzo aplicado, tipo de ensayo utilizado, composición química, condición superficial de la probeta, y otros que serán estudiados en detalles posteriormente.



1.2.2. - ESFUERZOS CÍCLICOS PRESENTES EN LA FATIGA:

Los diferentes tipos de esfuerzos que pueden producir fatiga son definidos a continuación y observados en la **Fig. 1.4**



- *Ciclo de inversión completa o alterna del esfuerzo (Fig. 1.4 a):* donde el esfuerzo de tracción se considera positivo y el de compresión negativo. El esfuerzo máximo (σ_{\max} ó S_{\max}) se considera igual al esfuerzo mínimo (σ_{\min} ó S_{\min}) pero de magnitudes contrarias y el esfuerzo medio es igual a cero (σ_m ó $S_m = 0$).

- *Ciclos de esfuerzos de tensión repetidos (Fig. 1.4b)*: Donde S_{\max} y S_{\min} no son iguales, ambas pueden estar en la región de tracción o pueden tener σ opuestos.
- *Ciclo complejo de esfuerzos irregulares o aleatorios (Fig. 1.4c)*: Donde los esfuerzos no siguen ningún patrón de aplicación.

Estos ciclos de esfuerzos están constituidos por dos componentes: un esfuerzo medio o estacionario, y otro alterno o variable; también se debe considerar el intervalo de esfuerzos. ^[5]

$$\text{Esfuerzo alterno: } S_a = S_r / 2$$

$$\text{Esfuerzo medio: } S_m = (S_{\max} + S_{\min}) / 2$$

$$\text{Esfuerzo máximo: } S_{\max} = S_m + S_a$$

$$\text{Esfuerzo mínimo: } S_{\min} = (S_{\max} - S_{\min})$$

$$\text{Intervalos de esfuerzos: } S_r = (S_{\max} - S_{\min})$$

Otras cantidades utilizadas son: la relación de esfuerzos $R = S_{\min} / S_{\max}$ y $A = S_a / S_m$; en las ecuaciones anteriores, los esfuerzos pueden ser reemplazados por las deformaciones o por el factor de intensidad de esfuerzos.

La relación R puede variar desde -1 hasta $+1$. Por ejemplo, si el esfuerzo se invierte por completo, es decir, si $S_{\min} = -S_{\max}$, entonces $R = -1$. A

medida que el valor de R se aproxima a $+1$, el intervalo de esfuerzos S_r tiende a cero y la carga se convierte en monótona (constante).

1.2.3. - TÉRMINOS DE FATIGA

Vida a la fatiga (N): es el número total de ciclos de esfuerzo necesarios para ocasionar la falla de un componente o material determinado.

Resistencia a la fatiga: es el valor hipotético de esfuerzo al cual ocurre la falla para un número dado de ciclos, partiendo del diagrama S-N.

Límite de fatiga: es el valor límite de la resistencia a la fatiga promedio cuando N se hace muy grande. Para valores inferiores a este límite, encontraremos que la probeta resistirá una cantidad infinitamente grande de ciclos sin que se produzca la fractura. Es importante destacar que la mayoría de los metales no ferrosos no exhiben este límite de fatiga o no lo tienen bien definido, por los que sus curvas S-N alcanzan un alto número de ciclos a esfuerzos muy bajos. Para este tipo de metales es reportado preferiblemente el valor llamado resistencia a la fatiga.

1.2.4. - CURVA DE WHOLER:

La forma mas recomendada para representar ordenadamente todos los datos obtenidos de los ensayos y pruebas de fatiga y al mismo tiempo tener una rápida visualización de los resultados y principales propiedades del material, es por medio de las *curvas de Whöler o curvas S-N* (**Fig. 1.5**)

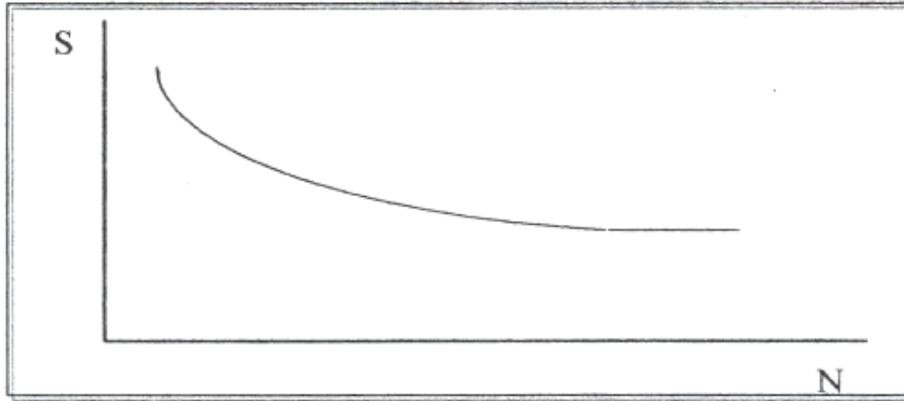


Fig. 1.5. Curva S-N, donde S es el esfuerzo aplicado y N el número de ciclos a falla

La curva S-N también suele ser representada en escala doble logarítmica para mayor comodidad, colocando el logaritmo decimal de los esfuerzos alternantes ($\log S$) en el eje de las abscisas, contra el logaritmo decimal del número de ciclos a falla ($\log N$), transformando de esta manera la curva en una línea recta (**Fig. 1.6**), la cual es expresada mediante la ecuación sugerida por Basquin.^[7]

Ecuación de Basquin:

$$S_a = S'_f (2N)^b \quad (\text{Ecuac. 1.1})$$

Donde S_a es la resistencia a la fatiga del material; S'_f representa el coeficiente de resistencia a la fatiga, b representa el exponente de fatiga, 2N el número de reversos a falla o también puede ser representada por una ecuación potencial simple:

$$S_a = S_f(N)^b \quad (\text{Ecuac. 1.2})$$

Donde, S_a es la resistencia a la fatiga del material, S_f sería el coeficiente de resistencia a la fatiga, N el número de ciclos y b el exponente de fatiga.

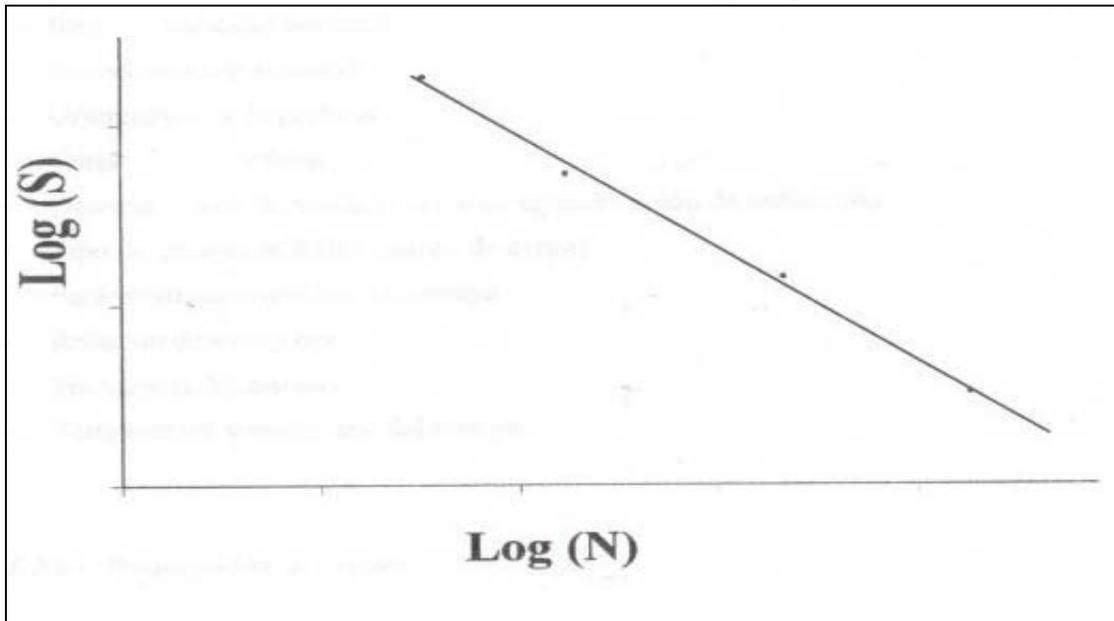


Fig. 1.6. Curva S-N, expresada por Basquin, en donde los ejes vienen dado por el Logaritmo del esfuerzo y el número de ciclos a falla.

1.2.4.1. - CAUSAS DE DISPERSIÓN ESTADÍSTICA DE LOS RESULTADOS EN FATIGA.

Al realizar el estudio del comportamiento a la fatiga de un material, existe una dispersión respecto a los resultados obtenidos en los ensayos. Para fijar la dispersión atribuible al metal ensayado, se deben mantener bajo un control riguroso y constante las causas que a continuación citamos:

- Acabado superficial no uniforme o existencia de imperfecciones locales tales como: ralladuras no apreciables durante el pulido, marcas o muescas, porosidades, y otros defectos de fabricación.
- Cambios apreciables de las condiciones de ensayo debido al incremento de temperatura o influencia de medios corrosivos.
- Defectos en la alineación de las probetas respecto a su eje de rotación.
- Defectos internos o superficiales por la heterogeneidad química y estructural del material.
- Presencia de esfuerzos superficiales debidos al mecanizado o tratamiento térmico realizado.
- Tolerancias de fabricación y montaje de las probetas.^[2]

1.2.5. - PROPAGACIÓN DE GRIETAS EN FATIGA.

El proceso de agrietamiento en fatiga comienza generalmente desde lugares donde haya discontinuidades o cuando haya acumulación de deformación plástica en forma de bandas de deslizamiento. En muchas ocasiones la falla por fatiga se inicia en regiones de concentradores de esfuerzo tales como muescas agudas, inclusiones no metálicas o la preexistencia de grietas semejante. Cuando la falla ocurre por muescas agudas o concentradores de esfuerzo, la grieta se inicia primero y después se propaga a un tamaño crítico hasta que en un momento repentino ocurre la falla.^[23]

Cuando ocurre el cambio de orientación del plano principal de fractura (de 45° a 90° con relación al eje de esfuerzos aplicados al sistema), se puede considerar que empieza la etapa de propagación de grieta, como se indica en la **Fig. 1.7**. Esta etapa es considerada la más importante en este proceso, por dos razones fundamentales: 1- La mayor parte de los materiales tecnológicos y estructurales contienen defectos inherentes, lo que ocasiona que la etapa de inicio de la grieta se presente relativamente temprano en la vida de servicio del material; y 2- La velocidad de crecimiento de las grietas de fatiga es una función de ciertas propiedades del material, de la longitud de la grieta y del nivel de esfuerzos aplicados.

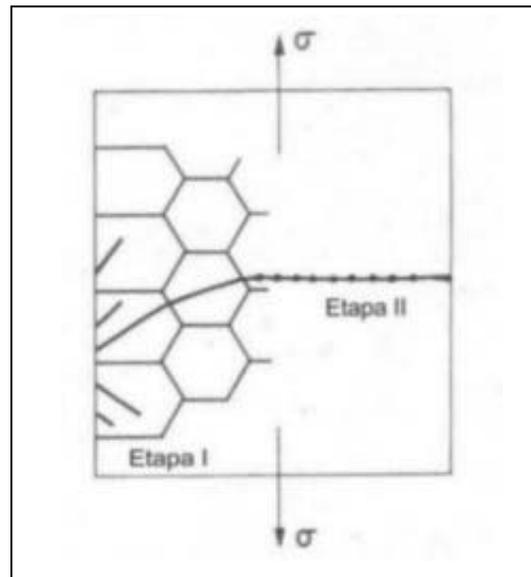


Fig. 1.7. Esquema de la Etapa I y II de la propagación de la grieta por fatiga

En esta etapa de la fatiga, la grieta se propaga una cierta distancia con cada ciclo de esfuerzo. La huella por la propagación de la grieta se explica por medio de un mecanismo de *despunte plástico* ^[5], ilustrado en la (**Fig. 1.8**); para los ciclos iniciales de carga la punta de la grieta es muy aguda (**Fig. 1.8a**) y a medida que la carga de tensión es aplicada, se produce un efecto de concentración de tensiones en la punta de la grieta lo que puede producir el deslizamiento a lo largo de los planos orientados favorablemente según la dirección del esfuerzo máximo de corte (**Fig. 1.8b**); la grieta se ensancha hasta su extensión máxima (**Fig. 1.8c**) aumentando su longitud por contracción plástica y al mismo tiempo la punta se ensancha y pierde su borde. Cuando la carga se aplica a compresión la dirección del deslizamiento en las zonas finales es inversa (**Fig. 1.8d**). las caras de la grieta son comprimidas una con la otra y la nueva superficie de la grieta creada en tensión es forzada a dirigirse al plano de agrietamiento (**Fig. 1.8e**) donde es doblada parcialmente por pandeo, para formar una punta de grieta reagudizada. Esta grieta aguda está lista para avanzar y continuar con el despunte plástico (**Fig. 1.8f**) en el próximo ciclo de esfuerzo.

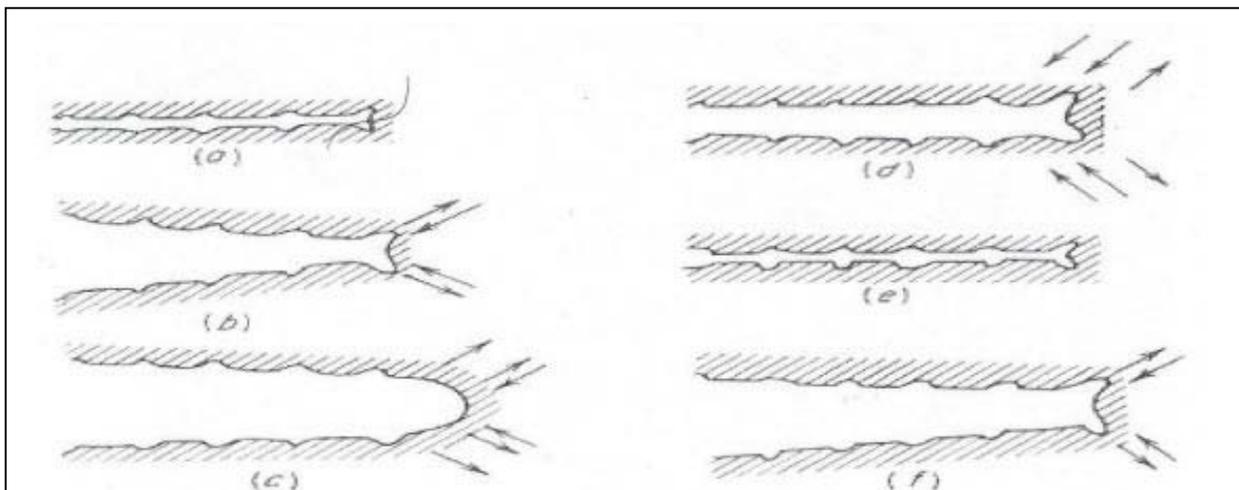


Fig. 1.8. *Proceso de despunte plástico para el crecimiento de grieta en la Etapa II.*

Con cada ciclo de esfuerzo se observan unas marcas pareadas en la superficie de la grieta (*estriaciones de fatiga*), están son marcas características de un crecimiento de grieta por fatiga progresivo y por lo general, solo pueden observarse a aumentos muy elevados (**Fig. 1.9**). También se forman muchas "mesetas" paralelas separadas por canales longitudinales; estas mesetas son generalmente perpendiculares a la dirección de los máximos esfuerzos principales actuantes y están conformadas por un grupo de estriaciones que tienen direcciones semejantes. Otra característica de la propagación de la grieta de fatiga, es que una vez que ha sido nucleada su velocidad de crecimiento y su dirección están controladas totalmente por los esfuerzos localizados en el extremo o punta de la grieta.

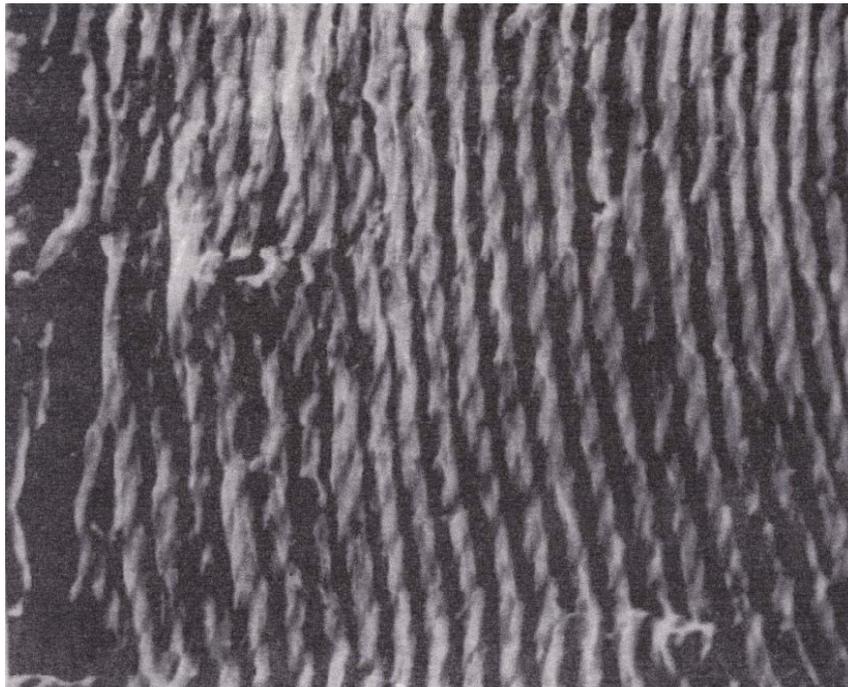


Fig. 1.19. *Estriaciones de fatiga en una aleación de Ti-6Al-4V recocida. (2000X).*

La teoría de Orowan^[8] que explica que el proceso de propagación de la grieta se basa en la consideración que el comportamiento de las pequeñas regiones plásticas embebidas en la matriz deformada elásticamente es sometido a ciclos simétricos y a un nivel de esfuerzo constante. Para ciclos sucesivos de esfuerzos, la resistencia plástica local disminuye, pero el esfuerzo se incrementa con el cambio de la distribución de cargas entre esa región y los alrededores elásticos. El esfuerzo en la región tiende a un límite finito el cual dependiendo de lo que el material pueda soportar, resulta un agrietamiento o en un comportamiento elástico.

La vida de un componente sometido a fatiga está determinada por el número de ciclos requeridos para iniciar la grieta y por el número de ciclos necesarios para hacer crecer la grieta desde sus dimensiones iniciales hasta el valor crítico.

El método general para medir la propagación de las grietas de fatiga usando técnicas de mecánica de fractura, esta resumido en la **Fig.1.10.** una gráfica logarítmica de crecimiento de grieta por número de ciclos, da/dN , contra el intervalo de factor de intensidad de esfuerzo, ΔK , correspondiendo al ciclo de carga aplicado a la probeta. Para casi todos los componentes metálicos se pueden distinguir tres etapas: la región I, presenta un umbral, ΔK_{th} , que corresponde con el intervalo del factor de intensidad de esfuerzos en el cual la grieta no se propaga.

Para valores intermedios de ΔK , región II en la **figura 1.10**, vemos una línea recta, usualmente obtenida la gráfica log-log de ΔK vs da/dN , la cual es descrita por la relación o ecuación de Paris-Edrogon^[4]:

$$da/dN = C (\Delta K)^n \quad (\text{Ec.1.3})$$

donde C y n son constantes características del material.

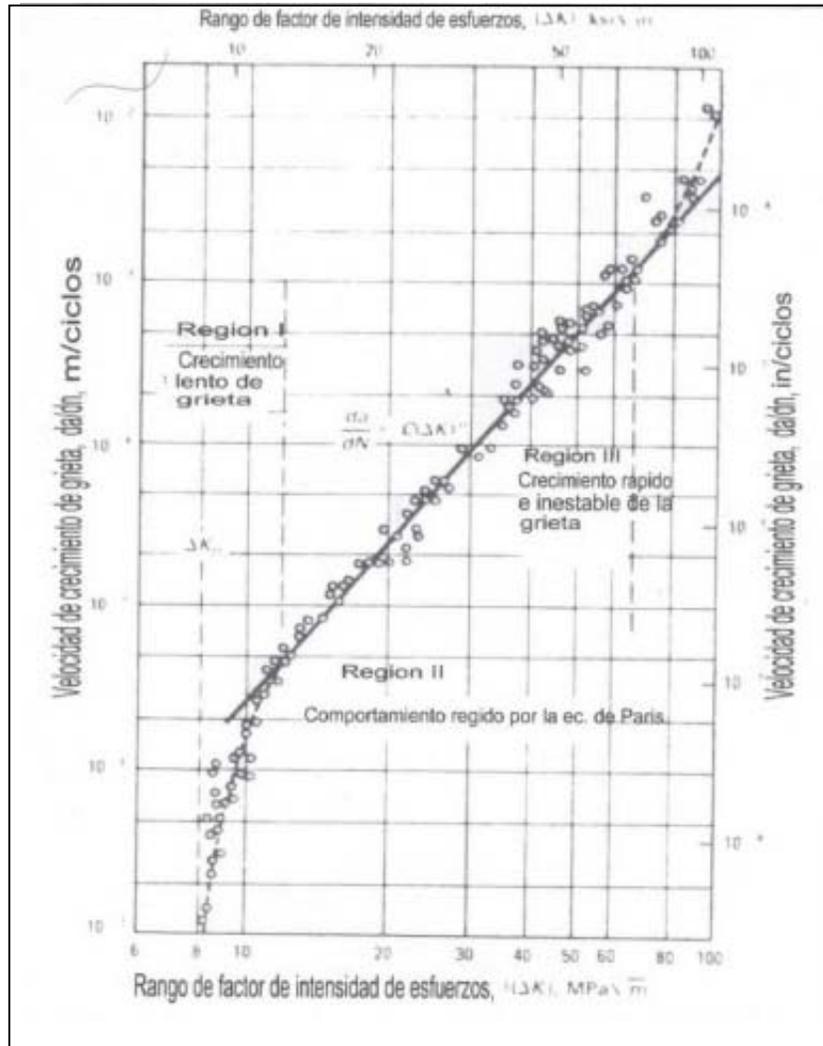


Fig. 1.10. Comportamiento del crecimiento de grieta por fatiga de un acero ASTM B1 ^[4]

Para altos valores de ΔK (Región III en la figura), ocurre un comportamiento inestable, que resulta en un incremento evidente en la velocidad de propagación de la grieta justo antes de la fractura completa de la probeta. Existen dos posibles causas para este comportamiento ^[4]; Primero, el

incremento de la longitud de la grieta durante el ensayo a cargas constante que ocasiona un "pico" de intensidad de esfuerzos que alcanza la tenacidad de fractura, K_{IC} del material, y ese comportamiento inestable esta relacionado con las primeras etapas de la fractura frágil ^[4]. En segundo lugar, la propagación de la grieta produce una disminución del área remanente de la probeta, haciéndola insuficiente para soportar el pico de esfuerzo. La primera posibilidad, es operativa para metales de alta resistencia y baja tenacidad, en los que las probetas utilizadas normalmente en ensayos de velocidad de crecimiento de grieta presentan un comportamiento lineal-elástico para niveles de K iguales a K_{IC} . La segunda posibilidad, es común para metales dúctiles, particularmente si K_{IC} es alta.

Hasta ahora han sido desarrollados una gran cantidad de ecuaciones para relacionar la velocidad de propagación de la grieta y los datos de intensidad de esfuerzos. La mas comúnmente aceptada es la nombrada anteriormente que es la ecuación propuesta por Paris (*Ecuac. 1.3*), y generalmente da una buena aproximación para la Región II (**Ver Fig. 1.10**) de la etapa de propagación de grieta.

Otra relación basada en la ecuación de Paris, es la ecuación de Forman^[4] que es utilizada para representar la variación de da/dN , con otra variables, incluido el coeficiente de carga R , donde R es igual a $Carga_{max}/Carga_{min.}$, y el valor crítico de K , K_C , para el cual ocurre la fractura violenta de la probeta (*región III en la Fig. 1.10*). La ecuación de Forman es:

$$\frac{da}{dN} = \frac{C (\Delta K)^n}{(1 - R)(K_c - \Delta K)} \quad \text{(Ecuac. 1.4)}$$

Donde C y n son constantes del material del mismo tipo que las de la ecuac. de Paris, pero con valores diferentes. Una ventaja de la ecuac. de Forman, es que esta describe el comportamiento acelerado de da/dN observado para altos valores de ΔK , el cual no es descrito por la ecuac. de Paris. Además, la ecuac. de Forman describe el incremento de da/dN asociado con el incremento de R , desde 0 hasta 1. Por lo que se puede decir que cuando es necesario describir el efecto de K cercano a K_c , o el efecto de R en da/dN , la ecuac. de Forman puede ser utilizada para representar el comportamiento de da/dN . Cuando solo este involucrada ΔK en la Región II, puede ser utilizada la ecuac. de Paris.

1.2.6. - FACTORES QUE AFECTAN LA VIDA A LA FATIGA:

- **Factores Metalúrgicos:**

- *Composición del material:* según su composición los materiales en fatiga se dividen en dos grupos como lo ilustra la **Fig. 1.11**, las aleaciones ferrosas y de Titanio exhiben un límite de fatiga bien definido, mientras que las aleaciones de composición no ferrosa, no exhiben un límite de fatiga bien definido y sus curvas se presentan decrecientes mas allá de 10^8 o 10^9 ciclos.

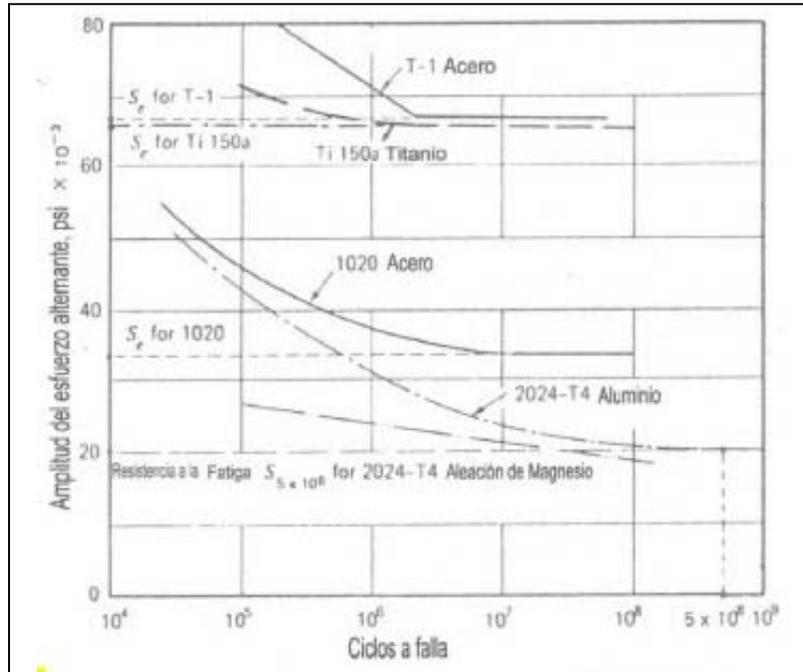


Fig.1.11 Efecto de la composición del material en la curva S-N.

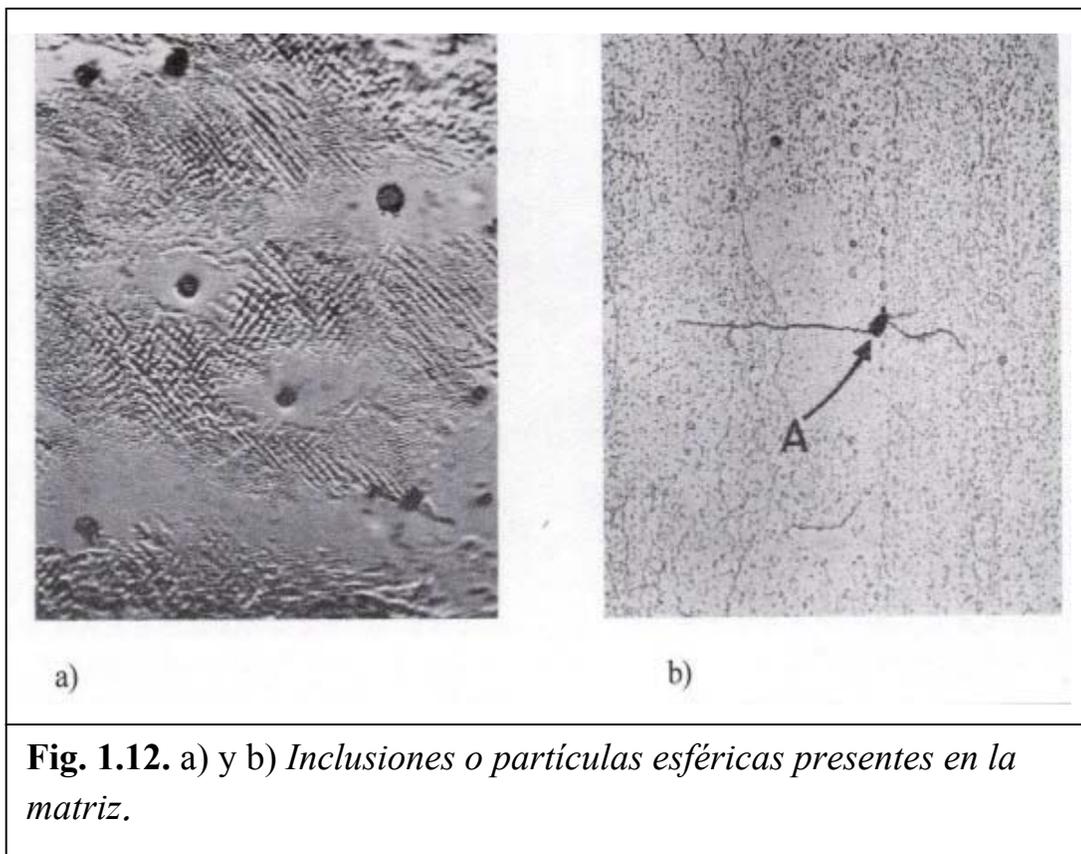
- *Tratamientos térmicos:* las propiedades de resistencia a la fatiga son significativamente afectadas por los tratamientos térmicos y dependientes del tipo de tratamiento aplicado; generalmente las propiedades de fatiga aumentan con cualquier tratamiento que mejore las propiedades de tracción.
- *Microestructura:* la microestructura de un material es la encargada de conferirle propiedades microscópicas diferentes a las propiedades promedio macroscópicas. Dependiendo de las microestructuras presentes, la grieta puede variar la dificultad con que se propague dentro del componente y de esta manera la

microestructura va a influir directamente al crecimiento de la grieta, por ejemplo: la dureza, que controla el grado de deformación en la punta de la grieta y que por lo tanto controla su propagación. Una dureza excesiva también podría variar el modo de propagación de la grieta e introducir clivaje en el proceso.

En la microestructura se presentan inclusiones, éstas abarca una gran cantidad de componentes metálicos, no metálicos e intermetálicos, cada uno con una cantidad igual de propiedades mecánicas y químicas. La forma, tamaño, propiedades y coherencia con la matriz de dichas inclusiones afectarán el comportamiento como generador y acumulador de esfuerzos en el material. De esta manera, partículas que no presenten una buena cohesión con la matriz presentarán las mismas características que producirían la presencia de poros. Por otra parte, partículas coherentes con la matriz pueden afectar la distribución de esfuerzos locales y producir un incremento del grado de deformación localizada si estas tienen módulos elásticos diferentes al de la matriz. Por lo general cualquiera de estas partículas tienden a acelerar la propagación de la grieta y a disminuir el tamaño de grieta crítico, pero algunas pueden mantener el mismo comportamiento de la matriz frente al proceso de fatiga.

Según la forma de las partículas se puede decir que las esféricas (**Fig. 1.12 a y b**) son afectadas en menor grado por la

deformación de la matriz por otro lado, partículas aciculares pueden fracturar por la deformación local no homogénea, siempre y cuando no sean paralelas al esfuerzo, y pueden ser más dañinas si están ubicadas en una región de concentración de esfuerzos y sometidas a altos niveles locales de esfuerzo en servicio. Este tipo de inclusiones suele tener poco efecto en la resistencia a la fatiga longitudinal, pero reducirán considerablemente la resistencia a la fatiga torsional o transversal.



- *Direccionalidad:* se ha encontrado que con la aplicación de cargas cíclicas en dirección transversal a la dirección preferencial

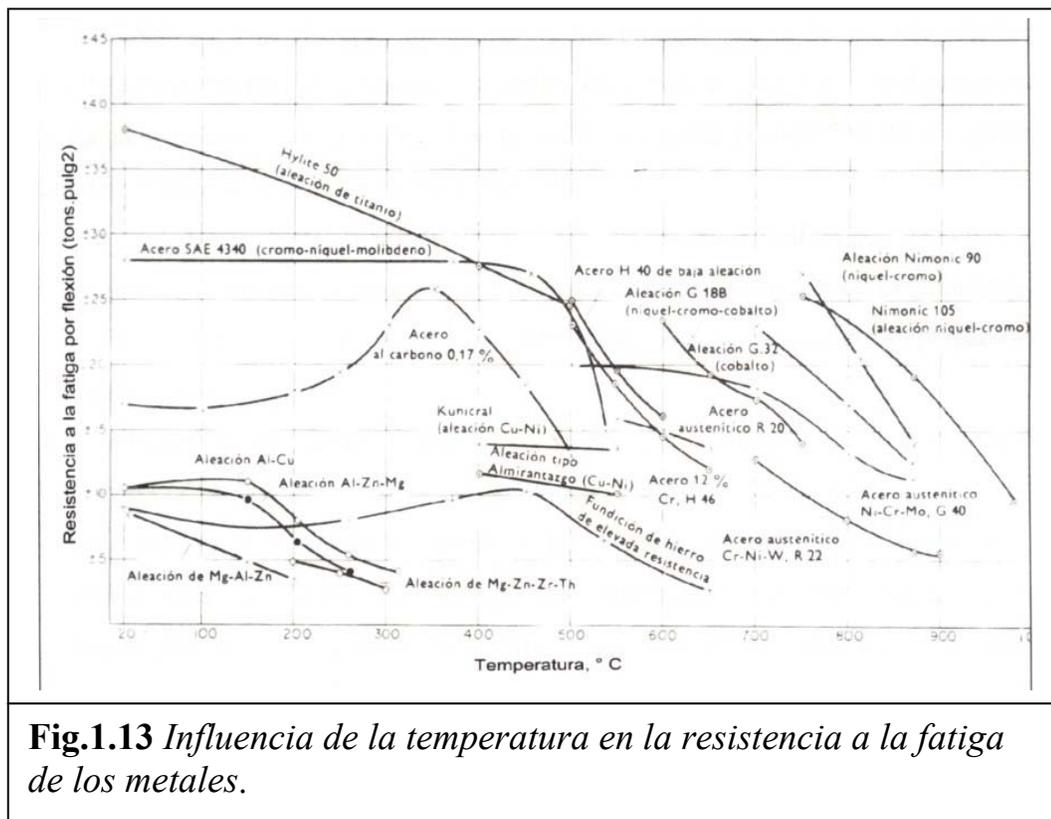
de los granos, se obtienen propiedades de resistencia a la fatiga inferiores que a lo largo de los granos (longitudinalmente).^[9]

- *Tamaño de grano*: según las investigaciones de Sinclair y Craig^[10] y Karry y Dolan^[11] se puede concluir que por lo general un material de grano fino, exhibe mejores propiedades de fatiga que uno con grano grueso, pero esto compensa, hasta cierto punto, su mayor sensibilidad a las entallas.^[12]

- ***Discontinuidades geométricas***: la presencia de cualquier discontinuidad geométrica puede afectar en gran medida la resistencia a la fatiga de un material, debido a que esta actúa como un concentrador de esfuerzo. El nivel de influencia que la discontinuidad pueda tener en la propiedad de resistencia a la fatiga dependerá de las dimensiones relativas, del tipo de carga y la sensibilidad de la entalla que presente el material.
- ***Frecuencia de aplicación de la carga***: entre 200 y 7000 ciclos/min., se ha observado poco o ningún efecto sobre la resistencia a la fatiga, asumiendo que la temperatura permanece constante mientras se lleva a cabo el ensayo. Hay alguna evidencia de que por debajo de 200 ciclos/min. ocurre una pequeña disminución de la resistencia a la fatiga de algunos materiales. En el intervalo comprendido entre 7000 y 60000-90000 ciclos/min., existe un incremento en la resistencia a la fatiga de la mayoría de los materiales, pero por encima de estas velocidades se presenta una marcada disminución de la resistencia. También se ha determinado

que los periodos de descanso entre los ciclos o entre los bloques de ciclos no tienen un efecto mensurable sobre la resistencia a la fatiga.

- **Temperatura:** en general, la resistencia a la fatiga es incrementada a temperaturas por debajo de la temperatura ambiente y disminuida a temperaturas por encima de esta (**Fig. 1.13**), aunque pueden existir algunas excepciones.



- **Tamaño del componente:** los componentes de menor tamaño presentan una mayor resistencia a la fatiga que los de gran tamaño, posiblemente debido a la menor área superficial y el menor volumen donde existe una menor probabilidad de que existan defectos. También se ha observado que, para probetas planas o entalladas cargadas en condiciones de flexión o rotación, un incremento en el

diámetro, usualmente aumenta el gradiente de esfuerzos a través de la probeta y aumenta el volumen de material sometido a altos esfuerzos (*ver Fig. 1.14*). Datos experimentales del efecto del tamaño en la fatiga, indican que el límite de fatiga disminuye con el incremento del diámetro de la probeta.^[4]

Diámetro [in]	C _s
$D \leq 0,4$	1
$0,4 \leq D \leq 2$	0,9
$2 \leq D \leq 9$	$1 - (D-0,03)/15$

Fig. 1.14. C_s es el factor reductor de fatiga debido al efecto de tamaño

- **Condiciones superficiales:** generalmente, las propiedades de fatiga son afectadas significativamente por las condiciones superficiales, debido a que la mayoría de las grietas de fatiga se inician en la superficie. Los factores que afectan la superficie de una probeta de fatiga pueden ser divididos en tres categorías^[4]:
 1. **Rugosidad superficial:** la resistencia a la fatiga aumenta a medida que disminuye la rugosidad y mientras menor sea esta última se minimizaran los concentradores de esfuerzo locales. Por esta razón, se le debe prestar especial atención a la preparación superficial de la probeta.
 2. **Cambios en las propiedades superficiales:** debido a la influencia que tiene la condición superficial sobre la resistencia a la fatiga,

cualquier fenómeno que cambie la resistencia a la fatiga de la superficie del material, alterará significativamente las propiedades de fatiga. Por ejemplo la cementación, la nitruración, deposición de algunos recubrimientos y el galvanizado, entre otros, afectan la resistencia a la fatiga dependiendo del material base.

3. *Esfuerzos residuales superficiales*: la resistencia a la fatiga se puede ver afectada por operaciones tales como trituración, pulido y maquinado debido al endurecimiento y al incremento de esfuerzos residuales en la superficie que estos provocan. Si los esfuerzos residuales son de tensión, se disminuye la resistencia a la fatiga, mientras que si son esfuerzos de compresión se incrementa dicha resistencia.

1.3.- FATIGA –CORROSIÓN.

1.3.1.-GENERALIDADES DE LA CORROSIÓN.

Corrosión: es el ataque químico o electroquímico que sufren los metales y aleaciones al reaccionar con el medio que los rodea; destrucción de los materiales por cualquier medio que no sea mecánico.

Formas de corrosión: una clasificación podría ser la siguiente:

- a) Ataque uniforme.
- b) Agrietamiento por corrosión bajo tensión, ocurre porque el metal esta sometido a un medio corrosivo y a distintas formas de carga; los requisitos para que ocurra el agrietamiento por corrosión bajo tensión son:

- Una aleación susceptible al fenómeno de corrosión.
 - Un medio ambiente específico (corrosivo).
 - Una fuente de esfuerzos (aplicados o residuales).
- c) Disolución selectiva.
- d) Galvánica.
- e) Intergranular.
- f) Por grietas o hendiduras.
- g) Por picadura.

1.3.2.-FENÓMENO DE FATIGA CORROSIÓN.

Se refiere al fenómeno de agrietamiento en materiales bajo la acción combinada de cargas cíclicas (Fatiga) y un ambiente corrosivo (ya sea gaseoso o acuoso). Este fenómeno es conocido por presentarse en muchas aleaciones ingenieriles sobre un número considerable de ambientes corrosivos y ha sido reconocido como una importante causa de falla en estructuras ingenieriles. La descripción y entendimiento de los mecanismos de fatiga-corrosión son esenciales para predecir la vida de servicio, control de fractura, y revelar la resistencia a la fatiga de algunos materiales. La principal característica de la fatiga corrosión es que la velocidad de crecimiento de la grieta puede ser substancialmente mayor en un ambiente corrosivo que el obtenido en ambiente benigno, debido al largo número de variables químicas y electroquímicas no presentes en ambiente benigno.^[13]

Diferentes mecanismos de fatiga corrosión han sido propuestos para explicar el avance de la velocidad de crecimiento de la grieta con la variación gradual de sucesos. El mecanismo de inicio de la grieta por fatiga corrosión envuelve la sencilla o mutua acción de agrietamiento causado por hidrógeno y/o por disolución anódica en la punta de la grieta.

En fatiga corrosión el hidrógeno es generado por la reacción en ambientes tales como: Hidrógeno gaseoso, vapor de agua, agua, etc.; con el material recientemente agrietado en la punta de la grieta este hidrógeno es absorbido a la superficie del metal y luego transportado por difusión o por arrastre de la dislocación a la zona plástica en la punta de la grieta, causando daños localizados e incrementando la velocidad del crecimiento de la grieta por fatiga.

Los fallos debido a fatiga-corrosión difieren de los fallos por fatiga normal en:

1. La superficie cambia de color por el proceso de corrosión y hay formación de picaduras o grietas en ciertos puntos debido a la fatiga.
2. Existen muchas más grietas; esto debido a que el ataque electroquímico produce puntos de corrosión (corrosión por picadura) posibles para la formación de grietas secundarias de fatiga.
3. La fractura ocurre a un número de ciclos menor en carga cíclica que el obtenido por fatiga al aire.
4. La velocidad de crecimiento de la grieta es mayor, debido al ataque de la superficie por parte del ambiente corrosivo.

En la fatiga-corrosión los parámetros críticos más importantes son:

- La magnitud del esfuerzo cíclico.

- El tiempo de exposición al ambiente agresivo.

1.3.2.1. – VARIABLES QUE AFECTAN LA FATIGA CORROSIÓN.

Muchas variables pueden influir en el crecimiento de la grieta por fatiga corrosión; y las más significativas han sido bien examinadas y sus resultados están descritos en un gran número de revistas. Estas variables pueden ser del tipo mecánicas, geométricas, metalúrgicas y ambientales, algunas de estas serán descritas a continuación:

- *Efecto de la frecuencia de la carga:* para establecer el efecto de la frecuencia de la carga, en la literatura se muestra a través de un ejemplo del ensayo de un acero 4340 en ambiente de vapor de agua estos resultados se muestran en la **Fig.1.15**. Estos resultados muestran claramente que el efecto ambiental es mucho más pronunciado a bajas frecuencias cíclicas que a altas frecuencias, donde se observa que la velocidad de la grieta a 0.1 Hz es mayor que la obtenida a 10 Hz. Un estudio fractográfico de la superficie de fractura también indicó que a baja frecuencia, donde el efecto del ambiente es más significativo, la trayectoria de fractura en vapor de agua fue en primer lugar *intergranular* a través de los primeros límites de grano de la austenita, similar a lo ocurrido en hidrogeno y agua bajo condiciones de tensión repetida. En el ensayo a altas frecuencias, la trayectoria de fractura fue primordialmente *transgranular* con respecto a los primeros granos de austenita similar a las probetas ensayadas en ambiente de argón.

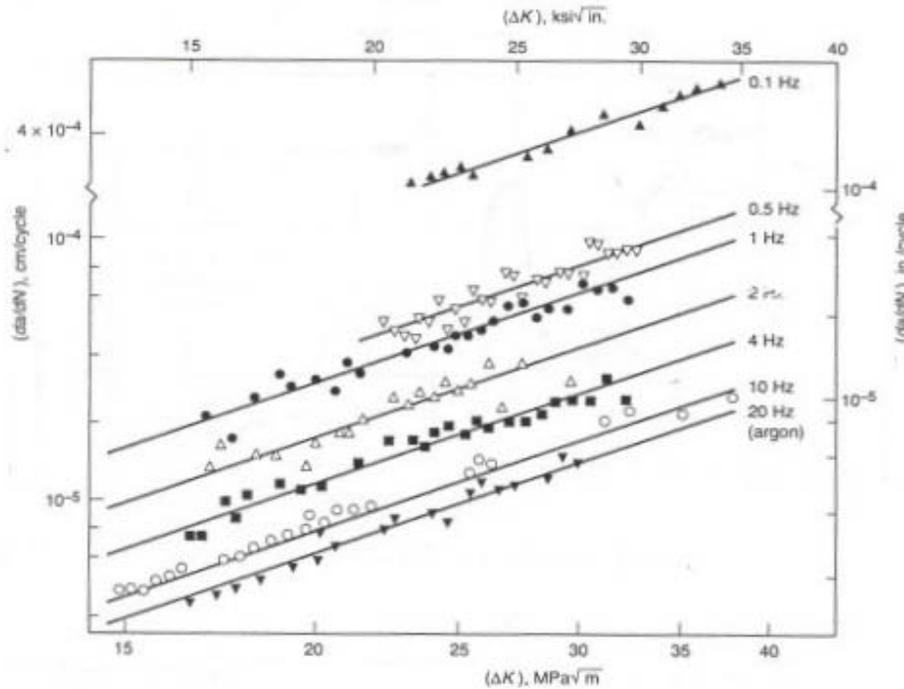


Fig. 1.15. Efecto de la frecuencia de carga sobre la velocidad de crecimiento de la grieta para un acero AISI 4340

- *Efecto del tamaño de grano:* la influencia del tamaño de grano en el crecimiento de la grieta en fatiga corrosión se comporta dependiendo del modo de fractura de la aleación en el ambiente. En un ambiente benigno, tal como en un vacío, la propagación de la grieta se realiza generalmente *transgranular* deslizándose a través de los enlaces y la velocidad de crecimiento de la grieta usualmente decrece con el incremento del tamaño de grano. En ambiente agresivo, el efecto de tamaño de grano puede estar presente o verse grandemente disminuido, esto dependiendo de como se vea afectado

el modo de fractura de la aleación por el ambiente. Esto se puede observar en las **Fig. 1.16**.

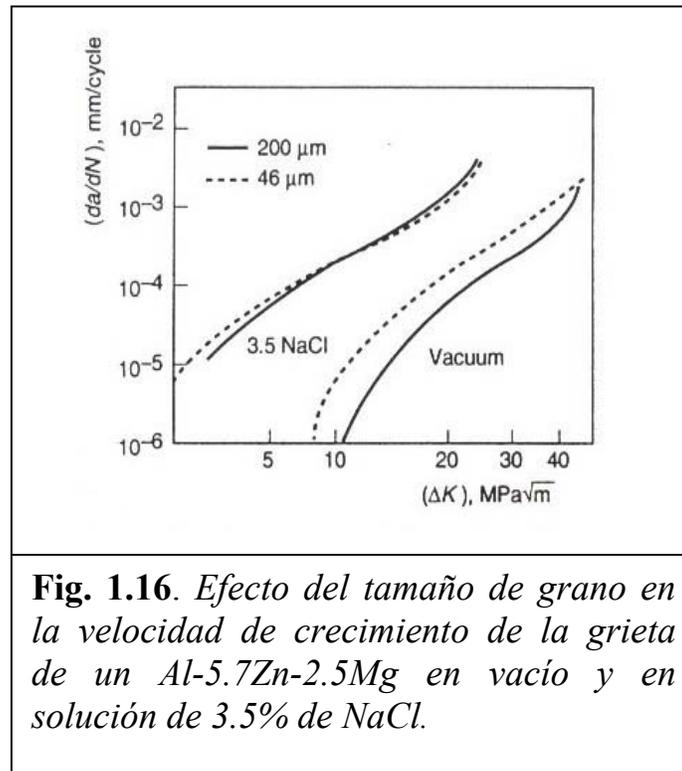


Fig. 1.16. Efecto del tamaño de grano en la velocidad de crecimiento de la grieta de un Al-5.7Zn-2.5Mg en vacío y en solución de 3.5% de NaCl.

- *Efecto de la relación de esfuerzo:* en general a mayores relaciones de esfuerzos se encontrará que la velocidad de crecimiento de la grieta por fatiga corrosión es mayor. Un ejemplo del efecto del radio de esfuerzo se muestra en la **Fig. 1.17** para un acero MF-80 HSLA en un ambiente salino. La velocidad de crecimiento de la grieta en fatiga corrosión de este acero a $R=0.67$ es casi dos veces más grande que la velocidad obtenida a un $R=0.1$ a un mismo nivel de intensidad de esfuerzo.

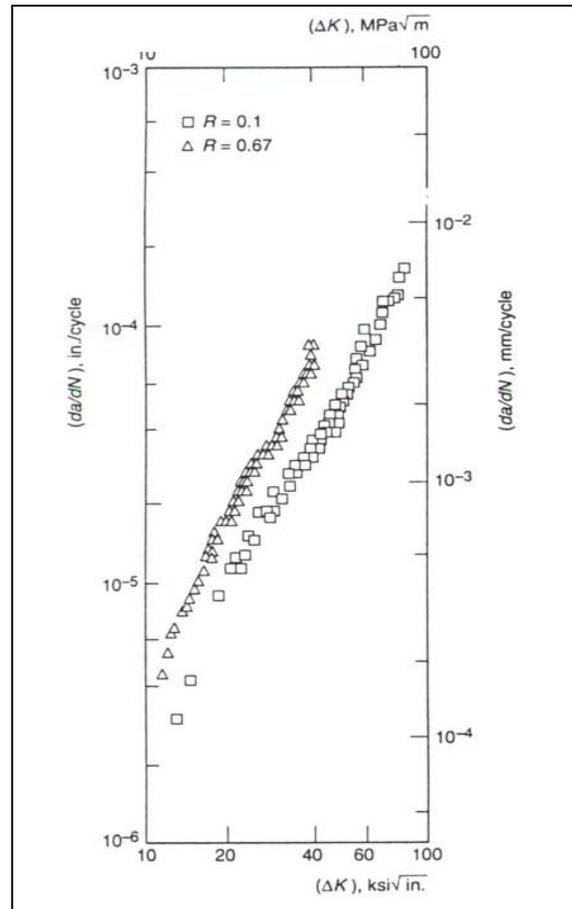


Fig. 1.17. Efecto de la relación de carga sobre la velocidad de crecimiento de la grieta por fatiga corrosión de un acero MF-80 HSLA en una solución de 3.5% NaCl.

- *Efecto de temperatura:* debido a que la temperatura puede influir en la reacción ambiente - superficie metálica, así como en algunos

procesos de transporte, se puede esperar que ésta afecte en el crecimiento de la grieta por fatiga corrosión. En mucho de los sistemas aleación – ambiente la velocidad de crecimiento de la grieta incrementa a medida que incrementa la temperatura, esto debido a que el proceso de agrietamiento es térmicamente activado. Si la energía de activación del proceso pudiera ser medida, entonces la velocidad límite del proceso y posiblemente el mecanismo de agrietamiento podrían ser determinados. Esto puede ser observado en la **Fig. 1.18**.

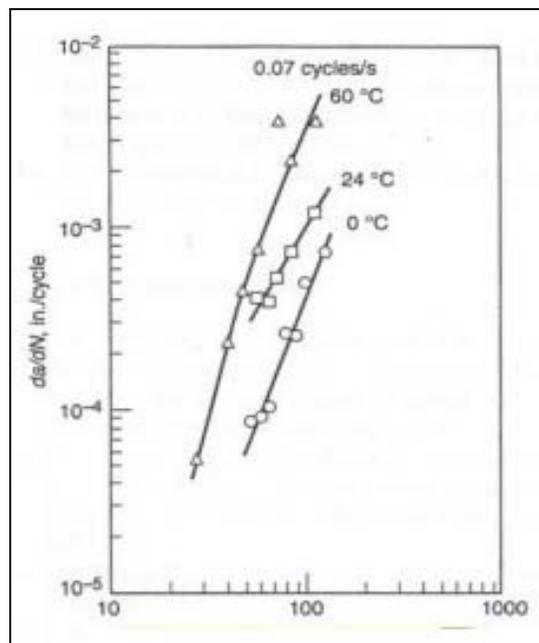


Fig. 1.18 Efecto de la temperatura sobre el crecimiento de la grieta en fatiga-corrosión.

1.3.3. – EFECTO DE ALGUNOS TRATAMIENTOS SUPERFICIALES SOBRE EL COMPORTAMIENTO A LA FATIGA.

Tatsuya Matsue et al.^[25]. Una película de TiN fue depositada sobre sustrato de aluminio y sustrato de acero inoxidable por el método *Arc Ion Plating* (AIP). El voltaje de polarización, la presión del nitrógeno gaseoso y el arco de corriente eléctrica fueron variables para examinar, para analizar su incidencia sobre la dureza y los esfuerzos residuales en la película de TiN. Ensayos de microdureza Vickers revelaron altos valores de dureza (HV= 2250-2500) los cuales dependen de la presión del Nitrógeno gaseoso y del arco eléctrico. Mediante patrones de Difracción de Rayos X se encontró que la orientación cristalina de la película de TiN vario notablemente con el cambio de voltaje de polarización. De igual forma fueron evaluados los esfuerzos residuales en la película TiN por medio de difracción de Rayos X, en función de la presión del Nitrógeno gaseoso y el arco de corriente eléctrica. Se observaron altos esfuerzos residuales de compresión de 5Gpa en las películas sobre el sustrato de Aluminio y de 7 GPa en la película sobre el sustrato de acero inoxidable.

Prasad et al.^[17]. Reportaron un incremento en la resistencia a la fatiga en un acero de media resistencia recubierto con un deposito de Níquel (Ni) obtenido electrolíticamente en una solución agitada con ondas ultrasónicas, cuando estos resultados son comparados con los obtenidos para el mismo sustrato recubierto con el mismo deposito pero sin agitación alguna. Además, el espesor de los depósitos fue 20µm.

De los ensayos estáticos realizados al substrato se encontró un esfuerzo de fluencia de 475 MPa, resistencia a la tracción de 650 MPa y un valor de microdureza de 194 VHN 100.

Finalmente se concluyó que las ondas ultrasónicas al pasar rápidamente por el electrolito producen regiones alternas de alta y baja presión, con lo cual se producen burbujas que explotan e implotan sobre la superficie de los especímenes, causando una mayor agitación en la solución, con lo cual ayudan principalmente en la evolución del hidrogeno, el cual al quedar atrapado en el recubrimiento produce fragilización.

Celik y Karadeniz^[18]. Han reportado incrementos en limite a la fatiga en un acero AISI 4140 cuando éste ha sido tratado termo-químicamente mediante nitruración iónica bajo dos condiciones de tratamientos térmicos en el substrato y diferentes condiciones de temperatura y tiempo de nitruración. Los ensayos de fatiga fueron realizados en una maquina de flexión rotativa a una velocidad de 40Hz (2820 rpm). Los tratamientos térmicos realizados a los dos grupos diferentes del mismo tipo de substrato fueron: templado en aceite (1133 K durante 30 min.), luego revenido a 823 K durante 60 min. y, el otro tratamiento térmico fue de normalizado (1123 K durante 30 min.).

El comportamiento a la fatiga del material nitrurado se relaciona con la formación de precipitados que pueden impedir el movimiento de dislocaciones y la penetración de los planos de deslizamiento a través de la capa nitrurada. Además, la capa difusiva formada durante el proceso de nitruración, causa un estado de esfuerzos residuales de compresión en la superficie. El incremento de los esfuerzos residuales y en la dureza superficial produce un aumento

tanto en la resistencia como en limite a la fatiga, ya que la capa dura disminuye la deformación plástica con lo que los planos de deslizamiento en esta región solo pueden ser activados por esfuerzos muchos mas altos. Además, la eliminación de los planos de deslizamiento en la superficie demora la iniciación y propagación de la grieta por fatiga.

Finalmente, se concluyó que existe una marcada relación entre el incremento en la resistencia a la fatiga con el aumento en la dureza superficial del metal base. Además, la microdureza en la superficie de los especímenes depende de los parámetros del proceso de cada recubrimiento.

Kolkman^[19]. Reportó disminución en el limite a la fatiga en una aleación Ti-6Al-4V recubierta con un depósito de una capa de TiN y varias capas de TiN/Ti de diferentes espesores y distintos números de capas alternas. Esta aleación con recubrimiento de TiN esta dirigida a la construcción de álabes de turbina de compresión a gas. Las probetas de fatiga fueron maquinadas desde los mismos álabes; posteriormente, fueron templadas en agua (1223 K durante 60 min.) y revenida a 973 K durante 120 min. además, el proceso utilizado para la deposición de los recubrimientos fue mediante la técnica de arco evaporativo (PVD).

En los especímenes sin recubrir, la grieta por fatiga inicio a 40µm por debajo de la superficie; mientras que para los especímenes recubiertos ésta inició en la intercara del recubrimiento-substrato. Además, se observo un desprendimiento del recubrimiento en la cercanía del inicio de la grieta. Para los materiales sin tratamiento superficial no es común que la grieta por fatiga inicie por debajo de la superficie; sin embargo, para las aleaciones de titanio

este fenómeno es muy conocido. Una de las explicaciones para este fenómeno radica en el hecho que el origen de la grieta por fatiga es producido por un apilamiento de dislocaciones favorable por debajo de la superficie, ya que éstas en la superficie probablemente son relajadas mas fácilmente. Otra posible explicación es atribuida a un envejecimiento por deformación de la superficie, debido a la absorción de átomos intersticiales desde la atmósfera; así, en acuerdo con esta explicación la aplicación de estos recubrimientos podría eliminar la relajación de apilamiento de dislocaciones en la superficie y también eliminar la absorción de átomos intersticiales desde la atmósfera, con lo cual se evitaría la iniciación de la grieta por fatiga. Otro factor concerniente al incremento en el comportamiento a la fatiga es la historia térmica del sustrato, ya que la temperatura de deposición de los recubrimientos fue en el intervalo de endurecimiento por envejecimiento de dicho sustrato.

Se concluyó que la grieta por fatiga siempre iniciara en el sustrato ya que los recubrimientos de una capa de TiN y varias capas de TiN/Ti de 50 μm de espesor obtenidos por PVD sobre sustratos de Ti-6Al-4V estarán en compresión aun durante el estado de tracción producido por la flexión impuesta por el ensayo. También se atribuye la magnitud de la disminución en la resistencia a la fatiga, al espesor del recubrimiento y al número de capas de los depósitos.

Perez^[19] y Puchi et al.^[20] reportaron un incremento en la resistencia a la fatiga en un acero AISI 1010 en estado de recocido, cuando éste ha sido recubierto con un depósito autocatalítico de Ni-P de 21 μm de espesor, 10% en peso de P y con post-tratamiento térmico (PTT).

Se reportó un incremento en el esfuerzo de fluencia y resistencia a la tracción del depósito-substrato con pos-tratamiento térmico. Los valores promedios de microdureza medidos en la superficie de los depósitos fueron 637 y 911 VHN, para los recubrimientos sin y con post-tratamiento térmico, respectivamente. También, se reportó la presencia de grietas en el depósito después de realizado el post-tratamiento térmico.

Se concluyó que el incremento en la resistencia a la fatiga es una consecuencia del posible estado de esfuerzo residual de compresión en el depósito.

Gil y Deaño^[21] y **Puchi et al.^[20]** reportaron un incremento en la resistencia a la fatiga en un acero AISI 1045 en estado de recocido, cuando éste es recubierto con un depósito autocatalítico de Ni-P de 10 % de P, de 20µm de espesor y sin post-tratamiento térmico; así también, un mayor incremento cuando se realiza un post-tratamiento térmico.

Se reportó que el esfuerzo de fluencia y resistencia a la tracción del depósito-substrato con y sin post-tratamiento térmico no sufre modificación alguna con respecto al substrato.

Se concluyó que los incrementos en resistencia a la fatiga para los depósitos-substratos son posiblemente por el hecho de que el recubrimiento tiene mas de 10 % en peso de P, con lo cual se pudiesen desarrollar esfuerzos residuales en compresión.

1.4- GENERALIDADES SOBRE PROCESOS DE MODIFICACIÓN DE SUPERFICIES

Procesos que consisten simplemente en colocar en la superficie del material a proteger una capa de metal o aleación, la cual depende de las características requeridas.

Los recubrimientos sobre componentes mecánicos se utilizan ampliamente sobre todo en la industria metalúrgica con el objeto de mejorar las propiedades mecánicas y tribológicas de la superficie como son la resistencia al desgaste y a la corrosión, mejorar la lubricación, bajar la fricción y hasta otorgar brillo y mejorar la estética. Una de las áreas más significativas, tanto en investigación como en desarrollo es la de recubrimientos cerámicos sobre herramientas de corte con el fin de aumentar su vida útil. Algunos de los recubrimientos más utilizados sobre aceros para herramientas de corte son: Nitruro de Titanio (TiN), Carburo de Titanio (TiC), nitruros y carburos de Hafnio (HfN y HfC), carbonitruros de Titanio (TiCN), Óxido de Aluminio (Al_2O_3) y carburo de Zirconio (ZrC).

La finalidad de realizar la deposición de recubrimientos es, entre otros:

- Elemento de sacrificio para aumentar la vida de servicio de la pieza (el primero en sufrir los rigores de un ambiente corrosivo es la película de recubrimiento, ofreciendo protección al evitar el acceso del agente corrosivo al metal base).
- Mejora la resistencia al desgaste y a la corrosión.
- Como técnica de protección y recuperación de superficies de elementos de máquinas (combatir la degradación operacional y

ambiental) de factores como el desgaste, calor, erosión, oxidación y corrosión, entre otros.

- En algunos casos se aplican para mejorar las propiedades de fatiga, como por ejemplo los procesos de nitruración.

1.4.1. – TÉCNICAS DE DEPOSICIÓN

En la actualidad existen muchas técnicas para recubrir materiales, cada una se utiliza de acuerdo a la aplicación requerida y a los costos involucrados, así como también del material base y el material de recubrimiento. A continuación se nombraran algunos de los más utilizados:

- Inmersión en caliente.
- Deposición Química en fase de Vapor (CVD).
- Deposición Física en fase de Vapor (PVD):
 - Convencional (térmico).
 - Asistido por plasma.
- Electroplateado.
- Recubrimiento por rociado térmico (termo-rociado):
 - Plasma.
 - HVOF.
 - Arco Eléctrico.
 - Llama.
- Recubrimiento con fusión del material base:
 - Arco transferido por plasma. (PTA).
 - Arco rápido.
 - Rociado y fundido.

- Cordón de soldadura.
 - Soldadura por proceso metal gas inerte.
-
- Depósitos autocatalíticos (Electroless).

1.5 – DEPOSICIÓN FÍSICA EN FASE DE VAPOR (PVD).

Es una de las técnicas más utilizadas en la generación de recubrimientos finos (películas delgadas). Los procesos PVD puros, como lo indican sus siglas, utilizan medios físicos para obtener directamente las especies de un material denominado blanco, evaporarlas y depositarlas sobre el sustrato, es decir no hacen falta reacciones químicas para sintetizarlas de algún otro compuesto gaseoso. Por tal razón es un proceso que demanda bajas temperaturas comparada con otros procesos y es posible aplicarlo a materiales que no pueden estar expuestos a altas temperaturas para no experimentar un cambio de fase inconveniente (como el acero rápido por ejemplo). Como contraparte, dado que el transporte de las especies se realiza por medios físicos, es necesario alto vacío para que el camino libre medio de los átomos y moléculas supere la distancia blanco-sustrato y las dimensiones de la cámara de trabajo. Sin embargo la ventaja de las bajas temperaturas (con las facilidades técnicas que ello implica) y la ausencia de residuos de reacciones químicas ha estimulado el crecimiento de las técnicas PVD, siendo hoy dominadoras en algunas áreas como la de recubrimientos de nitruros y carbonitruros de Titanio sobre aceros, aun en piezas de gran tamaño. ^[14]

Las capas producidas por el proceso PVD (Physical Vapour Deposition) se depositan a través de diferentes métodos y a temperaturas cercanas a los 500 °C para los aceros y temperaturas superiores para los carburos .

Esta es una de las características más importantes de este tipo de recubrimiento, ya que en ciertos aceros, que han sido revenidos correctamente como mínimo dos veces por encima de los 500 °C, no aparece casi ninguna deformación o cambio de medida. En esta ventaja radica la gran aceptación y divulgación a las capas de PVD, sobre todo en herramientas de corte de acero rápido (HSS).

Las propiedades de películas depositadas atómicamente dependen de la resistencia del material depositado, la superficie química y morfológica del sustrato, el proceso de preparación de la superficie, los detalles del proceso de deposición y sus parámetros. El origen de las propiedades del PVD puede ser comprendido con el entendimiento del proceso de formación de películas.

La formación de una superficie ingenieril útil y comercialmente atractiva usando un proceso PVD envuelve varios estados:

1. Selección del sustrato (Material Base) y desarrollo de un proceso apropiado para la preparación de la superficie.
2. Selección de material de recubrimiento que va a producir las propiedades requeridas en la superficie.
3. Escoger el proceso de PVD para proveer propiedades reproducibles, compatibilidad con procesos subsecuentes y estabilidad a largo plazo.

4. Desarrollo de los parámetros del proceso de fabricación, parámetros límites y técnicas de control y monitoreo.
5. Desarrollo de una técnica apropiada para determinar las propiedades del recubrimiento y estabilidad del producto.
6. Creación de especificaciones escritas e instrucciones de procesos de fabricación para recubrir el substrato, preparación de la superficie, proceso de deposición y procedimientos de caracterización.^[15]

Las propiedades del recubrimiento de un material depositado por un proceso PVD dependen de 4 factores:

- ***Condición de la superficie del substrato:*** Superficie morfológica (rugosidad, inclusiones, partículas contaminantes), superficie química (composición superficial, contaminantes) propiedades mecánicas, defectos superficiales, sitios preferenciales de nucleación y la estabilidad de la superficie.
- ***Detalles del proceso de deposición y geometría del sistema:*** Ángulo de incidencia y distribución de la deposición del flujo de átomos, temperatura del substrato, velocidad de deposición, gases contaminantes y bombardeo concurrente de partículas de alta energía (flujo, masa, energía).
- ***Detalles de crecimiento de película sobre la superficie del substrato:*** Temperatura del substrato, nucleación, formación de la intercara, generación de defectos en la intercara, energía introducida para el crecimiento de película, movilidad superficial de los átomos de deposición, crecimiento morfológico de la

película, gases atrapados, reacción con el ambiente de deposición y cambios en las propiedades de película durante la deposición.

- ***Procesos y reacciones después de la deposición:*** reacción de la superficie de película con el ambiente, ciclos térmicos o mecánicos, corrosión, degradación interfacial, pulido de la superficie lisa, y re-recubrimiento.

El crecimiento atómico de película ocurre como un resultado de la condensación de átomos sobre la superficie. Los estados de formación de película son:

1. ***Vaporización del material a ser depositado:*** En el proceso PVD, los vapores pueden ser formados por técnicas térmicas y no térmicas. Las térmicas requieren de calentamiento, así como evaporación en vacío y sublimación. Las no térmicas incluyen el bombardeo, arco de vaporización, láser erosión, y otros.
2. ***Transporte del material al sustrato:*** El material vaporizado puede ser transportado a través de un vacío, gas, o plasma. El ambiente vacío permite el control de la contaminación en el medio ambiente a un nivel deseado. El ambiente gaseoso puede energizar térmicamente partículas y causar nucleación en fase vapor.
3. ***Condensación y nucleación de los átomos:*** los átomos que chocan sobre una superficie en un ambiente de vacío, cualquiera

de estos son reflejados inmediatamente y después de un tiempo de permanencia son re-evaporados o condensados en la superficie. Si los átomos no reaccionan inmediatamente con la superficie, estos tendrán algún ángulo de movilidad con la superficie antes de que estos condensen. La movilidad superficial de un átomo dependerá de la energía que posea el átomo, el enlace químico y la temperatura de la superficie.

En cuanto a la nucleación, los átomos se condensan sobre la superficie por pérdida de energía. Esta pérdida de energía es provocada por:

- La formación y rompimiento de enlaces químicos con los átomos de la superficie del sustrato.
- Encuentran sitios de nucleación preferencial.
- Chocan con otras superficies de átomos.
- Chocan o reaccionan con especies adsorbidas en la superficie.

La nucleación puede producirse de las siguientes maneras:

Por reacción superficial: los átomos condensados reaccionan con la superficie para formar un enlace químico átomo a átomo. El enlace químico puede ser: por enlace metálico cuando los átomos comparten electrones orbitales, por enlace electrostático cuando los iones son formados debido a pérdidas y ganancias de electrones, o por atracción electrostática debido a la polarización de las moléculas. Si la interacción átomo a átomo es

fuerte, la movilidad superficial es baja y cada superficie atómica puede actuar como un sitio de nucleación.

En sitios de nucleación preferencial: si la interacción del átomo adherido con la superficie es débil, éste tendrá una alta movilidad superficial y condensara en los sitios preferenciales de nucleación, donde hay un enlace mas fuerte ya sea por un cambio químico o un incremento en el número de valencia.

Los sitios preferenciales de nucleación pueden ser:

- Discontinuidades morfológicas en la superficie tales como escalones y ralladuras.
- Defectos entrelazados en la superficie tales como: defectos puntuales o uniones de grano.
- Átomos externos en la superficie.
- Zonas superficiales que tienen distinta orientación química o cristalográfica.

4. ***Crecimiento del núcleo:*** cuando los átomos se condensan estos forman el núcleo. Si la superficie es del mismo material que los átomos depositados, el proceso es llamado nucleación homogénea; pero si es de materiales diferentes, el proceso es llamado nucleación heterogénea. Existen tres tipos de nucleación que difieren de acuerdo a la naturaleza de la interacción entre los átomos depositado y el substrato: a) El mecanismo Van der Merwe principalmente por el crecimiento capa por capa; b) Mecanismo de Volmer Weber, caracterizado por una nucleación

y un crecimiento tridimensional; y c) el mecanismo de Stranski Krastanov donde la capa de la superficie es formada por reacción con el material depositado para generar una estructura deformada o pseudomórfica, seguida por la nucleación de esta capa alterada

5. **Formación de la intercara:** La película del material depositado puede difundirse y reaccionar para formar una región de intercara. El material en la intercara puede ser llamado “material intercara”, y sus propiedades son importantes para la adhesión, y propiedades electrónicas del sistema *película - substrato*. El tipo y espesor de la zona difusional puede cambiar a medida que el proceso de deposición sufre alguna modificación o tratamiento después de la deposición.

6. **Crecimiento de películas:** La película crece por la nucleación continua de átomos depositados o por la deposición de materiales previamente. El crecimiento de película es un modo de nucleación, y determina muchas propiedades tales como: la densidad, área superficial, área morfológica y tamaño de grano. Los aspectos más importantes para el crecimiento de la película son:

- Rugosidad en la superficie del substrato.
- Temperatura de la superficie.
- Movilidad superficial del “adátomo”.
- Efecto del ángulo de incidencia.
- Reacción y transporte de masa durante la deposición, así como efectos de segregación y aglomeración de poros.

Desarrollo de la rugosidad superficial: en una escala atómica, la superficie morfológica puede variar desde muy pulida hasta una superficie muy rugosa. Generalmente el crecimiento de película incrementa en superficies rugosas a causa de algunos factores como crecimiento rápido de planos cristalográficos entre otros. La rugosidad no puede ser uniforme sobre la superficie, o pueden haber áreas locales con rugosidad debido a rayas, partículas encajadas, partículas contaminantes y alguna carga para variar las propiedades de película en esas áreas.

Típicamente la película cercana a la intercara es influenciada por el substrato, y este toma un espesor apreciable delante de la película específica por un modo particular de crecimiento. Luego que este modo de crecimiento ha sido establecido, la película morfológica puede ser descrita por un *modelo de zona estructural (SZM)*. El SZM fue el primer recubrimiento de depósitos en vacío, aplicado por Movchan y Demchishin en 1969. Luego el SZM fue extendido por depósitos de películas mediante bombardeo por Thomton como muestra la **Fig.1.19** y después fue modificado por Meissier.

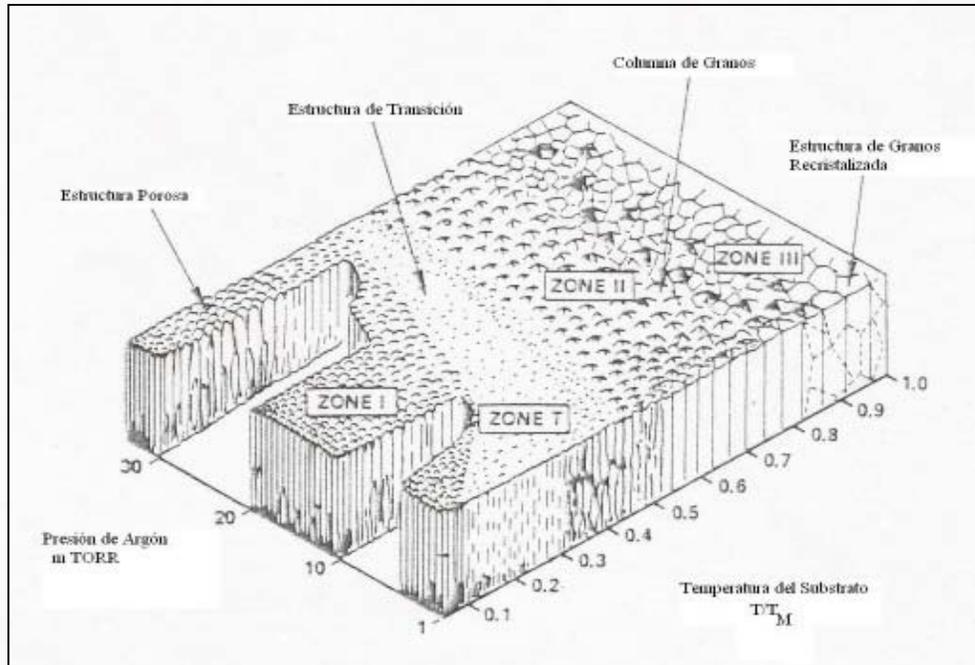


Fig.1.19 Modelo de Zona Estructural (SZM)^[15]

En la zona I: la superficie de difusión del “adátomo” es insuficiente para vencer la sombra geométrica por efectos superficiales. Esto resulta en enlaces abiertos entre las columnas que son formadas. Esta morfología produce una película con una área grande de superficie y que tiene una apariencia de moho.

En la zona T: en esta zona el recubrimiento tiene una fibra morfológica y es considerada por ser la zona de transición entre la zona 1 y la zona 2. La zona T se forma debido al bombardeo de partículas de alta energía reflejada del blanco bombardeado a baja presión del gas.

En la zona 2: en esta zona el crecimiento está dominado por la difusión de “adatomos” a la superficie. En esta región, la difusión en la superficie durante la deposición permite la densificación de los límites intercolumnares. El tamaño de grano incrementa y la apariencia tiende a crecer en facetas.

En la zona 3: el volumen de difusión permite la recristalización, crecimiento de grano y densificación. Frecuentemente la morfología columnar altamente modificada es visible, con las columnas siendo simples cristales de material.

7. Cambios en la microestructura durante el proceso de deposición (intercara – película): la microestructura de película, morfología, y propiedades pueden ser influenciadas por procesos que ocurren después de la condensación del “adatomo” pero durante el crecimiento de película. Los procesos que cambian las propiedades de película incluyen:

- Transporte de masa así como crecimiento de la región interfacial y defecto de la formación del cristal.
- Recristalización y crecimiento de grano.
- Presencia de precipitados y su crecimiento.
- Reacción química de especies codepositadas.
- Esfuerzos de recocido.

Todos estos factores son importantes para determinar las propiedades y características del material depositado.

1.5.1. – APLICACIONES DEL PVD

La técnica de PVD se usa para aplicar una amplia variedad de materiales de recubrimiento: metales, aleaciones, cerámica, compuestos inorgánicos e incluso ciertos polímeros. Los sustratos posibles incluyen metales, vidrio y plástico. Por tanto el PVD representa una tecnología de recubrimiento muy versátil aplicable a una combinación casi ilimitada de sustancias de recubrimiento y materiales de sustratos.

Las aplicaciones del PVD incluyen los recubrimientos decorativos delgados sobre partes de plástico y metálicas, tales como trofeos, juguetes, plumas y lápices, empaques para relojes y adornos para interiores de automóviles. Los recubrimientos son películas delgadas de Aluminio (del alrededor de 150 nm) aplicadas con laca transparente para proporcionar un aspecto de plata o cromo satinada. Otro uso del PVD es la aplicación de recubrimientos antirreflejantes de fluoruro de magnesio (MgF_2) sobre lentes ópticos. El PVD se aplica en la fabricación de artículos electrónicos, principalmente para la deposición de metales que tiene el propósito de formar conexiones eléctricas en circuitos integrados. Por último, el PVD se usa ampliamente para recubrir herramientas de corte y moldes de inyección de plástico con nitruro de titanio (TiN) para que resistan el desgaste.^[16]

1.6. – DEPOSICIÓN FÍSICA EN FASE DE VAPOR ASISTIDA POR PLASMA (PAPVD).

Las técnicas de PAPVD han significado un aumento importante en la eficiencia de las técnicas tradicionales debido fundamentalmente a la condición de no-equilibrio del plasma que permite generar especies reactivas a relativamente bajas temperaturas y aumentar la velocidad de deposición, por la presencia de iones que pueden ser acelerados eléctricamente hacia el sustrato. La **Fig. 1.19** muestra este proceso

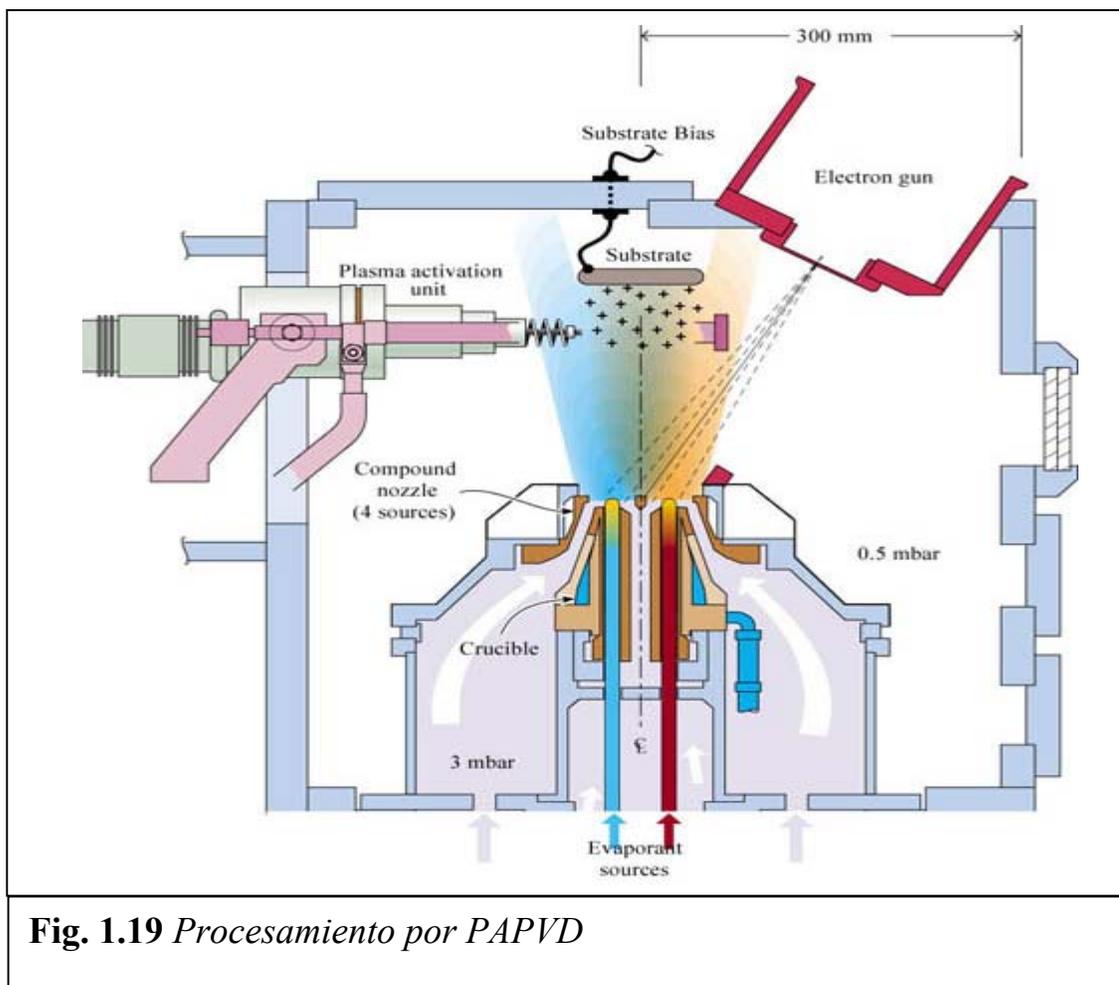


Fig. 1.19 *Procesamiento por PAPVD*

A fin de comprender las ventajas resultantes de incorporar un plasma al proceso de PAPVD, es necesario definir qué es un plasma y cuales son sus principales características.

Un plasma es una clase particular de gas ionizado. El requisito para que el gas pueda definirse como un “plasma” es que sus especies con carga eléctrica tengan un “comportamiento colectivo” y que en su constitución exista un 99 % de especies cargadas, en cuyo caso la concentración de cargas positivas es prácticamente igual a la de cargas negativas y la materia, entonces es, por tanto, eléctricamente neutra. Se entiende por comportamiento colectivo a la capacidad de las cargas libres de distribuirse espacialmente en caso de producirse una perturbación electrostática en el gas, de modo de aislar al plasma de dicha perturbación y preservar su condición de gas neutro.

Las principales funciones del plasma en procesos de deposición son:

- Producción de un bombardeo de iones positivos sobre el substrato con anterioridad y durante la deposición, lo que da como resultado mejores condiciones de limpieza superficial del substrato al comienzo del proceso y permite controlar la estructura del recubrimiento durante su crecimiento a efecto de optimizar sus propiedades.
- Permitir el desarrollo de procesos reactivos de formación de recubrimientos sobre la base de plasmas formados por mezclas de gases, en donde la activación necesaria para las reacciones químicas sobre el substrato es producida por los electrones libres del plasma.

1.6.1. –VENTAJAS Y APLICACIONES DEL PROCESAMIENTO POR PLASMA

- Posibilidad de obtener recubrimientos con composición química y estructura controlada (ej: morfología, estequiometría, tensiones residuales, dureza, etc.) como resultado del control de las condiciones de deposición durante el proceso.
- Posibilidad de obtener recubrimientos de adherencia superior, como resultado de los procesos de limpieza por bombardeo iónico antes y durante la deposición.
- Alto grado de reproducibilidad y controlabilidad de los parámetros del proceso y de las propiedades del recubrimiento.
- Posibilidad de utilizar temperaturas de deposición más bajas que en los métodos convencionales y, en particular, en relación con otros procesos térmicos, la cual permite procesar un mayor número de sustratos sin temor a modificar microestructuralmente el material, lo que podría ocasionar un ablandamiento en el material.
- Tiempos de proceso significativamente menores en el caso de endurecimiento superficial asistido por plasma.
- Posibilidad de depositar una amplia variedad de materiales inorgánicos tales como metales, aleaciones y compuestos, así como materiales orgánicos.^[14]

1.6.2. – TÉCNICAS DE PAPVD

1.6.2.1. – EVAPORACIÓN AL VACÍO

Es posible depositar ciertos materiales (principalmente metales puros) sobre un sustrato transformándolos primero de estado sólido a vapor en una cámara de vacío y después permitiendo que se condensen en la superficie del sustrato. La disposición del proceso de evaporación al vacío se muestra en la **Fig.1.21** El material que se va a depositar, llamado la fuente se calienta a una temperatura suficientemente alta para evaporarse (o sublimarse). Dado que el calentamiento se obtiene en un vacío, la temperatura requerida para la evaporización es significativamente menor que la temperatura correspondiente requerida a presión atmosférica normal. Asimismo, la ausencia de aire en la cámara evita la oxidación del material fuente a las temperaturas de calentamiento.

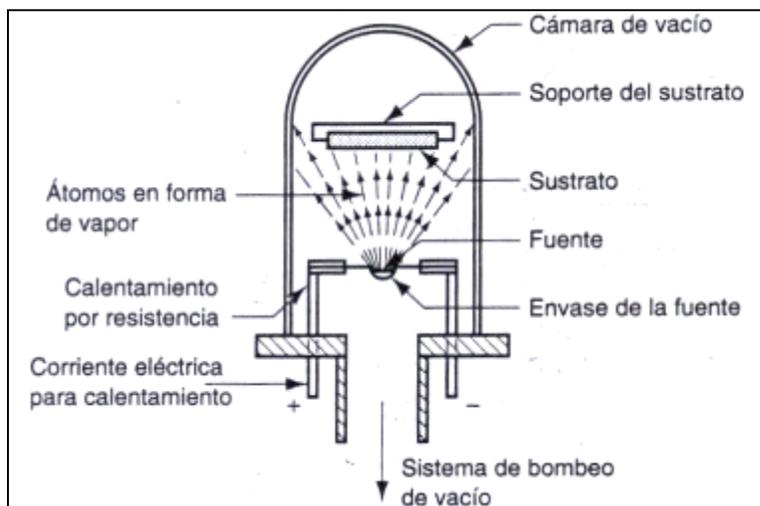


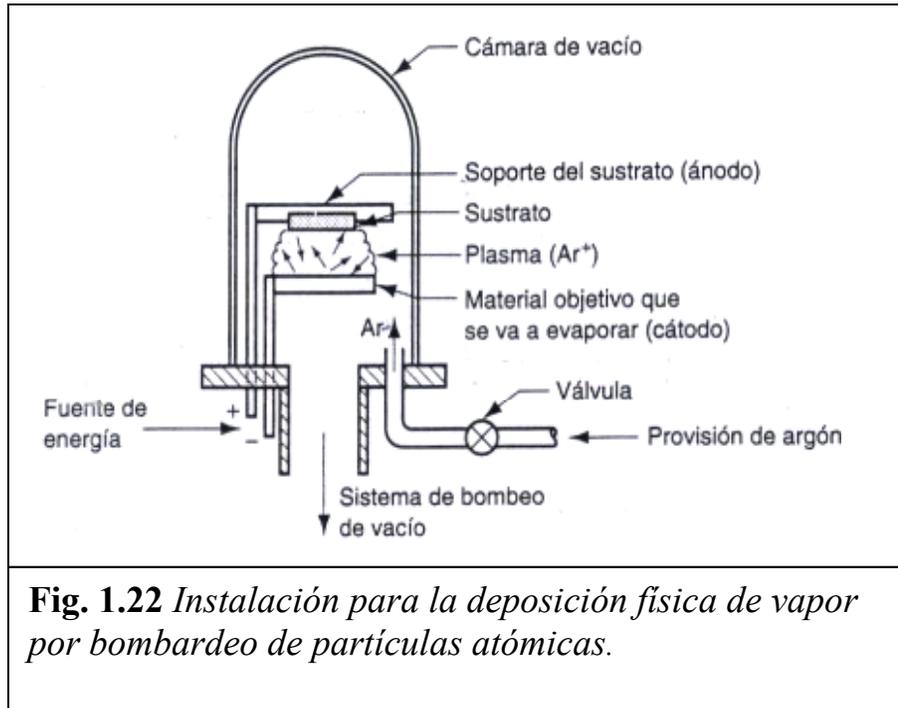
Fig.1.21 Instalación para la deposición física de vapor por evaporación al vacío.

Se usan varios métodos para calentar y vaporizar el material, entre los métodos más importantes están el calentamiento por resistencia y el bombardeo con haz de electrones. Cualquiera que sea la técnica, los átomos evaporados dejan la fuente y siguen trayectorias en línea recta hasta que chocan con otras moléculas de gas o con una superficie sólida. Tras el contacto con la superficie del substrato relativamente fría, el nivel de energía de los átomos que chocan se reduce repentinamente, hasta un punto donde ya no pueden permanecer en estado de vapor; entonces se condensan y se pegan a la superficie sólida formando una película delgada.

1.6.2.2. – BOMBARDEO CON PARTÍCULAS ATÓMICAS (SPUTTERING)

Si la superficie de un sólido se bombardea con partículas atómicas de energía suficientemente alta, los átomos individuales de la superficie pueden adquirir suficiente energía debido al choque, de modo que se proyecten de la superficie mediante transferencia de *momentum*. Este es el proceso conocido como *sputtering*. Como proceso de PVD, el sputtering involucra el bombardeo de material de recubrimiento catódico con los iones de argón, (A^+), y provoca que los átomos de la superficie escapen y se depositen en un substrato, formando una película delgada sobre él. El substrato debe colocarse cerca del cátodo y, por lo general, se calienta para mejorar la unión de los átomos del recubrimiento. Un arreglo común se muestra en la **Fig. 1.22**. Una desventaja de esta técnica, es que como los iones que bombardean la superficie son en forma de gas, por lo general se encuentran restos del gas en las películas de

recubrimiento; en ocasiones los gases atrapados afectan adversamente las propiedades mecánicas.



1.6.2.3. – ION PLATING.

El Ion Plating utiliza una combinación de bombardeo con partículas atómicas y evaporación al vacío para depositar una película delgada sobre un sustrato. El proceso funciona de la siguiente manera, se prepara el sustrato para que funcione como cátodo en la parte superior de la cámara y el material fuente se coloca debajo. Después se establece un vacío en la cámara. Se inyecta gas argón y se aplica un campo eléctrico para ionizar el gas (Ar^+) y establecer un plasma. Esto produce un bombardeo iónico (Sputtering) del sustrato, por lo que su superficie se frota hasta una condición de limpieza

atómica (esto se interpreta como “muy limpia”). Enseguida, se calienta el material fuente lo suficiente para generar las especies a recubrir; los métodos de calentamiento usados aquí son similares a los que se emplean en la evaporación al vacío: calentamiento por resistencia y bombardeo con haz de electrones. Las moléculas de vapor pasan a través del plasma y recubren el sustrato. El bombardeo de partículas atómicas continúa durante el proceso, por lo que el bombardeo con iones consiste no solo en los iones de argón originales, sino también iones del material fuente que se han energizado mientras han estado sujetos al mismo campo de energía que el argón. Los efectos de estas condiciones de procesamiento producen películas delgadas de espesor uniforme y una excelente adherencia al sustrato.^[16]

Entre las ventajas del plasma basado en Ion Plating tenemos:

- Excelente habilidad para recubrir la superficie, bajo las condiciones apropiadas.
- Habilidad para tener un sitio de limpieza de la superficie del sustrato.
- Habilidad para introducir calor y defectos a la primera monocapa de la superficie para mejorar la nucleación, reacción y difusión.
- Habilidad para obtener buena adhesión en sistemas difíciles de deposición.
- Mejoramiento del proceso de deposición reactivo.
- Flexibilidad en los requerimientos de las propiedades de película por el control de las condiciones de bombardeo.
- El equipo o los equipos requeridos son equivalentes a los de cualquier deposición por bombardeo.

- La fuente del material de deposición puede ser de vaporización térmica, bombardeo o gases químicos.^[24]

Las limitaciones del proceso de Ion Plating se describen a continuación:

- Muchos parámetros durante el proceso deben ser controlados.
- La contaminación se elimina de la superficie pero queda en el plasma y se convierte en una variable importante del proceso.
- El proceso como tal puede ser muy dependiente de la geometría del sustrato y la fijación del mismo.
- El bombardeo gaseoso de las especies puede ser incorporado en la superficie del sustrato y en la película depositada si es usada una energía de bombardeo.
- El calentamiento del sustrato puede ser excesivo.
- Altos esfuerzos de compresión residual pueden ser introducidos en la capa de película. ^[24]

Las aplicaciones típicas del Ion Plating pueden ser para:

- Buena adhesión entre la película y el sustrato.
- Aplicación de capas eléctricamente conductoras sobre el plástico y semiconductores.
- Para lubricación en casos de bajos esfuerzos cortantes.
- Recubrimientos para resistencia al desgaste y la abrasión (por ejemplo: TiN y TiAlN, sobre herramientas).
- Recubrimientos decorativos aplicados a Hardware, joyerías, pistolas y cuchillerías.
- Para protección contra la corrosión.

- Para deposición de películas aislantes, por ejemplo dióxido de silicio (SiO_2) y dióxido de Zirconio (ZrO_2).^[24]

1.7.- RECUBRIMIENTOS

Los recubrimientos extraduros BALINIT[®] se depositan a temperaturas inferiores a 500°C mediante un proceso (Ion Plating) desarrollado por la empresa Balzers. Incrementan considerablemente la dureza de la superficie y muestran una excepcional resistencia al desgaste y unas buenas propiedades de deslizamiento. Incluso una vez recubiertas, las herramientas y los componentes de precisión cumplen todos los requerimientos relativos a la precisión dimensional y a la agudeza de los filos. Las capas de estos recubrimientos oscilan entre 1 y 4 μm de espesor.

El BALINIT[®] tiene las ventajas de su particular buena adhesión y la baja rugosidad de la capa. Desde 1978, BALINIT[®] se ha utilizado con gran éxito no solo en herramientas de corte, sino también en herramientas utilizadas en tecnologías de conformado así como en el procesado de plásticos. En el proceso Ion Plating, la capa TiN en la herramienta crece uniformemente y reproduce el contorno de la superficie. Esto asegura una excelente agudeza del filo, especialmente porque no es necesario el redondear el filo de corte antes de recubrir como ocurre en otros procesos como el CVD. La menor rugosidad del BALINIT[®] PVD deriva en un menor flujo de la viruta: los filos están sujetos a menores cargas térmicas.

Las herramientas de metal duro recubiertas con BALINIT[®] se distinguen por su vida útil mas larga y por su mejora en el rendimiento de corte. Las principales ventajas son:

- Una mayor vida útil de la herramienta, reduce los costos de herramienta y reafilado.
- Mayores intervalos de cambio de herramientas, conducen a una reducción en los tiempos de parada de máquina.
- La mejora de la capacidad de corte disminuye los tiempos de mecanizado y ciclo, y reduce los costos unitarios.
- La mejora de la calidad de la superficie hace más fáciles las operaciones posteriores, o incluso las hace superfluas, y reduce los costos de fabricación.

Las herramientas de metal duro recubiertas con BALINIT[®] se utilizan con gran éxito en operaciones de fresado, taladrado, perforado, torneado, tronzado, ranurado, roscado, y aserrado. Entre los materiales de las piezas de trabajo se incluyen aceros de alta dureza (mas de 700 N/mm²), aceros fundidos, fundición gris, y plásticos reforzados con fibras.

El desgaste de la superficie de incidencia y la rotura del filo son las principales razones de fallo de herramienta en el mecanizado de fundiciones. El recubrimiento BALINIT[®] retarda la aparición de estos procesos de desgaste, duplicando o incluso triplicando la vida útil de la herramienta y consiguiendo además una mejora en la calidad de la superficie de las piezas de fundición mecanizadas.

Tabla 1.3. Propiedades de algunos recubrimientos BALINIT[®][22]

	BALINIT[®] X-TREME	BALINIT[®] HARDLUBE	BALINIT[®] FUTURA
Material recubrimiento	TiAlN	TiAlN y WC/C	TiAlN
Microdureza (HV 0.05)	3500	2600 y 1000	3000
Coefficiente fricción contra acero (seco)	0.4	0.2	0.4
Espesor recubrimiento [μm]	1 – 3	2 – 6 (1/3 WC/C y 2/3 TiAlN)	1 – 5
Temperatura [$^{\circ}\text{C}$] máxima de trabajo	800	800 - 1000	800
Color recubrimiento	Violeta gris	Gris oscuro	Violeta gris

1.7.1. BALINIT[®] HARDLUBE

El recubrimiento *BALINIT[®] HARDLUBE* creado por Balzers hace frente a todos aquellos mecanismos de desgaste que se dan en la formación y evacuación de viruta. Este recubrimiento combina las ventajas que proporciona la alta dureza y estabilidad térmica del recubrimiento TiAlN con las buenas propiedades de deslizamiento y lubricación del recubrimiento WC/C.

El bajo coeficiente de fricción del recubrimiento WC/C mejora el inicio del proceso de corte y da como resultado que la ranura tenga la apariencia de estar pulida después de unas pocas revoluciones. El rizado de la viruta se controla uniformemente y las virutas evacuadas encuentran poca fricción en su salida. Los momentos de torsión y las fuerzas de corte se mantienen

uniformemente bajas durante la vida útil de la herramienta, incluso cuando se trabaja en agujeros profundos.^[22]

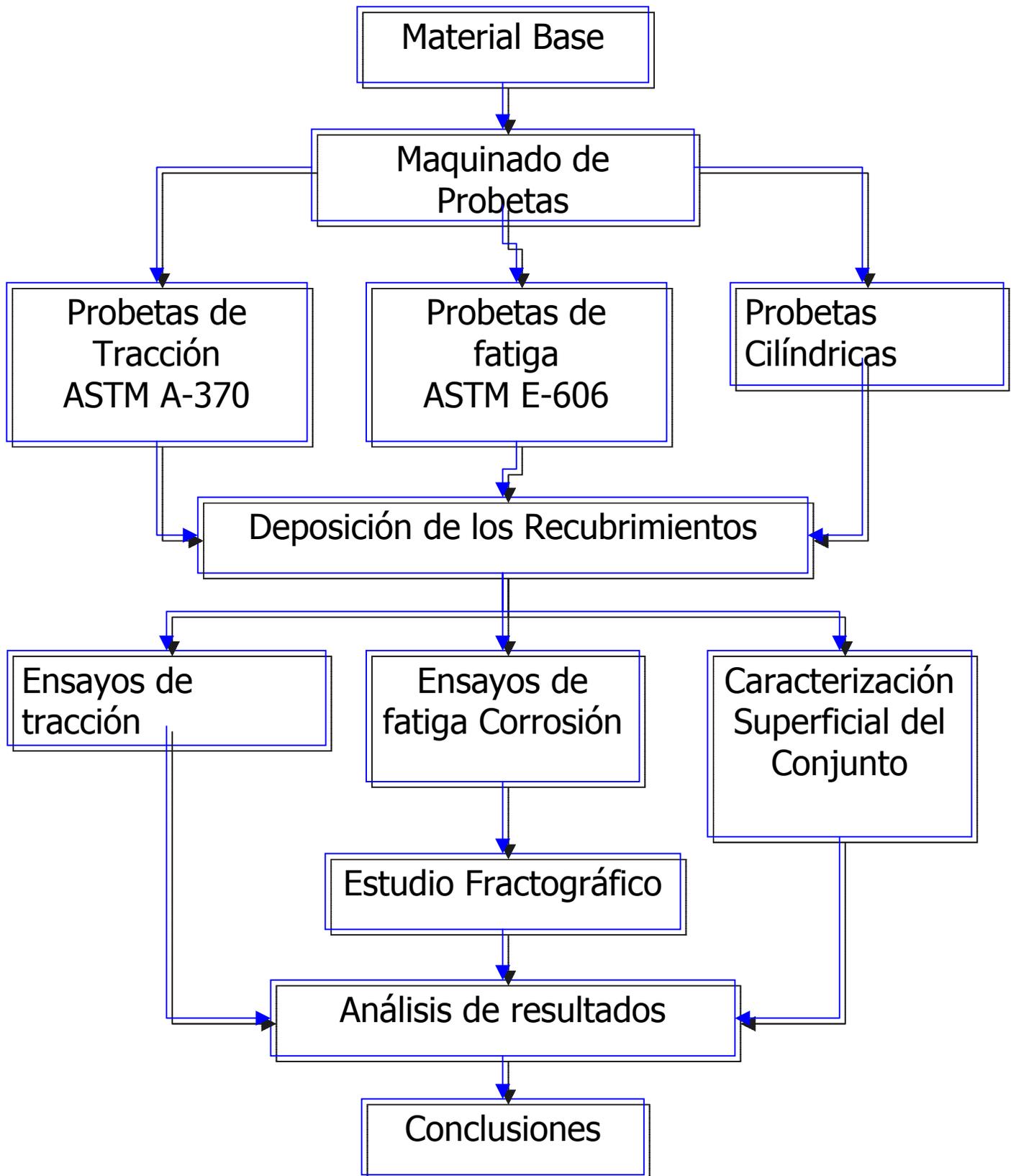
Por otro lado, cuando se desgasta el recubrimiento WC/C en los filos de corte, la capa dura inferior de TiAlN protege contra el desgaste a los filos que soportan grandes cargas, incluso a temperaturas de trabajo extremadamente altas. Como resultado, la utilización de herramientas recubiertas con *BALINIT[®] HARDLUBE* permitirá el mecanizar en seco en procesos de producción donde se den varias operaciones de mecanizado.

1.7.2. *BALINIT[®] FUTURA*

El *BALINIT[®] FUTURA* es un recubrimiento extraduro multicapa que combina la elevada tenacidad de la estructura multicapa y la buena estabilidad térmica y química de la capa de nitruro de titanio aluminio (TiAlN). Combinando estas dos propiedades este recubrimiento protege las herramientas de corte contra el desgaste prematuro producido por tensiones severas.

Las herramientas recubiertas con *BALINIT[®] FUTURA* pueden trabajar a altas velocidades y avances, y además presentan un incremento en la vida útil de la herramienta en las más drásticas condiciones de trabajo.^[22]

CAPITULO II : (ORGANIGRAMA)



2.- METODOLOGÍA EXPERIMENTAL

2.1.- MATERIAL BASE

El material utilizado para la obtención de las probetas fue un acero certificado AISI 4340 bonificado (templado y revenido), recibido en barras cilíndricas de 1 pulgada de diámetro, con una composición química según la tabla que se muestra a continuación.

Tabla 1. *Composición química del acero AISI 4340 en % en peso*

C	Si	Mn	P	S	Cr	Ni	Mo	Al	Cu	Fe
0.41	0.24	0.69	0.024	0.011	0.79	1.73	0.23	0.015	0.25	Balance

2.2.- MAQUINADO Y PREPARACIÓN DE LAS PROBETAS

El Maquinado de las probetas de fatiga y tracción se realizó en tornos de control numérico en el taller metalmecánico JV C.A, ubicado en la carretera Caracas – Guarenas, sector Turumo; de acuerdo a las normas ASTM E606 y ASTM A-370 respectivamente, tal como se ilustra en la **Fig. 2.2 y 2.3**. Una vez fabricadas las probetas se procedió a dar el acabado superficial adecuado, para ello se procedió al lijado y pulido de la sección de ensayo de las probetas de fatiga el cual fue realizado en un torno a baja velocidad en dirección longitudinal en relación al eje de la probeta, con el fin de producir un lijado diagonal libre de entallas circunferenciales, las cuales podrían ser la fuente de

inicio de la grieta principal por fatiga. Las probetas de tracción fueron lijadas y pulidas de igual forma que las probetas de fatiga con el fin de obtener la misma rugosidad superficial, estas características nos permitirán obtener una mejor homogeneidad en el espesor y en la adhesión del material de recubrimiento, así como también una menor dispersión en los datos de fatiga.

El diámetro de los hombros de las probetas de fatiga-corrosión de los materiales con y sin recubrimiento es comúnmente de 12,7 mm y la longitud de 101,6 mm, esto es lo sugerido por el fabricante del equipo para la evaluación de la resistencia a la fatiga en los manuales de la empresa Fatigue Dynamics.

En lo referente a las dimensiones de la sección de ensayo de las probetas de fatiga de radio continuo, estos son comúnmente los siguientes: diámetro menor de la sección de ensayo (d_o) aproximadamente igual a 6,35 mm, radio continuo de la sección de ensayo de la probeta (R) igual a 58,74 mm.

Este dimensionamiento de las probetas de fatiga se realizó de acuerdo a la norma ASTM E606.

El diámetro de los hombros de las probetas de tracción de los materiales con y sin recubrimiento, también es comúnmente de 12,7 mm, ya que estas probetas deberán ser extraídas de las mismas barras de acero utilizado para la construcción de las probetas de fatiga. Además, la longitud de las probetas de tracción será de 120 mm, ya que las mordazas de la máquina donde se

realizaran los ensayos pueden alojar probetas de 120 mm de longitud mínima sin la utilización de barras o accesorios de extensión.

En lo referente a las dimensiones de la sección de ensayo de las probetas de tracción, estas deben cumplir con las recomendaciones sugeridas por la norma ASTM A-370. Dichas dimensiones son: diámetro de la sección de ensayo (d) igual a $6,25 \pm 0,12$ mm, longitud de la sección de ensayo de 32 mm y radio de filete entre la sección de ensayo y el hombro de la probeta R igual a 5 mm.

Basado en las normas ASTM E 739 y A 370 se estableció que para la obtención de una ecuación confiable de Basquin se necesitan ensayar de 12 a 24 probetas de fatiga y para poder reportar confiablemente las propiedades estáticas se necesitan ensayar como mínimo 3 probetas de tracción.

Probetas cilíndricas son utilizadas para realizar los ensayos de microindentación estática y análisis composicional; estas se obtuvieron realizando cortes del material base, manteniendo el mismo diámetro (1pulg) y una altura de 1 a 1,5 cm, estas probetas fueron llevadas a la empresa **Balzers** para realizar los recubrimientos. Para este tipo de probeta no existe norma de elaboración.

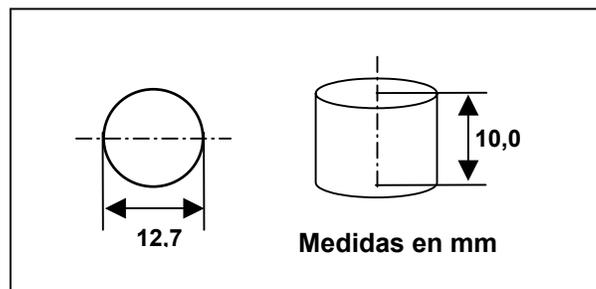


Fig.2.1. *Probetas Cilíndricas*

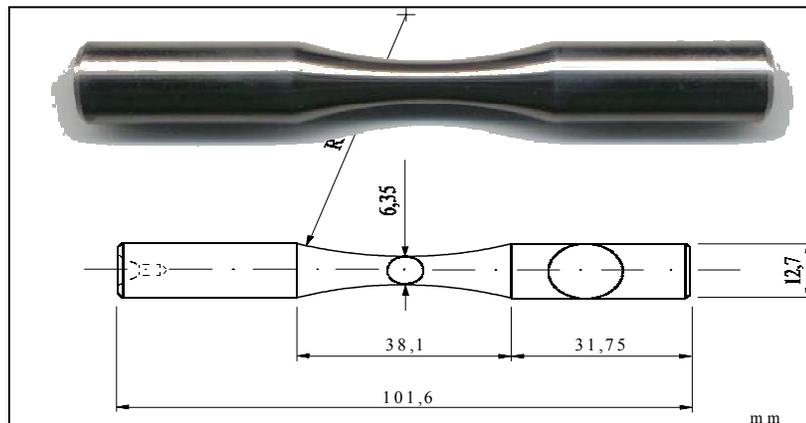


Fig. 2. 2 .- Dimensiones de la probetas de Fatiga.

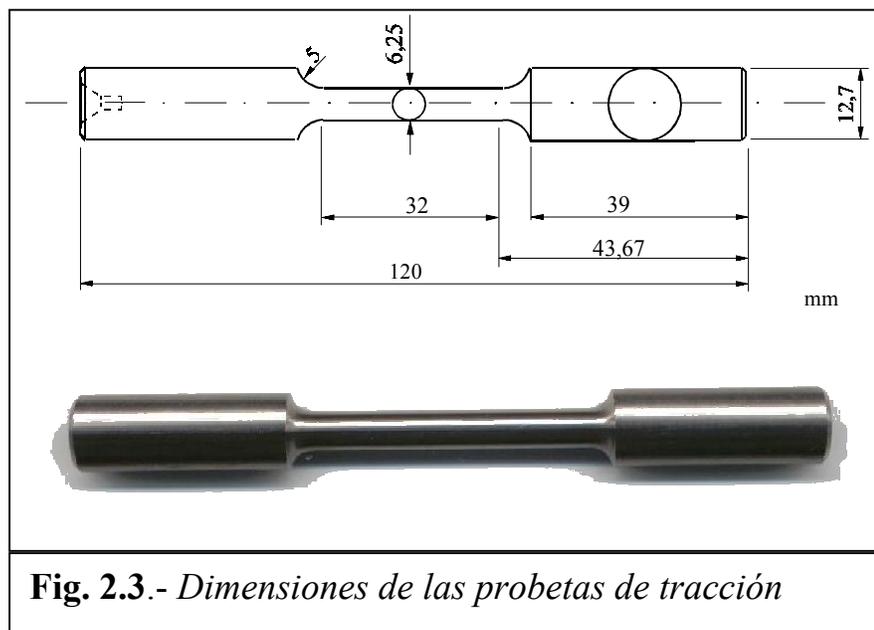


Fig. 2.3.- Dimensiones de las probetas de tracción

2.3- DEPOSICIÓN DE LOS RECUBRIMIENTOS

La deposición de los recubrimientos se realizó a través del método PAPVD (Plasm Assisted Physical Vapour Deposition – Deposición Física en Fase Vapor Asistida por Plasma), realizada por la empresa **BALZERS LTD**

México, la técnica utilizada es “*Ion Plating*” específicamente “*Arc Enhanced Magnetron Sputtering*”, y los parámetros a ser controlados son:

- ***Tipos de iones y estado de ionización***: la masa del bombardeo de especies es importante para la energía y momentum transferido durante la colisión.

Los gases más comunes usados para la formación de plasma y bombardeo de iones son el argón, porque es el menos costoso de los gases inertes, el Kriptón usado algunas veces y el mercurio también fue utilizado con anterioridad. Los reactivos más comunes son el oxígeno y el nitrógeno.

- ***Energía de la partícula***: la energía de las partículas es un parámetro importante. Para baja temperatura de deposición, la energía del Ion no debería exceder de 300 eV. Si el substrato es calentado a 400°C o más, la energía puede ser incrementada.
- ***Razón de flujo***: la relación de átomos depositados para el bombardeo de especies es importante para las propiedades de película. Para completar la ruptura de la morfología columnar y para obtener la máxima densidad y la mínima microporosidad, la energía requerida para la deposición de las especies por bombardeo es cerca de 20 eV.
- ***Composición del gas y flujo másico***: el gas utilizado para un plasma inerte debe estar libre de contaminantes (por ejemplo vapor de agua y oxígeno). Los gases inertes pueden ser purificados usando reactivos superficiales calentados (por ejemplo titanio y uranio). Los plasmas reactivos deben estar libres de contaminantes.
- ***Uniformidad en el bombardeo***: la distribución del gas dentro del sistema es un importante factor en la obtención de un bombardeo

uniforme sobre una superficie y activación uniforme de un gas reactivo.

- **Temperatura del substrato:** se depositan a través de diferentes métodos y a temperaturas cercanas a los 500 °C para los aceros y temperaturas superiores para los carburos.

Los recubrimientos aplicados básicamente son películas delgadas de 2 μ aproximadamente uno de ellos es BALINIT FUTURA el cual es un depósito de tipo multicapa de Nitruro de Titanio al Aluminio alternándose con capas de Nitruro de Titanio y una capa para mejorar la adhesión de Titanio puro, esta última estaría en contacto con el metal base, esta estructura multicapa es convencionalmente designada como: (TiAlN/TiN) y el otro BALINIT HARDLUBE de estructura tipo bicapa (TiAlN / WC / C), ambos depósitos presentan alta resistencia al desgaste en condiciones severas de servicio fundamentalmente corte y matricería.

Un total de 100 probetas fueron enviadas a la empresa BALZERS para realizar el recubrimiento, de las cuales 50 se recubrieron con BALINIT FUTURA y 50 con BALINIT HARDLUBE y se dividieron de la siguiente manera para cada recubrimiento; 30 probetas para los ensayos de fatiga, 10 probetas cilíndricas para la microdureza y 10 probetas para los ensayos de tracción.

2.4- ENSAYOS DE TRACCIÓN

El ensayo de tracción se realizó a 6 probetas, diseñadas y elaboradas para este tipo de ensayo según la norma descrita anteriormente, en una



Fig.2.4. *Máquina de Tracción*

máquina Instron modelo 8502 los cuales fueron controlados por medio de una computadora empleando un programa de ensayo de materiales en el cual se utilizó una velocidad de desplazamiento de la mordaza móvil (actuador) de 3 mm/min. y los datos tanto de alargamiento como de carga aplicada serán registrados en la misma computadora a una frecuencia de 3 seg.⁻¹. Se realizaron mediciones tanto del diámetro inicial como del diámetro

final mediante con un Vernier digital, para determinar el área inicial (A_0) y área final (A_f) de la sección transversal de la probeta.

Los datos obtenidos durante el ensayo a saber; carga vs alargamiento fueron tratados a objeto de obtener los valores reales de alargamientos experimentados por la probeta.

2.4.1- OBTENCIÓN Y CORRECCIÓN DE LOS DATOS

Se realizó una corrección a los datos de alargamiento con el fin de eliminar el efecto de deformación elástica de los componentes de la máquina involucrados en el sistema de ensayo (mordaza, actuadores, extensiones, etc.)

La ecuación utilizada para realizar dicha corrección, es dada como:

$$\left(\Delta L_i \right)_{corr} = \Delta L_i - \Delta F_i \left(\frac{1}{K_{exp}} - \frac{1}{K_{prob}} \right)$$

Donde: K_{exp} y K_{pro} son la rigidez experimental del conjunto y rigidez teórica del material de la probeta, respectivamente. Dichas cantidades se expresan:

$$K_{exp} = \frac{\sum F_i}{\sum \Delta L_i}$$

$$K_{prob} = \frac{A_0 E}{L_0}$$

Donde:

A_0 : área transversal inicial de la sección de ensayo de la probeta.

E : módulo de elasticidad del material.

L_0 : longitud inicial de la sección de ensayo de la probeta.

Para obtener resultados más precisos y de forma más rápida hemos realizado un programa en hoja de cálculo Excel con los datos ordenados para cada probeta.

Estos ensayos se realizaron con la finalidad de obtener el límite de fluencia y la resistencia a la tracción del material para poder seleccionar los niveles de esfuerzo necesarios para diseñar los ensayos de fatiga en flexión rotativa sin producir fluencia en el material, así como también observar algún efecto que a consecuencia de la presencia de la película o del proceso de deposición puede haber afectado el desempeño del conjunto en comparación con el material base.

Una vez obtenidos los valores de alargamiento corregido $(\Delta L_i)_{corr}$, para cada estado de carga correspondiente (F_i), se procederá a construir la curva de

esfuerzo – deformación real (σ vs ε) a partir de la curva esfuerzo-deformación ingenieril (S vs e). Según las siguientes ecuaciones:

Esfuerzo ingenieril:

$$S_i = \frac{F_i}{A_o}$$

Deformación ingenieril:

$$e_i = \frac{(\Delta l_i)_{corr}}{l_0}$$

Esfuerzo real:

$$\sigma_i = S_i (1 + e_i)$$

Deformación real:

$$\varepsilon_i = \text{Ln} (1 + e_i)$$

Con estos resultados se obtienen diversos parámetros tales como son: esfuerzo de fluencia (σ_y) a 0,02% de la deformación real y esfuerzo real a carga máxima (σ_u).

2.5- ENSAYOS DE FATIGA – CORROSIÓN.

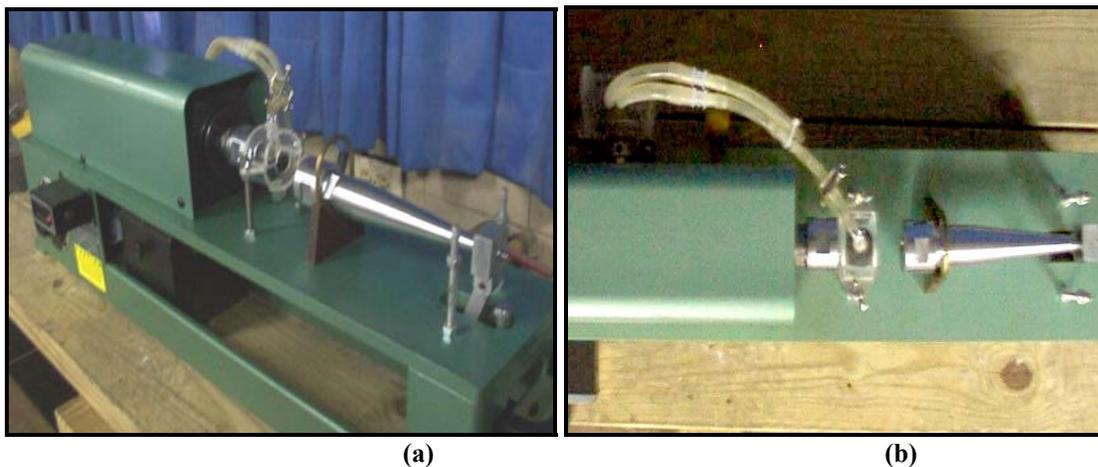


Fig.2.3. a) *Máquina de Flexión Rotativa, con cámara de Corrosión;* b) *Vista Superior*

Los ensayos de fatiga corrosión se realizaron en una máquina de flexión rotativa, diseñada para aplicar ciclo de carga de inversión completa de flexión en voladizo en probetas de forma cilíndrica, el equipo incluye un contador de velocidad (RPM) para contabilizar los ciclos a falla y una barra calibrada con un contrapeso la cual se utiliza para aplicar el momento flector responsable de generar el esfuerzo al cual están sometidas las probetas durante el ensayo.

Para crear una atmósfera corrosiva durante el ensayo, la máquina esta provista de una cámara independiente, donde el medio corrosivo es una solución salina preparada con un 3% en peso de Cloruro de Sodio (NaCl). El rociado de dicha solución salina sobre la superficie de la probeta se realiza por medio de una boquilla de distribución fijada en la parte superior de dicha cámara de corrosión, la ubicación de la boquilla coincide aproximadamente con el diámetro mínimo de la probeta a ensayar, obteniendo de esta forma una humedad uniforme en la misma y se trató de realizar todos los ensayos con un

intervalo de una gota de solución por segundo, el flujo continuo de la solución se garantizó mediante el uso de una bomba eléctrica de desplazamiento positivo inmersa en un depósito para la succión del líquido y luego descarga, a pesar de que el equipo dispone de una bomba centrífuga.

Para cada recubrimiento se realizaron 24 ensayos a cuatro niveles distintos de esfuerzo (612, 650, 688 y 726 MPa), todos ellos inferiores al esfuerzo de fluencia determinado en el ensayo de tracción, por lo tanto para cada esfuerzo se ensayaron 6 probetas.

Los ensayos de fatiga-corrosión para el material base fueron obtenidos de la literatura, para dichos datos fueron ensayadas 25 probetas a 5 niveles de esfuerzo (270, 333, 382, 449 y 515 MPa) ensayando 5 probetas para cada nivel de esfuerzo.

El montaje de las probetas se realizó sujetando sus extremos mediante mordazas acopladas al eje del motor y a un eje cónico a través del cual se aplica una carga sobre la probeta ya que el mismo está unido a una barra graduada en función del momento flector (M) el cual es producido por un contrapeso móvil. En vista que el nivel de esfuerzo necesario en cada ensayo se aplica a través de la barra calibrada en función del momento flector, se debe calcular el valor del momento flector para cada uno de los niveles de esfuerzo preestablecidos. Para ello se utilizó la siguiente ecuación:

$$S = \frac{M \times C}{I} \Rightarrow M = \frac{S \times I}{C}$$

Donde:

M es el Momento flector dado en N.m

S es el esfuerzo aplicado dado en MPa

I es el momento polar de inercia dado en mm^4

C es la distancia desde el eje neutro de carga hasta la superficie de la probeta dado en mm

$C=D/2$, D es el diámetro de la probeta medido en mm.

Para una barra circular, se tiene que:

$$I = \frac{\pi \times D^4}{64}$$

Sustituyendo se tiene que:

$$M = \frac{S \times (\pi \times D_0^4 / 64)}{D/2} = \frac{S \times \pi \times D^3}{32}$$

Entonces el momento flector (M) se obtiene como:

$$M = 0,0982 \times S \times D^3 \text{ [Lbf} \times \text{pulg]} \quad \text{ó} \quad M = 11,0955 \times S \times D^3 \text{ [MPa} \times \text{mm}^3\text{]}$$

Todos los ensayos de fatiga se realizaron a una frecuencia de 50 Hz y a una velocidad promedio entre 2800 y 3200 rpm, aunque este último no tenga mayor repercusión en los resultados, se ensayaron a una misma velocidad para

disminuir la dispersión de los resultados. Los datos obtenidos de estos ensayos fueron los de Número de ciclos de falla a fatiga de las probetas para cada uno de los niveles de esfuerzo.

2.5.1.- CONSTRUCCIÓN DE LA CURVA DE WHOLER

Para representar los datos de los ensayos de fatiga-corrosión de una forma ordenada y al mismo tiempo con una rápida visualización de los resultados con facilidad para la comparación de los distintos recubrimientos con el sustrato, se representaron los datos obtenidos en las pruebas de fatiga en una gráfica denominada curva de Wholer en la cual se colocan los esfuerzos alternantes (S) en el eje de las ordenadas del diagrama, y el número de ciclos a falla (N), en el eje de las abscisas.

2.5.2.- DETERMINACIÓN DE LA ECUACIÓN DE BASQUIN

Para una mayor comodidad, la curva S-N o curva de Wholer fue representada en escala doble logarítmica, colocando el logaritmo decimal de los esfuerzos alternantes ($\log S$) en el eje de las abscisas, contra el logaritmo decimal del número de ciclos a falla ($\log N$) transformando de esta manera la curva en una línea recta, la cual es representada mediante la ecuación sugerida por Basquin:

$$S_a = S_f (N)^b$$

Donde S_a es la resistencia a la fatiga del material, S_f sería el coeficiente de resistencia a la fatiga, N el número de ciclos y b el exponente de Basquin.

Este método se aplicó a las probetas recubiertas con BALINIT HARDLUBE y a las recubiertas con BALINIT FUTURA y se tomó de la literatura los datos de esta ecuación para el material base, esto para poder realizar la comparación entre todas ellas. Las ecuaciones de Basquin obtenidas fueron realizadas aplicando el método de regresión lineal recomendado por la norma ASTM E739.

2.6- ESTUDIO FRACTOGRÁFICO (MEB)

La evaluación fractográfica se realizó por medio de un Microscopio Electrónico de Barrido (MEB) con un voltaje de aceleración de 25 KV, básicamente se utilizaron dos modos de imagen, a saber, electrones secundarios para el estudio de la superficie de fractura y electrones primarios en el análisis de secciones perpendiculares a la superficie a fin de detectar grieta paralelas a la grieta principal. Adicionalmente se garantizó un ángulo de incidencia no mayor de 60° , pudiendo de esta manera reportar dimensiones reales a partir de las fotomicrografías obtenidas, donde sólo se evaluaron las probetas con recubrimiento que fallaron a un número de ciclos próximo al promedio calculado para el nivel de esfuerzo correspondiente. La observación se realizó sobre la superficie de la grieta principal de fractura para ubicar las zonas de avance de grieta por fatiga, transición y de sobrecarga, así como también los potenciales puntos de inicio, ello también nos permitió inferir el modo de propagación de las grietas.

2.6.1-PREPARACIÓN DE LAS MUESTRAS PARA MEB

De las probetas fracturadas por fatiga una mitad de cada probeta fue cortada a unos 7 mm de la zona de fractura para poder montarlas en el microscopio, para ello se utilizó una máquina cortadora de disco abrasivo, estas para observar los puntos de inicio de la o las grietas. A la otra mitad de la probeta se le realizó un corte longitudinal por el centro de la superficie fracturada y luego un corte transversal a unos 7mm de la zona de fractura, para este caso se empleó una máquina cortadora con disco de diamante, estas con el objeto de determinar en que lugar se forma la grieta, ya que puede originarse en la intercara recubrimiento – sustrato, en el sustrato o en el recubrimiento.

A todas las muestras se le realizó una limpieza con acetona en el equipo de ultrasonido durante 20 a 30 minutos, manteniendo la zona de fractura hacia abajo y totalmente sumergida y luego se limpiaron con alcohol y secadas con aire caliente, todo esto con la finalidad de eliminar productos de grasa u óxidos depositados en la superficie de fractura. Las muestras fueron montadas en unas bases metálicas del microscopio, utilizando para ello adhesivos conductores para su fijación en la cámara del microscopio.

2.7- CARACTERIZACIÓN DEL CONJUNTO

2.7.1-MICROINDENTACIÓN ESTÁTICA.

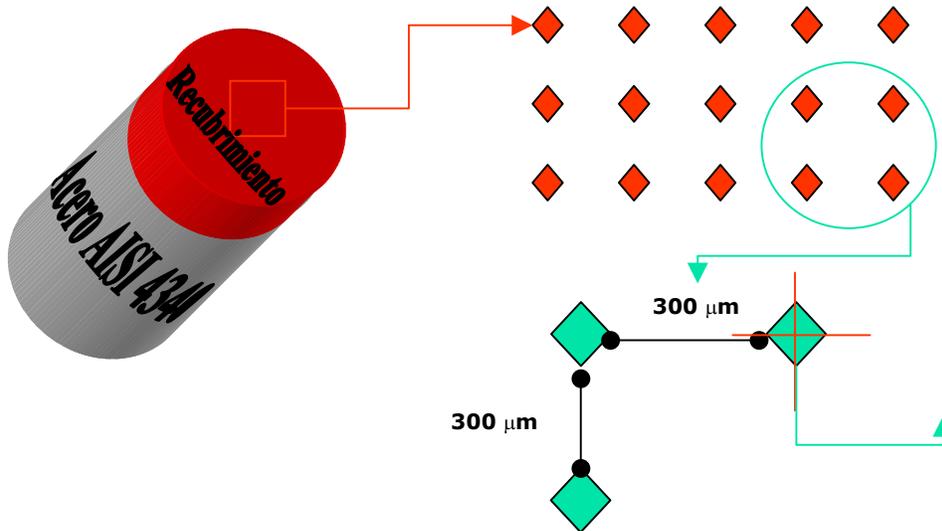


Fig. 2.4. Diagrama de la Maya para los ensayos de Microindentación Estática



Las muestras cilíndricas fueron evaluadas superficialmente para determinar la dureza compuesta (substrato-recubrimiento) y tratar de inferir la dureza absoluta de los recubrimientos, para ello se utilizó un Microdurómetro Leco, con un penetrador Vickers (pirámide de diamante con base cuadrada con ángulo de 136° entre caras) y se utilizó un barrido de cargas de: 1000, 500, 300, 200, 100, 50, 25 gramos. Para este ensayo se disponía de un Software que controlaba la pletina motorizada del equipo de microindentación y de esta

forma permitía diseñar una plantilla, la cual reproducirá los puntos de análisis durante los ensayos. La plantilla se diseño para realizar 20 medidas por carga (5 x 4 a una distancia de 300 μm entre cada punto de estudio, para evitar el endurecimiento por deformación creado por el indentador creado por cada punto), luego a través del Software se realizó la medida de las diagonales de la huella y posteriormente a través de la ecuación estándar de Vickers se estimo la dureza como función de la carga aplicada y el valor de las diagonales de la huella. Dicha ecuación se presenta a continuación:

$$HV = \frac{2P \times \text{Sen}(\alpha / 2)}{d^2}$$

Una vez realizados los ensayos se procedió a graficar los valores de dureza obtenidos vs la carga y la profundidad relativa de indentación y así determinar si existe alguna dependencia por efecto de tamaño de huella en el comportamiento de dureza del conjunto, así mismo se determino a partir de estos datos la Ley de Meyer que describe la conducta de la curva de dureza vs carga.

2.8. – DESCRIPCIÓN DE LOS EQUIPOS.

2.8.1. – Máquina de Tracción:

Los ensayos de tracción se realizaron en una máquina universal de ensayos mecánicos, marca Instron, modelo 8502, ubicada en el Laboratorio de Ensayos Mecánicos de la Escuela de Metalurgia UCV. Estos ensayos fueron controlados por medio de un programa de computadora para ensayos mecánicos a una velocidad de 3mm/min.

2.8.2. – Máquina de Fatiga:

Los ensayos de fatiga corrosión se realizaron en una máquina de flexión rotativa fabricada por Fatigue Dynamics Inc., modelo RBF-200 ubicada en el Laboratorio de Ensayos Mecánicos de la Escuela de Metalurgia UCV. La Máquina esta diseñada para aplicar ciclos de cargas invertido en voladizo sobre probetas en forma cilíndrica; esta Máquina posee un contador de ciclos y un regulador de velocidad que puede variar las revoluciones entre 500 y 10.000 RPM. Adicionalmente es posible acoplar al equipo una cámara capaz de gotear continuamente una solución salina sobre la sección calibrada de la probeta.

2.8.3. – Cortadora de Disco Abrasivo:

Los cortes de las probetas para microscopia fueron realizados en la cortadora con disco abrasivo marca BUEHLER, modelo ABRASIMET 2, perteneciente al Laboratorio de Aluminio de la Escuela de Metalurgia UCV.

2.8.4. – Cortadora de Precisión:

Los cortes longitudinales y transversales de las probetas para microscopia electrónica fueron realizados en la cortadora de precisión con disco de diamante, marca BUEHLER, modelo ISOMET 2000, perteneciente al Laboratorio de Aluminio de la Escuela de Metalurgia UCV.

2.8.5. – Microscopio Electrónico de Barrido:

Se utilizó un Microscopio Electrónico de Barrido marca Phillips, modelo XL 30, con un voltaje de aceleración de 25 KV perteneciente al Laboratorio del Instituto Universitario Tecnológico. Básicamente se utilizaron

dos modos de imagen, a saber, electrones secundarios para el estudio de la superficie de fractura y electrones primarios en el análisis de secciones perpendiculares a la superficie a fin de detectar grieta paralelas a la grieta principal. Adicionalmente se garantizo un ángulo de incidencia no mayor de 60° , pudiendo de esta manera reportar dimensiones reales a partir de la foto - micrografías obtenidas. Finalmente cabe destacar que el equipo de barrido utilizado cuenta con un Software especializado para la realización de mediciones sobre la imagen electrónica directamente.

2.8.6. – Equipo de Microindentación Estática.

Se utilizó un equipo durómetro modelo Leco M-400H acoplado a un sistema de análisis de imagen Leco 3001, perteneciente al Laboratorio de Análisis de Superficie ubicado en la Escuela de Ingeniería Metalúrgica.

3.- RESULTADOS Y ANÁLISIS

3.1. – ENSAYOS DE DUREZA

En las **tablas 3.1; 3.2; 3.3 y 3.4** se muestran los valores obtenidos de la dureza y la profundidad relativa de indentación producto de un barrido de cargas aplicadas a cuatro muestras, a saber, una muestra de material base recubierta con Balinit Futura, otra recubierta con Balinit Hardlube; las medidas de dureza para estas muestras fueron realizadas sobre el recubrimiento, las otras dos muestras, una de material base, es decir, acero 4340 bonificado y la otra de material recubierto, realizando para esta última el barrido de cargas sobre el substrato, con la finalidad de determinar si el proceso de deposición produce cambios en las propiedades intrínsecas del material base.

Tabla 3.1. – Dureza Vickers de un Acero AISI 4340 bonificado

Carga	Dureza Vickers
25	357
50	372
100	370
200	388
300	370
500	382
1000	376
PROMEDIO	374

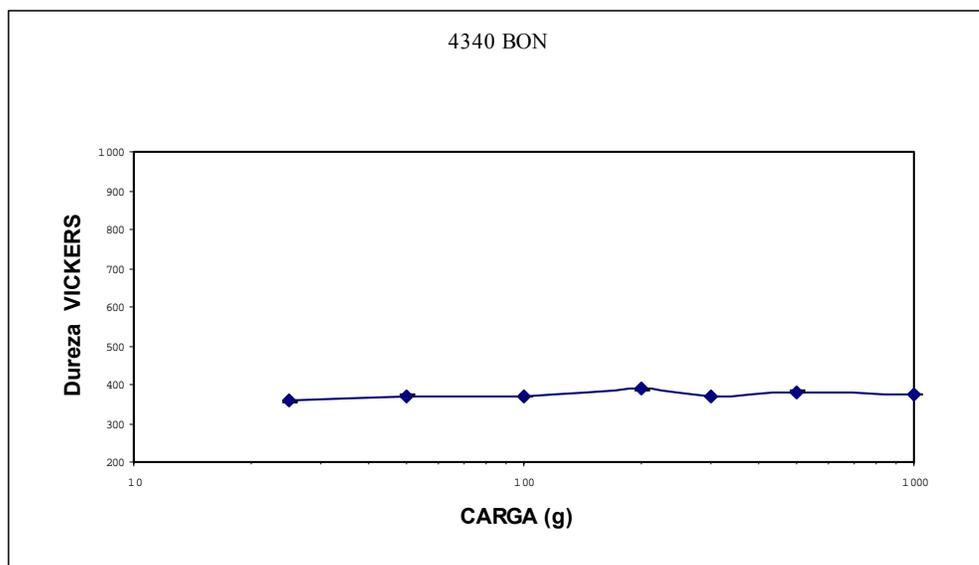


Fig. 3.1.- Curvas de Acero AISI 4340 bonificado

Tabla 3.2. Dureza Vickers de un Acero AISI 4340 recubierto

Carga	Dureza Vickers
25	389
50	368
100	370
200	381
300	371
500	372
1000	369
PROMEDIO	374

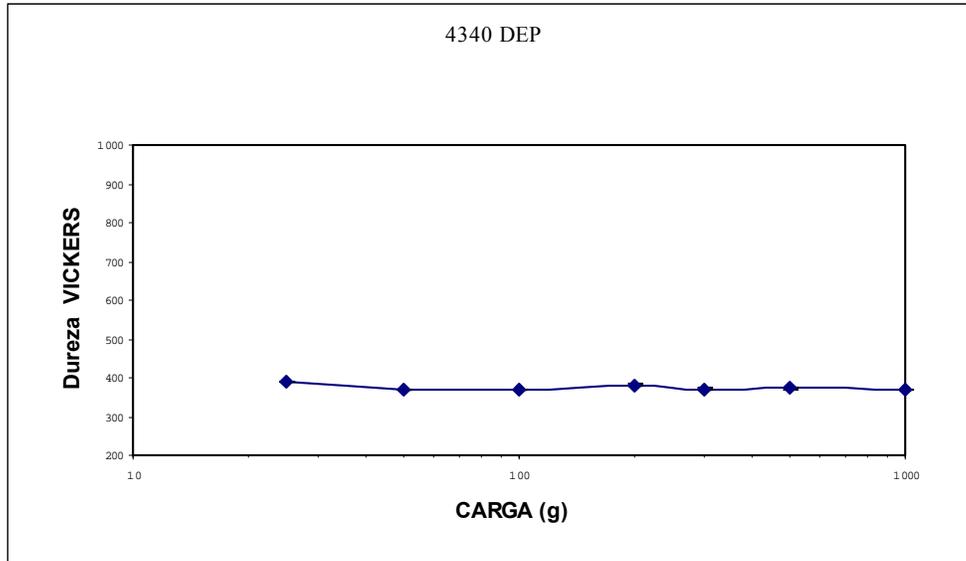


Fig. 3.2. *Curva de un acero AISI 4340 Recubierto*

Tabla 3.3 – Acero AISI 4340 recubierto con Balinit Hardlube

Carga	RID	Dureza Vickers
25	0,6464	563
50	0,9236	551
100	1,3418	522
200	1,9432	498
300	2,5075	449
500	3,37	414
1000	4,9111	390

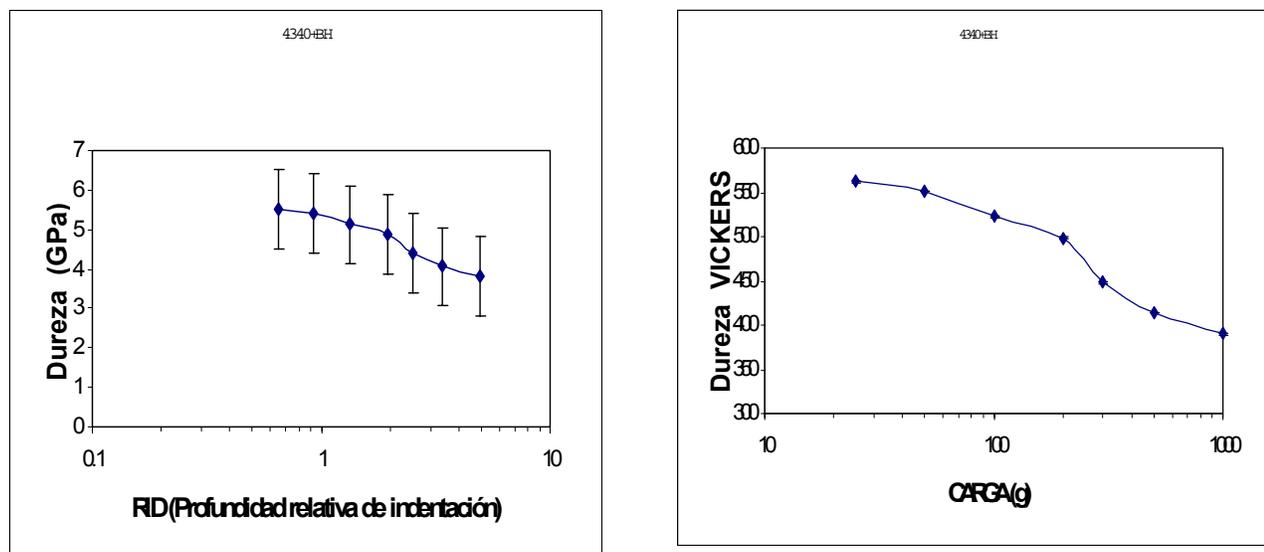


Fig. 3. 3.- *Curvas de dureza vs. Carga y Profundidad relativa de indentación para un acero recubierto con Balinit Hardlube*

Tabla 3.4. – Acero AISI 4340 recubierto con Balinit Futura

Carga	RID	Dureza Vickers
25	0,4282	1282
50	0,6979	965
100	1,3221	538
200	1,9575	491
300	2,4643	465
500	3,3007	432
1000	4,7746	412

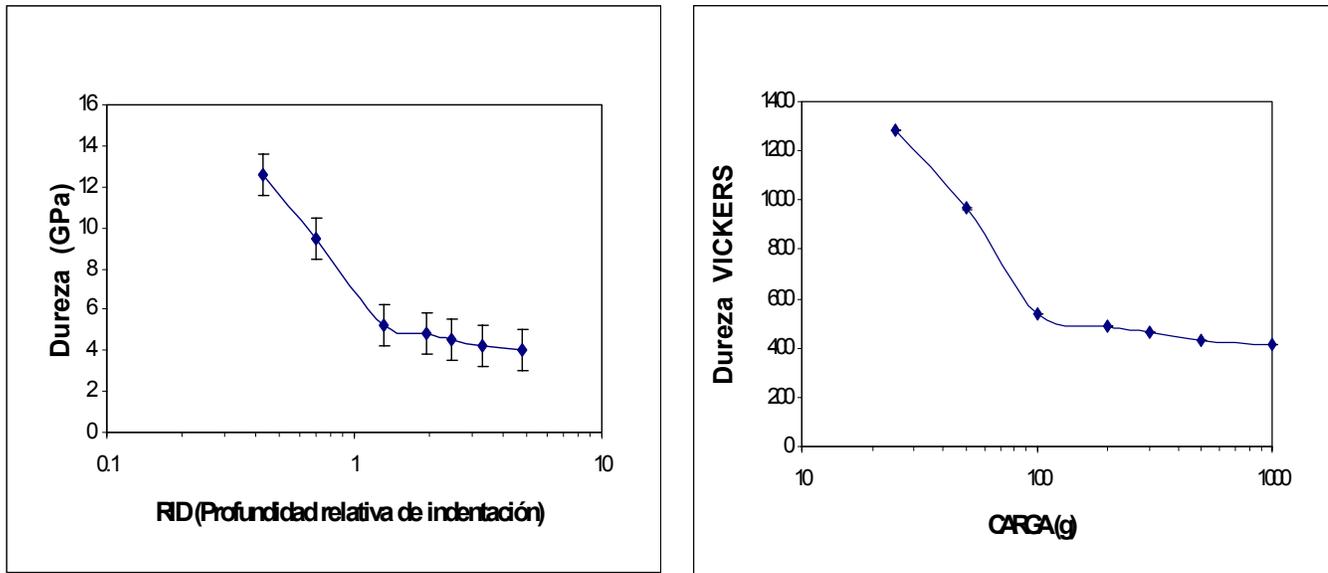


Fig. 3.4. – Curvas de Dureza vs. Carga y profundidad relativa de Indentación para un acero recubierto con Balinit Futura

De estos resultados podemos observar claramente que las propiedades intrínsecas del sustrato no se ven afectadas, ya que encontramos el mismo valor de dureza tanto para el sustrato bonificado como para el sustrato recubierto, esto nos hace inferir que el proceso de deposición no provoca ningún efecto sobre la microestructura del acero base. También es conveniente destacar que las evaluaciones sobre las probetas permitieron verificar que en el plano evaluado no se observa variación alguna, lo que nos permite asegurar que el material es homogéneo en su microestructura, condición extrapolable a su volumen. Así mismo vemos que no existe dependencia de los datos de dureza en función de la carga por lo que podemos aseverar que no hay efecto de tamaño de huella en el comportamiento del sustrato.

Por otra parte en las Fig. 3.1, 3.2, 3.3 y 3.4 se muestra el comportamiento del conjunto sustrato-Balinit Futura el cual posee una mayor dependencia de la dureza en función de la carga aplicada en comparación con

el conjunto substrato- Balinit Hardlube, ya que la variación de los valores de dureza es mayor para el primer caso que para el otro conjunto en un cierto intervalo de cargas. Por ejemplo para un intervalo de carga entre 25-100 gramos el acero con Balinit Futura tiene una variación considerable de la dureza de 1300 a 500 HV, mientras que para el Hardlube en el mismo intervalo la dureza varia de 560 a 520 HV. Esto nos sugiere que para el segundo conjunto en todo momento el substrato esta realizando un aporte mayor para la propiedad en cuestión.

Otro aspecto derivado del análisis de las curvas es el hecho de que la dureza tiene un valor máximo a menor profundidad relativa de indentación ya que en este punto el recubrimiento aporta en mayor proporción a la propiedad compuesta que el substrato y a medida que aumenta la RID, el valor de dureza disminuye debido a que en estos puntos la acción del recubrimiento se va haciendo cada vez menor hasta un punto donde ya no aporta a la dureza del conjunto y esta se hace constante tendiendo al valor de dureza del material base como asíntota.

3.2. – ENSAYOS DE TRACCIÓN

En la **tabla 3.1**, se muestran los valores obtenidos de los ensayos de tracción realizados al material base (Acero AISI 4340) y al material recubierto (Balinit Futura y Balinit Hardlube), dichos valores son resultado del promedio de las muestras ensayadas, de igual forma, los datos de carga - alargamiento para cada ensayo fueron corregidos, a fin de considerar la deformación elástica de los elementos de máquina que pudiesen afectar los valores de la deformación real. Las tablas muestran los valores de σ_y y σ_{ut} obtenidos de las curvas esfuerzo vs. deformación real para cada ensayo realizado, reportando el

promedio del esfuerzo de fluencia del material con y sin recubrimiento, necesarios para diseñar los ensayos de fatiga.

Tabla 3.5. Resultado de los ensayos de tracción

	Probeta #	σ_y (MPa)	$\sigma_{y(prom)}$ (MPa)	σ_{ut} (MPa)	σ_y (MPa)
Material Base	1	961	962	1100	1102
	2	963		1104	
MB + Balinit Futura	1	998	1007	1147	1148
	2	1016		1149	
+ MB Balinit Hardlube	1	1007	1009	1175	1162
	2	1011		1148	

Tabla 3.6. Porcentaje de variación de las propiedades σ_y y σ_{uts} con respecto al material base.

	Esfuerzo de Fluencia		Resistencia a la tracción	
	Variación	%	Variación	%
Balinit Futura	45	4,67	46	4,17
Balinit Hardlube	47	4,88	60	5,44

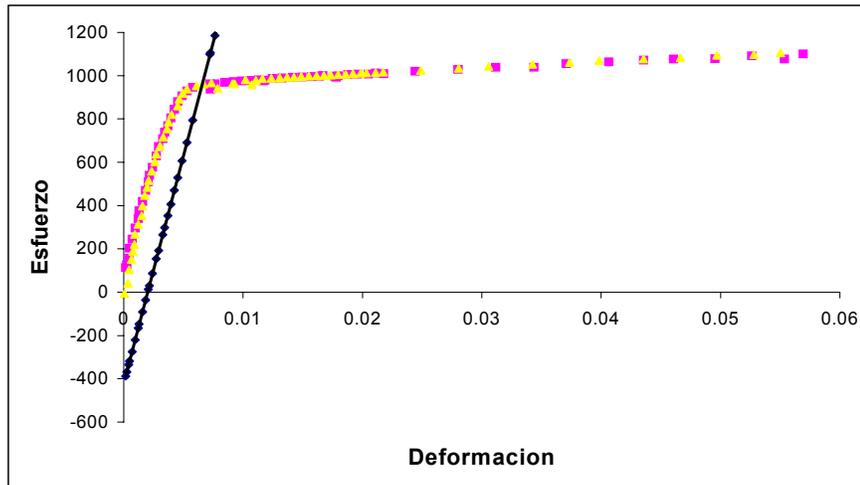


Fig. 3.5. *Curvas de esfuerzo real vs. Deformación real de un acero AISI 4340.*

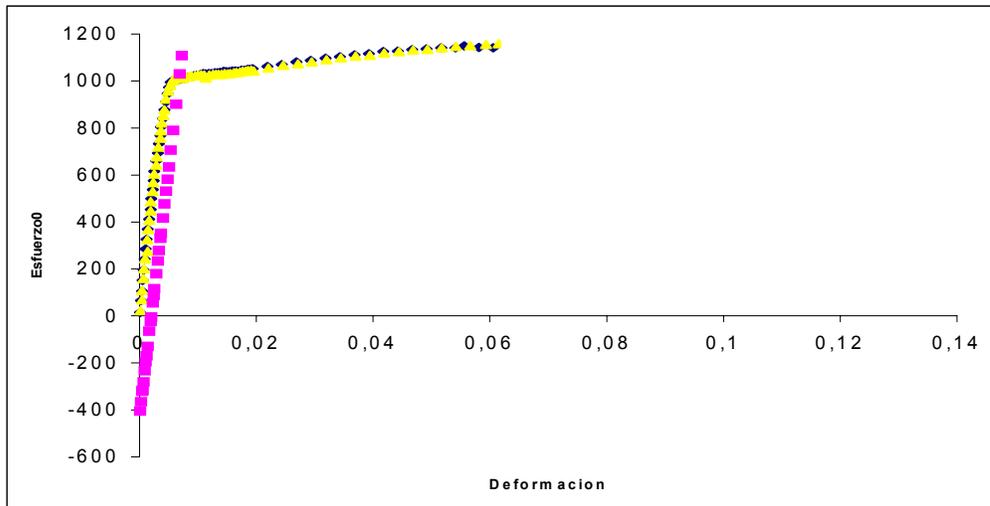


Fig. 3.6. *Curvas de esfuerzo real vs. Deformación real de un acero AISI 4340 recubierto con Balinit Hardlube.*

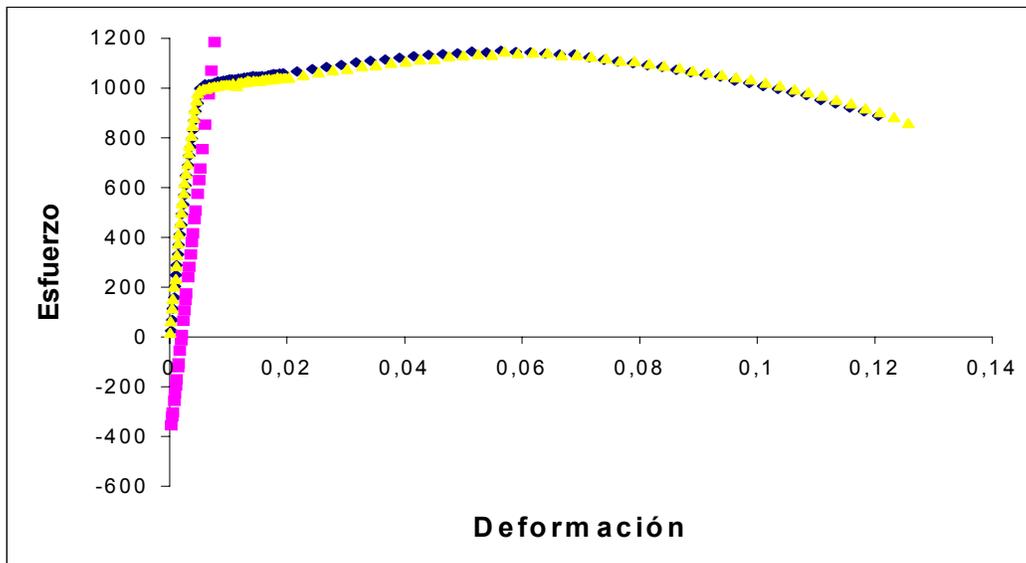


Fig. 3.7. Curvas de esfuerzo real vs. Deformación real de un acero AISI 4340 recubierto con Balinit Futura.

Podemos observar en primera instancia que las propiedades mecánicas del conjunto substrato-recubierto aumentan en relación con el material base, debido a que los valores de σ_y y σ_{uts} se vieron incrementados. Esto corrobora lo ya observado durante la evaluación de la dureza, por lo que al no existir modificación alguna en el substrato como consecuencia de la permanencia del acero dentro del reactor la variaciones que observemos en el conjunto estarán definitivamente asociadas a la presencia de la película en ambos casos.

El incremento en las propiedades mecánicas se debe a que el recubrimiento a pesar de ser una capa muy delgada, éste aporta un aumento en la rigidez del conjunto esto se ve reflejado en un pequeño incremento de aproximadamente 40 MPa para el esfuerzo de fluencia y 60 MPa en el caso de la resistencia a la tracción, este comportamiento podría ser explicado en base a la teoría elemental de dislocaciones, que explica el endurecimiento por

deformación como consecuencia de un incremento en la densidad de dislocaciones móviles de los sólidos, en el caso específico de nuestro conjunto la película representa un obstáculo para que la dislocación abandone el sólido y genere un escalón en su superficie libre. Por último se podría esperar que en principio esto redunde favorablemente en el comportamiento a la fatiga de los especímenes evaluados.

3.3. - ENSAYOS DE FATIGA-CORROSION.

A continuación en las **tablas 3.8 y 3.9** se presentan los resultados obtenidos de los ensayos de fatiga en flexión rotativa bajo ambiente corrosivo, en estos datos se presentan los números de ciclos a falla de seis probetas ensayadas para cada nivel de esfuerzo calculado como una fracción del esfuerzo de fluencia indicado en la **tabla 3.5**, (Aprox. 61, 64, 68 y 72 % de σ_y) para ambos casos. Los valores correspondientes al material base que se presentan en la **tabla 3.7** fueron extraídos de la literatura. También se muestran las curvas Log-Log de resistencia a la fatiga para cada condición ensayada, así como los parámetros de la ecuación de Basquin, los cuales fueron obtenidos por medio de una regresión lineal de los 24 puntos de cada curva.

Tabla 3.7. Resultados de los ensayos de fatiga corrosión del acero base

Probeta	Nivel de Esfuerzo				
	515	449	382	333	270
	Ciclos	Ciclos	Ciclos	Ciclos	Ciclos
1	52300	70300	127000	190100	351300
2	54500	75800	134800	251900	388100
3	58700	81000	147600	272100	398700
4	61100	81200	150300	278600	405200
5	62400	84400	187700	317500	506300

Tabla 3.3. Resultados de los ensayos de fatiga corrosión de un acero AISI 4340 recubierto con BALINIT HARDLUBE.

Probeta	Nivel de Esfuerzo			
	726	688	650	612
	Ciclos	Ciclos	Ciclos	Ciclos
1	27200	45300	24600	43200
2	23500	22400	35300	53600
3	21300	44100	35400	45400
4	28600	23100	26900	36900
5	18000	42000	40500	46500
6	20600	39900	28000	39400

Tabla 3.3. Resultados de los ensayos de fatiga corrosión de un acero AISI 4340 recubierto con BALINIT FUTURA

Probeta	Nivel de Esfuerzo			
	726	688	650	612
	Ciclos	Ciclos	Ciclos	Ciclos
1	17900	35500	19600	186200
2	51300	33000	41300	86900
3	35600	24800	44900	80200
4	35700	57000	33800	59300
5	34400	36000	80300	80300
6	38600	34600	52100	70800

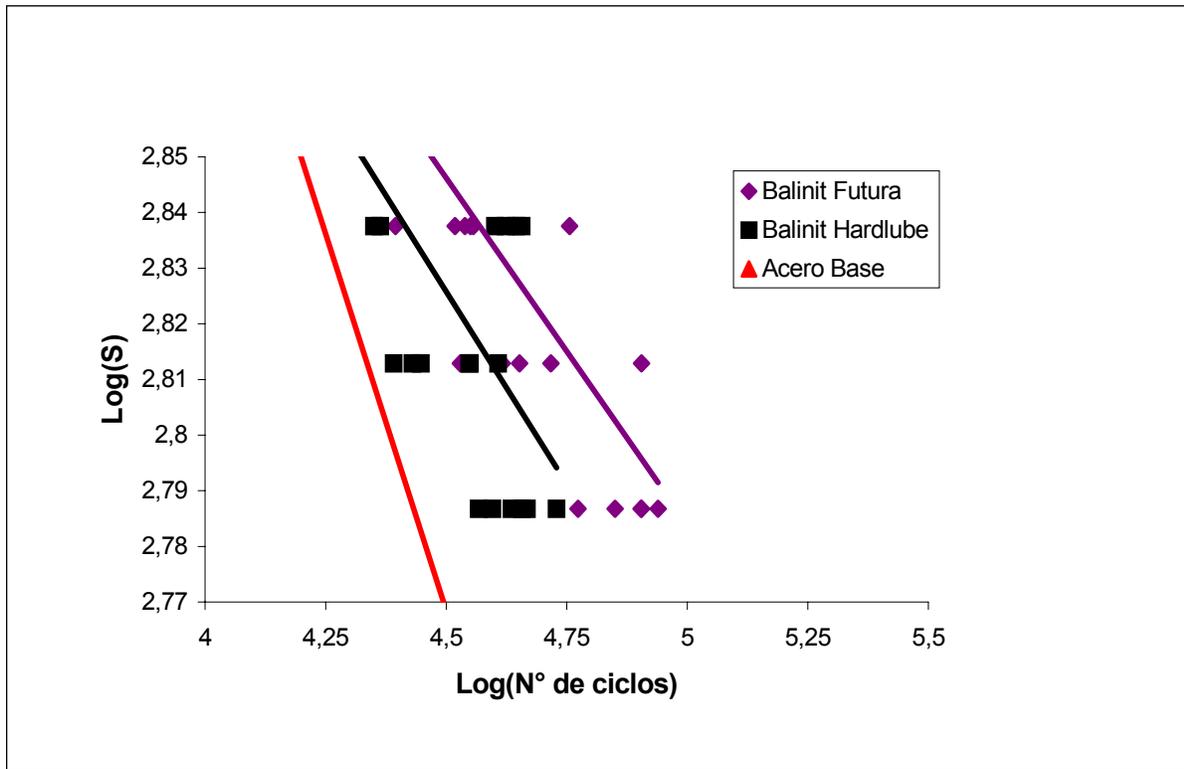


Fig.3.3. Resistencia a la fatiga de un acero AISI 4340 templado y revenido, substrato ensayado a fatiga corrosión, substrato recubierto a fatiga corrosión

Tabla 3.4. Obtención de la curva de Basquin para acero AISI 4340 recubierto con BALINIT FUTURA.

Obtención de la ecuación de Basquin.			
Datos de la curva		Parámetros ec. Basquin	
Pendiente	-0,1245	b	-0,1245
Intersec. (eje Y)	3,4066	S_f	2550,35
		Ecuación de Basquin	
R²	0,5125	S_a = 2550,35 * (N_f)^{-0.1545}	

Tabla 3.5. Obtención de la curva de Basquin para acero AISI 4340 recubierto con BALINIT HARDLUBE

Obtención de la ecuación de Basquin.			
Datos de la curva		Parámetros ec. Basquin	
Pendiente	-0,1382	b	-0,1382
Intersec. (eje Y)	3,4476	S_f	2802,98
		Ecuación de Basquin	
R²	0,4468	S_a = 2802.98 * (N_f)^{-0.1382}	

Tabla 3.5. Obtención de la curva de Basquin para acero AISI 4340

Obtención de la ecuación de Basquin.			
Datos de la curva		Parámetros ec. Basquin	
Pendiente	-0,2706	B	-0,2706
Intersecc.(eje Y)	3,9861	S_f	9685,00
		Ecuación de Basquin	
R²	0,9705	S_a = 9685 * (N_f)^{-0.2706}	

En la **Fig. 3.3** se muestran las curvas *S-N* tanto de la película de Balinit Futura como el Hardlube y son comparadas con el material base. En principio podemos observar claramente que existe un incremento en la resistencia a la fatiga para ambos recubrimientos, dicho aumento se encuentra en el orden de 40 y 71% en el caso del Balinit futura para niveles de esfuerzo de 726 y 612 MPa respectivamente, en el caso del Balinit Hardlube el incremento fue de 19

y 55% correspondiente a los mismos niveles de esfuerzos. Este comportamiento puede ser atribuido ciertamente a la presencia del recubrimiento como consecuencia de los esfuerzos residuales en compresión que son generados en la superficie del material producto de la deposición del mismo. De acuerdo a lo reportado en la literatura estos depósitos pueden generar esfuerzos residuales de magnitudes cercanas a los 5 GPa. ^[25], dicha condición superficial depende tanto de las propiedades elásticas del recubrimiento, así como también del proceso de deposición en si mismo, observándose que existe, por ejemplo, una gran dependencia con el potencial de Bias aplicado para el substrato o la temperatura del proceso entre otras variables que gobiernan los mecanismos de formación de la película.

Otro aspecto derivado del análisis de estos valores fue la dispersión que presentan los datos correspondiente a los ciclos de falla para un determinado esfuerzo alternante, de los cuales se aprecia una moderada tendencia a incrementar los valores de desviación estándar, al disminuir el nivel esfuerzo aplicado, este comportamiento es característico de las aleaciones metálicas en general. Esto podría ser atribuido a que a cargas elevadas la falla esta condicionada básicamente por el esfuerzo alternante, mientras que a bajos niveles de esfuerzo los aspectos probabilísticos alcanzan una considerable influencia sobre la ocurrencia del evento de nucleación de la grieta.

Por otra parte, tenemos diferencias apreciables en relación al porcentaje de incremento de la vida a la fatiga que aportan ambos recubrimientos al conjunto, se aprecia una mayor contribución para el caso del Balinit Futura, en comparación con la otra película, con apoyo de las observaciones por medio de la técnica de Microscopia Electrónica de Barrido se pudo establecer los

sitios potenciales para la nucleación de la grietas en ambos conjunto, para el caso de la película Balinit Futura, estos puntos son básicamente los poros presentes, producto del desprendimiento de los nódulos generados durante el proceso de deposición, los cuales están débilmente adheridos, mientras que para el Hardlube estas zonas de alta potencialidad para la nucleación de la grieta esta representada por la intercara WC/C-TiAlN, si se realizara una analogía con el efecto de tamaño de los especímenes sobre la resistencia a la fatiga, tópico ampliamente discutido en la literatura, en el mismo se establece una relación básica que sugiere que a mayor tamaño mayor es la probabilidad de que existan defectos estructurales los cuales conduzcan a la generación de grietas y su posterior crecimiento, por acción de una carga cíclica. Ahora bien si confinamos la nucleación de las grietas en el Balinit Futura exclusivamente a la presencia de poros como concentradores de esfuerzo y para el Hardlube la mencionada intercara, entonces sería razonable proponer, que, teniendo en cuenta que la fracción de área de los poros sería mucho menor que la de la intercara, entonces existiría menor probabilidad de que las grietas se nucleen en la película de Balinit Futura, lo cual explica el comportamiento predicho por las curvas.

3.4. ESTUDIO FRACTOGRÁFICO.

A continuación se muestran los resultados obtenidos de la evaluación fractográfica realizada con el Microscopio Electrónico de Barrido (MEB) a ocho muestras (4 de Balinit Futura y 4 de Balinit Hardlube) de las probetas fracturadas por fatiga, éstas escogidas de los puntos mas cercanos al promedio de número de ciclos a falla para cada nivel de esfuerzo. De estos resultados se exponen una serie de fotomicrografías realizadas a distintos aumentos para cada una de ellas, con la finalidad de diferenciar las distintas zonas de fractura por fatiga y observar los posibles puntos de inicio de la grieta. Para algunas de las muestras se les observó a un mayor aumento para definir el mecanismo de fractura del material, en otras se realizó un estudio de la zona del recubrimiento para ver la forma de propagación de la grieta y su comportamiento luego de estar sometido a carga; y en los casos de mayor interés se realizó un análisis composicional por medio de la técnica de Espectroscopia por Dispersión en Energía de Rayos X (EDS), para poder corroborar lo inferido del análisis por Barrido. Además, se observaron 4 muestras de un corte longitudinal de la otra mitad de las probetas fracturadas, para poder determinar si existieron algunas grietas principales paralelas a la superficie de fractura que no llegaron a fracturar el material e identificar la intercara del recubrimiento – substrato.

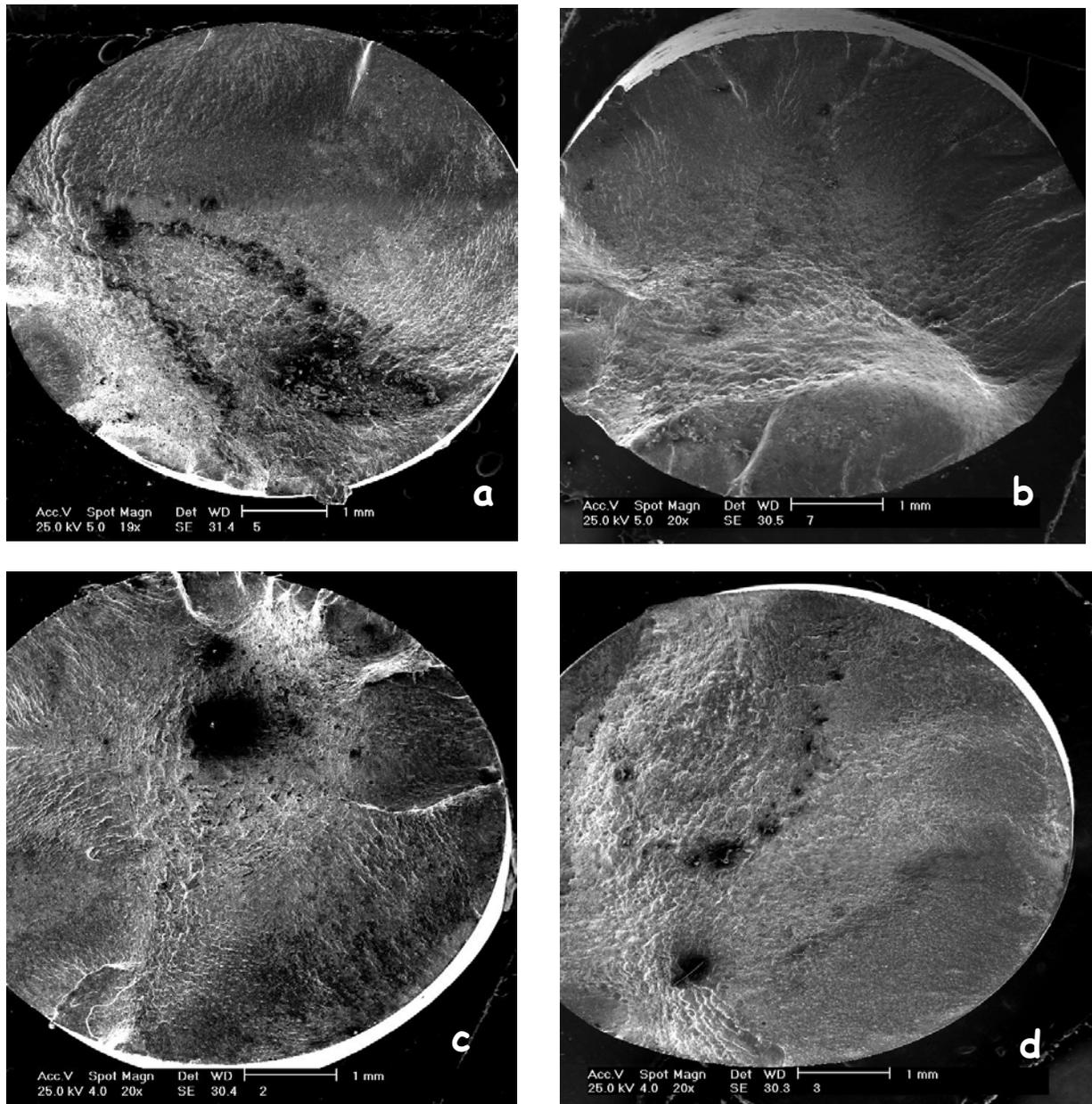


Fig. 3.4. Micrografías de las probetas recubiertas con Balinit Futura. a) $S_f=612$ y $N_f= 86900$. b) $S_f=650$ y $N_f=41300$. c) $S_f= 688$ y $N_f= 36000$ d) $S_f=726$ y $N_f=35600$

En la **Fig. 3.4 (a, b, c y d)**, se exponen las superficies de fractura de las probetas recubiertas con Balinit Futura a los distintos niveles de esfuerzo ordenadas en forma creciente, en las mismas es posible identificar las distintas

zonas características de la fractura por fatiga, una zona lisa de crecimiento y avance de la grieta, muchas de las características morfológicas de esta zona están condicionadas por el efecto que genera el proceso mismo, cuando el ciclo de carga es de inversión completa, durante los periodos de compresión las superficies generadas por el avance de la grieta de fatiga entran en contacto produciendo un aplastamiento de estas superficies, seguidamente una zona rugosa caracterizada por la presencia de microhoyuelos característica de la zona de despegue por sobrecarga, no en todas las probetas es posible distinguir la zona de transición por lo menos a los aumentos seleccionados para el estudio, también podemos observar algunas marcas radiales que indican la dirección de propagación de la grieta, así como también convergen en el punto de inicio de ésta.

De este grupo de probetas podemos ver claramente que todas a excepción de la probeta mostrada en la **Fig. 3.4 d**, presentan múltiples puntos de inicios de grietas en la periferia de la superficie, esto se evidencia por la presencia de varios escalones de clivaje, como consecuencia de la coalescencia de dos frentes de grieta para formar dicho escalón. Observamos también un mayor número de inicios de grieta mientras el esfuerzo aplicado es menor, esto puede ser atribuido a que a mayor esfuerzo las pocas grietas que inicien tendrán una mayor velocidad de propagación, fracturando el material mas rápidamente y no dando tiempo a que se nucleen otras grietas.

Del estudio de estas probetas, también vemos que la zona de despegue o de sobrecarga aumenta a medida que la carga es mayor; y a su vez esta zona se va desplazando desde el centro a la periferia, de las probetas de menor esfuerzo a mayor esfuerzo aplicado. En todas las superficies de fractura

podemos ver un aparente deterioro, esto producto de la exposición al ambiente corrosivo.

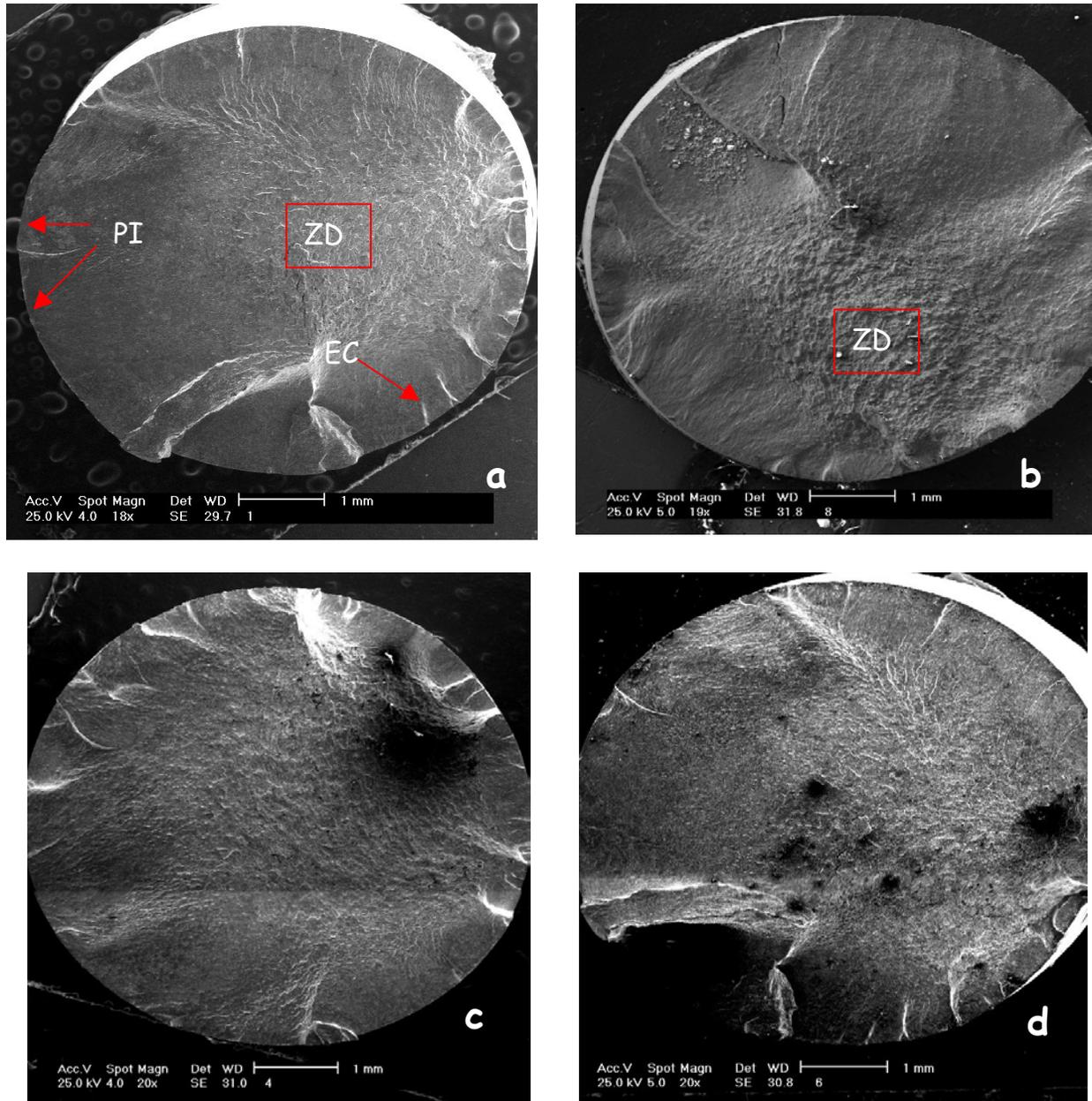
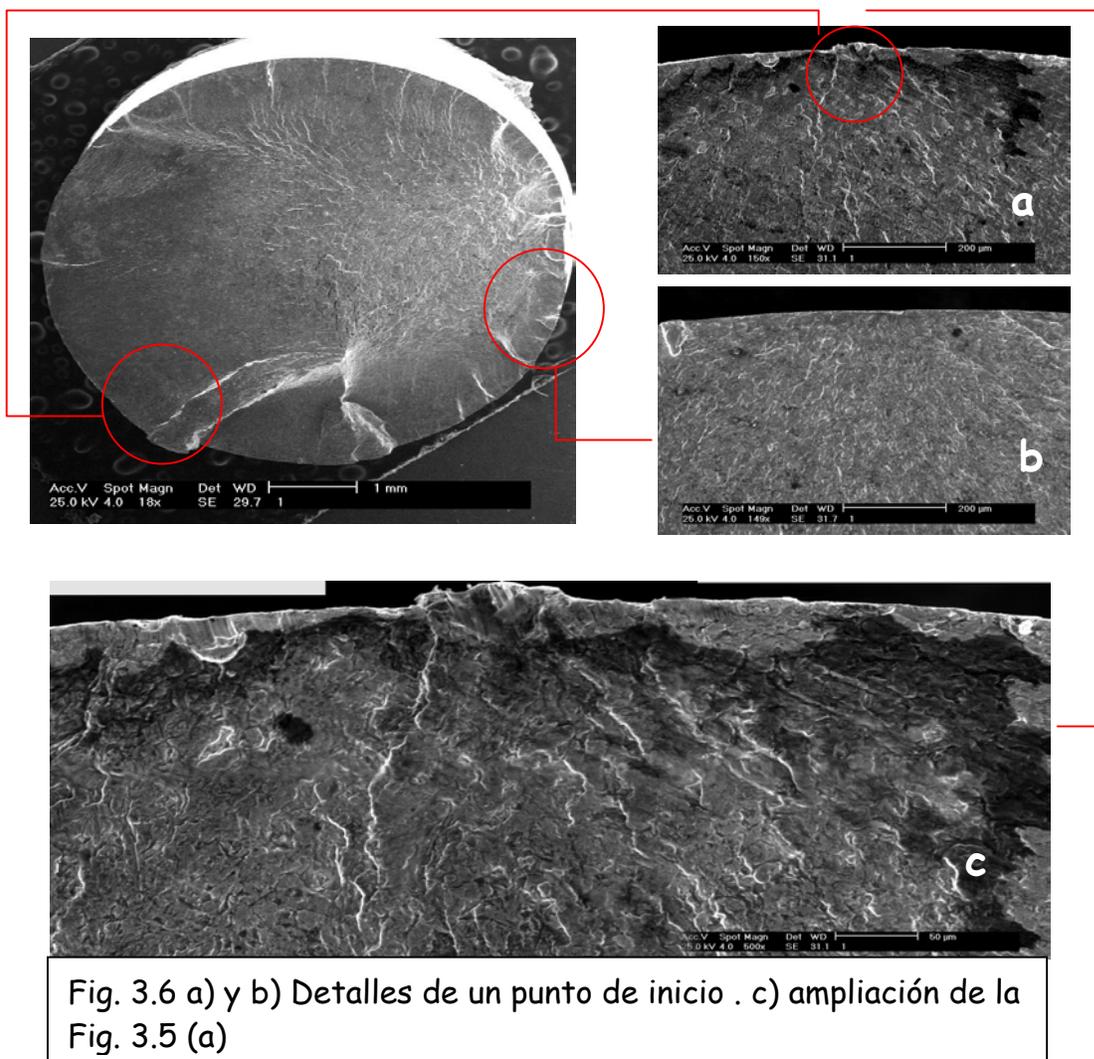
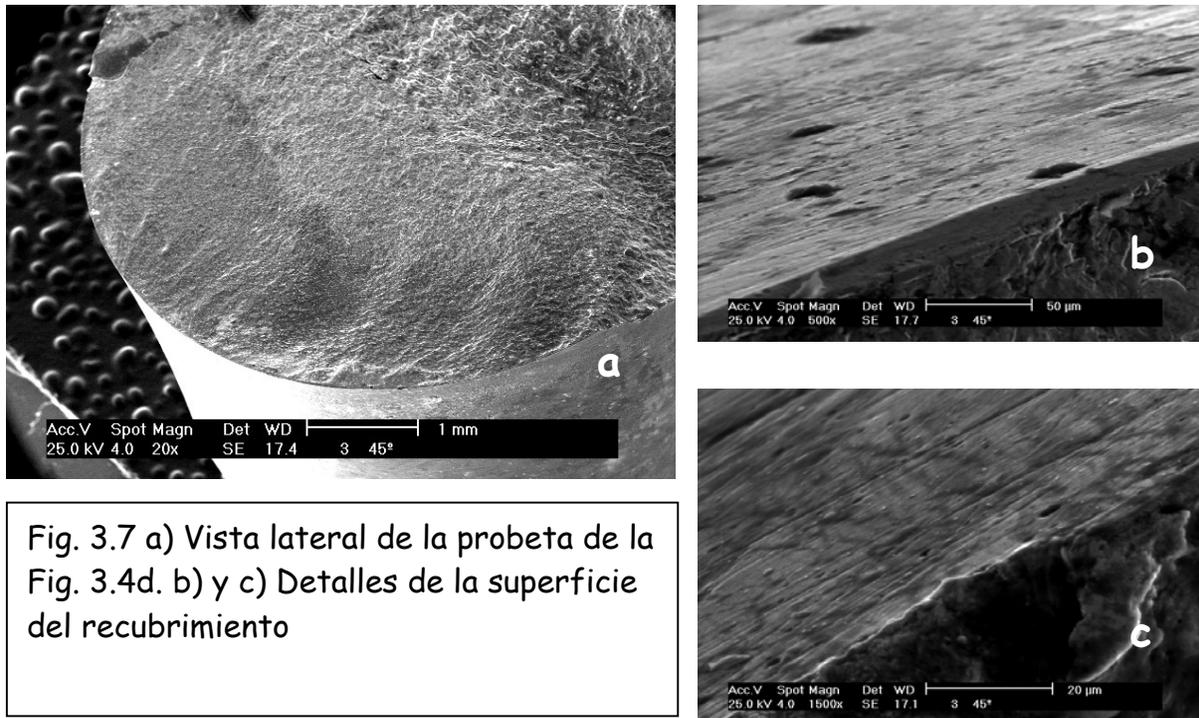


Fig. 3.5. Micrografías de las probetas recubiertas con Balinit Hardlube. a) $S_f=612$ y $N_f=43200$. b) $S_f=650$ y $N_f=35400$ c) $S_f=688$ y $N_f=39900$ d) $S_f=726$ y $N_f=23500$

En la Fig. 3.5 (a, b, c, d) se muestran las macrografías de las probetas recubiertas con Balinit Hardlube, en éstas al igual que en las recubiertas con Balinit Futura, podemos diferenciar las zonas características de fractura por fatiga, vemos la zona lisa de avance de la grieta, la zona rugosa por sobrecarga y también análogamente al estudio anterior podemos observar los múltiples inicios de grieta, caracterizados por la presencia de varios escalones de clivaje, debidos a la coalescencia del frente de dos grietas en propagación. Al igual que el caso anterior, vemos el desplazamiento de la zona de sobrecarga desde el centro de la superficie de fractura hacia la periferia y zonas claramente deterioradas producto de la corrosión, ocasionado por el ambiente utilizado en el ensayo.



En la **Fig. 3.6 (a, b, c)** se muestra un detalle de la probeta mostrada en la (**Fig. 3.5.a**), la cual esta recubierta con Balinit Hardlube, ensayada al menor esfuerzo aplicado, en este detalle podemos ver a mayor aumento dos puntos de inicio de grieta de la probeta (**Fig. 3.6 a y b**) presentando características similares, de la ampliación del punto de inicio mostrada en la **Fig. 3.6 c** podemos observar que el avance de la grieta es del tipo transgranular,. De igual forma en esta ampliación se muestra también claramente el deterioro de la superficie por efecto de la corrosión evidenciado por las zonas oscuras.



En la **Fig.3.7 (a, b y c)**, se muestra un vista de la cara lateral de la probeta mostrada en la **Fig 3.4 d** recubierta con Balinit Futura utilizando para esta observación un porta muestras el cual expone los especimenes a 45° en relación al haz de electrones dentro de la cámara del microscopio, para observar las condiciones en la superficie del recubrimiento en esta zona. En principio se observa de estos detalles **Fig 3.7 (b y c)**, la presencia de poros,

posiblemente se puede inferir que estos se originan del desprendimiento de los nódulos que se forman durante el proceso de deposición los cuales al estar poco adheridos al volumen del sustrato se desprenden originando estos poros, los cuales representan puntos potenciales para la nucleación de las grietas. Sin embargo, el análisis microestructural no permitió comprobar si dichos poros son conexos o no, no obstante, los resultados obtenidos en fatiga sugieren que los mismos deben ser *no conexos*, de manera que el recubrimiento sigue representando una barrera aislante que separa al sustrato del medio corrosivo.

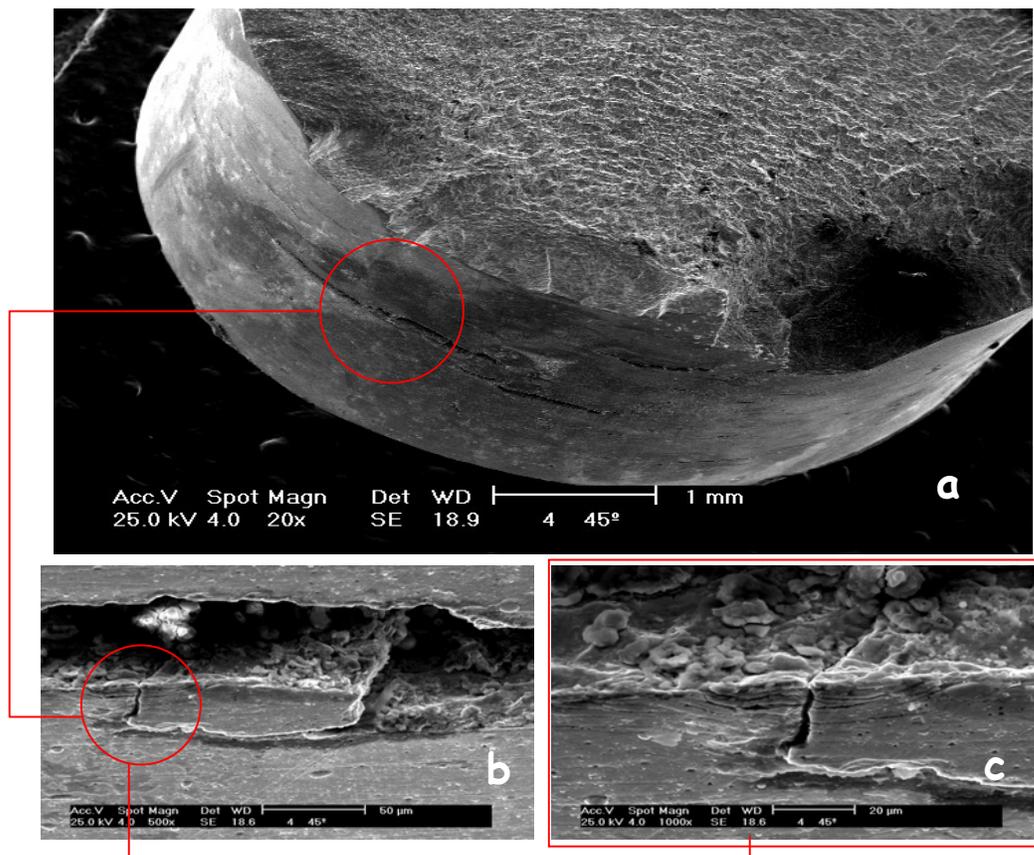
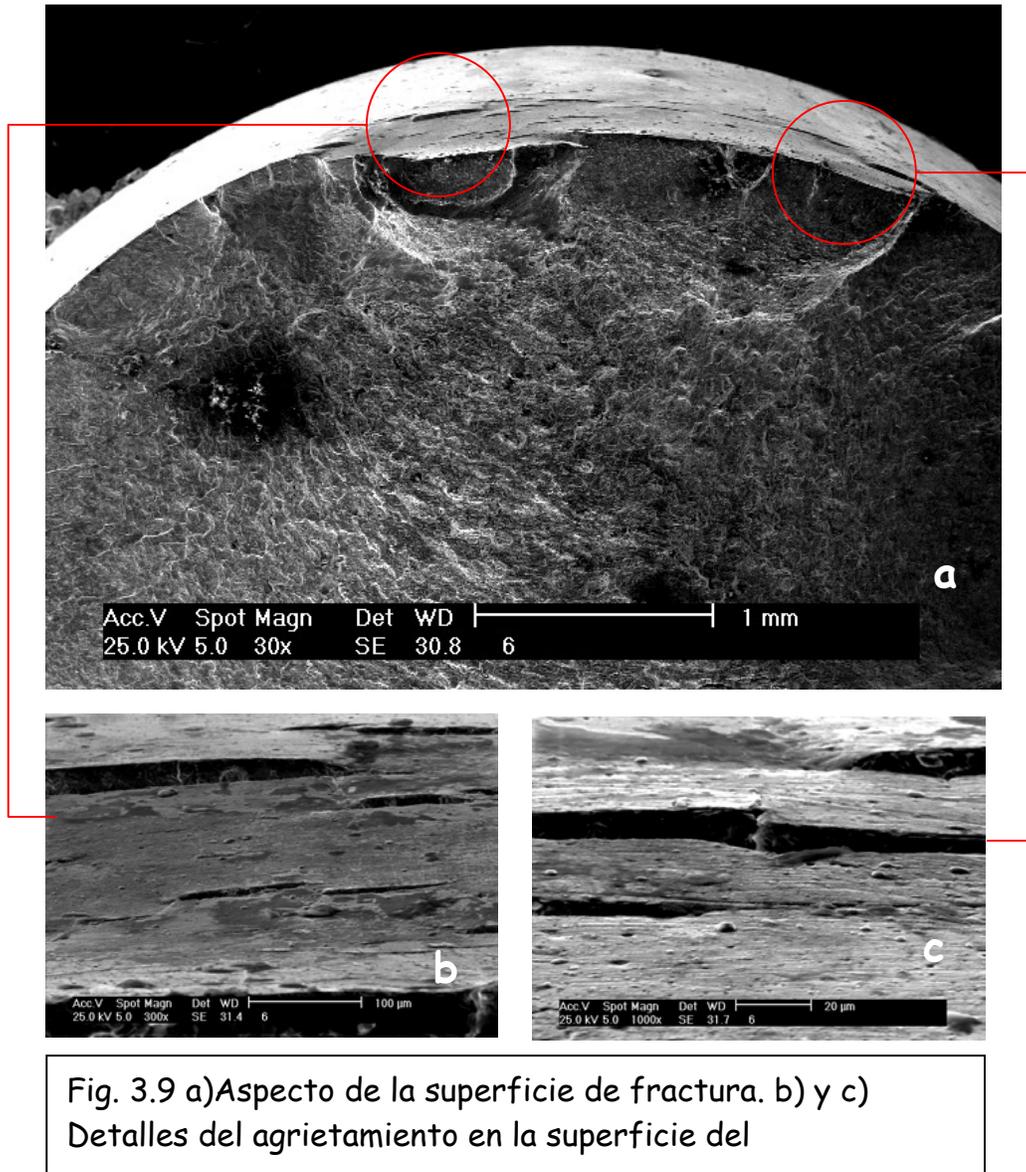


Fig. 3.8 a) Vista de la cara lateral de la probeta de la Fig. 3.5c. b) Grieta en la superficie del recubrimiento c) Detalle de la grieta

En las **Fig 3.8 (a,b,c)** se muestra al igual que en el caso anterior una vista de la cara lateral a 45° de una probetas recubierta con Balinit Hardlube mostrada en la **Fig. 3.5 (c)**, observando una condición de agrietamiento del recubrimiento. En el detalle mostrado en la **Fig. 3.8b** se muestra la formación de una grieta en la superficie del recubrimiento paralela a la zona de fractura y a su vez está interceptada por una grieta secundaria, generando en este punto una zona de alta deformación. Del detalle mostrado en siguiente figura (**Fig. 3.8.c**) se aprecia que el recubrimiento no puede acompañar al substrato durante la deformación plástica, de manera que el recubrimiento se fractura y permanece adherido al material base, también podemos evidenciar que no existen puntos preferenciales de nucleación de la grieta, sino que es un proceso aparentemente gobernado por la probabilidad de que una grieta nuclea indistintamente en algún punto de la superficie libre de manera aleatoria.



En la **(Fig. 3.9.a)**, muestra el aspecto típico de la superficie de fractura en la zona de despegue o labio de corte, la presencia de esta textura fibrosa ya hemos discutido que tienen su origen en la existencia de microhoyuelos característicos de procesos de fractura dúctil en donde una vez alcanzados esfuerzos lo suficientemente elevados producto de la disminución del área específica de superficie, el material experimenta un fenómeno conocido como

inestabilidad plástica que en principio propicia la coalescencia masiva de defectos microcristalinos de carácter volumétricos que finalmente conducen a la formación de los microhoyuelos. Adicionalmente los detalles c y d de la figura descrita anteriormente, refleja un aspecto ya discutido ampliamente, el cual esta relacionado con la presencia de un gran numero de grietas superficiales orientadas de forma paralela a la superficie de fractura, lo cual las define como grietas primaria que no alcanzaron un tamaño critico que provocara el colapso de la pieza. Sin embargo esto puede sugerir dos cosas; en primer lugar, se podría pensar que el conjunto no presenta irregularidades, por lo menos en la superficie que potencie esas zonas como puntos de nucleación de grietas por fatiga o en segundo lugar que este sistema no es susceptible a la presencia de entallas, claro está, este ultimo comentario debe ser corroborado con la determinación del Coeficiente de sensibilidad a la entalla conocido como K_t .

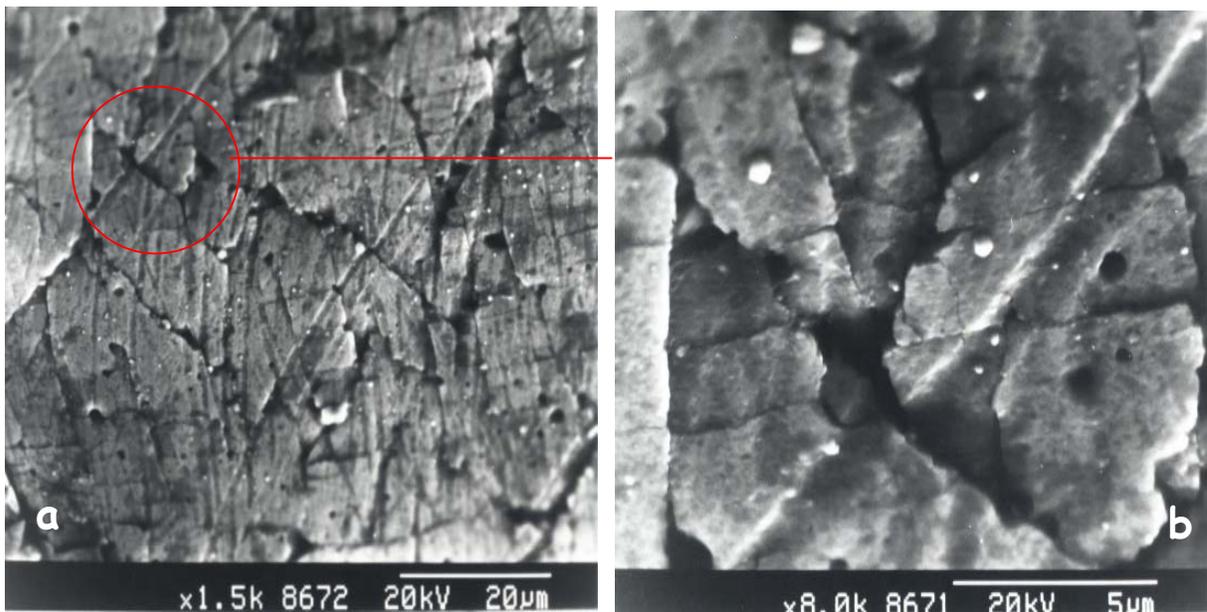


Fig.3.10 a) Vista general en aumento del recubrimiento Balinit Futura b) Detalle de unos poros y grietas de la Fig. anterior

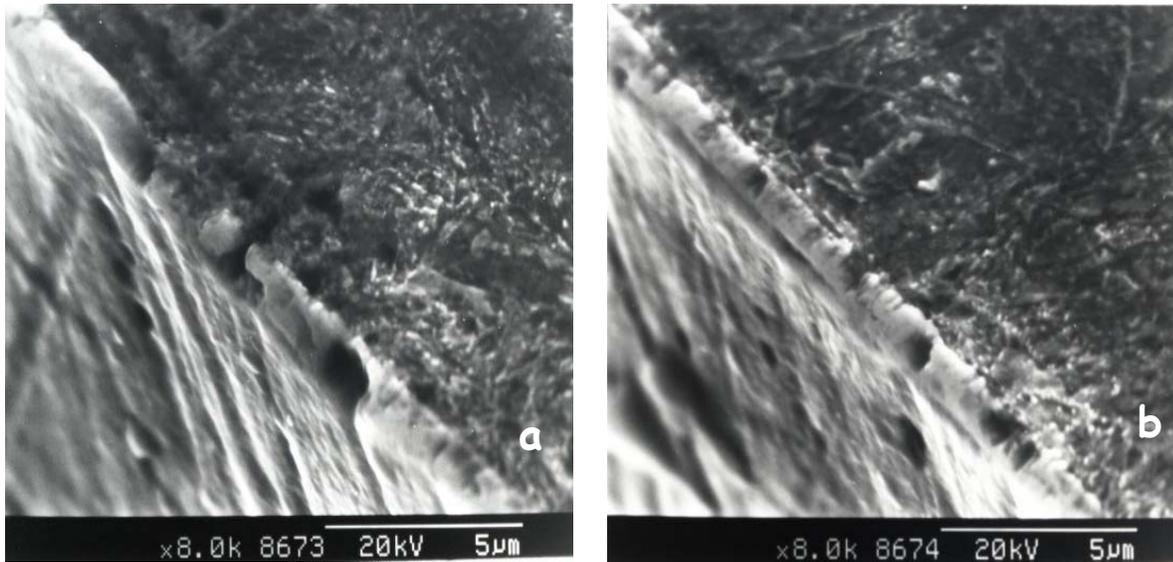
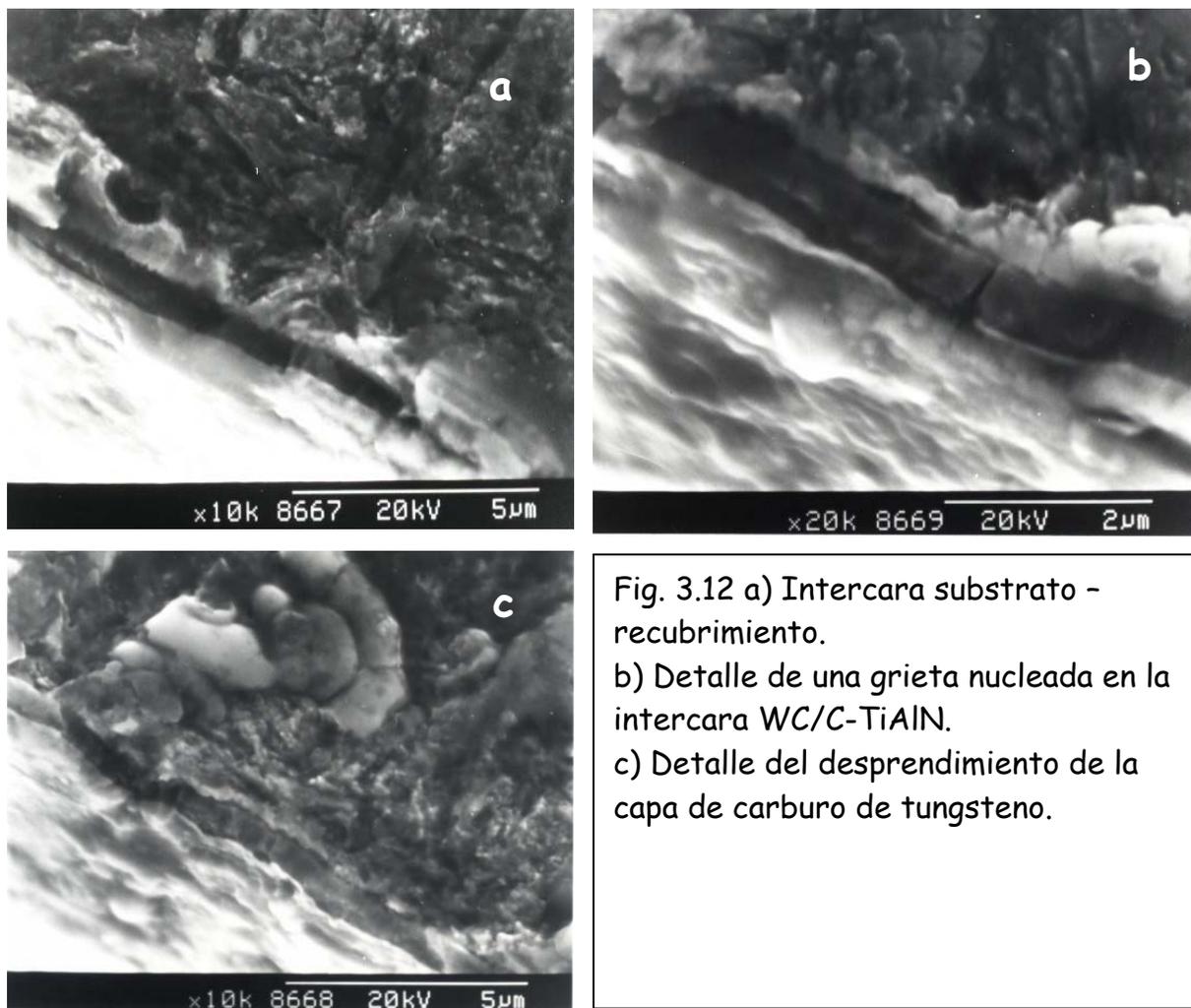


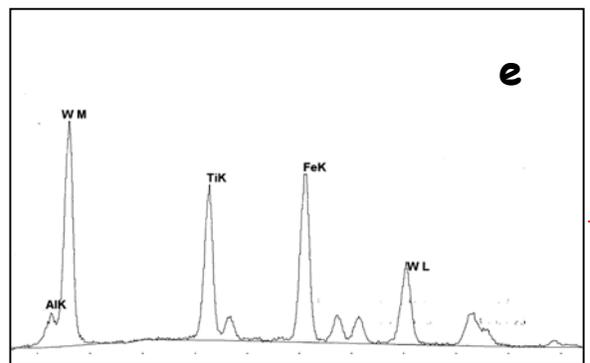
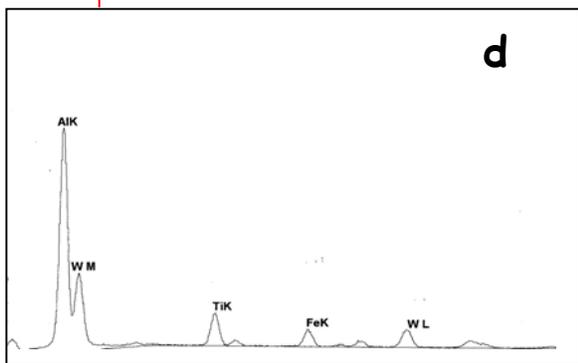
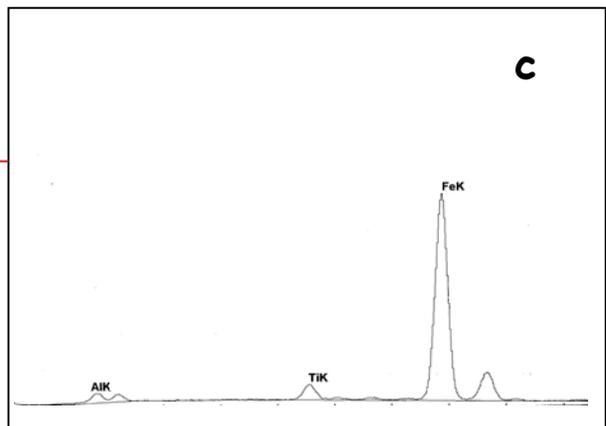
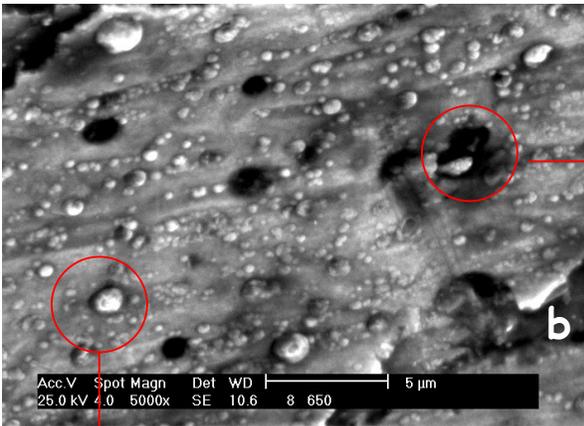
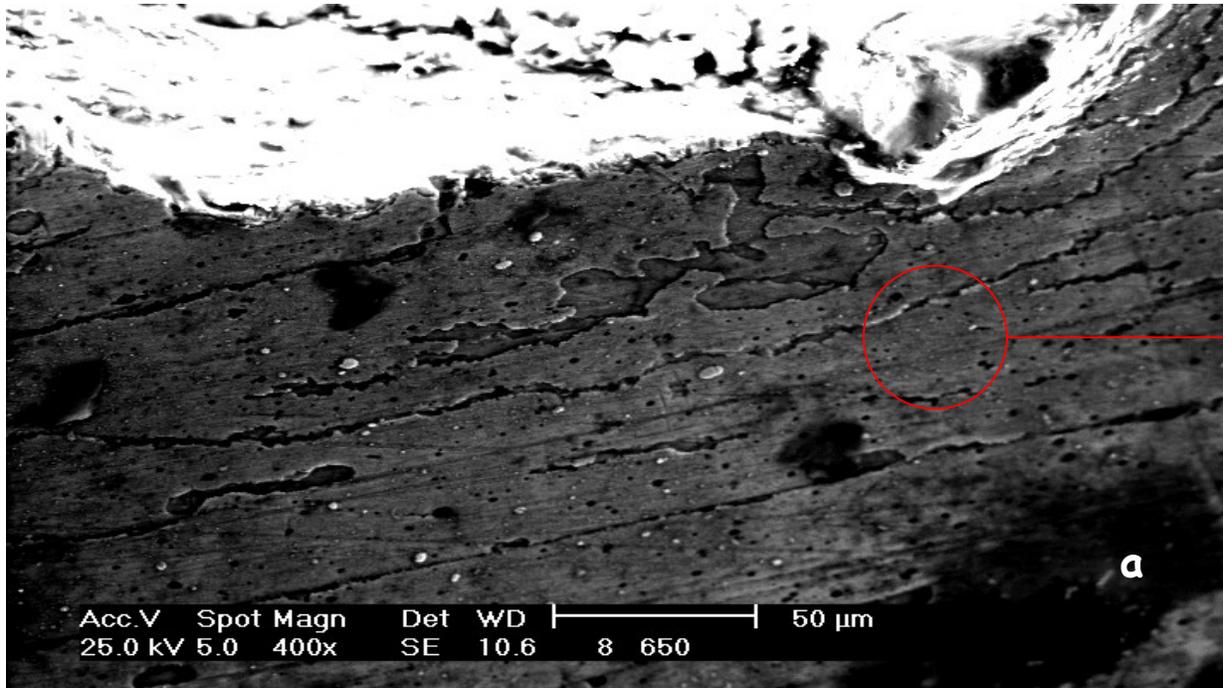
Fig.3.11 a) y b) Detalles de la intercara substrato - recubrimiento del Balinit Futura.

La **Fig. 3.10 (a, b)** expone la superficie del recubrimiento Balinit Futura de la **Fig. 3.4 a**. Una vista general (a) y un detalle (b) a magnificaciones considerables, pudiendo observar de estas, la presencia de poros y nódulos posiblemente producto del proceso de deposición. Un aspecto característico es la relación que guardan todas estas grietas secundarias a nivel superficial con los poros pre-existentes, recordemos que la micrografía en cuestión es de una probeta ensaya a fatiga corrosión, si bien es cierto que no todos los poros son interceptados por una grieta, todas las grietas si se desplazan a través de estos poros, detalle a tomar en consideración si queremos establecer algún mecanismo de nucleación y propagación de las grietas durante el estudio. En la **Fig. 3.11**. se exhibe la intercara substrato – recubrimiento de la probeta mostrada en la figura anterior, observándose en gran detalle los poros presentes en el recubrimiento en sección transversal , destacando que los mismos, en algunos casos consumen el espesor del recubrimiento en otras

palabras representan poros de tipo conexos y otros están enteramente embebidos en el espesor de la película y finalmente tenemos poros los cuales emergen a la superficie libre pero no la comunican con el substrato. Ahora bien un aspecto de sumo interés que se aprecia en la micrografía en relación a la interacción que se percibe entre poros y las grietas incipientes que se muestran, nos permite inferir que la nucleación de la grieta tiene lugar en las periferia de estos poros avanzando unas pocas micras a través del recubrimiento y finalmente es transferida al substrato. Esto seguramente tiene su explicación en la condición de alta deformación adyacente al poro en su carácter de discontinuidad que sugiere ser un concentrador de esfuerzo.



En la **Fig. 3.12 (a, b, c)** se muestra un perfil del recubrimiento de la probeta mostrada en la **Fig. 3.5 d** donde se observa la intercara substrato – recubrimiento de una muestra recubierta con Balinit Hardlube, en la cual se encuentran bien diferenciadas las dos capas de la película que conforman el recubrimiento, la capa mas externa es el carburo de tungsteno (WC/C) y la mas interna es de Nitruro de Titanio al Aluminio (TiAlN) (a). En la **Fig. 3.12 b** se muestra un detalle a de la película en la cual se aprecia claramente que las grietas se originan en la intercara WC/C-TiAlN y se propaga a lo largo de dicha intercara así como también en la dirección perpendicular a esta, consumiendo la película de TiAlN y finalmente penetrar al substrato, este comportamiento permite explicar el fenómeno de laminación que ocurre en la superficie de la película Hardlube que se observa en detalle en la figura **Fig. 3.12 c**, de esta última observamos claramente el desprendimiento de la capa mas externa (WC/C).



En la **Fig. 3.13a** se expone una vista de la cara lateral del conjunto substrato – recubrimiento (Balinit Hardlube) donde podemos evidenciar lo anteriormente explicado, en esta foto vemos claramente las diferentes zonas formadas luego del desprendimiento de la capa externa, al realizar un análisis puntual por EDS observamos que en estas zonas no hay presencia de elementos como el W, lo que demuestra que esta parte o capa de la película se ha desprendido. **la Fig. 3.13 b** nos muestra un detalle de la superficie en la cual observamos la presencia de algunos nódulos y algunos poros , se realizaron de igual forma análisis puntuales en dichos nódulos a fin de determinar la naturaleza elemental de los mismos, reflejando una concentración importante de Al, por otra parte se trato de caracterizar químicamente la base de alguno de los poros y así verificar si los mismos conectaban la superficie libre del recubrimiento con el substrato, lo cual arrojó un resultado poco confiable debido a la profundidad de interacción del haz de electrones al incidir sobre el espécimen.

CONCLUSIONES

A continuación se presentan las conclusiones mas relevantes, observadas en nuestra investigación, las mismas están sustentadas en los resultados obtenidos, estas se enumeran en adelante en el mismo orden en el cual se realizó en el análisis de los mismos.

El proceso de deposición de los distintos recubrimientos estudiados no provoca ningún efecto sobre las propiedades mecánicas del material base, de lo que se intuye que dicho comportamiento esta asociado a la estabilidad microestructural del acero AISI 4340 en el intervalo útil de temperatura del proceso.

En el plano evaluado, la dureza no presenta variación alguna, por lo que el material es homogéneo en su microestructura, condición extrapolable a su volumen. Así mismo podemos decir que no hay efecto de tamaño de huella en el comportamiento del sustrato.

El comportamiento del conjunto sustrato-Balinit Futura posee una mayor dependencia de la carga aplicada en comparación con el conjunto sustrato- Balinit Hardlube, en el ensayo de dureza. Esto nos sugiere que para el segundo conjunto en todo momento existe un menor efecto por tamaño de huella. Así mismo los valores de durezas compuesta de los conjunto permiten concluir para el sistema Balinit Hardlube en todo momento el sustrato aporta tiene una mayor contribución a la propiedad que para el caso del Balinit futura.

Los valores de σ_y y σ_{uts} se vieron incrementados para ambos conjunto substrato-recubrimiento, y como consecuencia aumentan las propiedades mecánicas. Entonces podemos inferir que las variaciones que observemos en el conjunto estarán definitivamente asociadas a la presencia de la película en ambos casos.

La presencia de películas delgadas, consideradas como depósitos de alta dureza, incrementan la vida a la fatiga de aceros de baja aleación y alta resistencia.

Para el recubrimiento Balinit Futura, las grietas de fatiga se originan en los poros pre-existentes posiblemente productos del proceso de deposición, estas grietas luego de dejar al poro avanzan hacia el substrato; mientras que para el recubrimiento bicapa Balinit Hardlube las grietas de fatiga se originan en la intercara WC/C-TiAlN, desprendiendo la capa mas externa (WC/C) y luego avanzando hacia el substrato.

A medida que la tecnología avanza, podemos construir piezas de menores dimensiones, ya que estas al ser recubiertas con estos procesos de tecnología de punta se ven incrementadas sus propiedades mecánicas, logrando así propiedades semejantes y hasta superiores que las piezas de mayor tamaño.

RECOMENDACIONES

En cuanto a la caracterización de la película se podría sugerir algunas ideas tendentes a ampliar los conocimientos sobre algunos aspectos de interés que permiten explicar el desempeño macroscópico de estos conjuntos. En tal sentido, realizar estudios bien sea por Difracción de Rayos X o Difracción de Electrones Retrodispersados EBSD, para establecer la condición real de los esfuerzos residuales presentes en las películas, haciendo énfasis las condiciones de la intercara. Así como también realizar preparaciones de la película en sección transversal para ser examinada a través de las técnicas de Microscopia Electrónica de Transmisión a objeto de establecer una caracterización estructural presente en la intercara y mecanismos de enlace a escala atómica.

Dirigir estudios complementarios que permitan predecir el desempeño durante el servicio, de herramientas de corte y matricería modificadas superficialmente a través de estas técnicas, con estos depósitos u otros recubrimientos de la misma naturaleza. Ya que estos tienen grandes aplicaciones en el área de la manufactura, industria automotriz y metal-Mecánica en general.

Mejorar el diseño de la cámara de corrosión en termino de solventar algunas deficiencias de operación durante el ensayo, entre las cuales podríamos destacar: Dimensiones, mejorar la hermeticidad del sistema y ubicación del sistema de carga y descarga entre otras.

REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- 1) ASTM Handbook, 1994, Malishev, Nikolaiev, Shuvalov, 1975.
- 2) Thornton /Y/ Colangelo, 1987;Catalogo Ferrum.
- 3) Metals Handbook, “Fatigue Failure in Metals”; Fatigue and Fracture; vol 19; pp 63-71.
- 4) Metal Hadbook, “Fatigue Testing”; Mechanical Testing, vol 8, pp 363-378.
- 5) Dieter, G.E.;“Mechanical Metallurgy”; MacGraw-Hill: pp 375-431. 1986.
- 6) P.J.E. Forsyth; “The physical Basis of Metal Fatigue”; New York, editorial American Elseiver Scientific Publishing Company; pp 38-55.
- 7) ASM, “Atlas of Microestructure of Industrial Alloys”, vol 7, 1972.
- 8) Orowan, E.;“Proc. Roy. Soc.A”, 171,79, 1939.
- 9) Williams, T.R.G.: Unppublished M.O.A. Report.
- 10) Sinclair, G.M, and Craig, W.J.: “Trans. Amer. Soc. Metals”; 44, pág.929, 1952.
- 11) Karry, R.W. And Dolan, T.J.: “Proc. Amer. Soc. Test. Master”; 53, pág.789, 1953.
- 12) Forrest, P.G.; “Fatiga de los Metales”, pp 72-152; Londres; 1962.
- 13) ASM, “Mechanism of Corrosion Fatigue”; Fatigue and Fracture, V. 19 pp, 186-192.
- 14) CNEA, CAC, JICA, “Procesamiento de Materiales por Plasma”; cuarto curso Latinoamericano; pp 1-18, 2001.

- 15) ASM, “Growth and Growth-Related Properties of Films Formed by Physical Vapor Deposition”, Lubrication, Friction and Wear Technology, V. 18, pp 538-553.
- 16) GROOVER, Mikell, “Fundamentos de Manufactura Moderna” , Primera Edición, pp 828-831
- 17) P.B.SNV Prasad, S. Ahilar, R. Vasu de Van and SK Seshatr, “Journal of Materials Science Letter”, V. 13 (1994), pp. 113-129
- 18) A. çelik, S. Karadeniz, “Surface and Coatings Technology”, V.72 (1995), pp. 169-173
- 19) R. Perez, Tesis U.C.V (1993), Ps. 100
- 20) E.S. Puchi, M.H. Staia, H. Hintermann, A. Pertuz and J.Chitty, “Thin Solid Films”, V290-291 (1996), pp 370-315
- 21) L.E. Hill y C.A. Deaño, Tesis UCV (1995), Ps 90
- 22) Catalogo BALZERS.
- 23) ASM, “Fatigue Crack Grow Testing”; Fatigue and Fracture, V. 19 pp, 168-181.
- 24) ASM, “Ion Plating”; Surface Engineering, V. 5 pp, 186-192.
- 25) Tatsuya Matsue, Takao Hanabusa, Yasuhiro Miki, Kazuya Kusaca, Eiji Maitani; “Residual Stress in TiN film deposited by arc Ion Plating”, Thin Solid Films, Elseiver.