

TRABAJO ESPECIAL DE GRADO

“EVALUAR LA RESISTENCIA A LA ADHESIÓN MEDIANTE TÉCNICAS DE INDENTACIÓN INTERFACIAL KNOOP EN RECUBRIMIENTOS CON Y SIN TRATAMIENTO TÉRMICO POSTERIOR”

Presentado ante la Ilustre Universidad

Central de Venezuela Por los Brs:

Fernández Q., Elisa M.

Guerra A., Luis A.

Para optar al Título de Ingeniero Mecánico

Caracas, 2008

TRABAJO ESPECIAL DE GRADO

“EVALUAR LA RESISTENCIA A LA ADHESIÓN MEDIANTE TÉCNICAS DE INDENTACIÓN INTERFACIAL KNOOP EN RECUBRIMIENTOS CON Y SIN TRATAMIENTO TÉRMICO POSTERIOR”

Tutor Académico: Prof. María Rodríguez de Prato

Presentado ante la Ilustre Universidad

Central de Venezuela Por los Brs:

Fernández Q., Elisa M.

Guerra A., Luis A.

Para optar al Título de Ingeniero Mecánico

Caracas, 2008

CONSTANCIA DE APROBACIÓN

Caracas, 21 de noviembre del 2008

Los abajo firmantes, miembros del Jurado designado por el Consejo de Escuela de Ingeniería Mecánica, para evaluar el Trabajo Especial de Grado presentado por los Bachilleres, titulado:

“Evaluar la Resistencia a la Adhesión mediante Técnicas de Indentación Interfacial Knoop en Recubrimientos con y sin Tratamiento Térmico Posterior”

Considero que el mismo cumple con los requisitos exigidos por el plan de estudios conducente al Título de Ingeniero Mecánico, y así que esto signifique que se hacen solidarios con las ideas expuestas por los autores.


Prof. Alberto Pantoja
Jurado


Prof. Crisanto Villalobos
Jurado



Prof. María de los Angeles Rodríguez
Tutor académico o Profesor guía.

DEDICATORIA

A mi madre por ser siempre tan incondicional conmigo, por ser tan simplemente ella, por siempre ser la luz en mis momentos de oscuridad. A ella y otra vez a ella.

Elisa Marcela Fernández

DEDICATORIA

A mis padres Luis y Marisela, por estar siempre conmigo en cualquier momento, buenos o malos, y brindarme su apoyo incondicional durante toda mi carrera, a mi hermano Luis Eduardo por su apoyo y valiosos consejos, y por último a toda mi familia, quienes esperaban este día de mi culminación de estudios tanto como lo hice yo.

Luis Alejandro Guerra.

AGRADECIMIENTOS

A dios por darme la fuerza, salud, inteligencia, coraje y resistencia necesaria para lograrlo. A mi madre por siempre apoyarme incondicionalmente en todo. A mi novio por estar ahí cuando más hacia falta. Y a todos los demás que de una forma u otra hicieron que esto fuera posible. GRACIAS.

Elisa Marcela Fernández

Principalmente a mis padres por ayudarme y brindarme todo lo necesario para poder llegar a este punto y así culminar otra etapa de mi vida, a mis compañeros de clase y grandes amigos con quienes estude durante toda mi carrera, y todas esas personas que hicieron esto posible.

Luis Alejandro Guerra

Fernández Q., Elisa M. Y Guerra A., Luis A.

**EVALUAR LA RESISTENCIA A LA ADHESIÓN MEDIANTE
TÉCNICAS DE INDENTACIÓN INTERFACIAL KNOOP EN
RECUBRIMIENTOS CON Y SIN TRATAMIENTO TÉRMICO
POSTERIOR.**

Tutor Académico: Prof. María Rodríguez de Prato. Tesis. Caracas, U.C.V.

Facultad de Ingeniería. Escuela de Ingeniería Mecánica. 2008, 121 pág.

Tenacidad, fractura, indentación, comparación, Vickers, Knoop, cermet, HVOF, tratamiento térmico.

El presente trabajo tiene como objetivo evaluar la resistencia a la adhesión de dos recubrimientos (100% NiCrBSiWCFe y 30% CW-Co + 70% NiCrBSiWCFe), con tratamiento térmico posterior en horno, a 600°C y sin tratamiento térmico posterior, respectivamente. El proceso utilizado para depositar los recubrimientos de las muestras fue el rociado térmico de alta velocidad (HVOF). El metal base utilizado para los recubrimientos fue acero AISI 1020. El método seleccionado para evaluar la resistencia a la adhesión fue el de indentación interfacial Knoop. Basándose en la analogía de las dos zonas de deformación Vickers y Knoop dejadas por el ensayo de indentación, se planteó un modelo equivalente para el cálculo de la tenacidad de fractura aparente para Knoop.

Se realizó un modelo comparativo entre los valores de dureza Vickers y dureza Knoop para las 4 aleaciones (100% NiCrBSiWCFe, 30% CW-Co + 70% NiCrBSiWCFe, 90% CW-Co + 10% NiCrBSiWCFe y 100% CW-Co), con sus respectivos tratamientos térmico posterior (llama, horno atmósfera controlada con gas argón, a temperaturas de 600°C y 950°C), bajo las cargas de 1, 2, 3, 5 y 10kg. Con dichos resultados de dureza, se procedió a analizar la influencia de cada uno de los tratamientos térmico posterior, sobre cada una de las aleaciones.

ÍNDICE DE CONTENIDO

CAPITULO I: PROBLEMA EN ESTUDIO	3
1.1.- PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA	3
1.2.- OBJETIVO GENERAL	4
1.3.- OBJETIVO ESPECÍFICO	4
1.4.- ALCANCES.....	5
1.5.- ANTECEDENTES.....	6
1.5.1 DESARROLLO DEL MODELO KNOOP	17
1.5.2. COMPARACIÓN DE DUREZA VICKERS Y DUREZA KNOOP	24
CAPÍTULO II: MARCO TEÓRICO.....	30
2.1.- DUREZA.	30
2.2.- ENSAYO DE INDENTACIÓN.....	31
2.2.1- Tipos de Ensayos:.....	32
2.2.1.1.- Ensayo De Dureza Vickers.....	34
2.2.1.2.- Ensayo De Dureza Knoop.....	35
2.2.2.- Factores que influyen en la exactitud de los ensayos de indentación.	37
2.3.-MECÁNICA DE FRACTURA.....	39
2.3.1.-Factor de intensidad de tensiones:.....	40
2.4.- MÓDULO DE ELASTICIDAD	47
2.5.-TENSIÓN RESIDUAL.....	49
2.5.1-Origen de las Tensiones Residuales	50
2.5.2.-Tensiones Residuales en un Recubrimiento	50
2.6.-RECUBRIMIENTO.....	50
2.6.1 Aplicación de los Recubrimientos.....	52

2.6.2.- Proceso de Rociado Térmico:	52
2.6.3.- Material de Alimentación.....	54
2.6.4.- Sustratos	54
2.6.5.- Propiedades del Proceso de Termo-rociado	55
2.6.6.- Tipos de Rociado Térmico:	55
2.6.6.1- Rociado por HVOF (High Velocity Oxygen Fuel).....	56
2.7.- TRATAMIENTOS TÉRMICOS EN CERMETS.....	58
2.8 MATERIALES DE LOS RECUBRIMIENTOS.....	59
2.8.1 Cermets:.....	59
2.8.2 Carburo de Tugsteno con Cobalto	60
2.8.3 Mezclas	61
2.8.4 Aleaciones de Base Níquel.	61
CAPÍTULO III: METODOLOGÍA EXPERIMENTAL	62
3.1 Probetas:	63
3.2 Preparación Superficial:	64
3.2.1. Ensayo de Indentación.....	65
3.2.1.1 Tratamiento de los Datos:	70
3.2.1.2 Determinación de los valores de dureza Vickers y Knoop, y elaboración del modelo comparativo:	72
3.2.2 Ensayo de Indentación Interfacial	73
3.2.2.1 Modelo análogo entre Tenacidad de Fractura Vickers y Knoop.....	75
CAPÍTULO IV: RESULTADOS Y ANÁLISIS	79
4.1 EFECTO DE LA CARGA SOBRE LOS VALORES DE DUREZA VICKERS Y KNOOP.	79
4.2 GRÁFICAS DE DUREZA VICKERS CONTRA DUREZA KNOOP.	92

4.3 RESULTADOS Y ANÁLISIS DE VALORES DE TENACIDAD INTERFACIAL.....	¡Error! Marcador no definido.
CAPÍTULO V: CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES	109
5.1 CONCLUSIONES:	109
5.2 RECOMENDACIONES:	111
REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	112
BIBLIOGRAFIA.....	115
ANEXOS.....	117

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 2.1 Escala de dureza Rockwell [Avner, 1988].....	33
Tabla 2.2 Principios y valores de dureza de las principales pruebas de indentación..	37
Tabla 2.3. Beneficios del proceso HVOF	58
Tabla 3.1. Cuadro representativo de la clasificación del recubrimiento.....	64
Tabla 4-1: Valores de diagonales en recubrimiento, sustrato y su equivalente en la interface.....	98
Tabla 4-2. Valores de grietas en la interface con sus respectivas cargas.....	98
Tabla 4-3. Valores de punto crítico (PC, aC).....	100
Tabla 4-4. Valores de punto crítico (PC, aC).....	100
Tabla 4-5. Valores de Tenacidad de Fractura Aparente.....	101
Tabla 4-6. Valores de Modulo de Elasticidad, dureza Vickers y dureza Knoop para sustrato y recubrimiento en la probeta 100% NiCr 600°C.....	102
Tabla 4-7. Valores de Módulo de Elasticidad, dureza Vickers y dureza Knoop para sustrato y recubrimiento en la probeta 30% WC-Co + 70% NiCr S.T.	104
Tabla 4-8. Valores de $(E/H)^{1/2}$ Vickers y Knoop	107
Tabla 4- 9. Valores de Tenacidad de Fractura Aparente.....	107

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1.1 Diferentes modelos de grietas formados por indentación Vickers.	7
Figura 1.2 Variación de la dureza en función de la carga aplicada.....	8
Figura 1.3 Principio del ensayo de indentación interfacial.....	11
Figura 1.4 Esquema representativo de la relación $\ln a - \ln P$	12
Figura 1.5 Esquema representativo de la relación $\ln a - \ln P$	13
Figura 1.6 (a) Deformación plástica semiesférica, debido a un indentador Vickers. (b) Deformación plástica en forma de semi-elipsoide debido a un indentador Knoop	17
Figura 1.7 Relación entre b y r_0 como consecuencia de la relación entre E y H	18
Figura 1.8 Relación entre b_i y b_T y a_i y a_T como consecuencia de la relación entre E y H	20
Figura 1.9 Relación de diagonales del indentador Knoop	23
Figura 1.10 Comparación entre los valores de dureza HK y HV.....	25
Figura 1.11 Geometría del área de contacto real considerada.	27
Figura 1.12 Comparación entre los valores de dureza HV estándar con KHN_{tac}	28
Figura 2.1 Esquema de la indentación Brinell.	32
Figura 2.2 Esquema representativo del ensayo Vickers.....	34
Figura 2.3 Geometría del indentor Knoop	36
Figura 2.4 Esfuerzos locales en el vértice de una grieta (a). Placa infinitamente ancha bajo tensión uniaxial con: (b) una grieta en el borde de la placa, (c) una grieta centrada en la placa.	42
Figura 2.5 Modos I, II y III de propagación de grietas.	44
Figura 2.6 La grieta se propaga cuando se alcanza en el extremo de la grieta	45
Figura 2.7 Esquema de la variación de K con el espesor del material.....	47
Figura 2.8 Curva esfuerzo-deformación nominal.	48
Figura 2.9 Esquema simple del proceso térmico	53
Figura 2.10 Sección transversal de una superficie recubierta por Termo-rociado.....	54
Figura 2.11 Esquema representativo de los procesos de Termo-rociado.....	56
Figura 2.12 Esquema de una Pistola de HVOF.....	57

Figura 3.1. Flujograma del procedimiento experimental.....	62
Figura 3.2 Probeta de ensayo de indentación.....	63
Figura 3.3: En la figura (a) se muestra la rectificadora. En la figura (b) se muestra la pulidora.	65
Figura 3.4 Durómetro: “Vickers Hardness Tester” (izquierda), pantalla representativa (derecha).....	66
Figura 3.5 Espaciamiento entre huellas de indentación Vickers.....	67
Figura 3.6. Aceptabilidad e inaceptabilidad de huellas de indentación Vickers.....	68
Figura 3.7 Espaciamiento entre huellas de indentación Knoop.....	69
Figura 3.8 Aceptabilidad y no aceptabilidad de huellas de indentación Knoop.....	70
Figura 4.1. Resultados de ensayos de indentación Knoop para la muestra 100% NiCr.....	80
Figura 4.2. Resultados de ensayos de indentación Knoop para la muestra 100% NiCr incluyendo todos los tratamiento.	81
Figura 4.3. Resultados de ensayos de indentación Vickers para la muestra 100% NiCr.....	82
Figura 4.4 Resultados de ensayos de indentación Vickers para la muestra 100% NiCr incluyendo todos los tratamiento.	82
Figura 4.5. Resultados de ensayos de indentación Knoop para la muestra 30% WC-Co + 70% NiCr.....	83
Figura 4.6 Resultados de ensayos de indentación Knoop para la muestra 30% WC-Co + 70% NiCr incluyendo todos los tratamiento.....	84
Figura 4.7 Resultados de ensayos de indentación Vickers para la muestra 30% WC-Co + 70% NiCr.....	84
Figura 4.8 Resultados de ensayos de indentación Vickers para la muestra 30% WC-Co + 70% NiCr incluyendo todos los tratamiento.	85
Figura 4.9 Resultados de ensayos de indentación Knoop para la muestra 100% WC-Co.....	86
Figura 4.10 Resultados de ensayos de indentación Knoop para la muestra 100% WC-Co incluyendo todos los tratamiento.....	87

Figura 4.11 Resultados de ensayos de indentación Vickers para la muestra 100% WC-Co	88
Figura 4.12 Resultados de ensayos de indentación Vickers para la muestra 100% WC-Co incluyendo todos los tratamientos.....	88
Figura 4.13 Gráfico de barra para los valores de dureza Vickers y dureza Knoop, para todo el rango de cargas.....	90
Figura 4.14 Gráfico de barra para los valores de dureza Vickers y dureza Knoop, para todo el rango de cargas.....	90
Figura 4.15 Gráfico de barra para los valores de dureza Vickers y dureza Knoop, para todo el rango de cargas.....	91
Figura 4.16 Dureza Vickers contra dureza Knoop para toda la gama de materiales y para: (a) carga de 1kg. (b) carga de 2kg. (c) carga de 3kg. (d) carga de 5kg y (e) carga de 10kg.....	94
Figura 4.17 Dureza Vickers contra dureza Knoop para toda la gama de materiales y todas las cargas en estudio.	95
Figura 4.18: Longitud de grieta válida para el ensayo de indentación interfacial	97
Figura 4.19 Longitud de grieta contra carga, para la probeta 30% WC-Co + 70% NiCr.....	99
Figura 4.20 Longitud de grieta contra carga, para la probeta 100% NiCr.....	99

INTRODUCCIÓN

Debido a las exigencias del mercado, las industrias han puesto su particular atención en la durabilidad de piezas y sistemas mecánicos. Esto se debe a que hoy en día existe una tendencia a optimizar los criterios de resistencia al desgaste, a la fricción y/o a la corrosión. La necesidad de mejorar la superficie de los materiales, ha conducido al desarrollo de piezas revestidas con materiales duros depositados sobre sustratos de propiedades mecánicas menores que dichos recubrimientos. El sustrato base y el revestimiento se consideran como entes diferentes en cuanto a sus propiedades mecánicas, y al formar parte de una misma pieza, la nueva será un ente diferente, incluso a sus componentes. De este modo se puede lograr obtener la combinación deseada de las propiedades mecánicas para una pieza en general.

La adhesión es la fuerza mecánica que une dos objetos o materiales y es un requerimiento fundamental a ser considerado cuando recubrimientos depositados por rociado térmico van a estar sometidos a cargas termo-mecánicas. Esta propiedad puede depender de varios parámetros, entre los cuales se encuentran el espesor del recubrimiento, la rugosidad de la superficie del metal base, la presencia de defectos en la misma, o la existencia de defectos en el recubrimiento, como óxidos, hidrógeno, porosidades y partículas no fundidas.

Para evaluar la resistencia a la adhesión existen varios métodos, en los cuales se somete una probeta a sollicitaciones mecánicas hasta que ocurre la fractura. Como es muy difícil o costoso obtener espesores de recubrimientos mayores a pocos milímetros, no se puede evaluar la resistencia a la adhesión con un simple ensayo de tracción, ya que se requiere de un agente adhesivo que posea una adhesión mayor que en la interfase sustrato-recubrimiento, lo cual no es sencillo de conseguir. Por este motivo se han ideado varios métodos, para verificar la calidad de adhesión de un recubrimiento, tales como, el “shear test” (prueba de corte), pruebas de deflexión, o

pruebas de indentación Vickers. En este último se relaciona el tamaño de la grieta que se produce con la resistencia a la fractura del material.

El método de indentación interfacial Vickers ha venido aumentando su importancia debido al bajo costo y sencillez que implica la preparación de sus probetas y realización del ensayo, comparado con otros métodos. Sin embargo, tiene sus limitaciones, ya que se basa en suposiciones que pueden desviar el resultado de tenacidad a la fractura hasta en un 25% respecto al valor real.

En este trabajo se determinaran los valores de resistencia a la adhesión con el método de indentación Knoop. La razón por la cual se estudiará la resistencia a la adhesión por dicha técnica es debido a que ésta presenta menor profundidad de indentación y, por lo tanto, nos permitirá trabajar con recubrimientos más delgados de los que se podrían utilizar con la técnica de indentación Vickers. Lo que representaría un ahorro económico, si se lograra obtener las propiedades deseadas con espesores más delgados.

Los alcances contemplados en este trabajo están relacionados con la determinación de la dureza y la resistencia a la adhesión de recubrimientos de uso común en la industria, como lo son los Cermets (cerámico-metálico). La influencia de los tratamientos térmicos sobre la dureza y una comparación de los valores de dureza obtenidos por las técnicas de indentación Knoop y Vickers, también forman parte de estos alcances.

CAPITULO I: PROBLEMA EN ESTUDIO

1.1.- PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA

La determinación de la adhesión de los recubrimientos tiene que enfrentar diferentes dificultades; muchos de los ensayos estándares no permiten un modelado fácil o no representan correctamente el modo de degradación por delaminación generalmente observado cuando falla un recubrimiento. Con el fin de generar y propagar la grieta en la interfase entre el recubrimiento y el sustrato, algunos autores han propuesto recientemente el uso de algunos ensayos de indentación. Entre estos ensayos está el ensayo de indentación en la interfase que nos permite definir la carga crítica de indentación representativa de la adhesión del recubrimiento y el sustrato.

Con el fin de caracterizar la adhesión entre el recubrimiento y el sustrato, algunos autores han utilizado ensayos de indentación interfacial Vickers para generar y propagar la grieta en la interfase. En este trabajo se tratarán de determinar estos mismos valores de adhesión bajo el método de indentación interfacial Knoop, utilizando una analogía con los modelos de Vickers ya existentes.

Por otro lado, se intentará conseguir un modelo matemático representativo de la relación existente entre los valores de dureza obtenidos por técnica de indentación Vickers con indentación Knoop, y de esta manera poder tener otra alternativa para calcular la adhesión, con los modelos ya existentes de Vickers, a partir del ensayo de indentación Knoop.

La razón por la cual se estudiará la determinación de los valores de resistencia a la adhesión por técnicas de indentación Knoop es porque esta técnica presenta menor profundidad de indentación y por lo tanto nos permitirá trabajar con recubrimientos más delgados de los que se podrían utilizar con la técnica de indentación Vickers.

1.2.- OBJETIVO GENERAL

Evaluar la resistencia a la adhesión mediante técnicas de indentación interfacial Knoop, en recubrimientos tipo cermet (cerámico-metálico), depositados por rociado térmico de alta velocidad (HVOF), con y sin tratamiento térmico posterior.

1.3.- OBJETIVO ESPECÍFICO

- Determinar la dureza de los recubrimientos depositados por rociado térmico con y sin tratamiento térmico posterior mediante técnicas de indentación Knoop y Vickers, y evaluar la influencia de la carga sobre los valores de dureza para los materiales en estudio.
- Comparar los resultados obtenidos de dureza Knoop con los resultados obtenidos de dureza Vickers, para los mismos materiales, y establecer una relación entre las dos técnicas.
- Determinar la dureza aparente interfacial y la tenacidad de fractura para las muestras mediante técnicas de indentación Knoop y relacionarlas con la resistencia a la adhesión.

1.4.- ALCANCES

- Determinar la dureza del recubrimiento por técnicas de indentación Vickers y Knoop
- Determinar la dureza interfacial mediante técnicas de indentación Knoop.
- Determinar la tenacidad de fractura aparente mediante técnicas de indentación interfacial Knoop, para las muestras de espesor 0,2 μ m.
- Relacionar la tenacidad de fractura con la resistencia a la adhesión de los recubrimientos.
- Determinar la influencia de la composición química y del tratamiento térmico posterior sobre la dureza del recubrimiento en estudio.
- Determinar una relación entre ambas técnicas de indentación Vickers y Knoop.

1.5.- ANTECEDENTES

En este punto se desarrollarán principalmente cuatro temas: El primero, será un enfoque de cómo, a partir de estudios previos relacionados con la tenacidad de fractura, se logra conseguir por medio de indentación interfacial Vickers, un término definido como tenacidad de fractura aparente, el cual, en una condición de carga crítica, representa un valor característico de la adhesión. Como segundo enfoque, presentamos la propuesta del mismo cálculo anterior partiendo de la técnica de indentación interfacial Knoop. En tercer lugar, se presenta un modelo comparativo de la zona de deformación plástica provocada por el ensayo de indentación Vickers y Knoop. Y por último, presentaremos dos propuestas utilizadas para correlacionar los valores de dureza Vickers y dureza Knoop; una correspondiente a sus respectivas definiciones estándares del área indentada, para el cálculo de las durezas, y la otra basada en una misma definición del área indentada representativa para dicho cálculo.

La adhesión de un recubrimiento sobre un sustrato es una característica muy importante a ser considerada cuando recubrimientos depositados por termo-rociado van a estar sometidos a condiciones de carga termo-mecánicas (Marot, 2006). A pesar de que no existe un ensayo normalizado para medir la tenacidad a la fractura en deformación plana, en la literatura (Chermant J. y Osterstock J. 1976, Brookes K. 1979; Han D. y Mecholsky J. 1990) se mencionan diferentes métodos; entre ellos: ensayo de flexión fisurado, ensayo de flexión entallado tipo chevron, ensayo de doble soporte, ensayo de tensión compacto, entre otros (Di Prinzio, 1998). Sin embargo, estos ensayos varían en sus ventajas y desventajas; por lo que todavía se busca un ensayo simple y cuantitativo de la adhesión, tan confiable y representativo como sea posible (Marot, 2006).

Palmqvist, en 1957, fue el primer investigador que inició y desarrolló la idea de que los ensayos de indentación Vickers, que consisten en que a partir de una cierta

carga de indentación se produce un agrietamiento radial en los vértices del indentador, daban un indicativo del valor de la tenacidad de fractura de materiales frágiles. A pesar de que no existe un ensayo de indentación normalizado para medir la tenacidad a la fractura en deformación plana, existen diferentes modelos o ecuaciones, basados en los conceptos de mecánica de fractura lineal (presentes en la literatura) que permiten calcularla.

Estos modelos se clasifican en tres grandes grupos. El primero, supone que la grieta formada presenta una geometría radial tipo Palmqvist (ver Figura 1.1 a), mientras que el segundo supone grietas del tipo mediana radial bien desarrolladas (ver Figura 1.1 b), también conocidas como grietas half-penny. Y el último grupo se establece directamente del análisis de regresión lineal de la base de datos experimental de grietas obtenidas por indentación para un número de materiales [Di Prinzio, 1998].

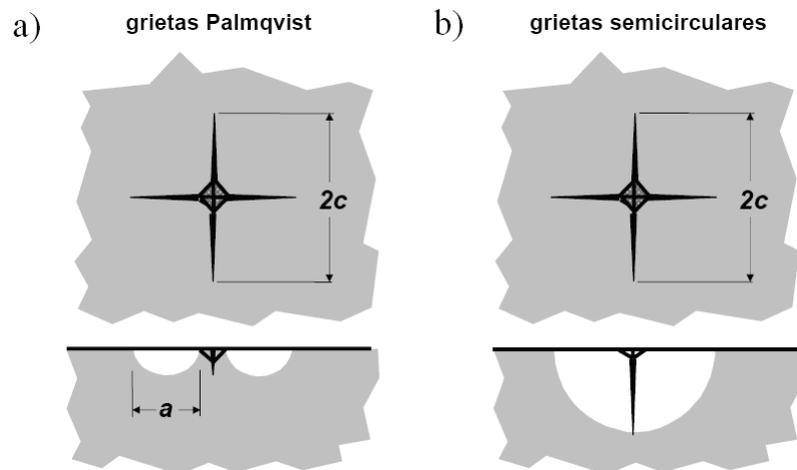


Figura 1.1 Diferentes modelos de grietas formados por indentación Vickers.

Fuente: Internet, "Métodos de Ensayo"

Sin embargo, el uso de ensayo de indentación Vickers para determinar la tenacidad a la fractura sigue presentando problemas debido a las discrepancias existentes entre los valores de la tenacidad a la fractura medida por indentación de un

material y los calculados por métodos convencionales [J. Gong, 1998]. Esta discrepancia ha sido considerada en base a una variedad de fenómenos, tales como: la dependencia de la geometría de la grieta con la carga aplicada de indentación y las propiedades del material ensayado.

En la práctica se puede constatar que la dureza medida varía en función de la carga aplicada. Esto se verifica en el intervalo de nanoindentación y microindentación (ver figura 1.2). Dicha variación es un fenómeno descrito ampliamente en la literatura y se conoce como el Efecto de Tamaño de la Huella (*Indentation Size Effect (ISE)*) (Hirao, 1987). La existencia del ISE hace difícil evaluar un valor único de dureza, cuando la dureza es utilizada en la caracterización de un material. Ponton y Rawlings en 1989, examinaron que la dureza ha sido usada casi sin excepción como un parámetro importante en las ecuaciones de tenacidad a la fractura de indentaciones existentes. Por lo tanto, uno puede esperar que la incertidumbre en las medidas de la tenacidad a la fractura resulte del uso de una carga dependiente del valor de la dureza.

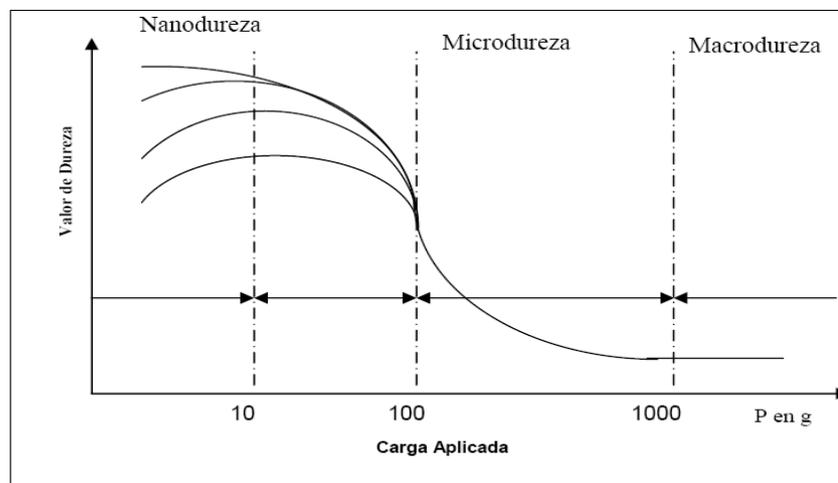


Figura 1.2 Variación de la dureza en función de la carga aplicada.

Fuente: Lesage, J. Chicot, D. Pertuz, A. Jouan, P-Y, Horny, N. Soom, A. 2005, "A model for hardness determination of thin coatings from standard microindentation tests"

En 1989, Ponton y Rawlings revisaron los modelos de tenacidad existentes en la literatura y generalizaron diecinueve de estas ecuaciones para que pudieran ser comparables con los valores de la tenacidad a la fractura obtenidos por los métodos convencionales. Posteriormente aplicaron este grupo de diecinueve ecuaciones a un grupo de materiales cerámicos, entre ellos los carburos cementados tipo WC-Co. Según los resultados obtenidos, los modelos que clasificaron para dichos materiales fueron los siguientes:

- Ecuación de Shetty, basada en la geometría de la grieta Palmqvist:

$$K_C = 0,0319 \frac{P}{a\sqrt{l}} \quad \text{Ec.1.1}$$

- Ecuación de Antis, basada en la geometría de la grieta mediana radial:

$$K_C = 0,0154 \left(\frac{E}{H_V} \right)^{1/2} \frac{P}{c^{3/2}} \quad \text{Ec. 1.2}$$

- Ecuación de Lawn y Fuller, basada en la geometría de la grieta mediana radial:

$$K_C = 0,0515 \frac{P}{c^{3/2}} \quad \text{Ec. 1.3}$$

- Ecuación de Evan y Davis, basada en la geometría de la grieta mediana radial:

$$K_C = 0,4636 \left(\frac{P}{a^{3/2}} \right) \left(\frac{E}{H_V} \right)^{2/5} \cdot 10^F \quad \text{Ec. 1.4}$$

- Liang en 1990, posterior a las revisiones hechas por Ponton y Rawlings publicó una ecuación que indica que el modelo es independiente de la geometría de la grieta, la cual viene dada como:

$$K_C = 0,0229 \left(\frac{P}{a^{3/2}} \right) \left(\frac{E}{H} \right)^{2/5} \left(\frac{c}{a} \right)^{((c/18a)-1,51)} \quad \text{Ec. 1.5}$$

A pesar de la confusión aún existente con respecto al tipo de grieta formado y el tipo de ecuación a usarse para el cálculo de la tenacidad, el método de indentación es un candidato potencial para la determinación de la tenacidad a la fractura de materiales cerámicos, debido a distintos aspectos: (i) puede realizarse en pequeñas muestras del material; (ii) la preparación de la muestra es relativamente simple, requiriendo únicamente la obtención de una superficie pulida, reflectiva y plana; (iii) el indentador de dureza es estándar y puede utilizarse en máquinas de ensayo de dureza o de tracción universal; (iv) la longitud de la grieta puede medirse ópticamente sin dificultad, y, (v) es rápido y de bajo costo (Di Prinzio, 1998).

Desde décadas pasadas, diferentes autores han intentado utilizar la indentación como una alternativa a otros ensayos para caracterizar las propiedades adhesivas de los recubrimientos termo-rociados (C. Berndt, 1989; A. Tronche, 1987). Este ensayo consiste en medir la longitud de la grieta generada en la interfase del conjunto recubrimiento-substrato como consecuencia de indentaciones Vickers. Con el fin de interpretar estos resultados, se propusieron varios métodos por distintos autores buscando expresar la tenacidad en la interfase (C. Richart 1991). Estos modelos no se

aplicaron satisfactoriamente en la literatura, o mejor dicho, fueron sólo específicos para los datos experimentales de cada uno de los autores.

Uno de los tantos modelos empíricos que permite el cálculo de la tenacidad a la fractura por indentación interfacial Vickers, fue estudiado por Chicot en 1996, quien explica que empezando desde una carga crítica (P_C) en la interfase es posible representar la adhesión entre el sustrato y el recubrimiento en términos de la tenacidad aparente (K_{Ca}). Choulier, en 1989, demostró que la grieta “ a ” generada mediante indentación Vickers tiene una forma semicircular y está localizada en la interfase plana, (ver figura 1.3)

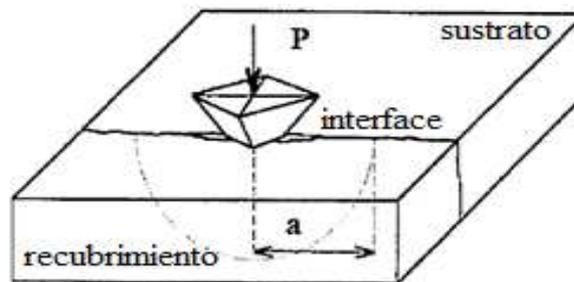


Figura 1.3 Principio del ensayo de indentación interfacial.

Fuente: D. Chicot, P. Démarécaux, J. Lesage, 1996 “Apparent interface toughness of substrate and coating couples from indentation tests”

Partiendo del uso de coordenadas logarítmicas, la relación entre la longitud de la grieta “ a ” y la carga aplicada “ P ” en la interfase, puede ser representada por líneas rectas (líneas de grieta) para un sustrato y un espesor “ e ” de recubrimiento dado (ver figura 1.4).

Después del rociado térmico se establece, en el recubrimiento y en el sustrato, un estado de esfuerzos residuales el cual se genera de la solidificación del material rociado y de la contracción diferencial del recubrimiento y el sustrato durante el enfriamiento debido a la diferencia entre el coeficiente de dilatación de los dos

materiales. La consecuencia de estos esfuerzos está representada en la siguiente figura 1.4

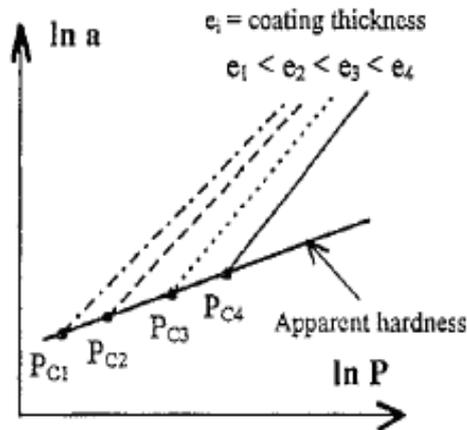


Figura 1.4 Esquema representativo de la relación $\ln a - \ln P$.

Fuente: D. Chicot, P. Démarécaux, J. Lesage, 1996 "Apparent interface toughness of substrate and coating couples from indentation tests"

Si se realiza un tratamiento de recocido antes de la indentación se eliminan los esfuerzos de solidificación, quedando solo los esfuerzos generados del diferencial de contracción del recubrimiento y el sustrato, y las líneas rectas de las grietas convergen en un área donde consideraremos la intersección en un mismo punto, esto significa que para una pareja de recubrimiento y sustrato dado, existe una carga independiente del espesor del recubrimiento que corresponde a la capacidad de formación de la grieta en la interfase (ver Figura 1.5).

Cuando una carga aplicada no es suficiente para propagar la grieta, el valor de a es la mitad de la diagonal ($d/2$) del indentador en la interfase. Esto último corresponde a una dureza aparente la cual es el resultado de la contribución del sustrato y del recubrimiento.

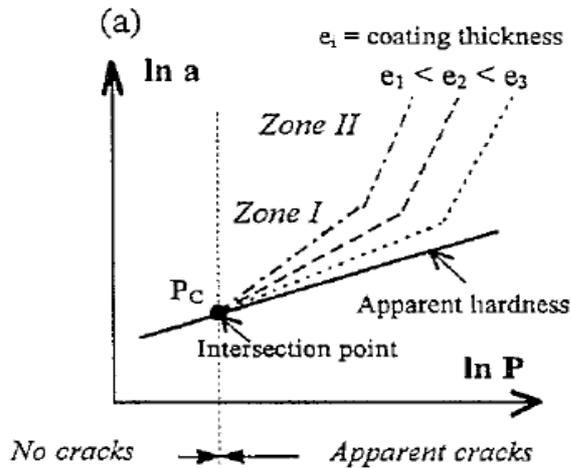


Figura 1.5 Esquema representativo de la relación $\ln a - \ln P$.

Fuente: D. Chicot, P. Démarécaux, J. Lesage, 1996 "Apparent interface toughness of substrate and coating couples from indentation tests"

En 1993, Lesage y Demarecaux demostraron que la diagonal en la interfase es el promedio de las distancias de las diagonales, las cuales se obtienen separadamente en el sustrato y en el recubrimiento bajo la misma carga aplicada. Gracias a esto es posible medir el valor de la diagonal, producto del ensayo de indentación Vickers realizado bajo diferentes cargas en la interfase. Llevando esto a una escala logarítmica, se llega a una línea recta que llamaremos línea de dureza aparente (ver Figura 1.5).

El punto de intersección entre las líneas rectas de la grieta y la línea de dureza aparente, es conocido como el punto crítico P_c (ver Figura 1.5), el cual es independiente del espesor del recubrimiento siempre y cuando se haya realizado un tratamiento para eliminar los esfuerzos residuales (tratamiento de recocido); esto corresponde al límite para la iniciación de la grieta en la interfase, y debería considerarse como una propiedad característica de la adhesión del conjunto sustrato-recubrimiento.

En la figura 1.5, se observa que a medida que el espesor del recubrimiento se incrementa, la pendiente de las líneas rectas de grietas disminuye. En la zona 1 la

grieta permanece en la interfase plana, mientras que en la zona 2 corresponde a una desviación de la grieta dentro del recubrimiento y por lo tanto no corresponde al modo de degradación por delaminación, observado generalmente.

El uso de coordenadas logarítmicas les permitió a estos investigadores (Demarecaux, 1996) obtener una línea recta para la relación carga longitud de grieta y carga longitud media del indentador. Aplicando el método de regresión lineal para los puntos experimentales (a, P) así como también para los puntos de dureza aparente $(d/2, P)$ determinaron las coordenadas del punto crítico (P_C, a_C) ; combinando estos parámetros con las propiedades mecánicas de la interfase $(E/H)^{1/2}$, lograron definir la tenacidad de la fractura aparente (K_{Ca}) tal como:

$$K_{Ca} = 0,015 \cdot \frac{P_C}{a_C^{3/2}} \cdot \left(\frac{E}{H} \right)_{INT}^{1/2} \quad \text{Ec. 1.6}$$

Donde $(E/H)^{1/2}$ se describe como el sustrato y el recubrimiento forma parte del comportamiento global del sistema recubrimiento-sustrato, y debe calcularse de la siguiente forma:

$$\left(\frac{E}{H} \right)_{INT}^{1/2} = \frac{\left(\frac{E}{H} \right)_S^{1/2}}{1 + \left(\frac{H_S}{H_R} \right)^{1/2}} + \frac{\left(\frac{E}{H} \right)_R^{1/2}}{1 + \left(\frac{H_R}{H_S} \right)^{1/2}} \quad \text{Ec. 1.7}$$

Para aplicar este modelo se considera que la pareja sustrato-recubrimiento se comporta como un material único, y la interfase se comporta como un material homogéneo; por lo que es posible transponer los resultados de la teoría de mecánica de fractura lineal aplicados a la indentación de materiales frágiles con el fin de obtener una dureza aparente en la interfase.

En este mismo trabajo realizado por Chicot en 1996, se demostró que si la tenacidad aparente en la interfase (K_{Ca}) representa bien la resistencia a agrietarse, luego dicha tenacidad tiene necesariamente que variar de la misma manera que la carga crítica (P_C), es decir, si aumenta la carga crítica, la tenacidad tiene que aumentar y viceversa independientemente de los materiales en los que se esté realizando el ensayo. Además, se concluyó que aquellos materiales que presentaban mayor valor de tenacidad de fractura aparente en la interfaz podían aguantar mayores niveles de carga antes de comenzar a agrietarse.

En estudios posteriores en el 2002, Lesage y Chicot realizaron ensayos de indentación interfacial en varias probetas sobre varios aceros rociados con polvos de carburo de cromo y níquel-cromo, y estudiaron el papel de los esfuerzos residuales sobre la adhesión de dichos recubrimientos. Hallaron que los tratamientos térmicos alivian los esfuerzos residuales aumentando el punto crítico de las probetas.

Chicot, en 2005, investigó varias muestras de aleaciones de acero recubiertas con carburo cromo y níquel-cromo mediante la técnica HVOF (High Velocity Oxygen Fuel). Definieron una relación para el espesor del recubrimiento y la tenacidad aparente del mismo. Asimismo, evaluaron la influencia de algunos tratamientos térmicos sobre la tenacidad a la fractura, obteniendo, un aumento del valor del punto crítico desde 0,2N a 5,7N.

Para proponer un modo de cálculo de la tenacidad bajo indentación Knoop, no disponemos en la bibliografía de relaciones similares a las propuestas para la indentación Vickers. En estudios recientes realizados (A. Pertuz, 2005) se observan transposiciones directas de las relaciones escritas para un indentador Vickers en un indentador Knoop.

Una de las fórmulas utilizadas para la indentación Vickers, respectivamente para la fisura tipo M “mediana radial” reportada por Evans y Charles en 1976 ó para fisura tipo P “Palmqvist” reportada por Shetty (1985) se presentan a continuación.

$$K_{ICM} = 0,0824 \frac{P}{c^{3/2}} \quad \text{Ec. 1.8}$$

$$K_{ICP} = 0,0319 \frac{P}{a \cdot l^{1/2}} \quad \text{Ec. 1.9}$$

A. Pertuz en el 2005 trabajó con estas formulaciones por razones de comodidad, porque en estas relaciones no interviene el valor de la dureza ni el módulo de elasticidad. Esto presenta la ventaja de no necesitar la conversión entre los valores de dureza en el momento del paso de la tenacidad Vickers a la tenacidad Knoop, además de que permite evitar el cálculo del modulo de elasticidad que puede llegar a ser bastante laborioso. Sin embargo, el investigador A. Pertuz propone que es posible que esta conversión se deba considerar en el futuro para obtener una mejor correlación de los valores de tenacidad Vickers y Knoop.

Para aplicar estas dos relaciones, hay que tener en cuenta el hecho de que la indentación Vickers conduce a cuatro grietas mientras que la indentación Knoop provoca sólo dos. A. Pertuz propuso dos nuevos coeficientes para las ecuaciones 1.8 y 1.9 respectivamente que dependen del hecho que sólo dos grietas se generan por el ensayo de indentación Knoop. En estas condiciones, propone escribir las relaciones de tenacidad Knoop bajo la forma siguiente:

$$KK_{ICM} = 2^{3/2} \times 0,0824 \frac{P}{c^{3/2}} = \mathbf{0,2331} \frac{P}{c^{3/2}} \quad \text{Ec.1.10}$$

$$KK_{ICP} = 2^{3/2} \times 0,0319 \frac{P}{a l^{1/2}} = \mathbf{0,0902} \frac{P}{a l^{1/2}} \quad \text{Ec. 1.11}$$

1.5.1 DESARROLLO DEL MODELO KNOOP

Generalmente se asume que la deformación plástica del material debido a un ensayo de indentación Vickers tiene forma aproximadamente semiesférica. Esta hipótesis fue propuesta por Lawn en 1980. En estudios realizados por Lube en el 2001, la deformación plástica del material ocasionada por un ensayo de indentación Knoop tiene forma aproximadamente de semi-elipsoide. La figura 1.6 muestra los 2 tipos de deformación plástica mencionados (Vickers y Knoop), debajo del indentador, basado en los estudios realizados por Lube (2001).

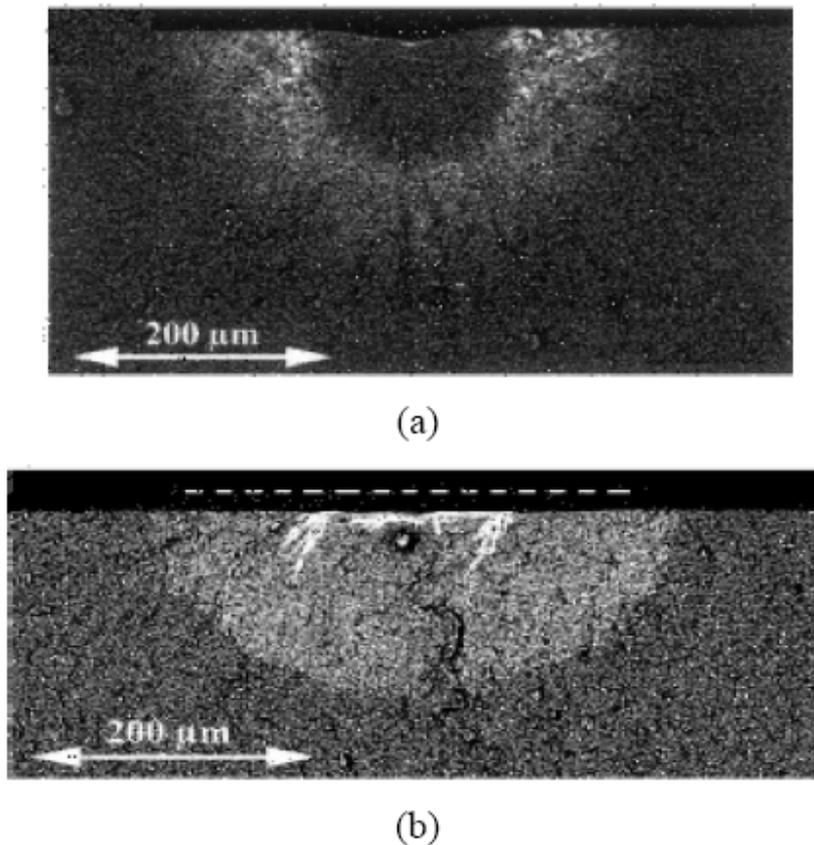


Figura 1.6 (a) Deformación plástica semiesférica, debido a un indentador Vickers. (b) Deformación plástica en forma de semi-elipsoide debido a un indentador Knoop

Fuente: Lube T 2001, "Indentation crack profiles in silicon nitride"

Lawn, en 1994, estudia la deformación plástica debido a un ensayo de indentación Vickers. Se explica a continuación como dicha propuesta se utiliza para plantear una analogía con respecto a la indentación Knoop.

Lawn, en 1994, propone la siguiente relación

$$\frac{b}{r_0} = \left(\frac{E}{H} \right)^{1/2} \quad \text{Ec. 1.12}$$

Donde b representa el radio de deformación de la zona plástica (ver figura 1.7). Para el caso de la indentación Vickers, se supuso que el volumen correspondiente al indentador Vickers es igual a un volumen de la semiesfera de radio r_0 que contiene al indentador piramidal que penetra.

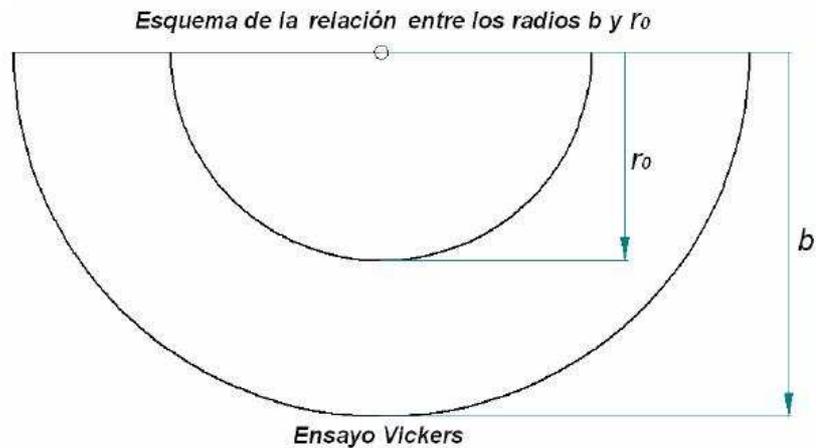


Figura 1.7 Relación entre b y r_0 como consecuencia de la relación entre E y H

Fuente: H. Peña, 2006. Trabajo especial de grado, "Indentación KnoopVickers de recubrimientos delgados"

Por lo tanto se expresó el volumen del indentador como el volumen de una semiesfera equivalente de la siguiente manera.

$$V_{\text{indentador}} = V_{\text{semiesfera}}$$

$$\frac{d^3}{12 \tan 74^\circ} = \frac{2\pi}{3} r_0^3$$

Donde d es la diagonal del indentador Vickers, y r_0 el radio de la semiesfera equivalente. En la expresión anterior, despejando, se obtiene r_0 como una función de la diagonal d , según la relación

$$r_0 = \frac{d}{2} \cdot \left(\frac{\text{ctg} 74^\circ}{\pi} \right)^{1/3} \quad \text{Ec. 1.13}$$

Siguiendo con el desarrollo, se sustituye la ecuación 1.13 en la ecuación 1.12, y despejando de ésta el término b se obtiene el radio de la deformación plástica ocasionada por el ensayo de indentación Vickers, en términos de: la diagonal “d” del indentador Vickers, el módulo de Young (E) del material y la dureza Vickers (H_V) como se expresa a continuación.

$$b = \frac{d}{2} \cdot \left(\frac{\text{ctg} 74^\circ}{\pi} \right)^{1/3} \cdot \left(\frac{E}{H_V} \right)^{1/2} \quad \text{Ec. 1.14}$$

De forma análoga en estudios previos realizados por H. Peña en el 2006, se utilizó lo expuesto anteriormente con el fin de desarrollar un modelo para la indentación Knoop, suponiendo el volumen deformado plásticamente como un semi-elipsoide de revolución tal como fue propuesto por Lube en el 2001.

La finalidad de este investigador fue obtener los términos representativos de los semiejes del volumen deformado plásticamente debido a un ensayo Knoop (en

forma de semi-elipsoide), como una función de la diagonal mayor (L) de la huella del indentador Knoop, del módulo de elasticidad (E) y del valor de la dureza Knoop (H_K) del material. Cada semieje del semi-elipsoide mencionado es análogo al radio de deformación plástica (b) del ensayo de indentación Vickers.

A continuación se esquematiza, gráfica y analíticamente, la propuesta planteada por H Peña. Cabe destacar que las figuras 1.8 (a) y (b) no representan una situación real de deformación en el material; ellas representan un sencillo análisis comparativo entre la zona de deformación plástica producida por el ensayo de indentación Vickers y Knoop.

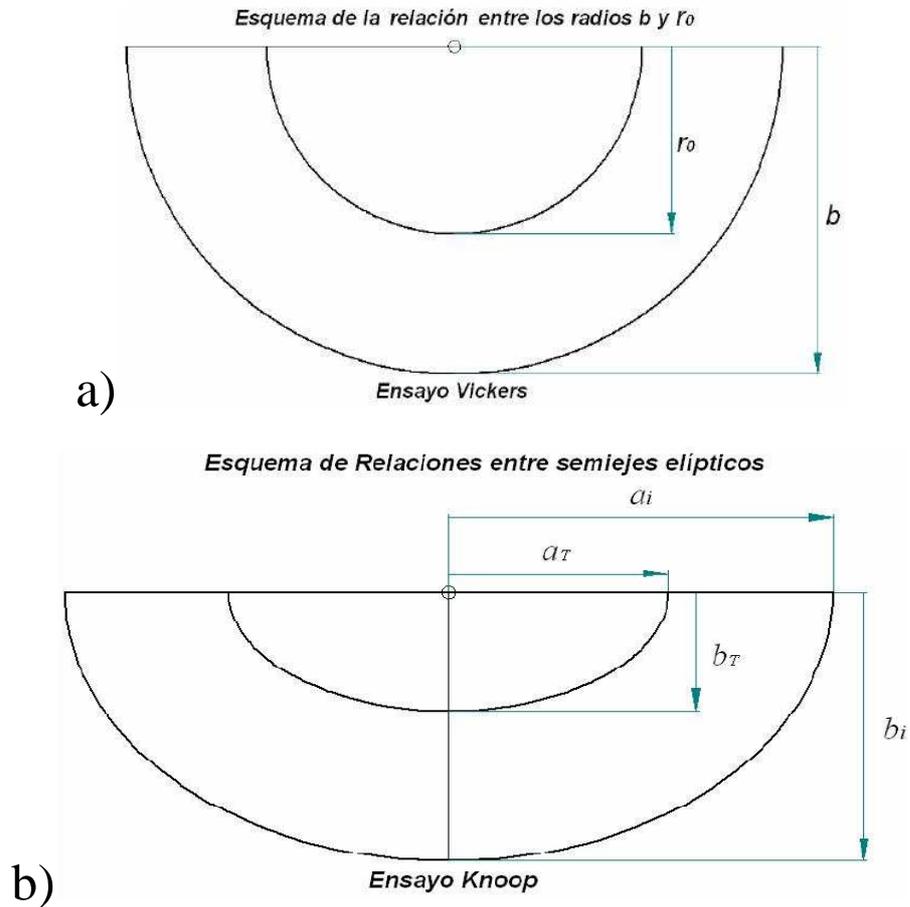


Figura 1.8 Relación entre b_i y b_T y a_i y a_T como consecuencia de la relación entre E y H .

Fuente: H. Peña, 2006. Trabajo especial de grado, "Indentación Knoop Vickers de recubrimientos delgados"

Para todo material, el módulo de elasticidad es siempre mayor que el valor de la dureza del mismo; es decir, $E > H$, por lo tanto de la expresión $b/r_0 = (E/H)^{1/2}$, se deduce que el radio de la zona de deformación plástica (b) debida a un ensayo de indentación Vickers, es mayor que r_0 ($b > r_0$)

Con la ayuda de las figura 1.8 a y b, el investigador H Peña explica la presente propuesta de la siguiente forma, realizando una analogía entre los semiejes de la deformación plástica Vickers y Knoop se tiene que:

$$\frac{b}{r_0} \Rightarrow \begin{cases} \frac{a_i}{a_T} \\ y \\ \frac{b_i}{b_T} \end{cases}$$

Luego, utilizando lo propuesto por Lawn, $\frac{b}{r_0} = \left(\frac{E}{H}\right)^{1/2}$ para la deformación plástica producida por el ensayo de indentación Vickers se propone para el ensayo de indentación Knoop lo siguiente:

$$\begin{cases} \frac{a_i}{a_T} = \left(\frac{E}{H}\right)^{1/2} \\ y \\ \frac{b_i}{b_T} = \left(\frac{E}{H}\right)^{1/2} \end{cases} \quad \text{Ec. 1.15}$$

Donde a_i y b_i son los semiejes del volumen plástico deformado para cualquier material debido a un ensayo de indentación Knoop (volumen en forma de elipsoide).

Los semiejes a_T y b_T , resultan de una relación de equivalencia entre volúmenes, la cual se explica a continuación.

Al igual que en el desarrollo de la propuesta para la metodología Vickers donde $V_{indentador} = V_{semiesfera}$, se plantea por analogía una equivalencia entre el volumen del indentador Knoop que penetra y un semi-elipsoide de semiejes a_T y b_T , de la siguiente forma:

$$V_{indentador} = V_{semi-elipsoide}$$

En donde $V_{indentador}$ es el volumen del indentador piramidal Knoop y $V_{semi-elipsoide}$ es el volumen del semi-elipsoide equivalente al volumen del indentador Knoop (volumen relacionado con a_T y b_T). Ahora, siendo el indentador Knoop de forma piramidal, su volumen esta determinado según: $V_{indentador} = \frac{S_P \cdot h}{3}$

Donde S_P es el área de la base (área proyectada de indentación Knoop) y h es la profundidad de indentación que, en este caso, representa la altura de la pirámide.

Al sustituir S_P y h por sus expresiones $S_P = 0,07028 L^2$ y $h = L / (2 \tan 86^\circ 15')$ y calculando se obtiene que:

$$V_{indentador} = k_1 \cdot L^3 \quad \text{Donde } k_1 \text{ es una constante.}$$

El volumen $V_{semi-elipsoide}$, relacionado con a_r y b_r (semiejes del semi-elipsoide) es:

$$V_{semi-elipsoide} = \frac{2 \cdot \pi \cdot a_r \cdot b_r^2}{3}$$

Luego igualando los volúmenes del indentador y la semi-elipsoide equivalente

$$V_{indentador} = V_{semi-elipsoide}$$

$$k_1 \cdot L^3 = \frac{2 \cdot \pi \cdot a_r \cdot b_r^2}{3}$$

Simplificando obtenemos

$$k_2 \cdot L^3 = a_r \cdot b_r^2 \quad \text{Ec. 1.16}$$

Donde K_2 es una constante

La ecuación anterior por sí sola no permite hallar a_T y b_T como función de la diagonal mayor (L) del indentador Knoop, por ello, utilizando la relación entre las diagonales del indentador Knoop (Figura 1.9)

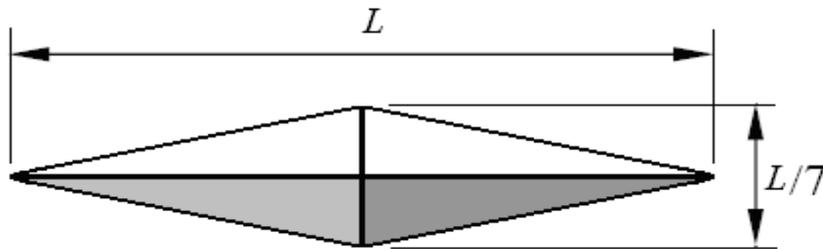


Figura 1.9 Relación de diagonales del indentador Knoop

$$\frac{a_T}{b_T} = \frac{L}{w} = 7,11 \Rightarrow a_r = 7,11 \cdot b_r$$

Reemplazando en la ecuación 1.16

$$\begin{cases} a_T = k_3 \cdot L \\ b_T = k_4 \cdot L \end{cases} \quad \text{Donde } k_3 \text{ y } k_4 \text{ son constantes}$$

Luego sustituyendo los semiejes de deformación plástica por el ensayo de indentación Knoop (a_T y b_T) en la relación 1.15 obtenemos dos ecuaciones para el ensayo de indentación Knoop que son análogas a la ecuación representativa de la

deformación plástica causada por el ensayo de indentación Vickers “*b*” (ecuación 1.14)

$$\left\{ \begin{array}{l} \frac{a_i}{k_3 \cdot L} = \left(\frac{E_i}{H_i} \right)^{1/2} \Rightarrow a_i = k_3 \left(\frac{E_i}{H_i} \right)^{1/2} \cdot L \quad (a) \\ \frac{b_i}{k_4 \cdot L} = \left(\frac{E_i}{H_i} \right)^{1/2} \Rightarrow b_i = k_4 \left(\frac{E_i}{H_i} \right)^{1/2} \cdot L \quad (b) \end{array} \right. \quad \text{Ec. 1.17}$$

Es decir, partiendo de la analogía con respecto al desarrollo realizado por Lawn en 1994 para ensayos Vickers, se logró representar los semiejes del volumen deformado plásticamente debajo del indentador Knoop en función de la diagonal mayor del mismo (*L*), del módulo de elasticidad (*E*) y del valor de la dureza (*H*) del material.

1.5.2. COMPARACIÓN DE DUREZA VICKERS Y DUREZA KNOOP

Como se ha precisado anteriormente, la dureza Vickers estándar está definida como la relación entre la carga y la superficie real de contacto; mientras que la dureza Knoop estándar se expresa mediante la relación entre la carga y la proyección de la huella residual sobre la superficie. Sin tomar en cuenta estas diferencias entre las definiciones de durezas, algunos autores han comparado valores de dureza Vickers y Knoop obtenidos bajo las mismas condiciones de carga y sobre los mismos materiales. Por ejemplo, se podrían mencionar los trabajos de Gong en el 2002 realizados sobre diferentes cerámicas Si₃N₄; los de Mukhopadhyay, en 1990, en los nitratos de silicio y en las cerámicas de sialon, así como los de Ullner en el 2001 y 2002 en alúmina Al₂O₃ y en carburo de silicio SiC. Es interesante representar los resultados en el siguiente diagrama (Figura 1.10) para mostrar la relación de los valores de dureza entre ambos métodos.

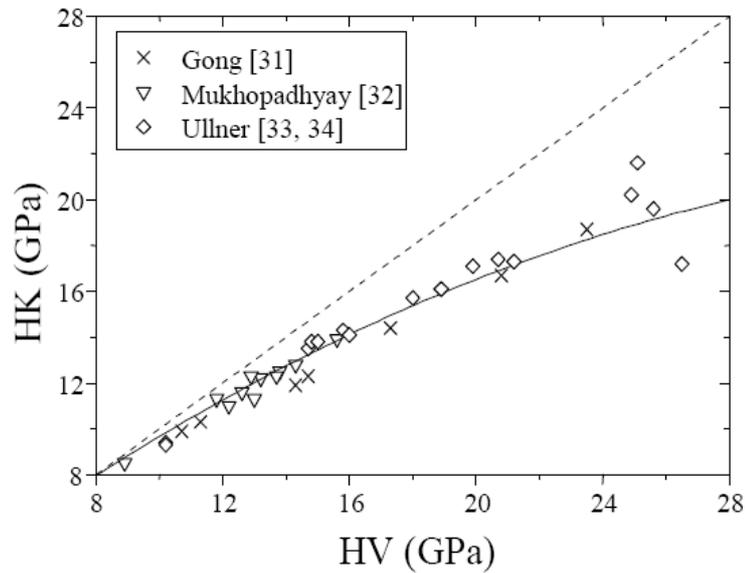


Figura 1.10 Comparación entre los valores de dureza HK y HV.

Fuente: D. Chicot, D. Mercier, F. Roudet, K. Silva, J. Lesage. 2006 "Comparison of instrumented Knoop and Vickers hardness measurements on various soft materials and hard ceramics"

Se puede notar que la relación entre estos valores de dureza parece ser independiente de la naturaleza del material puesto que es posible representarlos en una misma curva. Se puede también verificar que una línea recta no puede ser representada por dichos datos experimentales, por lo que se propone utilizar una expresión de segundo orden para correlacionar los valores de dureza Vickers y Knoop (Gong, 2002), los cuales difieren en todo el intervalo estudiado. Esta consideración lleva a la siguiente relación:

$$KHN = 1,1053 \cdot VHN - 0,0134 \cdot VHN^2 \quad \text{Ec. 1.18}$$

El principal problema de la ecuación 1.18 es que para el valor de dureza limite 7,9 GPa, ocurre que $KHN=VHN$, lo cual es falso, y se puede observar en los datos experimentales de Shaw, 1996.

La diferencia entre los valores de durezas Vickers y Knoop ha sido motivo de discusión desde el pasado. Por ejemplo, Ullner en el 2001 y verificado posteriormente en el 2002, planteó que la magnitud de las desviaciones estándar de ambos valores de dureza son independientes de las técnicas empleadas y del laboratorio donde fueron medidas y llevadas a cabo, y son probablemente asociadas con la variación de las características microestructurales del material; como por ejemplo la porosidad y el tamaño del grano.

Por otro lado, en 1996, Shaw, atribuye esta diferencia a los fenómenos de fricción generados por el contacto entre el indentador y el material, que indican que la fricción depende de la geometría del indentador. Para probar esta hipótesis, Shaw llevó a cabo indentaciones utilizando un lubricante y se encontró que su presencia contribuía a una importante disminución en el valor de dureza. Sin embargo, los valores de dureza Vickers y Knoop fueron siempre diferentes.

Según reportes dados por Lawn y Howes (1981), y Marshall (1982), la razón principal de esta diferencia es la existencia de recuperación elástica cercana a la huella, que aparece después de retirar el indentador, y que se genera como consecuencia de la falta de adecuación entre la zona plástica debajo de la indentación y la deformación elástica de los alrededores. Se considera que esta recuperación elástica se produce a lo largo de la profundidad de la impresión, pero la longitud de la diagonal del indentador casi no cambia para la indentación Vickers. En el ensayo de indentación Knoop, por el contrario, la recuperación elástica no modifica la diagonal mayor de la huella, pero sí la diagonal menor la cual se hace menor al retirar la carga.

En la comparación de los dos valores de dureza se deben tomar en cuenta las deformaciones globales alrededor del indentador, como por ejemplo: amontonamiento, hundimiento y recuperación elástica de las caras del indentador; las cuales son todas dependientes de la forma del indentador. En trabajos recientes, Chicot y Lesage (2006) sugirieron que en los cálculos de dureza se tome en cuenta la

misma definición del área representativa de lo indentado, para así obtener valores de dureza válidos, desde un punto de vista físico y de esta manera lograr una correlación entre ellos. Estos mismos investigadores verificaron que es más conveniente utilizar el área real de contacto en lugar de la proyección del área de contacto (para los datos experimentales estudiados); ya que con ésta se puede trabajar para todo el rango de valores de dureza y eliminar cualquier ambigüedad sobre el hecho de que la dureza Knoop sea igual a la dureza Vickers. Y concluyeron, en base a estos resultados, que el valor de dureza Knoop siempre es menor que el valor de dureza Vickers.

Saha y Nix (2001 y 2002) y Kese (2005), discutieron sobre la posibilidad de tomar en cuenta en el cálculo de la dureza, el área de contacto real, determinada directamente desde la medición del contacto rígido. Sin embargo, es muy difícil calcular tal área mediante ensayos instrumentados, por lo que se recomienda considerar una simple geometría piramidal considerando que el indentador está todavía dentro del material. Esta área de contacto real, A_{tac} , podría ser deducida por el triángulo (A_0) delimitado por a , b , y c ; multiplicado por 4, como se indica en la Figura 1.11

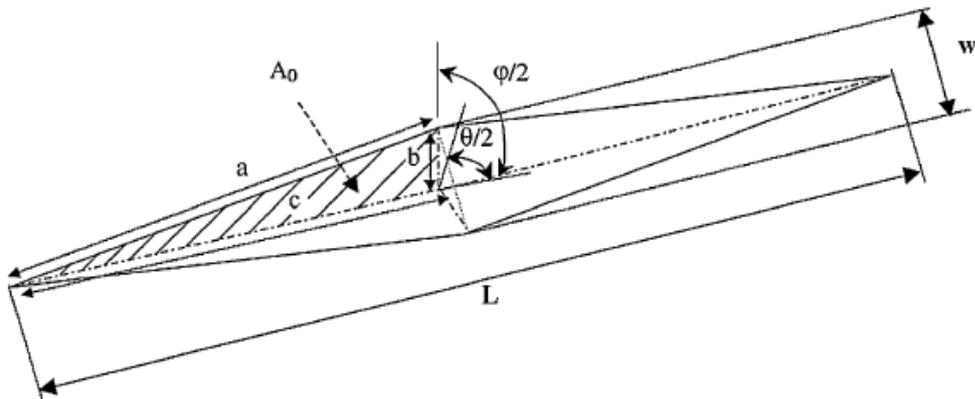


Figura 1.11 Geometría del área de contacto real considerada.

Fuente: D. Chicot, D. Mercier, F. Roudet, K. Silva, J. Lesage. 2006 "Comparison of instrumented Knoop and Vickers hardness measurements on various soft materials and hard ceramics"

En estas condiciones, un nuevo coeficiente es obtenido para la dureza Knoop estándar, la cual puede ser escrita como KHN_{tac} donde tac indica el área de contacto real que fue tomada en cuenta.

$$KHN_{TAC} = \frac{P}{A_{TAC}} = 12,873 \frac{P}{L^2} \quad \text{Ec. 1.19}$$

Este coeficiente numérico 12,873, difiere del coeficiente 14,229 de la ecuación estándar de dureza Knoop. De esta forma, al multiplicar los valores de dureza estándares (por ejemplo, los obtenidos en la figura 1.9) por la relación entre ambos coeficientes ($12,873/14,229 = 0,9047$), se puede obtener KHN_{tac} , (por ejemplo los datos obtenidos en la figura 1.11) el cual puede ser comparado correctamente con los valores de dureza Vickers estándares calculados con los datos experimentales de Ullner, Gong y Mukhopadhyay. Ver figura 1.12

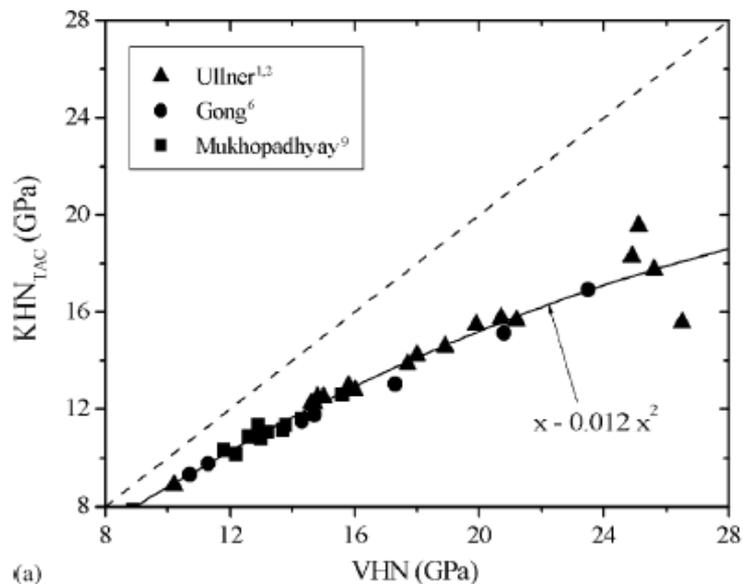


Figura 1.12 Comparación entre los valores de dureza HV estándar con KHN_{tac}

Fuente: D. Chicot, D. Mercier, F. Roudet, K. Silva, J. Lesage. 2006 "Comparison of instrumented Knoop and Vickers hardness measurements on various soft materials and hard ceramics"

El ajuste polinomial de los datos experimentales mostrados en la Figura 1.12, viene dado por la siguiente ecuación:

$$KHN_{tac} = VHN - 0,012VHN^2 \quad \text{Ec. 1.20}$$

La importancia principal de estos resultados es que el coeficiente ante el término VHN en la ecuación 1.20 es igual a 1. Lo que es un indicativo de que los dos valores de dureza son solamente iguales cuando el valor de dureza tiende a cero. Como consecuencia, ningún cambio sorprendente del comportamiento ocurrirá sobre todo en el rango de los datos de dureza; lo cual coincide perfectamente con lo observado en la figura 1.12.

De esta manera, Chicot y Lesage propusieron una manera simple para el cálculo de la dureza considerando el área real de contacto, procedimiento que les permitió validar la comparación entre los valores de dureza Vickers y Knoop, bajo ensayos de dureza instrumentada.

CAPÍTULO II: MARCO TEÓRICO.

2.1.- DUREZA.

“La dureza es una medida de la resistencia de un metal a la deformación permanente (plástica) en su superficie” (Smith, 1998). Por ejemplo, en metalurgia, dureza es la resistencia de un material a ser penetrado; mientras que en mineralogía, es la resistencia que opone un material al rayado (Pat Mangonon, 2001). Las pruebas de dureza son métodos de inspección muy comunes, que se utilizan para conocer las propiedades mecánicas de un material. Las diversas pruebas de dureza se pueden dividir en tres categorías: dureza elástica, resistencia al corte o abrasión y resistencia a la indentación (Avner, 1988). Esta última prueba será enfatizada en este trabajo debido a que es la que se utilizó para medir la dureza.

La dureza obtenida a partir de esta técnica de indentación, dependiendo del sistema de prueba, puede expresarse como un número inversamente proporcional a la profundidad de la indentación para una carga y marcador determinados, o proporcional a una carga medida sobre el área superficial de la huella residual (Avner, 1988).

La dureza medida por el ensayo de indentación consiste en medir la resistencia de un material cuando se opone a la penetración de un cuerpo (indentador) más duro que dicho material, bajo la acción de una carga dada. La elección del indentador, se hace de manera que su deformación, elástica o plástica, con relación a la del material a probar, sea insignificante. El contacto entre estos dos cuerpos da como resultado una modificación superficial del material ensayado.

La modificación superficial mencionada anteriormente, no sólo depende de las características intrínsecas del material, sino también de la geometría del indentador y de las condiciones (tiempo y potencia) de aplicación de la carga. De esto se concluye,

que la dureza es en realidad una propiedad compleja que no se puede relacionar directamente con otras propiedades mecánicas. Sin embargo, el valor de dureza a partir del ensayo de indentación, es una información cuantificada obtenida por normas precisas. De esta manera, el propósito principal de la medida de dureza, es comparar materiales o determinar si el efecto de un tratamiento térmico o mecánico es adecuado para un uso específico. (Avner, 1988)

2.2.- ENSAYO DE INDENTACIÓN.

El ensayo de indentación consiste en presionar un indenter (de geometría determinada), sobre la superficie de una muestra, (que está en reposo sobre una plataforma rígida), durante un período de tiempo, bajo la acción de una carga estática determinada. Cuando la fuerza aplicada sobre la superficie de la muestra corresponde a una carga crítica, el material sufrirá una deformación plástica, dejando una impresión (huella) sobre el material luego de retirado el indentador. De igual forma, existe una cierta cantidad de recuperación elástica en la dirección opuesta a la dirección de la carga. Dado que la recuperación elástica no es total, se encuentran tensiones residuales debajo de la huella. El valor de la dureza se calcula a partir de la cantidad de deformación permanente observada en el material.

La clasificación de estos ensayos viene dada según el rango de cargas aplicadas. El prefijo “**macro**” se utiliza para referirse a aquellos ensayos donde la carga es superior a 1 kgf; mientras que para el caso de ensayos en una escala “**micro**”, la carga será inferior a 1 kgf. Adicionalmente, algunos equipos son capaces de aplicar cargas tan bajas como los 0.01 gf y, comúnmente, se refiere a ellos con el prefijo “**nano**”.

Partiendo de estos rangos de fuerza o carga aplicada, podemos clasificar los diferentes tipos de ensayos de indentación de la siguiente forma: los ensayos Rockwell pertenecen a la escala macro. El ensayo Vickers, Knoop y Brinell, pueden

usarse tanto en rangos micro como macro. Para la escala **nano** se realizan pruebas de indentación dinámica. Cabe destacar que todos los ensayos mencionados (Rockwell, Knoop, Vickers, y Brinell) corresponden a indentación estática.

Algunas propiedades pueden determinarse a partir de los resultados suministrados por un ensayo de indentación. Algunas de estas propiedades son: resistencia a la adhesión, módulo de elasticidad y tenacidad de fractura entre otras.

2.2.1- Tipos de Ensayos:

En la actualidad existen diferentes métodos de ensayo de indentación, cada uno distinto del otro por su geometría del indentador, entre los cuales podemos mencionar el ensayo de dureza Brinell, cuyo indentador es una esfera de acero templado, de carburo tungsteno o diamante al cual se le aplica una carga sobre un material, y posteriormente se mide el tamaño de huella como se observa en la figura 2.1.

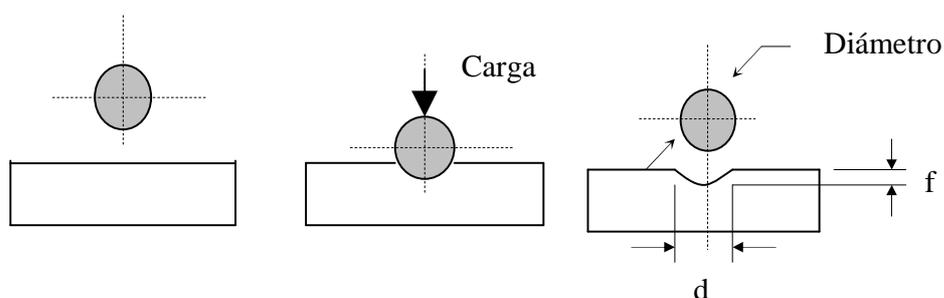


Figura 2.1 Esquema de la indentación Brinell.

Fuente: Internet, "Ensayos de Indentación"

El valor de dureza Brinell (HB) es la razón de la fuerza aplicada en kilogramos sobre el área en milímetros cuadrados de la impresión, y se calcula mediante la siguiente fórmula:

$$HB = \frac{2P}{\pi \cdot D \cdot \left(D - \sqrt{D^2 - d^2} \right)} \quad \text{Ec 2.1}$$

Donde:

P = fuerza o carga aplicada en N (kgf)

D = diámetro de la bola del indentador en mm

d = diámetro de la impresión en mm

Otro método para calcular la dureza es el ensayo de dureza Rockwell, cuyas geometrías de los indentadores están definidas para distintas cargas como se observa en la tabla 2.1

Tabla 2.1 Escala de dureza Rockwell [Avner, 1988]

Escala	Carga Mayor (Kg)	Tipo de Marcador de Muesca
A	60	Cono de diamante
B	100	Bola de 1/16"
C	150	Cono de diamante
D	100	Cono de diamante
E	100	Bola de 1/8"
F	60	Bola de 1/16"
G	150	Bola de 1/16"
H	60	Bola de 1/8"
K	150	Bola de 1/8"
L	60	Bola de 1/4"
M	100	Bola de 1/4"
P	150	Bola de 1/4"
R	60	Bola de 1/2"
S	100	Bola de 1/2"
V	150	Bola de 1/2"

En esta prueba de dureza se utiliza un instrumento de lectura directa basado en el principio de medición de profundidad diferencial. La prueba se lleva a cabo al elevar la muestra lentamente contra el marcador hasta que se ha aplicado una carga denominada “carga menor”. Luego se aplica la carga mayor a través de un sistema de palanca de carga. Después de que la aguja del disco llega al reposo, se quita la carga mayor, y con la carga menor todavía en acción, el valor de dureza Rockwell es leído en el disco medidor.

En el presente trabajo se enfatizara con más detalle el ensayo de dureza Vickers y Knoop debido a que estos fueron los ensayos utilizados para cumplir con los objetivos.

2.2.1.1.- Ensayo De Dureza Vickers.

En esta prueba, el objeto penetrante es un marcador piramidal de diamante de base cuadrada con un ángulo incluido de 136° entre las caras triangulares opuestas y entre las líneas opuestas es de 148° (figura 2.2). El intervalo de carga está generalmente entre 1 y 120 kg. El principio de funcionamiento es el mismo que en el ensayo de dureza Brinell, con la diferencia que la huella residual que queda en la superficie como impresión es cuadrada. El valor de dureza Vickers se expresa en términos de carga aplicada y el área de la impresión.

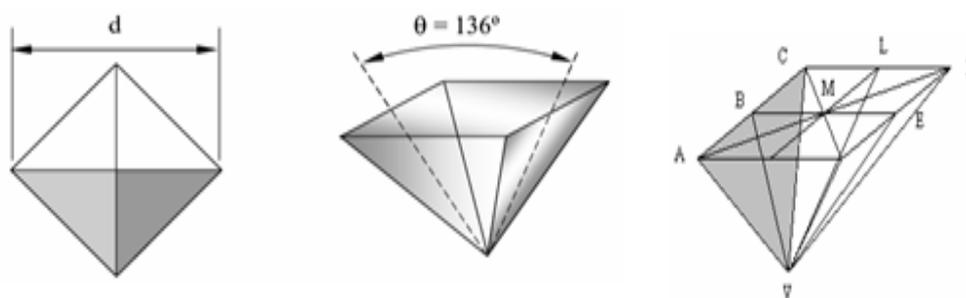


Figura 2.2 Esquema representativo del ensayo Vickers

Fuente: Fischer-Cripps, 2007. “Introduction to Contact Mechanics”

El área de la impresión dejada por la pirámide sobre el material se representa por cuatro veces el área del triángulo (ACV) coloreada en gris en la Figura 2.2

La longitud de la diagonal es medida por medio de un microscopio equipado con un micrómetro ocular que contiene filamentos móviles. La distancia entre los filamentos se indica en un contador calibrado en milésimas de milímetros. En la práctica, el valor de la diagonal se obtiene a partir del promedio de las medidas de las dos diagonales dejadas como impresión por el indentador.

Por lo general, hay tablas para convertir la diagonal medida al valor de dureza piramidal Vickers o también se puede calcular por medio de la fórmula:

$$HV = \frac{P}{\frac{d^2}{2} \sin\left(\frac{136^\circ}{2}\right)} = 1,854 \frac{P}{d^2} \quad \text{Ec. 2.2}$$

Donde:

P: la carga aplicada en Kg

d: longitud de la diagonal del cuadrado de la impresión en mm

La dureza Vickers (HV) puede ser expresada en kgf/mm² si la carga P se da en gf y la diagonal de la huella d en μm. A veces, la cantidad de dureza se expresa en GPa. En este caso, la carga P se expresa en Newtons (N) mientras que la diagonal permanece igual.

2.2.1.2.- Ensayo De Dureza Knoop.

El indentor Knoop es similar al indentor Vickers, excepto que la pirámide de diamante tiene diagonales de longitud desigual, resultando en una impresión que tiene una diagonal con una longitud siete veces la diagonal más corta. Los ángulos para las

caras opuestas del indentor Knoop son $172,5^\circ$ y 130° , (ver figura 2.3). El hecho de que una diagonal sea mayor facilita la visualización al microscopio y la medida del tamaño de la impresión. El indentor Knoop es particularmente útil para el estudio de materiales altamente frágiles debido a que permite visualizar una profundidad de penetración más pequeña y por tanto una carga de indentador inferior. La dureza Knoop se calcula:

$$HK = \frac{2P}{d^2 \left(\cot \frac{172,5}{2} \tan \frac{120}{2} \right)} = 14,229 \frac{P}{d^2} \quad \text{Ec. 2.3}$$

Donde:

P: es la fuerza (ó carga) aplicada.

d: es la longitud de la diagonal mayor de la huella [mm] figura 2.3

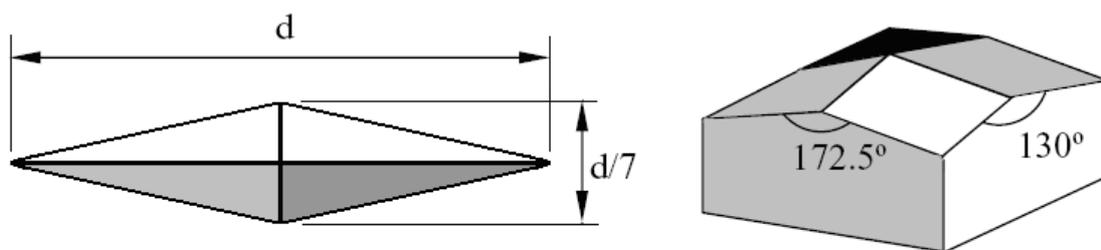


Figura 2.3 Geometría del indentor Knoop

Fuente: Fischer-Cripps, 2007, "Introduction to Contact Mechanics"

En la Tabla 2.2 se muestra un resumen de las características principales de cada uno de los valores de dureza según las principales pruebas de indentación.

Tabla 2.2 Principios y valores de dureza de las principales pruebas de indentación

Indentador	Vickers	Brinell	Knoop	Rockwell C
Material	Diamante	Tungsteno	Diamante	Diamante
Geometría del Indentador	Pirámide con base cuadrada Angulo de 136°	Esfera de Diámetro D	Pirámide de base romboide de ángulos 172,30° y 130°	Cono de ángulo 120°
Parámetro Geométrico de Medida	d: diagonal de la Huella	d: diagonal de la Huella	L: longitud de la diagonal mayor de la huella	e: profundidad del cono durante la indentación
Unidades	P en gf d en μm HV en Kgf/mm^2	P en gf d y D en mm HB en Kgf/mm^2	L en mm P en gf HK en Kgf/mm^2	e = 0,002mm
Escala de Cargas	Microdureza Macro dureza	Macro dureza	Microdureza Macro dureza	Macro dureza

2.2.2.- Factores que influyen en la exactitud de los ensayos de indentación.

- a) Condición del marcador de muescas: El achatamiento de la bola de acero de un marcador producirá errores en el valor de dureza, en cuyo caso, la bola debe ser revisada frecuentemente para detectar cualquier deformación

permanente y debe descartarse cuando ocurra tal deformación. Los marcadores de diamante deben revisarse en busca de cualquier señal de astillado.

- b) Exactitud de la carga o esfuerzo aplicado: El probador debe aplicar cargas dentro del intervalo establecido con errores mínimos. Las cargas mayores a la cantidad recomendada no deben utilizarse para obtener así pruebas exactas.
- c) Cargas o esfuerzos aplicados con impacto: Además de producir lecturas de dureza inexactas, el impacto a la carga puede dañar los marcadores de diamante.
- d) Condición de la superficie de la muestra: La superficie de la muestra sobre la cual se va a tomar la lectura de dureza debe ser plana y representativa del material en buen estado. Cualquier orificio, costra o grasa debe eliminarse por esmerilado o pulido.
- e) Espesor de la muestra: La muestra debe ser suficientemente gruesa de modo que no aparezca alguna protuberancia sobre la superficie opuesta a la de la impresión. El espesor de la muestra recomendado es de por lo menos diez veces la profundidad de la impresión.
- f) Forma de la muestra: se logra mayor exactitud cuando la superficie a prueba es plana y perpendicular al eje vertical del indentador. Una muestra larga debe sujetarse de tal forma que no se ladee.
- g) Localización de las impresiones: Las impresiones deben estar al menos a $2\frac{1}{2}$ diámetros de distancia del borde de la muestra y separadas al menos 5 diámetros cuando se utilicen bolas para la prueba de dureza.
- h) Uniformidad del material: Si hay variaciones estructurales y químicas en el material, a mayor área de impresión más exacta será la lectura de dureza promedio. Para obtener una dureza promedio verdadera para el material, es necesario tomar muchas lecturas, si el área de impresión es pequeña

2.3.-MECÁNICA DE FRACTURA.

La mecánica de fractura es una ciencia que estudia los mecanismos y procesos de propagación de grietas en sólidos, así como la distribución de tensiones y deformaciones que ocurren en un material agrietado o con discontinuidades, sometidos a cierta tensión externa. El aspecto fundamental de esta ciencia es poder definir si una grieta existente en un material de cierta estructura permanecerá estable o si por el contrario se prolongará bajo ciertas condiciones de tensión. Se trata de un campo relativamente nuevo en comparación con la estática y la dinámica pues se comenzó a estudiar durante y después de la 2da guerra mundial para explicar la ruptura de naves mercantes y barcos cisterna (Pat Mangonon, 2001). Esta ciencia surgió con los trabajos fundamentales de Griffith (1921, 1924) sobre criterios de propagación de grietas en sólidos, basados en conceptos de transformación de energía elástica en energía de superficie y, por esta razón, se conoce como una formulación energética de la mecánica de fractura.

En términos simples la formulación energética de la mecánica de fractura consiste en comparar la energía disponible para la propagación de una grieta en una estructura con la energía necesaria para producir su agrietamiento. La energía disponible para el avance de grieta por unidad de área se denomina tasa de liberación de energía (G) y la energía necesaria para el agrietamiento se denomina tasa crítica de liberación de energía o energía de agrietamiento (G_{IC}).

Irwin, en 1957, introdujo un avance importante en la mecánica de fractura ya que planteó el análisis en términos de estado de tensiones, lo cual no se había podido hacer anteriormente debido a que teóricamente, en la punta de una grieta, las tensiones tienden a infinito, independientemente de la magnitud de la carga aplicada (Griffith,1924). Para su formulación, Irwin plantea que el proceso de fractura no puede concentrarse en un sólo punto, como se deduciría de un análisis netamente elástico, sino que se presenta en una zona pequeña próxima a la punta pero finita, que

se denomina *zona plástica*, en la cual, las tensiones ya dejan de ser infinitas porque parte de la energía elástica se consume en la deformación plástica del material. El concepto principal introducido aquí es el *factor de intensidad de tensiones* (K), de gran aplicación en la mecánica de fractura. El parámetro K está relacionado con el parámetro G , mediante las propiedades elásticas del material y para la condición de inicio de grieta se considera que K adquiere un valor crítico y, por tal razón, se denomina *factor de intensidad de tensiones crítico* o *Tenacidad a la fractura* K_{IC} .

Como se pudo observar hasta ahora, hay dos enfoques básicos que explican el aspecto fundamental de la mecánica de fractura. El primero, en términos de balance de energía desarrollado por Griffith y, el segundo, en términos de campo de tensiones desarrollado por Irwin. En este trabajo se enfatizará el segundo enfoque por ser la base fundamental que se utilizó en el estudio de la propagación de la grieta.

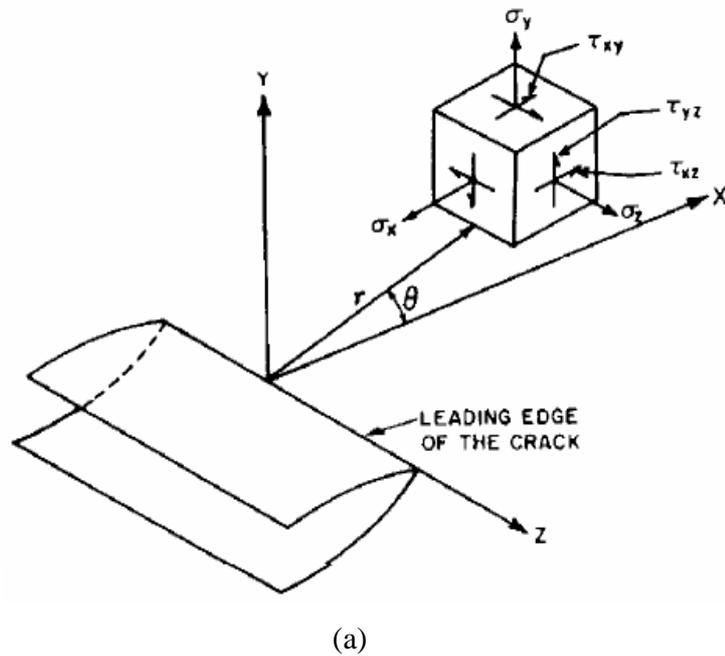
2.3.1.-Factor de intensidad de tensiones:

Cuando aplicamos un esfuerzo de tensión en un material el cual viene dispuesto inicialmente con una grieta de ubicación y tamaño conocida. El esfuerzo aplicado a dicho material se intensifica en la punta de la grieta de tamaño y geometría conocidos, que funciona como un concentrador de esfuerzo del material (Askeland, 2004).

En presencia de una grieta en el material, el esfuerzo global aplicado en dirección opuesta (perpendicular) a la grieta (al plano de la grieta) se intensifica o incrementa en el extremo de la punta de la grieta. Si el esfuerzo aplicado (σ_{apli}) sobre un material que contiene una grieta centrada, cuyo tamaño es $2a$, dentro de una placa de material infinitamente ancha, el análisis de esfuerzos indica que los esfuerzos locales en el extremo de la grieta tienen la forma general (Pat Mangonon, 2001):

$$\sigma_{local} = \frac{(\sigma_{apli} \sqrt{\pi a})}{\sqrt{2\pi r}} \cdot f(\theta) \quad \text{Ec. 2.4}$$

En donde el esfuerzo local está en el punto (r, θ) , r es la distancia desde el extremo de la grieta, θ es el ángulo respecto al plano de la grieta y a es una medida del tamaño de la grieta (Figura 2.4-a). En el caso de una grieta que atraviesa todo el espesor de una placa de material infinitamente ancha y se encuentra en el centro de la misma, a es la mitad del tamaño real de la grieta (Figura 2.4-c); en el caso de que la grieta este en el borde de la placa infinitamente ancha, a es el tamaño real observado en la grieta (Figura 2.4-b) (Pat Mangonon, 2001).



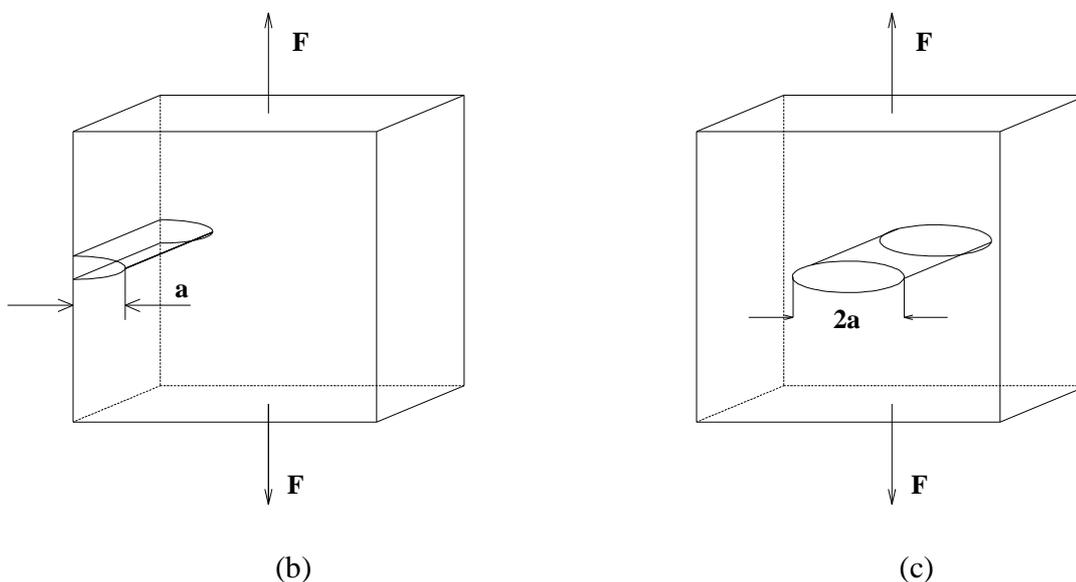


Figura 2.4 Esfuerzos locales en el vértice de una grieta (a). Placa infinitamente ancha bajo tensión uniaxial con: (b) una grieta en el borde de la placa, (c) una grieta centrada en la placa.

Fuente: Willian Smith, 1998, “fundamentos de la ciencia e ingeniería de materiales”

La intensidad del estado de tensiones en la punta de la grieta es dependiente tanto de la tensión aplicada σ_{apli} como de la longitud de la grieta a . Utilizaremos el factor de intensidad de tensiones K , para expresar la combinación de los efectos de la tensión en la punta de la grieta y la longitud de la grieta (Smith, 1998). Para tener en cuenta dimensiones infinitas de una estructura, se introduce un *factor geométrico* adimensional Y , convirtiendo el factor de intensidad de tensiones K en:

$$K = Y \sigma_{apli} \sqrt{\pi a} \quad \text{Ec. 2.5}$$

Para un elemento infinitamente ancho: $Y = 1$ para una grieta centrada que atraviesa todo el espesor del material, $Y = 1,12$ para una grieta de borde que atraviesa todo el espesor del material. Para un elemento finito el *factor geométrico* Y varía y

depende de la longitud de la grieta y de la geometría del cuerpo que está sometido a tensión. Las diferentes geometrías de grietas en los materiales tienen distintas expresiones del *factor de intensidad de tensiones* K (Pat Mangonon, 2001).

El esfuerzo local en el extremo de la grieta tiene componentes que lo agrandan. Los modos de agrandamientos se denominan Modo I, Modo II y Modo III (ver figura 2.5) y se exponen a continuación:

- Modo I o modo de apertura, en el cual la grieta se abre debido a la aplicación de tensiones normales al plano de fractura
- Modo II o modo deslizante, en el que debido a la aplicación de tensión cortante en el plano de fractura, se producen desplazamientos longitudinales de las superficies en dicho plano y
- Modo III o modo de rotura transversal que corresponde al desplazamiento de las superficies de fractura en sentidos opuestos, debido a la aplicación de tensión cortante en planos diferentes al plano de fractura.

La situación más compleja corresponde a una combinación de los tres modos de agrietamiento mencionados anteriormente; sin embargo, de aquí en adelante se limitará la exposición al modo I, porque es el responsable de iniciar la falla catastrófica y por ende, es el más importante de los tres.

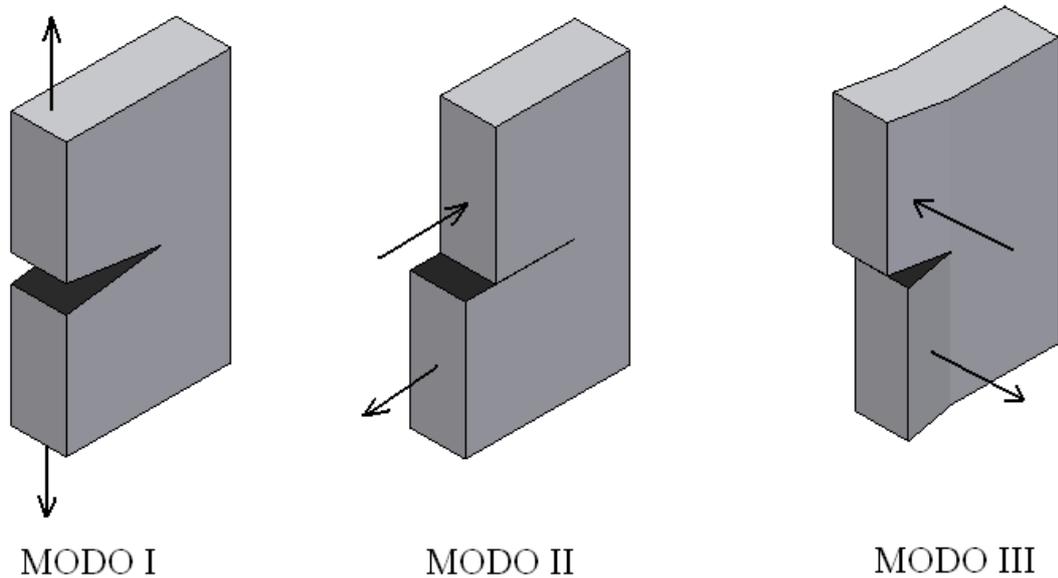


Figura 2.5 Modos I, II y III de propagación de grietas.

Fuente: Pat Mangonon, 2001. "Ciencia de Materiales Selección y Diseño"

La importancia del *factor de intensidad de tensiones* radica entonces en que al conocer K_I , se puede determinar completamente el campo de tensiones alrededor de una grieta. Además K_I constituye un parámetro de similitud útil para poder comparar las características de agrietamiento de elementos de un mismo material pero con diferente geometría y diferente longitud de grieta, pues este principio indica que si dos diferentes grietas, en diferentes estructuras tienen una misma K_I y están sometidas al mismo modo de agrietamiento, se debe esperar un comportamiento similar en cuanto al avance o estabilidad de la grieta, debido a que el campo de tensiones es el mismo en ambos casos, por lo tanto, una grieta se propagará cuando el *factor de intensidad de tensiones* alcance un valor crítico, denominado *factor de intensidad de tensión crítico* (K_{IC}), también conocido como *tenacidad a la fractura* (K_{IC}) (Figura 2.6). El valor de K_{IC} puede obtenerse de ensayos de fractura normalizados (norma E-399 ASTM) para una condición en la cual la tensión es la crítica ($\sigma_{apli} = \sigma_{crit}$). Las

unidades de la tenacidad a la fractura son Ksi $\sqrt{\text{pulg}}$ = 1,0989 MPa $\sqrt{\text{m}}$, esta dado por la siguiente ecuación (Pat Mangonon, 2001):

$$K = Y \sigma_{crit} \sqrt{\pi a} \quad \text{Ec 2.6}$$

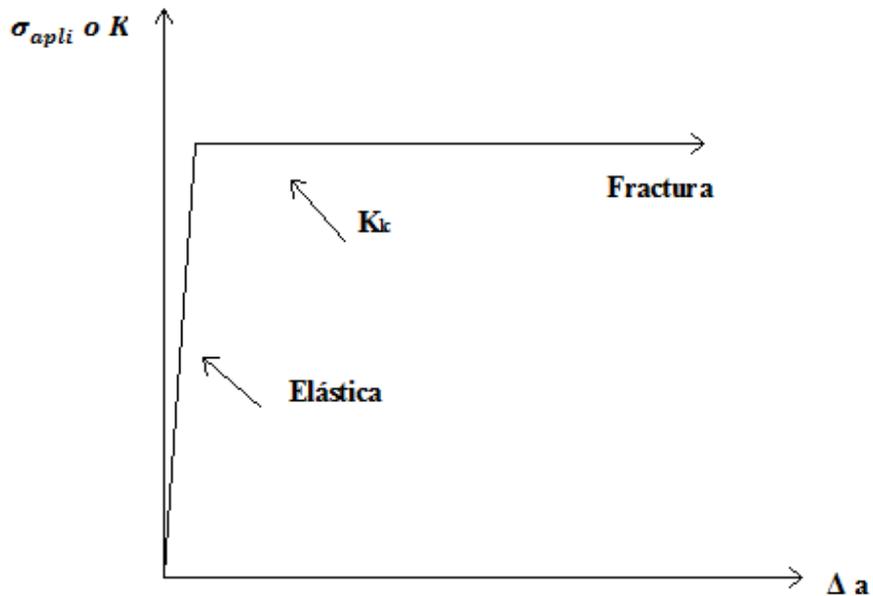


Figura 2.6 La grieta se propaga cuando se alcanza en el extremo de la grieta

Fuente: Pat Mangonon, 2001, "Ciencia de Materiales Selección y Diseño".

Existe un criterio de avance de una grieta en términos del factor de intensidad de tensiones, está dado por las siguientes condiciones:

- Si $K_I < K_{IC}$, entonces no hay extensión de grieta (permanece estable)
- Si $K_I = K_{IC}$, entonces posible extensión cuasi-estática de grieta
- Si $K_I > K_{IC}$, entonces crecimiento dinámico de grieta (permanece inestable)

La tenacidad a la fractura mide la capacidad de un material que contiene una grieta o imperfección para resistir una carga aplicada (Askeland, 2004). En otras palabras es una medida de la cantidad de energía que un material puede adsorber antes de fracturarse (Smith, 1998).

En un material específico existen diferentes grietas de diferentes tamaños. Las grietas más grande y con la orientación adecuada, son las que rigen el comportamiento de la fractura, debido a que son las que presentan la intensidad de esfuerzo más elevado (Pat Mangonon, 2001).

Lo mencionado hasta este momento está basado en la mecánica de fractura lineal elástica la cual supone, que el material es un sólido elástico lineal perfecto y presenta sólo la primera porción de la curva esfuerzo-deformación; es decir, un material frágil y elástico perfecto. En otras palabras, la grieta no aumenta de tamaño antes de alcanzarse el esfuerzo crítico, lo que es igual a decir que el material de la punta de la grieta sólo se está deformando elásticamente y se supone que tiene un esfuerzo de fluencia infinito. Por otra parte, se ha supuesto que el espesor del material es muy grande en comparación con el tamaño de la grieta a fin de asegurar lo que se conoce como deformación plana, lo que significa que no hay deformación en la dirección del espesor. La tenacidad a la fractura, K_{IC} , se designa como la tenacidad a la fractura con deformación plana (Pat Mangonon, 2001).

La suposición de que el material tiene un esfuerzo de fluencia infinito es evidentemente poco realista. Por consiguiente, siempre hay una pequeña cantidad de material deformado plásticamente por delante del extremo de la grieta. Para garantizar la condición de deformación plana, el espesor del material y el tamaño de la grieta deben ser al menos 50 veces mayores que la región deformada plásticamente. Cuando la grieta se propaga a un nivel de esfuerzo crítico y no se satisface las condiciones de deformación plana, la intensidad de esfuerzo se describe simplemente como la intensidad de esfuerzo crítica, K_C , no como la tenacidad a la

fractura del material. La K_C , varía con el espesor del material, como se muestra en la Figura 2.7. Se puede observar que a medida que aumenta el espesor, la condición de deformación plana termina por prevalecer, y en ese punto, la intensidad del esfuerzo se convierte en la tenacidad a la fractura del material (Pat Mangonon, 2001).

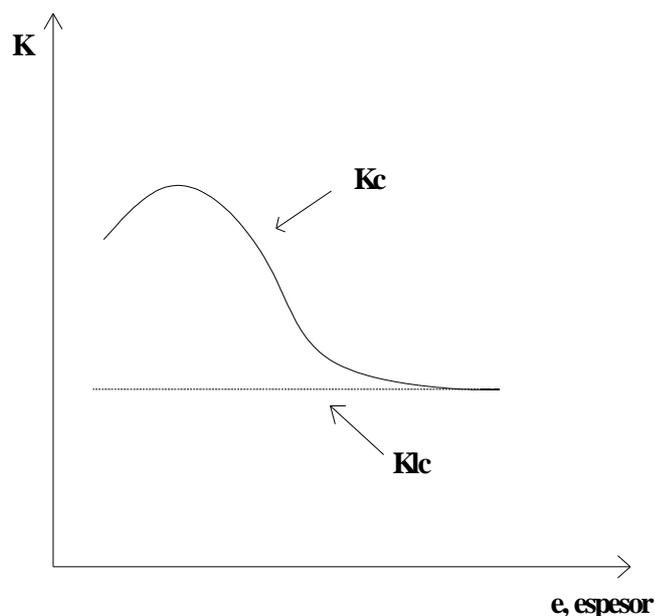


Figura 2.7 Esquema de la variación de K con el espesor del material.

Fuente: Pat Mangonon, 2001, "Ciencia de Materiales Selección y Diseño".

2.4.- MÓDULO DE ELASTICIDAD

El módulo de elasticidad o módulo de Young es un parámetro que caracteriza el comportamiento elástico de un material según la dirección en la que se aplica una fuerza. Para un material elástico lineal e isótropo, el módulo de Young tiene el mismo valor para una tracción que para una compresión, siendo una constante independiente del esfuerzo siempre que no exceda de un valor máximo denominado límite elástico.

El modulo de Young (E) proporciona una información muy práctica en la ingeniería, ya que representa la rigidez del material, esto es, su resistencia a la

deformación elástica. Se manifiesta como la cantidad de deformación durante la utilización normal del material por debajo de su límite elástico. Al igual que en el caso de E , el límite elástico S_y tiene un significado práctico más amplio. Representa la resistencia del material a la deformación permanente. (J. Shackelford, 1998)

Tanto el módulo de Young como el límite elástico son distintos para los diversos materiales. El módulo de elasticidad es una constante elástica que, al igual que el límite elástico, puede calcularse empíricamente en base al ensayo de tracción del material, que nos permite determinar inicialmente la curva de carga-elongación, para luego convertirla en la curva esfuerzo-deformación nominal (Figura 2.8) de donde posteriormente se podrá calcular E .

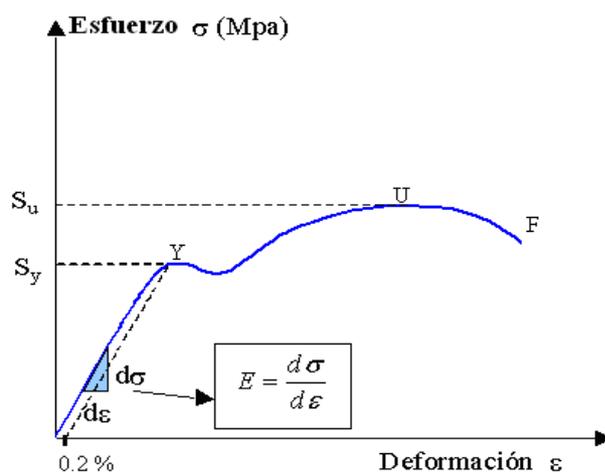


Figura 2.8 Curva esfuerzo-deformación nominal.

Fuente: http://www.emc.uji.es/d/mecapedia/images/modulo_de_elasticidad.2.gif

Considérese la porción recta de la curva esfuerzo-deformación nominal (Figura 2.8). La ecuación de una línea recta es $y = mx + b$, donde y es el eje vertical (en este caso, *esfuerzo*) y x el eje horizontal (en este caso, *deformación*). La intersección de la recta con el eje y es b , y en este caso es cero, ya que la recta pasa por el origen. La pendiente de la recta es m . Cuando se despeja m de la ecuación, la pendiente es igual a y/x . De esta manera, se puede determinar la pendiente de la recta

dibujando un triángulo rectángulo cualquiera y encontrando la tangente del ángulo θ (Figura 2.8), que es igual a y/x o *esfuerzo/deformación*. La pendiente es realmente la constante de proporcionalidad entre esfuerzo y deformación (ley de Hooke) cuando se está abajo del límite de proporcionalidad, y se conoce como *módulo de elasticidad* o *módulo de Young*.

$$E = \frac{\sigma}{\epsilon} \quad \text{Ec 2.7}$$

Donde:

E: es el módulo de elasticidad longitudinal en GPa.

σ : es la tensión sobre la barra usada para determinar el módulo de elasticidad en Ksi.

ϵ : es la deformación unitaria en cualquier punto de la barra pulg/pulg.

2.5.-TENSIÓN RESIDUAL

Las tensiones residuales son aquellas que existen en el interior de un material cuando no actúa ninguna fuerza ni momento exterior sobre él, estas tensiones internas se equilibran mutuamente. Las tensiones internas producen deformaciones de los granos cristalinos, pueden causar grietas y deformaciones en los materiales en volumen e incluso manifestarse externamente como una deformación de la pieza entera. En los recubrimientos, las tensiones residuales en la capa o bien en el sustrato o en ambas pueden causar fallos en la adhesión y también causar fallos de la resistencia a la corrosión de la capa. Las tensiones internas pueden ser, en cada punto, tensiles o compresivas y pueden modificar localmente propiedades de los materiales tales como: dureza, tenacidad, límite elástico, entre otras. Las tensiones internas pueden ser homogéneas en el volumen o no, isotrópicas o no.

2.5.1-Origen de las Tensiones Residuales

Las tensiones internas en las capas delgadas y en los materiales en volumen se originan en la respuesta elástica de regiones internas del material que sufren deformaciones elásticas (compresiones o dilataciones) provocadas por la deformación plástica (o elástica) de las regiones próximas. En materiales con una sola fase, se dan en casos como: dos partes unidas y con diferente coeficiente de dilatación térmica, dos cristales unidos epitaxialmente y con parámetro de red no exactamente igual en ambos. En los materiales multifase y en los compuestos (composites) siempre existen tensiones residuales internas como consecuencia de las diferencias de los coeficientes de dilatación térmica de cada fase y también de los posibles cambios de estructura cristalina ocurridos en alguna de las fases a lo largo del proceso de enfriamiento después de su fabricación.

2.5.2.-Tensiones Residuales en un Recubrimiento

El origen más común de las tensiones residuales en un recubrimiento es la diferencia de coeficientes de dilatación entre el recubrimiento y el sustrato, estas tensiones pueden ser compresivas o tensiles según sea el signo de la diferencia de los coeficientes de dilatación. Este tipo de tensiones son siempre macroscópicas por el carácter extendido que tienen las dilataciones térmicas. Además, las capas delgadas pueden presentar macrotensiones y también microtensiones de origen diverso como pueden ser cambios de fase cristalina, cambios de tamaño y orientación de los granos cristalinos y otros.

2.6.-RECUBRIMIENTO.

En la industria, las piezas mecánicas fallan por dos motivos principalmente: la corrosión y la rotura como consecuencia de defectos de fabricación, diseño o sobre-

esfuerzo. Durante mucho tiempo se consideró que una pieza tenía una vida útil, la cual al cumplirse daba lugar al reemplazo de la misma. Hoy en día se, trata de extender la vida útil y las prestaciones de los sistemas mecánicos que se encuentran al servicio del hombre, aumentar su eficiencia y mejorar su rendimiento. En esta búsqueda por mejorar estas condiciones, se introduce un nuevo concepto: el recubrimiento o revestimiento de piezas sometidas a desgaste que mediante dicho proceso prolongan su vida útil.

Se entiende por recubrimiento aquellas películas delgadas con las que se recubren las superficies de algunas piezas de uso técnico, mediante diferentes técnicas de deposición, tales como: rociado térmico, soldadura, etc., con la finalidad de proporcionarles mayor dureza y mayor resistencia al desgaste y/o recuperar las dimensiones adecuadas que tenían previamente para la puesta en servicio de la pieza.

Las aleaciones existentes tienen, por lo general, diferentes funciones en la reconstrucción de la pieza. Algunas están diseñadas para reconstruir la pieza hasta unas dimensiones determinadas, y otras para obtener una capa delgada antidesgaste que proteja la superficie de trabajo. Así, puede decirse que en general el proceso de recubrimiento y recuperación de piezas se utilizan básicamente en dos áreas que se detallan a continuación:

La recuperación de piezas mediante la aplicación de recubrimientos se logra mediante la aplicación de capas de relleno y de recubrimiento antidesgaste. En ambos casos, las propiedades de la pieza reconstruida son generalmente superiores a las de la pieza original.

2.6.1 Aplicación de los Recubrimientos

Las aplicaciones de los recubrimientos duros en capa fina resultan imprescindibles hoy en día en una gran cantidad de áreas tecnológicas y científicas. Algunas de las más significativas son:

- Herramientas de corte de alta velocidad
- Matrices de embutición y de conformado para metales tenaces
- Moldes para la inyección de metales semihundidos
- Moldes para la inyección de plásticos con cargas abrasivas
- Piezas sometidas a deslizamiento o rodadura en seco
- Superficies sometidas a deslizamiento a gran velocidad (discos duros)
- Cerámica decorativa destinada a usos con gran desgaste

2.6.2.- Proceso de Rociado Térmico:

Es uno de los procesos de deposición de recubrimientos que utiliza la energía química (combustión) o eléctrica (plasma o arco) para calentar partículas (metal, cerámica, cermets, intermetálicos y polímeros); mientras el material es calentado, este cambia a un estado plástico o fundido y es comprimido y acelerado con una pistola o antorcha a velocidades que oscilan entre 50-1000 m/s hacia la superficie usando gas comprimido para proyectarlas contra la superficie a recubrir, como se muestra en la figura 2.9. Cuando las partículas impactan sobre la superficie del sustrato se produce una deformación significativa en ellas, debido a las altas velocidades y temperaturas con las que son expulsadas de la pistola. Mediante esta deformación se producen capas o placas delgadas (“splats”) que posteriormente se conforman y se adhieren mediante enlace mecánico a la superficie del sustrato.

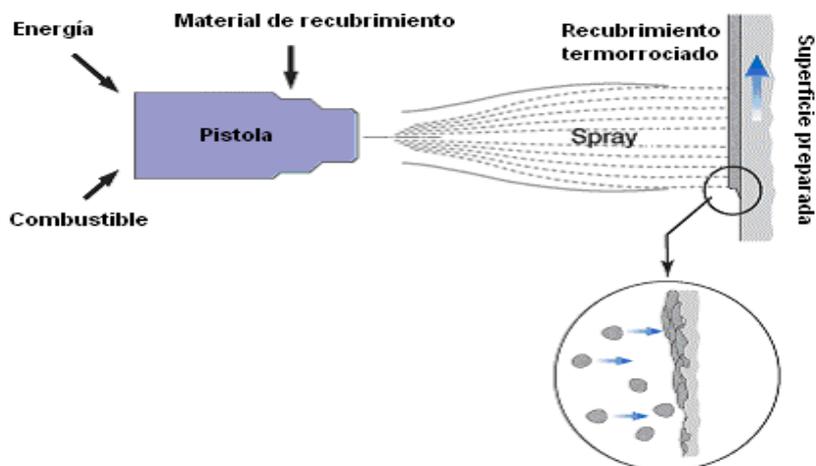


Figura 2.9 Esquema simple del proceso térmico

El enfriamiento de las placas finas ocurre a altas velocidades, para formar materiales cristalinos, uniformes y de grano pequeño. Los depósitos contienen niveles de porosidad, partículas fundidas, semifundidas o no fundidas e inclusiones de óxido (ver figura 2.10). Las características del recubrimiento dependen del tipo de proceso de termo-rociado usado, las condiciones de operación y del material a rociar.

Esta técnica es aplicada frecuentemente para obtener mayor resistencia principalmente frente al desgaste y la corrosión, tanto a temperatura ambiente como a temperaturas elevadas. De igual forma, también se usa para restablecer las dimensiones de piezas desgastadas.

En la figura 2.10 se presenta una representación de la sección transversal de una superficie recubierta con este método. Un aspecto crítico es la porosidad presente en el revestimiento, ésta puede variar de un 20% hasta un mínimo de 1% el cual es muy difícil de alcanzar. Dependiendo de las condiciones también pueden aparecer las partículas no fundidas, que por alguna razón no llegaron a la temperatura de fusión y fueron incorporadas al recubrimiento; ésta generalmente interrumpe la continuidad del mismo y disminuye su fuerza cohesiva. Cuando se rocían metales o aleaciones, parte de ellos se pueden oxidar y aparecen entonces inclusiones de óxidos

en el recubrimiento. Esto no siempre es malo, inclusive, un alto porcentaje de óxidos en el recubrimiento puede mejorar la dureza y resistencia del mismo, a expensas de la cohesión o influencia del mismo.

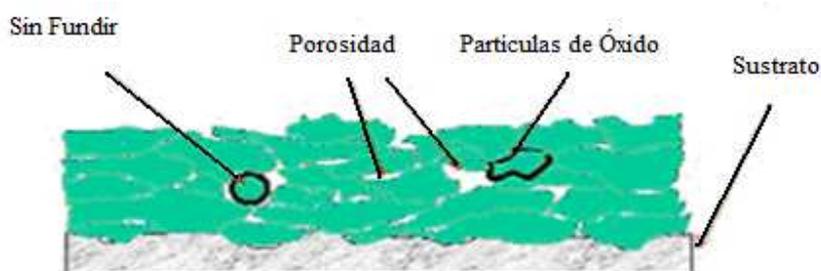


Figura 2.10 Sección transversal de una superficie recubierta por Termo-rociado

Fuente: "Termorrociado", <http://prof.usb.ve/hreveren/Figura%201.1.jpg>

2.6.3.-Material de Alimentación

El material de alimentación puede ser cualquier sustancia que pueda ser fundida incluyendo metales, compuestos metálicos, cermets, óxidos, vidrios y polímeros. El material se puede rociar en forma de: polvos, alambres o barras.

2.6.4.-Sustratos

Este tipo de recubrimiento se puede aplicar en casi cualquier tipo de material: metales, cerámicas, vidrios, polímeros, materiales compuestos, etc. La característica esencial de un soporte es que debe presentar cierta rugosidad, de forma tal que el recubrimiento pueda adherirse adecuadamente. A continuación se presenta los pasos a seguir para la preparación de la superficie para garantizar una buena adhesión entre el sistema recubrimiento-sustrato:

- Limpiar la superficie, ya sea con ultrasonido, utilizando solventes, o cualquier otro método, de forma tal que se asegure que la misma esté libre de grasa, óxidos o cualquier otra partícula extraña a la misma.
- Creación de la rugosidad. Esto se hace como se dijo anteriormente, para aumentar la adherencia de la capa, ya que sirve de anclaje mecánico y aumenta la superficie de contacto. Esto generalmente se hace por granallado; proceso en el cual se proyectan partículas de un material abrasivo sobre la superficie a recubrir.
- En metales, a veces se realizan procesos de pasivación en los que se crea una capa de óxido natural sobre la superficie para mejorar la adherencia.
- Otros materiales como compuestos y polímeros pueden necesitar preparaciones especiales.

2.6.5.- Propiedades del Proceso de Termo-rociado

Las propiedades del recubrimiento, tales como dureza, densidad, adhesión y porosidad, dependen del material de alimentación, del proceso de termo-rociado, o de los parámetros de aplicación y del tratamiento térmico posterior. Por ejemplo: con la técnica de HVOF se puede alcanzar alta velocidad de partícula, con la que se podrán obtener recubrimientos más duros y densos, así como también, alta adhesión del sistema sustrato-recubrimiento. La densidad también depende de la temperatura de la partícula y del tipo de gas de transporte.

2.6.6.- Tipos de Rociado Térmico:

Los procesos de rociado térmico pueden clasificarse en dos tipos: procesos de combustión y procesos eléctricos (ver figura 2.11). Sin embargo, éstos, a su vez, pueden subdividirse de la siguiente forma: Procesos eléctricos que pueden ser por proyección al arco eléctrico ó proyección de plasma. Los procesos de combustión

pueden también subdividirse en: rociado por llama, rociado por detonación y rociado por HVOF. Sólo nos enfocaremos en el estudio del rociado por HVOF, ya que fue la técnica que se utilizó en la deposición de los recubrimientos utilizados para este trabajo. A continuación se presente un esquema representativo de lo descrito anteriormente.

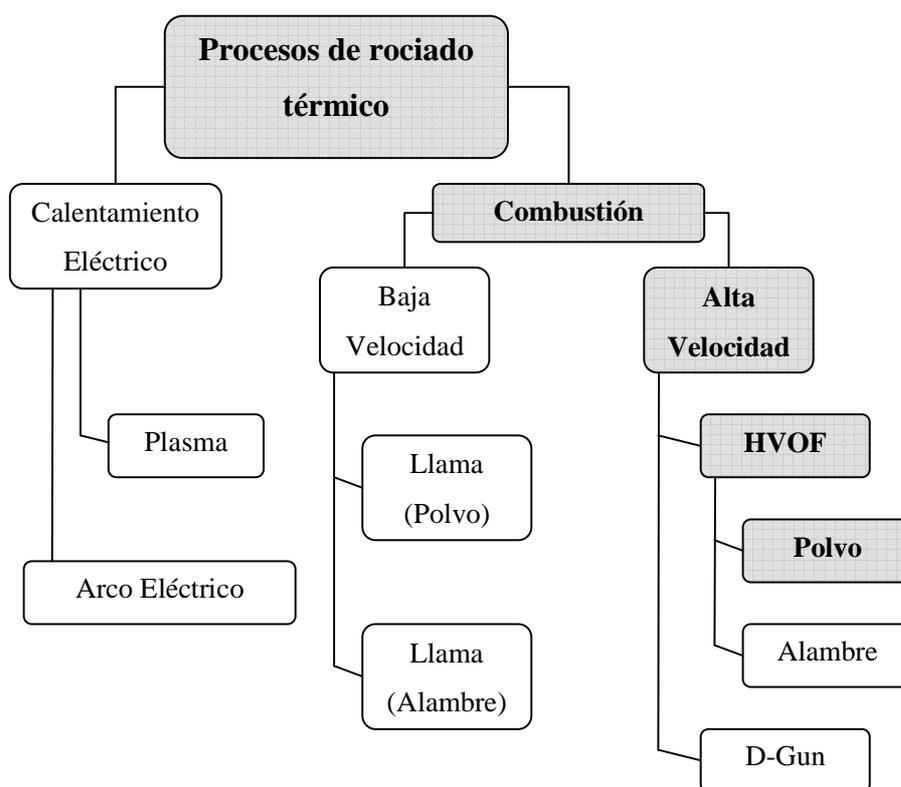


Figura 2.11 Esquema representativo de los procesos de Termo-rociado

Fuente: Internet, "Procesos de Termo-rociado"

2.6.6.1- Rociado por HVOF (*High Velocity Oxygen Fuel*)

Es uno de los métodos más nuevos de termo-rociado que utiliza oxígeno y un gas como combustible a altas presiones. Algunos gases combustibles típicos son propano, propileno e hidrógeno. La mezcla de gases es acelerada a velocidades

supersónicas y el material de alimentación en forma de polvo es inyectado dentro de la llama (ver figura 2.12). El proceso maximiza la energía cinética para producir recubrimientos que son realmente densos, con baja porosidad y alta fuerza de enlace.

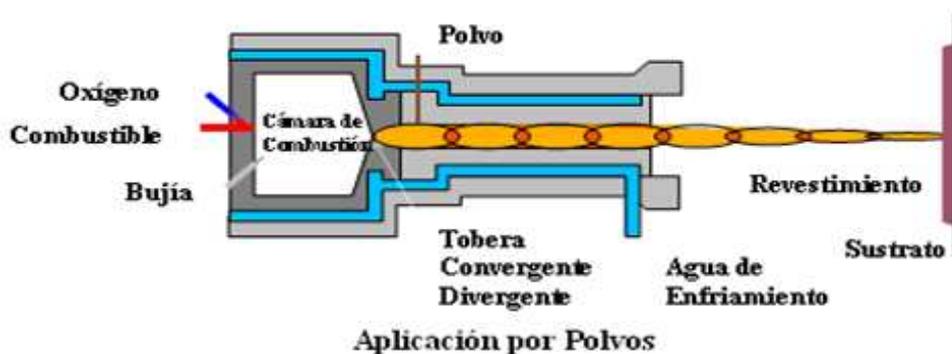


Figura 2.12 Esquema de una Pistola de HVOF

Fuente: Internet: "HVOF"

Este proceso se encuentra íntimamente relacionado al rociado por llama, pero una diferencia esencial entre los métodos es que en el rociado por llama el proceso de combustión se realiza en el aire (ambiente), mientras que en el HVOF la combustión se realiza en una pequeña cámara. Debido a las altas presiones creadas en la cámara de combustión, los gases salen a velocidades supersónicas, y aceleran las partículas fundidas. Éstas, aunque no alcanzan las velocidades de los gases, alcanzan altas velocidades con las que chocan en la superficie, obteniendo un recubrimiento de alta calidad. Este tipo de rociado se usa extensivamente para aplicaciones que requieran alta resistencia a la abrasión.

A continuación se muestra la tabla 2.3 que presenta algunas características y causas del proceso HVOF.

Tabla 2.3. Beneficios del proceso HVOF

CARACTERÍSTICAS	CAUSA
Alta densidad.	Alta energía de impacto.
Mayor resistencia a la corrosión.	Menor porosidad.
Mayor resistencia al desgaste.	Recubrimientos más duros.
Mayor adhesión y resistencia cohesiva.	Mejor enlace entre las partículas.
Menor contenido de óxido.	Menor tiempo de exposición al aire.
Menor contenido de partículas no fundidas.	Mejor calentamiento de las partículas.
Mayor estabilidad química de los polvos y fases.	Menor tiempo a la temperatura.
Recubrimientos más gruesos.	Menos esfuerzos residuales.
Superficies con menor rugosidad.	Mayor energía de impacto.

2.7.- TRATAMIENTOS TÉRMICOS EN CERMETS

Los tratamientos térmicos son procesos de calentamiento y enfriamiento a los que se someten ciertos materiales, en la mayoría de los casos aceros, con el fin de mejorar sus propiedades mecánicas; especialmente la dureza, la resistencia y la tenacidad. En algunos casos se aplican tratamientos térmicos para mejorar las propiedades de recubrimientos, como adhesión, dureza, resistencia al desgaste, etc.

Un material calentado hasta una temperatura determinada (que depende del material) y enfriado lentamente (generalmente dentro del horno), tiene un recocido completo. Con este tratamiento, se aumenta la elasticidad, pero la dureza disminuye.

Si se calienta un material hasta cierta temperatura y se deja enfriar al aire, se dice que recibe un normalizado. El material desarrolla, de este modo, una mayor resistencia, se alivian las tensiones internas y las fases se homogenizan.

Los tratamientos térmicos pueden emplearse también en otros materiales además del acero. Un ejemplo son los recubrimientos. En algunos casos es posible aplicar tratamientos térmicos sobre recubrimientos, logrando mejorar la calidad del mismo. Existen investigaciones que demuestran que el tratamiento térmico tiene una influencia directa sobre el valor de tenacidad a la fractura, aumentandola en modo notable.

Entre éstas investigaciones se encuentran las de Chicot y colaboradores en el 2001, que han demostrado que el tratamiento térmico de recocido aumenta la tenacidad interfacial aparente de ciertos recubrimientos. En otro trabajo, Chicot y Lesage en el 2005, hallaron que los esfuerzos residuales existentes entre el sustrato y el recubrimiento disminuyen con la ayuda de tratamientos térmicos como el recocido.

Otro tratamiento térmico que se puede utilizar sobre recubrimientos es el de llama oxi-acetilénica. Éste se diferencia del tratamiento en horno en que la velocidad de enfriamiento es mucho mayor, por lo que pueden crearse esfuerzos residuales en el proceso de enfriamiento.

2.8 MATERIALES DE LOS RECUBRIMIENTOS

2.8.1 Cermets:

La palabra cermet proviene de la combinación de las palabras “ceramic” y “metal”, del inglés, ya que estos materiales están compuestos por cerámicos y partes metálicas. Los cermets, al ser un compuesto metalcerámico posee cualidades de ambos materiales, de los cerámicos, el alto valor de dureza, resistencia a altas temperaturas y alta resistencia al desgaste, y de los metales la ductilidad y gran maleabilidad.

En los cermets el metal normalmente se usa como un aglutinante para un óxido, boruro, carburo o alúmina, mientras que los elementos metálicos más

utilizados son níquel, molibdeno y cobalto cromo, siendo normalmente la cantidad en peso del metal menor al 20% de la del material

La clase más amplia de cermets está formada por los carburos cementados. Los carburos cementados son una clase de material bastante duro y resistente. El primer carburo cementado fue desarrollado por la alta demanda de un material suficientemente resistente. Éstos se obtienen moliendo los polvos de carburo de tungsteno (WC) con cobalto. El cobalto tiene como finalidad agregar ductilidad, a costas de la dureza que disminuye, aumentando su contenido en peso desde un 3% hasta un 17%. Para otras aplicaciones, como las que requieren resistencia a la flexión, el contenido de cobalto puede llegar a ser hasta de un 30%.

2.8.2 Carburo de Tungsteno con Cobalto.

El carburo de tungsteno con cobalto (WC-Co) es una aleación con carbono (contenido en peso $\leq 5,10$ %), hierro ($\leq 2,00$ %), cobalto (11-13 %) y tungsteno (80 - 82 %). El tungsteno, símbolo químico W (también llamado Wolframio), es un material muy duro y denso que se obtiene de la wolframita, y se funde a una asombrosa temperatura de 3422 °C, el mayor de los puntos de fusión de todos los metales. Cuando se le combina con una aleación de carbono toma el nombre de carburo de tungsteno y puede llegar a ser cuatro veces más duro que el titanio (entre 8,5 y 9,5 en la escala de dureza de Mohs); por este motivo se le usa en herramientas de corte, abrasivos y rodamientos, ya que su precio es mucho menor que el del diamante.

Cuando el carburo de tungsteno es unido con cobalto, toma el nombre de carburo cementado. De este modo disminuye la fragilidad del material, aumentando así su tenacidad y durabilidad. Las características del material pueden ser muy diferentes al cambiar el tamaño de los granos, el contenido de cobalto y el de carbono, o al variar el proceso de aplicación.

2.8.3 Mezclas

Los recubrimientos tipo cermet estudiados en el trabajo contienen, exceptuando el caso de 100%WC-Co, un porcentaje de otra aleación, lo que los convierte en compuestos. Los compuestos son muy utilizados como polvos para recubrimientos, ya que, variando el porcentaje de sus componentes, pueden ofrecer características tanto de uno como del otro material. En nuestro caso se estudian recubrimientos tipo cermet (en particular carburo de tungsteno y cobalto) con una aleación de níquel y cromo.

2.8.4 Aleaciones de Base Níquel.

La aleación base níquel contiene múltiples fases finas y duras que se distribuyen uniformemente a lo largo de una matriz de Ni-Cr-B. Dichas fases duras, compuestas por boruros o carburos bi y tri-metálicos, se precipitan durante la manufactura del producto, motivo por el cual son parte inherente de la microestructura, en vez de agregarse externamente como en los polvos compuestos convencionales. Las fases duras, junto con la alta dureza de la matriz de Ni-Cr-B, pueden resistir abrasión y corrosión extremas.

La aleación de níquel en estudio en el presente trabajo se forman a partir de una base de níquel o cobalto y tienen una excelente resistencia al desgaste. Esta aleación en particular, tiene la siguiente composición química; 56,4% Ni, 17,3% W, 15,0% Cr, 4,50% Si, 3,50% Fe, 3,00% B, 0,800% C.

CAPÍTULO III: METODOLOGÍA EXPERIMENTAL

En este capítulo presentaremos una descripción del procedimiento experimental llevado a cabo para la obtención de los resultados, con la finalidad de lograr los objetivos planteados. Gran parte del desarrollo experimental de esta investigación fue llevada a cabo en el Laboratorio de Lubricación y Desgaste y en el Laboratorio de Metalografía de la Escuela de Ingeniería Mecánica de la Universidad Central de Venezuela. La estrategia seguida para obtener los resultados se describe en este capítulo mediante el flujograma de actividades realizadas que se muestra en la figura 3.1. En el siguiente diagrama se representan en orden cronológico todas las fases del trabajo, y a partir del mismo, serán descritas con minucioso detalle.

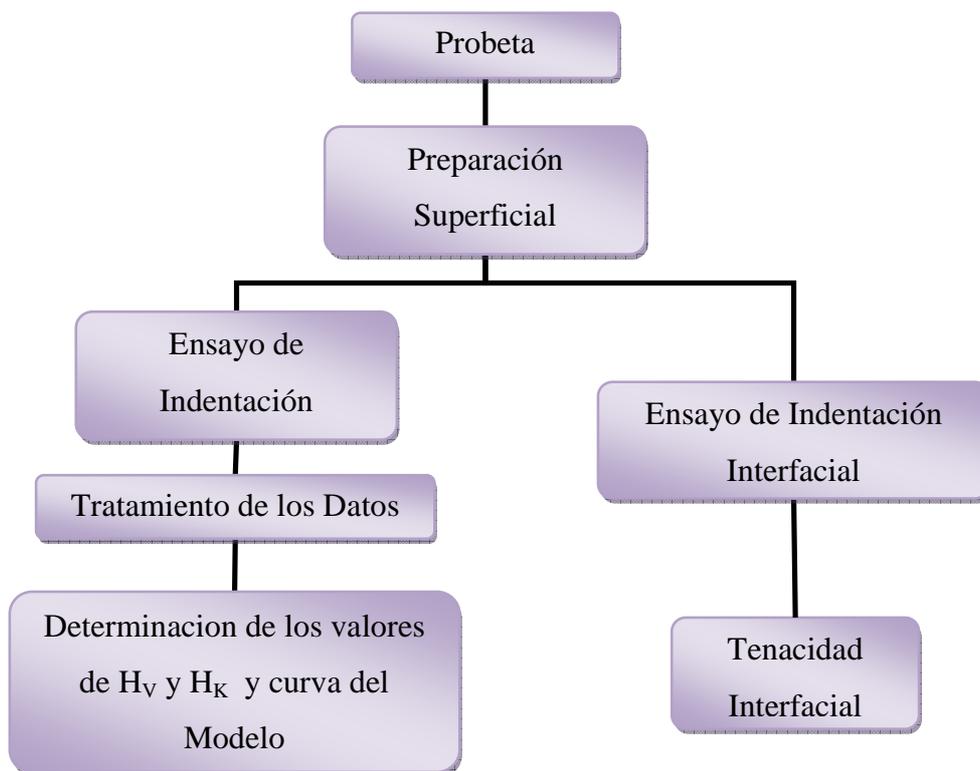


Figura 3.1. Flujograma del procedimiento experimental.

3.1 Probetas:

Las muestra con las dimensiones mostradas en la figura 3.2, fueron suministradas por la empresa Plamatec. Las mismas estaban constituidas por un sustrato de acero AISI 1020, y recubrimientos depositados con diferentes composiciones. Además, algunas de estas muestras fueron sometidas a un tratamiento térmico posteriores.

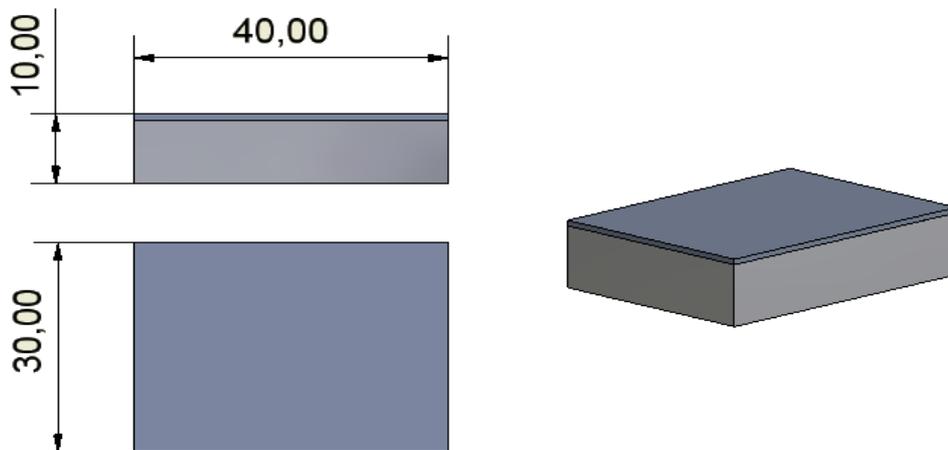


Figura 3.2 Probeta de ensayo de indentación

Los recubrimientos fueron rociados térmicamente por la técnica HVOF. En principio eran una composición de polvos de carburo de tungsteno con 12% de contenido de cobalto en peso (WC-12Co) y de una aleación base níquel (NiCrBSi). Estos polvos se combinaron de tres diferentes formas, las cuales se indica a continuación: la mezcla formada por una aleación de 100% de WC-12%Co, la mezcla formada por una aleación 30% WC-12%Co + 70% NiCrBSi y por último la mezcla formada por una aleación 100% NiCrBSi. Estos 3 tipos de recubrimientos se clasificaron a su vez según 4 diferentes tipos de tratamientos térmicos posteriores realizados, tales como: tratamiento térmico posterior a llama, tratamiento térmico posterior realizado en horno a atmosfera de argón controlada de 600 °C y 950 °C y

muestras sin tratar. A continuación se presenta la tabla 3.1 representativo de lo descrito anteriormente:

Tabla 3.1. Cuadro representativo de la clasificación del recubrimiento.

Aleación	Tratamiento térmico posterior
100% WC-12% Co	Sin tratamiento Llama Horno 600°C Horno 950°C
30% WC-12% Co + 70% NiCrB	Sin tratamiento Llama Horno 600°C Horno 950°C
100% NiCrB	Sin tratamiento Llama Horno 600°C Horno 950°C

3.2 Preparación Superficial:

- Las probetas deberán ser rectificadas por cada una de sus caras. Esto se ejecutará en la rectificadora transversal, marca Berco, modelo RSC950 (figura 3.3-a). Este rectificado se llevará a cabo realizando un desbaste del material aproximadamente de 0,001 mm por pasada.
- Una vez rectificadas las probetas, se procederá a dar el acabado superficial por medio de la pulidora marca Struers, modelo DAP-U (figura 3.3-b). Para este proceso se pasarán cada una de las probetas por lijas de agua de carburo de silicio (SiC), en el siguiente orden 80, 120, 240, 300, 400, 500, 600, 1200 y 1500. El acabado superficial se realizará con la finalidad de eliminar irregularidades existentes en las probetas, y así evitar la influencia de éstas en los resultados de los ensayos de indentación Vickers y Knoop.

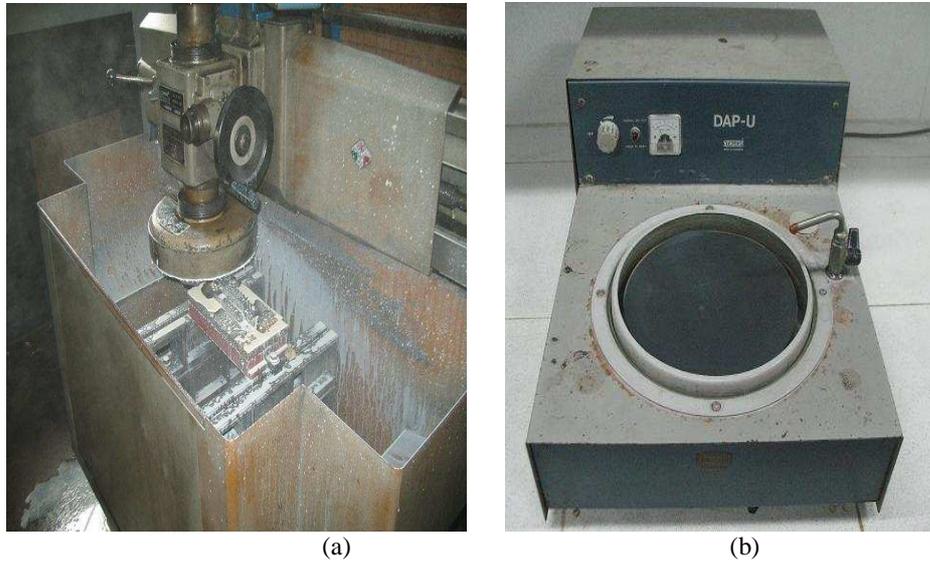


Figura 3.3: En la figura (a) se muestra la rectificadora. En la figura (b) se muestra la pulidora.

3.2.1. Ensayo de Indentación

Los ensayos de indentación Vickers y Knoop se realizarán en un Durómetro: “Vickers Hardness Tester”, marca “Future-Tech Corp” modelo Fv-700, con una capacidad de carga de 1 Kg a 50 Kg (Figura 3.4). Las probetas serán ensayadas utilizando un penetrador Vickers de punta de diamante y forma piramidal de base cuadrada y un penetrador Knoop de punta de diamante y forma piramidal de base rómbica. Se realizará para cada carga de indentación y muestra en estudio un promedio de 11 indentaciones, tanto para Vickers como Knoop.

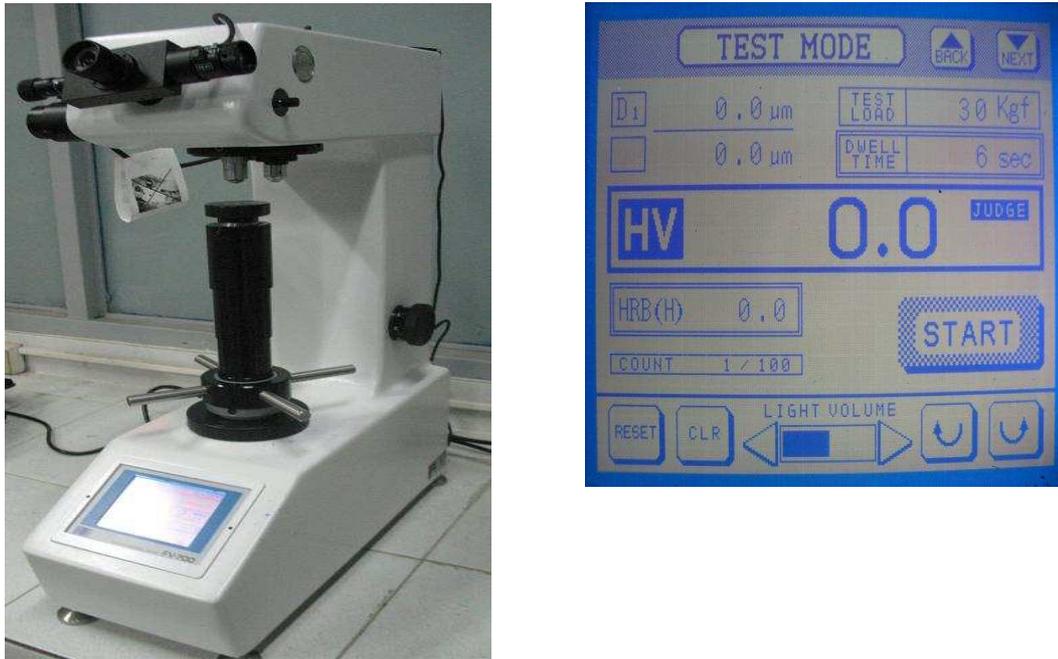


Figura 3.4 Durómetro: “Vickers Hardness Tester” (izquierda), pantalla representativa (derecha)

El rango de cargas utilizadas para ambos ensayos de indentación serán de 1, 2, 3, 5, y 10 Kg., respectivamente. Después de cada indentación, las longitudes de las diagonales de las huellas respectivas a cada indentador serán inmediatamente medidas por un microscopio óptico de aumento, acoplado en el Durómetro.

La dureza Vickers y la dureza Knoop serán medidas con las ecuaciones estándar 2.3 y 2.4 respectivamente. Para las indentaciones Vickers “d” fue el promedio de sus dos diagonales dejadas por la impresión del indentador, y para las indentaciones Knoop “d” fue la diagonal mayor de la huella dejada.

Los ensayos de indentación Vickers serán realizados bajo las Normas ASTM C1327-08, mientras que los ensayos de indentación Knoop serán realizados bajo las Normas ASTM 1326-99. En resumen estas normas postulan lo siguiente:

“Vickers Indentation Hardness of Advanced Ceramics” Norma C 1327 – 08

- Aplicación de la carga de ensayo y espaciamiento entre indentaciones:

“El tiempo de aplicación de cargas deberá ser de 15 s (± 2) a menos que se especifique lo contrario, el operador no deberá tocar o impactar la muestra durante el período de tiempo de carga aplicada. Por otra parte, se debe permitir una distancia de al menos cuatro diagonales desde el centro de la huella de indentación a la siguiente huella, como se observa en la figura 3.5. Si existe una grieta a causa de la indentación, la separación deberá aumentarse a al menos cinco veces el tamaño de la diagonal”.

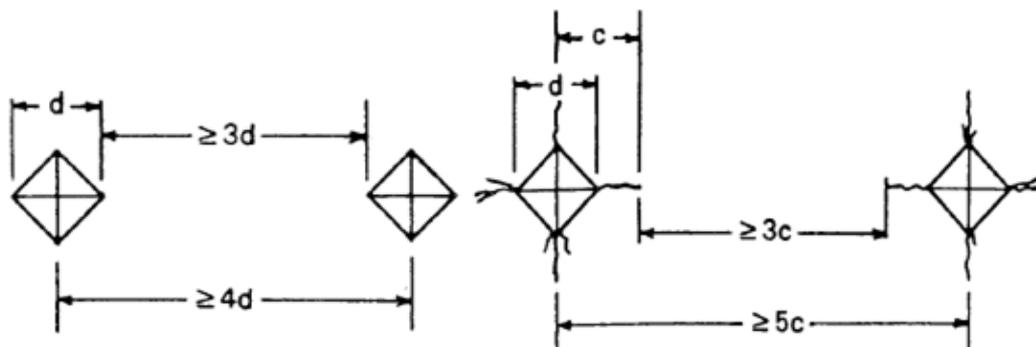


Figura 3.5 Espaciamiento entre huellas de indentación Vickers.

- Aceptabilidad de la indentación:

Si existen muchas grietas alrededor de la indentación, o si la indentación es asimétrica, se deberá rechazar la indentación. Si la diferencia entre las longitudes de las dos diagonales es mayor al 5% del promedio, se deberá rechazar la indentación. Si se crean grietas en la mayoría de las indentaciones, se recomienda bajar la carga a 4.9 N. Si la punta de la indentación cae en un poro, la indentación deberá ser rechazada. Si la indentación presenta irregularidades que indiquen que el indentador está defectuoso, la indentación deberá ser rechazada y el indentador reemplazado. En la

figura 3.6, se presentan unas ilustraciones de la aceptabilidad e inaceptabilidad de las huella provocadas por indentaciones Vickers

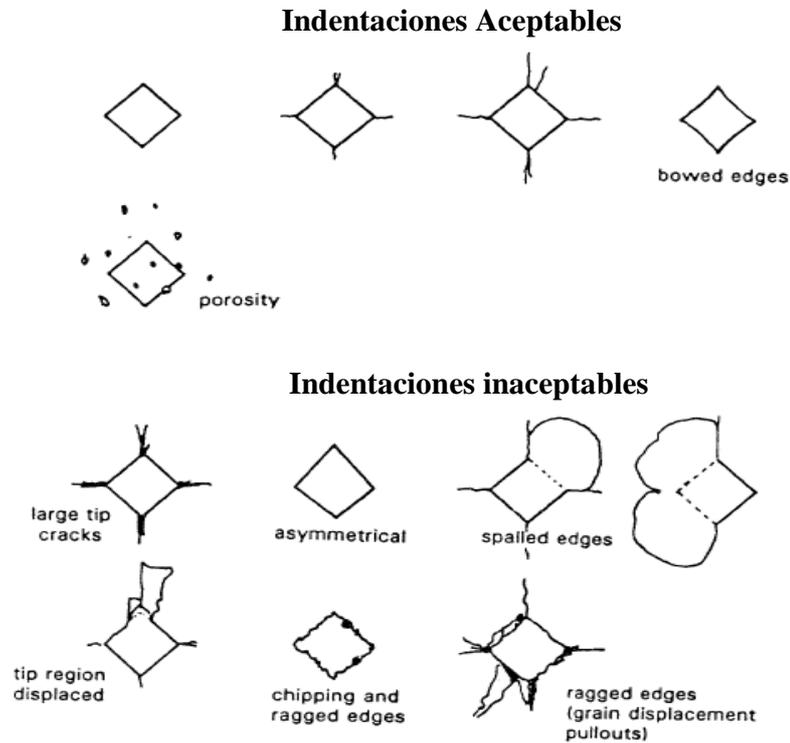


Figura 3.6. Aceptabilidad e inaceptabilidad de huellas de indentación Vickers.

“Knoop Indentation Hardness of Advanced Ceramics” Norma: C 1326 – 99

- Aplicación de la carga de ensayo y espaciamiento entre indentaciones:

“El tiempo de aplicación de cargas deberá ser de 15 s (± 2) a menos que se especifique lo contrario. El operador no deberá tocar o impactar la muestra durante el período de tiempo de carga aplicada a la muestra. Por otra parte, se debe permitir una distancia de al menos 1,5 diagonales entre indentaciones como se observa en la figura 3.7. Si existe una grieta a causa de la indentación, deberá aumentarse la separación”.

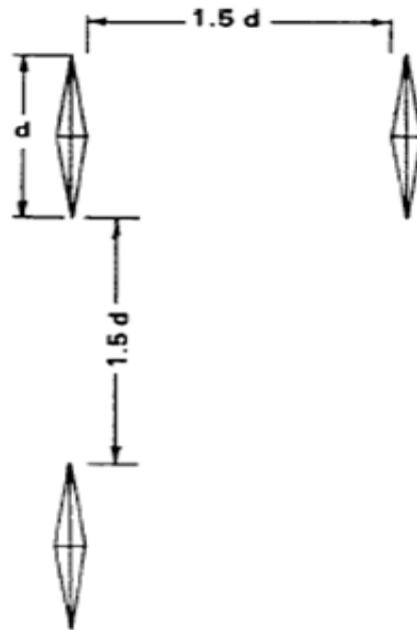


Figura 3.7 Espaciamiento entre huellas de indentación Knoop

- Aceptabilidad de la indentación:

Si existen muchas grietas alrededor de la indentación, o si la indentación es asimétrica, se deberá rechazar la indentación. Si se crean grietas en la mayoría de las indentaciones, se recomienda bajar la carga. Si la punta de la huella de indentación cae en un poro, la indentación deberá ser rechazada. Si la indentación presenta irregularidades que indiquen que el indentador está defectuoso, la indentación deberá ser rechazada y el indentador reemplazado (ver figura 3.8).

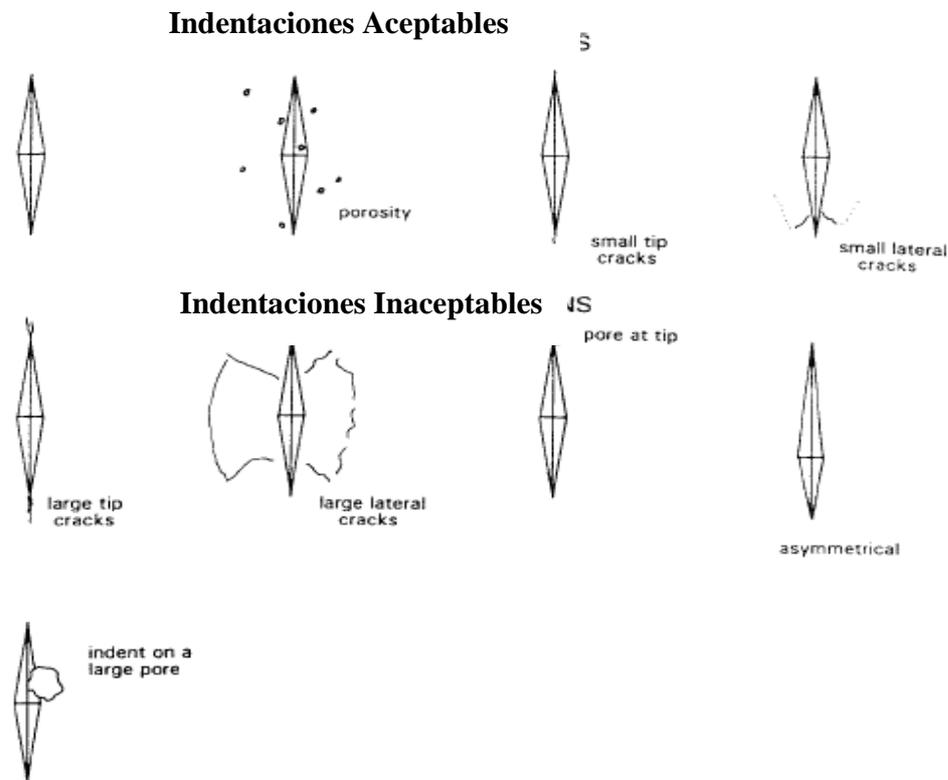


Figura 3.8 Aceptabilidad y no aceptabilidad de huellas de indentación Knoop

3.2.1.1 Tratamiento de los Datos:

Al repetir una medición de una misma cantidad o magnitud en iguales condiciones y por el mismo procedimiento, no se obtiene generalmente el mismo valor, sino una distribución estadística de valores. De acuerdo con esto tenemos que, cada vez que se efectúe el conjunto de operaciones requeridas para medir una determinada magnitud, se obtendrá un número que solamente en forma aproximada representa la medida buscada. Por lo tanto, cada resultado de una medición está afectado por un cierto error. Decimos que conocemos el valor de dicha magnitud, en la medida en que conocemos sus errores. Los errores que afectan el valor de la medición se pueden clasificar en dos tipos: errores sistemáticos y errores accidentales.

Los errores sistemáticos son aquellos de valor constante o que responden a una ley conocida y por lo tanto, corregibles. La detección y corrección de estos errores se efectúa por comparación o contraste con instrumentos patrones.

Los errores que dependen exclusivamente de las fluctuaciones inevitables e imprevisibles, dentro de ciertos límites, de los parámetros físicos que determinan la magnitud que se mide, se llaman errores al azar o accidentales. Son estas interacciones las que provocan que múltiples medidas en «idénticas condiciones» no arrojen el mismo valor. Esas múltiples perturbaciones provienen de fuentes de error independientes, que individualmente dan desviaciones pequeñas, erráticas, positivas y negativas, imposibles de detectar. Cada uno de los errores accidentales es la suma algebraica de un gran número de pequeños errores, cuyas causas son numerosas y pueden actuar en un sentido o en el opuesto con igual frecuencia media.

Los errores accidentales pueden ser debidos al observador, al instrumento de medida, a la magnitud a medir, a la variación del medio ambiente, etcétera. Sus características consisten en la cantidad heterogénea de los factores que intervienen, cada uno de los cuales presenta fluctuaciones en sus valores indeterminados, dentro de ciertos límites; es decir, que dichas variaciones se deben al azar. Si se efectúa, en cada caso, un conjunto grande de medidas, se tendrá que, en promedio, los efectos de las distintas fluctuaciones se compensarán.

El tratamiento matemático que estudia la teoría de error consiste en ordenar, de menor a mayor, una serie de resultados que miden una misma magnitud en las mismas condiciones. En nuestro caso, los valores de dureza correspondientes a cada tipo de ensayo de indentación realizado, para luego posteriormente definir la mediana (valor central o medio de los resultados ordenados de menor a mayor) y en base a esto, eliminar los valores más bajos y los valores más altos distantes del valor de la mediana. En la práctica, se escogió eliminar los dos valores más altos y los dos valores más bajos, respectivamente, para garantizar quedarnos con al menos siete

valores de dureza por carga aplicada, el cual es un valor recomendado por diferentes investigadores en esta área de estudio. De esta manera, se obtiene un valor aproximado de la medida buscada, y por lo tanto se pretenden eliminar los errores sistemáticos y accidentales.

3.2.1.2 Determinación de los valores de dureza Vickers y Knoop, y elaboración del modelo comparativo:

El modelo comparativo entre Vickers y Knoop consiste en obtener para una carga específica y diferentes materiales, valores de dureza Vickers y Knoop, para luego graficarlos en un eje de coordenadas X, Y (donde el eje X representará los valores de dureza Vickers y el eje Y representará los valores de dureza Knoop), y consecuentemente obtener una curva de tendencia con su respectiva ecuación. La curva de tendencia que mejor se ajuste a dichos puntos, así como también la ecuación de la curva con su respectivo (R^2) se obtendrá por medio del programa Curve Expert. Esta ecuación de la curva, será la relación entre los valores dureza Vickers y Knoop representativa del modelo comparativo.

Diferentes autores, tales como Chicot (2006) ó Gong (2002), han confirmado que esta tendencia de los valores de dureza Vickers versus dureza Knoop parecen adaptarse adecuadamente a la forma de un polinomio de segundo orden.

Para la determinación de los valores de dureza Vickers y Knoop que se utilizaran en la elaboración del modelo comparativo, se realizarán los ensayos de indentación Vickers y Knoop en cada uno de los recubrimientos de las muestras de estudio y para cada una de las cargas. Luego estos resultados arrojados por dichos ensayos de indentación serán previamente tratados, en donde se obtendrá un valor aproximado de la medida de los valores de dureza Vickers y Knoop. De esta manera se conseguirá un

valor de dureza Vickers para una carga en específico, representativo del promedio de siete valores de dureza Vickers. Lo mismo sucederá con los valores de dureza Knoop.

Las cargas que se utilizaran en el ensayo de indentación para obtener los modelos comparativos entre Vickers y Knoop serán de 1, 2, 3, 5 y 10 Kg. respectivamente. Los materiales utilizados serán los reportados en la tabla 3.1. Se considerara un material distinto, a cada aleación con un diferente tratamiento térmico posterior, por lo que se trabajará con un total de doce materiales distintos.

Los valores de dureza Vickers y Knoop, serán obtenidos por las ecuaciones estándar Ec 2.3 y Ec 2.4 mostradas a continuación.

$$HV = 1,854 \frac{P}{d^2} \quad \text{Ec 2.3}$$

$$HV = 14,229 \frac{P}{d^2} \quad \text{Ec 2.4}$$

Estos cálculos de la dureza con las ecuaciones estándares, serán basados en las respectivas definiciones estándares de áreas de contacto, las cuales difieren para cada tipo de ensayo de indentación Vickers y Knoop.

3.2.2 Ensayo de Indentación Interfacial

Se realizarán un mínimo de 5 indentaciones Knoop en la interfase de todas las probetas en estudio con el fin de obtener grietas entre el recubrimiento y sustrato, estas grietas se medirán en un microscopio marca Buehler desde una punta de la grieta hasta el centro de la huella, luego desde el centro de la huella a la otra punta de la grieta, y con el promedio de ambos valores obtendremos la longitud de grieta (a) para cada carga aplicada (P).

Para las cargas que no sean suficientes para generar grietas, el valor de a será la mitad de la diagonal de la huella obtenida en la interfase, como demostró Lesage en 1993, ésta diagonal en la interfase equivale al promedio de la distancia de las diagonales las cuales se obtienen separadamente en el sustrato y en el recubrimiento bajo la misma carga aplicada.

Posteriormente graficaremos, mediante una hoja de cálculo, en escala logarítmica los valores obtenidos P y a ; con los valores a sin grieta y sus respectivos valores de carga (P) tendremos la curva de dureza aparente, y con los valores obtenidos de a con grietas y sus respectivos valores de carga (P) tendremos la curva de grieta; intersectando ambas curvas obtendremos el valor del punto crítico (P_C, a_C) obtenidos por indentación interfacial Knoop.

Con los valores del punto crítico se calcularán los valores de tenacidad de fractura Knoop para cada probeta utilizando la ecuación 1.10 propuesta por A. Pertuz en el 2005 que supone un modelo de mediana radial.

$$KK_{ICM} = 0,2331 \frac{P}{c^{3/2}} \quad \text{Ec.1.10}$$

Luego, con el fin de comparar los resultados de tenacidad de fractura interfacial Knoop, con la tenacidad de fractura interfacial Vickers, se utilizaran los resultados del punto crítico (P_C, a_C) reportados por los ing. P Acosta y U. Bisi, y se calculará la tenacidad interfacial Vickers mediante la formula de Evans y Charles de 1976, que de igual manera supone un modelo de mediana radial.

$$K_{ICM} = 0,0824 \frac{P}{c^{3/2}} \quad \text{Ec. 1.8}$$

El motivo de selección de dichas ecuaciones esta basado en que para poder comparar los valores de tenacidad de fractura obtenidos por los Ing. P. Acosta y U. Bisi con los nuestros, es necesario trabajar bajo el mismo criterio de tipo de grieta. Por este motivo, se trabajó con el modelo de grieta mediana radial.

3.2.2.1 Modelo análogo entre Tenacidad de Fractura Vickers y Knoop

Se intentará conseguir una ecuación análoga para la ecuación de Demarecaux (19996) (Ecuación 1.6), que se aplica para el ensayo de indentación interfacial Vickers, para aplicarla en el ensayo de indentación interfacial Knoop y de esta manera poder comparar por otro método los valores de tenacidad de fractura entre Vickers y Knoop.

$$K_{Ca} = 0,015 \cdot \frac{P_C}{a_C^{3/2}} \cdot \left(\frac{E}{H} \right)_{INT}^{1/2} \quad \text{Ec. 1.6}$$

Partiendo del desarrollo mencionado en los antecedentes sobre la deformación plástica del material para un ensayo de indentación Knoop propuesto por H Peña (2006), en el que se consiguen los valores de los semiejes del semielipsoide de la deformación plástica, los cuales vienen expresados en la ecuación 1.17 como se muestran a continuación.

$$\begin{cases} \frac{a_i}{k_3 \cdot L} = \left(\frac{E}{H_K} \right)^{1/2} \Rightarrow a_i = k_3 \left(\frac{E}{H_K} \right)^{1/2} \cdot L & (a) \\ \frac{b_i}{k_4 \cdot L} = \left(\frac{E_i}{H_K} \right)^{1/2} \Rightarrow b_i = k_4 \left(\frac{E_i}{H_K} \right)^{1/2} \cdot L & (b) \end{cases} \quad \text{Ec. 1.17}$$

Tenemos que, tomando en cuenta que la deformación plástica producida por el indentador Knoop es más crítica en la diagonal mayor, ya que por su geometría, la mayor concentración de esfuerzos se tiene en los vértices de esta diagonal y es en ésta donde después de superar la carga crítica se generan grietas, es por esto que se decide tomar la Ecuación 1.17-a como la relación a utilizar para calcular dicha deformación y aplicarla en la interfase entre sustrato y recubrimiento.

Despejando el término $\left(\frac{E}{H_K}\right)_{INT}^{1/2}$ de la ec1.17-a y sustituyendo los términos de a_i y L por sus equivalentes en la interfase, que vienen dados por el promedio de sus longitudes en el recubrimiento y en el sustrato, se obtiene

$$\left(\frac{E}{H_K}\right)_{INT}^{1/2} = \frac{1}{K_3} \cdot \left(\frac{a_{INT}}{L_{INT}}\right) \quad \text{Ec. 3.1}$$

$$a_{INT} = \frac{a_C + a_S}{2} \quad \text{Ec. 3.2}$$

$$L_{INT} = \frac{L_C + L_S}{2} \quad \text{Ec. 3.3}$$

Luego, sustituyendo a_{INT} y L_{INT} en la ecuación 3.1, queda:

$$\left(\frac{E}{H_K}\right)_{INT}^{1/2} = \frac{1}{K_3} \cdot \left(\frac{a_C + a_S}{L_C + L_S}\right) \quad \text{Ec. 3.4}$$

Los subíndices C y S se refieren al recubrimiento y sustrato, respectivamente.

Por último, reemplazando a_C y a_S , cada uno por la ecuación 1.17-a en el recubrimiento y sustrato, respectivamente, en la ecuación anterior,

$$\left(\frac{E}{H_K}\right)_{INT}^{1/2} = \frac{1}{K_3} \cdot \left(\frac{K_3 \cdot \left(\frac{E}{H_K}\right)_C^{1/2} \cdot L_C + K_3 \cdot \left(\frac{E}{H_K}\right)_S^{1/2} \cdot L_S}{L_C + L_S} \right) \quad \text{Ec.3.5}$$

Y desarrollando la ecuación anterior se obtiene:

$$\left(\frac{E}{H_K}\right)_{INT}^{1/2} = \frac{\left(\frac{E}{H_K}\right)_C^{1/2}}{1 + \left(\frac{H_{KC}}{H_{KS}}\right)^{1/2}} + \frac{\left(\frac{E}{H_K}\right)_S^{1/2}}{1 + \left(\frac{H_{KS}}{H_{KC}}\right)^{1/2}} \quad \text{Ec. 3.6}$$

De esta ecuación es posible observar que el término $\left(\frac{E}{H}\right)_{INT}^{1/2}$ es independiente de la diagonal de la huella de indentación. Por lo que se demuestra que se puede utilizar la ecuación 1.7 propuesta por Chicot en 1996, indiferentemente para ensayos de indentación interfacial Vickers como Knoop.

Luego utilizando la ecuación 1.6 y conociendo que el valor de tenacidad de fractura es una propiedad de los materiales, es decir, su valor es constante sin importar el ensayo por el cual sea obtenido, podemos entonces hallar una expresión análoga a dicha ecuación para el método de indentación interfacial Knoop, calculando así una nueva constante que dependa ahora de los resultados obtenidos por este otro método.

De esta manera, teniendo los resultados de K_{Ca} para el ensayo de indentación Vickers reportados previamente en el trabajo de P. Acosta y U. Bisi, igualando $(K_{Ca})_{VICKERS} = (K_{Ca})_{KNOOP}$ para un mismo material, con la excepción de que para la ecuación de K_{Ca} obtenido por Knoop llamaremos X a la constante 0,015.

Despejando de la igualdad el termino X tendremos un nuevo valor de la constante que es representativo para la ecuación de tenacidad interfacial Knoop.

Lo dicho anteriormente se expresa de la siguiente manera

$$(K_{Ca})_{VICKERS} = (K_{Ca})_{KNOOP}$$

$$\left(0,015 \cdot \frac{P_C}{a_C^{3/2}} \cdot \left(\frac{E}{H_V} \right)_{INT}^{1/2} \right)_{VICKERS} = \left(X \cdot \frac{P_C}{a_C^{3/2}} \cdot \left(\frac{E}{H_K} \right)_{INT}^{1/2} \right)_{KNOOP} \quad \text{Ec. 3.7}$$

Luego de calcular el valor de X , se obtendrá la ecuación de tenacidad de fractura aparente análoga a la ecuación 1.6, que puede ser expresada de la siguiente forma

$$K_{Ca} = X \cdot \frac{P_C}{a_C^{3/2}} \cdot \left(\frac{E}{H} \right)_{INT}^{1/2} \quad \text{Ec. 3.8}$$

Los valores de P_C y a_C serán obtenidos por ensayo de indentación interfacial Knoop con el mismo procedimiento explicado anteriormente para el punto crítico. El termino $(E/H)^{1/2}$ será calculado mediante la ecuación 3.6.

CAPÍTULO IV: RESULTADOS Y ANÁLISIS

4.1 EFECTO DE LA CARGA SOBRE LOS VALORES DE DUREZA VICKERS Y KNOOP.

Los resultados de dureza Vickers y Knoop realizados de acuerdo con las normas ASTM C1327 – 08 y C1326 – 99 respectivamente y para cada una de las muestras en estudio, fueron graficados y se presentan en las Figuras 4.1 a 4.12. Cabe destacar que todas las indentaciones fueron realizadas en zonas alejadas de la interfase y de la superficie, preferiblemente en una zona central del recubrimiento.

Las figuras 4.1a a 4.1d corresponden a los valores de dureza Knoop obtenidos para las probetas recubiertas con la aleación 100% NiCr sin tratamiento térmico (ST) y con diferentes tratamientos térmicos. Comparando estas figuras podemos deducir que en líneas generales existe una menor dependencia de la carga sobre la dureza a medida que la carga supera los 3 Kgf. Por lo tanto podríamos expresar que la carga aplicada no tiene una influencia muy significativa sobre el valor de dureza obtenida a partir del ensayo de indentación como ha sido reportado por otros investigadores (J. M. Meza, 2003). Sin embargo, para la muestra con tratamiento térmico a 600 °C (ver figura 4.1c) no pareciera que esta tendencia fuese tan explícita y se observa que a medida que aumenta la carga existe una tendencia a disminuir la dureza.

En la figura 4.2 se presentan todas las gráficas de dureza Knoop versus carga para todas las muestras con recubrimiento 100% NiCr con y sin tratamiento térmico posterior. De ellas se desprende que a partir de 3 kgf los resultados comienzan a ser consistentes con el comportamiento esperado para esta aleación con los tratamientos térmicos aplicados. En trabajos previos realizados con esta aleación (Rodríguez, 2002) se reportó que el tratamiento térmico con llama y en horno a 950 °C producen un aumento considerable en la dureza de este recubrimiento, lo cual fue atribuido por

estos autores a la formación de compuestos endurecedores como carburos, siliciuros y boruros. En el caso del tratamiento térmico a 600 °C no se producen estos compuestos lo cual explica que este tratamiento no incremente la dureza como los mencionados anteriormente. Sin embargo, en la figura 4.2 se puede observar que este tratamiento mejoró la dureza del recubrimiento para la carga de 1 kgf y 3 Kgf, en mayor medida que el tratamiento en horno a 950 °C, lo cual no concuerda con los resultados esperados. Por lo tanto podemos decir que el valor de la dureza comienza a ser independiente de la carga por encima de los 3 Kgf, para estas condiciones estudiadas.

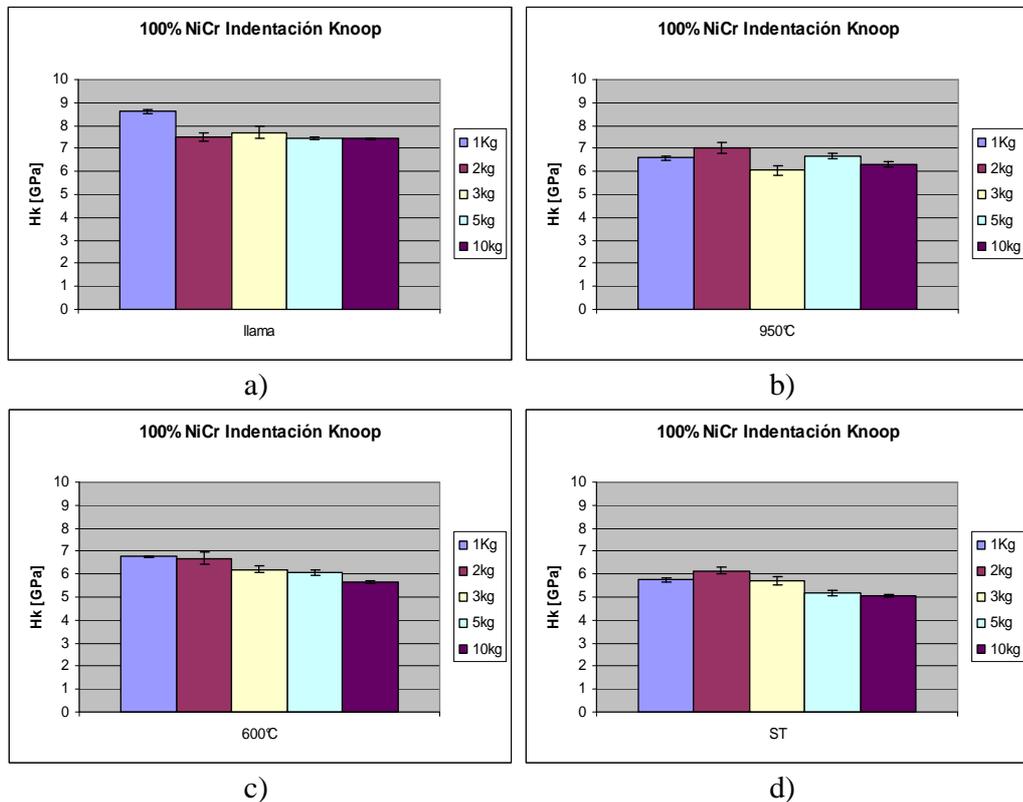


Figura 4.1. Resultados de ensayos de indentación Knoop para la muestra 100% NiCr

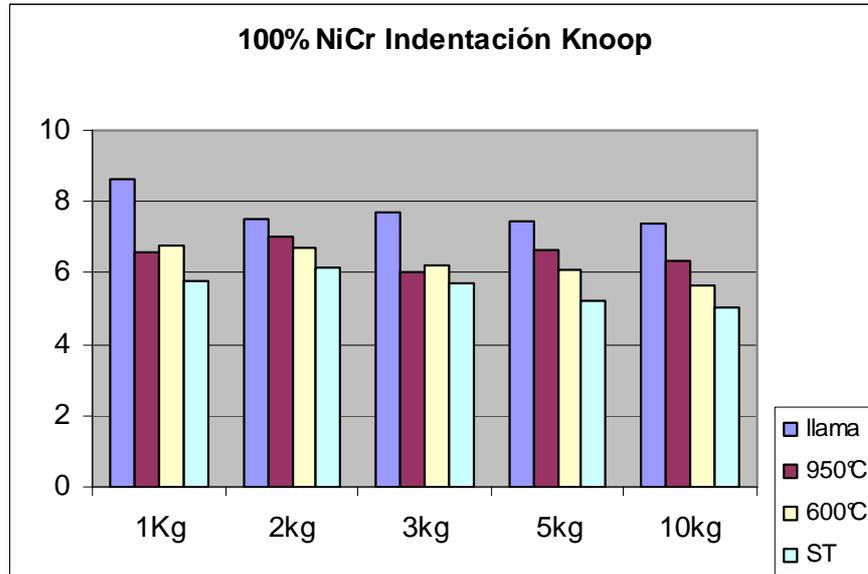


Figura 4.2. Resultados de ensayos de indentación Knoop para la muestra 100% NiCr incluyendo todos los tratamiento.

El mismo análisis se realizó para los resultados obtenidos en los ensayos de dureza Vickers para las mismas cargas y tratamientos realizados. Estos resultados se presentan en las Figuras 4.3 a, b, c y d. También se observa que la carga no ejerce una influencia significativa sobre la dureza y al igual que en el caso anterior se presentan algunas discrepancias con los valores de dureza encontrados para la muestra tratada en horno a 600 °C. En líneas generales también se puede decir que a partir de 3 kgf, comienza una independencia de la carga con la dureza obtenida (ver Fig. 4.4).

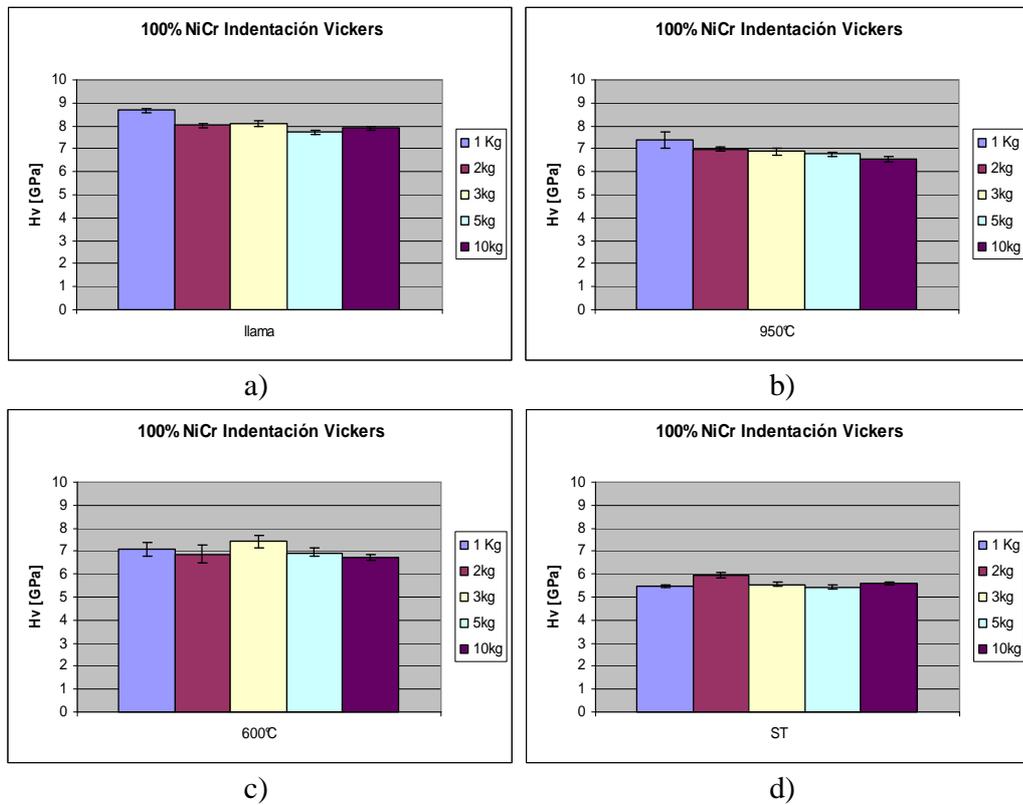


Figura 4.3. Resultados de ensayos de indentación Vickers para la muestra 100% NiCr

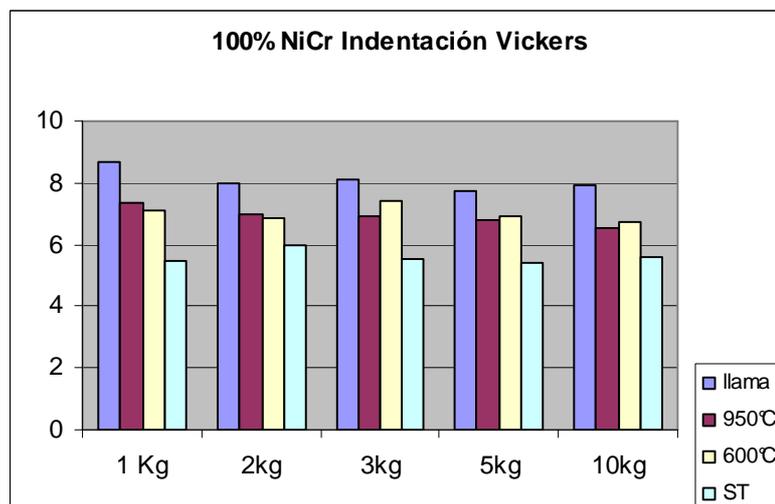


Figura 4.4 Resultados de ensayos de indentación Vickers para la muestra 100% NiCr incluyendo todos los tratamiento.

En las figuras 4.5 a, b, c y d se presenta los resultados de dureza Knoop versus carga encontrados para las muestras recubiertas con la mezcla 30% WC-Co + 70% NiCr con y sin tratamiento térmico posterior. Al igual que en el caso anterior el tratamiento en horno produce una ligera tendencia a disminuir la dureza a medida que aumenta la carga. Sin embargo no es tan evidente para las muestras sin tratamiento térmico y tratado con llama oxiacetilénica en los cuales se podría decir que la dureza es prácticamente independiente de la carga para estas dos condiciones a partir de 3 Kgf. Sin embargo, la figura 4.6 nos indica que el efecto del tratamiento térmico es el esperado para todas las condiciones estudiadas. Los resultados obtenidos para estas mismas muestras ensayadas mediante la técnica Vickers nos arrojan resultados similares a los obtenidos con el ensayo Knoop y la misma respuesta esperada del efecto del tratamiento térmico sobre la dureza reportada.

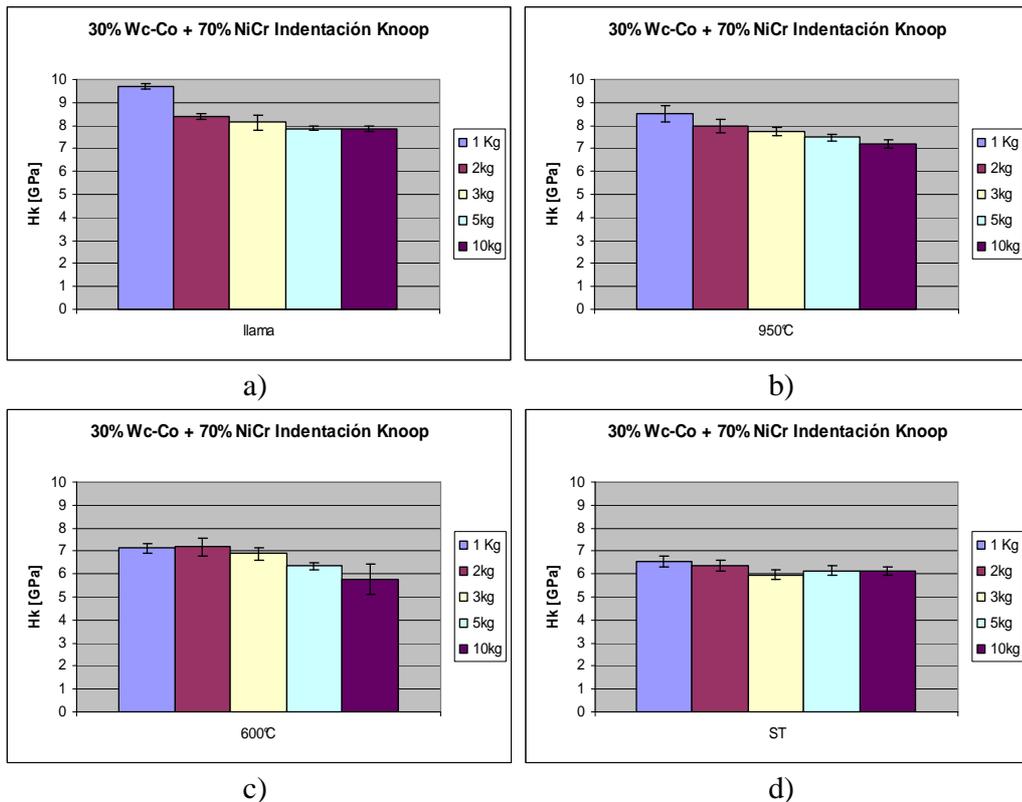


Figura 4.5. Resultados de ensayos de indentación Knoop para la muestra 30% WC-Co + 70% NiCr

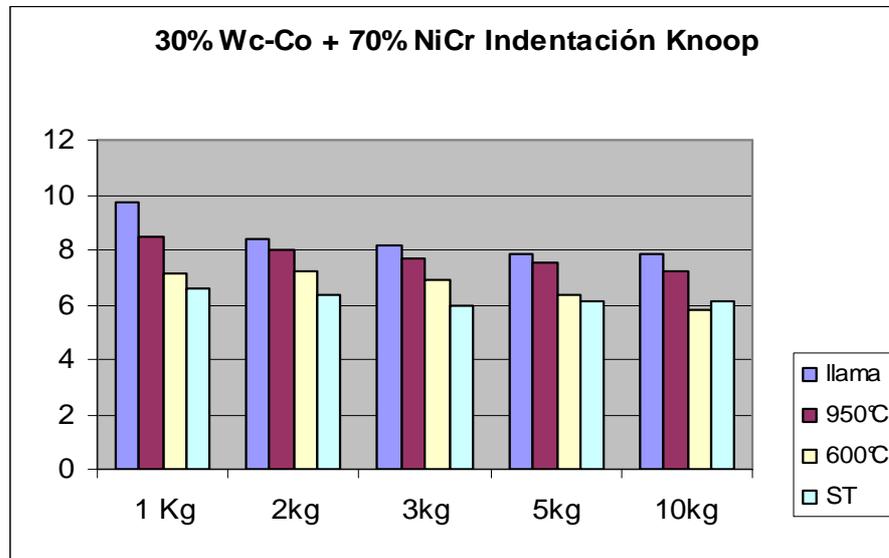


Figura 4.6 Resultados de ensayos de indentación Knoop para la muestra 30% WC-Co + 70% NiCr incluyendo todos los tratamiento.

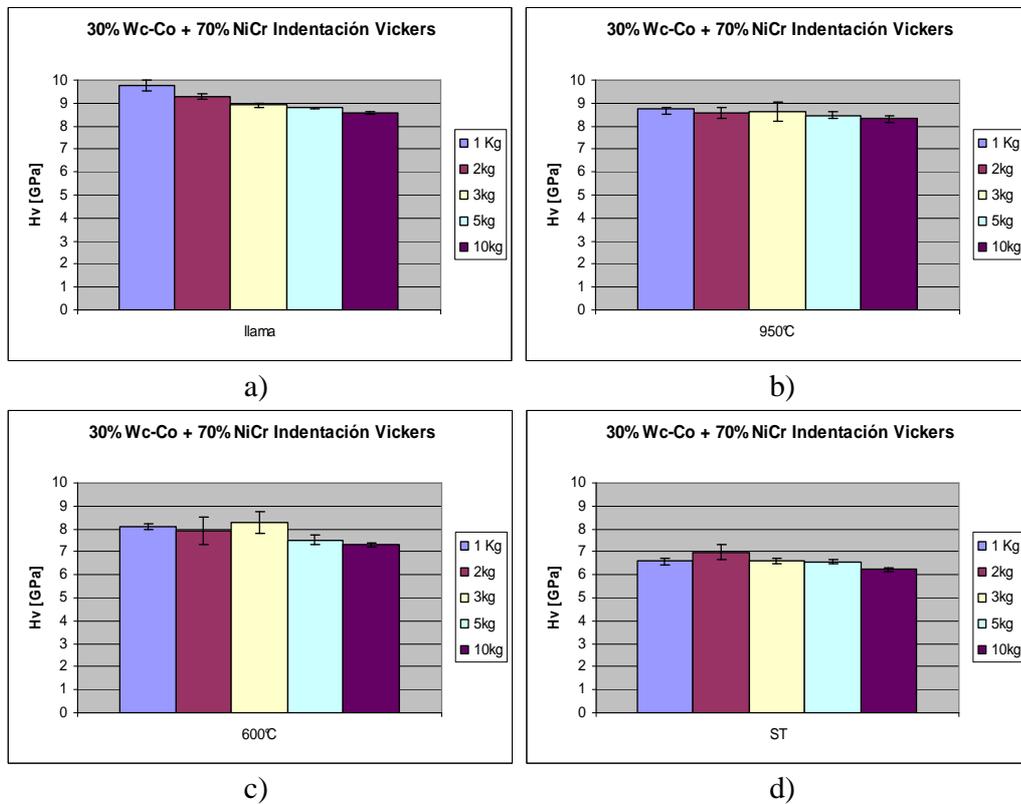


Figura 4.7 Resultados de ensayos de indentación Vickers para la muestra 30% WC-Co + 70% NiCr

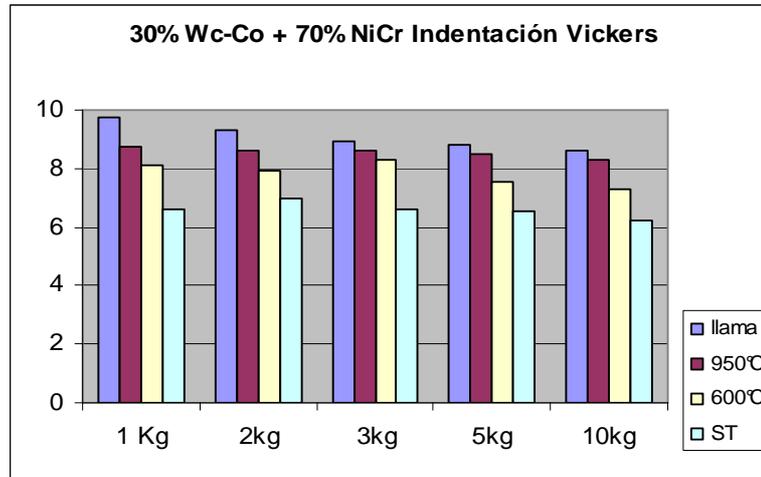


Figura 4.8 Resultados de ensayos de indentación Vickers para la muestra 30% WC-Co + 70% NiCr incluyendo todos los tratamientos.

En el caso de la probeta 100% WC-Co (Figuras 4.9 a, b, c y d) se observa un comportamiento similar del efecto de la carga sobre la dureza encontrado en las probetas recubiertas con la aleación NiCr, sin embargo, se observa una variación de la dureza para la carga de 10 kgf, tanto para este ensayo como para el ensayo Vickers (ver Figura 4.11 a, b, c y d). En las muestras 100% NiCr como en la mezcla 30% WC-Co + 70% NiCr, la carga de 10 Kgf presentaba un valor similar a la carga de 5 Kgf, sin embargo, en este recubrimiento este comportamiento es aleatorio. Es más alto para el tratamiento realizado con llama y más bajo para el resto de las muestras. Los estudios realizados con esta aleación indican que esta aleación no presenta un aumento apreciable en la dureza después de tratada térmicamente en horno. El tratamiento a altas temperaturas (por encima de los 900 °C produce eliminación de esfuerzos residuales (Chicot, 2001) por lo tanto es probable que dada la alta velocidad de enfriamiento de este tratamiento y la condición de fragilidad de este recubrimiento lo haga más susceptible al efecto de las cargas. Por otro lado la desviación estándar de esta condición es mucho mayor que para el resto de las condiciones indicando que no se puede afirmar que exista o no una dependencia de la dureza con la carga. Para el resto de las cargas el comportamiento fue similar a las condiciones anteriores.

Cabe también destacar que para el caso de esta aleación los tratamientos térmicos no logran un efecto similar con respecto a la dureza, lo cual es atribuido a la ausencia de la aleación autofundente NiCrB, que produce partículas endurecedoras después de la aplicación de tratamientos térmicos posteriores.

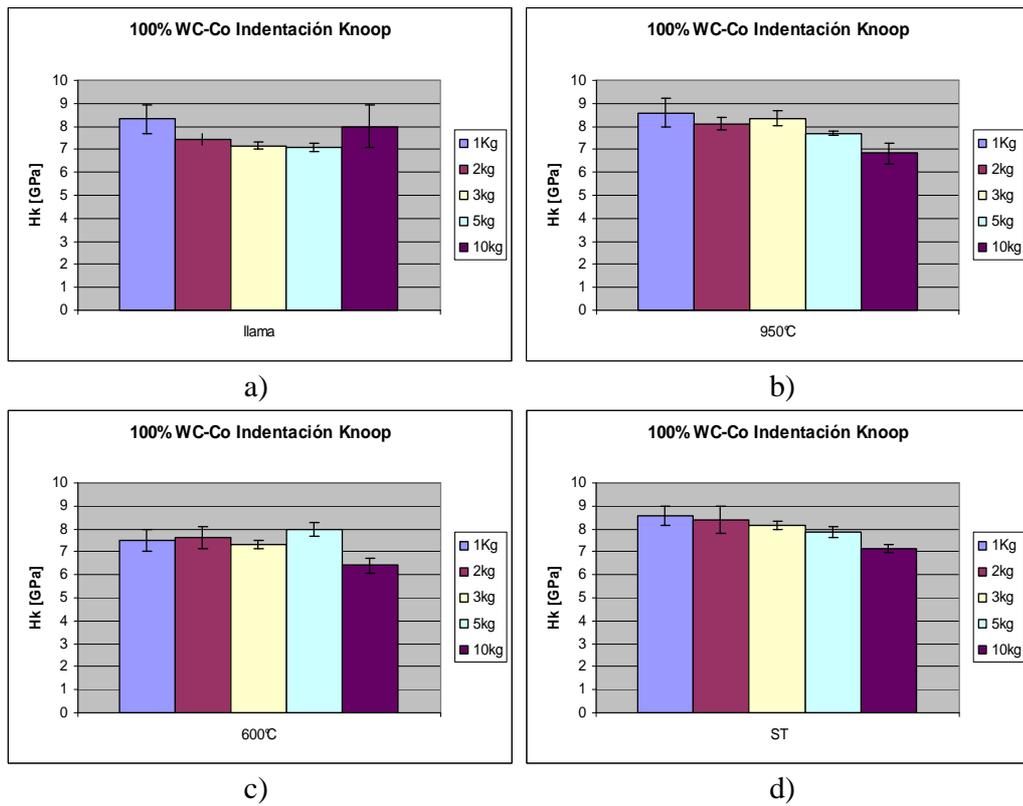


Figura 4.9 Resultados de ensayos de indentación Knoop para la muestra 100% WC-Co

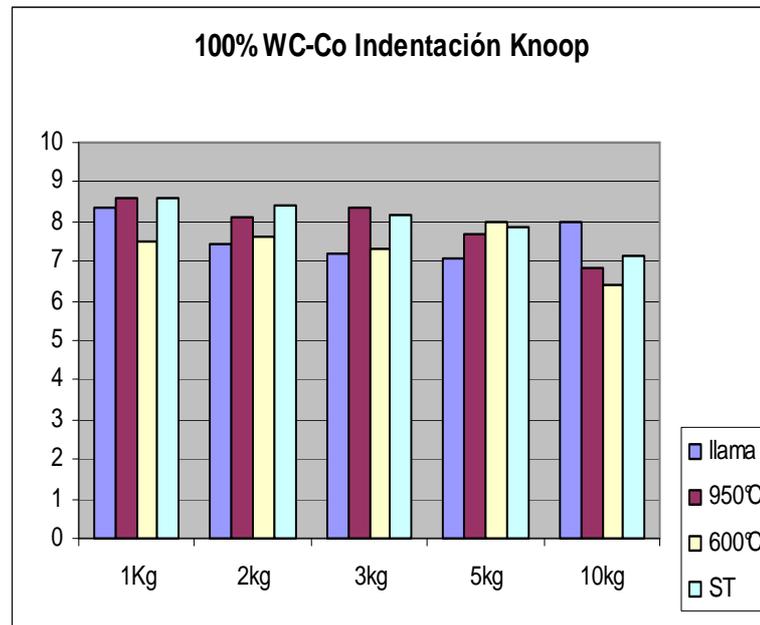


Figura 4.10 Resultados de ensayos de indentación Knoop para la muestra 100% WC-Co incluyendo todos los tratamiento.

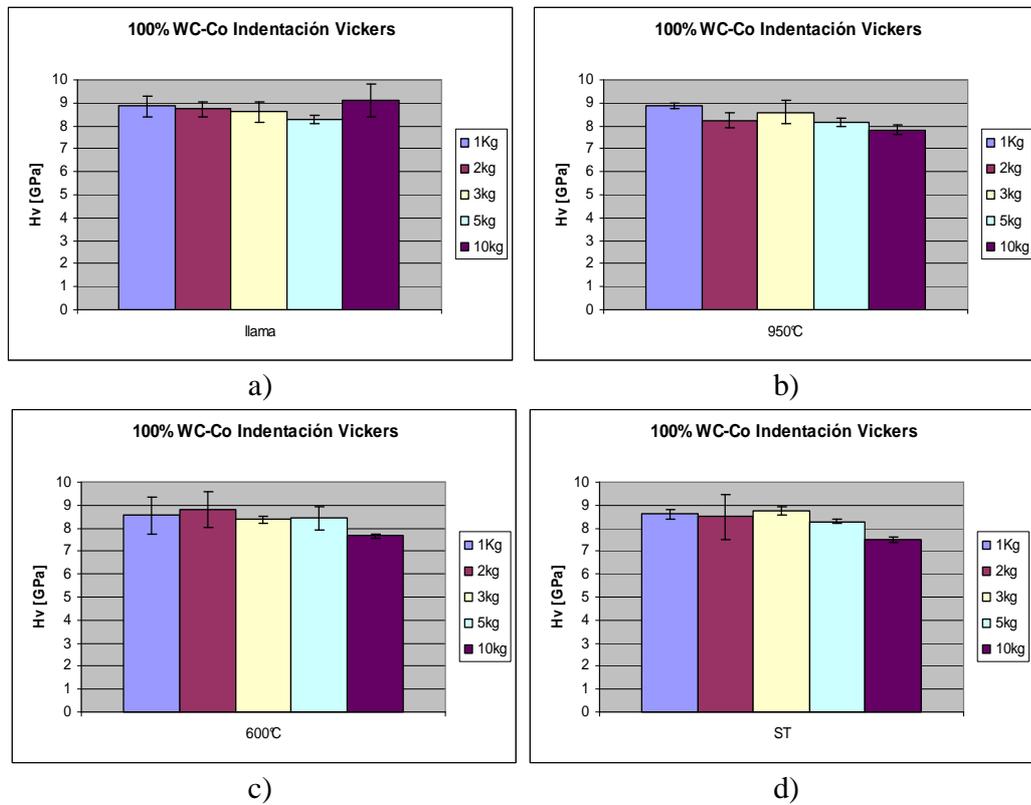


Figura 4.11 Resultados de ensayos de indentación Vickers para la muestra 100% WC-Co

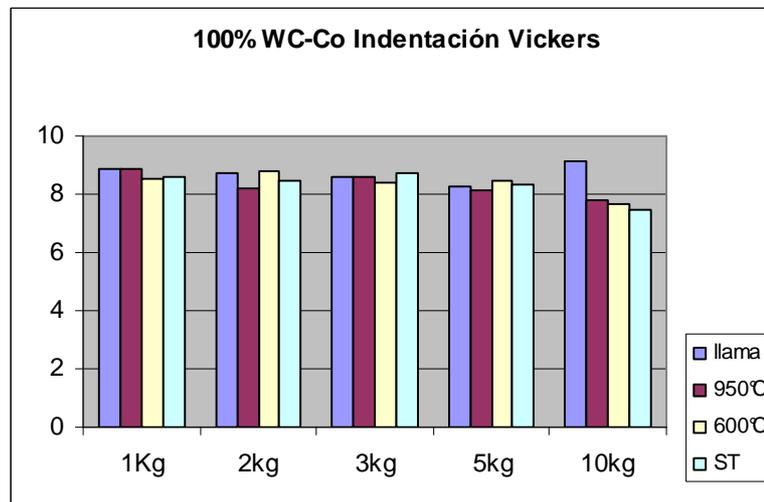


Figura 4.12 Resultados de ensayos de indentación Vickers para la muestra 100% WC-Co incluyendo todos los tratamiento.

En las figuras 4.13 a 4.15 se presentan los valores promedios de durezas Vickers y de dureza Knoop, calculados para todos los recubrimientos en estudio para los intervalos de carga considerados. Debido a que el comportamiento se cumple de igual manera para las indentaciones Vickers y Knoop, es posible comparar ambas técnicas de indentación en un solo gráfico de barras. Se puede observar en estas figuras que el valor de dureza Vickers y Knoop para una misma aleación y un tratamiento térmico en específico, es independiente de la carga aplicada, esto se observó aproximadamente a una carga de 3 Kgf, a partir de la cual se comienza a notar que se mantiene un valor constante de la dureza en la línea de tendencia representativa de los valores de dureza contra los valores de carga. Lesage y colaboradores (2005), indicaron que para macroindentación, la dureza es independiente del valor de la carga aplicada y reportaron que los límites de esta “no dependencia de la carga” no están definidos completamente; ellos sugirieron que a partir de cargas de 1 Kgf es que comienza a observarse la tendencia lineal (ver figura 1.2). Algunos de los recubrimientos estudiados en el presente trabajo presentaron una “no dependencia de la carga” a partir de 1 Kgf, pero no puede ser generalizado para todas las condiciones estudiadas.

Una vez observadas las gráficas propuestas podemos inferir que en general, para la mayoría de los materiales y cargas utilizadas, se cumplió que la dureza Vickers fue mayor que la dureza Knoop, tal como ha sido reportado en trabajos previos (Gong, 2002) quienes realizaron un estudio similar para diferentes cerámicos sinterizados.. Sin embargo, a partir de nuestros resultados encontramos que en el recubrimiento 100% NiCr sin tratamiento térmico posterior, para 1 Kg y 2 Kg resultó que la dureza Knoop fue ligeramente superior a la dureza Vickers.

Para las cargas estudiadas de 1, 2, 3, 5 y 10 Kg, se observó en general, que tanto la dureza Vickers como Knoop de las tres mezclas existió un comportamiento similar, en forma decreciente en el orden siguiente: 100% WC-Co, 30% WC-Co + 70% NiCr, 100% NiCr, respectivamente.

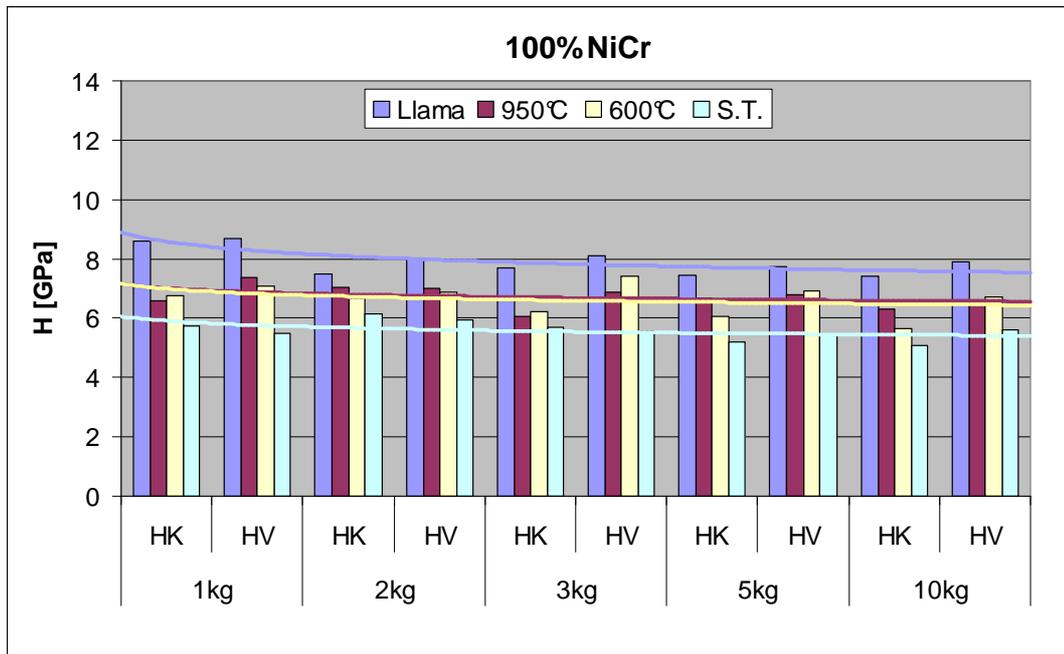


Figura 4.13 Gráfico de barra para los valores de dureza Vickers y dureza Knoop, para todo el rango de cargas.

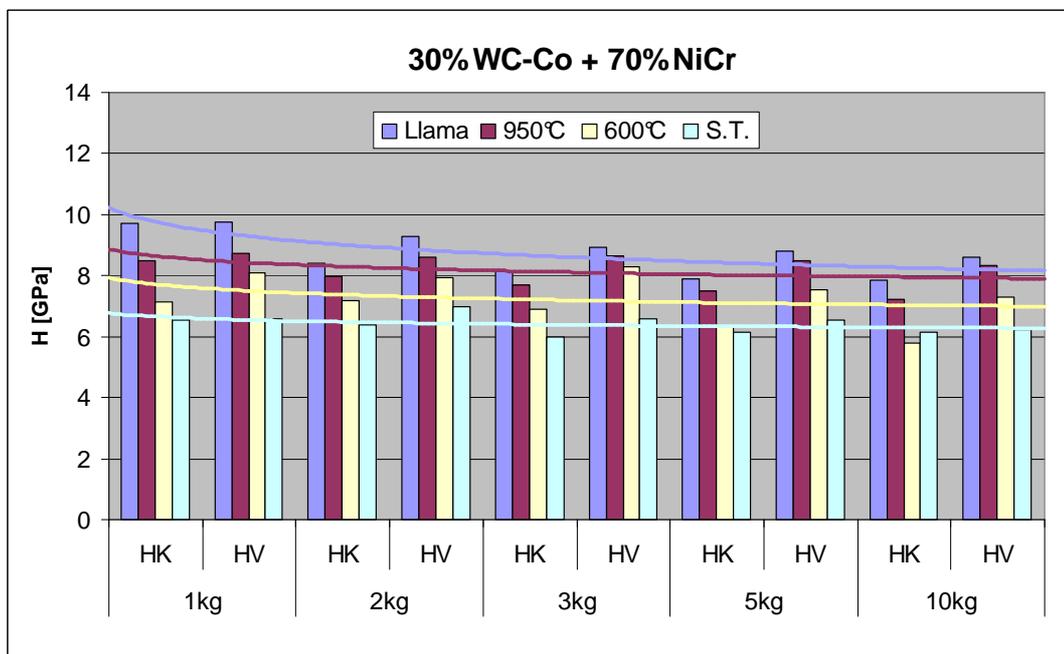


Figura 4.14 Gráfico de barra para los valores de dureza Vickers y dureza Knoop, para todo el rango de cargas.

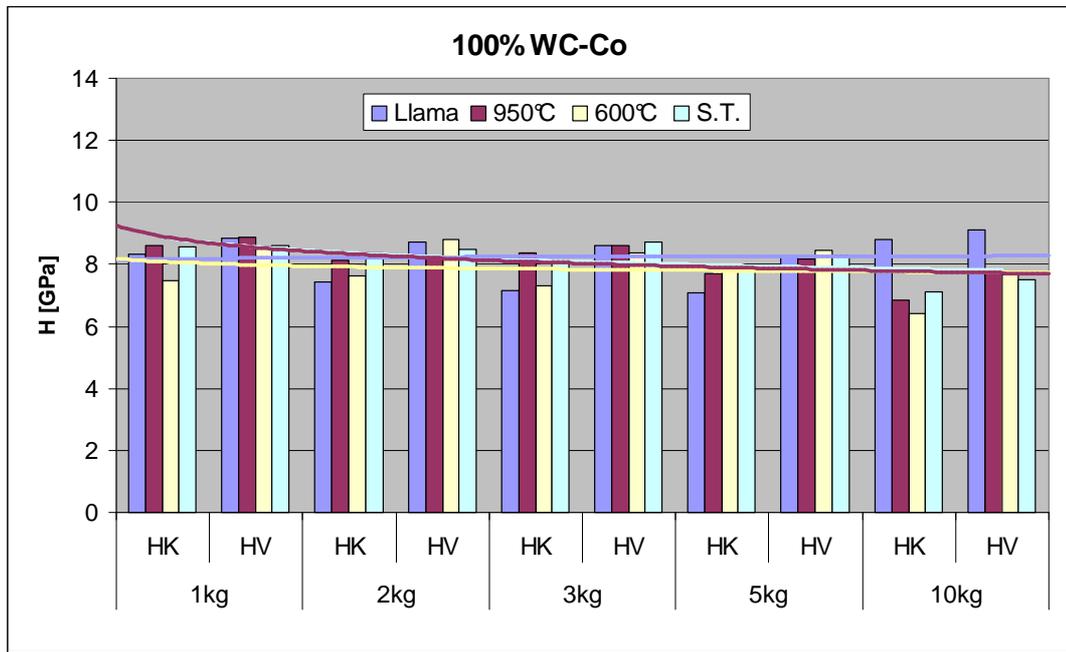


Figura 4.15 Gráfico de barra para los valores de dureza Vickers y dureza Knoop, para todo el rango de cargas.

4.2 GRÁFICAS DE DUREZA VICKERS CONTRA DUREZA KNOOP.

En las figuras 4.16 a, b, c, d y e, se presentan los promedios de dureza Vickers contra dureza Knoop para todos los materiales utilizados y para todas las cargas estudiadas. Como se puede observar en estas graficas se ha dibujado una recta de 45 grados representativa de la igualdad entre los valores de dureza Vickers y a partir de estas líneas se calculó un valor de dureza límite “HL”, el cual como se explicó anteriormente en la metodología experimental, resulta de la intersección entre la curva de tendencia experimental y la recta punteada.

La dureza límite es un punto que nos permite inferir una importante tendencia de los valores de dureza Vickers y Knoop para todo el rango de dureza y materiales estudiados. Los valores de dureza límite obtenidos en el presente estudio fueron 2,8 GPa y 3,2 GPa para las cargas de 1 y 2 Kg respectivamente, ya que para las cargas de 3, 5 y 10 Kg, dicho valor fue igual a cero. Este resultado de $HL = 0$ GPa, indica que la dureza Vickers fue siempre mayor que la dureza Knoop para los materiales estudiados, esto puede observarse en las graficas 4.16 c, d y e y 4.17, en la cual se observa que la curva de tendencia representativa de los resultados, siempre estuvo por debajo de la recta de 45 grados. Este resultado también corrobora lo expresado anteriormente en el cual se indicaba que a partir de 3 Kgf comenzaba la no dependencia de la dureza con la carga.

A partir de las gráficas contenidas en las figuras 4.16 a y b pareciera desprenderse que si $HL \neq 0$, cuando los valores de dureza Vickers son menores al valor de HL, entonces la dureza Knoop fue mayor que la dureza Vickers. Si los valores de dureza Vickers son mayores que HL, entonces la dureza Knoop fue menor que la dureza Vickers. Lo dicho anteriormente puede expresarse más fácilmente de la siguiente forma:

Para $HL \neq 0$

Si $HV < HL$ entonces, $HK > HV$

Si $HV > HL$ entonces, $HK < HV$

De las graficas contenidas en la Figuras 4.16 a, b, c, d y e se puede inferir que un polinomio de segundo orden parecería representar bien la tendencia de los resultados experimentales, debido al adecuado ajuste reportado por el valor de R^2 para cada una de las cargas utilizadas y que se encuentran en la gráfica correspondiente. También se puede deducir que la relación entre los valores de dureza Vickers y Knoop pareciera ser independiente de la naturaleza del material y de la carga aplicada, puesto que es posible representarlos en una misma curva de tendencia (Ver Fig. 4.17 y Ec. 4.1) Una expresión similar fue reportada por Gong y colaboradores en el 2002 para varios cerámicos sinterizados.

Chicot y colaboradores (2006), en un estudio reciente realizado decidieron tomar una data experimental ampliada en la cual se incluían los resultados de Gong reprotrados en el 2002. También incluyeron varios materiales metálicos y cerámicos y los representaron en una sola gráfica en la cual verificaron la misma tendencia anteriormente observada por Gong entre ambos valores de dureza. Esta tendencia más general reportada por Chicot, que establece una relación entre el número de dureza Vickers y el número dureza Knoop fue reportada por estos investigadores y se puede observar en la ecuación 4.2. Comparado la ecuación 4.1 obtenida a partir de nuestro estudio con la reportada por Chicot (2006) podemos decir que son prácticamente equivalentes.

Comparando este resultados expresados en la Ec 4.1 con la Ec 1.18 reportada por Chicot en el 2006, se observa una gran semejanza entre ambas ecuaciones. De esta manera se logra obtener un modelo comparativo entre los valores de dureza Vickers y Knoop, lo más general posible.

$$HK = -0,0027HV^2 + 0,9488HV \quad \text{Ec. 4.1}$$

$$HK = -0,0134 HV^2 + 1,1053 HV \quad (\text{Chicot 2006}) \quad \text{Ec 1.18}$$

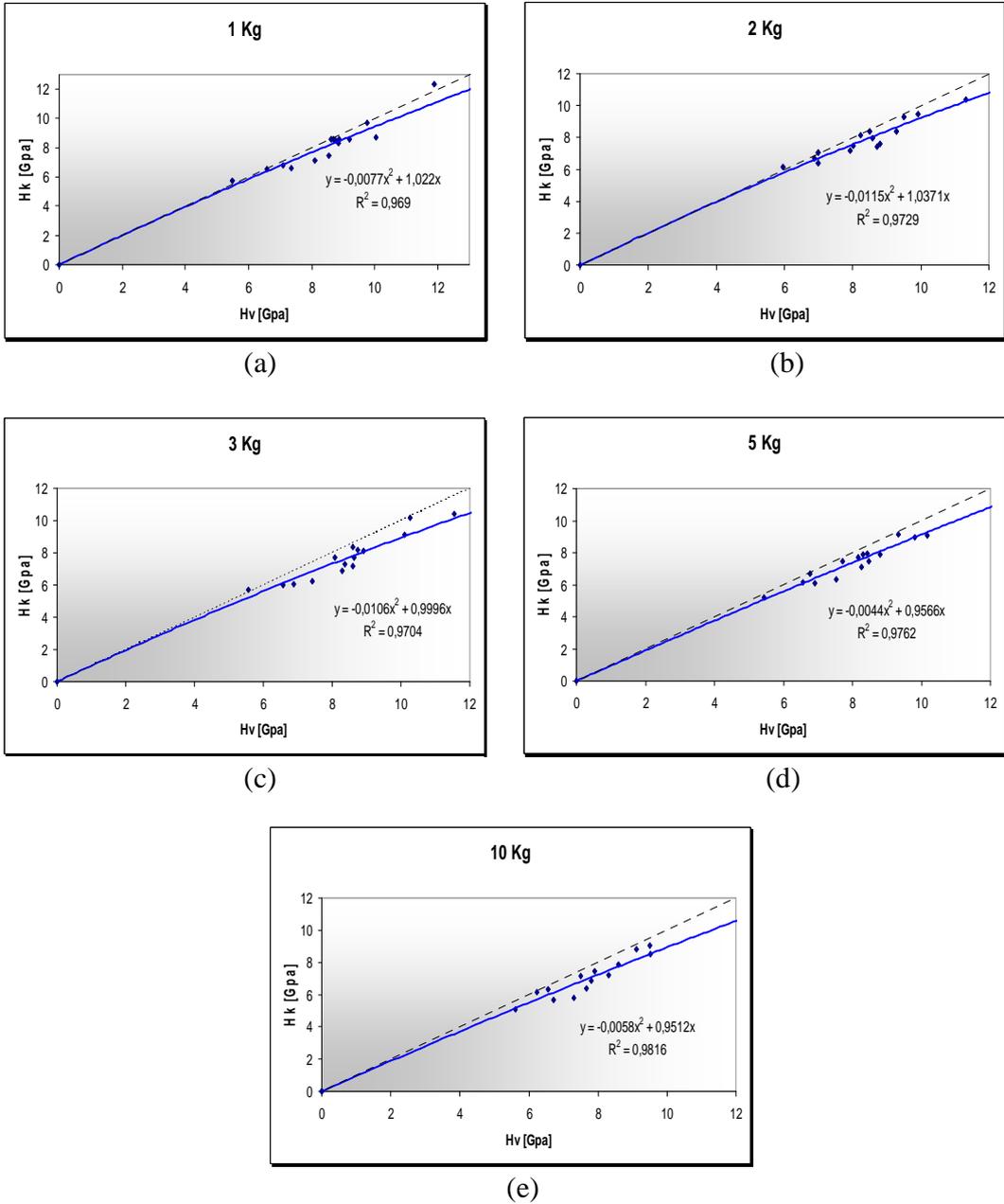


Figura 4.16 Dureza Vickers contra dureza Knoop para toda la gama de materiales y para: (a) carga de 1kg. (b) carga de 2kg. (c) carga de 3kg. (d) carga de 5kg y (e) carga de 10kg.

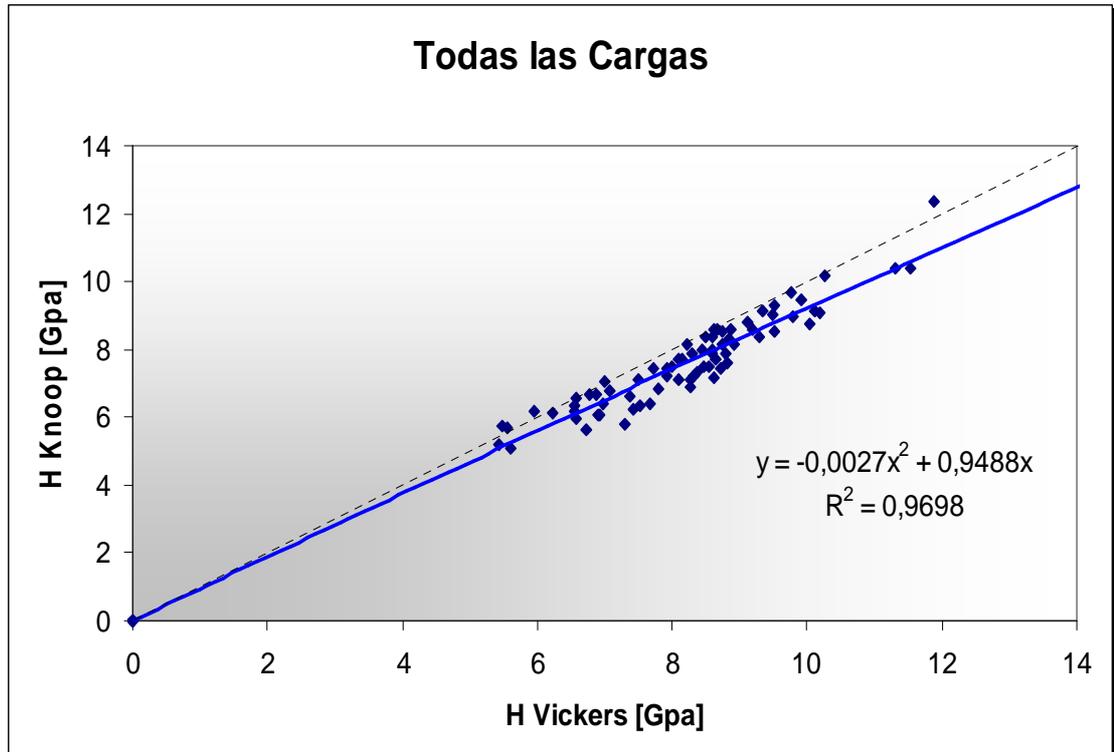


Figura 4.17 Dureza Vickers contra dureza Knoop para toda la gama de materiales y todas las cargas en estudio.

4.3 RESULTADOS Y ANÁLISIS DE VALORES DE TENACIDAD INTERFACIAL.

Uno de los objetivos del presente trabajo fue encontrar una relación que nos permitiera calcular la adhesión de recubrimientos a partir de ensayos de indentación Knoop. La literatura ha reportado la relación entre la resistencia a la adhesión mediante técnicas de indentación interfacial Vickers, pero muy poco se ha reportado para Indentación Knoop. Como se explicó con anterioridad, el ensayo de indentación Knoop tiene la ventaja de que se puede aplicar en recubrimientos más delgados debido a la geometría del indente. Por tal motivo desarrollamos en la metodología experimental un modelo que estudiaremos a partir de la data que vamos a obtener a partir de los ensayos realizados sobre los recubrimientos en estudio.

Los ensayos de indentación interfacial Knoop, se realizaron en todas las probetas, con el fin de generar grietas en los dos vértices de la diagonal mayor de la huella dejada por el indente Knoop, intentando coincidir dichas grietas con la línea de interfase (ver figura 4.18). Las grietas válidas sólo se obtuvieron en dos probetas: la probeta de 100% NiCr con tratamiento térmico posterior (Horno 600°C) y la probeta de 30% WC-Co + 70% NiCr sin tratamiento térmico posterior con recubrimientos de espesor igual 200 µm.

El resto de las probetas no se pudieron utilizar debido a que no se lograba generar grietas para varias cargas. Uno de los problemas que se presentó y resultó ser el más común ocurrió en los recubrimientos de 200 µm de espesor. Al aplicar una carga de 10 Kgf no se generaba la grieta: al pasar a la siguiente carga de 20 Kg se

conseguían grietas validas, pero al aplicar una carga de 30 Kg el recubrimiento se desprendía. Por lo tanto, no resultaba posible tener al menos dos valores de cargas (P) y grietas (a) para poder graficar la curva de grieta e interceptarla con la curva de dureza aparente, de acuerdo a la metodología a utilizar contenida en el capítulo de Metodología Experimental. En el caso de los recubrimientos de 400 μm de espesor, generalmente se obtenían grietas cuando se aplicaban cargas de 50 Kg, por lo que era imposible debido al rango de cargas del durómetro, realizar indentaciones a mayor carga para generar grietas a cargas mayores, y por último, en el espesor de 600 μm , no se generaron grietas para ninguna carga aplicada de 10 Kgf, 20 Kgf, 30 Kgf y 50 Kgf.



Figura 4.18: Longitud de grieta válida para el ensayo de indentación interfacial

En la tabla 4-1 , se pueden observar los valores promedios de las diagonales de las huellas provocadas por el ensayo de indentación Knoop, tanto en el sustrato como en el recubrimiento para las cargas de 1 Kgf, 2 Kgf, 3 Kgf y 5 Kgf. En la misma tabla se observan los valores de la diagonal en la interfase, los cuales son equivalentes al promedio de las distancias de las diagonales obtenidas separadamente en el sustrato y en el recubrimiento bajo la misma carga aplicada. Esta equivalencia de la diagonal en la interface fue demostrada por Lesage y colaboradores en 1993.

Tabla 4-1: Valores de diagonales en recubrimiento, sustrato y su equivalente en la interface

	Carga (Kgf)	Carga (Nw)	<i>a</i> (μm) Sustrato	<i>a</i> (μm) Recubrimiento	<i>a</i> (μm) Interfase
30% WC-Co + 70% NiCr	1	9,81	110,84	73,05	91,94
	2	19,62	163,74	104,64	134,19
	3	29,43	201,36	132,36	166,86
	5	49,05	264,54	168,44	216,49
100% NiCr	1	9,81	127,65	71,82	99,74
	2	19,62	179,39	102,25	140,84
	3	29,43	221,89	129,89	175,89
	5	49,05	287,54	169,69	228,61

En la tabla 4-2 se muestra el promedio de cinco valores de longitud de la grieta provocada por el ensayo de indentación interfacial Knoop para ambas probetas, bajo las cargas de 10 Kgf y 20 Kgf. Las grietas que se orientaron hacia la zona del recubrimiento (zona II) o las grietas que desprendieron de alguna forma el recubrimiento, no fueron tomadas en cuentas como longitudes de grietas.

Tabla 4-2. Valores de grietas en la interface con sus respectivas cargas

	Carga (Kgf)	Carga (Nw)	" <i>a</i> " Grieta (μm)
30% WC-Co + 70% NiCr	10	98,1	702
	20	196,2	1579,75
100% NiCr	10	98,1	613
	20	196,2	1228,17

Con los valores de longitud de la diagonal de la interface y la longitud de grieta reportados en las tablas 4-1 y 4-2 respectivamente, se procedió a utilizar una hoja de cálculo, para graficar en escala logarítmica la relación entre la longitud *a* (longitud de la grieta ó mitad de la longitud de la huella en la interface) y la carga

aplicada (P) para obtener cada una de las rectas de grieta y de dureza aparente (ver figura 4.19 y 4.20). Posteriormente, se procedió a determinar para cada una de las probetas el punto de intersección entre ambas rectas; es decir, los puntos críticos (P_C , a_C).

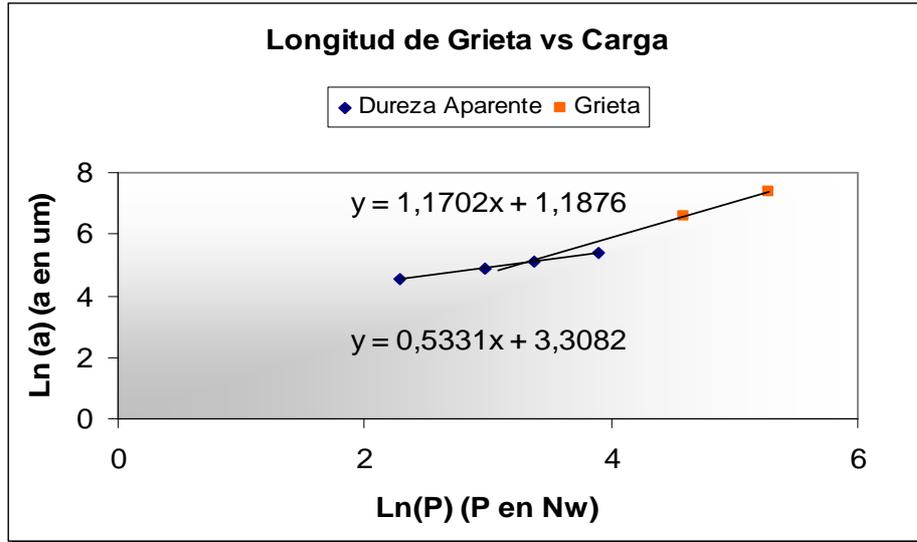


Figura 4.19 Longitud de grieta contra carga, para la probeta 30% WC-Co + 70% NiCr.

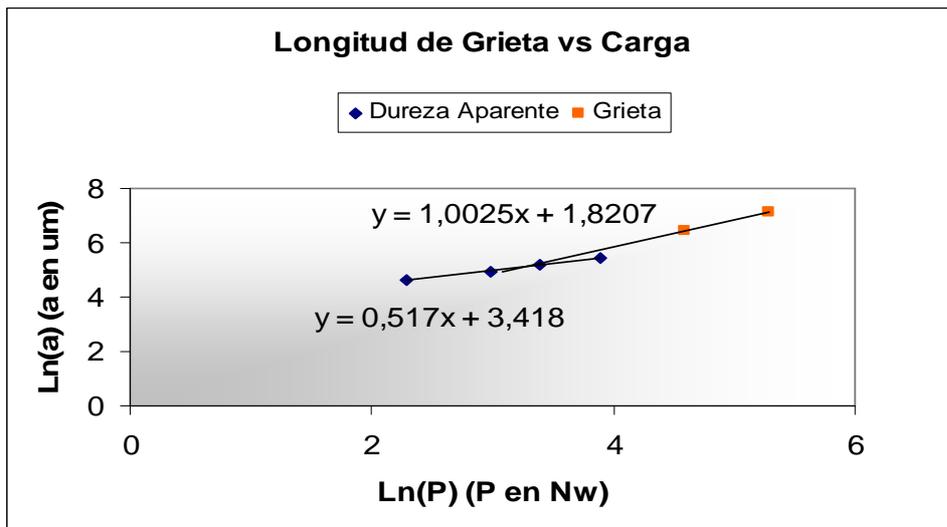


Figura 4.20 Longitud de grieta contra carga, para la probeta 100% NiCr.

Los valores reportados de P_C y a_C en la probeta de 30% WC-Co + 70% NiCr y en la probeta de 100% NiCr se observan en las tablas 4-3 y 4-4 respectivamente. Además se presentan en las tablas 4-3 y 4-4 los valores (P_C , a_C) obtenidos por el ensayo de indentación interfacial Vickers, los cuales fueron reportados por los investigadores P. Costa y U. Bisi en el 2008 en un trabajo especial de grado precedente al nuestro.

Tabla 4-3. Valores de punto crítico (PC, aC).

	30% WC-Co + 70% NiCr S.T.	
	Vickers	Knoop
P_C (Nw)	12,99	41,85
a_C (um)	38,04	198,67

Tabla 4-4. Valores de punto crítico (PC, aC)

	100% NiCr 600°C	
	Vickers	Knoop
P_C (Nw)	12,42	25,08
a_C (um)	40,76	155,13

Cabe destacar que para ambas probetas la carga necesaria para la inicialización de la grieta fue siempre mayor en el ensayo de indentación interfacial Knoop que en el ensayo de indentación interfacial Vickers, tal como se esperaba, ya que el indentador Knoop por su geometría penetra menos en comparación con el indentador Vickers, por lo que se necesita más carga para iniciar la propagación de la grieta.

El resultado obtenido de la carga crítica pareciera reflejar que el valor de la tenacidad de fractura para el ensayo de indentación Knoop fuese mayor que para el ensayo de indentación Vickers, debido a que se necesita una mayor carga para la propagación de la grieta en la interface. Sin embargo, esto no es totalmente cierto debido a que la longitud de la grieta en el ensayo de indentación interfacial Knoop es

mayor que la grieta generada por el ensayo de indentación interfacial Vickers contrarrestando de esta manera el efecto del aumento del punto crítico para Knoop.

En la tabla 4-5, se presentan los valores de tenacidad aparente en la interface calculados por la técnica de indentación interfacial Vickers y Knoop mediante las ecuaciones de Evan y Charles (Ec 1.8) y Pertuz (Ec 1.10), las cuales suponen un modelo de grieta mediana radial.

$$K_{ICM} = 0,0824 \frac{P}{c^{3/2}} \quad \text{Ec. 1.8}$$

$$KK_{ICM} = 0,2331 \frac{P}{c^{3/2}} \quad \text{Ec.1.10}$$

Tabla 4-5. Valores de Tenacidad de Fractura Aparente

	K_{IC} [Mpa·m ^{1/2}]	
	Vickers	Knoop
30% WC-Co + 70% NiCr S.T.	4,56	3,48
100% NiCr 600°C	3,93	3,02

En esta tabla podemos observar que la tenacidad Knoop siempre fue aproximadamente un 30% menor que la tenacidad Vickers en el caso de las probetas en estudio, esto no era lo esperado, ya que como se sabe la tenacidad de fractura es una propiedad del material que no debería cambiar según el método con el cual sea determinada. Suponemos que esta diferencia de un 30% en el valor de tenacidad de fractura en ambas probetas puede ser atribuida a que no se está tomando en

consideración la contribución de los términos de módulo de elasticidad y dureza en la interface en ambos ensayos.

Los valores de módulo de elasticidad “E” para el sustrato y el recubrimiento de la probeta en estudio se encuentran contenidos en la tabla 4-6. Los mismos fueron reportados en investigaciones previas realizadas por U. Bisi y P. Costa en el 2008. En la misma tabla se observan los valores de dureza Vickers y Knoop calculados en el sustrato y en el recubrimiento para la carga de 3 Kgf (9,81 Nw)

Tabla 4-6. Valores de Modulo de Elasticidad, dureza Vickers y dureza Knoop para sustrato y recubrimiento en la probeta 100% NiCr 600°C

	E [Gpa]	Hv [Gpa]	Hk [Gpa]
Acero 1020 600°C	206	1,96	2,14
100% NiCr 600°C	100	6,67	6,43

Con los valores observados en la tabla 4-6 se procedió a calcular el valor de $(E/H)^{1/2}$ con la ecuación 1.7 y 3.6 para los ensayos Vickers y Knoop respectivamente, los cuales son necesarios para ser sustituidos en la ecuación 3.7 y calcular la nueva constante X.

De esta manera, para el ensayo de indentación Vickers tenemos:

$$\left(\frac{E}{H}\right)_{INT}^{1/2} = \frac{\left(\frac{E}{H}\right)_S^{1/2}}{1 + \left(\frac{H_S}{H_R}\right)^{1/2}} + \frac{\left(\frac{E}{H}\right)_R^{1/2}}{1 + \left(\frac{H_R}{H_S}\right)^{1/2}} \quad \text{Ec1.7}$$

$$\left(\frac{E}{H}\right)_{INT}^{1/2} = \frac{\left(\frac{206}{1,96}\right)_S^{1/2}}{1 + \left(\frac{1,96}{6,67}\right)^{1/2}} + \frac{\left(\frac{100}{6,67}\right)_R^{1/2}}{1 + \left(\frac{6,67}{1,96}\right)^{1/2}} = 8,00$$

Luego para el ensayo de indentación Knoop tenemos:

$$\left(\frac{E}{H_K}\right)_{INT}^{1/2} = \frac{\left(\frac{E}{H_K}\right)_S^{1/2}}{1 + \left(\frac{H_{KS}}{H_{KC}}\right)^{1/2}} + \frac{\left(\frac{E}{H_K}\right)_C^{1/2}}{1 + \left(\frac{H_{KC}}{H_{KS}}\right)^{1/2}}$$

Ec 3.6

$$\left(\frac{E}{H_K}\right)_{INT}^{1/2} = \frac{\left(\frac{206}{2,14}\right)_S^{1/2}}{1 + \left(\frac{2,14}{6,43}\right)^{1/2}} + \frac{\left(\frac{100}{6,43}\right)_C^{1/2}}{1 + \left(\frac{6,43}{2,14}\right)^{1/2}} = 7,66$$

Utilizando los resultados tanto Vickers como Knoop expresados en la tabla 4-4 para la probeta de 100% NiCr con tratamiento térmico posterior (horno a 600°C) y los valores de $(E/H)^{1/2}$ calculados anteriormente para Vickers y Knoop desde la tabla 4-6, y sustituyendo en la ecuación 3.7 obtenemos el valor de la constante X para el ensayo de indentación Knoop.

$$\left(0,015 \cdot \frac{P_C}{a_C^{3/2}} \cdot \left(\frac{E}{H_V}\right)_{INT}^{1/2}\right)_{VICKERS} = \left(X \cdot \frac{P_C}{a_C^{3/2}} \cdot \left(\frac{E}{H_K}\right)_{INT}^{1/2}\right)_{KNOOP}$$

$$\left(0,015 \cdot \frac{12,42}{40,7^{3/2}} \cdot 8,00 \right)_{VICKERS} = \left(X \cdot \frac{25,08}{155,13^{3/2}} \cdot 7,66 \right)_{KNOOP}$$

$$X = 0,058$$

La verificación de la ecuación 4.1 se llevó a cabo con la probeta de 30% WC-Co + 70% NiCr sin tratamiento térmico posterior, de esta manera se calculará otro valor de X para la otra probeta estudiada y así comparar ambos resultados.

En las tablas 4-3 se observan los valores obtenidos de P_C y a_C para el ensayo Vickers y para el ensayo Knoop, y en la tabla 4-7 sus respectivos valores de E y H tanto para el sustrato como el recubrimiento para la probeta de 30% WC-Co + 70% NiCr.

Tabla 4-7. Valores de Módulo de Elasticidad, dureza Vickers y dureza Knoop para sustrato y recubrimiento en la probeta 30% WC-Co + 70% NiCr S.T.

	E [GPa]	Hv [GPa]	Hk [GPa]
Acero 1020 (S.T.)	206	2,39	2,62
30% WC-Co + 70% NiCr(S.T.)	140	7,83	6,25

Calculando el término $(E/H)^{1/2}$ para la probeta de 30% WC-Co + 70% NiCr sin tratamiento térmico posterior para el ensayo de indentación Knoop con los valores de la tabla 4-7, tenemos:

$$\left(\frac{E}{H_K} \right)_{INT}^{1/2} = \frac{\left(\frac{E}{H_K} \right)_S^{1/2}}{1 + \left(\frac{H_{KS}}{H_{KC}} \right)^{1/2}} + \frac{\left(\frac{E}{H_K} \right)_C^{1/2}}{1 + \left(\frac{H_{KC}}{H_{KS}} \right)^{1/2}}$$

$$\left(\frac{E}{H_K}\right)_{INT}^{1/2} = \frac{\left(\frac{206}{2,63}\right)_S^{1/2}}{1 + \left(\frac{2,63}{6,25}\right)^{1/2}} + \frac{\left(\frac{140}{6,25}\right)_C^{1/2}}{1 + \left(\frac{6,25}{2,63}\right)^{1/2}} = 7,23$$

Repetiendo el procedimiento anterior para el ensayo de indentación Vickers, utilizando los valores reportados en la tabla 4-7 por los ingenieros P. Acosta y U. Bisi, para la probeta de 30% WC-Co + 70% NiCr, tenemos:

$$\left(\frac{E}{H}\right)_{INT}^{1/2} = \frac{\left(\frac{E}{H}\right)_S^{1/2}}{1 + \left(\frac{H_S}{H_R}\right)^{1/2}} + \frac{\left(\frac{E}{H}\right)_R^{1/2}}{1 + \left(\frac{H_R}{H_S}\right)^{1/2}}$$

$$\left(\frac{E}{H}\right)_{INT}^{1/2} = \frac{\left(\frac{206}{2,39}\right)_S^{1/2}}{1 + \left(\frac{2,39}{7,83}\right)^{1/2}} + \frac{\left(\frac{140}{7,83}\right)_R^{1/2}}{1 + \left(\frac{7,83}{2,39}\right)^{1/2}} = 7,48$$

Utilizando los resultados del ensayo Vickers y del ensayo Knoop expresados en la tabla 4-3 para la probeta de 30% WC-Co + 70% NiCr sin tratamiento térmico posterior y los valores de $(E/H)^{1/2}$ calculados anteriormente para Vickers y Knoop desde la tabla 4-7 , y sustituyendo en la ecuación 3.7 obtendremos nuevamente un valor de la constante X para el ensayo de indentación Knoop, el cual debería ser igual al calculado para la probeta de 100% NiCr, de esta manera, sustituyendo los valores mencionado tenemos que:

$$\left(0,015 \cdot \frac{P_C}{a_C^{3/2}} \cdot \left(\frac{E}{H_V}\right)_{INT}^{1/2}\right)_{VICKERS} = \left(X \cdot \frac{P_C}{a_C^{3/2}} \cdot \left(\frac{E}{H_K}\right)_{INT}^{1/2}\right)_{KNOOP}$$

$$\left(0,015 \cdot \frac{12,99}{38,04^{3/2}} \cdot 7,48 \right)_{VICKERS} = \left(X \cdot \frac{41,85}{198,67^{3/2}} \cdot 7,23 \right)_{KNOOP}$$

$$X = 0,058$$

Nuevamente se obtuvo el mismo valor de X igual a 0,058, luego, podemos expresar una ecuación equivalente a la ecuación de Demarecaux (1996) de tenacidad aparente para el ensayo de indentación interfacial Knoop de la siguiente forma:

$$K_{Ca} = 0,058 \cdot \frac{P_C}{a_C^{3/2}} \cdot \left(\frac{E}{H} \right)_{INT}^{1/2} \quad \text{Ec 4.1}$$

Donde P_C es la carga crítica, a_C es la longitud de la grieta crítica y el término $(E/H)^{1/2}$ se expresa como:

$$\left(\frac{E}{H_K} \right)_{INT}^{1/2} = \frac{\left(\frac{E}{H_K} \right)_S^{1/2}}{1 + \left(\frac{H_{KS}}{H_{KC}} \right)^{1/2}} + \frac{\left(\frac{E}{H_K} \right)_C^{1/2}}{1 + \left(\frac{H_{KC}}{H_{KS}} \right)^{1/2}} \quad \text{Ec 3.6}$$

Tabla 4-8. Valores de $(E/H)^{1/2}$ Vickers y Knoop

	$(E/H)^{1/2}$	
	Vickers	Knoop
30% WC-Co + 70% NiCr S.T.	7,48	7,23
100% NiCr 600°C	8,00	7,66

Utilizando los valores de la tabla 4-3, 4-4 y 4-8 para el ensayo de indentación Knoop y sustituyéndolos en la ecuación 4.1 obtenemos los resultados de tenacidad de fractura interfacial para el método de indentación Knoop que se reportan en la tabla 4-9.

$$K_{Ca} = 0,058 \cdot \frac{P_C}{a_C^{3/2}} \cdot \left(\frac{E}{H} \right)_{INT}^{1/2} \quad \text{Ec 4.1}$$

Tabla 4-9. Valores de Tenacidad de Fractura Aparente

	$K_{IC} [\text{Mpa} \cdot \text{m}^{1/2}]$	
	Vickers	Knoop
30% WC-Co + 70% NiCr S.T.	6,22	6,26
100% NiCr 600°C	5,73	5,76

Para la probeta de 30% WC-Co + 70% NiCr sin tratamiento térmico posterior obtenemos el valor de $K_{Ca} = 6,26 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$, siendo este valor muy parecido al reportado por los Ing. P. Acosta y U. Bisi, mediante el ensayo Vickers para la misma probeta, el cual fue de $K_{Ca} = 6,22 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$, podemos ver que se diferencian solo en un 0,006%, igualmente sucedió para la probeta de 100% NiCr, donde se obtuvo un valor de $K_{Ca} = 5,76 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$, bastante cercano al valor de $K_{Ca} = 5,73 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$, en el que la diferencia es del 0,005%.

De esta manera se puede inferir que la constante X calculada anteriormente parece ajustarse bien para el modelo propuesto para la tenacidad aparente Knoop, ya que los valores obtenidos de tenacidad aparente tanto para Vickers como Knoop son bastantes cercanos entre sí. Sin embargo, este modelo debe ser validado con un mayor número de muestras en los cuales se pueda tener una mejor representación de la expresión matemática utilizada.

CAPÍTULO V: CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

5.1 CONCLUSIONES:

1. Los resultados encontrados en es este trabajo indican que, en líneas generales para todos los recubrimientos estudio y para todas las cargas aplicadas, la dureza Vickers fue mayor que la dureza Knoop.
2. En general para todas las aleaciones, los valores de dureza Vickers y Knoop, no presentaron dependencia de la carga a partir de 3Kg.
3. Para los recubrimientos depositados con aleación 100% NiCr y con la mezcla 30% WC-Co + 70% NiCr, el tratamiento térmico realizado con llama siempre fue el que proporcionó la mayor dureza independiente de la técnica de medición de dureza utilizada, lo cual se encuentra total concordancia con resultados reportados en la literatura.
4. Para la aleación 100% WC-Co, los tratamientos térmicos no fueron significativos con respecto al valor de dureza.
5. Los resultados de dureza Vickers versus dureza Knoop graficados para todos los materiales en estudio y para todas las cargas seleccionadas, se ajustaron adecuadamente a una expresión de un polinomio de 2^{do} orden resultando un R² de 0.9.
6. Para los materiales estudiados en el presente trabajo y las cargas seleccionadas, la relación entre los valores de dureza Vickers y Knoop pareciera ser independientes de la naturaleza del material y de la carga aplicada.

7. Los valores de tenacidad aparente calculados para Vickers por la ecuación Evans y Charles ($K_{ICM} = 0,0824 \frac{P}{c^{3/2}}$) fueron mayores en un 30% que los valores de tenacidad aparente calculados para Knoop por la ecuación de A. Pertuz ($KK_{ICM} = 0,2331 \frac{P}{c^{3/2}}$) para las probetas de estudio (recubrimiento 100% NiCr tratado térmicamente en horno a 600 °C y para la aleación 30% WC-Co + 70% NiCr no tratada posteriormente).
8. El valor de tenacidad aparente Knoop calculado a partir de la ecuación propuesta $K_{Ca} = 0,058 \cdot \frac{P_C}{a_C^{3/2}} \cdot \left(\frac{E}{H}\right)_{INT}^{1/2}$ para las probetas con recubrimiento 100% NiCr tratado térmicamente en horno 600 °C y 30% WC-Co + 70% NiCr sin tratamiento térmico posterior, fue muy similar (0,6%) al valor obtenido por la ecuación propuesta por Demarecaux ($K_{Ca} = 0,015 \cdot \frac{P_C}{a_C^{3/2}} \cdot \left(\frac{E}{H}\right)_{INT}^{1/2}$)
9. Los resultados de tenacidad aparente Knoop calculados a partir del modelo propuesto en este trabajo pareciera ajustarse mejor a los resultados calculados por la ecuación de Demarecaux para Vickers, que el modelo de Pertuz comparado con el de Evans y Charles.
10. El efecto de los tratamientos térmicos realizados sobre las probetas para medir adhesión, no se logró obtener debido a problemas presentados con las probetas

5.2 RECOMENDACIONES:

1. Utilizar un equipo automatizado para realizar el lijado y pulido, dedicando el mismo tiempo a cada una de las caras de la probeta.
2. El rectificado debe realizarse de forma muy cuidadosa, para garantizar no modificar de la microestructura.
3. Se debe validar con un mayor número de probetas la constante 0,058 encontrada para la ecuación de tenacidad aparente Knoop (modelo propuesto).
4. Se debe realizar para todas las probetas de estudio pero con diferentes espesores de 200, 400 y 600 μm los el ensayo de indentación interfacial Knoop, para poder compararlos con valores de tenacidad aparente Vickers reportados por U. Bisi y P. Costa, y de esta manera validar el modelo propuesto.

REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

Antis G. R., P. Chantikul, B. R. Lawn & D. B. Marshall (1981). A critical evaluation of indentation techniques for measuring fracture toughness: I, Direct crack measurement. -- En: J. Am. Ceram. Soc.-- N° 64 (9) pp. 533-538.

ASTM C 1326-08, "Standard Test Method for Knoop indentation hardness of Advanced Ceramics," Annual book of ASTM Standards, (2008).

ASTM C 1327-08, "Standard Test Method for Vickers indentation hardness of Advanced Ceramics," Annual book of ASTM Standards, (2008).

Barrios, D. Fuentes, E. (2008). "Influencia del espesor de un recubrimiento sobre las propiedades plásticas estimadas por indentación normal". Caracas: Universidad Central de Venezuela, Ingeniería Mecánica.

Bisi, U. Costa, P. (2008). "Influencia del tratamiento térmico sobre la resistencia a la adhesión de recubrimientos tipo cermet." Caracas: Universidad Central de Venezuela, Ingeniería Mecánica.

Chicot D., P. Démarécaux and J. Lesage (1996). "Apparent interface toughness of substrate and coating couples from indentation tests." -- En: Thin solid films. -- N° 283 (1) pp. 151-157.

Chicot D., P. Araujo, N. Horny, A. Tricoteaux & J. Lesage (2005). "Application of the interfacial indentation test for adhesion toughness determination." -- En: Surface & coatings technology. -- N° 200 (1), pp. 174-177.

Chicot D., Mercier D., Roudet F., Silva K., Staia M.H., Lesage J. (2006). "Comparison of instrumented Knoop and Vickers hardness measurements on

various soft materials and hard ceramics.”-- En: Journal of the European Ceram. Soc.

Di Prinzio A., M. Suárez, M. H. Staia (1998). “Evaluación de la tenacidad a la fractura de dos aleaciones de carburos cementados, grado K.” -- En: Revista de la Facultad de Ingeniería.-- N° 2 (13) pp. 35-40.

Gong J. (1999). “Determining indentation toughness by incorporating true hardness into fracture mechanics equations.” -- En: Journal of the European Ceram. Soc. -- N° 19 (1) pp. 1585-1592.

Gong J. Wang, J. Guan, Z. (2002) “A comparison between Knoop and Vickers hardness of silicon nitride ceramics”, Materials Letters 56, pp. 941-944.

Lawn, B. R. Evans, A.G. Marshall, D.B. (1980). “Journal of American Ceramic Society” 63, pp. 198-205

Lawn, B.R. Evans, A.G. Marshall, D.B. (1994). “Elastic/plastic indentation damage in ceramics: the median/ radial crack system” Journal of American Ceramic Society 63, pp 574-592

Lesage, J. & D. Chicot (2001). “Hardness and adhesion of coatings”. Revista de la Facultad de Ingeniería.-- N° 1 (16) pp. 33-38.

Lesage J. & D. Chicot (2002). “Role of residual stresses on interface toughness of thermally sprayed coatings ”,. Thin Solid Films. N° 415, pp. 143-150.

Marot, G. Lesage, J. Démarécaux, Ph. Hadad, M. Siegmann, St. Staia M. (2006). “Interfacial indentation and shear tests to determine the adhesion of thermal spray coatings”. Surface & coatings technology. -- N° 200 (1), pp. 174-177.

Mohammadi, Z. Ziaei-Moayyed, A. Sheikh-Mehdi A. (2007). “Adhesive and cohesive properties by indentation method of plasma-sprayed hydroxyapatite coatings”. *Applied Surface Science* 253, pags 4960-4965.

Mukhopadhyay, A. K. Datta, S.K. Chakraborty, D. (1990). “On the micro-hardness of silicon nitride and sialon ceramics”. *Journal of European Ceramic Society* 6, pags. 303-311.

Peña, H. (2006). “Indentación Knoop-Vickers de recubrimientos delgados.” Caracas: Universidad Central de Venezuela, Ingeniería Mecánica.

Pertuz, A. (2005). “La indentación Vickers y Knoop de materiales macizos o recubrimientos”. Caracas: Universidad Central de Venezuela, Ingeniería Mecánica.

Rodríguez, M. (2002). Evaluación de recubrimientos base níquel depositados por la técnica HVOF con tratamiento térmico posterior. Caracas: Universidad Central de Venezuela, Ingeniería Mecánica.

Shaw, C. Li, Y. Jones, H. (1996). “Effect of load lubrication on low load hardness of a rapidly solidified light alloy”, *Materials Letters* 28, pags. 33-36.

Ullner, C. Germak, Le Doussal, H. Morrell, R. Reich, T. Vandermeulen, W. (2001). “Hardness testing on advanced technical ceramics”, *Journal of European Ceramic Society* 21, pag 439-451.

Ullner, C. Beckmann, J. Morrell, R. (2002). “Instrumented indentation test for advanced technical ceramics”, *Journal of European Ceramic Society* 22, pag 1183-1189.

BIBLIOGRAFÍA

Mikaty, M.; Padrón, M.; Figuera, L. Instructivo para la presentación de trabajos, de pregrado, postgrado, doctorado y trabajos de ascenso, Universidad Central de Venezuela. Facultad de Ingeniería. Comisión de bibliotecas. Caracas, 2005.

Abdul-Baqi A., Van der Giessen E. (2001). "Indentation-induced interface delamination of a strong film on a ductile substrate." *Thin solid Films* 381 pp 143-154.

Lima M.M., Godoya C., Modenesia P.J., Avelar-Batistab J.C., Davisonb A., Matthewsc A. (2004). "Coating fracture toughness determined by Vickers indentation: an important parameter in cavitation erosion resistance of WC-Co thermally sprayed coatings." *Surface & coatings technology* 177 pp 489-496.

Li H., Khora K.A., Cheangb P. (2002). "Young's modulus and fracture toughness determination of high velocity oxy-fuel-sprayed bioceramic coatings." *Surface & coatings technology* 155 pp 21-32

Lianyong X., Hongyang J., Lixing H. (2006) "Young's modulus and stress intensity factor determination of high velocity electric arc sprayed metal-based ceramic coatings" *Surface & coatings technology* 201 pp 2399-2406.

Staia M. H., E. Ramos, A. Carrasquero, A. Roman, J. Lesage, D. Chicot & G. Mesmacque (2000). Effect of substrate roughness induced by grit blasting upon adhesion of WC-17% Co thermal sprayed coatings. *Thin Solid Films*. N° 377-378, pp. 657-664.

Fischer-Cripps, A. C. (2000). "Introduction to Contact Mechanics", Springer Verlag, Berlin, 243.

Shigley J. E. & C. R. Mischke (2002). "Diseño en ingeniería mecánica". Editorial McGraw Hill. Sexta Edición. Panamá. pp 235

Shackelford J. (1998). "Introducción a la ciencia de materiales para ingenieros". Editorial Pearson. Cuarta Edición. Buenos Aires. pp 410.

Askeland, D. Phulé, P. (2004). "Ciencia e Ingeniería de los Materiales". Editorial Thompson. Cuarta Edición. Panamá .pp 257

Avner, S. (1988). "Introducción a la metalurgia física". Editorial McGraw Hill. Segunda Edición. México. pp 40

Smith, W. (1998). "Fundamentos de la ciencia e ingeniería de materiales". Editorial McGraw Hill. Tercera Edición. México. pp 216

Pat-Mangonon (2001). "Ciencia de materiales selección y diseño". Editorial Prentice Hall. México. pp 151

Wikipedia, The free encyclopedia. Disponible <<http://en.wikipedia.org>> [Consultado 2008, 06, 11]

Division of Engineering Brown University, Lecture notes, Professor Alaan Bower Disponible <<http://www.engin.brown.edu/>> [Consultado 2008, 06, 13]

Universidad de Lille, Biblioteca del "Laboratoire de Mecanique de Lille". Disponible <<http://lmlm6-62.univ-lille1.fr/lml/?>> [Consultado 2008, 07, 11]

ANEXOS

Se reproduce parte del desarrollo del modelo Knoop con las constantes numéricas incluidas:

El volumen del indentador es:

$$V_{\text{indentador}} = \frac{S_p \cdot h}{3}$$

$$\text{Se tiene: } S_p = 0,07028 \cdot L^2 \text{ y } h = \frac{L}{2 \cdot \tan(86^\circ 15')}$$

Reemplazando se tiene:

$$V_{\text{indentador}} = \frac{0,07028 L^2 \cdot L}{3 \cdot 2 \cdot \tan(86^\circ 15')} \text{ de modo que:}$$

$$V_{\text{indentador}} = 0,0007677 \cdot L^3$$

Luego, se tiene que el volumen del semi-elipsoide es igual al volumen del indentador, entonces:

$$\frac{2 \cdot \pi \cdot a_T \cdot b_T^2}{3} = 0,0007677 \cdot L^3 \quad \text{de donde } a_T \cdot b_T^2 = 0,00036655 \cdot L^3$$

Ahora, utilizando la relación de diagonales Knoop:

$$\frac{a_T}{b_T} = \frac{L}{w} = 7,11 \Rightarrow a_T = 7,11 \cdot b_T$$

Reemplazando en la expresión anterior se tiene:

$$a_T = 0,264621 \cdot L \text{ y } b_T = 0,0372181 \cdot L$$

Y por ultimo se obtienen los radios de deformación plástica del semielipsoide.

$$\left\{ \begin{array}{l} a_i = 0,264621 \left(\frac{E_i}{H_i} \right)^{1/2} \cdot L \quad (a) \\ b_i = 0,0372181 \left(\frac{E_i}{H_i} \right)^{1/2} \cdot L \quad (b) \end{array} \right.$$

Valores de Dureza para la probeta de 100% NiCr

100% NiCr				
1kg	H Knoop	Desv K	H Vickers	Desv V
llama	877,28	17,16	884,82	17,58
950°C	672,73	18,85	750,58	75,24
600°C	689,71	10,08	722,10	60,14
S.T	586,01	17,88	558,60	13,98

100% NiCr				
2kg	H Knoop	Desv K	H Vickers	Desv V
llama	764,31	15,65	816,16	10,49
950°C	717,06	25,77	712,94	7,99
600°C	680,72	27,06	700,12	41,66
S.T	627,68	12,80	606,25	14,09

100% NiCr				
3kg	H Knoop	Desv K	H Vickers	Desv V
llama	785,47	25,30	824,74	11,87
950°C	616,47	19,65	702,23	15,69
600°C	632,80	16,87	757,00	28,29
S.T	580,34	18,59	566,52	10,74

100% NiCr				
5kg	H Knoop	Desv K	H Vickers	Desv V
llama	759,21	6,83	787,06	8,90
950°C	679,93	10,87	690,84	9,10
600°C	617,87	11,86	705,02	21,10
S.T	529,57	11,22	554,19	8,28

100% NiCr				
10kg	H Knoop	Desv K	H Vickers	Desv V
llama	756,29	4,08	806,79	9,06
950°C	644,49	10,81	668,23	10,93
600°C	575,62	5,64	684,86	10,79
S.T	515,68	6,33	571,31	6,74

Valores de Dureza para la probeta de 30% WC-Co + 70% NiCr

30% WC-Co + 70% NiCr				
1kg	H Knoop	Desv K	H Vickers	Desv V
llama	989,43	24,03	994,28	44,91
950°C	867,04	69,15	891,14	15,32
600°C	726,04	42,63	825,01	22,57
S.T	668,37	44,52	671,19	34,85

30% WC-Co + 70% NiCr				
2kg	H Knoop	Desv K	H Vickers	Desv V
llama	855,18	10,34	946,93	10,69
950°C	813,70	31,61	875,79	25,15
600°C	733,35	39,27	808,35	60,43
S.T	650,40	24,24	712,11	33,98

30% WC-Co + 70% NiCr				
3kg	H Knoop	Desv K	H Vickers	Desv V
llama	828,52	32,72	908,12	8,78
950°C	786,17	17,94	880,43	42,44
600°C	701,82	25,58	844,15	46,49
S.T	609,56	20,90	670,79	12,41

30% WC-Co + 70% NiCr				
5kg	H Knoop	Desv K	H Vickers	Desv V
llama	803,01	10,82	896,35	3,99
950°C	763,61	14,40	863,56	14,58
600°C	647,32	15,90	767,47	21,69
S.T	627,50	23,22	668,84	10,50

30% WC-Co + 70% NiCr				
10kg	H Knoop	Desv K	H Vickers	Desv V
llama	801,90	12,69	875,62	5,50
950°C	736,26	18,06	847,31	16,89
600°C	590,00	65,89	743,86	10,22
S.T	625,42	18,24	634,76	7,50

Valores de dureza para la probeta 100% WC-Co

100% WC-Co				
1kg	H Knoop	Desv K	H Vickers	Desv V
llama	848,83	64,02	901,31	43,13
950°C	875,44	62,27	904,39	14,63
600°C	763,37	46,83	871,51	80,02
S.T	874,85	42,53	878,59	20,78

100% WC-Co				
2kg	H Knoop	Desv K	H Vickers	Desv V
llama	757,76	24,33	889,20	34,00
950°C	828,13	27,79	838,44	33,32
600°C	776,55	45,73	898,36	81,39
S.T	854,75	61,45	865,12	97,89

100% WC-Co				
3kg	H Knoop	Desv K	H Vickers	Desv V
llama	731,14	17,29	877,47	45,24
950°C	852,43	33,98	875,80	52,62
600°C	746,23	17,55	852,95	17,37
S.T	830,49	16,01	890,65	17,59

100% WC-Co				
5kg	H Knoop	Desv K	H Vickers	Desv V
llama	722,77	17,42	841,86	19,47
950°C	785,48	9,33	831,52	18,95
600°C	811,30	29,79	860,15	51,72
S.T	802,00	24,14	846,10	8,02

100% WC-Co				
10kg	H Knoop	Desv K	H Vickers	Desv V
llama	895,79	93,54	928,52	28,91
950°C	696,97	46,22	795,92	22,25
600°C	653,58	33,74	781,07	10,73
S.T	726,92	17,77	764,24	9,47