

TRABAJO ESPECIAL DE GRADO

**ESTUDIO DEL COMPORTAMIENTO A LA FATIGA DE UN
ACERO ESTRUCTURAL AISI 4340 CON UN
RECUBRIMIENTO NANOESTRUCTURADO OBTENIDO
POR PAPVD**

Presentado Ante La Ilustre
Universidad Central De Venezuela

Por los Bachilleres:

Machado P., Jesús E.

Da Silva R., Juan M.

Para optar al título de
Ingeniero Mecánico

Caracas, 2009

TRABAJO ESPECIAL DE GRADO

ESTUDIO DEL COMPORTAMIENTO A LA FATIGA DE UN ACERO ESTRUCTURAL AISI 4340 CON UN RECUBRIMIENTO NANOESTRUCTURADO OBTENIDO POR PAPVD

TUTOR ACADÉMICO: Prof. Eli Saúl Puchi Cabrera

Presentado Ante La Ilustre
Universidad Central De Venezuela

Por los Bachilleres:

Machado P., Jesús E.

Da Silva R., Juan M.

Para optar al título de
Ingeniero Mecánico

Caracas, 2009



UNIVERSIDAD CENTRAL DE VENEZUELA
FACULTAD DE INGENIERIA
ESCUELA DE INGENIERIA MECANICA
DEPARTAMENTO DE TECNOLOGIA DE PRODUCCION



Caracas, 03 de noviembre de 2.009

ACTA

Los abajo firmantes, miembros del jurado por el Consejo de Escuela de Ingeniería Mecánica, para evaluar el Trabajo Especial de Grado presentado por los bachilleres:

JESUS MACHADO y JUAN DA SILVA

Titulado:

“ESTUDIO DEL COMPORTAMIENTO A LA FATIGA DE UN ACERO ESTRUCTURAL AISI 4340 CON UN RECUBRIMIENTO NANOESTRUCTURADO OBTENIDO POR PAPVD”

Consideran que el mismo cumple con los requisitos exigidos por el plan de estudio conducente al Título de Ingeniero Mecánico.

Prof. José Chitty
Jurado



Prof. Crisanto Villalobos
Tutor

Prof. Alberto Pertuz
Jurado

DEDICATORIA

A mis padres, quienes con su motivación y apoyo me impulsan en el camino de constante superación

A mis hermanas, Mariale, Gabi y Zovro, simplemente por estar allí de la manera tan única en que lo hacen, demostrarme que los sueños se alcanzan cuando uno se lo propone y darme las bases para mi camino.

A esos 2 grandes soles que iluminan mi vida, mis sobrinos Ángel David y Mariana, que vean en mí que imposible es nada.

A mi abuelo Benicio... nunca te conocí pero donde quieras que estés, gracias por ser la luz que me ha iluminado el camino.

A todos los que me han acompañado en este camino, a mis hermanos de alma: Hectsy, José Manuel, Santos, Alejandro, Adriana y Gabriela por su apoyo y confianza en mí a toda hora; a mi mano derecha en este trabajo Juan Manuel Da Silva; y especialmente a mis amigos Maru, Danny, Jesús y Jorge... si he llegado alto ha sido porque me he apoyado en hombros de gigantes

Jesús Eduardo Machado Páez

DEDICATORIA

Le doy gracias a Dios por darme la fuerza de asumir este compromiso y poder culminar con éxito esta difícil tarea que comencé hace 5 años.

Le doy gracias a mis padres por estar en los momentos difíciles apoyándome en todas mis decisiones además de haberme otorgado una buena educación, pilar fundamental de esto que construimos.

Les doy gracias a mis abuelos Juan, Fernanda, Pina y Francisco por ayudarme en todo lo que estuviese a su alcance, por estar en las buenas y en las malas, aconsejándome a toda hora, dándome siempre aliento para seguir en la lucha y tener éxito en la vida.

Les doy gracias a mis tíos Carlos Rodrigues, Juan, Eduardo, Alicia, Carlos, Ana María, Carlos Velasquez, Lily y Carlos Massimo por ser pilares en la toma de decisiones, estar ahí cuando lo necesitaba, siempre teniendo una mano amiga incondicional con quien contar y viendo en ellos ejemplos a seguir para mejor día a día.

Le doy gracias a Jesús Machado, amigo y compañero de tesis, por haber aceptado afrontar este compromiso y recibirme teniendo la confianza de que no lo defraudaría, de que haría lo mejor posible y no lo abandonaría en este proyecto especial de grado.

Le doy gracias a Carla Massimo, compañera, amiga incondicional y novia quien me ayudó en estos cinco años de carrera, entendiéndome en todos los momentos complicados, empujándome a asumir todos los retos y compromisos que venían en el camino y siempre siendo oídos en los momentos que se necesitaba.

Juan Manuel Da Silva Rodrigues

AGRADECIMIENTOS

A la Universidad Central de Venezuela, por ser nuestra casa de estudios donde se nos permitió el desarrollo de nuestras habilidades y capacidades que tienen como resultado la realización del presente Trabajo Especial de Grado.

A nuestro tutor, el profesor Elí Saúl Puchi Cabrera, por su abnegada colaboración en la guiatura de esta investigación

A nuestro profesor y amigo Crisanto Villalobos por su orientación y asistencia técnica así como también por servirnos de apoyo durante la ausencia de nuestro tutor.

A las profesoras Maricely De Abreu y Denise Santaromita, por su apoyo incondicional durante las distintas etapas del desarrollo de esta investigación.

Al personal de la escuela de Ingeniería Metalúrgica y Ciencia de los Materiales: su directora Profa. Sonia Camero, a los profesores Edwuin Carrasquero, Freddy Fraudita, Engels Ochoa, José Gregorio La Barbera y a la Ing. Ángela Castro.

Al Laboratorio de Microscopía Electrónica, a la Ing. Gelym Mejías y al microscopista Samuel García.

Al Prof. Wilfrido González por prestar sus servicios como encargado del Laboratorio E perteneciente a la Universidad Simón Bolívar, así como también al técnico Henry López encargado del Laboratorio de Ensayos Mecánicos.

Al Ing. Arnaldo Malpica, por permitirnos utilizar las instalaciones de la Fundación Instituto de Ingeniería.

Al Prof. Edoardo Bemporad y al equipo del Laboratorio Interdepartamental de Microscopía Electrónica de la Univesità degli Studi Roma 3, por la asistencia técnica a esta investigación realizada de manera conjunta.

Al FONACIT, por otorgar los recursos económicos con los cuales se realizó el presente trabajo de grado.

A todas aquellas personas, amigos, familia, conocidos, que de una forma u otra colaboraron con el desarrollo de este trabajo.

***Jesús Eduardo Machado Páez
Juan Manuel Da Silva Rodrigues***

Machado P., Jesús E. Y Da Silva R., Juan M.

**ESTUDIO DEL COMPORTAMIENTO A LA FATIGA DE UN
ACERO ESTRUCTURAL AISI 4340 CON UN
RECUBRIMIENTO NANOESTRUCTURADO OBTENIDO
POR PAPVD.**

Tutor Académico. Prof. Eli Saúl Puchi Cabrera.

**Tesis. Caracas. Universidad Central de Venezuela, Facultad de Ingeniería,
Escuela de Ingeniería Mecánica, 2009. 130 pp.**

Palabras Claves: LÍMITE DE FATIGA, PROPIEDADES MECÁNICAS,
RECUBRIMIENTO, PAPVD, BALINIT HELICA.

Resumen.

El presente trabajo se llevó a cabo a fin de determinar el efecto de un recubrimiento de BALINIT® HELICA (de base Al-Cr), depositado mediante la técnica PAPVD, en el límite de fatiga de un acero AISI 4340 templado y revenido, evaluado en condiciones de flexión rotativa. Las muestras recubiertas fueron analizadas desde el punto de vista de su condición superficial y se determinó la dureza absoluta del recubrimiento a través de técnicas de microindentación, siendo esta de aproximadamente 50 GPa. Un ensayo de tracción de una muestra recubierta indicó un aumento aparente de 12% en el esfuerzo de fluencia y una disminución del 22% en el esfuerzo real a carga máxima, en comparación con el material sin recubrir. El límite de fatiga fue evaluado en el intervalo de esfuerzos alternantes máximos de 485-565 MPa, dependiendo de la condición del material. Se determinó que la presencia del recubrimiento da lugar a una disminución de 15% en el límite de fatiga en comparación con el acero sin recubrir. Se evaluó el efecto de la aplicación de cargas cíclicas al material, en las propiedades mecánicas estáticas del mismo, empleándose muestras sometidas a 5×10^6 ciclos, determinándose un leve aumento de 7% en el esfuerzo real a carga máxima y una disminución significativa de 66% en la deformación real a carga máxima. El estudio fractográfico permitió analizar en detalle las diferentes zonas características de la superficie de fractura, determinándose el rol del recubrimiento en el proceso de falla por fatiga del material.

Machado P., Jesús E. AND Da Silva R., Juan M.

**A STUDY ON THE FATIGUE BEHAVIOR OF AN AISI 4340
STEEL COATED WITH A NANOSTRUCTURED FILM
DEPOSITED BY PAPVD.**

Academic Tutor: Prof. Eli Saúl Puchi-Cabrera.

**Undergraduate Thesis. Caracas. Universidad Central de Venezuela,
Faculty of Engineering, School of Mechanical Engineering, 2009. 130 pp.**

Keywords: FATIGUE LIMIT, MECHANICAL PROPERTIES, PAPVD,
BALINIT HELICA, COATINGS.

Abstract.

The present work has been carried out in order to determine the effect of a BALINIT® HELICA coating (Al-Cr base film), deposited by means of PAPVD, on the fatigue limit of a quenched and tempered AISI 4340 steel substrate, tested under rotating-bending conditions. The coated samples were analyzed from the surface quality viewpoint and the absolute hardness of the coating was determined from microindentation tests. A value of approximately 50 GPa has been found for such a property. A tensile test conducted on a coated sample indicated an apparent increase of 12% in the yield stress and a decrease in 22% in the true ultimate tensile stress, in comparison with the uncoated samples. The fatigue limit was evaluated in the range of maximum alternating stresses of 485-565 MPa, depending on the material condition. It has been found that the presence of the coating gives rise to a decrease of 15% in the fatigue limit, in comparison with the uncoated substrate. The effect of cyclic loading on the static mechanical properties of the material has also been evaluated employing samples that underwent 5×10^6 cycles. It has been determined that such a loading history gives rise to a slight increase of 7% in the true ultimate tensile stress and a significant decrease of 66% true ultimate tensile strain. The fractographic analysis allowed a detailed examination of the fracture surfaces of the tested samples and the determination of the coating role on the fatigue fracture mechanism of the coated specimens.

ÍNDICE GENERAL

INTRODUCCIÓN	1
OBJETIVOS	3
CAPÍTULO I. FUNDAMENTOS TEÓRICOS	
1.1. FATIGA DE METALES	4
1.1.1. Carga de Fatiga	4
1.1.2. Curva S-N	7
1.1.3. Límite de Fatiga	10
1.1.4. Modelos que Describen la Curva S-N	11
1.1.5. Variables que Afectan la Vida a la Fatiga	12
1.1.6. Falla Producida por Fatiga	16
1.1.7. Daño Acumulado	21
1.2. EL SUBSTRATO: ACERO AISI 4340	22
1.2.1. Generalidades	22
1.2.2. Efecto de los Elementos Aleantes	23
1.2.3. Designación	24
1.2.4. Tratamientos Térmicos para el Acero	25
1.2.5. Aplicaciones	26
1.3. TÉCNICAS DE DEPOSICIÓN	27
1.3.1. Generalidades	27
1.3.2. Ventajas del Proceso de Deposición Física en Fase de Vapor (PVD)	28
1.3.3. Procesamiento por Plasma	28
1.3.4. Técnicas Derivadas de los Procesos de Deposición Física en Fase de Vapor	29
1.4. TECNOLOGÍA DE RECUBRIMIENTOS	30
1.4.1. Balinit [®] Helica	31
1.5 ANTECEDENTES	32
CAPÍTULO II. METODOLOGÍA EXPERIMENTAL	
2.1. DIAGRAMA GENERAL DEL PROCESO	36
2.2. MECANIZADO Y PREPARACIÓN SUPERFICIAL DE LAS PROBETAS	37
2.2.1. Probetas De Tracción Y Fatiga	37
2.2.2. Discos	39
2.3. DEPOSICIÓN DEL RECUBRIMIENTO	40
2.4. ENSAYOS REALIZADOS EN LA UNIVERSIDAD CENTRAL DE VENEZUELA	42

2.4.1.	Ensayo de Microindentación	42
2.4.2.	Perfilometría	45
2.4.3.	Determinación del Espesor del Recubrimiento	47
2.4.4.	Ensayo de Tracción	49
2.4.5.	Ensayos de Fatiga	52
2.4.6.	Ensayo de Líquido Penetrante	56
2.4.7.	Ensayo de Tracción Post Fatiga	58
2.4.8.	Estudio Fractográfico	59
2.5.	ESTUDIOS REALIZADOS EN LA UNIVERSITÀ DEGLI STUDI ROMA 3	62
2.5.1.	Preparación Superficial	63
2.5.2.	Análisis de Defectos a Través de Microscopía Óptica	63
2.5.3.	Ensayos de Dureza	64
2.5.3.1.	Microindentación	64
2.5.3.2.	Nanoindentación	64
2.5.4.	Evaluación de Esfuerzos Residuales	65
2.5.5.	Observación FIB/SEM	66
2.5.6.	Composición Química	66
CAPÍTULO III. RESULTADOS Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS		
3.1.	Ensayos de Microindentación	68
3.2.	Perfilometría	75
3.3.	Determinación del Espesor del Recubrimiento	77
3.4.	Ensayo de Tracción	78
3.5.	Ensayos de Fatiga	79
3.6.	Ensayos de Líquido Penetrante	86
3.7.	Ensayos de Tracción Post Fatiga	87
3.8.	Análisis de Defectos por Microscopía Óptica	91
3.9.	Nanoindentación	96
3.10.	Evaluación de Esfuerzos Residuales	100
3.11.	Observación FIB/SEM	102
3.12.	Composición Química	107
3.13.	Estudio Fractográfico	108
CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES		122
REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS		127

INDICE DE FIGURAS

CAPÍTULO I

Figura N° 1.1. Espectro de carga de una aeronave: (a) Real (b) Simplificado	5
Figura N° 1.2. Nomenclatura para Esfuerzos de Amplitud Constante	5
Figura N° 1.3. Esfuerzo Alternante	6
Figura N° 1.4. Esfuerzo Pulsante	7
Figura N° 1.5. Esfuerzo Fluctuante	7
Figura N° 1.6. Curvas S-N para diferentes materiales.	8
Figura N° 1.7. Curva <i>S – N</i>	9
Figura N° 1.8. Deslizamiento cíclico como formación de la grieta.	18
Figura N° 1.9. Efecto de los bordes de grano en el crecimiento de la grieta	19
Figura N° 1.10. Representación de la superficie de fractura por fatiga bajo distintas condiciones de esfuerzo	20

CAPÍTULO II

Figura N° 2.1. Medidas en milímetros de las probetas de fatiga según norma ASTM E606.	37
Figura N° 2.2. Medidas en milímetros de la probeta de tracción según norma ASTM A370.	37
Figura N° 2.3. Probetas de Fatiga.	38
Figura N° 2.4. Conjunto de torno de baja velocidad.	38
Figura N° 2.5. Medidas en milímetros de los discos para los ensayos de Dureza, Interferometría Óptica y Calotest.	39
Figura N° 2.6. Disco Recubierto de BALINIT® HELICA.	39
Figura N° 2.7. Equipo de Pulido de Plato Giratorio.	40
Figura N° 2.8. Esquema de Posiciones Dentro del Reactor.	41
Figura N° 2.9. Microdurómetro Marca Teswell Modelo FLC 50V.	42
Figura N° 2.10. Perfilómetro marca ZYGO modelo NEW VIEW 200.	45
Figura N° 2.11. Equipo de Calotest.	47
Figura N° 2.12. Huella dejada por la esfera en el Calotest.	48
Figura N° 2.13. Máquina para Ensayos Mecánicos Shimadzu (AG-IS)	49
Figura N° 2.14. Panel de Control Digital de La Máquina de Ensayos Shimadzu (AG-IS).	50

Figura N° 2.15. Máquina de Flexión Rotativa.	52
Figura N° 2.16. Máquina de Tracción MTS-810.	59
Figura N° 2.17 Extensómetro Marca Instron.	59
Figura N° 2.18. Cortadora de Disco Abrasivos.	60
Figura N° 2.19. Cortadora de Disco de Diamante.	61
Figura N° 2.20. Equipo de Microscopía Electrónica de Barrido (MEB).	62

CAPÍTULO III

Figura N° 3.1. Curva de Dureza Vickers vs Profundidad Relativa de la Indentación de un acero de herramientas.	69
Figura N° 3.2. Curva de Dureza vs RID en Acero de Herramientas Recubierto con BALINIT® HELICA. Modelo de Korsunsky.	70
Figura N° 3.3. Curva de Dureza vs RID en Acero de Herramientas Recubierto con BALINIT® HELICA. Modelo de Puchi-Cabrera.	70
Figura N° 3.4. Curva de Dureza Vickers vs Inverso del Tamaño de la Indentación del Acero empleado como sustrato	72
Figura N° 3.5. Curva de Dureza vs RID en Acero Recubierto con BALINIT® HELICA. Modelo de Puchi-Cabrera.	73
Figura N° 3.6. Curva de Dureza vs RID en Acero Recubierto con BALINIT® HELICA. Modelo de Korsunsky.	73
Figura N° 3.7. Mapa de superficie en Acero Recubierto con BALINIT® HELICA	76
Figura N° 3.8. Imagen del Diámetros Interno y Externos Dejado por una Huella y Observada por un Microscopio Electrónico de Barrido (MEB).	77
Figura N° 3.9. Curva de Esfuerzo Real vs Deformación Real del acero AISI 4340 Recubierto con BALINIT® HELICA.	78
Figura N° 3.10. Curva S-N del acero AISI 4340 sin Recubrimiento.	82
Figura N° 3.11. Curva S-N del acero AISI 4340 Recubierto con BALINIT HELICA.	85
Figura N° 3.12. Curva Comparativa del Límite de Fatiga del acero AISI 4340 Recubierto con BALINIT® HELICA y el acero AISI 4340 sin Recubrir.	86

Figura N° 3.13. Condición general de las probetas recubiertas ensayadas a fatiga	86
Figura N° 3.14. Surcos longitudinales el Probeta recubierta identificada en P5	87
Figura N° 3.15. Gráfica Comparativa de los Resultados de Tracción para las Probetas de Fatiga Recubierta con BALINIT® HELICA.	89
Figura N° 3.16. Gráfica Representativa de la Variación del Esfuerzo Real a Carga Máxima	90
Figura N° 3.17. Representación Gráfica de la Deformación Real a Carga Máxima.	91
Figura N° 3.18. Condición superficial del recubrimiento a (50X)	91
Figura N° 3.19. Número de defectos por clase	93
Figura N° 3.20. Área promedio por clases de defectos.	94
Figura N° 3.21. Factor de forma promedio por clase de defectos.	95
Figura N° 3.22. Observación de la superficie mediante MEB	96
Figura N° 3.23. Carga vs Profundidad de la Huella.	97
Figura N° 3.24. Modulo Elástico vs Profundidad de la Huella luego de la evaluación Estadística de los Datos en Bruto (Relación de Poisson = 0,25)	98
Figura N° 3.25. Curva de Dureza vs Carga	98
Figura N° 3.26. Curva de Dureza vs Profundidad de Indentación luego de Evaluación Estadística de los Datos en Bruto.	99
Figura N° 3.27. Patrón de Círculos para el cálculo de Esfuerzos Residuales.	100
Figura N° 3.28. Curva de Deformación como función de la profundidad de taladrado	101
Figura N° 3.29. Observación MEB luego de seccionado FIB. Detalle y Medición del Espesor de una sola Capa.	102
Figura N° 3.30. Medición del Espesor Total	103
Figura N° 3.31. Detalle de una Partícula sin Reaccionar bajo la Superficie.	103
Figura N° 3.32. Medición del Espesor en Probeta de Fatiga Posición 3 del Reactor (Al Borde de la Probeta).	104

Figura N° 3.33. Medición del Espesor en Probeta de Fatiga Posición 3 del Reactor (Sección Central)	105
Figura N° 3.34. Medición del Espesor en Probeta de Fatiga Posición 5 del Reactor (Al Borde de la Probeta)	105
Figura N° 3.35. Medición del Espesor en Probeta de Fatiga Posición 5 del Reactor (Sección Central)	106
Figura N° 3.36. Detalle de una Capa dentro del Recubrimiento (MET, 120kV, 175.000X)	106
Figura N° 3.37. Perfil de Composición Química Obtenido, sobre la Sección Realizada por FIB	107
Figura N° 3.38. Perfil de Composición Química Obtenido	107
Figura N° 3.39. Vista General de la superficie de fractura de la probeta ensayada a tracción uniaxial (20X)	109
Figura N° 3.40. (a) Vista inclinada de la probeta ensayada a tracción uniaxial (20X) (b) Ampliación de la superficie del recubrimiento en la zona cercana a la rotura (100X) (c) Detalle del la superficie del recubrimiento (600X)	110
Figura N° 3.41. Vista general del área de fractura del sustrato ensayado a fatiga al aire sometido a un esfuerzo de 570 MPa y ciclaje a falla de 600.300 ciclos (a) y a un esfuerzo de 688 y ciclaje a falla de 1.073.000 ciclos (b) (20X)	111
Figura N° 3.42. (a) Zona de fractura de sustrato ensayado a fatiga a un esfuerzo de 570 MPa y ciclaje a falla de 600.300 ciclos (20X) (b) Detalle del inicio de grieta (500X)	112
Figura N° 3.43. Vista general del conjunto sustrato recubrimiento ensayado a (a) 500 MPa y con una vida de 1.324.100 ciclos y a (b) 490 MPa y con una vida de 723.400 ciclos (20X)	113
Figura N° 3.44. Detalle de la superficie de la probeta recubierta ensayada a 500 MPa y con una vida de 1.324.100 ciclos (6000X)	113
Figura N° 3.45. (a) Zona de fractura de sustrato ensayado a fatiga a un esfuerzo de 490 MPa y ciclaje a falla de 723.400 ciclos (20X) (b) Detalle del inicio de grieta (100X)	114

Figura N° 3.46. (a) Vista inclinada de probeta de fatiga ensayada a 500 MPa y con una vida de 1.324.100 ciclos (20X) (b) Detalle de grieta principal paralela al plano de fractura (3000X)	115
Figura N° 3.47. (a) Vista del corte longitudinal a cierto grado de inclinación de la probeta ensayada a fatiga a un esfuerzo de 490 MPa y ciclaje a falla de 1.324.100 ciclos (100X) (b) Detalle del inicio de grieta (300X) (c) Detalle del inicio de grieta (1000X)	116
Figura N° 3.48. Detalle de la superficie de la probeta recubierta ensayada a 490 MPa y con una vida de 1.324.100 ciclos (5000X) cortada longitudinalmente	117
Figura N° 3.49. (a) Vista de la superficie de la probeta recubierta ensayada a 500 MPa y con una vida de 723.400 ciclos (1500X) cortada longitudinalmente (b) Detalle de la intercara (5000X)	118
Figura N° 3.50. (a) Vista superior de la probeta ensayada a tracción luego de ser ensaya a fatiga a un esfuerzo de 470 MPa y ciclaje de 5.000.000 (20X) (b) Detalle de la zona (100X) (c) Detalle de la zona (3000X)	119
Figura N° 3.51. (a) Vista superior de la probeta ensayada a tracción luego de ser ensaya a fatiga a un esfuerzo de 470 MPa y ciclaje de 5.000.000 (20X) (b) Detalle de la zona (200X) (c) Detalle de la zona (1500X)	120
Figura N° 3.52. (a) Vista superior de la probeta ensayada a tracción luego de ser ensaya a fatiga a un esfuerzo de 485 MPa y ciclaje de 5.000.000 (20X) (b) Detalle de la zona (3000X)	121

ÍNDICE DE TABLAS

CAPÍTULO I

Tabla N° 1.1. Composición Química del Acero AISI 4340. % En Peso (en caliente)	23
Tabla N° 1.2. Propiedades de Balinit® Helica	31

CAPÍTULO II

Tabla N° 2.1 Distribución de Probetas.	41
--	----

CAPÍTULO III

Tabla N° 3.1. Resultados del Barrido de Carga en una muestra de Acero de Herramientas Recubierto con BALINIT® HELICA	68
Tabla N° 3.2. Dureza Absoluta del Recubrimiento	71
Tabla N° 3.3. Resultados del Barrido de Carga en una muestra de Acero Recubierto con BALINIT® HELICA	71
Tabla N° 3.4. Dureza Absoluta del Recubrimiento	74
Tabla N° 3.5. Resultados del Análisis de la Rugosidad en Acero AISI 4340 sin recubrir	75
Tabla N° 3.6. Resultados del Análisis de la Rugosidad en Acero AISI 4340 con Recubrimiento de BALINIT® HELICA	75
Tabla N° 3.7. Resultados del Espesor del Recubrimiento.	77
Tabla N° 3.8. Resultados de Tracción del acero AISI 4340 Recubierto con BALINIT HELICA.	79
Tabla N° 3.9. Resultados de los Ensayos de Límite de Fatiga al aire en un acero AISI 4340 sin Recubrimiento.	79
Tabla N° 3.10. Determinación de Parámetros Necesarios para la Obtención del Límite de Fatiga	81
Tabla N° 3.11. Resultados de los Ensayos de Límite de Fatiga al aire del acero AISI 4340 Recubierto de BALINIT HELICA.	83
Tabla N° 3.12. Determinación de Parámetros Necesarios para la Obtención del Límite de Fatiga.	84
Tabla N° 3.13. Resultados Comparativos de las Probetas de Fatiga Ensayadas a Tracción en Aceros AISI 4340 Recubiertos con BALINIT® HELICA.	87

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla N° 3.14. Clasificación de los Defectos Superficiales	92
Tabla N° 3.15. Área Analizada en Microscopía Óptica	93
Tabla N° 3.16. Resultados del Ensayo de Nanoindentación	96

INTRODUCCIÓN

En las últimas décadas, ha sido la tecnología de los recubrimientos la que ha ofrecido una respuesta apropiada a requerimientos necesarios en herramientas de corte con respecto a: aumento en la productividad de maquinado, reducción de mantenimiento e introducción en el mercado de nuevos materiales difíciles de cortar. En tal sentido, el recubrimiento óptimo se determina basándose tanto en las condiciones de uso como en las consideraciones económicas, donde la presencia de este le otorga valor agregado al sustrato.

Es ahora donde este desarrollo se presenta como una herramienta importante dentro del campo específico de la mecánica de materiales que hace relevante el estudio de las propiedades mecánicas derivadas de las nuevas características aportadas por la presencia del recubrimiento sobre el sustrato, así como de la caracterización específica de la naturaleza del recubrimiento y del sistema recubierto.

Como se evidencia en la revisión bibliográfica, se han planteado innumerables estudios que buscan predecir el comportamiento mecánico de herramientas y elementos de máquinas sometiéndolos a condiciones que simulen aquellas bajo las cuales se espera que trabajen. Es común observar que la mayoría de las investigaciones realizadas busquen evaluar la resistencia a la abrasión y a la cizalladura, tendencia a la adhesión y tenacidad, así como también buscan caracterizar la resistencia al desgaste y erosión, parámetros que están estrechamente relacionados con la condición superficial físicoquímica del material.

En este marco propuesto, también es de primordial importancia evaluar la sensibilidad a falla por presencia de cargas variables, caracterizando el límite a la fatiga en conjuntos substratos – recubrimientos. Así, en el desarrollo de la presente investigación, realizada de manera conjunta entre la Universidad Central de Venezuela y la Università degli Studi di Roma 3, se persigue determinar cómo ha sido modificado el comportamiento al límite de fatiga a temperatura ambiente de un acero estructural de tipo AISI 4340 templado y revenido, bajo la presencia de una fina película multicapa conocida con el nombre comercial de BALINIT ® HELICA, obtenida por el proceso de deposición física en fase de vapor asistida por plasma (PAPVD), depositada por la compañía Oerlikon Balzers, en su sucursal ubicada en Milán, Italia.

Asimismo se caracterizará el sistema con respecto a rugosidad superficial, dureza y espesor de la película. Aunado a todo esto, se evaluará el daño acumulado en las probetas de fatiga que no fallen luego de 5 millones de ciclos, con el fin de verificar variación en las propiedades estáticas producto de dicho daño. Finalmente, se llevará a cabo un estudio fractográfico con técnicas de Microscopía Electrónica de Barrido, el cual permite realizar un análisis más detallado de de las superficies de fractura, microestructura, formación de grietas y comportamiento del recubrimiento.

La investigación pretende manifestarse dentro del constante y necesario estudio del desarrollo de nuevos materiales, que ofrecen las prestaciones necesarias para cumplir con las exigentes demandas de las modernas tecnologías de fabricación.

OBJETIVOS

Objetivo General:

Estudiar el comportamiento a la fatiga a temperatura ambiente de un acero estructural de tipo AISI 4340 templado y revenido recubierto por una película nanoestructurada (BALINIT[®] HELICA) obtenida por el proceso de deposición física en fase de vapor asistida por plasma.

Objetivos Específicos

1. Caracterizar preliminarmente el conjunto y el material base con respecto a su superficie.
2. Evaluar el conjunto sustrato recubrimiento bajo condiciones de cargas monotónicas.
3. Evaluar el comportamiento del conjunto sustrato-recubrimiento a la fatiga al aire para obtener el límite de fatiga correspondiente.
4. Realizar el estudio fractográfico de la superficie de fractura del conjunto y evaluar el efecto de la película en los mecanismos de fractura.

CAPÍTULO I

FUNDAMENTOS TEÓRICOS

1.1 FATIGA DE METALES

La documentación sobre el tema de Fatiga de Materiales es bastante extensa; sin embargo la Sociedad Americana para Metales ^[2] (ASM, por sus siglas en inglés) establece que la fatiga es el cambio estructural progresivo, localizado y permanente que ocurre en un material sometido a cargas repetidas o fluctuantes que tienen valores máximos menores o mucho menores que el esfuerzo de fluencia del material. Dicho cambio generalmente conlleva a la falla de la pieza en servicio luego de un número considerable de fluctuaciones; es por esta razón además, que el fenómeno de fatiga va siempre relacionado a cargas dinámicas, diferenciándose abiertamente del comportamiento bajo cargas monotónicas.

Para que se dé el fallo por fatiga, deben actuar precisamente 3 factores en conjunto: esfuerzos cíclicos, deformación plástica y un esfuerzo de tracción. Es este efecto combinado el que genera la formación y propagación de la grieta a través del material en un período considerable de tiempo y una vez que empieza es irreversible.

1.1.1 Cargas de Fatiga

Como ya se mencionó, para que ocurra el fenómeno de fatiga los sistemas deben estar solicitados por fuerzas que varíen en el tiempo. Generalmente, en la práctica estas cargas varían de manera aleatoria; sin embargo, con el fin de simplificar el análisis pueden ser idealizadas en curvas de tipo sinusoidal. La

figura N° 1.1 muestra como ejemplo un espectro real de carga de una aeronave registrado por un acelerómetro y una versión simplificada consiste de varios grupos de oscilaciones sinusoidales.

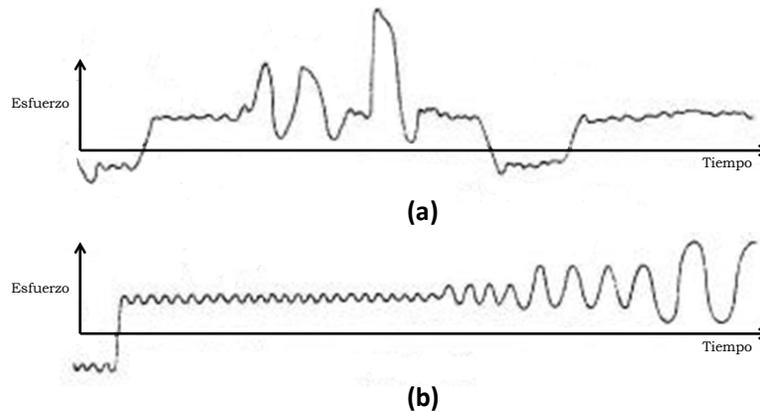


Figura N° 1.1. Espectro de carga de una aeronave: (a) Real (b) Simplificado

De este modo es más fácil realizar el análisis en tramos de amplitud constante. Para dichos tramos Stephens ^[29] sugiere una nomenclatura para la identificación de los componentes que describen el esfuerzo, que se muestra en la figura N° 1.2.

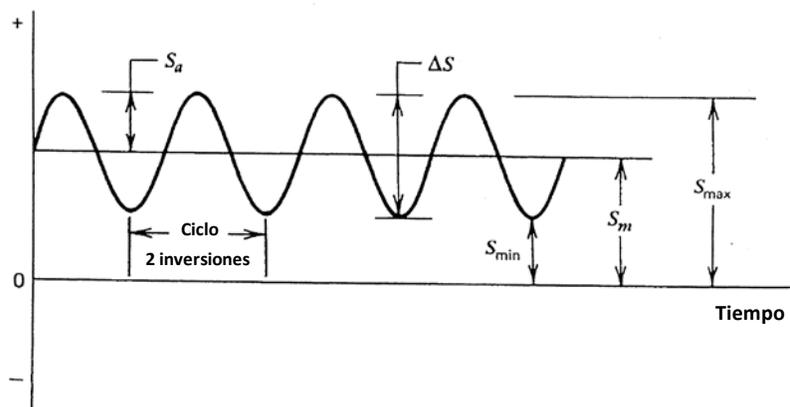


Figura N° 1.2. Nomenclatura para Esfuerzos de Amplitud Constante

De donde se representan los siguientes elementos:

a) S_m : Esfuerzo Medio $S_m = \frac{S_{max} + S_{min}}{2}$ (Ecuación 1.1)

b) S_a : Esfuerzo Alternante $S_a = \frac{S_{max} - S_{min}}{2}$ (Ecuación 1.2)

c) ΔS : Intervalo de Esfuerzo $\Delta S = S_{max} - S_{min}$ (Ecuación 1.3)

d) S_{min} : Esfuerzo Mínimo $S_{min} = S_m - S_a$ (Ecuación 1.4)

e) S_{max} : Esfuerzo Máximo $S_{max} = S_m + S_a$ (Ecuación 1.5)

Del mismo modo, se utilizan las relaciones $R = S_{min} / S_{max}$ y $A = S_a / S_m$ para identificar el tipo de carga que al que se somete la pieza, el cual puede ser clasificado en 3 categorías generales:

a) Esfuerzo Alternante: $R = -1$; $S_m = 0$ (Figura N° 1.3)

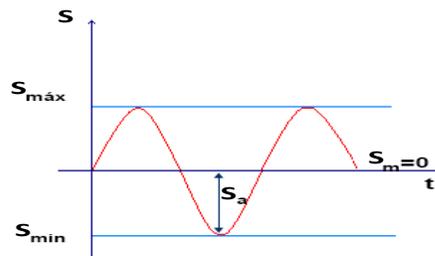


Figura N° 1.3. Esfuerzo Alternante

b) Esfuerzo Pulsante o Repetido: $R = 0$; $S_{min} = 0$ (Figura N° 1.4)

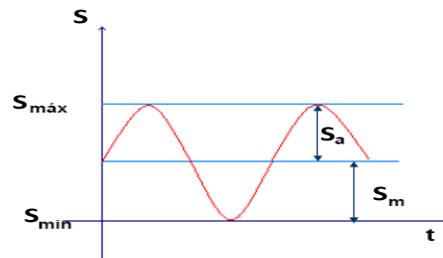


Figura N° 1.4. Esfuerzo Pulsante

- c) Esfuerzo Fluctuante: modo General, con R en cualquier otro valor (Figura N° 1.5)

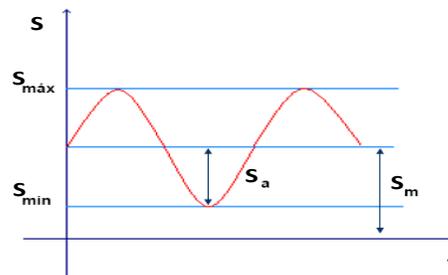


Figura N° 1.5. Esfuerzo Fluctuante

Del mismo modo, valores de R comprendidos entre $-\infty$ y 0 indican esfuerzos de tracción y compresión, un valor de $R = -1$ indica una carga simétricamente oscilante. Cuando R está entre 0 y 1 indica tensión de solo tracción. Los valores de R comprendidos entre infinito y $+1$ definen tensiones de solo compresión. El valor límite de $R = +1$ indica tracción o compresión estacionaria. ^[15]

1.1.2 Curva $S - N$

Comúnmente las propiedades de fatiga son medidas bajo condiciones controladas en laboratorios bajo ensayos de flexión rotativa, donde el esfuerzo

medio S_m es nulo y la relación de fatiga $R = -1$. Es así donde se empiezan a niveles altos de esfuerzo pero siempre por debajo del límite de fluencia del material y se contabiliza el número de ciclos (N) que resiste la probeta bajo el nivel de carga establecido, utilizando un determinado lote de muestras para un mismo nivel, del cual el valor final de ciclos se contabiliza mediante el uso de distribuciones estadísticas.

Los datos obtenidos son representados en escala logarítmica o semi-logarítmica, formando el gráfico conocido como Curva $S - N$ o Curva de Wöhler, donde en la figura N° 1.6 se ejemplifican las curvas de algunos materiales frecuentemente usados en elementos de máquinas y herramientas.

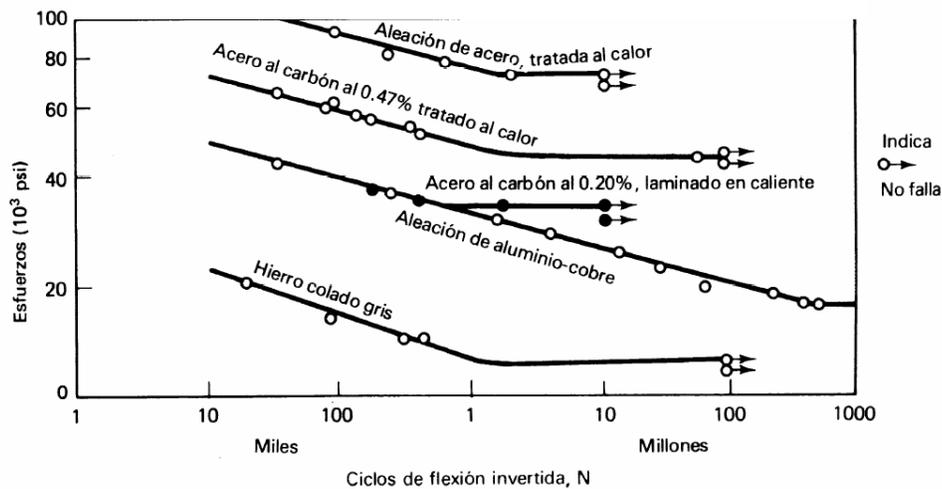


Figura N° 1.6. Curvas S-N para diferentes materiales. ^[1]

En la abscisa se representa el número de ciclos (N), mientras que en la ordenada se representa el esfuerzo (S_f), y es un valor que siempre debe reportarse junto con el correspondiente número de ciclos.

Otro aspecto importante de la curva S-N, tal como se observa en la figura N° 1.7, es que la misma puede separarse en distintas secciones: a) en alto y bajo ciclaje y b) en vida finita e infinita. Se suele hablar de ciclaje bajo en el intervalo entre 1 y 10^3 ciclos, luego del cual se considera alto ciclaje. [14]

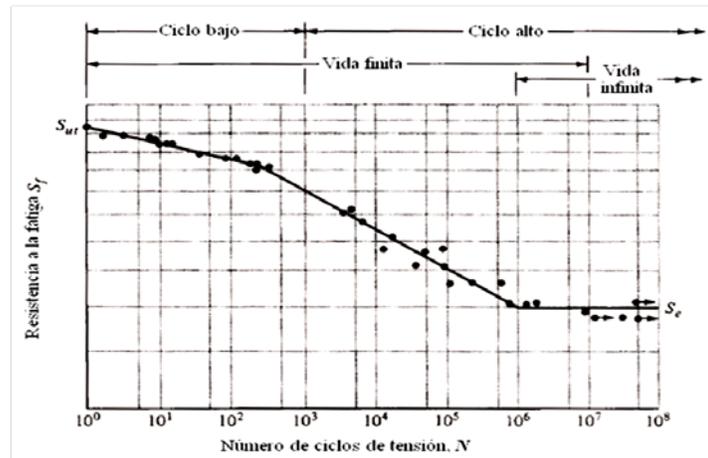


Figura N° 1.7. Curva S - N [14]

Se observa que para el caso general de aceros, se presenta un cambio brusco en la dirección de la gráfica en la zona de cambio entre vida finita y vida infinita (establecida entre 10^6 y 10^7 ciclos), luego del cual no se observa daño apreciable y si se aplica un esfuerzo menor se puede esperar una vida muy larga o infinita para la pieza en servicio.

La ASTM [19] define la **resistencia a la fatiga** como el esfuerzo bajo el cual no ocurre falla luego de N ciclos. Por otro lado se define que la **vida a la fatiga** es el número de ciclos que puede alcanzar la muestra para un determinado esfuerzo sin que esta falle.

1.1.3 Límite de Fatiga

El valor que toma la curva $S-N$ luego del cambio brusco mencionado anteriormente, se denomina Límite de Fatiga (S_e), el que la ASTM considera como el máximo esfuerzo que un material puede soportar durante N repeticiones o ciclos, cuando N_f tiende a infinito.

Asimismo Mukarami ^[16] define el límite de fatiga como aquel valor de esfuerzo necesario para que las grietas se propaguen a través del material. Esto podría interpretarse como que por debajo del Límite de Fatiga se siguen nucleando o formando grietas en el material, pero será necesario superar dicho valor para que las grietas formadas puedan propagarse y finalmente causar falla de la pieza.

Los metales y aleaciones no ferrosos no presentan límite de fatiga; sin embargo, se suele hablar del término Límite de Resistencia a la Fatiga, el cual se define como el valor de resistencia a la fatiga para un alto ciclaje (usualmente 10^8 ciclos). ^[15]

De acuerdo a lo señalado por Askeland ^[1], cuando no se poseen información suficiente del comportamiento a fatiga del acero, el esfuerzo límite de fatiga se puede aproximar como la mitad de su resistencia a la tensión. Esta relación es conocida como la Relación de Fatiga, dada por la ecuación 1.6.

$$R_f = \frac{S_e}{S_{ut}} \cong 0,5 \quad (\text{Ecuación 1.6})$$

Sin embargo, Schijve ^[27] prefiere ampliar el concepto y hablar de una proporcionalidad entre el S_e y el S_{ut} , ya que diferentes resultados han demostrado que se mantiene la proporcionalidad entre esfuerzo máximo a la tensión y límite de fatiga para Fundiciones, aleaciones de Aluminio, donde la relación toma valores entre 0,5 y 0,35. Luego, gracias a esta relación estocástica se puede aproximar el valor de S_e , cuando no se dispone de material o tiempo suficiente para la realización de los correspondientes ensayos; no obstante esta es una práctica que se encuentra en desuso. ^[14]

1.1.4 Modelos que Describen a la Curva S-N

Algunos autores ^{[4][9][26]} se han encargado de describir y evaluar distintos modelos propuestos en la literatura para representar la curva S-N, donde se señala que el uso más común es el correspondiente a la relación de Basquin, mostrada en la ecuación 1.7, en el que se modela la curva mediante una hipérbola y donde A es el coeficiente de resistencia a la fatiga y b es el llamado exponente de Basquin, el cual toma valores en el intervalo desde -0,05 hasta -0,12 para la mayoría de los metales.

$$\textit{Modelo de Basquin} \quad S_a = A(N_f)^b \quad (\text{Ecuación 1.7})$$

Una mejor aproximación para la zona de alto ciclaje, que involucra la incorporación del límite de fatiga, es la expresión propuesta por Stromeyer (Ecuación 1.8):

$$\textit{Modelo de Stromeyer} \quad S_a = S_e + \left(\frac{N_f}{C}\right)^m \quad (\text{Ecuación 1.8})$$

Donde S_e es el límite de fatiga del material y los factores C y m son valores constantes propias de cada material, que pueden ser halladas por medio de la linealización de las ecuaciones correspondientes y tomando las rectas de mejor ajuste a través del método de mínimos cuadrados.

Dada la limitación del modelo de Stromeyer para adaptarse con exactitud a los datos experimentales en bajo ciclaje, se incorpora otro parámetro constante (K) que ajusta dichos datos, conociéndose entonces como la relación de Palgrem, mostrada en la ecuación 1.9. [26]

$$\textit{Modelo de Palgrem} \quad S_a = S_e + \left(\frac{N_f + K}{c} \right)^m \quad (\text{Ecuación 1.9})$$

De manera general, la selección de cada uno de los modelos representados corresponde a las necesidades de cada investigación y la cantidad de datos experimentales que se manejan. Como se observa el caso general corresponde al modelo original propuesto por Basquin; los modelos de Stromeyer y Palgrem pueden ser considerados como modificaciones o generalizaciones de dicho modelo original.

1.1.5 Variables que afectan la vida a la fatiga

Las grietas por fatiga generalmente se inician en la superficie del material. Por ello debe evitarse en lo posible ralladuras en las superficies de buen acabado, sobre todo en zonas con elevado nivel de esfuerzo. Cualquier tratamiento superficial (térmico o mecánico) que aumente la dureza de la superficie (por ejemplo, el temple, granallado o laminado superficial) incrementará la vida a fatiga de la pieza; son entonces estos factores

modificadores del esfuerzo a nivel local los que se deben controlar y tomar en cuenta en el diseño y evaluación de piezas en servicio, pues usualmente a través de ellos se forman las grietas.

De acuerdo a diferentes autores ^{[26][32]}, de manera general, se pueden considerar variables geométricas, metalúrgicas, superficiales y ambientales que afectan el comportamiento a fatiga de un material.

Variables Geométricas

Aspectos de forma, tales como los cambios bruscos de sección, aristas y esquinas vivas o sin radio, bordes de agujeros, rugosidades superficiales, marcas de maquinado procesamiento del material y/o de la manufactura de la pieza como los poros, cavidades de contracción e inclusiones no metálicas, entre otros pueden actuar como concentradores de esfuerzos haciendo que en dichos lugares se alcancen localmente valores de hasta tres (3) y más veces el esfuerzo nominal.

De la misma manera, a mayor tamaño de la pieza y bajo las mismas condiciones de esfuerzo, aumenta el volumen del material, y por lo tanto, mayor será la probabilidad de encontrar en él zonas defectuosas o de baja resistencia que lleven a la iniciación de grietas de fatiga.

Variables Metalúrgicas

En este caso es preciso considerar por lo menos dos niveles:

a) Aquellos aspectos inherentes a la naturaleza propia de los sólidos policristalinos, como el carácter aleatorio de la orientación de los planos atómicos de cada grano y la mayor o menor presencia de dislocaciones, hacen que la resistencia varíe de un grano o cristal a otro y promueven la iniciación de microgrietas en aquel o aquellos cristales de mínima resistencia.

b) Igualmente, las heterogeneidades de tipo químico o estructural como las segregaciones, el cambio de tamaño de grano y de fase debido a calentamiento durante la fabricación, el ensamble de las partes o el servicio, pueden dar lugar a alteraciones de la resistencia del material en las áreas afectadas.

Asimismo, la microestructura de los materiales varía a menudo con la dirección, como por ejemplo el alargamiento de los granos y las inclusiones en la dirección de laminación de chapas de metal. La resistencia a la fatiga puede ser menor en las direcciones donde el esfuerzo es normal a la dirección en la que la microestructura se ha alargado preferencialmente o de capas que se forman.

De esta manera, se determina que un cambio en la microestructura tiene el potencial de alterar la curva $S-N$, especialmente a alta vida a la fatiga. En los metales, la resistencia a la fatiga es generalmente mejorada al reducir el tamaño de poros e inclusiones. ^[33]

Variables Superficiales

Como ya se mencionó, las superficies más lisas, en general, mejoran la resistencia a la fatiga, aunque algunos de los procedimientos de mecanizado son perjudiciales, ya que la tracción aplicada en el proceso introduce tensiones internas denominadas esfuerzos residuales.

Dichas tensiones pueden ser beneficiosas o no, dependiendo de la naturaleza del tipo de esfuerzo. En el caso de las tensiones residuales de compresión, éstas tienden a ser favorables porque bajo sus efectos el material intentará recuperar su tamaño original, mediante el fenómeno de restitución elástica cuando son aplicadas cargas que producen cierto grado de deformación.

Igualmente los procesos de endurecimiento superficial (como nitrurado o carbonitrurado) afectan el comportamiento del material bajo cargas variables, bien sea aumentando o disminuyendo la resistencia a la fatiga.

En el mismo orden de ideas, se tiene que la presencia de recubrimientos o películas finas sobre el material, las cuales posean un tamaño de grano fino buena adhesión al sustrato, junto a elevados esfuerzos residuales en compresión, favorecerían el comportamiento a la fatiga y frente al desgaste ^[11].

Variables Ambientales

La naturaleza del medio en que se desempeña el componente (contaminantes, temperaturas bajas o altas y humedad, entre otros.) puede

contribuir a crear problemas de corrosión o a deteriorar las propiedades mecánicas del material favoreciendo así la iniciación de grietas de fatiga.

Los ambientes químicamente hostiles pueden acelerar la nucleación y crecimiento de las grietas de fatiga. El mecanismo que principalmente actúa es la aparición de puntos de corrosión debido a reacciones químicas y disolución del material en la punta de la grieta.

Del mismo modo, los gases en el aire pueden actuar como un entorno agresivo, especialmente a altas temperaturas. De esta manera, se tiene que estos tipos de ambientes suelen disminuir la resistencia a la fatiga del material.

1.1.6 Falla Producida por Fatiga

Según la ASM ^[2], en general, el proceso de falla por fatiga comprende 4 etapas:

- 1.- Deformación plástica cíclica precedente a la iniciación de la grieta.
- 2.- Formación o nucleación de una o varias micro grietas que luego se propagan o se juntan para formar una o más macro grietas.
- 3.- Propagación de una o más macro grietas formadas.
- 4.- Falla final (Fractura).

Asimismo, se describe que la etapa de nucleación suele ocupar la mayor parte de la vida de la pieza cuando se trabaja a bajas amplitudes de carga; en cambio, a altas amplitudes ocurre mucho más rápido, siendo entonces la propagación de las grietas la etapa que en este caso es de magnitud

considerable. Es de esta manera, tal como lo señalan algunos autores que la vida a la fatiga N_f , puede ser considerada como una suma del número de ciclos para la formación de la grieta N_i y el número de ciclos para la propagación N_p , de acuerdo a $N_f = N_i + N_p$.^[6]

Es así como se pueden distinguir separadamente estas 2 etapas del proceso en relación a las 4 inicialmente señaladas, pues son estas las que definen el fenómeno. De acuerdo a lo establecido por Schijve^[27], se tiene:

- **Nucleación:** durante esta etapa, la fatiga empieza como consecuencia de un deslizamiento cíclico que implica deformación plástica producto del movimiento de dislocaciones. Bajo la presencia de un esfuerzo cortante, comienza el primer deslizamiento; luego, cuando se invierte el sentido de las cargas ocurre un segundo deslizamiento en dirección contraria al anterior y en un plano cristalográfico paralelo y adyacente. El fenómeno continúa ocurriendo conforme pasan más ciclos y de esta manera se forma una banda de deslizamiento persistente que induce endurecimiento por deformación en la zona la cual es la responsable de la formación de una o más micro grietas. En la figura N° 1.8 se puede observar claramente el proceso.

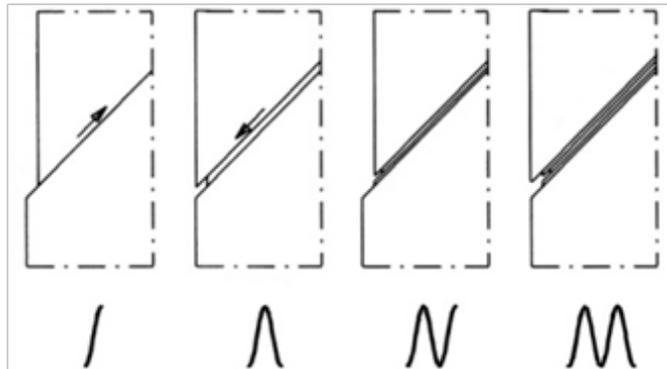


Figura N° 1.8. Deslizamiento cíclico como formación de la grieta.

Asimismo, deben considerarse otros factores que inducen a la nucleación, como la condición superficial de la pieza mencionada anteriormente. La formación de la fisura producto de una inclusión puede ocurrir ligeramente por debajo de la superficie y no necesariamente sobre ella, siempre y cuando la intrusión sea grande o significativa como defecto del material.

- **Propagación:** en este caso, la microgrieta actúa como un concentrador de esfuerzos y como resultado de esto más de un sistema de deslizamiento es activado; sin embargo, al crecer dentro del material y moverse de un grano a otro, los granos adyacentes presentarán mayor resistencia al deslizamiento atómico y por lo tanto tendrá ahora que moverse a otro plano cristalográfico que no sea paralelo al anterior, pero generalmente perpendicular a la dirección de aplicación de la carga. Luego la velocidad de crecimiento de la grieta aumenta por ciclo al propagarse dentro del primer grano, pero disminuye al conseguirse con el segundo borde de grano. Generalmente después de esto, la grieta comienza a propagarse con velocidad en aumento y dicha velocidad depende únicamente de la

resistencia al crecimiento de grietas en el material, dejando de ser un fenómeno netamente superficial. La figura N° 1.9 deja en claro la tasa de crecimiento al avance de la grieta.

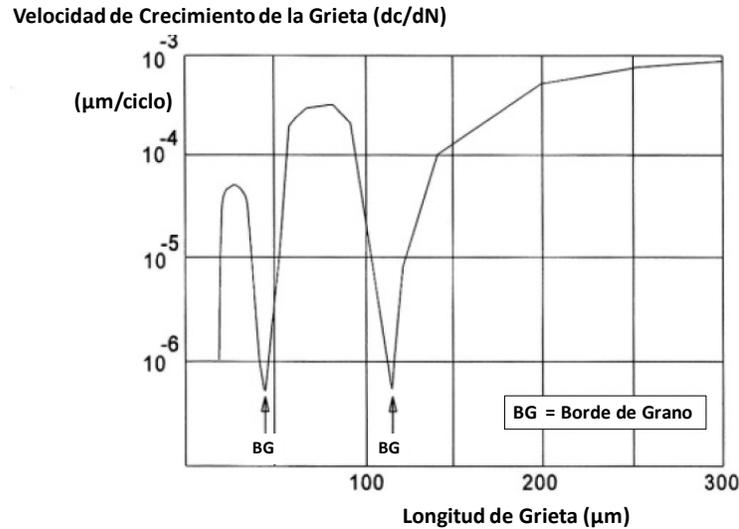


Figura N° 1.9. Efecto de los bordes de grano en el crecimiento de la grieta

Con un tamaño de aproximadamente tres granos, el comportamiento de la fisura cambia, ya que el tamaño de la misma es lo suficientemente grande como para generar una concentración de esfuerzos. Las fisuras durante la propagación crean una zona plástica de tracción en la punta. Después de este punto, la fisura se expande en dirección perpendicular a la de la carga aplicada.

Según Callister ^[6], la región de la superficie de fractura formada durante la propagación se caracteriza por las denominadas “líneas o marcas de playa”, con aspecto de crestas concéntricas que se expanden desde los puntos de formación de las grietas frecuentemente en forma circular o semicircular.

Cabe destacar que dichas líneas se forman en el frente de la fisura al producirse un reposo en el avance de la pieza. Consecuentemente no aparecerán en el caso de probetas, que generalmente se ensayan sin interrupción y las mismas no aparecen en la región en la cual ocurre la rotura final. Las características generales de la zona de fractura son mostradas en la figura N° 1.10.

La transición específica entre las etapas de nucleación y propagación no se ha estudiado ampliamente, pero también según Schijve ^[27] se considera que el período de iniciación se supone completo cuando el crecimiento de la microgrieta deja de ser dependiente de las condiciones de la superficie libre.

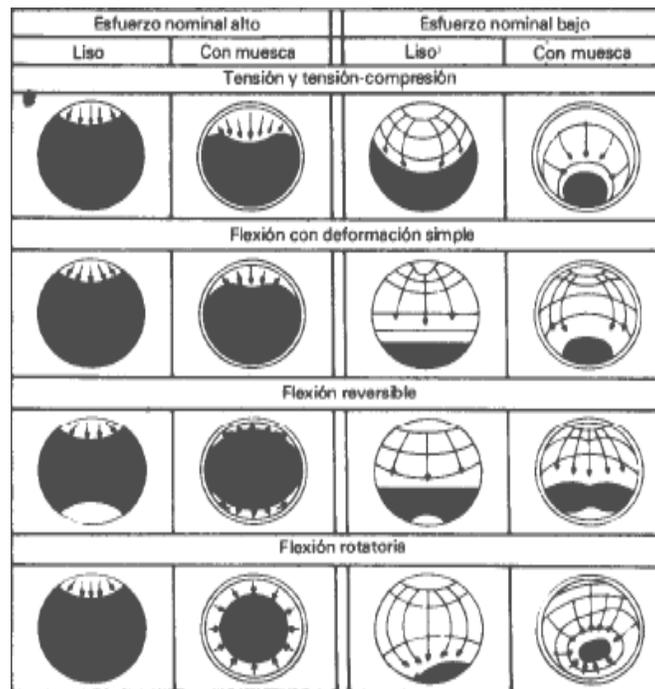


Figura N° 1.10. Representación de la superficie de fractura por fatiga bajo distintas condiciones de esfuerzo.

1.1.7 Daño Acumulado

El daño acumulado por fatiga o simplemente daño acumulado es aquel deterioro que sufre un material bajo la aplicación de cargas de amplitud variable. Es así como el ciclaje a cualquier amplitud de esfuerzo produce daño por fatiga. El resultado de vida a fatiga evalúa la vida de la estructura determinando la inversa del daño, lo que establece entonces la relación planteada por la ecuación 1.10.

$$D = \frac{1}{N_f} \quad (\text{Ecuación 1.10})$$

Donde: D : Daño acumulado.

N_f : Número de ciclos a falla

Usando la regla de Palmgren-Miner (Ecuación 1.11), también conocida como la regla del daño lineal, el daño para cada ciclo de tensión o deformación se combina para calcular el daño acumulado para todos los ciclos de carga de servicio. La inversa del daño total es el número de ciclos de carga de servicio antes de que se inicia ninguna grieta o fallo en la estructura, con lo cual este valor puede usarse para determinar la vida de la estructura.

$$\text{Regla de Palmgren - Miner} \quad D = \sum \frac{n_i}{N_{f_i}} \quad (\text{Ecuación 1.11})$$

Donde: n_i es el número de ciclos aplicados en cada nivel de carga.

N_{f_i} : es el número de ciclos a falla correspondiente al nivel de carga

Una vez calculado el número de ciclos para el fallo para cada intervalo (o amplitud), se pasa a calcular el daño. El daño total se calcula sumando el daño causado por cada intervalo. El número de sucesos para el fallo (o número de veces que la historia de cargas o deformaciones puede repetirse hasta el fallo) es la inversa del daño total.

De todas las teorías desarrolladas hasta ahora ninguna ha logrado una respuesta de mayor simplicidad o aplicabilidad en condiciones de servicio como el modelo de Palmgren–Miner, razón por la cual a pesar de su conocida falta de exactitud bajo diversas condiciones, sigue siendo la más utilizada a nivel industrial ^[7].

De este modo, en las últimas décadas diversos autores han propuesto también evaluar el efecto del daño acumulado a través de la variación de propiedades mecánicas bajo cargas monotónicas como lo son Módulo Elástico, Esfuerzo de Fluencia, Esfuerzo Último a la tracción y ductilidad. En el mismo orden de ideas se propone que dicha variación viene asociada a la formación de grietas que no se propagan efectivamente a través del material. ^[24]

1.2 EL SUBSTRATO: ACERO AISI 4340. GENERALIDADES.

Comúnmente es conocido como acero a toda solución sólida o aleación de hierro y carbono, donde éste último elemento se encuentra en una concentración en peso entre el 0,05% y el 2,14%; concentraciones mayores generan los denominados Hierros Colados o Fundiciones, materiales altamente frágiles que

no pueden ser mecanizados y son utilizados de manera general en bancadas de máquinas, herramientas, soportes, bloques de motores, cuerpos de bombas, entre otros.

Según el contenido de elementos aleantes los aceros pueden clasificarse como Aceros al Carbono, donde se admiten elementos como el manganeso (hasta en 1,65%), silicio y cobre (Hasta en 0,60%) y se habla de Aceros de Baja Aleación cuando se superan las concentraciones anteriormente mencionadas y/o se agregan otros elementos como el molibdeno, níquel, cromo, vanadio, boro, entre otros en proporciones netas que no superan el 5%.

De acuerdo a lo establecido por la ASM ^[3] las cantidades límites de aleantes en acero AISI 4340 son mostradas en la Tabla N° 1.1. De donde se puede ver claramente que el mencionado acero es clasificado como un Acero de Baja Aleación.

Tabla N° 1.1. Composición Química del Acero AISI 4340. % En Peso (en caliente)

C	Si	Mn	Ni	Cr	Mo
0.38–0.43	0.20–0.35	0.60–0.80	1.65–2.00	0.70–0.90	0.20–0.30

1.2.1 Efecto de los Elementos Aleantes

De manera general, elementos como Silicio y Manganeso se encuentran en todos los aceros, provenientes del proceso de fabricación para evitar defectos internos durante el mismo y neutralizar la presencia de azufre y oxígeno, los cuales dificultan el trabajo en caliente del material.

Según la ASM ^[3], la presencia del resto de los elementos es comúnmente usada e introducen propiedades o generan efectos tanto por separado como en conjunto. Dichos efectos, se mencionan a continuación:

- Níquel: De manera general disminuye la velocidad de enfriamiento crítico. Asimismo, si se junta con el cromo otorga gran templabilidad, alta resistencia al impacto y gran resistencia a la fatiga.
- Cromo: Mejora la templabilidad, la resistencia a altas temperaturas, y la resistencia a la corrosión. También es usado para endurecer el material y mejorar sus propiedades mecánicas.
- Molibdeno: de manera general mejora el comportamiento a altas temperaturas. Si logra mezclarse con la austenita en solución sólida, se disminuye considerablemente el tiempo de reacción durante el templado.

1.2.2 Designación

Según el sistema de designación determinada por el Instituto Americano del Hierro y el Acero (AISI) y luego tomado por la Sociedad de Ingenieros Automotrices (SAE), respectivamente, los aceros se clasifican con cuatro dígitos. El primero especifica la aleación principal, el segundo la aleación secundaria y con los dos últimos dígitos se conoce la cantidad de carbono presente en la aleación.

Para el caso específico del mencionado acero, el número 4 corresponde al molibdeno como aleante principal y el 3 al cromo como aleante secundario, sin embargo la presencia del níquel en mayor porcentaje que los 2 anteriores, denota el material como un acero Níquel – Cromo – Molibdeno.

1.2.3 Tratamientos Térmicos para el Acero

Un Tratamiento Térmico, es la técnica donde a través del calor se modifican algunas propiedades de un material sin modificar en gran manera la composición química promedio del mismo. Asimismo, el factor tiempo es la variable principal a controlar en función de las condiciones finales requeridas.

Para el caso específico del acero normalmente es llevado por el fabricante a condición de “Bonificado”, que no es más que un tratamiento térmico de Templado y Revenido, tal como es el caso del acero estructural AISI 4340. De acuerdo a lo establecido por Mangonon ^[14], dichos procesos pueden ser descritos como procesos endurecedores bajo las siguientes características:

- **Templado o Endurecimiento:** se logra al endurecer completamente el acero, llevándolo a temperaturas superiores a la temperatura de austenización (entre 800 y 925°C) durante un tiempo preestablecido y luego se deja enfriar en un medio que logre otorgarle la microestructura y propiedades deseadas. Generalmente dicha microestructura deseada es la martensita, puesto que es la que produce la máxima resistencia y dureza. La formación martensítica depende únicamente de la cantidad de carbono existente, sin embargo la presencia de aleantes permite un

templado mucho menos drástico e induce menos esfuerzos residuales y distorsión durante el enfriamiento.

- Revenido: se aplica luego del templado a fin de otorgarle mayor ductilidad, ya que la estructura alcanzada con el temple suele ser muy frágil. El tratamiento consiste en calentar el acero hasta temperaturas entre 345 y 650° C y luego dejarlo enfriar. En el proceso también se liberan tensiones residuales dentro de la pieza. Usualmente la presencia del molibdeno como elemento aleante induce un endurecimiento secundario en la pieza que aumenta su dureza final.

De todo esto se denota la importancia de llevar las piezas a la temperatura correcta durante el tiempo correspondiente, puesto que estas son las variables que definirán las propiedades que se buscan. Para el caso del acero objeto de estudio, comúnmente se hace el proceso de Templado y Revenido a temperaturas superiores a 500° C lo cual permite que la pieza trabaje por encima de esa temperatura sin perder su condición de bonificado.

1.2.4 Aplicaciones

Frecuentemente el acero mencionado es de alta resistencia a la tracción y a la torsión y de muy buena resistencia al desgaste y al impacto. Es por estas razones que es usado en partes y repuestos sometidos a muy altos esfuerzos dinámicos como cigüeñales ejes de leva, árboles de transmisión, barras de torsión, ejes cardan, tuercas de alta tensión, piñones, ruedas dentadas, moldes para inyección de plásticos, entre otros.

1.3 TÉCNICAS DE DEPOSICIÓN. GENERALIDADES

Las técnicas de modificación superficial, permiten adaptar las propiedades de la superficie de los materiales tratados a las condiciones de servicio, siendo en muchos casos difícil de obtener por los métodos convencionales. En el caso de un recubrimiento, los procesos de depósitos pueden ser divididos en cuatro (4) categorías como los procesos de estados en solución, procesos de estado fundido o semifundido, procesos de estado sólido y procesos de estado gaseoso^[10].

Los procesos de estado gaseoso cubren técnicas de ingeniería en superficie en las cuales el material empleado para el tratamiento pasa a través de una fase gaseosa o fase de vapor antes de ser depositado sobre la superficie o modificarla. Si éste se produce como resultado de reacciones químicas superficiales, el proceso de deposición se denomina CVD (Chemical Vapor Deposition) y por el contrario, si se produce como resultado de procesos puramente físicos, se denomina PVD (Physical Vapor Deposition).

En el caso del CVD (Deposición Química en Fase Vapor), es un proceso para producción de recubrimientos sobre distintos materiales, utilizando gases reactivos como la fuente de especie para el recubrimiento. Dichos gases contienen compuestos volátiles de los elementos a ser depositados y son introducidos en un reactor, generalmente a temperaturas elevadas, donde reaccionan y se depositan sobre el substrato para formar la película^[8]

El depósito físico en fase gaseosa (PVD), parte directamente del material sólido que se pretende depositar para convertirlo en un vapor mediante su

calentamiento o su bombardeo con iones energéticos. El vapor formado se condensa sobre la superficie del sustrato formando una capa delgada. El proceso se realiza en vacío o en atmósfera controlada para evitar la interacción del vapor con el aire.

1.3.1 Ventajas del Proceso de Deposición Física de Vapor

Entre las ventajas del proceso de deposición física en fase de vapor podemos mencionar la gran variedad de recubrimientos, para la mayoría de los aceros la temperatura de los recubrimientos es menor que la temperatura del tratamiento térmico final, espesores de recubrimientos pequeños y reproducibles con precisión, alta resistencia al desgaste y coeficiente de fricción bajos.

1.3.2 Procesamiento por Plasma

Se denomina procesamiento por plasma a las técnicas de tratamiento de materiales, ya sea tratamientos superficiales de recubrimiento con una película delgada de otro material alterando su estructura superficial o por tratamientos volumétricos que modifican la forma o composición química del material original, utilizando un gas ionizado constituido por igual cantidad de partículas con cargas positivas y negativas que presentan un comportamiento colectivo (es capaz de aislarse y mantenerse eléctricamente neutro bajo perturbaciones electromagnéticas), denominado genéricamente “plasma”.

En algunos casos el PVD requiere de algún medio para aumentar la energía de las especies del recubrimiento, en estos casos, el plasma actúa como el agente que aporta la energía necesaria para dicho proceso conociéndose ahora

como una técnica PAPVD, siendo este el de mayor aplicación en la actualidad, poseyendo los mismos principios de operación que en el PVD.

Entre las ventajas encontradas para el proceso de PAPVD se incluyen la posibilidad de depositar compuestos de aleaciones, estructuras y composiciones multicapa a diferentes escalas y la capacidad de variar las características del recubrimiento continuamente a través de la película ^[8].

1.3.3 Técnicas Derivadas de los Procesos de Deposición Física en Fase de Vapor

Bombardeo iónico (“Sputtering deposition”)

Es un método de tipo PVD que utiliza iones pesados de un plasma, usualmente de argón, que se aceleran sobre un blanco del material a depositar aplicando un alto potencial negativo al mismo. El impacto de los iones sobre el blanco produce la eyección de átomos de su superficie, como resultado de la transferencia de energía cinética durante la colisión. Los átomos liberados del blanco se depositan sobre el material a recubrir. Este método tiene una baja velocidad de deposición, pero es adecuado para recubrimiento de grandes superficies en procesos de alimentación continua del material a tratar.

Evaporación iónica (“Ion plating”)

Es una variante del método convencional de evaporación en vacío para producción de recubrimientos de tipo PVD. En este caso, se crea un plasma, usualmente de argón, entre el evaporador y el substrato, que ioniza

parcialmente el vapor. El vapor se deposita sobre el material a recubrir. En adición, se aplica un potencial negativo a la pieza a tratar que acelera los iones producidos y genera un bombardeo iónico sobre su superficie, lo que permite obtener recubrimientos de alta calidad con alta velocidad de deposición.

Evaporación con Arco

En este proceso se aplica un arco eléctrico sobre las fuentes de evaporación (material del recubrimiento). Debido a las altas intensidades y densidades de la potencia aplicada, el material evaporado se ioniza casi por completo y forma un plasma de alta energía. Los iones metálicos se combinan con el gas reactivo que se introduce en la cámara y se condensa en los componentes a recubrir.

1.4 TECNOLOGÍA DE RECUBRIMIENTOS

Hoy día, los recubrimientos son imprescindibles para diferentes aplicaciones tales como tribológicas (reducción del desgaste y fricción), químicas (mejora de las superficies frente a la corrosión, construcción de membranas, etc.), ópticas (guías de ondas, capas selectivas, etc.) eléctricas, mecánicas (recubrimientos resistentes al desgaste para herramientas de corte, engranajes, rodamientos, etc.), de barrera térmica para preservar las propiedades mecánicas de elementos que operan a alta temperatura y magnéticas como capas conductoras, semiconductoras, aislantes, etc.

Para el caso de las herramientas de corte, la funcionalidad de los recubrimientos depende en su habilidad de mitigar el daño termomecánico del material base en el filo de corte bajo diferentes condiciones de corte de metales.

Una comprensión más clara de la mejora de la maquinabilidad de piezas diferentes emerge desde la perspectiva microscópica de la ciencia de los materiales que complementa los modelos de ingeniería macroscópicos de la formación de viruta. Las tecnologías de recubrimientos PVD han demostrado ser totalmente competitivas frente a las tecnologías CVD anteriores ^[25].

El espesor de recubrimiento típico en una producción en serie es de entre 0,5 μm y 4 μm . Las aristas afiladas, los acabados superficiales con textura o en espejo y las mínimas tolerancias de producción permanecen inalterables. Por ello, tras el recubrimiento no se requieren trabajos de acabado y éste puede ser el último paso de producción ^[30].

1.4.1 BALINIT® HELICA

El recubrimiento objeto de estudio en esta investigación es el comercialmente denominado Balinit® Helica, una película de base Al – Cr de estructura multicapas; algunas de sus propiedades físicas son mostradas en la tabla N° 1.2. La empresa encargada de la deposición y comercialización es Oerlikon Balzers, con sede en el Principado de Liechtenstein y plantas ubicadas alrededor del mundo.

Tabla N° 1.2. Propiedades de Balinit® Helica

Material del recubrimiento	Dureza HV (0,05)	Temperatura máxima de servicio	Esfuerzos residuales	Coefficiente de fricción	Color del recubrimiento
Base AlCrN	3000	1100 °C	-3 GPa	0,25	Cobre

Los recubrimientos de Balinit® Helica, representan la última generación de películas, desarrolladas a partir de 2005 y son superiores a otros recubrimientos basados en AlCrN en varios aspectos tales como alta resistencia a la abrasión, excelente dureza a altas temperaturas, menor tendencia a la adhesión, alta resistencia a la cizalladura, gran tenacidad y suavidad de superficie.

Dentro de las aplicaciones recomendadas están brocas de acero rápido y de metal duro con refrigeración interna o externa, Taladrado de agujeros profundos con brocas utilizando como material base todas las clases habituales de acero y fundición.

1.5 ANTECEDENTES

El presente Trabajo Especial de grado se desarrolla en un marco de investigaciones que se vienen realizando a nivel mundial sobre el comportamiento a la fatiga de los aceros recubiertos por PVD en los últimos años. Por ejemplo, en el año 1999, Schlund ^[28] y colaboradores realizaron un estudio sobre el “Comportamiento Mecánico de Metales Duros Recubiertos Por PVD Y CVD bajo Cargas Cíclicas”, donde se analizaron muestras de una aleación WC-(Ti,Ta,Nb,W)C-Co recubierta por películas de TiN obtenida por PVD y de TiN-Ti(C,N)-TiN obtenida por HTCVD (“high temperature chemical vapour deposition”, o deposición química en fase de vapor a altas

temperaturas). Las muestras fueron ensayadas bajo cargas estáticas y bajo cargas dinámicas a temperatura ambiente, para luego ser analizadas microestructuralmente a través de Rayos X. Como resultado se obtuvo que para las probetas recubiertas mediante el método HTCVD, la vida a la fatiga disminuyó de manera considerable, principalmente por efecto de esfuerzos residuales de tensión en el recubrimiento, producto de la diferencia de coeficientes de expansión térmica entre la película y el sustrato, lo que facilitó el avance de la grieta. En cambio para las muestras recubiertas por el método PVD, se determinó que el comportamiento a fatiga se mejora producto de la existencia de esfuerzos residuales compresivos en la película. Estos esfuerzos proveen un obstáculo a la propagación subcrítica de las grietas de fatiga.

Ya más recientemente, Li Chen ^[13] y colaboradores, evidenciaron que la dureza de los revestimientos multicapa se debe a un endurecimiento de la intercara de los distintos estratos, en un trabajo destinado a la investigación de la Microestructura Y Propiedades Mecánicas De Recubrimientos Ti(C,N) Y Multicapa TiN/Ti(C,N) Obtenidos Por PVD. También determinaron que la adhesión en los recubrimientos multicapa es mayor, puesto que las intercaras medias absorben la energía de la propagación de microgrietas y previenen su formación durante la deformación del conjunto sustrato-recubrimiento. Sin embargo, en comparación con los recubrimientos monocapa, se constata que ambos presentan un mismo rendimiento, pero diferentes formas de falla, cuando van adheridos a un acero al carbón como sustrato.

En el mismo orden de ideas, Berríos y colaboradores ^[5] estudiaron el Comportamiento A La Fatiga Al Aire Y Fatiga-Corrosión En Un Acero 316L Recubierto Con TiN_x Y ZrN_y Obtenidos Por Bombardeo Iónico. Para tal fin se

ensayaron probetas de fatiga bajo flexión rotativa, obteniéndose como resultado incrementos en la vida a la fatiga al aire entre 414 - 1648 % y vida a la fatiga en un medio corrosivo al 3 % en peso de NaCl entre 182 - 601 % a 460 MPa. Según los autores, dichos incrementos pueden estar asociados a esfuerzos residuales de compresión en los recubrimientos y a la aparente buena adhesión de los recubrimientos al sustrato. Asimismo se determinó por medio de un estudio de la superficie de fractura, que las grietas por fatiga en los materiales recubiertos tienen generalmente una zona de origen en la superficie de los recubrimientos y luego se transfieren al sustrato.

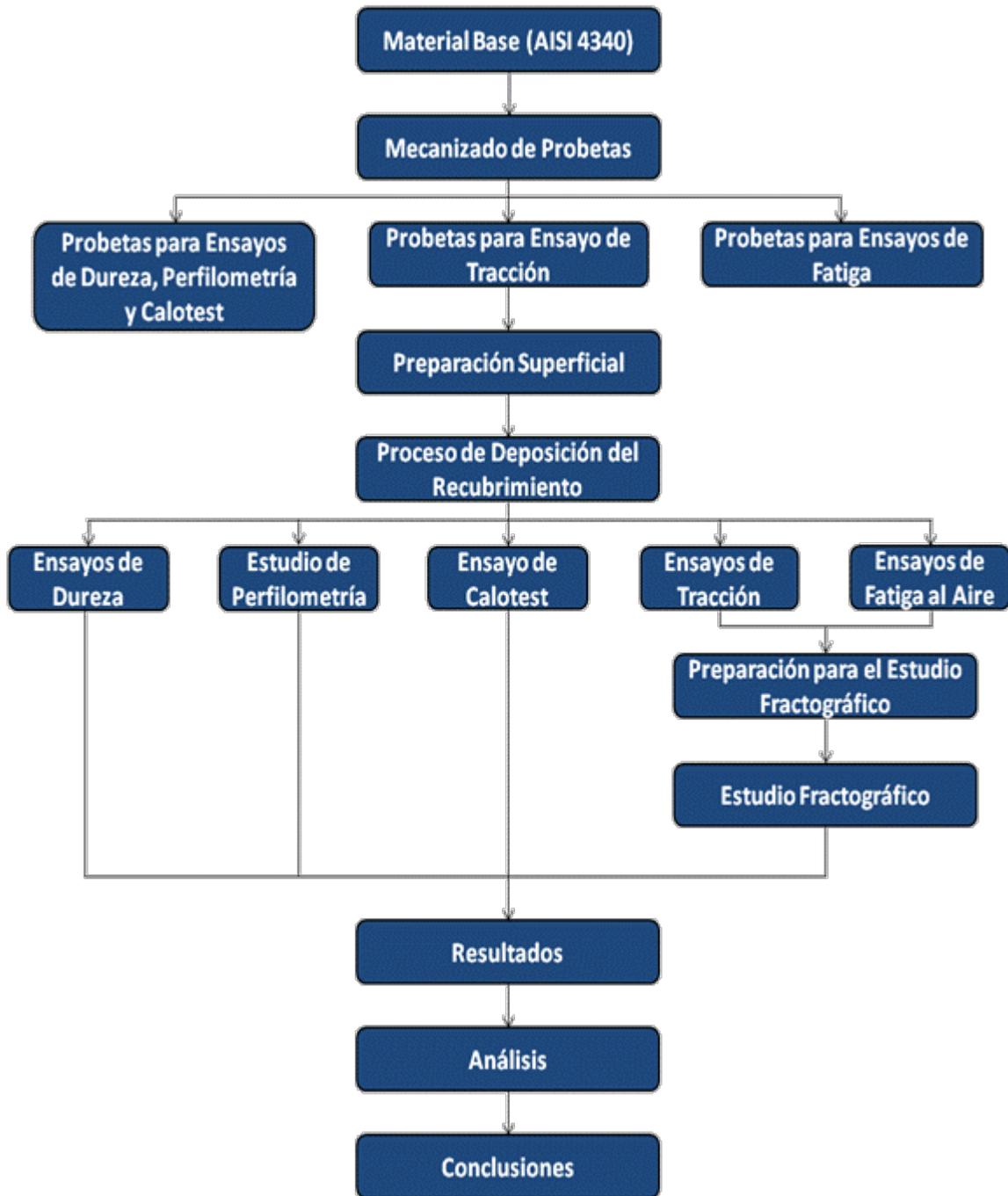
Según todo lo expuesto previamente y a manera de resumen de la literatura revisada, se puede destacar que el elemento de coincidencia de mayor relevancia entre los distintos investigadores es el hecho que el incremento en las propiedades de fatiga del sustrato recubierto estaría íntimamente asociado con la presencia de esfuerzos residuales compresivos en la película, así como de la buena adherencia de la misma al sustrato. Tales factores darían lugar a una restricción significativa en la iniciación de las grietas de fatiga y traerían como consecuencia un incremento en la vida a fatiga y corrosión fatiga de las piezas recubiertas.

CAPÍTULO II

METODOLOGÍA EXPERIMENTAL

En este capítulo se presenta la memoria descriptiva de los ensayos y estudios experimentales realizados con el fin de analizar el comportamiento a fatiga de un acero AISI 4340 recubierto con una película de BALINIT[®] HELICA obtenida por PAPVD.

Se detalla el procedimiento seguido para cada prueba, tanto en el caso de los ensayos realizados por nosotros en la Universidad Central de Venezuela, como por el equipo de investigadores perteneciente a la Università degli Studi Roma 3, ubicada en Roma, Italia, para posteriormente comparar y/o complementar los resultados obtenidos. En todos los casos, se sigue una estructura similar a la del diagrama de procesos presentado a continuación.

2.1 DIAGRAMA GENERAL DE PROCESOS.

2.2. MECANIZADO Y PREPARACIÓN SUPERFICIAL DE LAS PROBETAS.

2.2.1 Probetas de Tracción y Fatiga.

A partir de barras de 25,4 mm de diámetro del acero AISI 4340, se mecanizaron 37 probetas de fatiga y una de tracción en talleres metalmecánicos utilizando tornos de control numérico. Las dimensiones se seleccionaron según lo recomendado en las normas ASTM E606 ^[21] y ASTM A370 ^[17] respectivamente tal y como lo muestran las figuras N° 2.1 y N° 2.2.

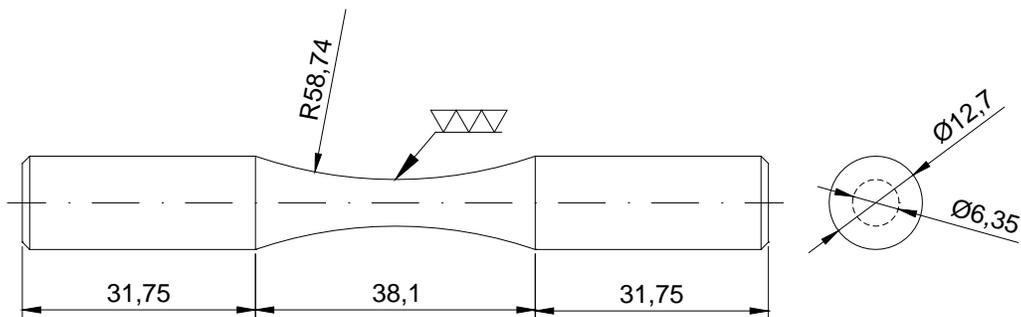


Figura N° 2.1. Medidas en milímetros de las probetas de fatiga según norma ASTM E606.

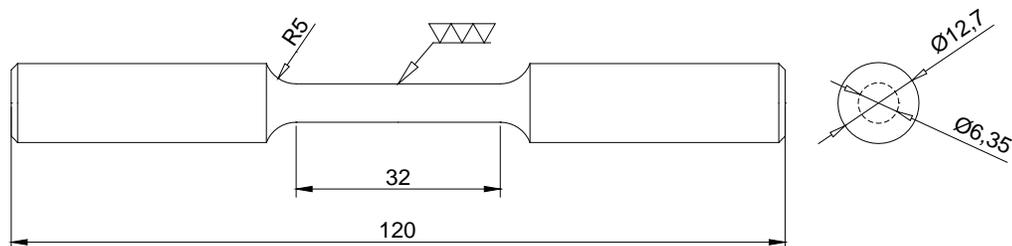


Figura N° 2.2. Medidas en milímetros de la probeta de tracción según norma ASTM A370.



Figura N° 2.3. Probetas de Fatiga.

Posteriormente, todas las probetas fueron lijadas y pulidas en dirección longitudinal en un torno de baja velocidad marca Myford (figura N° 2.4), mediante el uso de papel de lija cuya granulometría fue aumentada de forma progresiva desde 320 hasta 2000, con el objetivo de obtener la misma rugosidad superficial, garantizar la adhesión del conjunto substrato-recubrimiento y eliminar la formación de entallas circunferenciales producto del mecanizado, que podrían ser fuentes de inicio de grietas de fatiga.



Figura N° 2.4. Conjunto de torno de baja velocidad.

2.2.2 Discos.

Con barras de acero de herramientas H13 de 38,1 mm de diámetro se fabricaron 10 discos, con la finalidad de realizar los ensayos de Dureza, Interferometría Óptica y Calota esférica. Las dimensiones de las muestras son especificadas a continuación en la figura N° 2.5.

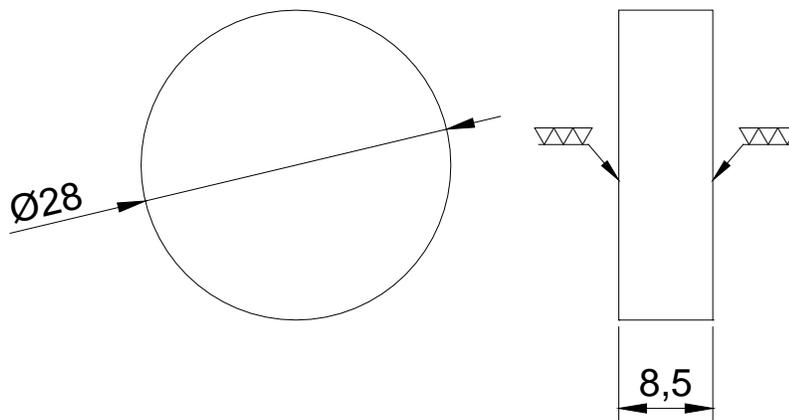


Figura N° 2.5. Medidas en milímetros de los discos para los ensayos de Dureza, Interferometría Óptica y Calotest.



Figura N° 2.6. Disco Recubierto de BALINIT® HELICA.

La preparación superficial de estas probetas se realizó utilizando equipos de pulido mecánico de plato giratorio con velocidad variable marca

Buehler, modelo MetaServ 3000 (figura N° 2.7). Inicialmente, como en las probetas de tracción y fatiga se utilizaron papeles de lijas cuya granulometría fue aumentada de manera gradual desde 320 hasta 2000, para finalmente pulirlas con paños metalográficos con una suspensión de alúmina cuyo tamaño de partículas suspendidas fue disminuida desde $1\ \mu\text{m}$ hasta $0,05\ \mu\text{m}$ para garantizar un acabado especular.



Figura N° 2.7. Equipo de Pulido de Plato Giratorio.

2.3 DEPOSICIÓN DEL RECUBRIMIENTO.

Este proceso fue realizado a través del método PAPVD (Plasma Assisted Physical Vapour Deposition- Deposición Física en fase de Vapor Asistida por Plasma) por la empresa Oerlikon Balzers en la planta ubicada en Milán, Italia. La técnica específica de trabajo es la de Evaporación por Arco, llevada a cabo dentro de una cámara de vacío donde se alcanzan temperaturas entre 350° y 400°C . Asimismo, las probetas de fatiga recubiertas fueron identificadas según

su posición dentro del carrusel del equipo de deposición, de acuerdo a la figura N° 2.8.

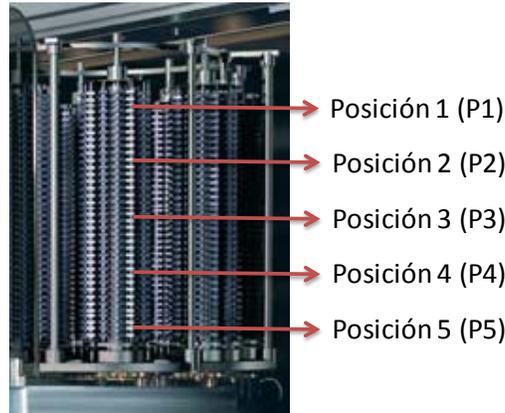


Figura N° 2.8. Esquema de Posiciones Dentro del Reactor.

La película utilizada fue BALINIT[®] HELICA, un recubrimiento de base Al-Cr, dirigido principalmente a aplicaciones de taladrado. Dentro de las características principales del recubrimiento se encuentran: elevada resistencia a la abrasión y a la cizalladura, menor tendencia a la adhesión, elevada tenacidad y baja rugosidad. Luego de la deposición, la distribución de probetas para llevar a cabo la investigación, quedó como se muestra a continuación en la tabla N° 2.1.

Tabla N° 2.1 Distribución de Probetas.

TIPO DE PROBETA	CONDICIÓN SUPERFICIAL	NÚMERO DE PROBETAS
Fatiga	AISI 4340 Pulido	17
	AISI 4340 Pulido + BALINIT [®] HELICA	20
Tracción	AISI 4340 Pulido + BALINIT [®]	1

	HELICA	
Discos	AISI H13 Pulido + BALINIT® HELICA	10

2.4 ENSAYOS REALIZADOS EN LA UNIVERSIDAD CENTRAL DE VENEZUELA.

Con el fin de cumplir los objetivos propuestos en la presente investigación, se siguió la siguiente metodología experimental en los laboratorios pertenecientes a la Escuela de Ingeniería Metalúrgica y Ciencia de los Materiales y a la Escuela de Ingeniería Mecánica.

2.4.1 Ensayos de Microindentación.

Estos ensayos se realizaron bajo la norma ASTM E384 ^[20] haciendo uso de un microdurómetro marca Teswel, modelo FLC 50V Micro-Macro Vickers, el cual se ilustra en la figura 2.9. El mismo se encuentra dotado de un indentador piramidal de diamante, de base cuadrada. Con este equipo se realizaron indentaciones empleando cargas de 50, 60, 70, 80, 90, 100, 200, 300, 500 y 1000 g.



Figura N° 2.9. Microdurómetro Marca Teswell Modelo FLC 50V.

Dicho equipo posee un cabezal móvil que contiene el indentador Vickers, además de tres lentes objetivas que se usan para medir el tamaño de las diagonales de la huella dejada luego que el indentador aplique una carga constante sobre la superficie de la muestra.

Previo al ensayo de microindentación la superficie de la muestra debe ser plana y estar libre de películas de óxido e imperfecciones que puedan afectar los resultados. Es necesario asegurarse que el espaciamiento entre indentaciones sea lo suficientemente grande a fin de evitar interferencias que den lugar a lecturas elevadas de la dureza ya que el material habría sido previamente endurecido por la aplicación de las cargas anteriores. Asimismo, se debe asegurar una distancia mínima de los bordes de la probeta para evitar distorsión en la huella.

Una vez pulida la superficie a ensayar se coloca la muestra sobre la plataforma y se eleva mediante un tornillo hasta que se acerque a la punta del penetrador. Accionando el botón, la carga es lentamente aplicada y seguidamente retirada, con un tiempo de aplicación de 10 s. Realizada la prueba se gira automáticamente la lente del microscopio sobre la probeta y se miden las diagonales de la huella, para obtener el valor promedio, como se muestra en la ecuación 2.1.

$$d = \frac{d_1 + d_2}{2} \quad (\text{Ecuación 2.1})$$

Para determinar la dureza se deben aplicar las siguientes relaciones:

$$HV = \frac{P}{A_s} \quad (\text{Ecuación 2.2})$$

$$HV = \frac{2P \sin\left(\frac{\alpha}{2}\right)}{d^2} \quad (\text{Ecuación 2.3})$$

Donde: P: Carga (Kgf).

A_s : Área de la superficie de indentación (mm).

d: Diagonal promedio de indentación (mm).

α : Ángulo de cara del indentador ($\alpha=136^\circ$).

Las mediciones se realizaron tanto en la cara recubierta de los discos, para obtener datos de dureza compuesta, como en la cara no recubierta, para obtener valores de dureza del sustrato. Con el fin de determinar la dureza del recubrimiento, se utilizaron los modelos de Korsunsky y colaboradores^[12] y de Puchi-Cabrera^[24], establecidos según las ecuaciones 2.4 y 2.5.

$$\textit{Modelo de Korsunsky} \quad H = H_s + \frac{(H_F - H_s)}{1 + \left(\frac{\beta}{\beta_0}\right)^n} \quad (\text{Ecuación 2.4})$$

$$\textit{Modelo de Puchi-Cabrera} \quad H = H_s + (H_F - H_s) \cdot e^{-\left(\frac{\beta}{\beta_0}\right)^n} \quad (\text{Ecuación 2.5})$$

Donde: H : dureza del sistema substrato-recubrimiento

H_s : dureza del substrato

H_F : dureza de la película

β : profundidad de indentación relativa RID ($\beta = d/7t$ donde t es el espesor del recubrimiento)

β_0, n : constantes propias del sistema recubierto

Para la aplicación de tales modelos se utilizó el método de los mínimos cuadrados con el programa computacional Mathcad, pudiéndose de esta manera inferir el valor de la dureza absoluta del recubrimiento.

2.4.2 Perfilometría

Para cuantificar la rugosidad de la muestra estudiada, se utilizó un Perfilómetro marca ZYGO modelo NEW VIEW 200 como se muestra en la figura N° 2.10, con el cual se aplicó la técnica de interferometría óptica.



Figura N° 2.10. Perfilómetro marca ZYGO modelo NEW VIEW 200.

Dicha técnica básicamente evalúa, con el uso de un fotosensor y un programa analizador, la interferencia existente cuando un haz de luz de hace incidir sobre una muestra y sobre un patrón de referencia. El equipo se aísla de cualquier fuerza transmitida por la bancada a través de un sistema de suspensión de aire. El área de inspección fue de aproximadamente $1,5 \text{ mm}^2$ con una tasa de barrido de $100 \text{ } \mu\text{m/s}$.

Dado que un pico se considera aquella medida que se encuentra por encima de la línea media promedio, los valores reportados por el programa de análisis del perfilómetro son:

- Ra : promedio aritmético del valor absoluto de la diferencia entre un pico o un valle con la línea media (Y_n), hecho a mediciones puntuales en el área de estudio. Este valor es asumido como la rugosidad de la muestra

$$Ra = \frac{Y_1 + Y_2 + \dots + Y_n}{N} \quad (\text{Ecuación 2.6})$$

- R_z : refleja la distancia media de los 5 picos más altos (P_n) y de los 5 valles más bajos (V_n), medidos con respecto a una línea central

$$R_z = \frac{(P_1+P_2+P_3+P_4+P_5)-(V_1+V_2+V_3+V_4+V_5)}{5} \quad (\text{Ecuación 2.7})$$

- rms : es la raíz cuadrada del promedio aritmético de los cuadrados de las distancia de cada punto con respecto a la línea central (Y_n). Físicamente cuantifica qué tanto se aleja la muestra de estudio de un patrón que se considera completamente liso.

$$rms = \sqrt{\left(\frac{Y_1^2+Y_2^2+\dots+Y_n^2}{N}\right)} \quad (\text{Ecuación 2.8})$$

Adicionalmente, junto con dichos valores se reporta el mapa de superficie de la zona estudiada.

2.4.3 Determinación del Espesor del Recubrimiento.

Esta medición se hizo a través de la técnica de la calota esférica o Calotest, cuyo principio básico es la erosión de la superficie con una bola de rotación y un medio abrasivo, en un equipo marca CSEM, modelo CALOTEST tal y como se muestra en la figura N° 2.11.



Figura N° 2.11. Equipo de Calotest.

Para tal caso se colocó la probeta (disco) sobre un soporte plano e inclinado y sobre ella se dejó descansar una bola de aproximadamente 30 mm de diámetro, que previamente fue impregnada con alcohol y con una pasta de diamante con un tamaño de grano de $0,5\mu$. El movimiento al sistema fue suministrado por un cilindro unido al motor, sobre el cual reposaba la esfera.

Una vez transcurrido un tiempo aproximado de 30 segundos, por acción del desgaste se ha consumido el recubrimiento, lo que deja expuesto el substrato y genera una huella compuesta por 2 círculos concéntricos, similar a la figura N° 2.12 Esto se repitió 2 veces en una misma muestra.

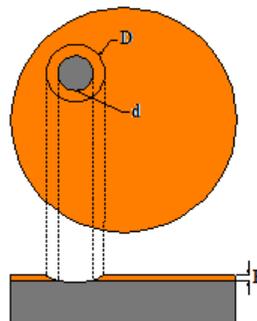


Figura N° 2.12. Huella dejada por la esfera en el Calotest.

Luego con la técnica de la Microscopía Electrónica de Barrido (MEB) en un microscopio electrónico marca Hitachi modelo S-2400, se midieron los diámetros tanto interno d (definido por la superficie del sustrato) como externos D (marcado en el recubrimiento) de los círculos concéntricos. Con estos valores se logra estimar el espesor del recubrimiento E según la Ecuación 2.9 que es obtenida de las relaciones geométricas de la huella y donde R es el radio de la esfera utilizada.

$$E = \frac{1}{2}(\sqrt{4R^2 - d^2} - \sqrt{4R^2 - D^2}) \quad (\text{Ecuación 2.9})$$

Para cada una de las huellas dejadas se midieron cada uno de dichos diámetros en 2 direcciones independientes, para un total de 4 mediciones.

2.4.4 Ensayo de Tracción.

El ensayo en una Máquina de Ensayos Mecánicos, marca Shimadzu, modelo AG-IS de 250 kN de capacidad, situada en el Departamento de Mecánica en La Fundación Instituto de Ingeniería como se muestra en la figura N° 2.13.



Figura N° 2.13. Máquina para Ensayos Mecánicos Shimadzu (AG-IS)

Dicha máquina posee un panel digital (figura N° 2.14) que ofrece interfaz con el usuario para ajustar cualquier tipo de ensayo a realizar. A su vez está conectada a una computadora, que permite a través del Programa Trapezium II, recolectar los datos y controlar los ensayos. Asimismo, este modelo consta de dos mordazas, una fija situada en la parte inferior y otra móvil en la parte superior que contiene la celda de carga y es controlada servo-hidráulicamente por el mencionado programa.



Figura N° 2.14. Panel de Control Digital de La Máquina de Ensayos Shimadzu (AG-IS).

Este ensayo fue realizado a una (1) probeta de tracción recubierta con BALINIT® HELICA. Previo al montaje de dicha probeta se midieron los datos iniciales necesarios (diámetro y longitud inicial) con la ayuda de un vernier electrónico. Posteriormente se procede al montaje de la probeta en las mordazas y empleando una velocidad aproximada de 3 mm/min se empieza a medir la carga y alargamiento registrándose dichos datos a intervalos de 0,05 s.

Una vez obtenidos dichos datos de carga aplicada y de alargamiento se deben realizar las correcciones por deformación elástica de los elementos de máquina para poder separar los datos de alargamiento del material de aquellos

obtenidos que registran el comportamiento del conjunto. La ecuación para realizar dicha corrección en los alargamientos registrados es la siguiente:

$$\Delta L_{i_c} = \Delta L_i - \Delta F_i \left(\frac{1}{K_{exp}} - \frac{1}{K_{prob}} \right) \quad (\text{Ecuación 2.10})$$

Donde: ΔL_{i_c} : Alargamiento Corregido.
 ΔL_i : Alargamiento medido experimentalmente.
 ΔF_i : Fuerza en el punto.

Además los valores de K_{exp} y K_{prob} a la rigidez experimental del conjunto y a la rigidez teórica del material de la probeta, calculadas según:

$$K_{exp} = \frac{\sum F_i}{\sum \Delta L_i} \quad (\text{Ecuación 2.11})$$

$$K_{prob} = \frac{A_0 \cdot E}{L_0} \quad (\text{Ecuación 2.12})$$

Donde: A_0 : Área Inicial de la Sección de Ensayo.
 E : Módulo de Elasticidad del Material.
 L_0 : Longitud Inicial de la Sección de Ensayo.

En la estimación de la rigidez de la probeta, debido a los bajos espesores de revestimiento, se considera que el substrato y el conjunto substrato-recubrimiento presentan aproximadamente el mismo módulo de elasticidad.

Obtenidos los valores de alargamiento corregido ΔL_{i_c} , para cada estado de carga correspondiente (F_i), se procedió a construir la curva de esfuerzo real vs

deformación real (σ vs ϵ), a partir de la curva esfuerzo -deformación ingenieril (S vs e) con valores provenientes de las siguientes ecuaciones:

$$\text{Esfuerzo Ingenieril: } S_i = \frac{F_i}{A_o} \quad (\text{Ecuación 2.13})$$

$$\text{Deformación Ingenieril: } e_i = \frac{\Delta L_{ic}}{\Delta L_o} \quad (\text{Ecuación 2.14})$$

$$\text{Esfuerzo Real: } \sigma_i = S_i(1 + e_i) \quad (\text{Ecuación 2.15})$$

$$\text{Deformación Real: } \epsilon_i = \ln(1 + e_i) \quad (\text{Ecuación 2.16})$$

Cabe destacar que las ecuaciones para esfuerzo real y deformación real son válidas hasta el punto de carga máxima, debido a que las relaciones establecidas entre valores reales e ingenieriles, son válidas siempre y cuando se conserve el volumen en la probeta.

Por último se deben medir los diámetros finales en el punto de fractura con el fin de calcular el porcentaje de reducción de área, según la siguiente ecuación:

$$\%RA = \frac{A_o - A_f}{A_o} \times 100 \quad (\text{Ecuación 2.17})$$

2.4.5 Ensayos de Fatiga.

Los ensayos de fatiga, fueron realizados en una maquina de flexión rotativa tipo viga en voladizo a temperatura ambiente, marca Fatigue Dynamics modelo RBF 200 (figura N° 2.15).



Figura N° 2.15. Máquina de Flexión Rotativa.

Se aplicó un momento flector (M) generado por una carga aplicada a una barra graduada para producir a esfuerzos (S) constantes en cada ensayo. Dicho momento flector, es calculado considerando que:

$$S = \frac{M \cdot C}{I} \quad (\text{Ecuación 2.18})$$

Ecuación de la cual se puede despejar el momento flector,

$$M = \frac{S \cdot I}{C} \quad (\text{Ecuación 2.19})$$

Donde: I : momento polar de inercia de la probeta, donde para una barra circular está dado por:

$$I = \frac{\pi \cdot D^4}{64} \quad (\text{Ecuación 2.20})$$

C : Mínima distancia del eje neutro de carga hasta la superficie de la probeta, que se considera como

$$C = D/2 \quad (\text{Ecuación 2.21})$$

En ambos casos, D es el diámetro menor de la probeta. Sustituyendo las ecuaciones 2.20 y 2.21 en la ecuación 2.19, se tiene

$$M = \frac{S \cdot I}{c} = \frac{S \cdot \frac{\pi \cdot D^4}{64}}{D/2} = \frac{S \cdot \pi \cdot D^3}{32} \quad (\text{Ecuación 2.22})$$

Finalmente, simplificando se tiene:

$$M = 0,0982 \cdot S \cdot D^3 \quad (\text{Ecuación 2.23})$$

Donde si S está dado en [psi] y D en [in], M está en [lbf·in]. La misma ecuación puede también ser expresada como:

$$M = 11,092 \cdot S \cdot D^3 \quad (\text{Ecuación 2.24})$$

Donde S es dado en [MPa], d en [mm] y M en [N·m]. El número de ciclos que cuantifica la vida de cada probeta a cada nivel de esfuerzo, fue medido a través de un contador de revoluciones electrónico que posee la máquina. La velocidad de giro aproximada para estos ensayos fue de aproximadamente 3000 rpm (50 Hz).

Como el fin último de estos ensayos es determinar el Límite de Fatiga, se empleó el Método de la Escalera, donde la primera prueba se inició en una primera aproximación al nivel de esfuerzo esperado de dicha propiedad. En principio se ensayaron las probetas no recubiertas en un nivel de carga un poco menor al ensayado en investigaciones (485 MPa) anteriores. Luego, se ensayaron las muestras recubiertas empezando en el valor de Límite de Fatiga reportado por Puchi-Cabrera y colaboradores^[23].

Posteriormente, como es lo establecido por el método de ensayo seleccionado, si se produce un fallo antes de que el ciclo de vida asignado en 5×10^6 ciclos se cumpla, la próxima probeta se prueba en un nivel de esfuerzos inferior, en cambio si la probeta no falló en el dicho número preasignado de ciclos, la próxima prueba se ejecuta en un nivel superior. Los intervalos o escalones entre los niveles de esfuerzos se tomaron de 5 MPa. El ensayo continuó de esta manera, el nivel de esfuerzo de cada una prueba va a subir o bajar dependiendo del resultado anterior.

Contabilizados los fallos y los no fallos, se pasa a evaluar los datos según el nivel de esfuerzo, asignando coeficientes i , donde $i = 0$ corresponde al menor nivel de esfuerzos, luego el valor medio de límite de vida a la fatiga S_e será dado por la siguiente ecuación:

$$S_e = S_0 + d \left(\frac{A}{\sum n} \pm \frac{1}{2} \right) \quad (\text{Ecuación 2.25})$$

Donde S_o es el menor nivel de esfuerzos en [MPa], d es el valor del escalón utilizado en [MPa], $\sum n$ es el total de fallos, y $A = \sum i \cdot n_i$. Del mismo modo, se utiliza +1/2 si los no fallos son menos frecuentes y -1/2 para el caso contrario.

Luego, la desviación estándar del valor encontrado está dada por la ecuación:

$$\hat{\sigma} = 1,620 \cdot d \left(\frac{B \cdot \sum n - A^2}{(\sum n)^2} + 0,029 \right) \quad (\text{Ecuación 2.26})$$

Donde $B = \sum i^2 \cdot n_i$. Además se considera que cuando el término $\frac{B \cdot \sum n - A^2}{(\sum n)^2}$ es mayor a 0,3 el valor de $\hat{\sigma}$ es bastante exacto.

2.4.6 Ensayo de Líquido Penetrante.

Con el fin de evaluar la posible formación de grietas principales en las probetas que no fallaron por fatiga, se realizó este ensayo no destructivo, según lo establecido en la norma ASTM E165^[18]. Se aplicó un tinte penetrante visible a luz natural (tipo II) que fue removido con solvente (Proceso C).

El ensayo se realizó según lo considerado en la norma, en las etapas siguientes:

- Preparación Superficial: la presencia de grasas e impurezas puede inducir a discontinuidades ficticias en la pieza de estudio, por lo que fueron limpiadas completamente antes de la aplicación del tinte con un solvente limpiador.

- Aplicación del Tinte Penetrante: el tinte de color rojo marca Spotcheck, modelo SKL-SP1, fue aplicado a través de rociado, cubriendo por completo la zona de estudio. El tiempo de drenado fue de aproximadamente 15 minutos, después del cual se utilizó el solvente removedor marca Spotcheck, modelo SKC-S para la remoción de la capa superficial del penetrante, de modo que este permanezca sólo en las discontinuidades.
- Aplicación del Revelador: luego de esperar 5 minutos a que el solvente removedor se evaporara y se terminara de asentar el tinte penetrante en las posibles imperfecciones, se roció una capa fina del revelador a base de solvente marca Spotcheck, modelo SKD-S2 sobre toda la zona de estudio.
- Inspección: una vez que el revelador absorba el penetrante (después de aproximadamente 5 minutos), se procedió a inspeccionar bajo luz natural y a simple vista las probetas en busca de posibles inicios de grietas inducidas por fatiga y de otras posibles discontinuidades presentes.
- Post- Limpieza: una vez inspeccionadas las muestras, se procedió a limpiar todo el revelador primero con solvente y luego con agua.

2.4.7 Ensayos de Tracción Post-Fatiga.

Con el objetivo de evaluar el efecto de la aplicación de cargas cíclicas al material, sobre las propiedades mecánicas estáticas del mismo, se ensayaron a tracción las probetas recubiertas que alcanzaron 5 millones de ciclos.

Debido a que las probetas de fatiga poseen un radio continuo en su sección de ensayo, la longitud inicial debe ser medida entre los hombros de la misma.

Los ensayos fueron llevados a cabo en una máquina MTS, modelo 810 con capacidad de 25 toneladas (figura N° 2.16), controlada servo hidráulicamente, empleando una velocidad de cabezal de 5 mm/min. A diferencia del primer caso, luego del montaje de la probeta en la máquina, sobre las mismas se colocó uno extensómetro marca INSTRON, modelo G-51-12-M-A (figura N° 2.17), con el fin de medir el alargamiento de la muestra mientras se le aplicaba la carga.

Obtenidas las respectivas curvas de carga versus alargamiento, se procedió a obtener las correspondientes curvas de Esfuerzo Real versus Deformación Real de las cuales se obtuvieron los valores de Esfuerzo de Fluencia (siguiendo el criterio del 0,2% de deformación), Esfuerzo Último a la Tracción y Porcentaje de Reducción de Área, con el fin de comparar dichos valores con respecto a los obtenidos en el ensayo de tracción inicial.



Figura N° 2.16. Máquina de Tracción
MTS-810.

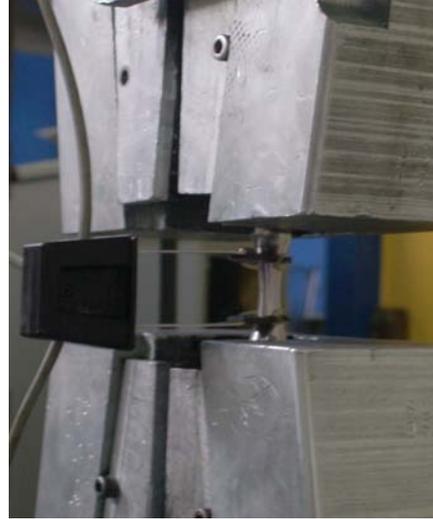


Figura N° 2.17 Extensómetro Marca
Instron.

2.4.8 Estudio Fractográfico

Para este estudio se requiere de la selección y preparación previa de las muestras ensayadas en los puntos anteriores antes de someterlo al estudio fractográfico. Para ello se seleccionaron 2 probetas de fatiga recubiertas y 2 probetas de fatiga no recubiertas que hayan fallado con mayor número de ciclos, además de la probeta de tracción recubierta.

Para la preparación de las muestras primero se deben seccionar transversal (paralelo a la superficie de fractura) y longitudinalmente (perpendicular a la superficie de fractura) las muestras ensayadas a fatiga y tracción empleando cortadoras dotadas de discos abrasivos y de diamante.

Para la realización de los cortes transversales se seleccionó la superficie de fractura donde se observa mayor cantidad de picos. El corte se llevó a cabo

utilizando una cortadora marca Buehler, modelo SamplMet2 (figura N° 2.18) con un disco abrasivo número 10-4112 el cual especifica la máquina que debe usarse para el tipo de acero utilizado, de acuerdo a la dureza del mismo; se procedió a realizar el corte a una distancia de 6 mm de la superficie de fractura.



Figura N° 2.18. Cortadora de Disco Abrasivos.

Al momento del corte se debe fijar con firmeza la pieza a cortar con las mordazas. De esta forma se evitan vibraciones, así como el ejercicio de presiones excesivas, puesto que se puede afectar la zona de fractura. Luego se ejecuta la operación a velocidad de avance constante y sin retirar el disco, evitando movimientos oscilatorios hasta que no se haya completado el corte. Se utilizó un fluido refrigerante de manera que se logra mantener la temperatura a niveles estables, para evitar sobrecalentamiento en la pieza que altere su microestructura.

Para la realización de los cortes longitudinales se seleccionó la superficie de fractura donde se observan menor cantidad de picos. Esto se llevó a cabo utilizando una cortadora marca Buehler, modelo IsoMet (figura N° 2.19) de

disco de diamante que opera a bajas velocidades. La utilización de esta máquina para este corte en específico es con la finalidad de evitar el mayor daño posible en la superficie de fractura ya que la misma estaría en contacto con el disco. Posteriormente la muestra cortada fue terminada de seccionar transversalmente en la cortadora de disco abrasivo de manera de separar ambas partes.



Figura N° 2.19. Cortadora de Disco de Diamante.

Una vez efectuado los cortes longitudinalmente en las muestras, estas se desbastaron inicialmente con papel de lija desde 600 hasta 2000 y luego se pulieron con paños metalográficos de lona con suspensión de alúmina de 0,3 y 0,05 μm para luego realizar una limpieza a las muestras en el equipo de ultrasonido con acetona.



Figura N° 2.20. Equipo de Microscopia Electrónica de Barrido (MEB).

El estudio fractográfico se realizó con un equipo de Microscopía Electrónica de Barrido marca Hitachi, modelo S-2400 (figura N° 2.20) empleando un voltaje de 20 KV.

2.5 ENSAYOS REALIZADOS EN LA UNIVERSITÀ DEGLI STUDI ROMA 3

El equipo que labora en el Laboratorio Interdepartamental de Microscopía Electrónica (LIME) de la Università degli Studi Roma 3 (Uniroma 3) en Italia, realizó paralelamente a las evaluaciones realizadas en la UCV una serie de ensayos con el objetivo de caracterizar morfológica, microestructural y mecánicamente el recubrimiento objeto de estudio, siguiendo la metodología experimental señalada a continuación.

Se utilizaron 2 discos de acero, y 2 probetas de fatiga, identificadas con la posición P3 (plataforma central) y P5 (plataforma inferior) dentro del reactor.

2.5.1 Preparación Superficial.

A fin de eliminar las impurezas superficiales de las muestras, se hizo una limpieza en ultrasonido con alcohol, para luego secarlas con nitrógeno y lámpara de infrarrojos. Esta técnica es común a todos los ensayos realizados.

2.5.2 Análisis de Defectos a través de Microscopía Óptica.

En uno de los discos se realizaron 10 fotomicrografías en un microscopio óptico a un aumento significativo con respecto al número de defectos visibles (50X) y empleando los mismos parámetros de trabajo (iluminación, contraste, tiempo de exposición, entre otros). Las imágenes obtenidas fueron analizadas a través del programa de Análisis de Imágenes Analysis 3.0, siguiendo un procedimiento estandarizado consistente en:

- Reducción de la imagen a escala de grises.
- Binarización de la imagen.
- Corrección manual de los defectos no identificados o identificados incorrectamente.
- Clasificación de los defectos de acuerdo a 20 clases según su dimensión característica creciente en escala logarítmica.
- Análisis estadístico de la distribución dimensional y morfológica de los defectos a través del uso del programa DefectSIS, desarrollado por el LIME.

2.5.3 Ensayos de Dureza

2.5.3.1 Microindentación.

Se realizaron indentaciones, tanto al substrato como al substrato recubierto, empleando cargas de 25, 50, 100, 200, 300, 500, y 1000 g.

Los resultados obtenidos fueron analizados utilizando los 2 modelos anteriormente descritos. Adicionalmente, para evaluar la dureza absoluta del substrato, se utilizó el método propuesto por Thomas ^[31], mostrado en la ecuación 2.27.

$$\textit{Modelo de Thomas} \quad H = H_0 + \frac{k}{d} \quad (\text{Ecuación 2.27})$$

Donde: H : dureza del sistema substrato-recubrimiento
 H_0 : dureza absoluta del material
 k : constante propia del material
 d : tamaño de la huella producida por la indentación

2.5.3.2 Nanoindentación.

El ensayo fue realizado según lo establecido en la norma ISO 14577-1-2-3. El equipo utilizado fue un Nanoindentador marca MTS modelo G200, con un indentador de diamante tipo Berkovich cuya geometría es piramidal de base triangular.

La técnica específica de estudio para determinar la dureza y el módulo elástico a escala nanométrica fue la de Medición Continua de la Rigidez (CSM, por sus siglas en inglés). Dicha técnica está basada en la imposición de una fuerza armónica durante la fase de carga que logra medir progresivamente la rigidez del material mediante pequeñas descargas. Se consideró una tasa de deformación constante de $0,05 \text{ s}^{-1}$, una profundidad máxima de indentación de 500 nm y relación de Poisson de 0,25.

Se prestó especial atención a la correcta calibración del instrumento así como también a una evaluación a la función del área de contacto muestra-indentador. La calibración se realizó antes y después de cada prueba sobre una muestra estándar de sílice fundida, con el fin de verificar el correcto funcionamiento del equipo y su posible variación en el transcurso de los ensayos.

2.5.4 Evaluación de Esfuerzos Residuales

Se realizó el cálculo de los esfuerzos residuales mediante el fresado de una zanja en forma de anillo a través de técnicas de fresado iónico (FIB, por sus siglas en inglés). El cambio de deformación en la superficie de la muestra fue medido a través de correlación de imágenes digitales obtenidas por MEB correspondientes a un patrón de puntos que se marcó en la superficie previamente al fresado. A continuación se utilizó el método de elementos finitos (FEM) para modelar la evolución de la tasa de relajación de esfuerzos de acuerdo a las medidas experimentales. Esta técnica constituye un método semi-destrutivo para una exacta evaluación de los esfuerzos residuales a escala sub micrométrica.

2.5.5 Observación FIB/SEM.

La sección fue realizada a través de FIB. Después de haber posicionado la superficie de la muestra en un plano ortogonal a la columna iónica (con inclinación de 52° con respecto a la columna electrónica), se realizó una deposición preliminar de una capa de Platino (Pt) de espesor de $1\ \mu\text{m}$, con el fin de proteger a la superficie y dejarla inalterada durante la remoción de material.

Sucesivamente, el corte fue realizado a valores decrecientes de corriente iónica (de 9nA a $0,9\text{nA}$) con el fin de realizar una remoción rápida y eficaz en las fases preliminares y un pulido eficaz en las fases finales del proceso, con el fin de resaltar la microestructura.

El corte se realizó en uno de los discos y al borde y al centro de las probetas de fatiga. Las secciones obtenidas fueron utilizadas para tomar micrografías a través de microscopía electrónica de barrido en alta resolución y de este modo poder medir el espesor del recubrimiento y establecer su estructura.

2.5.6 Composición Química.

Se siguió un procedimiento de FIB (similar al descrito anteriormente), para obtener una lámina de espesor en el orden de los $150\ \text{nm}$, con el fin de aumentar la resolución, disminuyendo el volumen de interacción entre la muestra y la sonda iónica.

A diferencia del caso anterior, la probeta se colocó inclinada 52° con respecto a la columna iónica y en un plano ortogonal al cañón de electrones, de

este modo se tiene el máximo de resolución y exactitud en la medición del perfil de composición, efectuado a través de la técnica de Espectroscopía por Dispersión en Energía en Rayos X (EDS, por sus siglas en inglés).

El perfil de los elementos viene obtenido mediante medición de los rayos X emitidos por la muestra por efecto de su interacción con el haz de electrones. La presencia de la película de Platino puede ser utilizada como elemento de control para verificar la resolución espacial de la técnica y de este modo optimizar los parámetros de adquisición y la geometría del corte a realizar.

La medición del perfil fue obtenida empleando un voltaje de aceleración de electrones en el orden de los 10 kV, valor considerado óptimo (después de una serie preliminar de medidas) entre la dimensión del punto (que debe ser mínima para aumentar la resolución) y el conteo realizados por el detector de rayos X (que debe ser máximo).

CAPÍTULO III

RESULTADOS Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS

A continuación se presentan los resultados de los estudios realizados en el marco de la presente investigación, con la inclusión de tablas y figuras que permiten el mejor entendimiento y soporte de lo analizado para cada uno de los estudios realizados.

3.1 Ensayos de Microindentación.

Para obtener los valores de dureza del sustrato y la dureza absoluta del recubrimiento, se realizaron indentaciones siguiendo el barrido de carga mostrado en la tabla N° 3.1, aplicadas a una muestra con un sustrato cuya dureza es aproximadamente de 6,2 GPa.

Tabla N° 3.1. Resultados del Barrido de Carga aplicadas a una muestra de Acero de Herramientas Recubierto con BALINIT® HELICA

Carga	Dureza (GPa)	
	Substrato	Compuesta (Substrato + Recubrimiento)
1000	6,25	7,86
500	6,36	7,16
300	6,02	6,95
200	6,54	10,26
100	5,92	10,13
90	-	12,22
80	-	15,36
70	-	19,71

60	-	24,41
50	-	30,43

Inicialmente se graficó la dureza del substrato versus la profundidad relativa de la indentación, pudiéndose observar que la dureza del mismo es aproximada de 6,2 GPa, tal como se observa en la figura N° 3.1

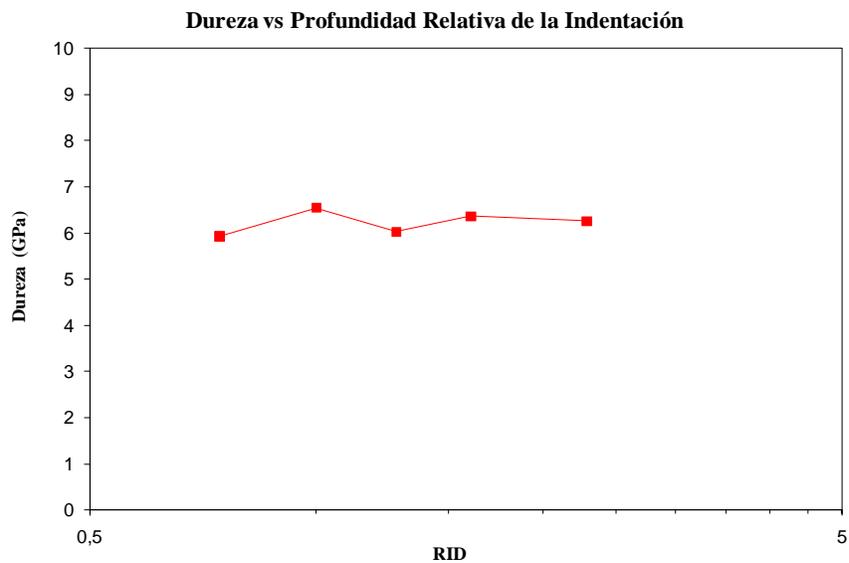


Figura N° 3.1. Curva de Dureza Vickers vs Profundidad Relativa de la Indentación de un Acero de herramientas.

Haciendo uso del programa Mathcad, se utilizaron los modelos de Korsunsky et al.^[32] y de Puchi Cabrera^[33] aplicados para los valores de dureza compuesta, obteniéndose las gráficas correspondientes a cada uno, mostradas a continuación en las figuras N° 3.2 y N° 3.3. Ambos modelos permiten obtener una estimación de la dureza del recubrimiento para cargas muy pequeñas.

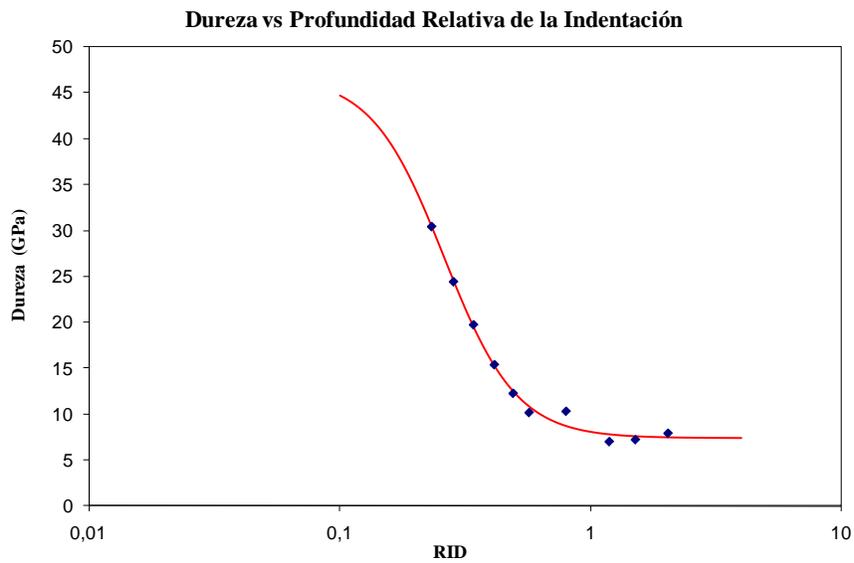


Figura N° 3.2. Curva de Dureza vs RID en Acero de Herramientas Recubierto con BALINIT® HELICA. Modelo de Korsunsky et al.

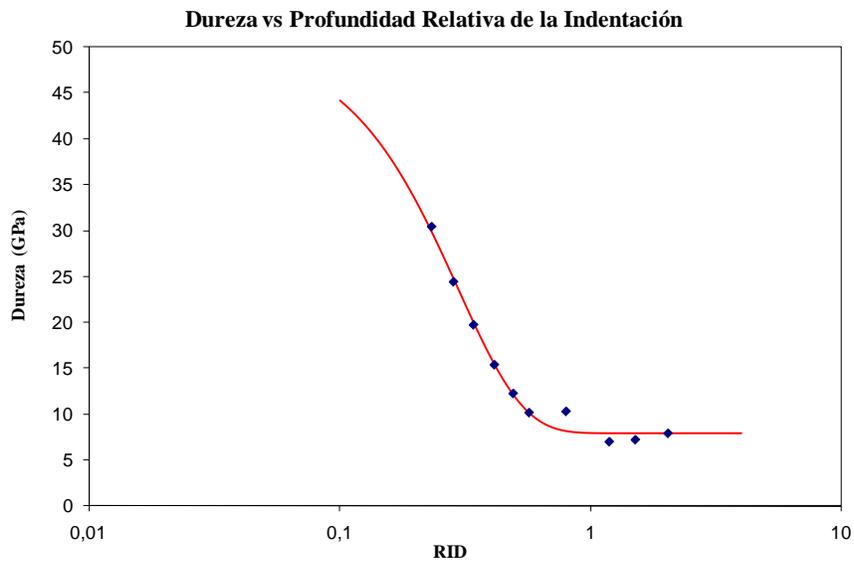


Figura N° 3.3. Curva de Dureza vs RID en Acero de Herramientas Recubierto con BALINIT® HELICA. Modelo de Puchi-Cabrera.

Como se observa, en ambos modelos la dureza compuesta disminuye de manera progresiva desde el valor correspondiente a la dureza absoluta del recubrimiento hasta el valor correspondiente a la dureza del sustrato. El valor de dureza absoluta obtenido por ambos modelos se reporta en la tabla N° 3.2

Tabla N° 3.2. Dureza Absoluta del Recubrimiento

Modelo	Dureza Absoluta del Recubrimiento
Puchi - Cabrera	50,6 GPa
Korsunsky et al.	46,8 GPa

A continuación se presentan los resultados de ensayos similares realizados en el Laboratorio Interdepartamental de Microscopia Electrónica (LIME) de la Universidad de Roma TRE (URT), pero ahora en una muestra de acero cuyo sustrato tiene una dureza de aproximadamente 1,9 GPa. Los resultados obtenidos para un barrido de cargas similar al anterior son reportados en la tabla N° 3.3, a continuación.

Tabla N° 3.3. Resultados del Barrido de Carga en una muestra de Acero SAE 4340 Recubierto con BALINIT® HELICA (URT)

Carga	Dureza (GPa)	
	Substrato	Compuesta (Substrato + Recubrimiento)
1000	1,97	3,32
500	1,95	3,67
300	2,03	4,05
200	2,17	5,51
100	2,21	10,02
50	2,35	22,62
25	2,42	34,62

Para el análisis de la dureza en el sustrato se utilizó ahora el modelo de Thomas ^[31], obteniéndose la gráfica mostrada en la figura N° 3.4. Al extrapolar los valores para cargas que tienden a cero, se obtiene que la dureza absoluta para del sustrato es efectivamente de 1,9 GPa.

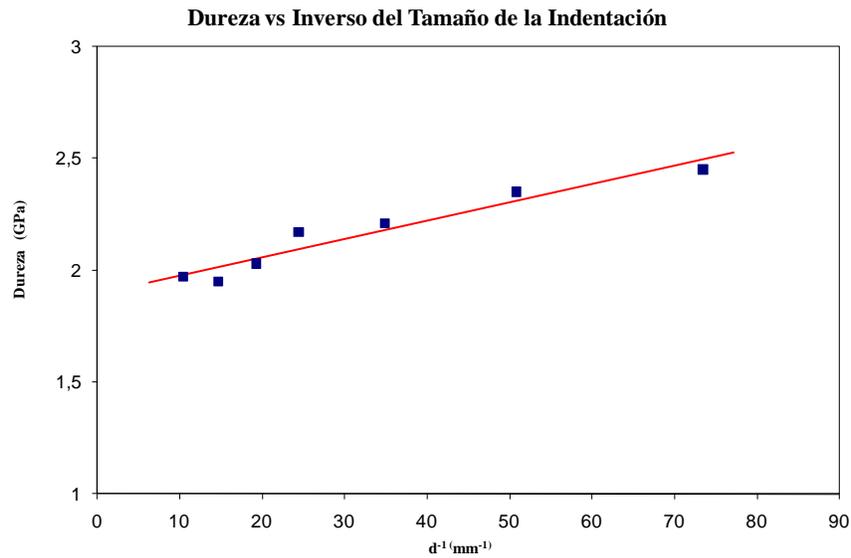


Figura N° 3.4. Curva de Dureza Vickers vs Inverso del Tamaño de la Indentación del Acero empleado como sustrato

Al igual que en el caso anterior haciendo uso de hojas de cálculo en el programa Mathcad se utilizaron los modelos de Korsunsky et al.^[32] y de Puchi Cabrera ^[33] aplicados para los valores de dureza compuesta, obteniendo las gráficas correspondientes a cada uno, mostradas a continuación en las figuras N° 3.5 y N° 3.6.

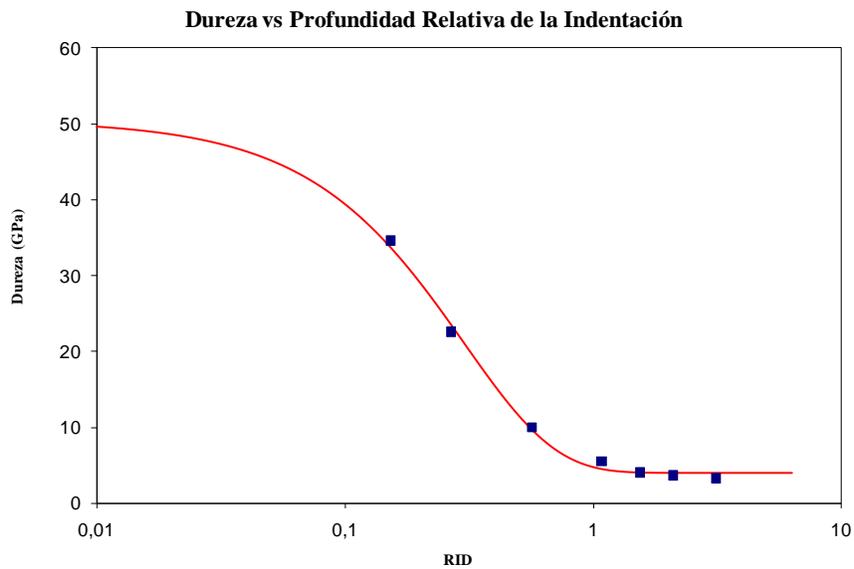


Figura N° 3.5. Curva de Dureza vs RID en Acero Recubierto con BALINIT® HELICA. Modelo de Puchi-Cabrera.

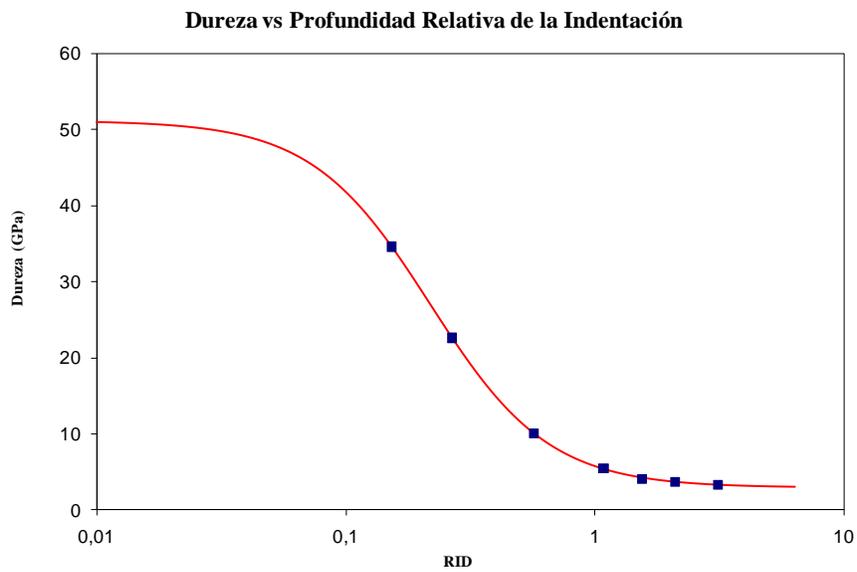


Figura N° 3.6. Curva de Dureza vs RID en Acero Recubierto con BALINIT® HELICA. Modelo de Korsunsky et al.

De igual manera al caso anterior, el comportamiento descrito por ambos modelos es muy similar. Los resultados se muestran en la tabla N° 3.4.

Tabla N° 3.4. Dureza Absoluta del Recubrimiento

Modelo	Dureza Absoluta del Recubrimiento
Puchi - Cabrera	50,5 GPa
Korsunsky et al.	51,1 GPa

Al comparar los valores obtenidos en la UCV con los obtenidos en LIME, se tiene una diferencia menor al 3%, por lo que ambos modelos se aproximan al mismo valor infiriendo que el valor de dureza absoluta del recubrimiento se encuentra justamente alrededor de 50 GPa.

Por otro lado podemos notar que para ambos valores de dureza del sustrato (tanto a 6,2 GPa, como a 1,9 GPa), al estudiar la dureza del recubrimiento notamos que no se observa una variación significativa, sin embargo para sustratos más duros la confiabilidad es mayor que para aquellos sustratos más blandos.

Por último al comparar los valores de la dureza compuesta señalada por el fabricante, de 30 GPa a 50 g de carga, con la calculada experimentalmente mostrada en la tabla 3.1, la cual corresponde a un valor de 22,6 GPa a 50 g, se puede decir que presenta una diferencia porcentual de 25%.

3.2 Perfilometría

Con el fin de establecer la condición superficial en las probetas, se realizó el estudio de rugosidad. El perfilómetro arrojó los siguientes resultados para las muestras recubiertas y sin recubrir tal y como se muestran en las tablas N° 3.5 y N° 3.6.

Tabla N° 3.5. Resultados del Análisis de la Rugosidad en Acero AISI 4340 sin recubrir

	Distancia Promedio Entre Picos y Valles Rz (μm)	Desviación Promedio Aritmética Ra (μm)	Raíz Cuadrada Media rms (μm)
Promedio	0,88	0,037	0,057

Tabla N° 3.6. Resultados del Análisis de la Rugosidad en Acero AISI 4340 con Recubrimiento de BALINIT® HELICA

	Distancia Promedio Entre Picos y Valles Rz (μm)	Desviación Promedio Aritmética Ra (μm)	Raíz Cuadrada Media rms (μm)
Promedio	1,03	0,018	0,025

Se observa un incremento porcentual de 16% en las muestras recubiertas para Rz, lo cual puede deberse a la presencia de partículas sin reaccionar las cuales generan picos elevados y poros profundos. Asimismo, se evidencia una disminución de los valores de Ra y rms en un 51% y 56% respectivamente; esto podría atribuirse al depósito de partículas en los valles del sustrato que suavizan la morfología de superficie, verificando la propiedad que tiene el recubrimiento de otorgar una baja rugosidad a las piezas tratadas.

En la figura N° 3.7, presentada a continuación, se puede observar el mapa de la superficie para la probeta recubierta, donde gracias a la escala de colores establecida por el equipo se nota una superficie con una baja presencia de variaciones que se mantienen a lo largo de la zona de estudio.

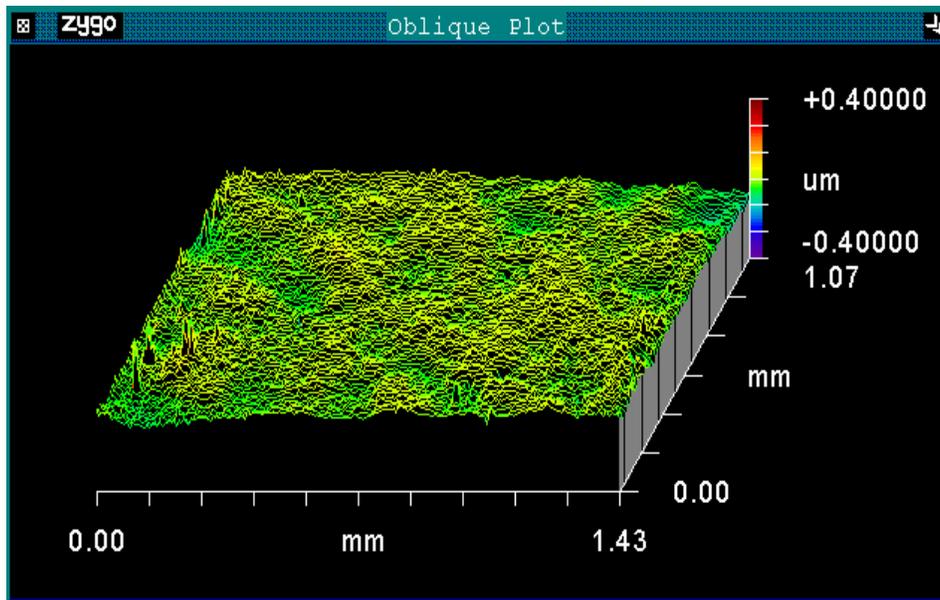


Figura N° 3.7. Mapa de superficie en Acero Recubierto con BALINIT® HELICA

Adicionalmente se observa que el valor de rugosidad que otorga el recubrimiento es inferior a $0,20 \mu\text{m}$, el cual corresponde al valor exigido por la norma ASTM E606 para ensayos de fatiga.

3.3 Determinación del Espesor del Recubrimiento

Se determinó el espesor del recubrimiento mediante la prueba de la calota esférica (Calotest). Las medidas de los diámetros internos (d) y de los diámetros

externos (D) fueron obtenidas utilizando el Microscopio Electrónico de Barrido, tal y como se muestra en la figura N° 3.8.

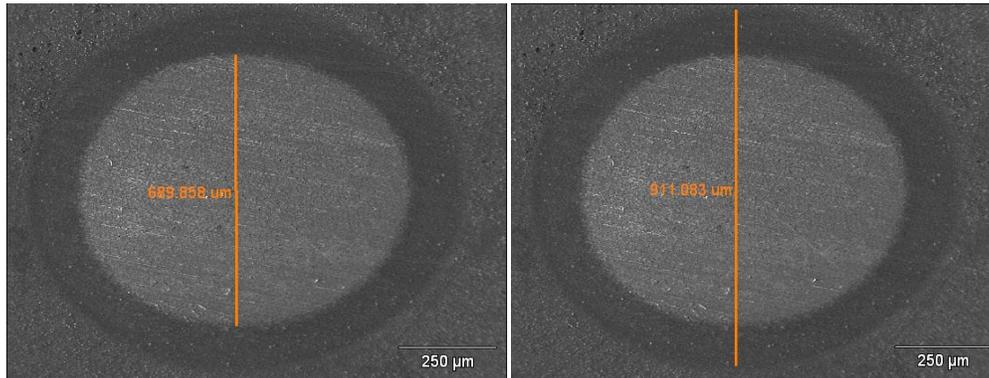


Figura N° 3.8. Imagen del Diámetros Interno y Externos Dejado por una Huella y Observada por un Microscopio Electrónico de Barrido (MEB).

Para cada una de las huellas se calculó el promedio de los diámetros internos (d) y los diámetros externos (D). Con dichos valores y el valor del radio de la bola esférica de rotación ($R=15870 \mu\text{m}$), se obtuvo el valor del espesor del recubrimiento para cada huella. Posteriormente se calculó el promedio total, obteniéndose un valor de $3,41 \mu\text{m}$, representando este, el valor del espesor del recubrimiento tal y como se muestra en la tabla N° 3.7.

Tabla N° 3.7. Resultados del Espesor del Recubrimiento.

Huella	Promedio De Espesores (μm)	Espesor Promedio Total (μm)
1	3,51	3,41
2	3,31	

3.4 Ensayos de Tracción

Luego de tratados los datos experimentales con la respectiva corrección por deformación elástica de elementos de máquina y establecidas las relaciones esfuerzo-deformación real e ingenieril, se obtuvo la gráfica Esfuerzo Real vs Deformación Real para la única probeta ensayada, mostrada en la figura N° 3.9

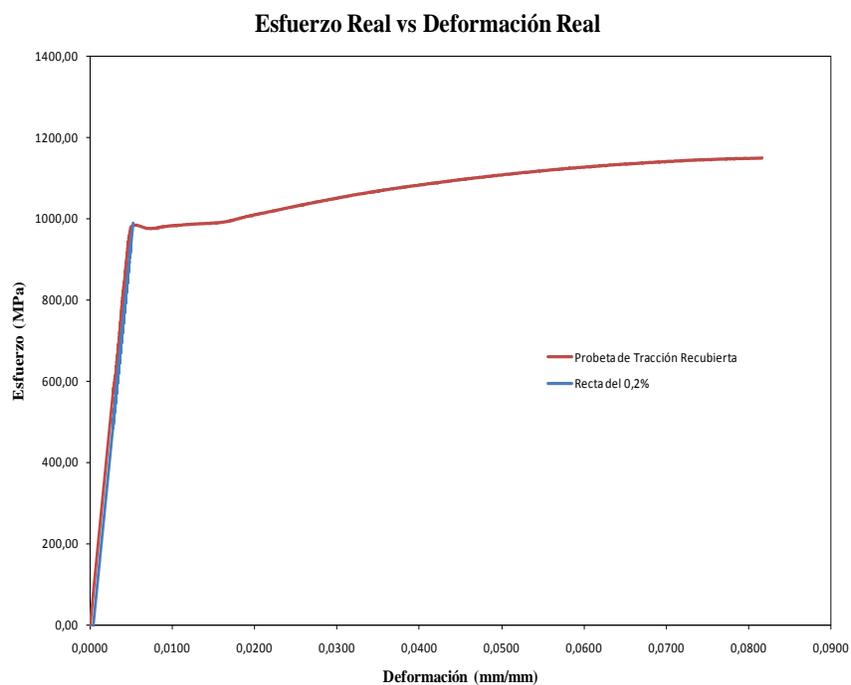


Figura N° 3.9. Curva de Esfuerzo Real vs Deformación Real del acero AISI 4340 Recubierto con BALINIT ® HELICA.

De dicha gráfica, es importante resaltar los valores de Esfuerzo de Fluencia (según el criterio del 0,2%), Esfuerzo Real a Carga Máxima y Porcentaje de Reducción de Área, indicados a continuación en la tabla N° 3.8.

Tabla N° 3.8. Resultados de Tracción del acero AISI 4340 Recubierto con BALINIT HELICA.

Probeta	Esfuerzo De Fluencia Real σ_y (MPa)	Esfuerzo Máximo Real σ_{uts} (MPa)	Porcentaje De Reducción De Área %RA
1	984	1145	53

Según la ASM ^[3], los valores referenciales de σ_y y σ_{uts} para un acero AISI 4340 en condición de bonificado son de 876 MPa y 1467 MPa respectivamente. Esto evidencia un aumento del 12% en el esfuerzo de fluencia del material y una disminución de 22% en el esfuerzo real a carga máxima en la muestra recubierta. Sin embargo, estas variaciones son solo aparentes ya que en el presente trabajo únicamente se dispuso de una probeta de tracción y por ende la comparación no es del todo válida.

3.5 Ensayo de Fatiga

Los resultados obtenidos en los ensayos de límite de fatiga al aire para el acero AISI 4340 sin recubrimiento son reflejados a continuación en la tabla N° 3.9.

Tabla N° 3.9. Resultados de los Ensayos de Límite de Fatiga al aire en un acero AISI 4340 sin Recubrimiento.

Probetas	Esfuerzo σ (MPa)	Numero De Ciclos (Nf)
1	485	5.000.000
2	495	5.000.000
3	505	566.900
4	500	5.000.000
5	505	5.000.000

6	510	5.000.000
7	515	5.000.000
8	520	5.000.000
9	525	5.000.000
10	530	5.000.000
11	540	5.000.000
12	550	5.000.000
13	560	5.000.000
14	570	600.300
15	565	5.000.000
16	570	1.073.000
17	565	791.100

Los ensayos fueron iniciados para un nivel de esfuerzo un poco menor (485 MPa) al ensayado en investigaciones anteriores, los cuales estaban en el orden de 500 MPa. Debido al número limitado de probetas se empezó con escalones de 10 MPa hasta conseguir la primera probeta que fallara, lo que podría ser indicio de que se estaba en valores de esfuerzos cercano al límite buscado.

Se observó que la primera probeta falló a un esfuerzo de 505 MPa, por lo que para las siguientes probetas se disminuyó el valor del escalón a 5 MPa. Al observar el comportamiento de las probetas y notar que las mismas no fallaban a medida que aumentaba el esfuerzo, se procedió a incrementar nuevamente el escalón a 10 MPa, manteniéndose en este valor hasta la siguiente probeta que fallara.

Luego de conseguir el nivel de esfuerzo en el cual falla la probeta, correspondiente a 570 MPa, se procede a disminuir el escalón a 5 MPa hasta ensayar la última probeta.

De los resultados obtenidos y utilizando el método de la escalera se tomaron los 4 últimos datos para el cálculo del límite de fatiga. Además para el uso de las ecuación 2.25 y 2.26 se obtuvieron los valores de n , A y B y se consideró el suceso menos frecuentes (no fallo) tal y como se muestra en la tabla N° 3.8, de este modo el valor del límite de fatiga para el substrato es de 560 ± 2 MPa. Cabe destacar que la tabla N 3.10 muestra solamente los resultados usados para el cálculo del límite de fatiga (cuatro valores de los doce que exige la norma ASTM E606), para los cuales los resultados obtenidos son válidos (a escalón constante), es por esta razón que los espacios restantes aparecen en blanco a pesar de que fueron ensayadas más probetas.

Tabla N° 3.10. Determinación de Parámetros Necesarios para la Obtención del Límite de Fatiga

Esfuerzo (MPa)	Nivel (i)	Resultados de los Ensayos											Resumen de los Resultados		Frecuencia de Especímenes que Fallaron		
		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	Fallaron	No Fallaron	Fi	Fi . I
565	0	0	X	-	-	-	-	-	-	-	-	-	1	1	1	0	0
570	1	X	X	-	-	-	-	-	-	-	-	-	2	0	2	2	2
TOTAL												3	1	3	2	2	

Los resultados de las probetas ensayadas se representaron en un gráfico S-N, que nos muestra el límite de fatiga al aire para las muestras de acero AISI 4340 sin recubrimiento, tal y como se observa en la figura N° 3.10.

Limite de Fatiga del Acero 4340

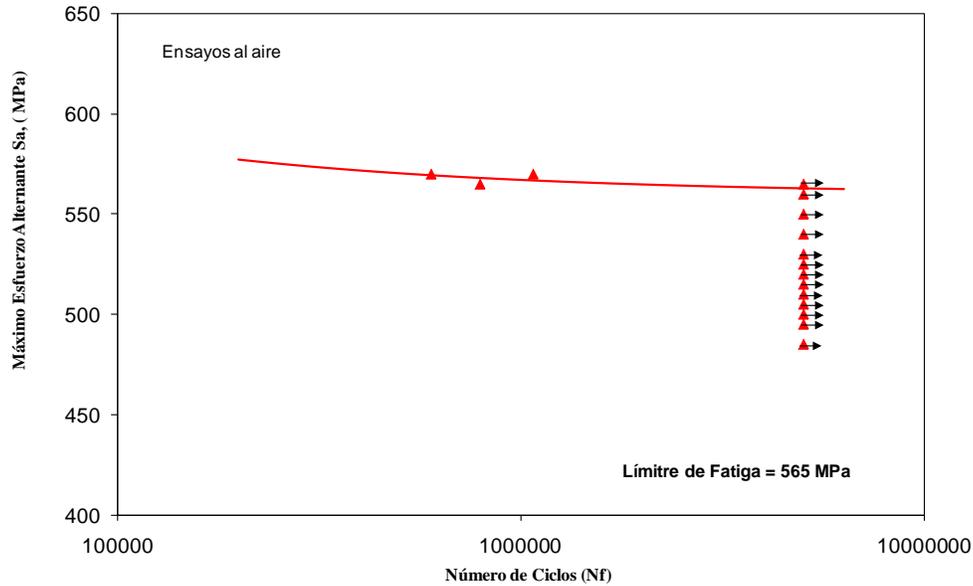


Figura N° 3.10. Curva S-N del acero AISI 4340 sin Recubrimiento.

La ecuación que describe los datos experimentales es:

$$S = 560 + \left(\frac{Nf}{36,1 \times 10^6} \right)^{-0,55}$$

En el caso del estudio del límite de fatiga al aire de las probetas recubiertas con BALINIT® HELICA se comenzó en un nivel de esfuerzo de 550 MPa, por debajo al obtenido para el acero AISI 4340 y similar al reportado por Puchi Cabrera y colaboradores ^[25], para un acero AISI 4340 con un recubrimiento de TiCN obtenido por PAPVD. Tal y como se muestra en la tabla N° 3.11, los escalones al principio son variables tomando valores de 20, 30 y 50 MPa debido a que se ensayó hasta conseguir un nivel de esfuerzo en el cual la

probeta no fallara para garantizar que no se estuviese por encima del límite de fatiga.

Tabla N° 3.11. Resultados de los Ensayos de Límite de Fatiga al aire del acero AISI 4340
Recubierto de BALINIT HELICA.

Probetas	Esfuerzo σ (MPa)	Numero De Ciclos (Nf)
1	550	438.900
2	530	234.500
3	530	1.769.100
4	500	723.400
5	450	5.000.000
6	475	583.500
7	460	5.000.000
8	465	5.000.000
9	470	5.000.000
10	475	5.000.000
11	480	5.000.000
12	485	5.000.000
13	490	1.324.100
14	485	319.300
15	480	5.000.000
16	485	5.000.000
17	490	351.800
18	485	5.000.000

Al igual que para el caso anterior con el acero AISI 4340 sin recubrimiento, se tomaron los sucesos menos frecuentes a partir de 460 MPa (probeta 7), ya que a partir de ese nivel se mantiene un valor de escalón constante de 5 MPa.

De igual manera se obtuvieron los valores de n , A y B (tabla N° 3.12), para luego ser aplicada en las ecuaciones 2.25 y 2.26 obteniéndose el valor del límite de fatiga para el acero AISI 4340 recubierto con BALINIT ® HELICA, el cual es de 486 ± 2 MPa.

Tabla N° 3.12. Determinación de Parámetros Necesarios para la Obtención del Límite de Fatiga.

Esfuerzo (MPa)	Nivel (l)	Resultados de los Ensayos											Resumen de los Resultados		Frecuencia de Especímenes que Fallaron				
		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	Fallaron	No Fallaron	Fi	Fi . l	Fi . l ²	
460	0	o													0	1	0	0	0
465	1		o												0	1	0	0	0
470	2			o											0	1	0	0	0
475	3				o										0	1	0	0	0
480	4					o				o					0	2	0	0	0
485	5						o		x		o		o		1	3	1	5	25
490	6							x				x			2	0	2	12	72
TOTAL													3	9	3	17	97		

Con los resultados de las probetas ensayadas se procedió a construir la curva S-N que muestra el límite de fatiga al aire para el acero AISI 4340 recubierto con BALINIT ® HELICA, tal y como se observa en la figura N° 3.11.

La ecuación que rige el modelo viene dada por

$$S = 486 + \left(\frac{Nf}{1,87 \times 10^6} \right)^{-1,75}$$

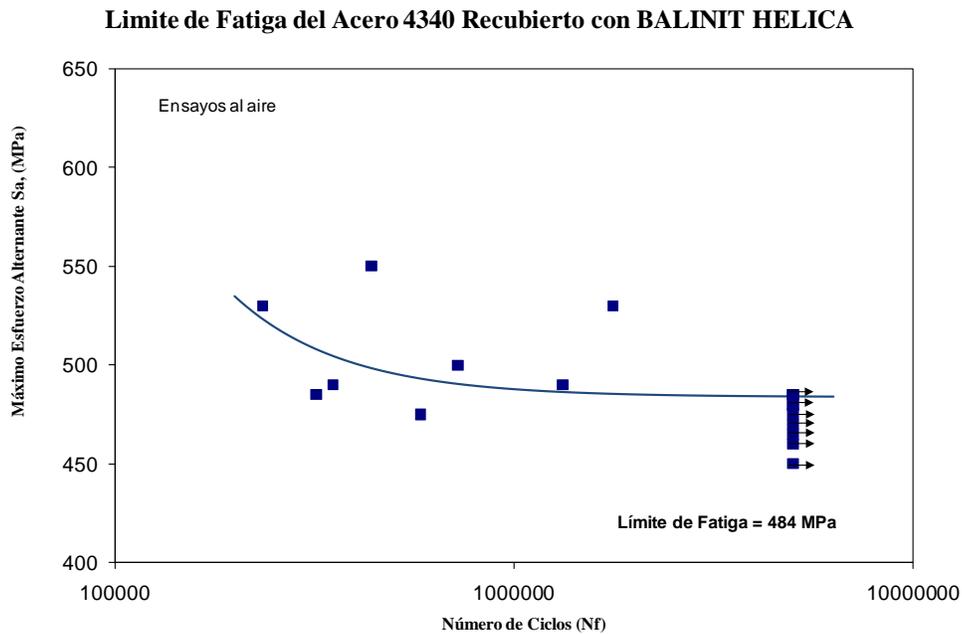


Figura N° 3.11. Curva S-N del acero AISI 4340 Recubierto con BALINIT HELICA.

Haciendo una breve comparación se tiene que el valor del límite de fatiga de la probeta sin recubrimiento es 15% mayor que la recubierta con BALINIT® HELICA tal y como se observa en la figura N° 3.12.

Las razones de la disminución del límite de fatiga en las muestras recubiertas no se conocen con precisión ya que todos los estudios sobre comportamiento a la fatiga que se han realizado anteriormente con aceros estructurales e inoxidables recubiertos con otras películas de este tipo depositadas por PVD, indican un incremento tanto en límite como en la resistencia a la fatiga del material recubierto. Se podría especular que el proceso de deposición del recubrimiento afectó las propiedades mecánicas del sustrato, pero esta hipótesis está por comprobarse.

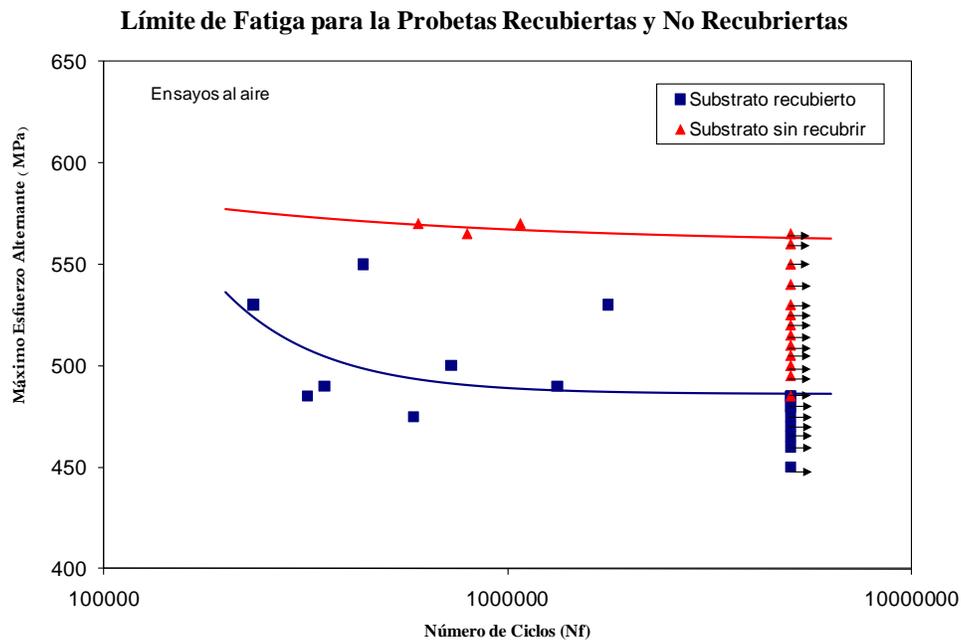


Figura N° 3.12. Curva Comparativa del Límite de Fatiga del acero AISI 4340 Recubierto con BALINIT ® HELICA y el acero AISI 4340 sin Recubrir.

3.6 Ensayos de Líquido Penetrante

Para las probetas recubiertas, la inspección por esta vía no arrojó evidencia alguna de la presencia de grietas en el material para ninguna de las muestras recubiertas ensayadas, como se observa en la figura N° 3.13



Figura N° 3.13. Condición general de las probetas recubiertas ensayadas a fatiga

Sin embargo, para las probetas pertenecientes a las posiciones extremas en el reactor (P2 y P5) sí se observaron ligeros surcos longitudinales en la sección de

ensayo, esto tal vez se deba a defectos generados sobre el substrato mediante al desbaste superficial realizado previo al pulido y a la deposición tal cual y como se observa en la figura N° 3.14.



Figura N° 3.14. Surcos longitudinales el Probeta recubierta identificada en P5

De este modo cabe destacar la propiedad que tiene el recubrimiento de reproducir las características superficiales de la superficie de piezas y elementos sobre la cual es depositado.

3.7 Ensayos de Tracción Post Fatiga

Luego de haber realizado los ensayos de fatiga en las probetas recubiertas para aquellas que no fallaron, es decir, que alcanzaron los 5.000.000 de ciclos, se propuso evaluar el efecto de la aplicación de este número ciclos de cargas en las propiedades mecánicas evaluadas en tracción, obteniendo los resultados observados en la tabla N° 3.13 que se presenta a continuación.

Tabla N° 3.13. Resultados Comparativos de las Probetas de Fatiga Ensayadas a Tracción en Aceros AISI 4340 Recubiertos con BALINIT ® HELICA.

Probeta	Esfuerzo De Fluencia Real σ_y (MPa)	Esfuerzo Maximo Real σ_{uts} (MPa)	Procentaje De Reducción De Área (%)
7	906	1087	54,8
8	896	1111	55,1

9	954	1112	52,9
10	959	1125	55,4
11	836	1077	54,7
12	925	1093	58,4
15	976	1123	56,6
16	992	1163	53,5
18	908	1115	54,9

Cabe destacar que los valores del esfuerzo de fluencia reportados se obtuvieron según el criterio 0,2% de la deformación de la probeta.

Observando las gráficas obtenidas para cada una de las probetas como se muestra en la figura N° 3.15 se puede evidenciar una disminución en la ductilidad de las probetas de fatiga con respecto a la de tracción generando un comportamiento más frágil en dichas probetas, pero además se observa en promedio un aumento en cuanto al esfuerzo último a la tracción. Por otro lado en esta gráfica se puede apreciar que en promedio también el modulo Elástico del material no presenta variaciones significativas con respecto a la probeta de tracción.

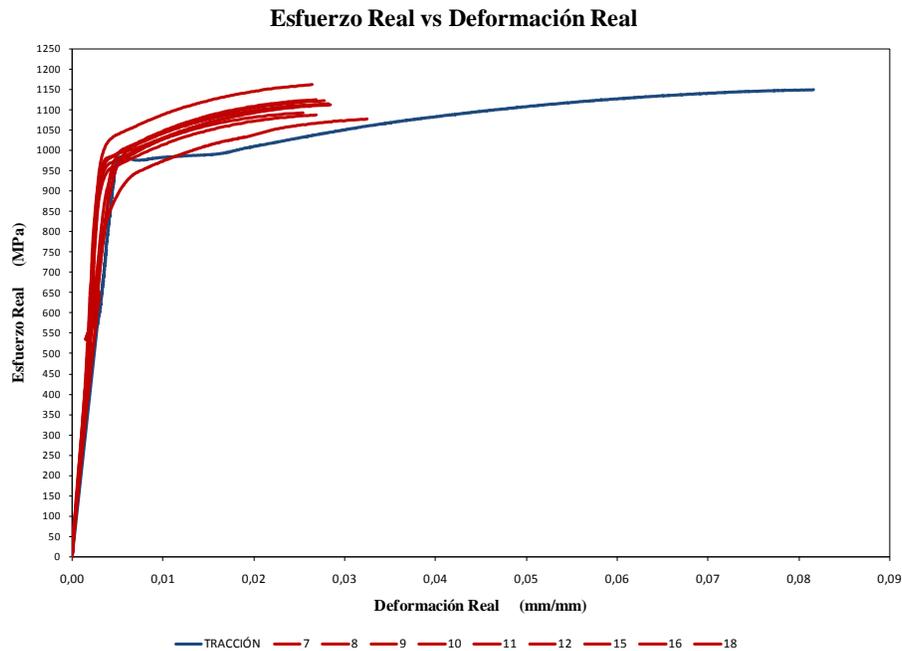


Figura N° 3.15. Gráfica Comparativa de los Resultados de Tracción para las Probetas de Fatiga Recubierta con BALINIT® HELICA.

En la figura N° 3.16, se puede observar con mayor claridad que en promedio el esfuerzo real a carga máxima de las probetas ensayadas a fatiga es mucho mayor que el de la probeta ensayada a tracción, siendo el promedio del esfuerzo real a carga máxima para las probetas de fatiga de 1112 MPa, mientras que para la probeta de tracción equivale a 1041 MPa, lo que corresponde a un aumento de un 7%.

Este es un aumento muy pequeño, lo cual sería de esperarse ya que los ensayos de límite se realizan a esfuerzos de aproximadamente la mitad del esfuerzo de fluencia del material, es decir, donde no hay plasticidad apreciable a escala macroscópica.

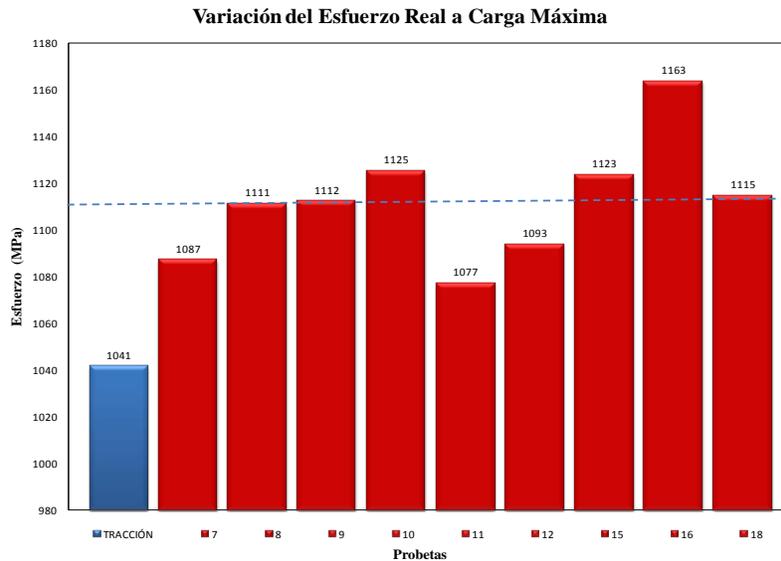


Figura N° 3.16. Gráfica Representativa de la Variación del Esfuerzo Real a Carga Máxima

A continuación se puede apreciar en la figura N° 3.17 como en promedio la deformación real asociada al esfuerzo real a carga máxima es de 0,028 para las probetas de fatiga, siendo la deformación real asociada al esfuerzo real a carga máxima de la probeta virgen sometida solo a tracción de 0,082, evidenciándose claramente una disminución en la ductilidad de las probetas de fatiga equivalente al 66%.

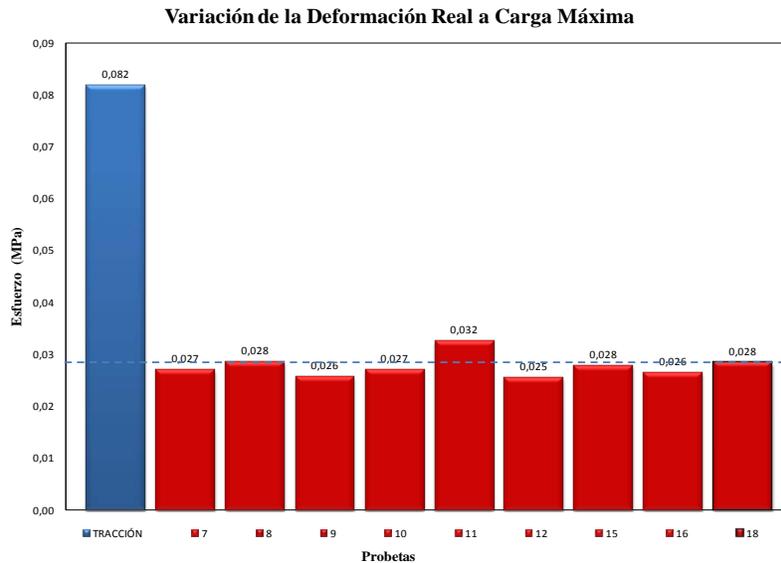


Figura N° 3.17. Gráfica Representativa de la Variación de la Deformación Real a Carga Máxima.

3.8 Análisis de Defectos por Microscopía Óptica.

A través de un microscopio óptico se tomaron 10 fotomicrográficas con el fin de observar la condición superficial de las probetas, siendo todas similares a la mostrada en la figura N° 3.18.

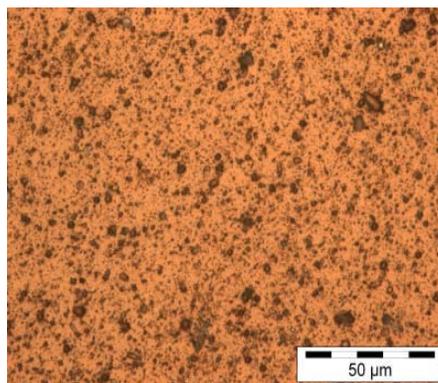


Figura N° 3.18. Condición superficial del recubrimiento a (50X)

Luego de que las fotomicrografías fueran procesadas por el programa, se obtuvieron los resultados mostrados en la tabla N° 3.14, donde se clasifican los defectos según su tamaño en 20 clases.

Tabla N° 3.14. Clasificación de los Defectos Superficiales

Clase	Intervalo (μm^2)	Conteo de Defectos	Área Promedio (μm^2)	Factor de Forma Promedio
1	0,100 - 0,160	5707	36,751	0,993
2	0,160 - 0,250	5556	55,684	0,942
3	0,250 - 0,400	5330	84,346	0,881
4	0,400 - 0,630	4336	109,120	0,827
5	0,630 - 1,000	3737	148,064	0,781
6	1,000 - 1,580	3117	196,461	0,737
7	1,580 - 2,510	2365	236,492	0,693
8	2,510 - 3,980	1842	289,974	0,648
9	3,980 - 6,310	1427	356,026	0,582
10	6,310 - 10,00	1025	404,988	0,539
11	10,00 - 15,85	662	411,626	0,481
12	15,85 - 25,12	402	397,103	0,427
13	25,12 - 39,81	232	360,554	0,371
14	39,81 - 63,10	110	267,417	0,331
15	63,10 - 100,0	57	222,553	0,267
16	100,0 - 158,49	13	80,263	0,180
17	158,49 - 251,19	6	62,716	0,122
18	251,19 - 398,11	3	40,479	0,047
19	398,11 - 630,96	3	71,608	0,074
20	630,96 - 1000	0	0,000	0,000

Como resumen se tienen los valores en la tabla N° 3.15 mostrada a continuación.

Tabla N° 3.15. Área Analizada en Microscopía Óptica

Número de Fotomicrografías	Superficie Analizada	Área Defectuosa
10	0,22 mm ²	17.3%

Una vez totalizados, los datos fueron analizados con el programa Analisis3.0, con el fin de clasificar los defectos en base a las dimensiones por: número, área y factor de forma.

En un primer caso, tenemos el gráfico de conteo de defectos (figura N° 3.19), donde se puede notar una mayor concentración de defectos en las clases bajas. De hecho, se observa que el 85% de los defectos está en las primeras 7 clases. Asimismo cabe destacar que mientras mayor es el tamaño de los defectos, menor es su presencia.

Conteo de Defectos

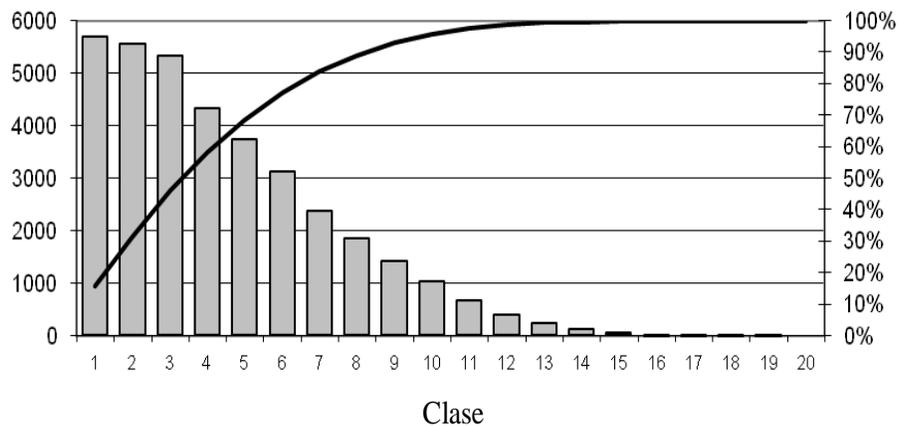


Figura N° 3.19. Número de defectos por clase

Seguidamente, se obtuvo el gráfico de Área Promedio asociada a cada clase (figura N° 3.20). Se evidencia un comportamiento gaussiano en los datos, donde los defectos de área intermedia son los que tienen mayor presencia en la superficie. Según el gráfico anterior dichos defectos se encuentran entre los de menor presencia, sin embargo estos representan la mayor parte del área defectuosa, dominando aquellos de la clase 11 que toman un aproximado del 70% del área analizada.

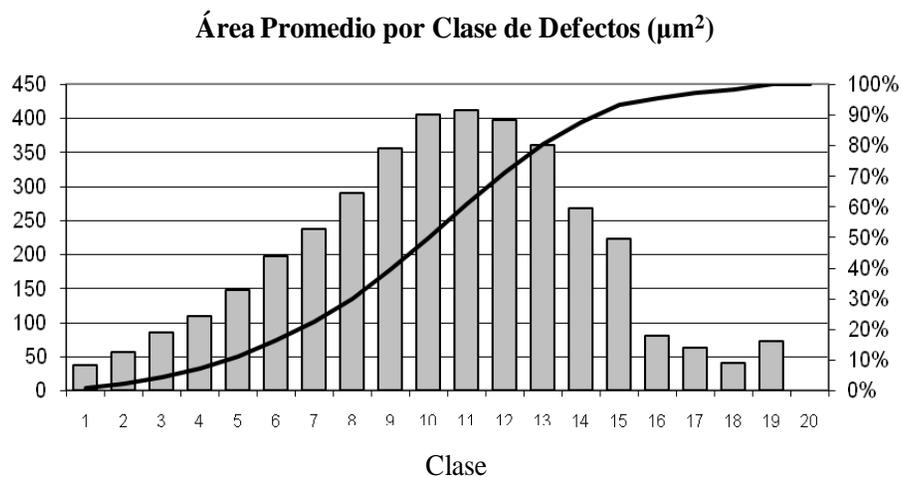


Figura N° 3.20. Área promedio por clases de defectos.

Por último se obtuvo el gráfico que cataloga el Factor de Forma según cada clase de defectos (figura N° 3.21). Se observa cierta dependencia lineal entre las variables, donde las partículas más pequeñas son casi esféricas (factor de forma cercano a 1) y conforme con el crecimiento de la clase tales defectos tienden a disminuir su tamaño, donde las últimas clases se presentan como irregularidades lineales.

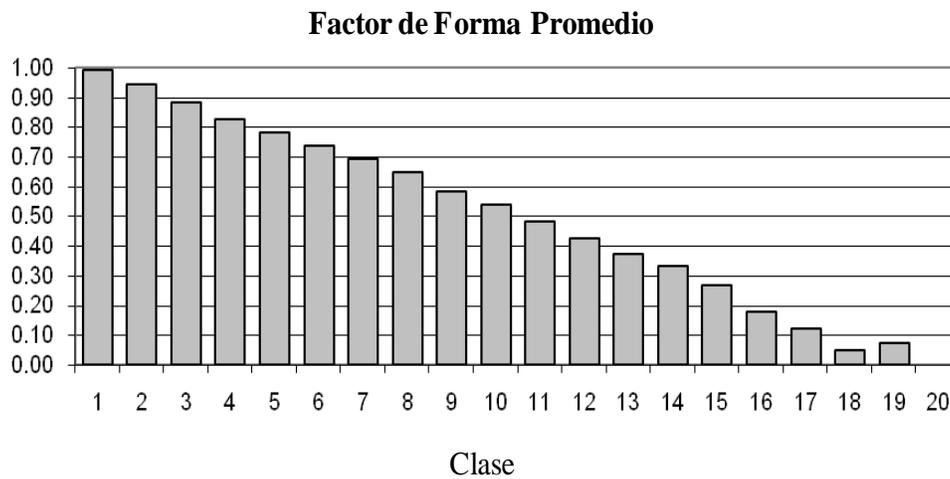


Figura N° 3.21. Factor de forma promedio por clase de defectos.

A modo de complementar y validar la información obtenida, se realizó una observación en MEB (figura N° 3.22). Es posible observar la notable cantidad de defectos superficiales con presencia de numerosas gotas y cráteres. Estos defectos suelen ser típicos de la Evaporación con Arco, donde el material tomado de la fuente puede ser vaporizado pero en forma de partículas sólidas o líquidas que depositándose sobre el substrato reducen la calidad del recubrimiento. Todo esto puede deberse en gran manera a una alta diferencia de potencial entre el substrato y la fuente durante la deposición.

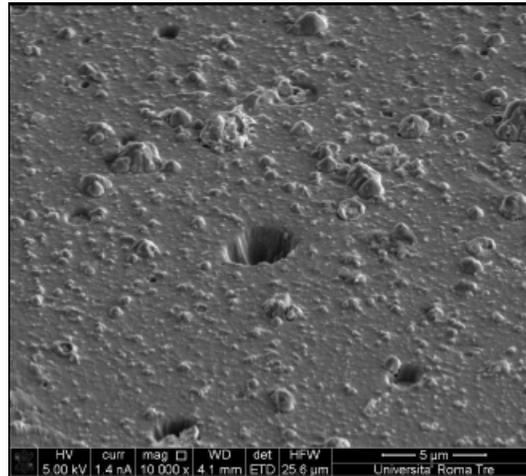


Figura N° 3.22. Observación de la superficie mediante MEB

3.9 Nanoindentación

Con este ensayo se busca la valoración dinámica del módulo de Young y la dureza absoluta del recubrimiento.

Tabla N° 3.16. Resultados del Ensayo de Nanoindentación

Promedio de Dureza (GPa)	Promedio del Modulo (GPa)	Intervalo de Profundidad Considerado (nm)
46,1 ± 2,4	639 ± 57	80-130

Fueron efectuadas 10 pruebas pero por la notable cantidad de defectos de la superficie sólo algunas fueron consideradas significativas para este estudio, esto es debido a la dificultad de encontrar una superficie representativa sin defectos y sin que las porosidades alteren los resultados obtenidos.

Por tal motivo se evidencia que los resultados más significativos son aquellos efectuados con la técnica de microindentación ya que son menos sensibles a los defectos superficiales.

A continuación en la figura N° 3.23 se representa gráficamente los resultados obtenidos con la técnica de medición continua de la rigidez.

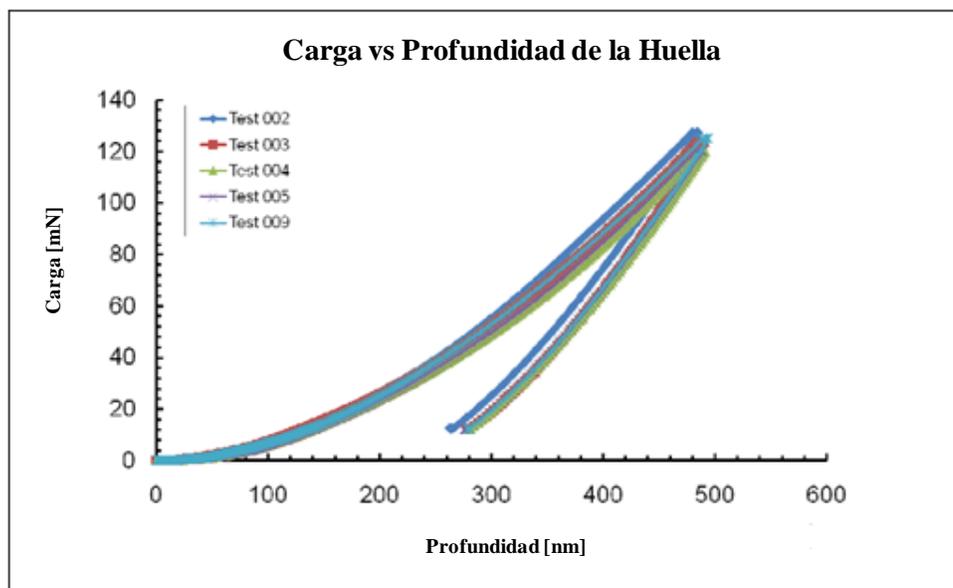


Figura N° 3.23. Carga vs Profundidad de la Huella.

De la figura N° 3.24, resulta para bajos valores de desplazamiento dentro de la superficie un modulo de Young de 650 GPa, siendo este intrínseco del recubrimiento, mientras que para desplazamientos mayores se siente la influencia del sustrato ya que hace disminuir el valor de E.

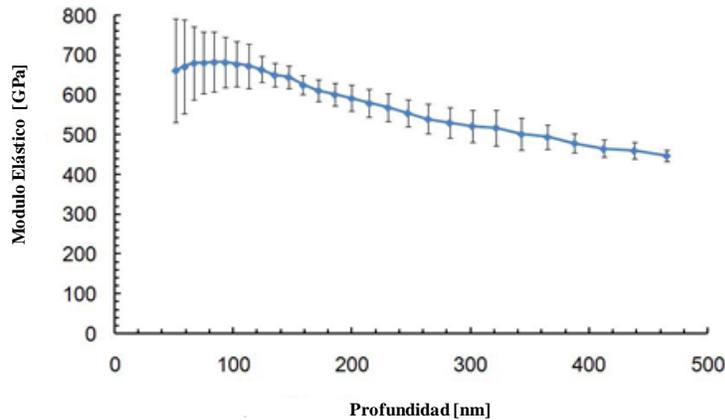
Modulo Elástico vs Profundidad de la Huella

Figura N° 3.24. Modulo Elástico vs Profundidad de la Huella luego de la evaluación Estadística de los Datos en Bruto (Relación de Poisson = 0,25)

En la figura N° 3.25 se observa que la carga máxima que fue aplicada sobre la probeta igual a 10 g. El resultado obtenido puede ser considerado una continuación de los resultados obtenidos en microindentación, en el cual la carga más baja es de 25 g.

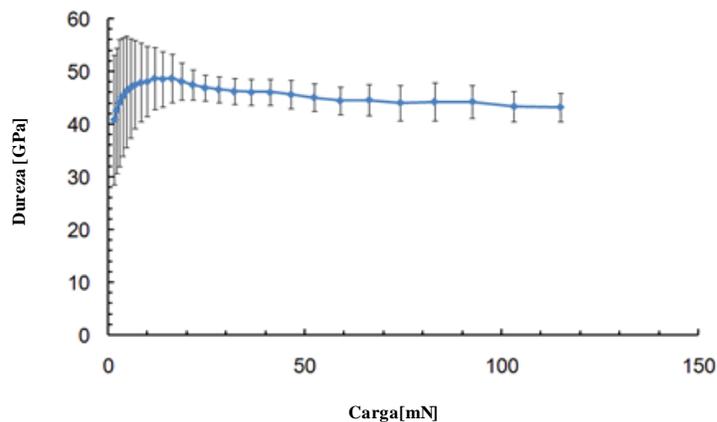
Dureza vs Carga

Figura N° 3.25. Curva de Dureza vs Carga

En la figura N° 3.26 se evidencia como la dureza de la capa más externa del recubrimiento es menor que la que respecta la capa intermedia y lo mismo a la que respecta la parte más profunda del mismo.

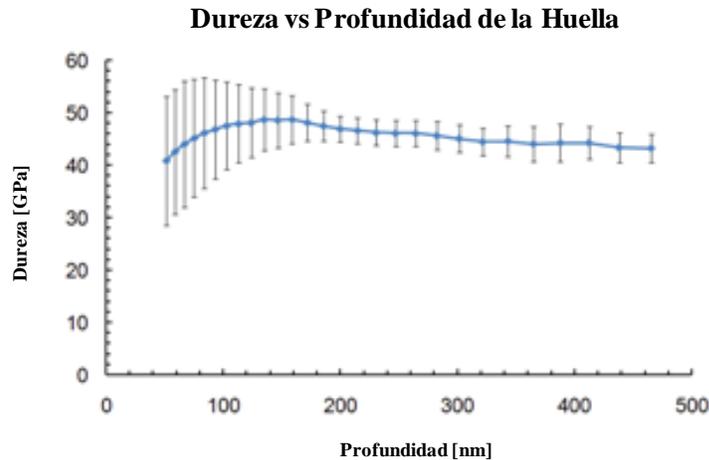


Figura N° 3.26. Curva de Dureza vs Profundidad de Indentación luego de Evaluación Estadística de los Datos en Bruto.

En el primer tramo de la figura N° 3.26 se observa una incertidumbre sobre el módulo elástico mayor, lo cual puede ser debido a factores tales como contacto no perfectamente plástico en la indentación, error introducido por la geometría imperfecta de la punta del indentador y la naturaleza multicapa del recubrimiento.

3.10 Evaluación de Esfuerzos Residuales

Una vez realizado el taladrado iónico en forma de anillo, en la figura N° 3.27 se observa que el patrón de puntos efectuado sobre el recubrimiento sufrió una dilatación radial luego del procesamiento, lo que indica que el material se encontraba en un intenso estado de compresión. Este estado compresivo puede ser también la causa de la separación de las microgotas del recubrimiento que origina la superficie irregular en el mismo.

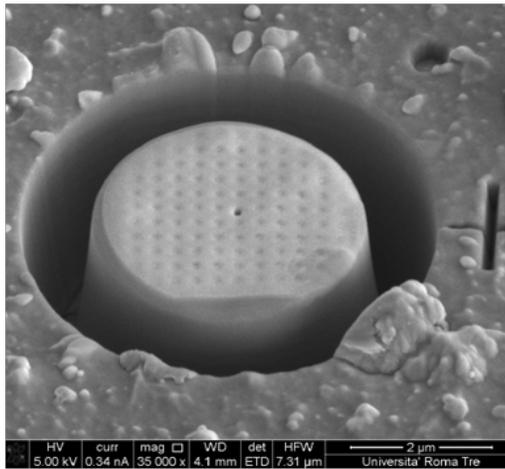


Figura N° 3.27. Patrón de Círculos para el cálculo de Esfuerzos Residuales.

Posteriormente se realizó el cálculo a través de correlación digital de imágenes para las fotomicrografías del patrón hechas a través de MEB para luego simular la evolución de la deformación en función de la profundidad de taladrado, usando el Método de Elemento Finito para luego obtener la gráfica mostrada en la figura N° 3.28.

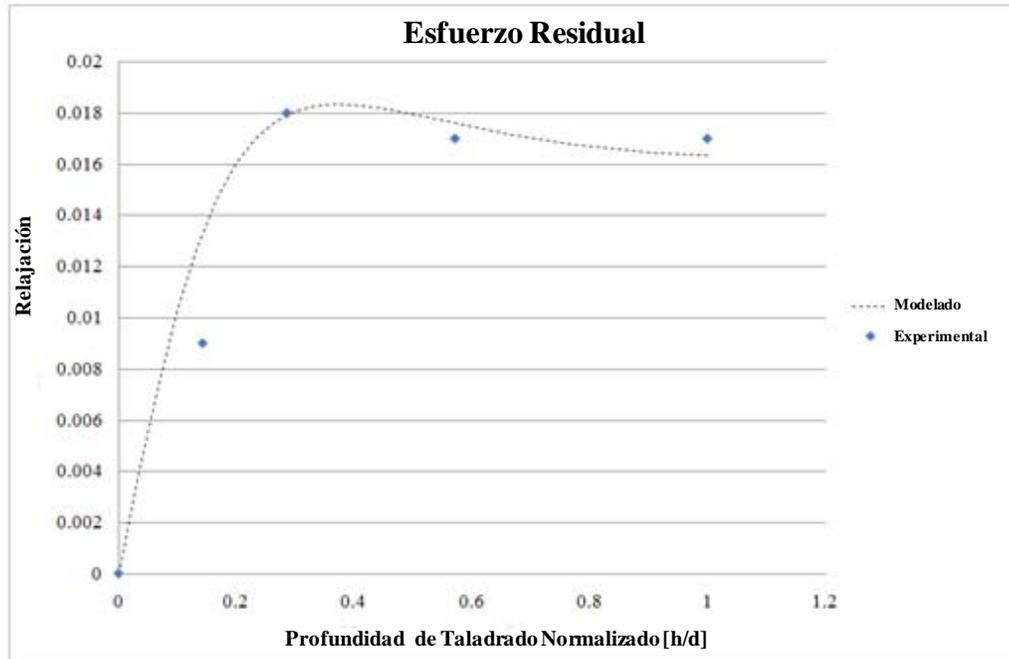


Figura N° 3.28. Curva de Deformación como función de la profundidad de taladrado

Del gráfico anterior, se observa que inicialmente el valor de la deformación es proporcional al esfuerzo residual en la muestra, de acuerdo a la ley de Hooke generalizada. En este caso se nota una marcada deformación positiva (0,018), que asevera la hipótesis de un intenso estado de compresión superficial, con valores menores a 6 GPa. Es justamente este estado de alta compresión el que otorga una elevada dureza a la película.

Sin embargo la mayor limitación en el cálculo de los esfuerzos residuales involucra el conocimiento del módulo de elasticidad, el cual debido a la naturaleza multicapa del recubrimiento no se pudo calcular con exactitud.

3.11 Observación FIB/SEM

En discos de Acero

Se observa en la figura N° 3.29 que la película está constituida por una serie de capas delgadas que van desde 98 nm de la capa más delgada e interna hasta 503 nm de la capa mas externa del recubrimiento.

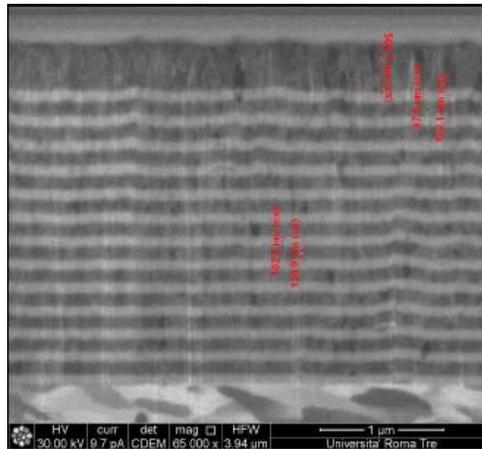


Figura N° 3.29. Observación MEB luego de seccionado FIB. Detalle y Medición del Espesor de una sola Capa.

Por otro lado podemos observar que el espesor del recubrimiento es de 3,47 µm tal y como se observa en la figura N° 3.30, estando dentro del intervalo de los 0,5 y 4 µm que el fabricante reporta para su deposición.

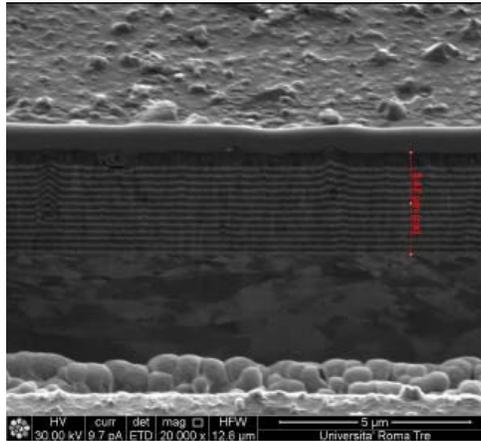


Figura N° 3.30. Medición del Espesor Total

Por otro lado en la figura N° 3.31 se puede observar una partícula sin reaccionar que fue depositada en las capas internas del recubrimiento sobre la cual se reproduce ahora la discontinuidad sustentando la hipótesis planteada de que dichas partículas podría llegar a generar picos elevados en la superficie.

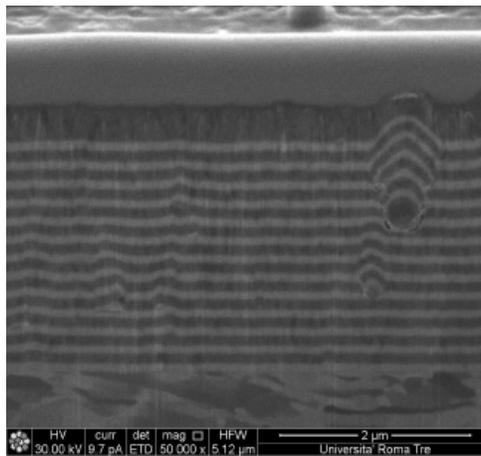


Figura N° 3.31. Detalle de una Partícula sin Reaccionar bajo la Superficie.

En Probetas de Fatiga

Para este estudio se hizo la medida de los espesores en la zona químicamente homogénea en las posiciones 3 y 5 dentro del reactor.

Para el caso de las probetas de fatiga ubicadas en la posición 3 del reactor se observa que en ambas figuras se hicieron varias medidas de los espesores del recubrimiento tanto en el borde de la probeta (figura N° 3.32) como en el centro de la misma (figura N° 3.33) con el fin de constatar una eventual diferencia respecto a los espesores medidos, siendo esta mínima e irrelevante.

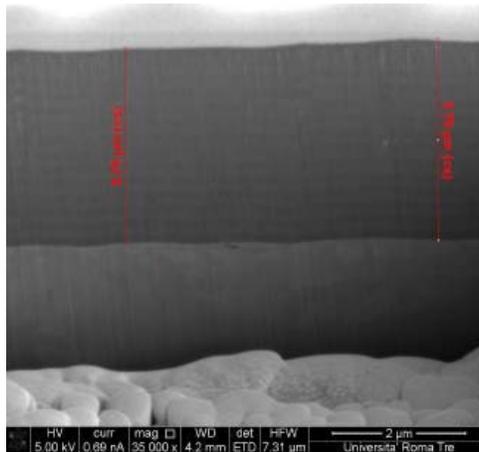


Figura N° 3.32. Medición del Espesor en Probeta de Fatiga Posición 3 del Reactor (Al Borde de la Probeta).

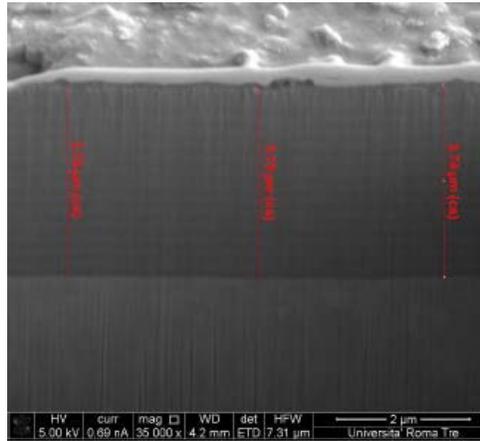


Figura N° 3.33. Medición del Espesor en Probeta de Fatiga Posición 3 del Reactor (Sección Central)

Para el caso de las probetas de fatiga ubicadas en la posición 5 del reactor se observó que en ambas figuras se hicieron varias medidas de los espesores del recubrimiento tanto en el borde de la probeta (figura N° 3.34) como en el centro de la misma (figura N° 3.35) encontrándose una notable diferencia que va desde 3,90 μm en el borde de la probeta hasta 4,12 μm en el centro.

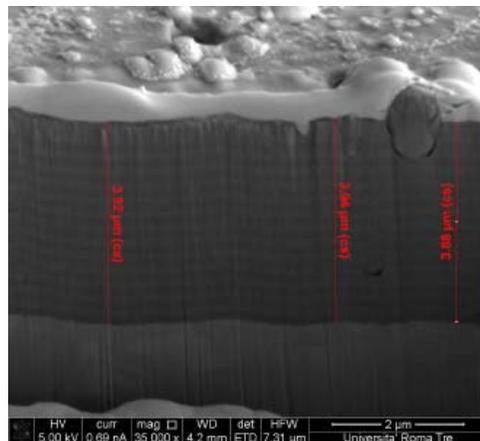


Figura N° 3.34. Medición del Espesor en Probeta de Fatiga Posición 5 del Reactor (Al Borde de la Probeta)

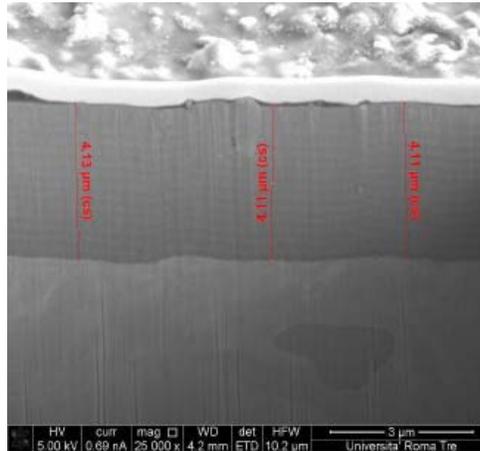


Figura N° 3.35. Medición del Espesor en Probeta de Fatiga Posición 5 del Reactor (Sección Central)

Adicionalmente, el equipo del LIME, realizó observación a través de la técnica de Microscopia Electrónica de Transmisión (MET) con el fin de esclarecer de mejor manera la estructura del recubrimiento. Como se observa en la figura N° 3.36, se determinó realmente que cada capa a escala micrométrica (aproximadamente 100 nm) es en realidad un sistema de múltiples capas con un período entre 5 y 10 nm. De este modo se constata el arreglo nanoestructurado que presenta la película.

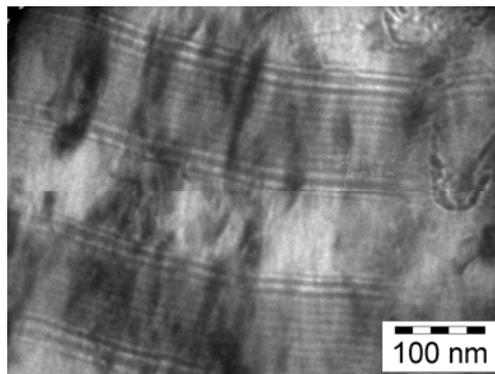


Figura N° 3.36. Detalle de una Capa dentro del Recubrimiento (MET, 120kV, 175000X)

3.12 Composición Química

Mediante evaluación EDS fueron obtenidos los perfiles de los compuestos del recubrimiento. Del análisis de los resultados se ha producido y confirmado la estructura multicapa del recubrimiento.

En correspondencia del sustrato se nota, como es lo esperado, una prevalencia en el porcentaje de hierro. Procediendo hacia la superficie de la muestra se observa una alternancia de capas, de los perfiles de los compuestos se nota que el aluminio está en fase con el cromo y en oposición con la fase del silicio y el titanio. Por otro lado el nitrógeno siempre está en concentraciones casi constantes, es por ello que entonces se dice los compuestos que se alteran es de Al-Cr-N y los compuestos de Ti-N-Si confirmando la estructura multicapa del recubrimiento (figura N° 3.37 y N° 3.38).

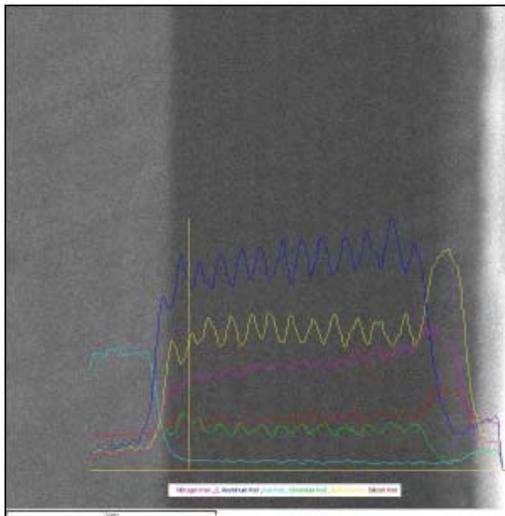


Figura N° 3.37. Perfil de Composición Química Obtenido, sobre la Sección Realizada por FIB

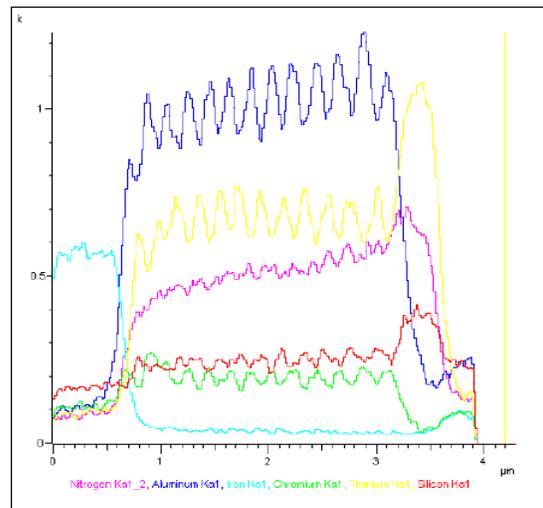


Figura N° 3.38. Perfil de Composición Química Obtenido

La coloración más clara corresponde al Aluminio mientras que las capas más oscuras corresponden al Titanio. Por último se nota una capa más espesa de Ti-N-Si que probablemente fue depuesta para conferirle mayor dureza superficial al recubrimiento y por ende mayor resistencia al desgaste.

En las capas que presentan Al-Cr-N, es cierto que esté presente el Nitruro de Cromo y Aluminio (AlCrN) dado que Balzers lo reportó como componente principal de este recubrimiento. En los estratos de Ti-N-Si se puede establecer la hipótesis de un nitruro mixto o nanocompuesto de nitruro de titanio y nitruro de silicio.

3.13 Estudio Fractográfico

A continuación se presenta el análisis de las fotomicrografías obtenidas mediante Microscopía Electrónica Barrido (MEB) realizadas en las superficies de fractura. Se tomaron en cuenta para el estudio: la probeta recubierta ensayada a tracción uniaxial, 2 probetas sin recubrimiento y 2 probetas recubiertas ensayadas a fatiga a mayor número de ciclos a falla (cortes transversal y longitudinal), así como 2 probetas recubiertas ensayadas a fatiga que alcanzaron cinco millones de ciclos sin falla y luego fueron ensayadas en tracción uniaxial.

El estudio general de la superficie de fractura se llevó a cabo con el fin de inferir los mecanismos de nucleación, propagación y fractura, a fin de determinar el rol del recubrimiento en los mecanismos de falla por fatiga, mediante las fotomicrografías que se tomaron a distintos aumentos en la modalidad de electrones secundarios (ES).

Probeta de Tracción Uniaxial

En la figura N° 3.39, se observa la vista general de la superficie evidenciándose un aspecto rugoso, propio de una fractura dúctil, la cual está asociada a una alta deformación plástica. Asimismo, se observa una considerable reducción de área transversal en la probeta.

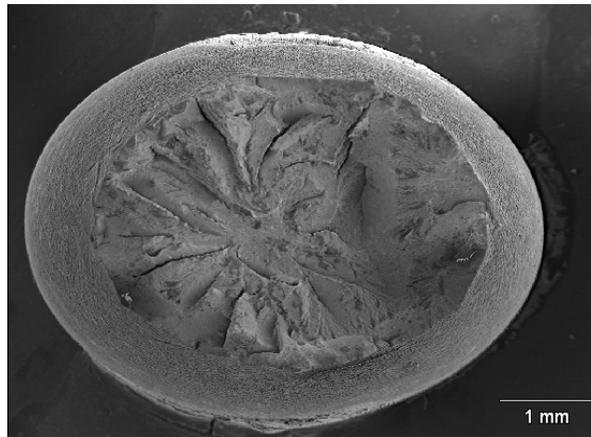


Figura N° 3.39. Vista General de la superficie de fractura de la probeta ensayada a tracción uniaxial (20X)

La figura N° 3.40 (a) presenta la probeta con cierto grado de inclinación, lo cual permite observar que la superficie del recubrimiento ha tomado el aspecto de un mallado en la zona de mayor deformación plástica para el conjunto. Dicho aspecto se observa con mayor detalle en la figura (b); la formación de este patrón podría deberse a que el recubrimiento, siendo de menor ductilidad que el metal base, tiende a agrietarse sin separarse del sustrato, cuando este se deforma plásticamente. De este modo, dichas grietas forman islas de recubrimiento sobre el sustrato, tal como se muestra en la figura (c)

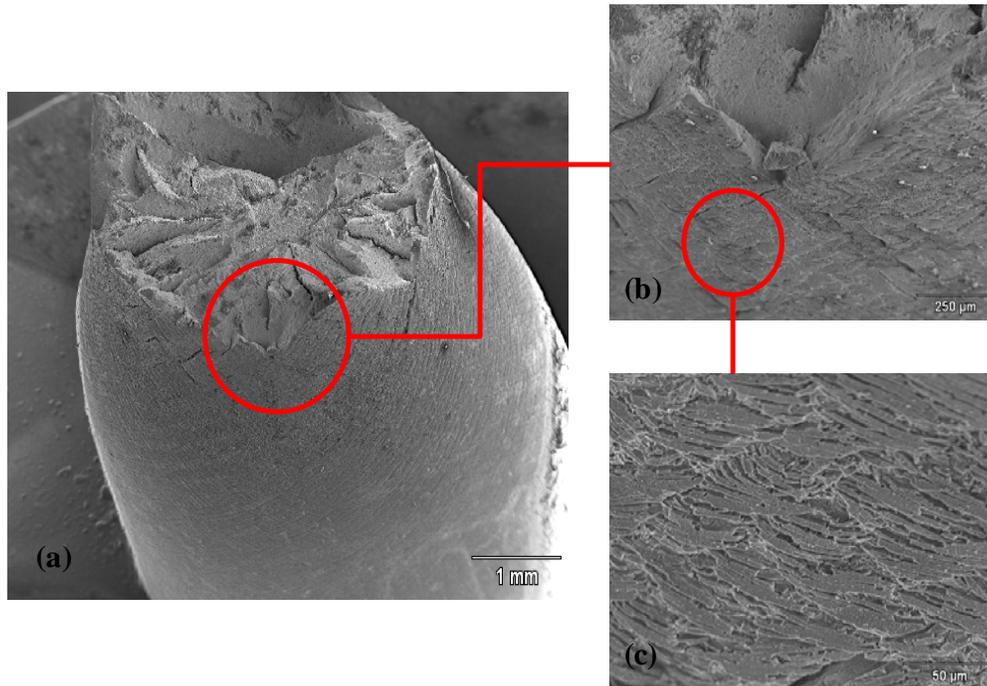


Figura N° 3.40. (a) Vista inclinada de la probeta ensayada a tracción uniaxial (20X) (b) Ampliación de la superficie del recubrimiento en la zona cercana a la rotura (100X) (c) Detalle del la superficie del recubrimiento (600X)

Fatiga (probetas sin recubrimiento, vista transversal)

La figura N° 3.41 muestra la vista general de la falla por fatiga; en ambos casos se evidencia la presencia de un solo frente de propagación hasta la zona de fractura por sobrecarga.

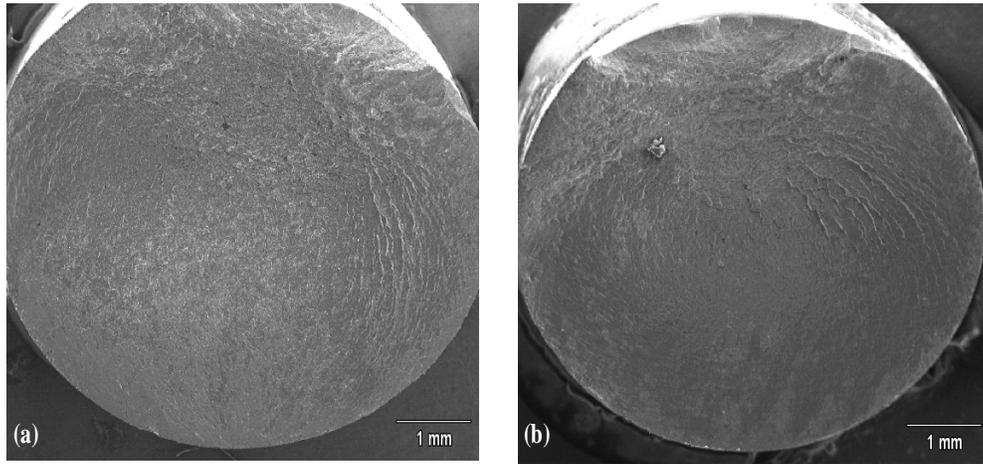


Figura N° 3.41. Vista general del área de fractura del sustrato ensayado a fatiga al aire sometido a un esfuerzo de 570 MPa y ciclaje a falla de 600.300 ciclos **(a)** y a un esfuerzo de 688 y ciclaje a falla de 1.073.000 ciclos **(b)** (20X)

En la figura N° 3.42 (a) se muestra la superficie de fractura de la probeta ensayada a 570 MPa que falló a 600.300 ciclos, donde se identifican las diferentes zonas de la fractura gracias a la diferencia de texturas que varían gradualmente de lisa en la zona de propagación a rugosa en el labio de corte. Cabe destacar que se presenta un solo punto de nucleación o formación para la grieta dominante. En el detalle mostrado en la figura (b) se hace notar que dicho punto de nucleación corresponde a un defecto en la superficie libre, desde el cual se propaga la grieta en la dirección indicada por las flechas en la micrografía, determinada por las estriaciones de corte.

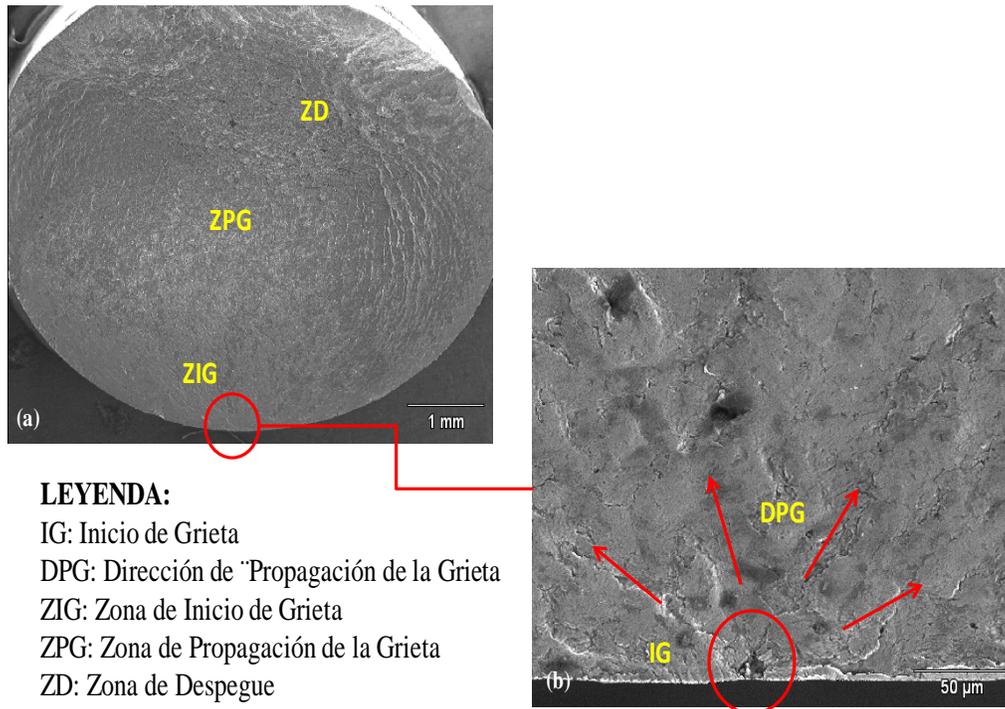


Figura N° 3.42. (a) Zona de fractura de sustrato ensayado a fatiga a un esfuerzo de 570 MPa y ciclaje a falla de 600.300 ciclos (20X) (b) Detalle del inicio de grieta (500X)

Fatiga (probetas con recubrimiento, vista transversal)

A continuación, la figura N° 3.43 muestra la superficie de fractura para probetas con vida a la fatiga de (a) 1.324.100 ciclos y (b) 723.400 ciclos. En ambos casos se muestra una morfología similar, con un solo frente de propagación para la grieta dominante. Es importante destacar que, de manera general, se siguen los mismos mecanismos de falla que mostraron las probetas sin recubrimiento.

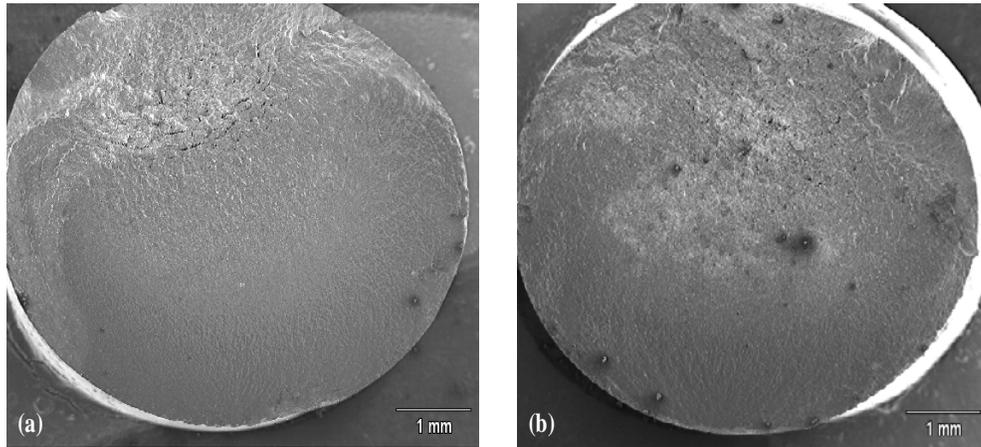


Figura N° 3.43. Vista general del conjunto sustrato recubrimiento ensayado a **(a)** 500 MPa y con una vida de 1.324.100 ciclos y a **(b)** 490 MPa y con una vida de 723.400 ciclos (20X)

En la figura N° 3.44 se hace una magnificación en la superficie de la probeta en la zona cercana a la fractura, donde se evidencia que el recubrimiento efectivamente se separa pero, dado el grado de inclinación con respecto al detector dentro del microscopio, no se puede determinar si deja expuesto al sustrato o se dejan expuestas las primeras capas del recubrimiento (aquellas más cercanas al sustrato).

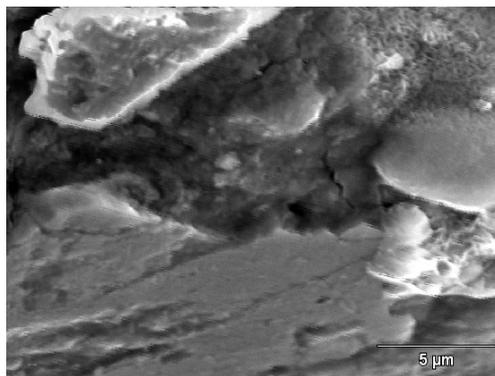


Figura N° 3.44. Detalle de la superficie de la probeta recubierta ensayada a 500 MPa y con una vida de 1.324.100 ciclos (6000X)

Siendo la probeta de 723.400 ciclos, aquella donde son más apreciables las diferentes zonas, se procedió a estudiar un detalle de su zona de inicio de grieta y es en la figura N° 3.45 (a) donde se señalan las diferentes zonas en la rotura, mostrando el detalle (b), en el cual se puede observar la magnificación de la zona de inicio de grieta, donde se evidencia la presencia de marcas radiales convergiendo hacia un punto, sugiriendo a este como sitio de nucleación de la grieta de fatiga. Es importante destacar la presencia de un defecto en el material base en la zona de nucleación, de donde se puede inferir que este ha actuado como un concentrador de esfuerzos para facilitar el avance de la grieta.

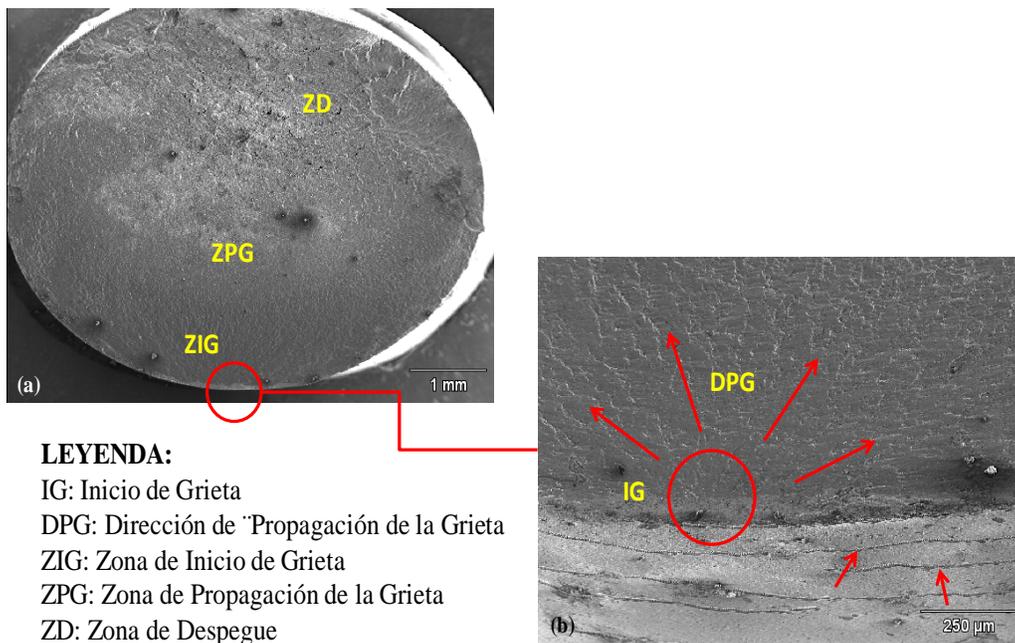


Figura N° 3.45. (a) Zona de fractura de substrato ensayado a fatiga a un esfuerzo de 490 MPa y ciclaje a falla de 723.400 ciclos (20X) (b) Detalle del inicio de grieta (100X)

Asimismo en la figuras N° 3.45 (b) y N° 3.46 (a) se observan diferentes grietas circunferenciales paralelas al plano de fractura en la superficie del

recubrimiento. En el detalle mostrado en la figura N° 3.46 (b) se hace notar la estructura multicapa del recubrimiento dentro de la grieta, sin embargo debido al grado de inclinación se dificulta determinar si dicha grieta es una discontinuidad formada únicamente en el recubrimiento o si ha logrado pasar hasta el sustrato. Es por esta razón que se realiza la observación en cortes transversales de la cara contraria del plano de fractura.

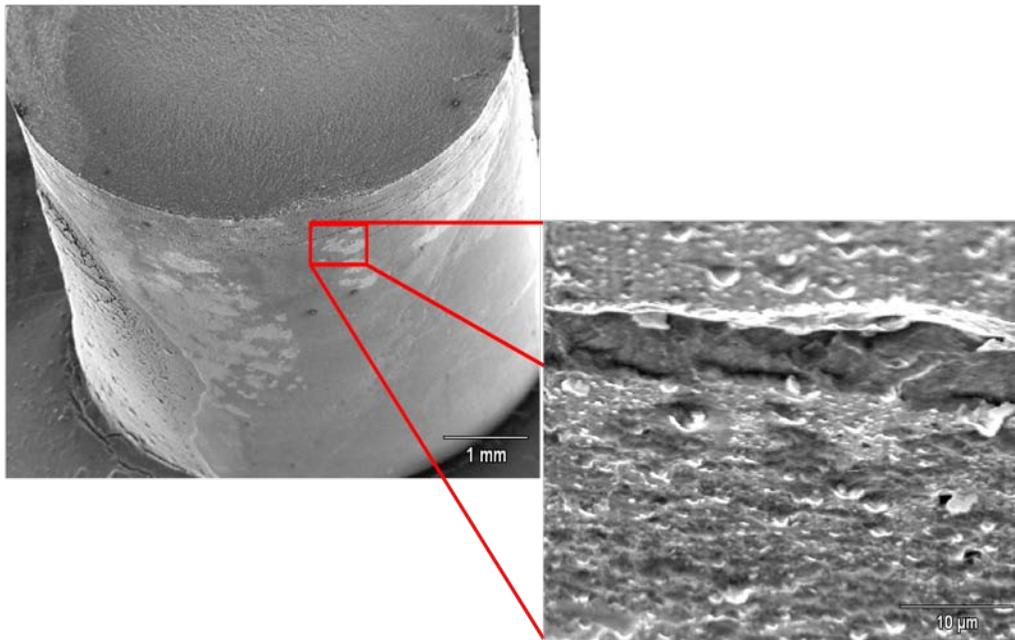


Figura N° 3.46. (a) Vista inclinada de probeta de fatiga ensayada a 500 MPa y con una vida de 1.324.100 ciclos (20X) (b) Detalle de grieta principal paralela al plano de fractura (3000X)

Fatiga (probetas con recubrimiento, vista longitudinal)

En la figura N° 3.47 a) se observan diferentes grietas circunferenciales paralelas al plano de fractura en la superficie del recubrimiento, además del recubrimiento agrietado debido a la deformación plástica producto de los ensayos. En (b) se hace notar con más detalle el punto de inicio de la grieta principal paralela al plano de fractura del material (c); se observa la grieta ahora con un aumento mucho mayor, notándose que llega hasta la intercara. La forma del inicio de la grieta es característica de aquellas que comienzan a formarse en la superficie externa.

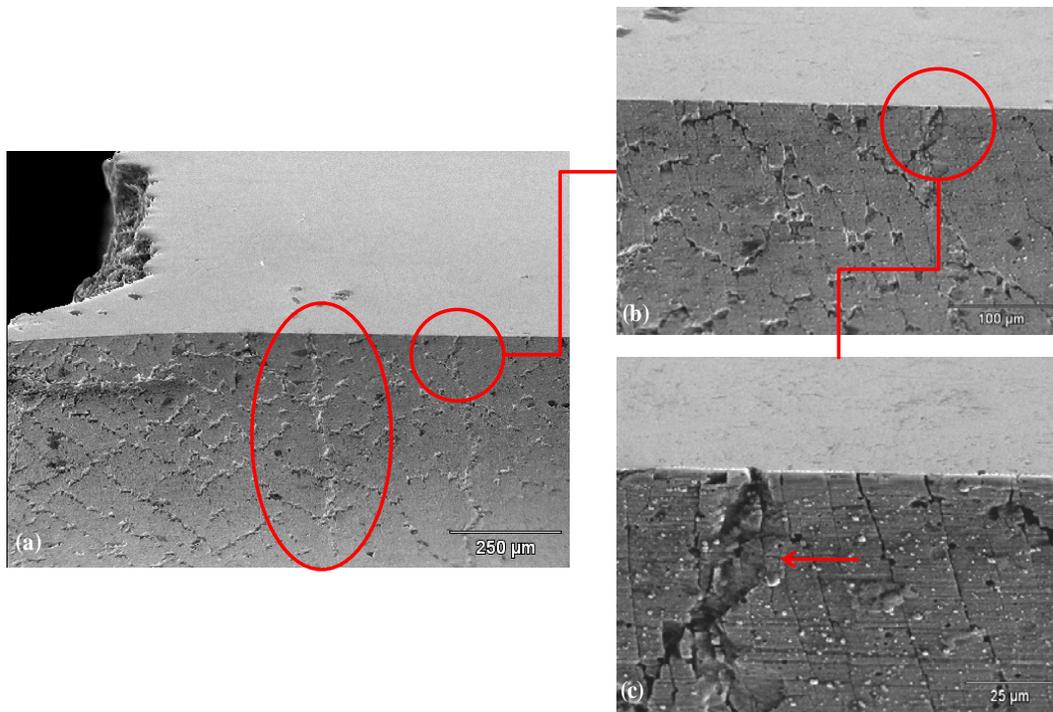


Figura N° 3.47. (a) Vista del corte longitudinal a cierto grado de inclinación de la probeta ensayada a fatiga a un esfuerzo de 490 MPa y ciclaje a falla de 1.324.100 ciclos (100X) (b) Detalle del inicio de grieta (300X) (c) Detalle del inicio de grieta (1000X)

A continuación en la figura N° 3.48 se puede observar como la grieta iniciada en la superficie externa del recubrimiento pasa por la intercara y entra al sustrato, viéndose claramente el fenómeno de despunte plástico avanzando en forma incremental. Por otro lado, se puede observar la ruptura del recubrimiento además de las multicapas como líneas horizontales que cambian de intensidad de grises dependiendo del elemento principal de cada capa.

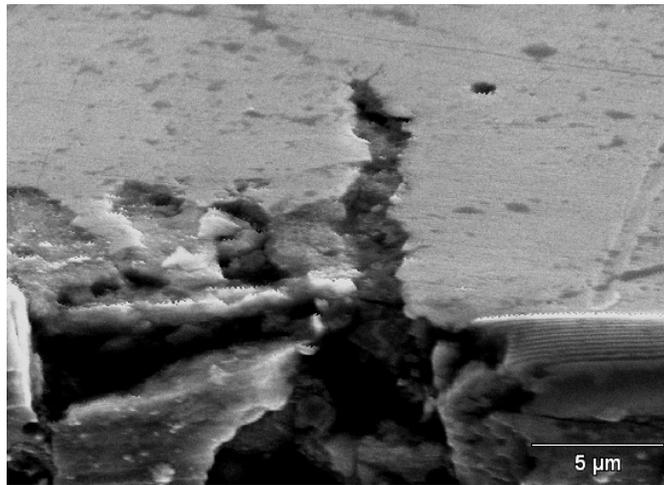


Figura N° 3.48. Detalle de la superficie de la probeta recubierta ensayada a 490 MPa y con una vida de 1.324.100 ciclos (5000X) cortada longitudinalmente

En la figura N° 3.49 (a) se puede notar la superficie producto del corte longitudinal de la probeta donde se observa claramente la intercara entre el sustrato y el recubrimiento como una línea negra que denota un desprendimiento del mismo. En (b) se observa el detalle de la intercara notándose la separación del recubrimiento con respecto al sustrato ya que no se observa una superficie continua, notándose claramente que una parte pertenece al sustrato y otra al recubrimiento puesto que se observan las capas de AlCr y TiSi.

Dicha separación entre la película y el substrato pudo haber sido causada por una falta de adherencia entre el recubrimiento y el material base o posiblemente debido a la propagación de alguna grieta por fatiga. Del mismo modo, se observan poros cercanos a la intercara dentro del recubrimiento.

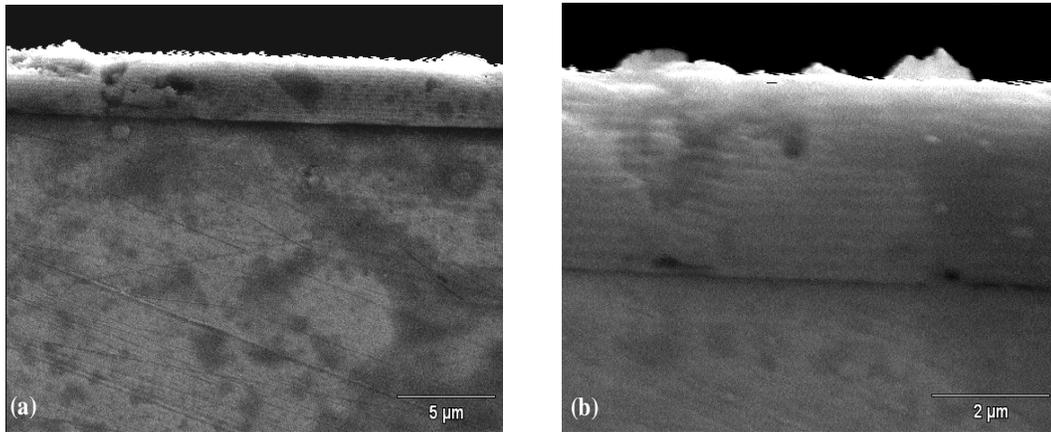


Figura N° 3.49. (a) Vista de la superficie de la probeta recubierta ensayada a 500 MPa y con una vida de 723.400 ciclos (1500X) cortada longitudinalmente (b) Detalle de la intercara (5000X)

Tracción Uniaxial (probetas de tracción post fatiga).

En la figura N° 3.50 (a) se observa la vista superior de la probeta ensayada a tracción luego de ser ensayada a fatiga, observándose picos y valles que corresponden a la fractura dúctil del material. En (b) se notan con detalle los microhoyuelos característicos de la fractura dúctil del material, los cuales son ampliados en la fotomicrografía (c)

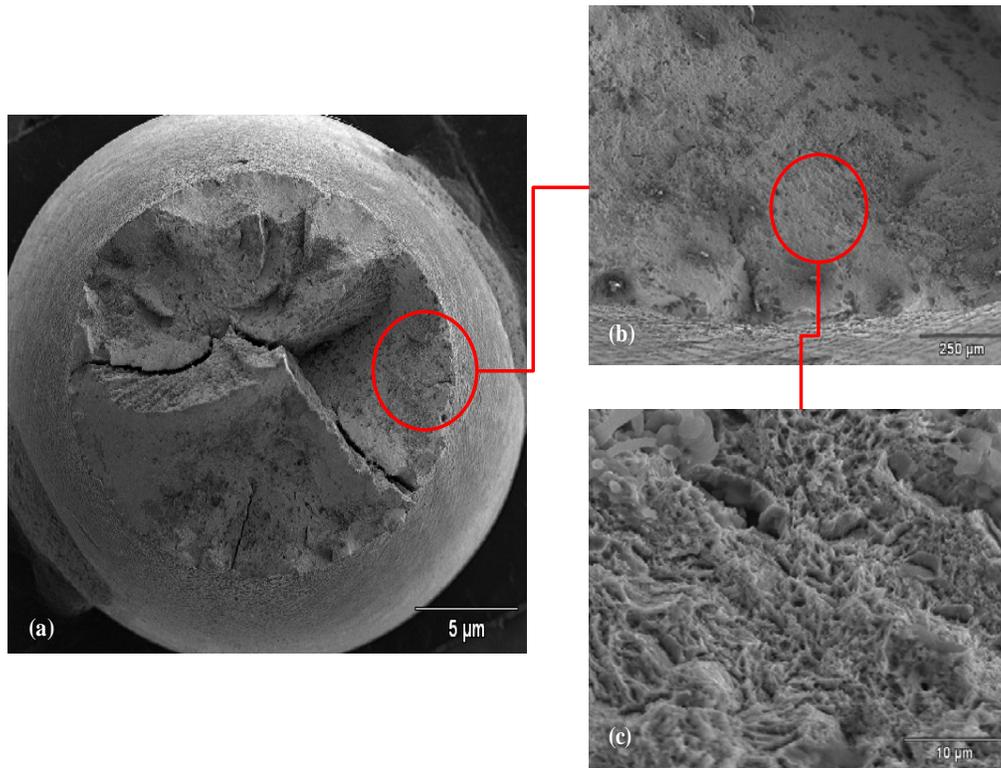


Figura N° 3.50. (a) Vista superior de la probeta ensayada a tracción luego de ser ensaya a fatiga a un esfuerzo de 470 MPa y ciclaje de 5.000.000 (20X) (b) Detalle de la zona (100X) (c) Detalle de la zona (3000X)

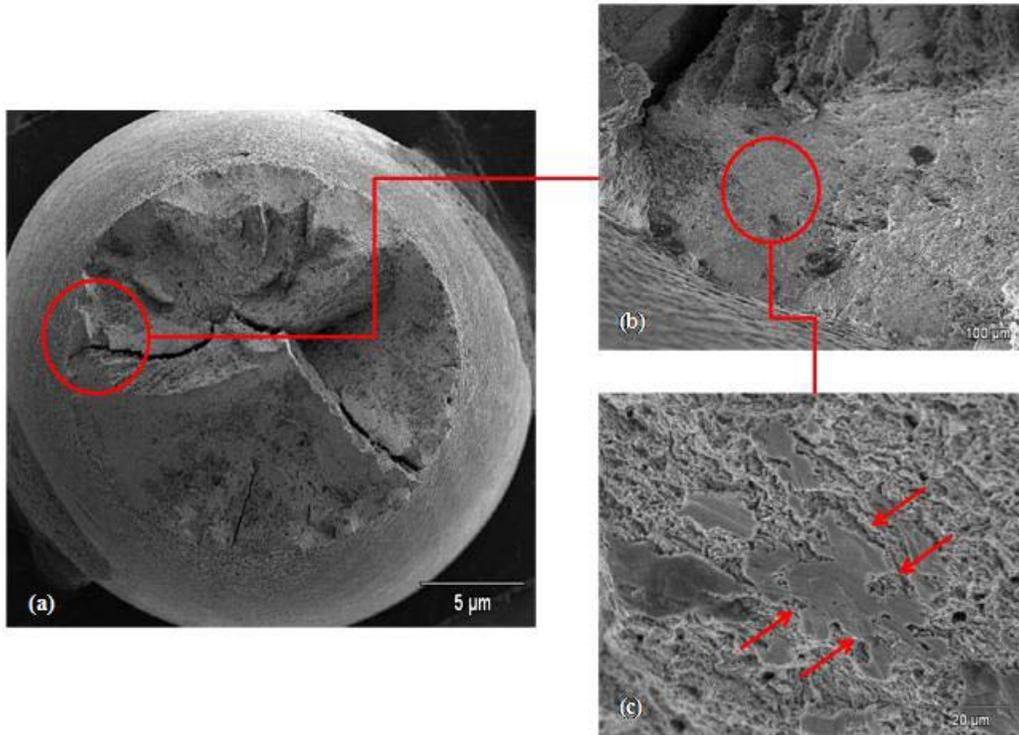


Figura N° 3.51. (a) Vista superior de la probeta ensayada a tracción luego de ser ensaya a fatiga a un esfuerzo de 470 MPa y ciclaje de 5.000.000 (20X) (b) Detalle de la zona (200X) (c) Detalle de la zona (1500X)

En la figura N° 3.51 se puede notar, para otra zona diferente a la mostrada anteriormente, que también posee facetas planas, indicativas del daño por fatiga producto del alto ciclaje acumulado en la muestra ensayada. Dicha observación se puede ver reflejada con mayor claridad en la figura N° 3.51 (b) en donde también se observa cerca de dichas facetas un defecto interno del material.

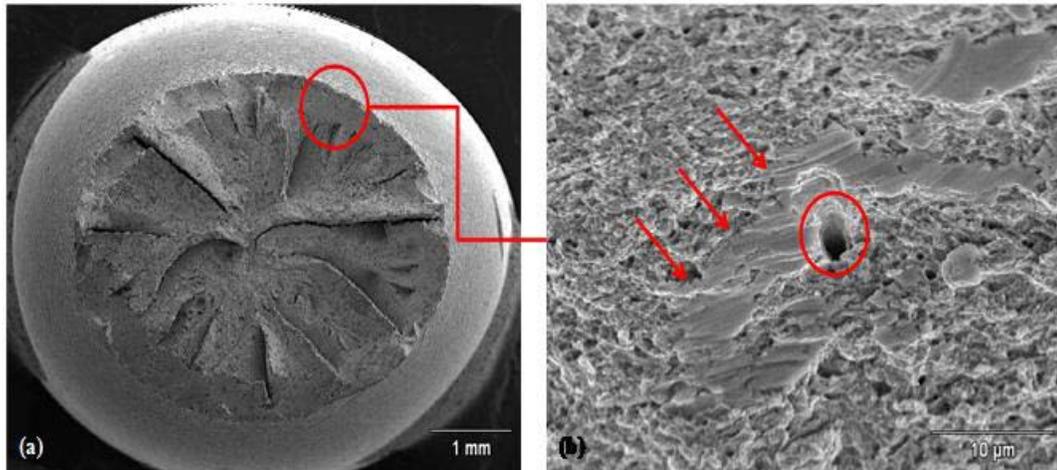


Figura N° 3.52. **(a)** Vista superior de la probeta ensayada a tracción luego de ser ensaya a fatiga a un esfuerzo de 485 MPa y ciclaje de 5.000.000 (20X) **(b)** Detalle de la zona (3000X)

De la figura N° 3.51 y N° 3.52 se pueden evidenciar el deterioro del material producto del esfuerzo cíclico

CONCLUSIONES

1. Se determinó que el valor de dureza absoluta del recubrimiento se encuentra alrededor de 50 GPa. Dicha medida se obtuvo por medio de los modelos de Korsunsky et al. y de Puchi-Cabrera.
2. Se comprobó que el recubrimiento otorga una baja rugosidad a las piezas tratadas ($R_a = 0,018 \mu\text{m}$), así como una baja presencia de discontinuidades superficiales.
3. Para el caso de las muestras planas, el espesor de la película se mantiene, presentando un valor uniforme de $3,4 \mu\text{m}$, verificado mediante Calotest y observación en MEB. Sin embargo, en el caso de las muestras de fatiga se observó una notable diferencia en espesor, principalmente en función de la posición dentro del reactor o cámara de deposición, en particular:
 - Las muestras que se encontraban en la posición P3 (carrusel central del reactor), presentan un espesor promedio de $3,75 \mu\text{m}$ tanto al centro como al borde de la probeta.
 - Las muestras que se encontraban en la posición P5 (carrusel inferior del reactor), presentan un espesor de $3,90 \mu\text{m}$ al borde de la probeta y de $4,12 \mu\text{m}$ al centro.

En todos los casos dados, el bajo espesor permite reproducir con precisión la geometría de la pieza original sin afectar las tolerancias dimensionales.

CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

4. El límite de fatiga para el acero AISI 4340 en condición de temple y revenido estudiado en el presente Trabajo es de 560 ± 2 MPa, mientras que para el mismo material recubierto con Balinit[®] Helica dicha propiedad es de 486 ± 2 MPa, representando una disminución de aproximadamente 15%. Dicha reducción pudiera estar asociada al proceso de deposición de la película.
5. Producto del daño acumulado por fatiga, hubo una variación de propiedades estáticas, evidenciándose un aumento del 7% en el esfuerzo real a carga máxima, acompañado de una disminución del 66% en la deformación real asociada a dicho esfuerzo. En cambio, el porcentaje de reducción de área no presentó una variación significativa.
6. Los resultados obtenidos del ensayo de nanoindentación no presentan una buena confiabilidad, debido a que están afectados por la alta densidad de defectos superficiales. Sin embargo, la dureza se mantiene en el mismo intervalo de los resultados obtenidos por microindentación. En el caso del módulo elástico se infiere un valor mayor a 600 GPa.
7. Se determinó un alto nivel de defectos superficiales, donde de toda el área analizada se tiene un 17% de área defectuosa, donde la mayoría de las irregularidades no son mayores a $2,5 \mu\text{m}$, presentándose como poros o partículas sin reaccionar.
8. La observación FIB/SEM demostró que la estructura del recubrimiento es un sistema multicapa caracterizado por 13 pares de capas cada una con espesor en el orden de los 100 nm y una capa superficial de 500 nm. Adicionalmente

CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

se determinó que cada capa a escala nanométrica es también un sistema multicapa, verificando la naturaleza nanoestructurada del recubrimiento.

9. Asimismo, mediante EDS se determinó que la composición química del recubrimiento varía entre capas alternándose las compuestas por Al, Cr y N (capas claras) con las compuestas por Ti, Si y N (capas oscuras), siendo la capa superficial más gruesa constituida por estos últimos elementos. Cabe destacar que el Al, Cr y N es el conjunto de elementos predominantes a lo largo de todo el recubrimiento.
10. No se pudo realizar una medición exacta de los esfuerzos residuales en la película debido a incertidumbres en la medición del módulo elástico, sin embargo se determinó que estos son de naturaleza compresiva, con una magnitud menor a 6 GPa.
11. Las probetas ensayadas y que no fallaron bajo condiciones de carga, cíclica, alcanzando el nivel establecido de vida de 5.000.000 de ciclos, no presentan microgrietas superficiales visibles a observación sin aumento. Sin embargo mediante inspección en MEB se determinó que hay presencia de facetas planas, indicando la existencia de grietas por fatiga dentro del material.
12. El estudio Fractográfico de las superficies de fractura del acero AISI 4340 + Balinit[®] Helica mostró que el recubrimiento, en el caso de todas las muestras ensayadas a tracción, se mantiene adherido al sustrato y tiende a agrietarse cuando el sustrato se deforma plásticamente, pero sin separarse del mismo. Igualmente, se evidenció que la nucleación de las grietas se

CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

genera en la superficie libre del recubrimiento y siempre está asociada a la presencia de un poro u otro defecto superficial.

13. En el caso de las probetas de fatiga que alcanzaron 5 millones de ciclos y fueron ensayadas a tracción, en la zona de fractura se determinó la presencia de microhoyuelos característicos de falla dúctil (asociados al esfuerzo de tracción uniaxial), así como facetas planas que demuestran el daño acumulado durante la aplicación de la carga cíclica.

RECOMENDACIONES

1. Realizar un estudio más específico que determine con precisión por qué disminuye el límite de fatiga, involucrando las variables del proceso de deposición.
2. Realizar un estudio de vida y resistencia a la fatiga del conjunto substrato recubrimiento tanto al aire como a corrosión para flexión rotativa, de manera de poder evaluar las características del recubrimiento bajos estas condiciones.
3. Realizar un estudio de las propiedades tribológicas del conjunto substrato recubrimiento, para determinar la influencia del recubrimiento en el comportamiento del acero bajo condiciones de abrasión y desgaste.
4. Realizar el estudio del conjunto bajo otros modos de ocurrencia de fatiga, como lo son fatiga plana y fatiga por carga axial, de manera de poder evaluar las características del conjunto para dichas condiciones.
5. Realizar un estudio más específico del daño acumulado para el conjunto substrato recubrimiento.

REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] ASKELAND, D (1998) “Ciencia e Ingeniería de los Materiales”
gInternational Thomson Editores. México. 552 pp.

- [2] ASM HANDBOOK “Fatigue and Fracture” , Volume 19, 1997

- [3] ASM HANDBOOK “Properties and Selection: Irons, Steels, and
High-Performance Alloys” , Volume 1, 1997

- [4] BERCHEM, K.; HOCKING, M.G. (2007) “The Influence of Pre-
Straining on the High Cycle Fatigue Performance of Two Hot-Dip
Galvanised Car Body Steels” Materials Characterization. Vol. 58,
pp 593 - 602

- [5] BERRÍOS-ORTIZ, J. A.; TEER, D. G.; PUCHI-CABRERA, E. S.
(2003) “Comportamiento A La Fatiga Al Aire Y Fatiga-Corrosión
En Un Acero 316l Recubierto Con TiN_x Y ZrN_y Obtenidos Por
Bombardeo Iónico”, Revista de la Facultad de Ingeniería de la
U.C.V.; Vol. 18, 2003, pp 7-18.

- [6] CALLISTER, W. (2002) “Introducción a la Ciencia e Ingeniería de
los Materiales 1” Editorial Reverté. Barcelona, España. 788 pp.

- [7] FATEMI, A.; YANG, L. (1998) “Cumulative fatigue damage and
life prediction theories: a survey of the state of the art for

homogeneous materials” *International Journal of Fatigue*, Vol. 20, N°1, pp. 9-34.

- [8] GÓMEZ, M (2005) “Caracterización de las Propiedades Tribológicas de los Recubrimientos Duros” Tesis Doctoral. Inédito Universitat de Barcelona, España.
- [9] HANAOKI, S.; YAMASHITA, M.; UCHIDA, H.; ZAKO, M. (2008) “On Stochastic Evaluation of S-N Data Based on Fatigue Strength Distribution” *Materials Science & Technology 2008 Conference and Exhibition*, pp 762 – 770.
- [10] HOLMERC, K.; MATTHEWS, A.; RONKAINEN, H. (1998) “Coatings tribology—contact mechanisms and surface design” *Tribology International*, Volume 31, pp 107 – 120.
- [11] JAEGER, G.; ENDLER, I.; BARTSCH, K.; HEILMAIER, M.; LEONHARDT, A. (2002) “Fatigue behavior of duplex treated TiC_xN_{1-x} and $Ti_{1-x}Al_xN$ hard coating steel compounds” *Surface and Coatings Technology*, Vol. 150, pp 282 – 289.
- [12] KORSUNSKY, A.; MCGURK, M.; BULL, S.; PAGE, T. (1998) “On the hardness of coated systems” *Surface Coatings Technology*, Volume 99, pp 171-183.
- [13] LI CHEN. WANG S.Q. ZHOU, S.Z. JIA LI. ZHANG, Y.Z. (2008) “Microstructure and mechanical properties of Ti(C,N) and

TiN/Ti(C,N) multilayer PVD coatings”, International Journal of Refractory Metals & Hard Materials; Vol. 26, pp 456–460.

- [14] MANGONON, P (2001) “Ciencia de Materiales: Selección y Diseño” Prentice Hall, Mexico. 588 pp
- [15] MAYUGO, Joan (2003) “Estudio Constitutivo de Materiales Compuestos Laminados Sometidos a Cargas Cíclicas”. Tesis Doctoral. Inédito. Universitat Politècnica de Catalunya. Barcelona, España
- [16] MUKARAMI, Y. (2002) “Metal Fatigue: Small Defects and Non Metallic Inclusions” Elsevier Science. Reino Unido. 369 pp
- [17] Norma ASTM Designación A 370 “Standard Test Methods and Definitions for Mechanical Testing of Steel Products” 2003
- [18] Norma ASTM Designación E 165 “Standard Test Method for Liquid Penetrant Examination” 2002
- [19] Norma ASTM Designación E 1823 “Standard Terminology Relating to Fatigue and Fracture Testing” 2000
- [20] Norma ASTM Designación E 384 “Standard Test Method for Microindentation Hardness of Materials” 2008

- [21] Norma ASTM Designación E 606 “Standard Practice for Strain-Controlled Fatigue Testing” 2004
- [22] PUCHI-CABRERA, E.S (2004) “Computation of Composite Hardness of Coated Systems” *Surface Engineering*, Volume 20, pp 332 – 344
- [23] PUCHI-CABRERA, E.S.; STAIA, M.H.; QUINTO, D.T.; VILLALOBOS-GUTIERREZ, C.; OCHOA-PÉREZ, E. “Fatigue Properties of a SAE 4340 steel coated with TiCN by PAPVD” (2007) *International Journal of Fatigue*, Volume 29, pp 471-480.
- [24] PUCHI-CABRERA, E.S; STAIA, M.H.; TOVAR, C.; OCHOA-PÉREZ, E. (2008) “High Cycle Fatigue Behavior of 316L Stainless Steel” *International Journal of Fatigue*, Vol 30, pp 2140 - 2146
- [25] QUINTO, D (2007) “Twenty-five Years of PVD Coatings at the Cutting Edge” *Society of Vacuum Coaters Bulletin*, Fall 2007, pp 17 – 22.
- [26] RUIZ, M. (2008) “A Statistical Fatigue Model Covering the Tension and Compression Wöhler Fields and Allowing Damage Accumulation”. Tesis Doctoral. Inédito. Universidad de Cantabria. Santander, España.
- [27] SCHIJVE, J (2001) “Fatigue of Structure and Materials” Kluwer Academic Publishers. Estados Unidos de América, 513 pp.

- [28] SCHLUND, P. KINDERMANN, P. SOCKEL, H-G. SCHLEINKOFER, U. HEINRICH, W. GÖRTING, K. (1999) “Mechanical behaviour of PVD- and CVD-coated hard metals under cyclic loads”, International Journal of Refractory Metals and Hard Materials; Vol. 17, pp 193-199.
- [29] STEPHENS, R.; FATEMI A.; STEPHENS, R.; FUCHS, H. (2001) “Metal Fatigue in Engineering” 2º Edición. Wiley Inter-Science, Nueva York, Estados Unidos de América, 472 pp
- [30] “Tan sólo un par de milésimas de milímetro marcan la diferencia” (En Línea) <http://www.oerlikonbalzerscoating.com/bes/spa/01-products-services/02-balinit-coatings/indexW3DnavidW261.php> (Consultado: 15 de Agosto, 2009).
- [31] THOMAS, A. (1987) “Microhardness Measurement as a Quality Control Technique for Thin, Hard Coatings” Surface Engineering, Vol 3, pp 117 - 122
- [32] WEIBULL, W. (1961) “Fatigue Testing and Analysis of Results” Pergamon Press, Irlanda, 305 pp.
- [33] WILCHES, J. (1995) “La fatiga: Principal causa de falla de los elementos mecánicos” Ingeniería & Desarrollo, Vol. 1, pp 48 – 50.