

**EFFECTO DE LOS RECUBRIMIENTOS DE  $TiN_x$  Y  $ZrN_y$ , SOBRE  
EL COMPORTAMIENTO A LA FATIGA Y FATIGA-CORROSIÓN DEL  
ACERO INOXIDABLE 316L**

**M.Sc. Jonathan Antonio Berríos Ortiz**

Tesis presentada a la ilustre Universidad Central  
de Venezuela para Optar al Título de Doctor en  
Metalurgia y Ciencia de los Materiales.

Caracas, enero de 2002

Certifico que he leído esta Tesis y que la encuentro apropiada tanto en su contenido como en su formato y apariencia externa.

---

Tutor: Dr. Eli Saúl Puchi Cabrera

03 / 05 / 2002  
Fecha

Tesis aprobada en nombre de La  
Universidad por el siguiente Jurado:

---

Dr. Eli Saúl Puchi Cabrera

---

Dr. Daniel Pilo

---

Dra. Gema Gonzáles

---

Dr. Ney Luiggi

---

Dr. José Balbino León

03 / 05 / 2002  
Fecha

## **DEDICATORIA**

**A:**

**Mis Padres:**

**Ana Isabel Ortiz de Berríos**

**y**

**Antonio Berríos Zelaya;**

**Hermanas:**

**Martha Isabel,**

**María Ruth,**

**Ana Cristina**

**y**

**Sara Salmaí;**

**Tío:**

**Salomón Ortiz Canales.**

***Jonathan Antonio.***

## AGRADECIMIENTOS

La presente investigación ha sido conducida con el financiamiento concedido por el Consejo Nacional de Investigaciones Científicas y Tecnológicas (CONICIT) a través de los proyectos CONICIT PROYECTO LAB-97000644. También, le agradezco intensamente a la **Organización de Estados Americanos (OEA)** a través del Proyecto Multinacional de Materiales. Además, a la Universidad de El Salvador (UES) ya que me concedió el permiso necesario para culminar esta investigación. Asimismo, le agradezco a las Escuelas de Ingeniería Metalúrgica y Ciencia de los Materiales y de Ingeniería Mecánica de la Universidad Central de Venezuela, ya que me permitieron usar sus Laboratorios y el Taller Mecánico.

Le agradezco a las personas: Dr. Eli Saúl Puchi Cabrera por la **orientación en mis estudios de postgrado, estima y confianza**; Dr Dennis G. Teer por su valiosa colaboración en la deposición de los recubrimientos obtenidos; Dra. Mariana Staia, Ing. Jesús Álvarez Pérez y Dr. Alfredo Castro Quezada por su constante apoyo en esta investigación.

A los tesisistas que realizaron sus trabajos de graduación en los laboratorios de la Escuela de Ingeniería Metalúrgica y Ciencia de los Materiales, durante la realización de este trabajo. A mis compañeros de postgrado por su demostración de estima y confianza en la culminación de esta investigación.

A los compañeros de trabajo de la Facultad de Ingeniería y Arquitectura de la Universidad de El Salvador, que han mostrado interés en la culminación de este trabajo.

A mi familia por su **comprensión y apoyo** en la finalización de mis estudios de postgrado y a todas aquellas personas que de una u otra forma contribuyeron en la realización de esta investigación.

# ÍNDICE

|       | Pág.  |
|-------|---|
| 1     | Introducción.....1  |
| 2     | Antecedentes.....3  |
| 2.1   | Efecto de los recubrimientos autocatalíticos de Ni-P sobre el comportamiento a la fatiga al aire.....3            |
| 2.2   | Efecto de los recubrimientos autocatalíticos de Ni-P sobre el comportamiento a la fatiga-corrosión.....18         |
| 2.3   | Efecto de los recubrimientos de nitruros obtenidos por PVD sobre el comportamiento a la fatiga.....23             |
| 2.4   | Dureza absoluta de los recubrimientos de bajo espesor.....43  |
| 2.5   | Bombardeo iónico.....47   |
| 2.5.1 | Bombardeo iónico por magnetron.....48   |
| 2.5.2 | Aplicaciones de campos magnéticos en plasma.....52  |
| 3     | Técnicas experimentales.....62  |
| 3.1   | Diagrama de flujo de la metodología experimental.....63   |
| 3.2   | Dimensiones de las probetas y especímenes.....64  |
| 3.3   | Maquinado de las probetas y especímenes.....67  |
| 3.4   | Determinación de la rugosidad.....68  |
| 3.5   | Deposición de los recubrimientos de $TiN_x$ y $ZrN_y$ mediante la técnica de bombardeo iónico (sputtering).....69 |
| 3.6   | Determinación del espesor de los recubrimientos.....71  |
| 3.7   | Determinación de la microdureza de los recubrimientos.....73  |
| 3.8   | Determinación de la composición química de los recubrimientos.....74  |
| 3.9   | Determinación de los esfuerzos residuales en los recubrimientos.....74  |

|   | Pág. |
|---|------|
| 3.10 Ensayos de tracción.....   | 75   |
| 3.11 Ensayos de fatiga.....   | 77   |
| 3.12 Estudio fractográfico.....   | 78   |
| <br>  |      |
| 4 Resultados y análisis de resultados.....  | 80   |
| 4.1 Rugosidad de las probetas y especímenes.....  | 80   |
| 4.2 Espesor de los recubrimientos.....  | 82   |
| 4.3 Perfiles de composición química de los recubrimientos.....  | 84   |
| 4.4 Esfuerzos residuales en los recubrimientos.....   | 86   |
| 4.5 Microdureza de los recubrimientos.....  | 88   |
| 4.6 Ensayos de tracción.....  | 108  |
| 4.7 Ensayos de fatiga.....  | 125  |
| 4.8 Análisis Fractográfico.....   | 161  |
| <br>  |      |
| 5 Discusión de resultados.....  | 207  |
| 5.1 Determinación de la dureza absoluta de los recubrimientos y su relación con<br>la resistencia mecánica de los mismos..... | 207  |
| 5.2 Incremento de la resistencia a la fatiga de los materiales recubiertos.....   | 214  |
| 5.3 Mecanismo de fractura de las muestras recubiertas, ensayadas en fatiga.....   | 221  |
| <br>  |      |
| Conclusiones.....   | 231  |
| <br>  |      |
| Recomendaciones.....  | 233  |
| <br>  |      |
| Referencias.....  | 234  |

## ÍNDICE DE TABLAS

|  | Pág. |
|--|------|
| Tabla 1. Condiciones superficiales, esfuerzos residuales en los depósitos y límites a la fatiga de un acero 30CrMo, sin y con recubrimiento de Ni-P, sin y con granallado previo y diferentes PTT..... | 9    |
| Tabla 2. Condiciones del material y resultados de una aleación de Ti-6Al-4V recubierto con una capa de TiN y varias capas de TiN/Ti.....   | 31   |
| Tabla 3. Tabla 3 Parámetros de la síntesis de los recubrimientos de TiN, TiCN, CrN y CrCN obtenidos por PVD mediante la técnica de evaporación por arco eléctrico.....                                 | 40   |
| Tabla 4. Resultados de la aplicación de la técnica de la calota esférica para las tres estequiometrías de los recubrimientos de TiN <sub>x</sub> .....   | 82   |
| Tabla 5. Resultados de la aplicación de la técnica de la calota esférica para las tres estequiometrías de los recubrimientos de ZrN <sub>y</sub> .....   | 83   |
| Tabla 6. Condiciones de operación del difractor para realizar las mediciones en los recubrimientos de TiN <sub>0,65</sub> , ZrN <sub>0,50</sub> y ZrN <sub>0,70</sub> .....                            | 86   |
| Tabla 7. Esfuerzos residuales y parámetros de red determinados por difracción de rayos-X....   | 87   |
| Tabla 8. Valores de diagonales y de microdureza Vickers determinados a diferentes cargas en la superficie de un acero inoxidable AISI 316L.....  | 90   |
| Tabla 9. Valores de diagonales y de microdureza Vickers determinados a diferentes cargas en la superficie de un recubrimiento de TiN <sub>0,55</sub> depositado sobre un acero 316L.....               | 91   |
| Tabla 10. Valores de diagonales y de microdureza Vickers determinados a diferentes cargas en la superficie de un recubrimiento de TiN <sub>0,65</sub> depositado sobre un acero 316L.....              | 92   |
| Tabla 11. Valores de diagonales y de microdureza Vickers determinados a diferentes cargas en la superficie de un recubrimiento de TiN <sub>0,75</sub> depositado sobre un acero 316L.....              | 93   |
| Tabla 12. Valores de diagonales y de microdureza Vickers determinados a diferentes cargas en la superficie de un recubrimiento de ZrN <sub>0,50</sub> depositado sobre un acero 316L.....              | 94   |
| Tabla 13. Valores de diagonales y de microdureza Vickers determinados a diferentes cargas en la superficie de un recubrimiento de ZrN <sub>0,60</sub> depositado sobre un acero 316L.....              | 95   |
| Tabla 14. Valores de diagonales y de microdureza Vickers determinados a diferentes cargas en la superficie de un recubrimiento de ZrN <sub>0,70</sub> depositado sobre un acero 316L.....              | 96   |
| Tabla 15. Parámetros correspondientes al modelo de Jönsson and Hogmark [1984].....   | 100  |
| Tabla 16. Parámetros correspondientes al modelo de Chicot and Lesage [1995].....   | 100  |

|  | Pág. |
|--|------|
| Tabla 17. Parámetros correspondientes al modelo de Korsunsky <i>et al.</i> [1998].....   | 100  |
| Tabla 18. Resultados de los ensayos de tracción de un acero inoxidable AISI 316L.....  | 112  |
| Tabla 19. Resultados de los ensayos de tracción de un acero inoxidable AISI 316L recubierto<br>con un depósito de $TiN_{0,55}$ de $\sim 3$ $\mu$ m de espesor.....                           | 113  |
| Tabla 20. Resultados de los ensayos de tracción de un acero inoxidable AISI 316L recubierto<br>con un depósito de $TiN_{0,65}$ de $\sim 3,5$ $\mu$ m de espesor.....                         | 114  |
| Tabla 21. Resultados de los ensayos de tracción de un acero inoxidable AISI 316L recubierto<br>con un depósito de $TiN_{0,75}$ de $\sim 3,6$ $\mu$ m de espesor.....                         | 115  |
| Tabla 22. Resultados de los ensayos de tracción de un acero inoxidable AISI 316L recubierto<br>con un depósito de $ZrN_{0,50}$ de $\sim 1,3$ $\mu$ m de espesor.....                         | 116  |
| Tabla 23. Resultados de los ensayos de tracción de un acero inoxidable AISI 316L recubierto<br>con un depósito de $ZrN_{0,60}$ de $\sim 2,6$ $\mu$ m de espesor.....                         | 117  |
| Tabla 24. Resultados de los ensayos de tracción de un acero inoxidable AISI 316L recubierto<br>con un depósito de $ZrN_{0,70}$ de $\sim 2,1$ $\mu$ m de espesor.....                         | 118  |
| Tabla 25. Variaciones de las propiedades estáticas correspondientes a los recubrimientos de<br>$TiN_x$ .....   | 119  |
| Tabla 26. Variaciones de las propiedades estáticas correspondientes a los recubrimientos de<br>$ZrN_y$ .....   | 120  |
| Tabla 27. Valores de esfuerzos en que fueron realizados los ensayos de fatiga al aire y fatiga<br>corrosión en las probetas de substratos sin y con recubrimiento de $TiN_x$ y $ZrN_y$ ..... | 127  |
| Tabla 28. Resultados de los ensayos de fatiga en la región de vida temporal de un acero<br>inoxidable 316L.....  | 128  |
| Tabla 29. Resultados de los ensayos de fatiga en la región de vida infinita en un acero<br>inoxidable 316L.....  | 128  |
| Tabla 30. Método de la escalera para determinar el límite de fatiga de un acero inoxidable<br>316L.....  | 129  |
| Tabla 31. Resultados de los ensayos para determinar la resistencia a la fatiga de un acero<br>inoxidable 316L recubierto con $TiN_{0,55}$ .....  | 130  |
| Tabla 32. Resultados de los ensayos para determinar el límite de fatiga de un acero inoxidable<br>316L recubierto con $TiN_{0,55}$ .....   | 130  |
| Tabla 33. Método de la escalera para determinar el límite de fatiga de un acero inoxidable<br>316L recubierto con $TiN_{0,55}$ .....   | 131  |

|  | Pág. |
|--|------|
| Tabla 34. Resultados de los ensayos para determinar la resistencia a la fatiga de un acero inoxidable 316L recubierto con $TiN_{0,65}$ ..... | 132  |
| Tabla 35. Resultados de los ensayos para determinar el límite de fatiga de un acero inoxidable 316L recubierto con $TiN_{0,65}$ .....        | 132  |
| Tabla 36. Método de la escalera para determinar el límite de fatiga de un acero inoxidable 316L recubierto con $TiN_{0,65}$ .....            | 133  |
| Tabla 37. Resultados de los ensayos para determinar la resistencia a la fatiga de un acero inoxidable 316L recubierto con $TiN_{0,75}$ ..... | 134  |
| Tabla 38. Resultados de los ensayos para determinar el límite de fatiga de un acero inoxidable 316L recubierto con $TiN_{0,75}$ .....        | 134  |
| Tabla 39. Método de la escalera para determinar el límite de fatiga de un acero inoxidable 316L recubierto con $TiN_{0,75}$ .....            | 135  |
| Tabla 40. Resultados de los ensayos para determinar la resistencia a la fatiga de un acero inoxidable 316L recubierto con $ZrN_{0,50}$ ..... | 136  |
| Tabla 41. Resultados de los ensayos para determinar el límite de fatiga de un acero inoxidable 316L recubierto con $ZrN_{0,50}$ .....        | 136  |
| Tabla 42. Método de la escalera para determinar el límite de fatiga de un acero inoxidable 316L recubierto con $ZrN_{0,50}$ .....            | 137  |
| Tabla 43. Resultados de los ensayos para determinar la resistencia a la fatiga de un acero inoxidable 316L recubierto con $ZrN_{0,60}$ ..... | 138  |
| Tabla 44. Resultados de los ensayos para determinar el límite de fatiga de un acero inoxidable 316L recubierto con $ZrN_{0,60}$ .....        | 138  |
| Tabla 45. Método de la escalera para determinar el límite de fatiga de un acero inoxidable 316L recubierto con $ZrN_{0,60}$ .....            | 139  |
| Tabla 46. Resultados de los ensayos para determinar la resistencia a la fatiga de un acero inoxidable 316L recubierto con $ZrN_{0,70}$ ..... | 140  |
| Tabla 47. Resultados de los ensayos para determinar el límite de fatiga de un acero inoxidable 316L recubierto con $ZrN_{0,70}$ .....        | 140  |
| Tabla 48. Método de la escalera para determinar el límite de fatiga de un acero inoxidable 316L recubierto con $ZrN_{0,70}$ .....            | 141  |
| Tabla 49. Resultados de los ensayos para determinar la resistencia a la fatiga-corrosión de un acero inoxidable 316L.....                    | 142  |

|   | Pág. |
|---|------|
| Tabla 50. Resultados de los ensayos para determinar la resistencia a la fatiga-corrosión de un acero inoxidable 316L recubierto con $TiN_{0,55}$ .....  | 143  |
| Tabla 51. Resultados de los ensayos para determinar la resistencia a la fatiga-corrosión de un acero inoxidable 316L recubierto con $TiN_{0,65}$ .....  | 144  |
| Tabla 52. Resultados de los ensayos para determinar la resistencia a la fatiga-corrosión de un acero inoxidable 316L recubierto con $TiN_{0,75}$ .....  | 145  |
| Tabla 53. Resultados de los ensayos para determinar la resistencia a la fatiga-corrosión de un acero inoxidable 316L recubierto con $ZrN_{0,50}$ .....  | 146  |
| Tabla 54. Resultados de los ensayos para determinar la resistencia a la fatiga-corrosión de un acero inoxidable 316L recubierto con $ZrN_{0,60}$ .....  | 147  |
| Tabla 55. Resultados de los ensayos para determinar la resistencia a la fatiga-corrosión de un acero inoxidable 316L recubierto con $ZrN_{0,70}$ .....  | 148  |
| Tabla 56. Ecuaciones de <b>Basquin</b> correspondientes a cada condición del material.....  | 149  |
| Tabla 57. Límites de fatiga y desviaciones estándar para cada condición del material.....   | 149  |
| Tabla 58. Incremento porcentual en la vida a la fatiga para cada condición del material recubierto.....   | 153  |
| Tabla 59. Incremento absoluto y porcentual en el límite de fatiga para cada condición del material recubierto.....  | 153  |
| Tabla 60. Ecuaciones de <b>Basquin</b> correspondientes a cada condición del material.....  | 158  |
| Tabla 61. Disminución porcentual en la vida a la fatiga para cada condición del material recubierto.....  | 159  |
| Tabla 62. Parámetros para la determinación de la resistencia mecánica de los distintos recubrimientos, conjuntamente con su dureza absoluta calculada a partir del modelo de Korsunsky et al. [1998]..... | 159  |

## ÍNDICE DE FIGURAS

|  | Pág. |
|--|------|
| Fig. 1. Resistencia a la fatiga vs ciclos a la fractura de los ceros AISI 1010 y 1045 sin y con recubrimientos autocatalíticos de Ni-P y sin y con PTT.....  | 8    |
| Fig. 2. Resistencia a la fatiga vs ciclos a la fractura de ceros AISI 1045 sin y con recubrimientos autocatalíticos de Ni-P de diferentes espesores y con PTT-1 y PTT-2 .....                                      | 11   |
| Fig. 3. Resistencia a la fatiga vs ciclos a la fractura de ceros AISI 4340, sin y con recubrimientos autocatalíticos de Ni-P y sin y con PTT.....  | 13   |
| Fig. 4. Resistencia a la fatiga vs ciclos a la fractura de ceros AISI 1045, sin y con recubrimientos autocatalíticos de Ni-P y sin y con PTT.....  | 14   |
| Fig. 5. Resistencia a la fatiga vs ciclos a la fractura de un acero AISI 4340 sin y con recubrimientos autocatalíticos de Ni-P y sin y con PTT.....  | 16   |
| Fig. 6. Resistencia a la fatiga vs ciclos a la fractura de un cero AISI 4140 sin y con entalla y sin y con recubrimientos autocatalíticos de Ni-P.....   | 18   |
| Fig. 7. Resistencia a la fatiga-corrosión vs ciclos a la fractura en una solución de agua al 3 % en peso de NaCl, de un cero AISI 1045 sin y con recubrimientos autocatalíticos de Ni-P y sin y con PTT.....       | 20   |
| Fig. 8. Resistencia a la fatiga-corrosión vs ciclos a la fractura en una solución de agua al 3 % en peso de NaCl, de un cero AISI 1045 sin y con entalla y sin y con recubrimiento autocatalítico de Ni-P.....     | 21   |
| Fig. 9. Resistencia a la fatiga-corrosión vs ciclos a la fractura en una solución de agua al 3 y 5 % en peso de NaCl, de un cero AISI 1045 sin y con entalla y sin y con recubrimiento autocatalítico de Ni-P..... | 23   |
| Fig. 10. Comportamiento a la fatiga de un acero D2 sin y con recubrimiento de TiN de 2 m de espesor obtenido por PVD (Saruky <i>et al.</i> [1989]).....  | 25   |
| Fig. 11. Límites de fatiga de substratos sin y con recubrimientos vs esfuerzos residuales en el substrato.....   | 26   |
| Fig. 12. Comportamiento a la fatiga de un acero D2 sin y con recubrimiento de TiN de 2 m de espesor obtenido por PVD (Hotta <i>et al.</i> [1994] y [1995]).....  | 30   |
| Fig. 13. Comportamiento a la fatiga de una aleación de Ti-6Al-4V sin y con recubrimientos de una capa de TiN y varias capas de TiN/Ti.....   | 32   |

|  | Pág. |
|--|------|
| Fig. 14. Comportamiento a la fatiga de una aleación de 42Cr Mo4 sin y con recubrimientos de W, WTiN, WTi y WN.....   | 35   |
| Fig. 15. Esquema del modelo propuesto por Ferreira et al [1997], sobre los posibles inicios de la grieta de fatiga y su propagación.....   | 36   |
| Fig. 16. Comportamiento a la fatiga de un acero AISI 1045 sin y con recubrimientos de TiN de espesores 3, 5 y 7 $\mu$ m.....   | 38   |
| Fig. 17. Comportamiento a la fatiga de un acero AISI 1045 sin y con recubrimientos de TiN, TiCN, CrN y CrCN de 3 $\mu$ m.....  | 41   |
| Fig. 18. Comportamiento a la fatiga de un acero AISI 1045 sin y con recubrimientos de TiN de diferentes espesores y varias capas de TiN/Ti de diferentes espesores.....  | 43   |
| Fig. 19. Esquema de la cámara de bombardeo iónico.....   | 48   |
| Fig. 20. Movimiento de los electrones en campos magnéticos y eléctricos, el campo eléctrico vertical ( $E$ ), y el campo magnético es perpendicular al plano del papel ( $B$ )..   | 51   |
| Fig. 21. Bombardeo iónico asistido con magneto.....  | 53   |
| Fig. 22. Sistema multimagnetron de campo cerrado.....  | 55   |
| Fig. 23. Velocidad de crecimiento en función del voltaje de polarización del sustrato para un recubrimiento de TiN depositado a 300 °C (Petrov <i>et al.</i> [1989]).....  | 56   |
| Fig. 24. Densidad de corriente de iones en función del voltaje de polarización del sustrato para un recubrimiento de TiN depositado a 300 °C (Petrov <i>et al.</i> [1989]).....  | 57   |
| Fig. 25. Flujo de ión a átomo de Ti en función del voltaje de polarización del sustrato para un recubrimiento de TiN depositado a 300 °C (Petrov <i>et al.</i> [1989]).....  | 57   |
| Fig. 26. Presión parcial de N <sub>2</sub> vs flujo de gas reactivo en una descarga de mezcla de Ar-N <sub>2</sub> bajo control de flujo de masa, a un potencial del blanco de 10 kW (Sproul and Tomashek [1987]).....               | 58   |
| Fig. 27. Velocidad de deposición vs comportamiento de histéresis del flujo para depósitos de TiN <sub>x</sub> , a un potencial del blanco de 10 kW, en una descarga de mezcla de Ar-N <sub>2</sub> (Sproul and Tomashek [1987])..... | 58   |
| Fig. 28. Microdureza (HV <sub>100</sub> ) vs velocidad de flujo del nitrógeno, para recubrimientos de TiN <sub>x</sub> (Münz y Hofmann [1983]).....  | 59   |

|  | Pág. |
|--|------|
| Fig. 29. Morfología y estructura de recubrimientos en función de la temperatura normalizada $T/T_m$ y la presión del gas en el bombardeo o energía de deposición por átomo; región 1) estructura porosa; T) zona de transición; 2) estructura columnar; 3) recristalización del material depositado; T (K) es la temperatura del sustrato; $T_m$ (K) es el punto de fusión del material..... | 60   |
| Fig. 30. Esquema de las probetas para ensayos de fatiga y fatiga-corrosión de acuerdo con las recomendaciones sugeridas por el manual de la máquina de ensayos de fatiga flexión rotativa.....   | 65   |
| Fig. 31. Esquema de las probetas para ensayos de tracción de acuerdo con las recomendadas sugeridas por la norma de la ASTM A 370.....   | 65   |
| Fig. 32. Esquema de las probetas planas tipo paralelepípedo.....   | 66   |
| Fig. 33. Esquema de las probetas planas tipo disco.....  | 66   |
| Fig. 34. Perfilómetro utilizado para determinar las rugosidades de las probetas y especímenes.....   | 68   |
| Fig. 35. Equipo de ensayo de calota esférica utilizada para determinar el espesor de los recubrimientos.....   | 72   |
| Fig. 36. Esquema de la medición de las distancias $D_{cr}$ y $D_{cs}$ en la técnica de la calota esférica.....   | 73   |
| Fig. 37. Fotografía de la máquina utilizada para realizar los ensayos de tracción. (A) detalle del montaje de las probetas.....  | 76   |
| Fig. 38. Máquina de ensayo de fatiga flexión rotativa.....   | 78   |
| Fig. 39. Microscopio electrónico de barrido.....   | 79   |
| Fig. 40. Perfiles de rugosidad: (a) probeta para ensayos de fatiga, (b) probeta para ensayos de tracción, (c) probeta tipo disco y (c) probeta tipo paralelepípedo.....  | 81   |
| Fig. 41. Perfil de composición química del recubrimiento de $TiN_{0,65}$ y parte del sustrato de acero inoxidable 316L.....  | 84   |
| Fig. 42. Perfil de composición química del recubrimiento de $ZrN_{0,50}$ y parte del sustrato de acero inoxidable 316L.....  | 85   |
| Fig. 43. Perfil de composición química del recubrimiento de $ZrN_{0,70}$ y parte del sustrato de acero inoxidable 316L.....  | 85   |
| Fig. 44. Fotomicrografías obtenidas por MEB, de huellas de indentaciones Vickers en el sustrato recubrimiento con $TiN_{0,65}$ a cargas aplicadas de: (a) 25 g; (b) 10 g; (c) 5 g. ....  | 97   |

|  |     |
|--|-----|
| Fig. 45. Fotomicrografías obtenidas por MEB, de huellas de indentaciones Vickers en el sustrato recubrimiento con $ZrN_{0,70}$ a carga aplicada de: (a) 25 g; (b) 10 g; (c) 5 g....  | 98  |
| Fig. 46. Cambio de la microdureza en función del tamaño de la diagonal de la huella, de acuerdo al modelo de Jönsson and Hogmark [1984]: (a) $TiN_{0,55}$ ; (b) $TiN_{0,65}$ ; (c) $TiN_{0,75}$ ; (d) $ZrN_{0,60}$ .....                   | 101 |
| Fig. 47. Cambio de la microdureza en función del tamaño de la diagonal de la huella, de acuerdo al modelo de Chicot and Lessage [1995]: (a) $TiN_{0,55}$ ; (b) $TiN_{0,65}$ ; (c) $TiN_{0,75}$ ; (d) $ZrN_{0,60}$ .....                    | 102 |
| Fig. 48. Cambio de la microdureza en función del tamaño de la diagonal de la huella, de acuerdo al modelo de Korsunsky <i>et al.</i> [1998]: (a) $TiN_{0,55}$ ; (b) $TiN_{0,65}$ ; (c) $TiN_{0,75}$ ; (d) $ZrN_{0,60}$ .....               | 103 |
| Fig. 49. Comparación entre los valores medidos experimentalmente y los calculados a través del modelo de Jönsson and Hogmark [1984] para los recubrimientos de $TiN_x$ y $ZrN_{0,60}$ depositados sobre un sustrato de acero 316L.....     | 104 |
| Fig. 50. Comparación entre los valores medidos experimentalmente y los calculados a través del modelo de Chicot and Lessage [1995] para los recubrimientos de $TiN_x$ y $ZrN_{0,60}$ depositados sobre un sustrato de acero 316L.....      | 105 |
| Fig. 51. Comparación entre los valores medidos experimentalmente y los calculados a través del modelo de Korsunsky <i>et al.</i> [1998] para los recubrimientos de $TiN_x$ y $ZrN_{0,60}$ depositados sobre un sustrato de acero 316L..... | 106 |
| Fig. 52. Curvas corregidas de esfuerzo real vs deformación real de un acero inoxidable AISI 316L.....  | 112 |
| Fig. 53. Curvas corregidas de esfuerzo real vs deformación real de un acero inoxidable AISI 316L recubierto con un depósito de $TiN_{0,55}$ de $\sim 3,0$ $\mu m$ de espesor.....  | 113 |
| Fig. 54. Curvas corregidas de esfuerzo real vs deformación real de un acero inoxidable AISI 316L recubierto con un depósito de $TiN_{0,65}$ de $\sim 3,5$ $\mu m$ de espesor.....  | 114 |
| Fig. 55. Curvas corregidas de esfuerzo real vs deformación real de un acero inoxidable AISI 316L recubierto con un depósito de $TiN_{0,75}$ de $\sim 3,6$ $\mu m$ de espesor.....  | 115 |
| Fig. 56. Curvas corregidas de esfuerzo real vs deformación real de un acero inoxidable AISI 316L recubierto con un depósito de $ZrN_{0,50}$ de $\sim 1,3$ $\mu m$ de espesor.....  | 116 |
| Fig. 57. Curvas corregidas de esfuerzo real vs deformación real de un acero inoxidable AISI 316L recubierto con un depósito de $ZrN_{0,60}$ de $\sim 2,6$ $\mu m$ de espesor.....  | 117 |

|  |     |
|--|-----|
| Fig. 58. Curvas corregidas de esfuerzo real vs deformación real de un acero inoxidable AISI 316L recubierto con un depósito de $ZrN_{0,70}$ de $\sim 2,1$ $\mu$ m de espesor.....  | 118 |
| Fig. 59. Variaciones de las propiedades estáticas vs estequiometría de los recubrimientos de $TiN_x$ .....   | 119 |
| Fig. 60. Variaciones de propiedades a estáticas vs estequiometría de los recubrimientos de $ZrN_y$ .....   | 120 |
| Fig. 61. Fotomicrografías obtenidas por MEB de probetas de acero 316L recubiertas con $TiN_x$ , ensayadas a tracción: (a) Vista general de la falla por tracción para una probeta recubierta con $TiN_{0,75}$ , (b) Vista del recubrimiento de $TiN_{0,55}$ , detalle A, (c) Vista del recubrimiento de $TiN_{0,65}$ , (d) Vista del recubrimiento de $TiN_{0,75}$ , adyacentes a los microhoyuelos..... | 123 |
| Fig. 62. Fotomicrografías obtenidas por MEB de probetas de acero 316L recubiertas con $ZrN_y$ , ensayadas a tracción: (a) Vista general de la falla por tracción para una probeta recubierta con $ZrN_{0,50}$ , (b) Vista del recubrimiento de $ZrN_{0,50}$ , detalle A, (c) Vista del recubrimiento de $ZrN_{0,60}$ , (d) Vista del recubrimiento de $ZrN_{0,70}$ , adyacentes a los microhoyuelos..... | 124 |
| Fig. 63. Log del esfuerzo vs Log de ciclos de un acero inoxidable 316L.....  | 129 |
| Fig. 64. Log del esfuerzo vs Log de ciclos de un acero inoxidable 316L recubierto con $TiN_{0,55}$ .....   | 131 |
| Fig. 65. Log del esfuerzo vs Log de ciclos de un acero inoxidable 316L recubierto con $TiN_{0,65}$ .....   | 133 |
| Fig. 66. Log del esfuerzo vs Log de ciclos de un acero inoxidable 316L recubierto con $TiN_{0,75}$ .....   | 135 |
| Fig. 67. Log del esfuerzo vs Log de ciclos de un acero inoxidable 316L recubierto con $ZrN_{0,50}$ .....   | 137 |
| Fig. 68. Log del esfuerzo vs Log de ciclos de un acero inoxidable 316L recubierto con $ZrN_{0,60}$ .....   | 139 |
| Fig. 69. Log del esfuerzo vs Log de ciclos de un acero inoxidable 316L recubierto con $ZrN_{0,70}$ .....   | 141 |
| Fig. 70. Log del esfuerzo vs Log de ciclos a la fractura en un medio corrosivo de 3 % en peso de NaCl, de un acero inoxidable 316L (substrato).....  | 142 |
| Fig. 71. Log del esfuerzo vs Log de ciclos a la fractura en un medio corrosivo de 3 % en peso de NaCl, de un acero inoxidable 316L recubierto con $TiN_{0,55}$ .....   | 143 |

|  |     |
|--|-----|
| Fig. 72. Log del esfuerzo vs Log de ciclos a la fractura en un medio corrosivo de 3 % en peso de NaCl, de un acero inoxidable 316L recubierto con $TiN_{0,65}$ .....             | 144 |
| Fig. 73. Log del esfuerzo vs Log de ciclos a la fractura en un medio corrosivo de 3 % en peso de NaCl, de un acero inoxidable 316L recubierto con $TiN_{0,75}$ .....             | 145 |
| Fig. 74. Log del esfuerzo vs Log de ciclos a la fractura en un medio corrosivo de 3 % en peso de NaCl, de un acero inoxidable 316L recubierto con $ZrN_{0,50}$ .....             | 146 |
| Fig. 75. Log del esfuerzo vs Log de ciclos a la fractura en un medio corrosivo de 3 % en peso de NaCl, de un acero inoxidable 316L recubierto con $ZrN_{0,60}$ .....             | 147 |
| Fig. 76. Log del esfuerzo vs Log de ciclos a la fractura en una solución corrosiva al 3 % en peso de NaCl, de un acero inoxidable 316L recubierto con $ZrN_{0,70}$ .....         | 148 |
| Fig. 77. Log del esfuerzo vs Log de ciclos de un acero inoxidable austenítico 316L sin y con recubrimiento de $TiN_x$ .....  | 150 |
| Fig. 78. Log del esfuerzo vs Log de ciclos de un acero inoxidable austenítico 316L sin y con recubrimiento de $ZrN_y$ .....  | 150 |
| Fig. 79. Log del esfuerzo vs Log de ciclos a la fractura en una solución corrosiva al 3 % en peso de NaCl, de un acero inoxidable 316L sin y con recubrimientos de $TiN_x$ ..... | 151 |
| Fig. 80. Log del esfuerzo vs Log de ciclos a la fractura en una solución corrosiva al 3 % en peso de NaCl, de un acero inoxidable 316L sin y con recubrimientos de $ZrN_y$ ..... | 151 |
| Fig. 81. Resistencia a la fatiga de un acero 316L ensayado a fatiga al aire y en una solución corrosiva al 3 % en peso de NaCl.....  | 155 |
| Fig. 82. Resistencia a la fatiga de un acero 316L recubierto con $TiN_{0,55}$ ensayado a fatiga al aire y en una solución corrosiva al 3 % en peso de NaCl.....                  | 155 |
| Fig. 83. Resistencia a la fatiga de un acero 316L recubierto con $TiN_{0,65}$ ensayado a fatiga al aire y en una solución corrosiva al 3 % en peso de NaCl.....                  | 156 |
| Fig. 84. Resistencia a la fatiga de un acero 316L recubierto con $TiN_{0,75}$ ensayado a fatiga al aire y en una solución corrosiva al 3 % en peso de NaCl.....                  | 156 |
| Fig. 85. Resistencia a la fatiga de un acero 316L recubierto con $ZrN_{0,50}$ ensayado a fatiga al aire y en un medio corrosivo de 3 % en peso de NaCl.....                      | 157 |
| Fig. 86. Resistencia a la fatiga de un acero 316L recubierto con $ZrN_{0,60}$ ensayado a fatiga al aire y en una solución corrosiva al 3 % en peso de NaCl.....                  | 157 |
| Fig. 87. Resistencia a la fatiga de un acero 316L recubierto con $ZrN_{0,70}$ ensayado a fatiga al aire y en una solución corrosiva al 3 % en peso de NaCl.....                  | 158 |

- Fig. 88. Fotomicrografías obtenidas por MEB de una probeta de acero 316L recubierta con  $\text{TiN}_{0,55}$ , la cual ha sido ensayada a fatiga al aire a 460 MPa: (a) Vista general de la superficie de fractura; (b) Inicio y propagación de la grieta de fatiga; (c) Inicio de la grieta de fatiga (d) Detalle B, Fig. 88c, del inicio de la grieta de fatiga; (e) Detalle C, Fig. 88d, del recubrimiento; (f) Vista de la pared lateral de la probeta adyacente al inicio de la grieta de fatiga.....162
- Fig. 89. Montaje de fotomicrografías obtenidas por MEB, del inicio de la grieta de fatiga en una de las probetas de acero inoxidable 316L recubierta con  $\text{TiN}_{0,55}$ , la cual ha sido ensayada a fatiga al aire a 460 MPa (detalle A de Fig. 88b).....163
- Fig. 90. Fotomicrografías obtenidas por MEB de una probeta de acero 316L recubierta con  $\text{TiN}_{0,55}$ , la cual ha sido ensayada a fatiga al aire a 490 MPa: (a) Vista general de la superficie de fractura; (b) Inicio y propagación de la grieta de fatiga; (c) Vista de la pared lateral de la probeta adyacente al inicio de la grieta de fatiga; (d) Detalle A, Fig. 90c, del inicio y propagación de la grieta de fatiga; (e) Detalle B, Fig. 90d, del inicio de la grieta de fatiga y la pared lateral de la probeta; (f) Detalle C, Fig. 90e, del recubrimiento.....164
- Fig. 91. Fotomicrografías obtenidas por MEB de una probeta de acero 316L recubierto con  $\text{TiN}_{0,65}$ , la cual ha sido ensayada a fatiga al aire a 460 MPa: (a) Vista general de la superficie de fractura; (b) Inicio y propagación de la grieta de fatiga; (c) Inicio de la grieta de fatiga y vista de la pared lateral de la probeta; (d) Detalle B, Fig. 91c, del inicio de la grieta de fatiga.....165
- Fig. 92. Montaje de fotomicrografías obtenidas por MEB, del inicio de la grieta de fatiga en una de las probetas de acero inoxidable 316L recubierta con  $\text{TiN}_{0,65}$ , la cual ha sido ensayada a fatiga al aire a 460 MPa (detalle A de Fig. 91b).....166
- Fig. 93. Fotomicrografías obtenidas por MEB de una probeta de acero 316L recubierto con  $\text{TiN}_{0,65}$ , la cual ha sido ensayada a fatiga al aire a 490 MPa: (a) Vista general de la superficie de fractura; (b) inicio y propagación de la grieta; (c) inicio de la grieta de fatiga y vista de la pared lateral de la probeta; (d) Detalle A, Fig. 93c, del inicio de la grieta de fatiga; (e) Detalle B, Fig. 93c, de una región adyacente al inicio de la grieta de fatiga; (f) Detalle C, Fig. 93e, del recubrimiento.....167

- Fig. 94. Fotomicrografías obtenidas por MEB de una probeta de acero 316L recubierto con  $\text{TiN}_{0,75}$ , la cual ha sido ensayada a fatiga al aire a 470 MPa: (a) Vista general de la superficie de fractura; (b) inicio y propagación de la grieta de fatiga; (c) Pared lateral de la probeta, adyacente al inicio de la grieta de fatiga; (d) Detalle B, Fig. 94c, del inicio de la grieta de fatiga; (e) Detalle C, Fig. 94d, del inicio de la grieta de fatiga; (f) Detalle D, Fig. 94e, del recubrimiento.....168
- Fig. 95. Montaje de fotomicrografías obtenidas por MEB, del inicio de la grieta de fatiga en una de las probetas de acero inoxidable 316L recubierta con  $\text{TiN}_{0,75}$ , la cual ha sido ensayada a fatiga al aire a 470 MPa (detalle A de Fig. 94b).....169
- Fig. 96. Fotomicrografías obtenidas por MEB de una probeta de acero 316L recubierto con  $\text{TiN}_{0,75}$ , la cual ha sido ensayada a fatiga al aire a 500 MPa: (a) Vista general de la superficie de fractura; (b) Inicio y propagación de la grieta de fatiga; (c) Detalle A, Fig. 96b, del inicio de la grieta de fatiga; (d) Detalle B, Fig. 96c, de una región del inicio de la grieta de fatiga; (e) Detalle C, Fig. 96d, del recubrimiento.....170
- Fig. 97. Fotomicrografías obtenidas por MEB de una probeta de acero 316L recubierta con  $\text{TiN}_{0,55}$ , la cual ha sido ensayada a fatiga en un medio de 3 % en peso de NaCl a 460 MPa: (a) Vista general de la superficie de fractura; (b) Inicio y propagación de la grieta por fatiga; (c) Inicio de la grieta por fatiga (d) Detalle B, Fig. 97c, del inicio de la grieta por fatiga; (e) Detalle C, Fig. 97d, del recubrimiento; (f) Detalle D, Fig. 97d, del recubrimiento.....171
- Fig. 98. Montaje de fotomicrografías obtenidas por MEB, del inicio de la grieta por fatiga en una de las probetas de acero inoxidable 316L recubierta con  $\text{TiN}_{0,55}$ , la cual ha sido ensayada a fatiga en un medio de 3 % en peso de NaCl a 460 MPa (detalle A de Fig. 97b).....172
- Fig. 99. Fotomicrografías obtenidas por MEB de una probeta de acero 316L recubierta con  $\text{TiN}_{0,55}$ , la cual ha sido ensayada a fatiga en un medio de 3 % en peso de NaCl a 490 MPa: (a) Vista general de la superficie de fractura; (b) Inicio y propagación de la grieta por fatiga, (c) Inicio de la grieta por fatiga. (d) Detalle A, Fig. 99c, del inicio de la grieta por fatiga; (e) Detalle B, Fig. 99d, de las grietas en la pared de la probeta; (f) Detalle C, Fig. 99d, del recubrimiento.....173

- Fig. 100. Fotomicrografías obtenidas por MEB de una probeta de acero 316L recubierta con  $\text{TiN}_{0,65}$ , la cual ha sido ensayada a fatiga en un medio de 3 % en peso de NaCl a 460 MPa: (a) Vista general de la superficie de fractura; (b) Inicio y propagación de la grieta por fatiga, (c) Inicio de la grieta por fatiga. (d) Detalle B, Fig. 100c, del inicio de la grieta por fatiga; (e) Detalle C, Fig. 100c, de las grietas en la pared de la probeta; (f) Detalle D, Fig. 100d, del recubrimiento.....174
- Fig. 101. Montaje de fotomicrografías obtenidas por MEB, del inicio de la grieta por fatiga en una de las probetas de acero inoxidable 316L recubierta con  $\text{TiN}_{0,65}$ , la cual ha sido ensayada a fatiga en un medio de 3 % en peso de NaCl a 460 MPa (detalle A de Fig. 100b).....175
- Fig. 102. Fotomicrografías obtenidas por MEB de una probeta de acero 316L recubierto con  $\text{TiN}_{0,65}$ , la cual ha sido ensayada a fatiga en un medio de 3 % en peso de NaCl a 490 MPa: (a) Vista general de la superficie de fractura; (b) Inicio y propagación de la grieta por fatiga; (c) Inicio y propagación de la grieta por fatiga; (d) Detalle A, Fig. 102c, del recubrimiento.....176
- Fig. 103. Fotomicrografías obtenidas por MEB de una probeta de acero 316L recubierto con  $\text{TiN}_{0,75}$ , la cual ha sido ensayada a fatiga en un medio de 3 % en peso de NaCl a 460 MPa: (a) Vista general de la superficie de fractura; (b) inicio y propagación de la grieta; (c) inicio de la grieta por fatiga y vista de la pared lateral de la probeta; (d) Detalle B, Fig. 103e, del recubrimiento.....177
- Fig. 104. Montaje de fotomicrografías obtenidas por MEB, del inicio de la grieta por fatiga en una de las probetas de acero inoxidable 316L recubierta con  $\text{TiN}_{0,75}$ , la cual ha sido ensayada a fatiga en un medio de 3 % en peso de NaCl a 460 MPa (detalle A de Fig. 102b).....178
- Fig. 105. Fotomicrografías obtenidas por MEB de una probeta de acero 316L recubierto con  $\text{TiN}_{0,75}$ , la cual ha sido ensayada a fatiga en un medio al 3 % en peso de NaCl a 490 MPa: (a) Vista general de la superficie de fractura; (b) inicio y propagación de la grieta por fatiga; (c) Pared lateral de la probeta, adyacente al inicio de la grieta por fatiga; (d) Detalle A, Fig. 105c, del inicio de la grieta por fatiga; (e) Detalle B, Fig. 105c, del inicio de la grieta por fatiga; (f) Detalle C, Fig. 105e, del recubrimiento..... 179

- Fig. 106. Fotomicrografías obtenidas por MEB de una probeta de acero 316L recubierta con  $ZrN_{0.50}$  la cual ha sido ensayada a fatiga al aire a 450 MPa: (a) Vista general de la superficie de fractura; (b) Inicio y propagación de la grieta por fatiga; (c) Inicio de la grieta por fatiga (d) Detalle B, Fig. 106c, del inicio de la grieta por fatiga; (e) Detalle C, Fig. 106d, del recubrimiento; (f) Detalle D, Fig. 106d, vista de la pared lateral de la probeta adyacente al inicio de la grieta por fatiga.....180
- Fig. 107. Fotomicrografías obtenidas por MEB de una probeta de acero 316L recubierta con  $ZrN_{0.50}$  la cual ha sido ensayada a fatiga al aire a 480 MPa: (a) Vista general de la superficie de fractura; (b) Inicio y propagación de la grieta por fatiga; (c) Vista de la pared lateral de la probeta adyacente al inicio de la grieta por fatiga; (d) Detalle B, Fig. 107c, del inicio y propagación de la grieta por fatiga; (e) Detalle C, Fig. 107d, del inicio de la grieta por fatiga y la pared lateral de la probeta; (f) Detalle D, Fig. 107e, del recubrimiento.....181
- Fig. 108. Montaje de fotomicrografías obtenidas por MEB, del inicio de la grieta por fatiga en una de las probetas de acero inoxidable 316L recubierta con  $ZrN_{0.50}$  la cual han sido ensayadas a fatiga al aire a: (a) 450 MPa (detalle A de Fig. 106b) y (b) 480 MPa (detalle A de Fig. 107b).....182
- Fig. 109. Fotomicrografías obtenidas por MEB de una probeta de acero 316L recubierta con  $ZrN_{0.60}$  la cual ha sido ensayada a fatiga al aire a 460 MPa: (a) Vista general de la superficie de fractura; (b) Inicio y propagación de la grieta por fatiga; (c) Vista de la pared lateral de la probeta adyacente al inicio de la grieta por fatiga; (d) Detalle B, Fig. 109c, del inicio y propagación de la grieta por fatiga; (e) Detalle C, Fig. 109d, del inicio de la grieta por fatiga y la pared lateral de la probeta; (f) Detalle D, Fig. 109e, del recubrimiento.....183
- Fig. 110. Fig. 110. Montaje de fotomicrografías obtenidas por MEB, del inicio de la grieta por fatiga en una de las probetas de acero inoxidable 316L recubierta con  $ZrN_{0.60}$  la cual ha sido ensayada a fatiga al aire a 460 MPa (detalle A de Fig. 109b).....184
- Fig. 111. Fotomicrografías obtenidas por MEB de una probeta de acero 316L recubierto con  $ZrN_{0.60}$  la cual ha sido ensayada a fatiga al aire a 490 MPa: (a) Vista general de la superficie de fractura; (b) inicio y propagación de la grieta; (c) inicio de la grieta por fatiga y vista de la pared lateral de la probeta; (d) Detalle A, Fig. 111c, del inicio de la grieta por fatiga; (e) Detalle B, Fig. 111d, del recubrimiento; (f) Vista de la pared lateral de la probeta.....185

- Fig. 112. Fotomicrografías obtenidas por MEB de una probeta de acero 316L recubierto con  $ZrN_{0.70}$  la cual ha sido ensayada a fatiga al aire a 460 MPa: (a) Vista general de la superficie de fractura; (b) Inicio y propagación de la grieta por fatiga; (c) Pared lateral de la probeta, adyacente al inicio de la grieta por fatiga; (d) Detalle B, Fig. 112c, del inicio de la grieta por fatiga; (e) Detalle C, Fig. 112d, del inicio de la grieta por fatiga; (f) Detalle D, Fig. 112d, del recubrimiento.....186
- Fig. 113. Montaje de fotomicrografías obtenidas por MEB, del inicio de la grieta por fatiga en una de las probetas de acero inoxidable 316L recubierta con  $ZrN_{0.70}$  de  $\sim 3$  m de espesor mediante bombardeo iónico (PVD), la cual ha sido ensayada a fatiga al aire a 460 MPa (detalle A de Fig. 112b).....187
- Fig. 114. Fotomicrografías obtenidas por MEB de una probeta de acero 316L recubierto con  $ZrN_{0.70}$  la cual ha sido ensayada a fatiga al aire a 490 MPa: (a) Vista general de la superficie de fractura; (b) Inicio y propagación de la grieta por fatiga; (c) Inicio de la grieta por fatiga; (d) Detalle A, Fig. 114c, de una región del inicio de la grieta por fatiga; (e) Detalle B, Fig. 114d, del recubrimiento; (f) vista de la pared lateral de la probeta próxima al inicio de la grieta de fatiga.....188
- Fig. 115. Fotomicrografías obtenidas por MEB de una probeta de acero 316L recubierta con  $ZrN_{0.50}$  la cual ha sido ensayada a fatiga en un medio al 3 % en peso de NaCl a 460 MPa: (a) Vista general de la superficie de fractura; (b) Inicio y propagación de la grieta de fatiga; (c) Detalle A, Fig. 115b, del inicio de la grieta de fatiga; (d) Detalle B, Fig. 115c, de la pared lateral de la probeta adyacente al inicio de la grieta de fatiga; (e) Detalle C, Fig. 115d, del recubrimiento.....189
- Fig. 116. Fotomicrografías obtenidas por MEB de una probeta de acero 316L recubierta con  $ZrN_{0.50}$  la cual ha sido ensayada a fatiga en un medio al 3 % en peso de NaCl a 490 MPa: (a) Vista general de la superficie de fractura; (b) Inicio y propagación de la grieta de fatiga, (c) Inicio de la grieta de fatiga; (d) Detalle A, Fig. 116c, del inicio de la grieta de fatiga; (e) Detalle B, Fig. 116d, de la zona de inicio de la grieta de fatiga; (f) Detalle C, Fig. 116d, de la zona de inicio de la grieta de fatiga.....190

- Fig. 117. Fotomicrografías obtenidas por MEB de una probeta de acero 316L recubierta con  $ZrN_{0,60}$  la cual ha sido ensayada a fatiga en un medio al 3 % en peso de NaCl a 460 MPa: (a) Vista general de la superficie de fractura; (b) Inicio y propagación de la grieta de fatiga, (c) Inicio de la grieta de fatiga; (d) Detalle B, Fig. 117c, del inicio de la grieta de fatiga; (e) Detalle C, Fig. 117d, de la pared de la probeta; (f) Detalle D, Fig. 117e, del recubrimiento.....191
- Fig. 118. Montaje de fotomicrografías obtenidas por MEB, del inicio de la grieta de fatiga en una de las probetas de acero inoxidable 316L recubierta con  $ZrN_{0,60}$  la cual ha sido ensayada a fatiga en un medio al 3 % en peso de NaCl a 460 MPa (detalle A de Fig. 117b).....192
- Fig. 119. Fotomicrografías obtenidas por MEB de una probeta de acero 316L recubierto con  $ZrN_{0,60}$  la cual ha sido ensayada a fatiga en un medio al 3 % en peso de NaCl a 490 MPa: (a) Vista general de la superficie de fractura; (b) Vista de planta del inicio y propagación de la grieta de fatiga; (c) Inicio y propagación de la grieta de fatiga; (d) Detalle A, Fig. 119c, del inicio de la grieta de fatiga; (e) Detalle B, Fig. 119d, de la pared de la probeta; (f) Detalle C, Fig. 119e, del recubrimiento.....193
- Fig. 120. Fotomicrografías obtenidas por MEB de una probeta de acero 316L recubierta con  $ZrN_{0,70}$  la cual ha sido ensayada a fatiga en un medio al 3 % en peso de NaCl a 460 MPa: (a) Vista general de la superficie de fractura; (b) Vista en planta del inicio y propagación de la grieta de fatiga; (c) Inicio de la grieta de fatiga y vista de la pared lateral de la probeta; (d) Detalle A, Fig. 120c, del inicio de la grieta; (e) Detalle B, Fig. 120d, del recubrimiento y la pared lateral de la probeta.....194
- Fig. 121. Fotomicrografías obtenidas por MEB de una probeta de acero 316L recubierta con  $ZrN_{0,70}$  la cual ha sido ensayada a fatiga en un medio al 3 % en peso de NaCl a 490 MPa: (a) Vista general de la superficie de fractura; (b) Vista en planta del inicio y propagación de la grieta de fatiga; (c) Pared lateral de la probeta, adyacente al inicio de la grieta de fatiga; (d) Detalle A, Fig. 121c, del inicio de la grieta de fatiga; (e) Detalle B, Fig. 121d, del inicio de la grieta de fatiga; (f) Detalle C, Fig. 121e, de la pared lateral de la probeta adyacente al inicio de la grieta por fatiga.....195
- Fig. 122. Fotomicrografías de probetas que fallaron por fatiga y preparadas longitudinalmente: (a)  $TiN_{0,65}$  ensayada a 460 MPa, (b)  $TiN_{0,75}$  ensayada a 460 MPa.....196
- Fig. 123. Fotomicrografías de una probetas que falló por fatiga en un medio al 3 % en peso de NaCl y preparada longitudinalmente: (a y b)  $ZrN_{0,60}$  ensayada a 490 MPa.....197

|  |     |
|--|-----|
| Fig. 124. Dependencia de la resistencia mecánica de los compuestos de $TiN_x$ y $ZrN_y$ , de su dureza. Adicional mente se ilustra la relación ideal para metales y aleaciones.....  | 213 |
| Fig. 125. % de incremento de la vida a la Fatiga al aire en función del esfuerzo alternante para los compuestos de $TiN_x$ .....   | 215 |
| Fig. 126. % de incremento de la vida a la fatiga al aire en función del esfuerzo alternante para los compuestos de $ZrN_y$ .....   | 216 |
| Fig. 127. % de incremento de la vida a la fatiga-corrosión en función del esfuerzo alternante para los compuestos de $TiN_x$ .....   | 219 |
| Fig. 128. % de incremento de la vida a la fatiga-corrosión en función del esfuerzo alternante para los compuestos de $ZrN_y$ .....   | 220 |
| Fig. 129. Fotomicrografía de la misma sección presentada en la Figura 123b. La muestra fue levemente inclinada y rotada en el microscopio para demostrar que todas las grietas progresan desde el recubrimiento hacia el sustrato..... | 226 |

## LISTA DE SÍMBOLOS

- $A_0$  Área inicial de la sección transversal de las probetas de ensayo de tracción
- $A_f$  Área final de la sección transversal de las probetas de ensayo de tracción
- $A_R$  Área del recubrimiento que soporta la carga aplicada
- $A_S$  Área del sustrato que soporta la carga aplicada
- $b$  Parámetro del material que caracteriza el cambio en la carga aplicada
- $B$  Campo magnético
- BI Bombardeo iónico
- $c$  Distancia desde la superficie de la probeta hasta el eje neutro de carga ( $c = d_0/2$ )
- $C$  Constante de la expresión polinómica
- CVD Deposición química en fase vapor
- $d$  Diagonal de la huella
- $D_{cs}$  Diámetro del cráter en el sustrato.
- $D_{cr}$  Diámetro del cráter en el recubrimiento.
- $d_0$  Diámetro inicial de la sección de ensayo de las probetas de fatiga y tracción
- $d_f$  Diámetro final de la sección de ensayo de las probetas de tracción
- DE Desviación estándar
- $E$  Módulo de elasticidad
- $E_c$  Energía cinética
- EDS Espectroscopia por dispersión de energía
- FATR Fracción de área transversal del recubrimiento
- $F_i$  Carga aplicada
- $F_m$  Fuerza magnética
- $h$  Profundidad de la indentación
- $H$  Dureza del material
- $H_C$  Dureza del conjunto recubrimiento-sustrato
- $H_C^{exp}$  Dureza del conjunto recubrimiento-sustrato experimental
- $H_C^{pred}$  Dureza del conjunto recubrimiento-sustrato predica por el modelo
- $H_0$  Dureza intrínseca del material

- $H_{0R}$  Dureza intrínseca del recubrimiento
- $H_{0S}$  Dureza intrínseca del sustrato
- $H_R$  Dureza del recubrimiento
- $H_S$  Dureza del sustrato
- $I$  Momento polar de inercia
- $k$  Parámetro del material
- $K_{exp}$  Rigidez experimental
- KHN Número de dureza Knoop
- $K_{pro}$  Rigidez de la probeta
- $L_0$  Longitud inicial de la sección de ensayo de las probetas de tracción
- $m$  Masa de la partícula
- $M$  Momento flector
- $N$  Ciclos
- $N_f$  Ciclos a la fractura
- $P$  Carga aplicada
- PTT Post-tratamiento térmico
- PTT-1 Post-tratamiento térmico a 473 K durante 60 min
- PTT-2 Post-tratamiento térmico escalonado a 473 K durante 60 min más a 673 K durante 60 min
- PVD Deposición física en fase vapor
- $q$  Carga de la partícula
- $r$  Radio de la trayectoria de la órbita
- $r_a$  Radio de acuerdo entre las secciones de ensayo y agarre de la probeta
- $R$  Relación de esfuerzos
- $R_a$  Rugosidad
- $R_b$  Radio de la bola
- RF Radio frecuencia
- $R^2$  Coeficiente de correlación
- $S$  Esfuerzo nominal, Resistencia a la fatiga
- $S_{lf}$  Límite de fatiga
- $S_0$  Esfuerzo más bajo del evento menos frecuente

|               |  |
|---------------|--|
| $S_r$         | Esfuerzo residual  |
| SS            | Acero inoxidable   |
| $S_u$         | Resistencia a la tracción  |
| $t$           | Espesor del recubrimiento  |
| $V$           | Velocidad  |
| $v_{EXB}$     | Velocidad media de arrastre  |
| VR            | Variación relativa   |
| VHN           | Número de dureza Vickers   |
| $w$           | Frecuencia media del ciclotrón   |
|               | Parámetro del material que indica la contribución individual del recubrimiento |
|               | Parámetro del material que indica la contribución individual del sustrato      |
| $u$           | Deformación real a carga máxima  |
| $L_{exp}$     | Alargamiento experimental de la probeta y la máquina                           |
| $L_i$         | Alargamiento de la probeta sin corrección                                      |
| $(L_i)_{cor}$ | Alargamiento de la probeta corregido   |
| $L_{máq}$     | Alargamiento de los elementos elásticos de la máquina                          |
| $L_{pro}$     | Alargamiento de la probeta   |
| 0,2%          | Esfuerzo de fluencia   |
| máx           | Esfuerzo máximo  |
| mín           | Esfuerzo mínimo  |
| $u$           | Esfuerzo real a carga máxima   |
|               | Semi-ángulo del indentador   |
|               | Longitud de onda de radiación  |
|               | Diferencias cuadradas  |

## RESUMEN

Se ha realizado una investigación con la finalidad de determinar la influencia de los recubrimientos de  $\text{TiN}_{0,55}$ ,  $\text{TiN}_{0,65}$  y  $\text{TiN}_{0,75}$  ( $\text{TiN}_x$ ), y  $\text{ZrN}_{0,50}$ ,  $\text{ZrN}_{0,60}$  y  $\text{ZrN}_{0,70}$  ( $\text{ZrN}_y$ ), depositados en un acero inoxidable austenítico AISI 316L, obtenidos por deposición física en fase vapor (PVD) empleando un sistema de bombardeo iónico mediante un magnetron desbalanceado de campo cerrado, sobre el comportamiento a la fatiga al aire y fatiga-corrosión en condiciones de flexión rotativa. Los espesores de los recubrimientos de  $\text{TiN}_x$  fueron  $\sim 3,0$ ,  $3,5$  y  $3,6$   $\mu\text{m}$ , respectivamente, y los de  $\text{ZrN}_y$  de  $\sim 1,3$ ,  $2,6$  y  $2,1$   $\mu\text{m}$ , respectivamente. Los recubrimientos de  $\text{TiN}_{0,65}$ ,  $\text{ZrN}_{0,50}$  y  $\text{ZrN}_{0,70}$  presentan esfuerzos residuales de  $-5704 \pm 377$ ,  $-2205 \pm 946$  y  $-1502 \pm 773$  MPa, respectivamente.

Se obtuvo, principalmente, incrementos en el esfuerzo de fluencia entre  $5,3$  y  $10,3$  % en los conjuntos sustratos + recubrimiento de  $\text{TiN}_x$  y  $\text{ZrN}_y$  en comparación con lo obtenido del sustrato, de límites de fatiga entre  $27 - 44$  MPa, de vida a la fatiga al aire de  $514 - 1748$  %, de vida a la fatiga en un medio al  $3$  % en peso de NaCl entre  $201 - 701$  %. Los incrementos en el comportamiento a la fatiga al aire y fatiga corrosión pueden estar asociados a las mejores propiedades mecánicas del recubrimiento y a la mayor resistencia a la corrosión de los mismos con respecto al sustrato; esfuerzos residuales de compresión y a la aparente buena adhesión al sustrato.

Mediante estudios fractográficos se concluyó que las grietas de fatiga en los materiales recubiertos tienen generalmente una única zona de origen, que tuvo su inicio en la superficie del recubrimiento y que se transfirió al sustrato; la adhesión de esos recubrimientos al sustrato es buena, ya que en probetas ensayadas a tracción el recubrimiento permanece adherido al sustrato, y en otras probetas que fallaron por fatiga al aire y fatiga-corrosión, el recubrimiento sólo se desprendió del sustrato como resultado de la propagación de la grieta, producto de la decohesión del mismo recubrimiento. Por otro lado, a partir de observaciones longitudinales en probetas que fallaron por fatiga, que la grieta inicia en el recubrimiento y luego se transfiere al sustrato.

## 1 INTRODUCCIÓN

Cuando un elemento de máquina sujeto a sollicitaciones alternantes falla a una carga mucho menor que la necesaria para producir fractura durante una sola aplicación de la misma, se dice que la falla ha ocurrido por fatiga. También, es característico que estos elementos fallen sin presentar un indicio previo. Actualmente se reconoce que no menos del 90% de los elementos de máquinas fallan por fatiga. Además, el nivel de esfuerzo cíclico es menor que el esfuerzo de fluencia del material y a su vez estos deben ser de una magnitud considerable para producir falla en el material.

Se conoce que en los elementos de máquina que han fallado por fatiga, fatiga-corrosión, fatiga-térmica, fatiga por contacto, corrosión, desgaste, etc; éstas tuvieron su origen en la superficie libre de estos elementos, de forma tal que la condición de la superficie tiene un efecto considerable en la vida en servicio. Esto se debe, normalmente, a que en la superficie de los elementos de máquinas se encuentra sometida a mayores niveles de esfuerzo con respecto a su núcleo; por otro lado, la superficie puede ser por si misma menos resistente que el núcleo del material; además, esta superficie se debilita con el transcurrir del tiempo debido a los efectos causados por la exposición en medios corrosivos, desgaste, gradientes térmicos, etc.

En los últimos años muchas investigaciones han sido conducidas con el fin de caracterizar los recubrimientos en general (dureza, porosidad, módulo de elasticidad, adhesión, esfuerzos residuales, estructura, forma, etc) y principalmente se han centrado en estudiar su influencia en las propiedades de resistencia a la corrosión y al desgaste. Sin embargo, muy pocas investigaciones han sido conducidas con el fin de determinar el

comportamiento a la fatiga, debido a que la mayoría de éstas reportan una disminución en la misma.

Muchos tratamientos superficiales han sido desarrollados con la finalidad de influir en la resistencia al desgaste, corrosión o comportamiento mecánico de los materiales, aunque no en todos se han obtenido resultados beneficiosos. Además, en uno de estos casos como son los recubrimientos obtenidos por deposición autocatalítica de Ni-P, se evidencia que los estudios realizados en el comportamiento a la fatiga no han sido reportados completamente, con lo cual se podría decir que la información recabada, para ciertos estudios se contrasta. Por otro lado, los recubrimientos obtenidos por deposición física en fase vapor (PVD) reportan incrementos en el comportamiento a la fatiga. Por lo tanto, con la información recabada se podría decir que la magnitud en el cambio del comportamiento a la fatiga para materiales recubiertos depende tanto de variables relacionadas con el recubrimiento, estas son: espesor, porosidad, composición química, postratamiento térmico y esfuerzos residuales; como también de variables relacionadas con el sustrato, principalmente, resistencia mecánica y condición de la superficie previo al proceso de deposición del recubrimiento; además, la adhesión entre el recubrimiento y el sustrato es un parámetro muy importante en el estudio del comportamiento a la fatiga de los conjuntos sustratos + recubrimientos.

## 2 ANTECEDENTES

Existen fundamentalmente tres (3) factores por los cuales, en general, los tratamientos superficiales influyen sobre el comportamiento a la fatiga: (i) afectan dicho comportamiento intrínseco del material próximo a la superficie (por ejemplo: endurecimiento por deformación o recubrimiento de la superficie); (ii) introducen o eliminan condiciones de esfuerzos residuales en las capas superficiales del material; (iii) introducen o eliminan irregularidades en la superficie del material, ya que éstas actúan como concentradores de esfuerzos (**Forrest [1972]**, **Juvinall [1991]** y **Dieter [1986]**).

### 2.1 EFECTO DE LOS RECUBRIMIENTOS AUTOCATALÍTICOS DE Ni-P SOBRE EL COMPORTAMIENTO A LA FATIGA AL AIRE

**Borisov y Vishenkov [1958]** reportaron que cuando los aceros son recubrimientos con un depósito autocatalítico de Ni-P obtenido a partir de una solución ácida y con post-tratamiento térmico (PTT) a 400 °C durante 60 min, se produce una disminución en la resistencia a la fatiga de 20 a 48 %, la cual se atribuye a la aparición de precipitados de Ni<sub>3</sub>P. Paralelamente, investigaron el efecto de la deposición en una solución básica con el mismo PTT, reportando que la resistencia a la fatiga disminuye de 5 a 17 %; estos resultados fueron comparados con los obtenidos de las probetas no recubiertas. Por otro lado, reportaron una disminución en la resistencia a la fatiga en un acero al manganeso (St 52) cuando este ha sido recubierto con un depósito autocatalítico de Ni-P de 30 μm de espesor con PTT a 400 °C durante 60 min. Concluyendo que los esfuerzos residuales

generados en el recubrimiento cambian de una condición de compresión a otra de tracción. También, reportaron que un incremento en el espesor del recubrimiento autocatalítico de Ni-P obtenido a partir de una solución básica, con PTT a 400 °C durante 60 min, produce una marcada disminución en la resistencia a la fatiga del acero; así para 10, 20 y 40  $\mu\text{m}$  de espesor la resistencia a la fatiga se reduce en 5, 10 a 12 y 16,5 %, respectivamente.

**Safranek [1959]** reportó que cuando los aceros con resistencia a la tracción superior a 1400 MPa son recubiertos con capas autocatalíticas de Ni-P en soluciones a partir de hipofosfito, no pierden su resistencia a la fatiga. Contrario a esto, **Spähn [1963]** reportó que la disminución de la resistencia a la fatiga en sustratos de acero recubiertos con depósitos de Ni-P, es proporcional al incremento de la resistencia a la fatiga del sustrato, la cual se relaciona con la resistencia a la tracción. Posteriormente, **Spähn [1964]** reportó una disminución en la resistencia a la fatiga en probetas recubiertas con depósitos autocatalíticos de Ni-P de  $8,5 \pm 0,5$  % en peso de P.

**Narcus [1967]** reportó una disminución en la resistencia a la fatiga en un acero al manganeso (St 52) cuando ha sido recubierto con un depósito autocatalítico de Ni-P de 12  $\mu\text{m}$  de espesor, atribuyendo este resultado a una consecuencia de un bajo contenido de P en el depósito.

**Brozeit et al. [1971]** reportaron una disminución en la resistencia a la fatiga cuando se realiza un PTT a 400 °C durante 1 h y una mayor disminución en la resistencia a la fatiga cuando el PTT tiene una duración de 12 h. Asimismo, ha sido reportado (**Izumi et al. [1975]**) un incremento tanto en la resistencia a la fatiga como en el límite de fatiga para un acero AISI 1055 recubierto con un depósito autocatalítico de Ni-P de 30  $\mu\text{m}$  de espesor y 12 % en peso de P sin PTT. Asimismo, **Izumi et al. [1975]** reportaron un incremento del

20% en la resistencia a la fatiga para aceros de media resistencia (440 - 750 MPa) recubiertos con una capa autocatalítica de Ni-P con espesores entre 6 y 50  $\mu\text{m}$ , y una ligera disminución en la resistencia a la fatiga, con respecto al sustrato, después de un PTT a 400 °C durante 60 min. Contrario a esto, **Turns y Browning [1975]** reportaron que los aceros de baja resistencia ( $< 440$  MPa) recubiertos con depósitos autocatalíticos de Ni-P con espesores de 6 a 50  $\mu\text{m}$  sin PTT, sufren una disminución en la resistencia a la fatiga de 10 a 15 % y cuando se efectúa un PTT entre 110 y 500 °C se produce una mayor disminución en la resistencia a la fatiga de 20 a 25 %. Para aceros de media resistencia (440 - 750 MPa) recubiertos con depósitos del mismo tipo y sin PTT se produce un incremento en la resistencia a la fatiga de 20 % y cuando se efectúa un PTT a 400 °C se produce una leve disminución en la resistencia a la fatiga.

**Stallman [1981]** reportó que el comportamiento a la fatiga de los recubrimientos autocatalíticos de Ni-B es muy similar al de Ni-P; de esta forma cuando un acero al manganeso (St 52, Werkstoff 10580) es recubierto con un depósito autocatalítico de Ni-B de 5 % en peso de B con espesores de 10, 30 y 50  $\mu\text{m}$  se producen disminuciones en la resistencia a la fatiga del orden de aproximadamente 7, 18 y 23,5 %, respectivamente.

**Wu et al. [1995]** reportaron una disminución en el límite de fatiga en un acero 30CrMo templado y revenido, cuando éste ha sido granallado y recubierto con un depósito autocatalítico de Ni-P de 10 % en peso de P y con PTT a 200 °C durante 90 min; Así mismo, reportaron una mayor disminución cuando se realiza la deposición del mismo tipo de recubrimiento e idéntico PTT sin granallado previo.

El límite de fatiga fue determinado utilizando el método de la escalera y se consideró para ello como vida infinita  $1 \times 10^6$  ciclos. El valor de dureza determinado en la superficie de los depósitos fue de 700 VHN<sub>100</sub>. Los límites de fatiga encontrados fueron 800, 700 y 540 MPa para las condiciones de substrato, substrato granallado + depósito de Ni-P con PTT y substrato + depósito con PTT, respectivamente. Adicionalmente, realizaron un ensayo estático de flexión en donde se utilizó una carga máxima correspondiente al límite de fatiga obtenido del conjunto substrato + recubrimiento, reportando mediante microscopía óptica que no existió ninguna evidencia de agrietamiento del recubrimiento; también, realizaron un ensayo de fatiga a una carga cíclica inferior en 15 % al correspondiente del límite de fatiga de dicho conjunto substrato + Ni-P, el cual fue conducido hasta  $1 \times 10^6$  ciclos. Posteriormente, la probeta fue ensayada en tracción y subsecuentemente, mediante la técnica de Microscopía Electrónica de Barrido (MEB) se observó evidencias típicas de fatiga en los bordes del recubrimiento, por lo cual consideraron que el recubrimiento de Ni-P tiene un límite de fatiga menor que el obtenido para el substrato.

Se concluyó que el incremento en el límite de fatiga para el substrato granallado + depósito de Ni-P con PTT, obedece a dos factores: el primero está vinculado con un cambio en los esfuerzos residuales en el depósito; y el segundo factor se debe a la presencia de esfuerzos compresivos residuales en el substrato o de otra forma que el granallado fortalece la superficie del substrato, con lo cual se limita la propagación de la grieta de fatiga.

**Puchi *et al.* [1996]** reportaron un incremento en la resistencia a la fatiga en un acero AISI 1010 en condición de recocido, cuando éste ha sido recubierto con un depósito

autocatalítico de Ni-P de 21  $\mu$ m de espesor, 10 % en peso de P y con PTT; un incremento en la resistencia a la fatiga en un acero AISI 1045 recocido, cuando éste ha sido recubierto con un depósito autocatalítico de Ni-P de 10 % en peso de P, de 20  $\mu$ m de espesor sin y con PTT.

Las dimensiones de la sección reducida de las probetas de fatiga fueron: longitud de sección de ensayo 24 mm, diámetro de la sección de ensayo 6,24 mm, radio de acuerdo ( $r_a$ ) entre la sección de ensayo y la sección de agarre de la probeta 30 mm. El PTT a los aceros AISI 1010 y 1045 fueron a 400 °C durante 40 y 240 min, respectivamente. Los ensayos de fatiga fueron realizados en una máquina de flexión rotativa a 100 Hz (6000 rpm). En la Fig. 1 se presentan las curvas de resistencia a la fatiga, obtenidas por regresión lineal a partir de cuatro niveles de amplitud de esfuerzos con sus correspondientes promedios de ciclos a la fractura, los cuales fueron obtenidos de 5 y 4 probetas para las condiciones de substrato y substrato + Ni-P, respectivamente. Posteriormente, se determinó el promedio de los interceptos de las ecuaciones, y las pendientes de dichas curvas fueron recalculadas.

Se reportó que el esfuerzo de fluencia y resistencia a la tracción del substrato + Ni-P sin y con PTT no sufren modificación alguna con respecto a los resultados obtenidos del substrato. Se concluyó que los incrementos en resistencia a la fatiga para los conjuntos substrato + Ni-P son posiblemente por el hecho de que el recubrimiento tiene más de 10 % en peso de P, con lo cual se pudiesen desarrollar esfuerzos residuales de compresión en el recubrimiento.

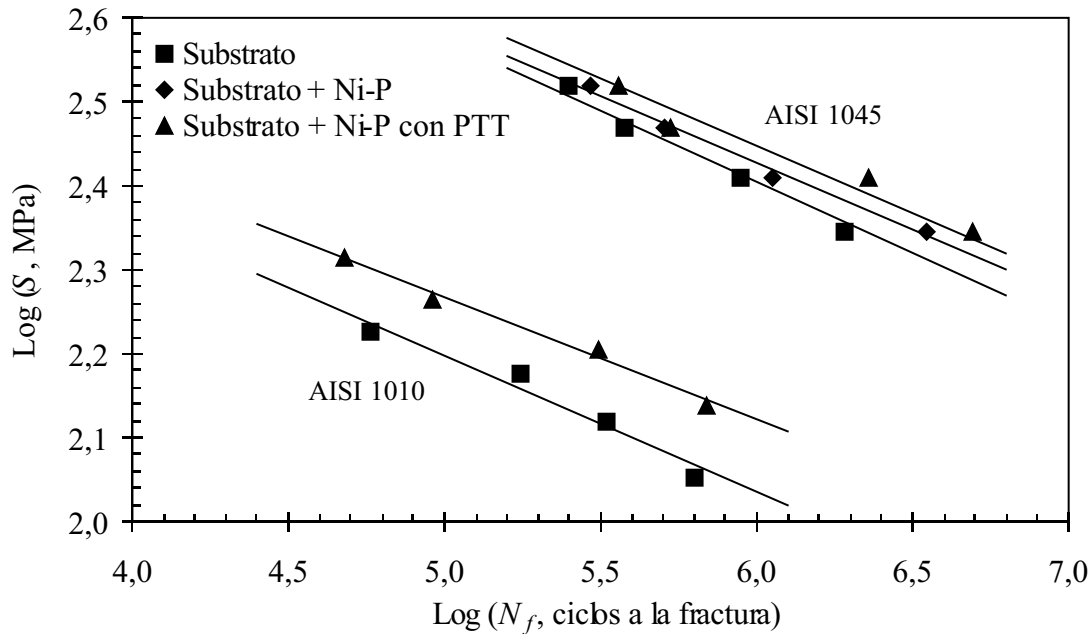


Fig. 1. Resistencia a la fatiga vs ciclos a la fractura de los ceros AISI 1010 y 1045 sin y con recubrimientos autocatalíticos de Ni-P y sin y con PTT.

**Zhang et al. [1996]** reportaron una disminución en el límite de fatiga en un acero 30CrMo granallado y recubierto con un depósito autocatalítico de Ni-P de 9,5 % en peso de P, de 43 m de espesor, con tres condiciones de PTT; igualmente, una mayor disminución cuando no se realizó el granallado previo a la deposición del recubrimiento. Los tres PTT realizados fueron a 200 °, 400 ° y 600 °C durante 60, 60 y 180 min, respectivamente. Este recubrimiento fue obtenido en una solución ácida a un pH de 4,7 y a una temperatura de 86 °C.

En la Tabla 1 se presentan las siete condiciones del material ensayado, los esfuerzos residuales determinados en el recubrimiento y el límite de fatiga de dichas condiciones de material. Además, reportaron que aun después del PTT a 200 °C durante 90 min, el recubrimiento continuó siendo amorfo. Por otro lado, después del PTT a 400 °C precipitan cristales muy dispersos de Ni<sub>3</sub>P de aproximadamente 30 nm de diámetro en una matriz rica

en níquel. Por último, después del PTT a 600 °C las partículas de Ni<sub>3</sub>P coalescen hasta formar una estructura con límites de granos bien definidos.

Se concluyó que para los especímenes recubiertos con un depósito de Ni-P con PTT a 200 °C, el límite de fatiga disminuye como consecuencia de la baja resistencia a la fatiga del recubrimiento, ya que la grieta de fatiga inicia en la superficie libre del recubrimiento; igualmente, para la condición de los especímenes granallados + recubrimiento autocatalítico de Ni-P con PTT a 200 °C, la grieta de fatiga inicia en la intercara del depósito-substrato como consecuencia del incremento de los esfuerzos residuales compresivos en el depósito. También, el PTT a 400 °C produce una mayor fragilidad del recubrimiento como consecuencia del efecto causado por los precipitados de Ni<sub>3</sub>P. Además, las características de la superficie de fractura son similares a las descritas para las probetas con PTT a 200 °C. Además, el PTT a 600 °C produce un relajamiento de los esfuerzos residuales en el sustrato con lo cual desaparece el efecto producido por el granallado.

Tabla 1. Condiciones superficiales, esfuerzos residuales en los depósitos y límites de fatiga de un acero 30CrMo, sin y con recubrimiento de Ni-P, sin y con granallado previo y diferentes PTT.

| Condición del material        | Post-tratamiento térmico, °C | Esfuerzos residuales, MPa | Límite de fatiga, MPa |
|-------------------------------|------------------------------|---------------------------|-----------------------|
| Substrato                     | - - -                        | - - -                     | 750                   |
| Substrato + Ni-P              | 200                          | -80                       | 460                   |
| Substrato + Granallado + Ni-P |                              | -130                      | 600                   |
| Substrato + Ni-P              | 400                          | -45                       | 360                   |
| Substrato + Granallado + Ni-P |                              | -70                       | 450                   |
| Substrato + Ni-P              | 600                          | -10                       | 340                   |
| Substrato + Granallado + Ni-P |                              | -10                       | 310                   |

**Berriós *et al.* [1998]** reportaron que no se obtiene modificación alguna en la resistencia a la fatiga en un sustrato de acero AISI 1045 en condición de recocido, cuando ha sido recubierto con un depósito autocatalítico de Ni-P de entre 11,4 a 12,2 % en peso de P, de 7  $\mu$ m de espesor con PTT a 200 °C durante 60 min (PTT-1); por otro lado, reportaron una disminución de 66 a 71 % en la resistencia a la fatiga cuando al mismo conjunto sustrato + Ni-P de 7  $\mu$ m de espesor se le realiza un PTT escalonado a 200 °C durante 60 min seguido a 400 °C durante 60 min (PTT-2). Además, reportaron disminuciones de 50 a 55 % en la resistencia a la fatiga en el mismo sustrato, cuando ha sido recubierto con un depósito autocatalítico de Ni-P de entre 8,4 - 9,4 % en peso de P, de 17  $\mu$ m de espesor con PTT-1; para el mismo conjunto sustrato + Ni-P de 17  $\mu$ m de espesor se le realiza un PTT-2, se obtiene una disminución de 76 - 80 % en la resistencia a la fatiga. También, reportaron disminuciones de 90 - 92 % en la resistencia a la fatiga en el mismo sustrato, cuando ha sido recubierto con un depósito autocatalítico de Ni-P entre 7,9 a 12,2 % en peso de P, de 37  $\mu$ m de espesor con PTT-1; por otro lado, cuando al mismo conjunto sustrato + Ni-P de 37  $\mu$ m de espesor se le realiza el PTT-2, se obtiene una disminución de 91 a 93 % en la resistencia a la fatiga.

Las dimensiones de la sección reducida de las probetas de fatiga fueron: longitud de sección de ensayo 12,7 mm, diámetro de la sección de ensayo 6,35 mm, radio de acuerdo entre la sección de ensayo y la sección de agarre de la probeta 25,4 mm. Los recubrimientos de Ni-P fueron obtenidos a partir de una solución básica de pH 8, temperatura de 70 °C y la solución fue agitada por recirculación de la misma; igualmente, los espesores de 7, 17 y 37  $\mu$ m de los recubrimientos fueron obtenidos realizando la deposición de los recubrimientos

durante 90, 180 y 360 min, respectivamente. Reportaron que los ensayos de fatiga fueron realizados en una máquina de flexión rotativa a una frecuencia de 50 Hz (3000 rpm).

Se reportó que el esfuerzo de fluencia y resistencia a la tracción disminuyen levemente, aunque la reducción en el área de la sección transversal de las probetas de tracción, disminuye significativamente en comparación con los resultados obtenidos del sustrato. En la Fig. 2 se presentan las curvas de resistencia a la fatiga de las condiciones del material ensayado. Concluyeron que el comportamiento en la resistencia a la fatiga obedece al contenido de P y al PTT en cada uno de ellos.

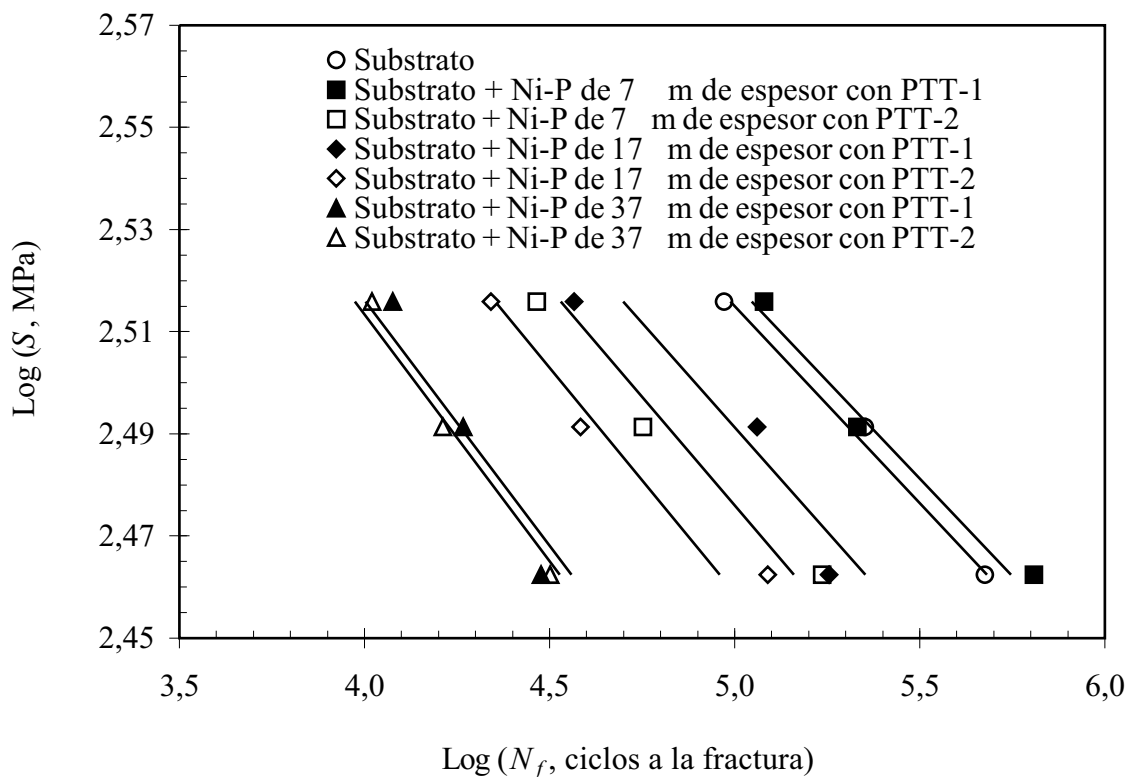


Fig. 2. Resistencia a la fatiga vs ciclos a la fractura de cerros AISI 1045 sin y con recubrimientos autocatalíticos de Ni-P de diferentes espesores y con PTT-1 y PTT-2.

Mediante MEB observaron que en el conjunto sustrato + Ni-P de 7  $\mu$ m con PTT-1 la grieta de fatiga inicia en el sustrato adyacente a la intercara recubrimiento-sustrato; para los conjuntos sustrato + Ni-P de 7  $\mu$ m con PTT-2 y el de 17  $\mu$ m con PTT-1 la grieta de fatiga inicia en el recubrimiento adyacente a la intercara recubrimiento-sustrato y para los otros conjuntos la grieta de fatiga inicia en el recubrimiento.

**Garcés *et al.* [1999]** reportaron una disminución en la resistencia a la fatiga en un acero AISI 4340 templado y revenido, cuando éste ha sido recubierto con un depósito autocatalítico de Ni-P de 24  $\mu$ m de espesor y de 12 a 14% en peso de P; una mayor disminución en la resistencia a la fatiga cuando al mismo conjunto sustrato + Ni-P se le realiza un PTT escalonado a 200 °C durante 60 min seguido a 400 °C durante 60 min.

Las dimensiones de la sección reducida de las probetas de fatiga fueron: longitud de sección de ensayo 12,7 mm, diámetro de la sección de ensayo 6,35 mm, radio de acuerdo entre la sección de ensayo y la sección de agarre de la probeta 25,4 mm. Los ensayos de fatiga fueron realizados en una máquina de flexión rotativa a una frecuencia de 3000 rpm. En el Fig. 3 se presentan las curvas de resistencia a la fatiga, las cuales fueron obtenidas por regresión lineal de veinte (20) probetas, las cuales fueron distribuidas en cuatro (4) niveles de esfuerzo y para cada uno de estos niveles se ensayaron cinco (5) probetas.

Se reportó que el esfuerzo de fluencia y resistencia a la tracción del conjunto sustrato + depósito sin PTT no sufre modificación alguna con respecto a los resultados obtenidos del sustrato. Mediante la técnica de MEB se reportó que la grieta principal de fatiga inicia en la superficie del depósito y subsecuentemente se transfiere al sustrato, la cual es ayudada por la unión metálica establecida en la intercara depósito-sustrato.

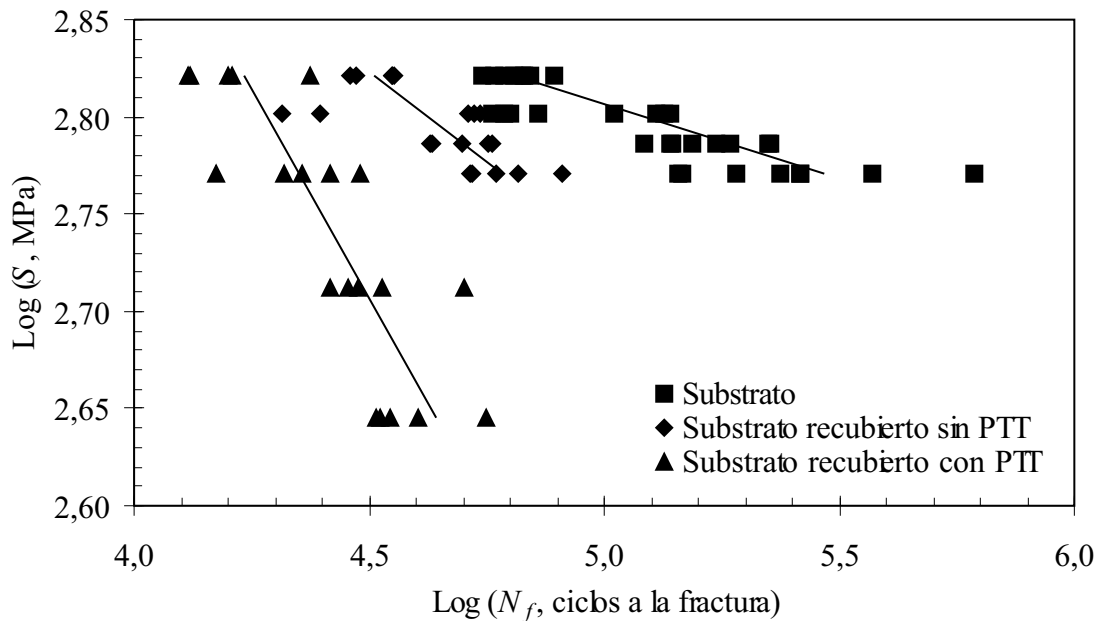


Fig. 3. Resistencia a la fatiga vs ciclos a la fractura de ceros AISI 4340, sin y con recubrimientos autocatalíticos de Ni-P y sin y con PTT.

**Contreras *et al.* [1999]** reportaron una disminución en la resistencia a la fatiga en un acero AISI 1045 en condición de recocido, cuando éste ha sido recubierto con un depósito autocatalítico de Ni-P de 25  $\mu$ m de espesor, de 10,4 - 11,3 % en peso de P con PTT a 400 °C durante 60 min. Además, reportaron una disminución en la resistencia a la fatiga cuando el mismo tipo de acero AISI 1045 es recubierto con un depósito autocatalítico de Ni-P de 17  $\mu$ m de espesor, de 8,4 a 9,4 % en peso de P con PTT-1 y PTT-2.

El recocido de todos los especímenes fue conducido en un horno de atmósfera inerte de argón, a una temperatura de 820 °C durante 20 min y enfriamiento en el mismo horno. Las dimensiones de la sección reducida de las probetas de fatiga fueron: longitud de sección de ensayo 12,7 mm, diámetro de la sección de ensayo 6,35 mm, radio de acuerdo entre la sección de ensayo y la sección de agarre de la probeta 25,4 mm. Los ensayos de

fatiga fueron realizados en una máquina de flexión rotativa a una frecuencia de 3000 rpm. En la Fig. 4 se presentan las curvas de resistencia a la fatiga, las cuales fueron obtenidas por regresión lineal de veinte (20) probetas ensayadas hasta la fractura, las cuales fueron distribuidas en cuatro (4) niveles de esfuerzo y para cada uno de estos se ensayaron cinco (5) probetas.

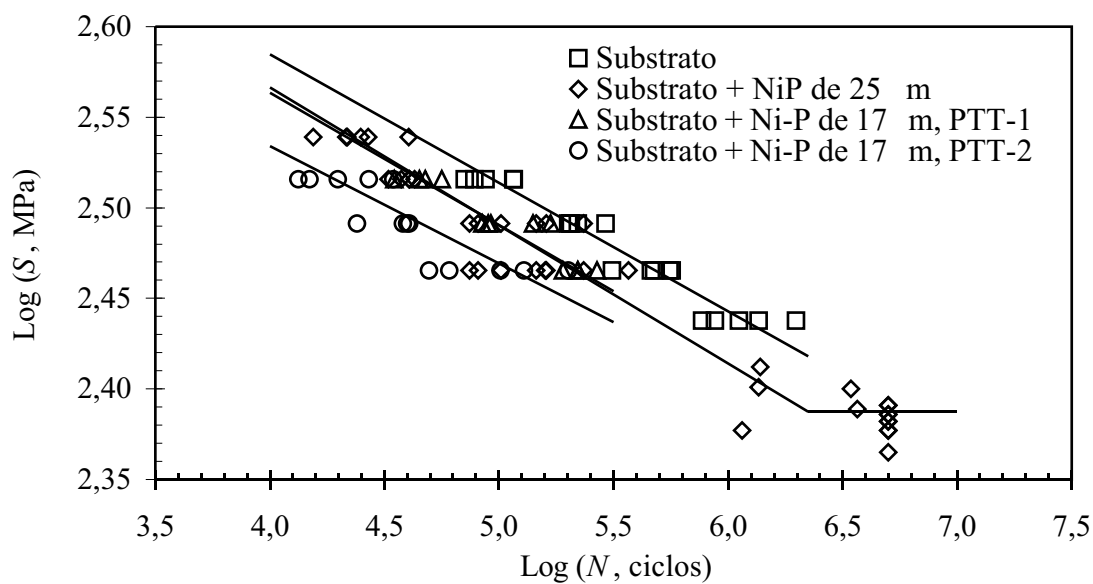


Fig. 4. Resistencia a la fatiga vs ciclos a la fractura de un acero AISI 1045, sin y con recubrimientos autocatalíticos de Ni-P y sin y con PTT.

Se reportó que el esfuerzo de fluencia y resistencia a la tracción de los conjuntos sustrato + depósito no sufre modificaciones significativas con respecto a los resultados obtenidos del sustrato. También, concluyeron que la disminución de la resistencia a la fatiga obedece a características microestructurales de la superficie del depósito, esfuerzos residuales de tracción en el depósito y que el recubrimiento probablemente presenta una resistencia a la fatiga inferior a la del sustrato. Así, por medio de la técnica de MEB

determinaron que la grieta principal de fatiga inicia en el recubrimiento y subsecuentemente se propaga al sustrato.

**Guzmán *et al.* [2000]** reportaron una disminución en el comportamiento a la fatiga en un acero AISI 4340 cuando ha sido recubierto con depósitos autocatalíticos de Ni-P de 12 % en peso de P y de 10  $\mu$ m de espesor; una mayor disminución en el comportamiento a la fatiga para el mismo conjunto sustrato + Ni-P cuando se realiza un PTT a 500 °C durante 60 min.

Las dimensiones de la sección reducida de las probetas de fatiga tipo radio continuo fueron: radio continuo de 56 mm y el diámetro de la sección menor de 6,25 mm. Los ensayos de fatiga fueron realizados en una máquina de flexión rotativa a una frecuencia de 3000 rpm. En la Fig. 5 se presentan las curvas de resistencia a la fatiga, las cuales fueron obtenidas por regresión lineal de veinte (20) ensayos para cada condición del material. Los límites de fatiga fueron obtenidos aplicando el método de la escalera, utilizando para ello 10 probetas, un escalón de 7 MPa y considerando como vida infinita  $5 \times 10^6$  ciclos.

Los valores de microdureza en la superficie de los recubrimientos sin y con PTT fueron 400 y 1356 KHN<sub>50</sub>, respectivamente. Se concluyó que la disminución en comportamiento a la fatiga para el conjunto sustrato + Ni-P sin PTT, es atribuida a que el depósito tiene una resistencia mecánica inferior a la del sustrato; por otro lado, la aparente buena adhesión del recubrimiento al sustrato indicó que la grieta de fatiga se transfirió del recubrimiento al sustrato. Además, concluyeron que la mayor disminución en el comportamiento a la fatiga para el conjunto sustrato + Ni-P con PTT en comparación con el conjunto sustrato + Ni-P sin PTT, es atribuida a que durante el PTT en el recubrimiento

se forman precipitados de  $\text{Ni}_3\text{P}$  con lo cual la matriz se empobrece de P produciendo que la condición de esfuerzo compresivo disminuya en comparación con la condición del recubrimiento sin PTT, con lo cual la grieta de fatiga nucleó a un número de ciclos menor.

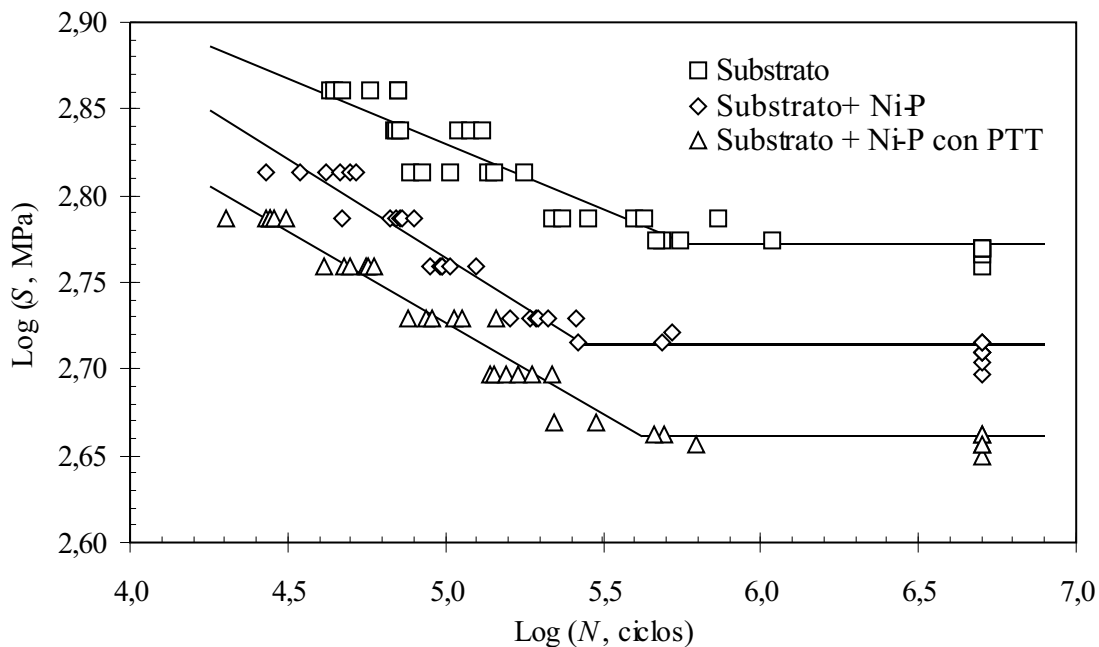


Fig. 5. Resistencia a la fatiga vs ciclos a la fractura de un acero AISI 4340 sin y con recubrimientos autocatalíticos de Ni-P y sin y con PTT.

**Pertuz *et al.* [2000]** reportaron disminución en la resistencia a la fatiga en un acero AISI 4140 en condición de templado y revenido, cuando éste ha sido recubierto con un depósito autocatalítico de Ni-P de 20  $\mu\text{m}$  de espesor y de 12 - 13 % en peso de P; una ligera disminución en la resistencia a la fatiga para el mismo substrato entallado cuando ha sido recubierto con el mismo depósito de Ni-P.

Las dimensiones de la sección reducida de las probetas de fatiga fueron: longitud de la sección de ensayo 12,7 mm, diámetro de la sección de ensayo 6,35 mm, radio de

acuerdo entre la sección de ensayo y la sección de agarre de la probeta 25,4 mm. La entalla de las probetas fue semiesférica de 0,5 mm de diámetro, la cual fue realizada por electroerosión con un electrodo de cobre y potencia entre 45 y 50 V durante 2 min. EL recubrimiento de Ni-P fue obtenido a partir de una solución ácida de pH 4 y temperatura de 90 °C.

Los ensayos de fatiga fueron de tipo flexión rotativa a una frecuencia de 3000 rpm. En la Fig. 6 se presentan las curvas de resistencia a la fatiga las cuales fueron obtenidas por regresión lineal a partir de veinte (20) ensayos por cada condición del material.

Se concluyó que la disminución en la resistencia a la fatiga en las probetas recubiertas con Ni-P es a consecuencia de que el recubrimiento tiene una resistencia mecánica inferior a la del sustrato, ya que mediante la técnica de MEB se observó que en la superficie libre del recubrimiento inician varias grietas de fatiga. Por otro lado, concluyeron que la ligera disminución en la resistencia a la fatiga cuando el sustrato entallado ha sido recubierto con el mismo tipo de recubrimiento de Ni-P, es atribuida a que las grietas de fatiga nuclearon en la superficie libre del recubrimiento de la misma indentación. Finalmente, reportaron haber observado estriaciones de fatiga en el recubrimiento de Ni-P y que la superficie del recubrimiento tiene una apariencia tipo cáscara de naranja.

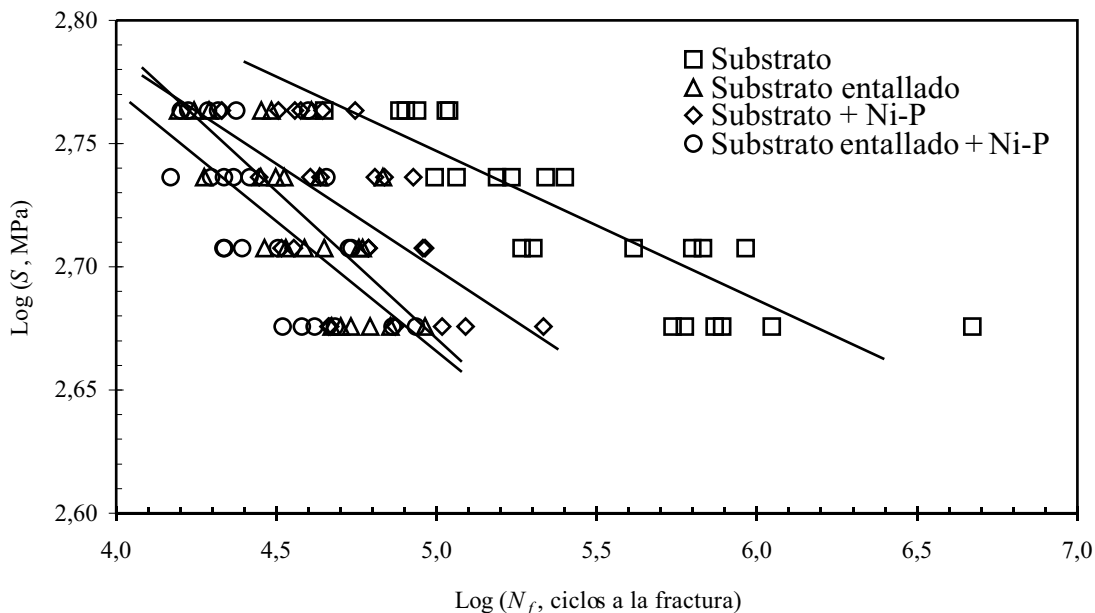


Fig. 6. Resistencia a la fatiga vs ciclos a la fractura de un acero AISI 4140 sin y con entalla y sin y con recubrimientos autocatalíticos de Ni-P.

## 2.2 EFECTO DE LOS RECUBRIMIENTOS AUTOCATALÍTICOS DE Ni-P SOBRE EL COMPORTAMIENTO A LA FATIGA-CORROSIÓN

**Riedel [1991]** reportó un incremento en la resistencia a la fatiga-corrosión en una solución al 3 % en peso de NaCl, para un acero tipo St52 recubierto con una capa autocatalítica de Ni-P (Nibodur) de 30  $\mu$ m de espesor y 12 % en peso de P. Adicionalmente, reportó una disminución en la resistencia a la fatiga cuando se realiza un PTT a 400 °C durante 1 h y una mayor disminución en la resistencia a la fatiga cuando el PTT tiene una duración de 12 h. Asimismo, reportó un incremento tanto en la resistencia a la fatiga como en el límite de fatiga para un acero AISI 1055 recubierto con un depósito autocatalítico de Ni-P de 30  $\mu$ m de espesor y 12 % en peso de P sin PTT.

**Chitty *et al.* [1997]** reportaron un incremento en la resistencia a la fatiga-corrosión en una solución al 3 % en peso de NaCl en un acero AISI 1045 en condición de recocido, cuando éste ha sido recubierto con un depósito autocatalítico de Ni-P de 20  $\mu$ m de espesor, 10 % en peso de P y con PTT a 200 °C durante 240 min; un mayor incremento en la resistencia a la fatiga-corrosión cuando el mismo substrato es recubierto con el mismo tipo de depósito autocatalítico de Ni-P y sin PTT.

Las dimensiones de la sección reducida de las probetas de fatiga fueron: longitud de sección de ensayo 12,7 mm, diámetro de la sección de ensayo 6,35 mm, radio de acuerdo entre la sección de ensayo y la sección de agarre de la probeta 25,4 mm. Los ensayos de fatiga fueron realizados en una máquina de flexión rotativa a una frecuencia de 6000 rpm. En la Fig. 7 se presentan las curvas de resistencia a la fatiga de las condiciones del material ensayadas, las cuales fueron obtenidas por regresiones lineales a partir de cuatro (4) niveles de amplitud de esfuerzos con sus correspondientes promedios de ciclos a la fractura, los cuales fueron obtenidos de cinco (5) probetas.

Los valores de dureza determinados en la superficie de los depósitos sin y con PTT fueron 637 y 772 VHN<sub>50</sub>, respectivamente. Reportaron que el esfuerzo de fluencia y resistencia a la tracción del conjunto substrato + Ni-P no sufre modificación alguna con respecto a los resultados obtenidos del substrato. Así, concluyeron que los resultados obedecen a que el recubrimiento tiene más de 10 % en peso de P, con lo cual se pudiesen desarrollar esfuerzos residuales de compresión.

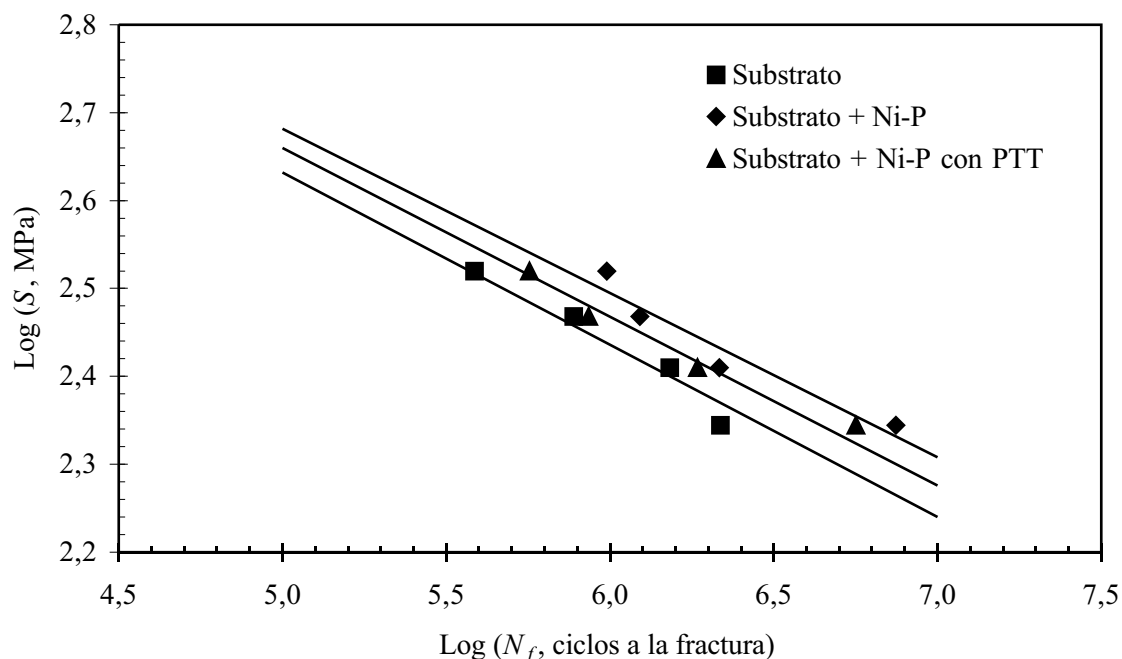


Fig. 7. Resistencia a la fatiga-corrosión vs ciclos a la fractura en una solución de agua al 3 % en peso de NaCl, de un acero AISI 1045 sin y con recubrimientos autocatalíticos de Ni-P y sin y con PTT.

**Chitty *et al.* [1999]** reportaron un leve incremento en la resistencia a la fatiga-corrosión en una solución al 3 % en peso de NaCl para esfuerzos inferiores a 481 MPa en un acero AISI 1045 en condición de temple y revenido, cuando éste ha sido recubierto con un depósito autocatalítico de Ni-P de 20  $\mu$ m de espesor y de 10 a 11 % en peso de P. Por otro lado, reportaron que no se obtiene modificación significativa en la resistencia a la fatiga-corrosión para esfuerzos superiores a 481 MPa en el mismo conjunto sustrato + Ni-P; además, que para un acero AISI 1045 templado y revenido entallado no se obtiene modificación en el comportamiento a la fatiga-corrosión cuando ha sido recubierto con el mismo tipo de depósito autocatalítico de Ni-P.

Las dimensiones de la sección reducida de las probetas de fatiga fueron: longitud de la sección de ensayo 12,7 mm, diámetro de la sección de ensayo 6,35 mm radio de acuerdo

entre la sección de ensayo y la sección de agarre de la probeta 25,4 mm. Las probetas fueron entalladas con un indentador Rockwell A de punta de diamante cónica y una carga aplicada de 60 kg. Los ensayos de fatiga-corrosión fueron realizados en una máquina de flexión rotativa a una frecuencia de 3000 rpm. En la Fig. 8 se presentan las curvas de resistencia a la fatiga obtenidas por regresiones lineales a partir de cuatro (4) niveles de amplitud de esfuerzos con sus correspondientes promedios de ciclos a la fractura, los cuales fueron obtenidos de cinco (5) probetas.

Se concluyó que el comportamiento a la fatiga-corrosión es atribuido a la presencia de múltiples grietas de fatiga que simultáneamente nuclean a partir de picaduras generadas por la corrosión.

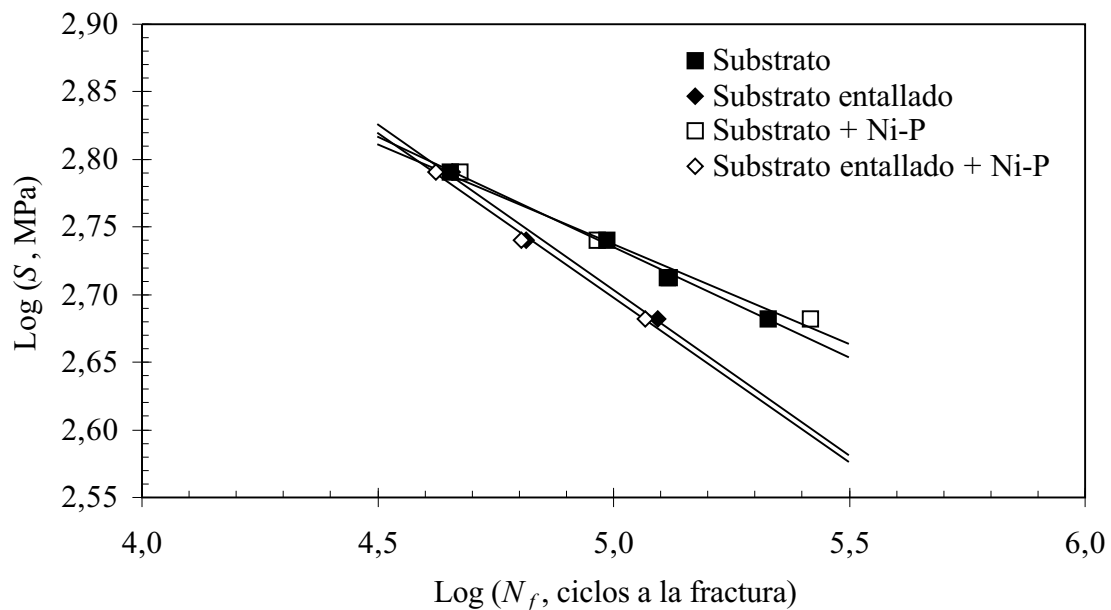


Fig. 8. Resistencia a la fatiga-corrosión vs ciclos a la fractura en una solución de agua al 3 % en peso de NaCl, de un acero AISI 1045 sin y con entalla y sin y con recubrimiento autocatalítico de Ni-P.

**Pertuz *et al.* [1999]** reportaron disminuciones en la resistencia a la fatiga-corrosión en agua destilada y soluciones de agua al 3 y 5 % en peso de NaCl en un acero AISI 1045 recocido, cuando éste ha sido recubierto con un depósito autocatalítico de Ni-P de 20  $\mu$ m de espesor y un contenido de ~10 % en peso de P.

Las dimensiones de la sección reducida de las probetas de fatiga fueron: longitud de sección de ensayo 12,7 mm, diámetro de la sección de ensayo 6,35 mm, radio de acuerdo entre la sección de ensayo y la sección de agarre de la probeta 25,4 mm. Los ensayos de fatiga fueron realizados en una máquina de flexión rotativa a una frecuencia de 3000 rpm. En la Fig. 9 se presentan las curvas de resistencia a la fatiga-corrosión, las cuales fueron obtenidas por regresión lineal a partir de cuatro (4) niveles de amplitud de esfuerzos con sus correspondientes promedios de ciclos a la fractura, los cuales fueron obtenidos de cinco (5) probetas.

Se reportó que el comportamiento a la fatiga-corrosión es similar para los ambiente corrosivos en soluciones de agua al 3 y 5 % en peso de NaCl. También, mediante la técnica de MEB reportaron la presencia de marcas de playa en el recubrimiento. Concluyeron que el mecanismo de fractura por fatiga-corrosión es gobernado por la formación de picaduras de corrosión (corrosión localizada) que actúan como concentradores de esfuerzos, los cuales son favorables como sitios de nucleación de grietas de fatiga.

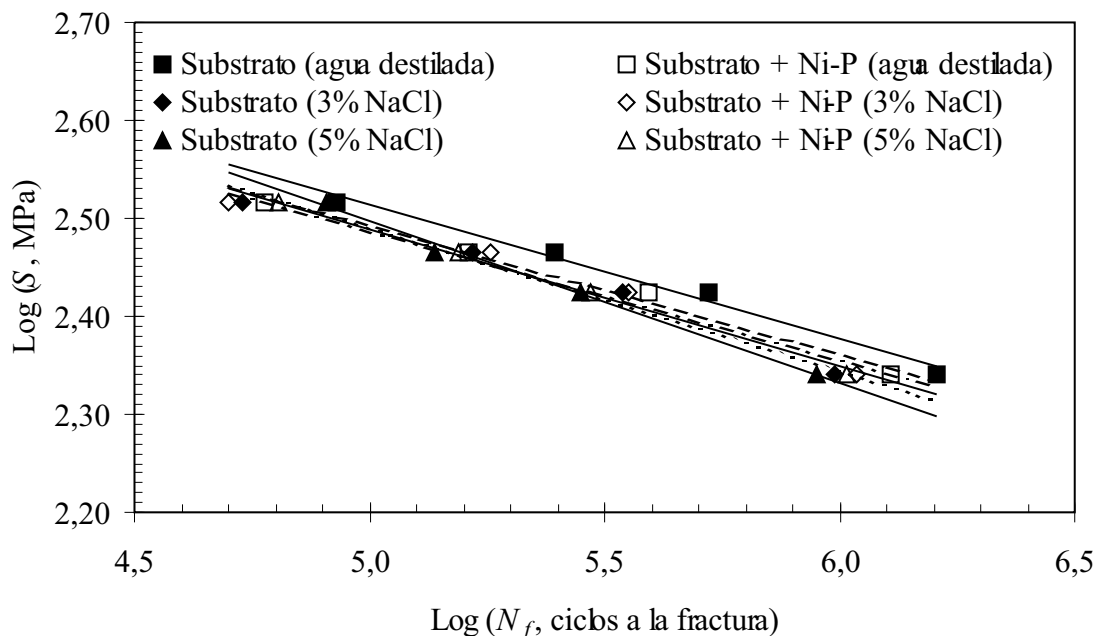


Fig. 9. Resistencia a la fatiga-corrosión vs ciclos a la fractura en una solución de agua al 3 y 5 % en peso de NaCl, de un acero AISI 1045 sin y con entalla y sin y con recubrimiento autocatalítico de Ni-P.

### 2.3 EFECTO DE LOS RECUBRIMIENTOS DE NITRUROS OBTENIDOS POR PVD SOBRE EL COMPORTAMIENTO A LA FATIGA

**Saruky *et al.* [1989]** reportaron que no se produce modificación alguna en el límite de fatiga en un acero D2 en condición de temple y revenido, cuando ha sido recubierto con TiN de 2  $\mu$ m de espesor el cual fue obtenido por deposición física en fase vapor (PVD); Por otro lado, reportaron un incremento en la resistencia a la fatiga cuando este acero ha sido recubierto con el mismo depósito de TiN, cuando estos resultados son comparados con los obtenidos del mismo acero utilizado como substrato.

La composición química del sustrato sin recubrimiento, en % en peso, fue: 1,46 C, 0,33 Si, 0,40 Mn, 0,023 P, 0,002 S, 11,66 Cr, 0,83 Mo y 0,23 V; por otro lado, la composición química del sustrato con recubrimiento, en % en peso fue: 1,41 C, 0,33 Si, 0,41 Mn, 0,024 P, 0,002 S, 11,72 Cr, 0,83 Mo y 0,23 V.

Las dimensiones de las probetas de fatiga fueron: longitud de sección de ensayo 10 mm, diámetro de la sección de ensayo 7 mm, radio de acuerdo entre la sección de ensayo, la sección de agarre de la probeta 20 mm, longitud total de la probeta 98 mm y diámetro de la sección de agarre de la probeta 12 mm. El tratamiento térmico realizado tanto al sustrato como al sustrato + recubrimiento fue a 747 °C durante 20 min luego enfriado en nitrógeno líquido y subsecuentemente fue realizado un doble revenido a 252 °C durante 1 h, cada uno. La temperatura del sustrato durante el proceso de deposición del recubrimiento fue entre 350 ° y 400 °C.

Se reportó que previo a los ensayos de fatiga el sustrato sin ser recubierto presentó una dureza de 670 VHN<sub>500</sub> y esfuerzos residuales de ~120 MPa; además, que el sustrato al ser recubierto presentó una dureza de 730 VHN<sub>500</sub> y esfuerzos residuales de ~180 MPa. El acabado superficial,  $R_a$ , de las probetas sin y con recubrimiento fue de 0,3  $\mu$ m. Los ensayos de fatiga fueron realizados en una máquina de flexión rotativa. En la Fig. 10 se presenta el comportamiento a la fatiga de las probetas de acero D2 sin y con recubrimiento TiN.

Es importante mencionar que también reportaron el comportamiento a la fatiga de los aceros AISI 4240, H13, D2 y ASP30 sin y con recubrimiento de VC obtenido por un proceso de inmersión en “baño” de sales fundidas; el acero D2 fue recubierto con NbC y CrC mediante un proceso de inmersión en sales fundidas; también, el acero D2 fue

recubierto con TiC a través del proceso de deposición química en fase vapor (CVD); Además, se determinó la dureza Vickers y los esfuerzos residuales en cada uno de estos substratos sin y con recubrimiento. La dureza en los aceros AISI 4140, H13 y ASP30 utilizados como substrato fue 315, 517 y 815 VHN<sub>500</sub>, respectivamente.

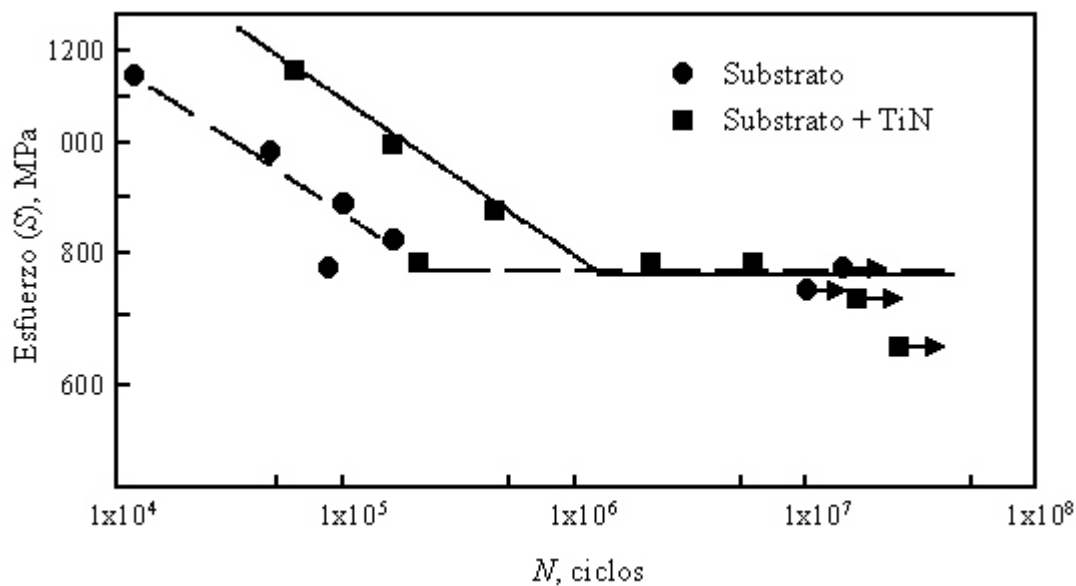


Fig. 10. Comportamiento a la fatiga de un acero D2 sin y con recubrimiento de TiN de 2  $\mu$ m de espesor obtenido por PVD (Saruky *et al.* [1989]).

En la Fig. 11 se presentan los resultados obtenidos de límites de fatiga en función de los esfuerzos residuales determinados en el substrato de las condiciones del material ensayadas; también, se agrupan los resultados obtenidos de límites de fatiga y esfuerzos residuales en función de la dureza determinada en cada substrato. Así, a partir de estos resultados fue propuesta la Ec. (1) la cual relaciona los límites de fatiga de estos materiales en función de la dureza y los esfuerzos residuales determinados en el substrato,

$$S_{lf} = \frac{VHN}{10} \cdot 10 \cdot 20 \cdot 9,8 \cdot 1,04 \cdot \frac{VHN}{1000} \cdot S_r \quad (1)$$

donde:  $S_{lf}$  es el límite de fatiga y  $S_r$  representa el esfuerzo residual, ambos en MPa. Concluyeron que el límite de fatiga del sustrato sin y con recubrimiento, depende significativamente de la dureza y de los esfuerzos residuales del sustrato.

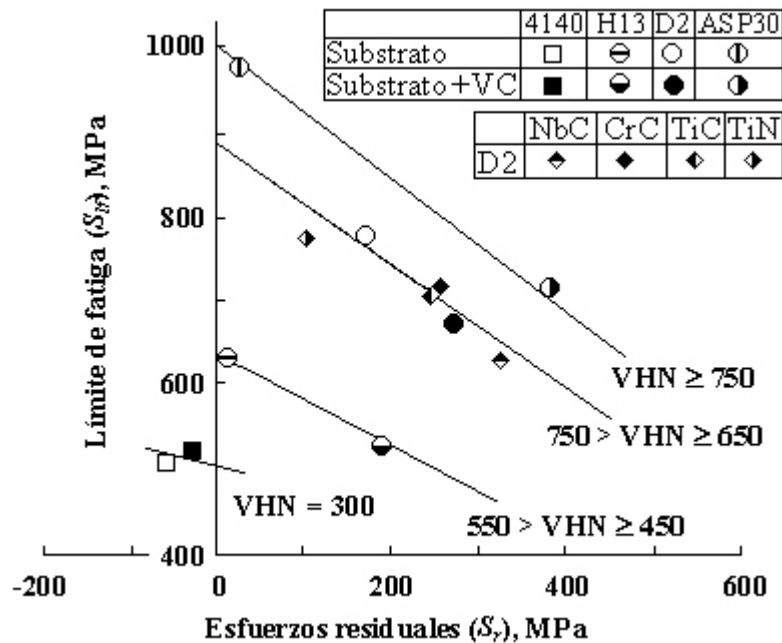


Fig. 11. Límites de fatiga de sustratos sin y con recubrimientos vs esfuerzos residuales en el sustrato.

**Parameswaran et al. [1992]** reportaron que no se produce modificación en la resistencia a la fatiga en un acero inoxidable 17-7, cuando es recubierto con TiN de 10  $\mu$ m de espesor obtenido por PVD mediante la técnica de implantación iónica reactiva. Por otro lado, reportaron una disminución en la resistencia a la fatiga cuando una aleación Ti-6Al-4V, ha sido recubierta con el mismo tipo de depósito.

La composición química del acero inoxidable en % en peso fue: 17 Cr, 4 Ni, 4 Cu, 1 Mn (máximo), 1 Si (máximo), 0,45 (Nb + Ta) (máximo) y 0,07 C (máximo); también, la composición química de la aleación de Ti en % en peso fue: 6 Al, 4 V, 0,3 Fe (máximo), 0,1 C (máximo). Las dimensiones de la probeta fueron: longitud total 76,2 mm, diámetro de la sección de agarre 9,52 mm, longitud de la sección de ensayo 25 mm y diámetro de la sección de ensayo 4,76 mm. La pureza del blanco en % en peso fue: 99,7 Ti, 0,15 O, 0,09 Fe, 0,02 C, 0,01 N, 0,002 H. Los gases de N<sub>2</sub>, H<sub>2</sub> y Ar fueron de ultra alta pureza de 99,999 %. La temperatura de los especímenes durante las etapas de limpieza y de deposición fue de 400 ° y 500 °C, respectivamente. Reportaron una capa intermedia de Ti puro de 1 μm de espesor.

Los ensayos de fatiga fueron de flexión rotativa, para los cuales solo se ensayaron tres probetas para cada condición del material. Todas las probetas recubiertas fueron ensayadas a 700 MPa. Concluyeron que la variación en la resistencia a la fatiga obedece a la adherencia del recubrimiento al sustrato, ya que para el sustrato de acero inoxidable se obtuvo buena adherencia, mientras que para la aleación de Ti-6AL-4V se obtuvo una mala adherencia.

**Herr *et al.* [1993]** reportaron un incremento en el límite de fatiga de un acero al carbono cuando este es recubierto con depósitos de TiN obtenidos por PVD mediante la técnica de bombardeo iónico, empleando voltajes de polarización del sustrato de -40, -60, -80 y -100 V durante 4 h, y un voltaje de polarización constante del sustrato de -40 V durante 1, 2, 4 y 6 h de deposición.

Previo al proceso de deposición, el sustrato fue sometido a una limpieza en una atmósfera de Ar puro, durante 30 min, la presión parcial de argón fue a 1,5 Pa y el voltaje de polarización de -300 V. Para mejorar la adhesión de los recubrimientos de TiN al sustrato, se depositó un recubrimiento intermedio de Ti puro de 0,5  $\mu\text{m}$  de espesor. Por otro lado, reportaron haber obtenido incrementos en la dureza de los recubrimientos en función del voltaje de polarización, así 1800 y 2700 VHN<sub>15</sub> para -40 y -100 V, respectivamente; estos incrementos fueron atribuidos a esfuerzos residuales de compresión, una estructura columnar fina y a una mayor densidad de la estructura de los recubrimientos a medida que se incrementa en magnitud el voltaje de polarización. El acabado superficial de las probetas del sustrato fue  $R_a = 0,5 \mu\text{m}$ . Los ensayos de fatiga fueron de flexión rotativa. Reportaron incrementos en el límite de fatiga de ~10 % para los sustratos + recubrimientos obtenidos a un voltaje de polarización de -40 y -80 V durante 1 h y para un voltaje de polarización de -40 V durante 1 y 2 h; por otro lado, para las otras condiciones del material no se obtuvieron incrementos significativos en el límite de fatiga. Concluyeron que el comportamiento obtenido también obedece a la alta dureza, esfuerzos residuales y a la estructura columnar fina de los recubrimientos.

**Hotta et al. [(1994) y (1995)]** reportaron un incremento en la resistencia a la fatiga en un acero de herramienta D2 cuando este es recubierto con un depósito de TiN de 2  $\mu\text{m}$  de espesor el cual fue obtenido por PVD, en comparación con los resultados obtenidos para este acero.

Las dimensiones de las probetas de fatiga fueron: longitud de sección de ensayo 10 mm, diámetro de la sección de ensayo 7 mm, radio de acuerdo entre la sección de ensayo,

sección de agarre 20 mm, longitud total 98 mm y diámetro de la sección de agarre 12 mm. El tratamiento térmico realizado al sustrato fue a 1020 °C durante 4 h, luego enfriado al aire y revenido a 210 °C durante 1 h. Subsecuentemente, después de realizada la deposición del recubrimiento el conjunto sustrato + recubrimiento fue tratado térmicamente a 1020 °C durante 20 min luego enfriado en nitrógeno líquido y subsecuentemente revenido a 525 °C durante 1 h, cada uno.

Previo a los ensayos de fatiga, se determinó la dureza y los esfuerzos residuales en el sustrato, encontrando que estos fueron de 750 VHN<sub>500</sub> y ~307 MPa, respectivamente. Por otro lado, reportaron que la dureza en el recubrimiento fue de 715 VHN<sub>500</sub> y esfuerzos residuales de ~146 MPa. El acabado superficial,  $R_a$ , de las probetas sin y con recubrimiento fue de 0,3  $\mu$ m. Los ensayos de fatiga fueron realizados en una máquina de flexión rotativa a una frecuencia de 3600 rpm.

La magnitud del incremento en la resistencia a la fatiga de las probetas de acero D2 recubiertas con TiN puede observarse en la Fig. 12. Estas curvas fueron obtenidas por regresión lineal a partir de dos niveles de amplitud de esfuerzo con sus correspondientes promedios de ciclos a la fractura, los cuales fueron obtenidos empleando cinco probetas. Los niveles de esfuerzo fueron 880 y 1180 MPa. La reproducibilidad de las curvas de resistencia a la fatiga fue de 80 %.

Se concluyó que el incremento en la resistencia a la fatiga del sustrato recubierto, está significativamente relacionado con el incremento de dureza y esfuerzos residuales presentes en el mismo.

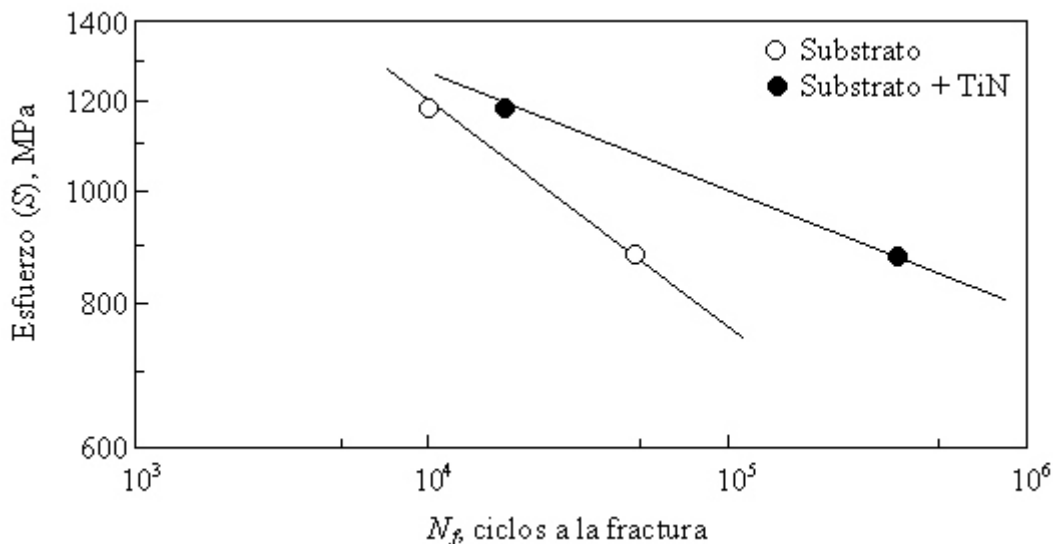


Fig. 12. Comportamiento a la fatiga de un acero D2 sin y con recubrimiento de TiN de 2  $\mu$ m de espesor obtenido por PVD (Hotta *et al.* [1994] y [1995]).

**Kolkman [1995]** reportó una disminución en el límite de fatiga de una aleación Ti-6Al-4V cuando esta es recubierta con un depósito de TiN y varias capas de TiN/Ti de diferentes espesores, en diversos números de capas alternas. La aleación recubierta con este depósito se utiliza en la construcción de álabes de turbina de compresión a gas. Las probetas de fatiga fueron maquinadas desde los mismos álabes; posteriormente, fueron templadas en agua después de un tratamiento a 950 °C durante 60 min y revenidas a 700 °C durante 120 min. Además, el proceso utilizado para la deposición de los recubrimientos fue PVD mediante arco.

En la Tabla 2 se presentan las condiciones de material y los resultados de límite de fatiga. Los ensayos de fatiga fueron realizados en una máquina de vibración a una frecuencia de  $4905 \pm 1$  Hz ( $294300 \pm 60$  rpm) para los especímenes sin recubrimiento. Sin embargo, para los especímenes recubiertos la frecuencia fue reducida en 1%.

Tabla 2. Condiciones del material y resultados para la aleación de Ti-6Al-4V recubierto con una capa de TiN y varias capas de TiN/Ti.

| Espesores y cantidad de capas del recubrimiento | Dureza en el sustrato, VHN <sub>50</sub> | Límite de fatiga, MPa | Espesor del Recubrimiento, m | Esfuerzo residual en el recubrimiento, MPa |
|---|--|-----------------------|------------------------------|--|
| 50 m TiN  | 387 ± 7                                  | 247                   | 49,0 ± 1,4                   | -2570                                      |
| (10 m TiN/1 m Ti)X5/4                           | 387 ± 7                                  | 258                   | 43,3 ± 2,5                   | -2780                                      |
| (10 m TiN/10 m Ti)X3/2                          | 383 ± 8                                  | 261                   | 36,7 ± 2,6                   | -1250                                      |
| (1 m TiN/1 m Ti)X25/24                          | 386 ± 10                                 | 267                   | 46,3 ± 0,9                   | -670                                       |
| Substrato                                       | 374 ± 4                                  | 308                   | -----                        | ---  |

Se reportó que en los especímenes sin recubrir, la grieta de fatiga inicia a 40 m por debajo de la superficie, mientras que para los especímenes recubiertos ésta inició en la intercara recubrimiento-sustrato. Además, se observó un desprendimiento del recubrimiento en la cercanía del inicio de la grieta. Por otro lado, para los materiales sin tratamiento superficial no es común que la grieta de fatiga inicie por debajo de la superficie; sin embargo, para las aleaciones de titanio este fenómeno es muy conocido y es explicado en base a dos factores: el primero, radica en el hecho de que el origen de la grieta de fatiga es producida por un apilamiento de dislocaciones por debajo de la superficie; y el segundo de los factores, es atribuida a un envejecimiento por deformación de la superficie, debido a la absorción de átomos de nitrógeno desde la atmósfera.

Para los especímenes con recubrimiento de una capa de TiN de 50 m de espesor, la condición de esfuerzos residuales de compresión desarrollada en el depósito fue -2570 MPa; consecuentemente en el sustrato se producen esfuerzos residuales de tracción de 139

MPa. Además, para estos especímenes se produjo una disminución en la resistencia a la fatiga de 61 MPa. También, concluyó que esta disminución en el comportamiento a la fatiga es el resultado de la contraposición de dos efectos: el primero es un efecto negativo ocasionado por los esfuerzos residuales de tracción desarrollados en el sustrato; y el segundo, es un leve efecto positivo producido por un endurecimiento del sustrato, debido a que la deposición del recubrimiento es llevada a cabo en el intervalo de temperatura de envejecimiento del mismo.

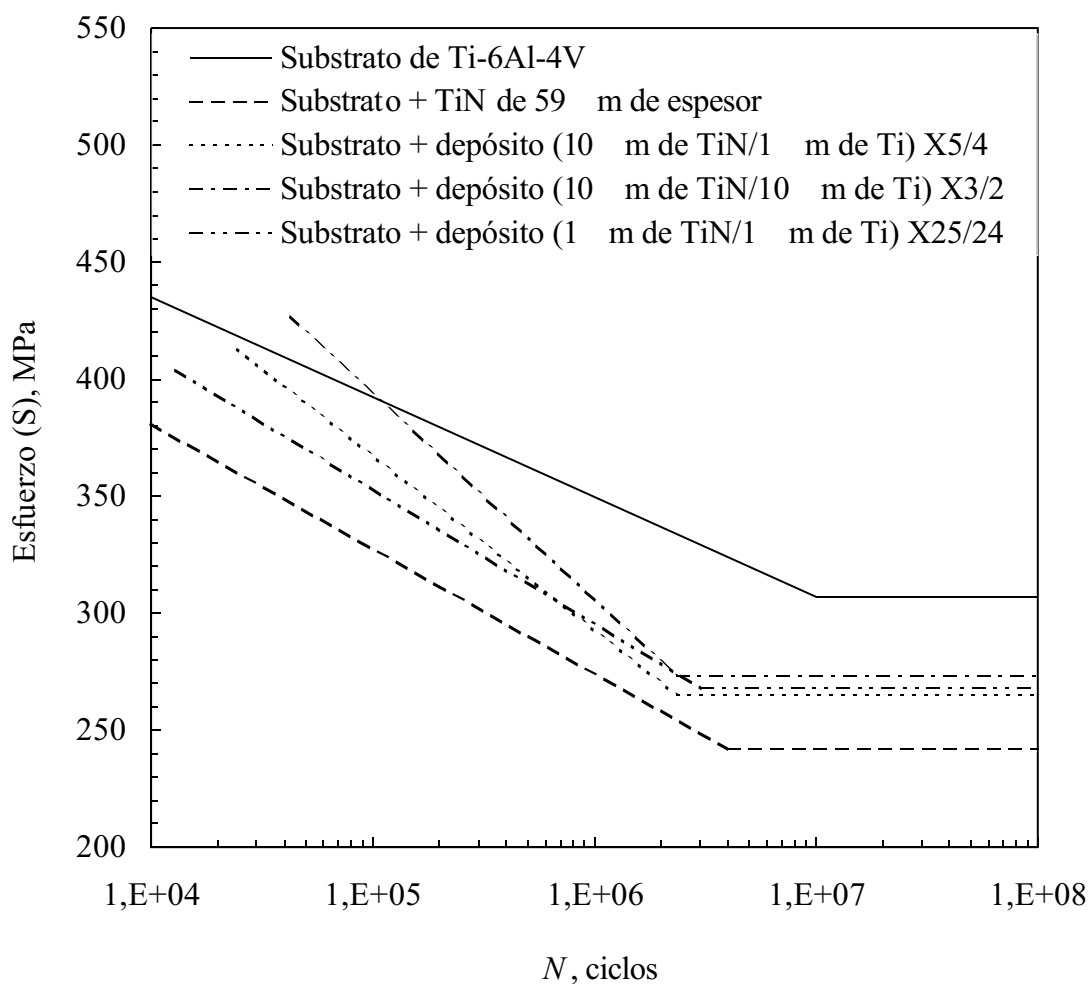


Fig. 13. Comportamiento a la fatiga de una aleación de Ti-6Al-4V sin y con recubrimientos de una capa de TiN y varias capas de TiN/Ti.

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

**Ferreira et al. [1997]** reportaron que cuando un acero 42Cr Mo4 es recubierto con depósitos de WN, WTi y WTiN de 5 nm de espesor obtenidos por PVD mediante bombardeo iónico utilizando corriente directa, se obtiene que a esfuerzos superiores a ~890 MPa tiene lugar una disminución en la resistencia a la fatiga, mientras que para esfuerzos inferiores a ~890 MPa los resultados indican incrementos en la resistencia a la fatiga. Además, cuando el mismo sustrato es recubierto con un depósito de W de 5 nm de espesor obtenido mediante la misma técnica, se presenta una disminución en la resistencia a la fatiga.

La composición química en peso del acero, 42Cr Mo4, en % fue: 0,42 C, 1,05 Cr, 0,65 Mn, 0,2 Mo y 0,25 Si. La sección transversal de ensayo de los especímenes fue cuadrada de 10 mm por lado. Antes de la deposición, los mismos fueron limpiados con acetona y alcohol. El recubrimiento fue depositado a partir de un cátodo o blanco de W + Ti, de base plana cuadrada de 150 mm por lado. La deposición fue realizada durante 30 min en una atmósfera de 100 % de Ar o Ar + N<sub>2</sub>, usando los parámetros siguientes: potencia de 11 Wcm<sup>-2</sup>, voltaje de polarización del sustrato -70 V, distancia del blanco al sustrato 55 mm, frecuencia de giro de los especímenes 20 rpm, temperatura del blanco

entre 300 ° y 400 °C, presión de vacío inicial  $< 7,5 \times 10^{-6}$  mbar, presión inicial de Ar  $1,5 \times 10^{-3}$  mbar, temperatura del sustrato 500 °C.

Las propiedades estáticas del sustrato fueron: esfuerzo de fluencia 720 MPa, esfuerzo a la fractura 950 MPa y elongación 16 %. El valor de dureza fue aproximadamente 275 VHN para el WTi. La dureza en las primeras 600  $\mu$ m desde la intercara recubrimiento-sustrato es mayor debido a los recubrimientos. Los ensayos de fatiga fueron de flexión pura mediante tres puntos de apoyo de la carga; la relación de esfuerzos  $R = \sigma_{\min} / \sigma_{\max}$  fue igual a 0 y la frecuencia de los ensayos de 25 Hz (1500 rpm).

En la Fig. 14 se presentan las curvas de resistencia a la fatiga del acero sin y con recubrimiento; estas curvas fueron obtenidas mediante regresión lineal. Se reportó que no se determinaron los esfuerzos residuales en los primeros 20  $\mu$ m desde la intercara del recubrimiento-sustrato, debido a que probablemente este no sea un parámetro importante para justificar cambios en el comportamiento a la fatiga de los resultados obtenidos. Se reportó una separación entre la película y el sustrato lo cual pudo ser causado por una falta de adherencia entre el recubrimiento y el sustrato o debido a la propagación de la grieta de fatiga; así, esta falta de adherencia puede contribuir a la disminución en la resistencia a la fatiga. El desprendimiento del recubrimiento durante la etapa de crecimiento de la grieta indica que estos recubrimientos son frágiles. Además, reportaron que esta adherencia fue igual para todas las condiciones del material ensayado. Por otra parte, reportaron que la estructura de los diferentes recubrimientos obtenidos eran de tipo columnar.

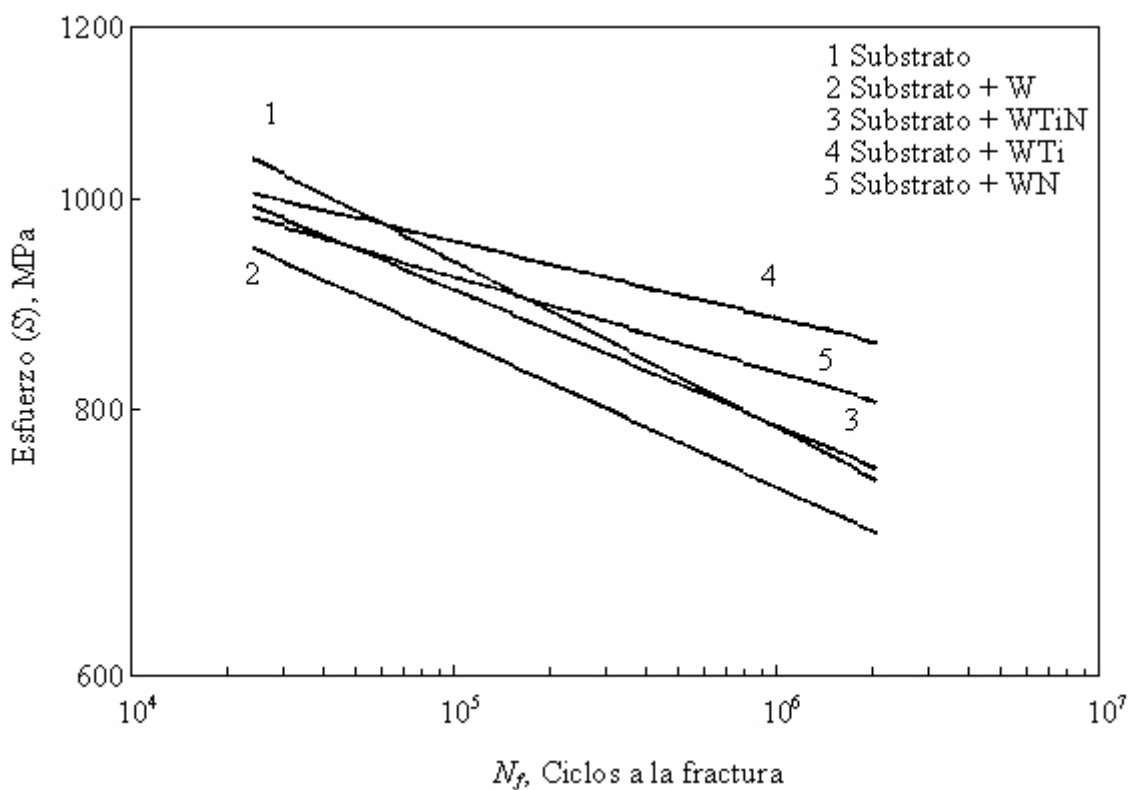


Fig. 14. Comportamiento a la fatiga de una aleación de 42Cr Mo4 sin y con recubrimientos de W, WTiN, WTi y WN.

Se concluyó que durante la etapa inicial del ensayo de fatiga en el recubrimiento se forman un número elevado de grietas transversales al eje longitudinal de la probeta; así, probablemente la grieta de fatiga se propaga a partir de estas grietas transversales formadas en el recubrimiento o desde la intercara recubrimiento-substrato, lo cual podría producir el desprendimiento del recubrimiento. Estos posibles mecanismos son esquematizados en la Fig. 15.

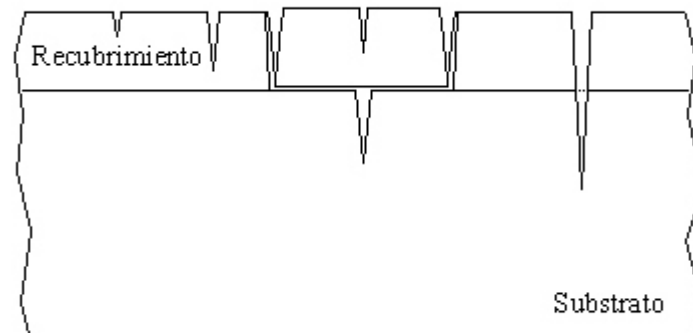


Fig. 15. Esquema del modelo propuesto por Ferreira *et al.* [1997], sobre los posibles inicios de la grieta de fatiga y su propagación.

**Su *et al.* [1998a]** reportaron una disminución en la resistencia a la fatiga en un acero AISI 1045 en condición de recocido cuando es recubierto con depósitos de TiN de 3, 5 y 7  $\mu\text{m}$  de espesor. Por otro lado, reportaron un incremento en el límite de fatiga para el sustrato recubierto con estos depósitos. La síntesis de los recubrimientos fue realizada por PVD mediante evaporación por arco eléctrico.

Las dimensiones de las probetas de tracción fueron: longitud de la sección de ensayo 45 mm, diámetro de esta sección 6,25 mm, radio de acuerdo entre la sección de ensayo y la sección de agarre de la probeta de 5 mm. La sección de ensayo de las probetas de fatiga fue de radio continuo de 56 mm y el diámetro de la sección menor de 6,25 mm.

Los especímenes fueron pulidos a una rugosidad de  $R_a = 0,1 \mu\text{m}$ . Previo al proceso de deposición los especímenes fueron desengrasados y limpiados mediante un proceso químico. Posteriormente, estos fueron colocados en la cámara a un vacío de  $2 \times 10^{-5}$  mbar, luego se introdujo Ar a una presión de  $2 \times 10^{-2}$  mbar y subsecuentemente  $\text{H}_2$ . La temperatura de la cámara fue mantenida constante a 400 °C. Finalmente, los especímenes fueron

limpiados por bombardeo usando un blanco ionizado  $Ti^+$  y una atmósfera de  $Ar^+ + H^+$  a un voltaje de polarización de -1000 V durante 30 min.

La síntesis de los recubrimientos de TiN fue llevada a cabo mediante las siguientes etapas: 1) se calentó el blanco de titanio puro a su temperatura de evaporación, subsecuentemente se inicio la deposición; 2) se introdujo  $N_2$  a la cámara de deposición con la finalidad de depositar el recubrimiento de TiN; este procedimiento produjo una intercara de TiN variable en su composición, así, en la intercara se depositó Ti puro y subsecuentemente TiN. Los parámetros del proceso de síntesis del recubrimiento fueron: voltaje de polarización del sustrato -120 V, corriente 80 A, temperatura de la cámara 400 °C, temperatura del blanco 280 - 290 °C y la presión parcial de  $N_2$  a  $10^{-2}$  mbar; así, bajo estos parámetros se obtuvo una velocidad de deposición de  $3,66 \text{ m h}^{-1}$ . Además, con el fin de mejorar la adhesión del recubrimiento de TiN, la capa de Ti puro fue llevada a un espesor de  $\sim 0,1 \text{ m}$ .

Los ensayos de tracción fueron realizados bajo control de velocidad de deformación constante a  $1,2 \text{ min}^{-1}$ ; se ensayaron cinco probetas para cada condición del material en estudio. En lo que respecta a los ensayos de fatiga, estos fueron de tipo alternante ( $R = -1$ ) bajo carga axial a una frecuencia de 1200 rpm; para cada esfuerzo se ensayaron diez probetas y se consideró como vida infinita  $1 \times 10^7$  ciclos.

Mediante técnica de MEB se reportó que en los materiales recubiertos el inicio de la falla por fatiga no se presenta en la superficie cuando la misma no tiene daño previo. Además, reportaron que se pueden obtener mayores incrementos en el límite de fatiga para sustratos con menor esfuerzo de fluencia.

A partir de los ensayos de tracción, concluyeron que los recubrimientos de TiN fracturan en la región correspondiente a la zona elástica del sustrato, ya que aparentemente estos recubrimientos no producen cambios en el comportamiento de las curvas de esfuerzo-deformación hasta la resistencia máxima del sustrato. Además, reportaron haber obtenido una ligera disminución en la elongación y reducción en área, las cuales son más marcadas a medida que se incrementa el espesor de los recubrimientos de TiN.

En la Fig. 16 se presenta el comportamiento a la fatiga antes citado, donde cada punto representa el promedio de ciclos a la fractura de diez probetas, mientras que para el valor de límite de fatiga se ensayaron igual número de probetas hasta  $1 \times 10^7$  ciclos.

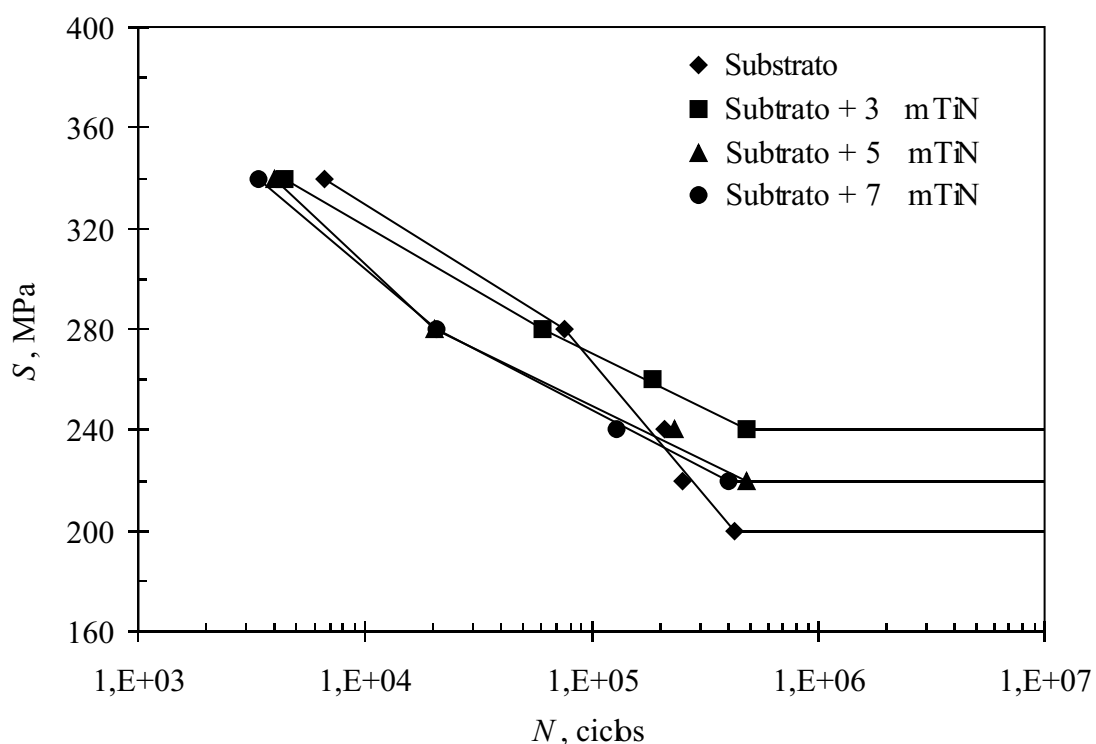


Fig. 16. Comportamiento a la fatiga de un acero AISI 1045 sin y con recubrimientos de TiN de espesores 3, 5 y 7  $\mu$ m.

También, se concluyó que los ensayos de fatiga en la región de vida temporal a un número de ciclos  $< 5 \times 10^5$ , las probetas recubiertas presentan una disminución en la resistencia a la fatiga cuando los resultados son comparados con los del sustrato; esta disminución se incrementa con el aumento en el espesor de los recubrimientos. Finalmente, con relación al límite de fatiga de las probetas recubiertas, reportaron un incremento de 40 MPa para el recubrimiento de 3  $\mu\text{m}$  de espesor y de 20 MPa para los recubrimientos de 5 y 7  $\mu\text{m}$  de espesor.

**Su *et al.* [1998b, 1998c y 1999a]** reportaron una disminución en la resistencia a la fatiga en un acero AISI 1045 en condición de recocido cuando es recubierto con depósitos de TiN, TiCN, CrN y CrCN de 3  $\mu\text{m}$  de espesor obtenidos por PVD mediante evaporación por arco eléctrico. Por otra lado, reportaron un incremento en el límite de fatiga para el mismo sustrato recubierto con los mismos depósitos.

Las dimensiones y la rugosidad de las probetas de tracción y fatiga fueron las mismas que las reportadas por estos autores (Su *et al.* [1998a]). Previo al proceso de deposición, los especímenes fueron desengrasados y limpiados químicamente. Posteriormente, estos fueron colocados en la cámara a un vacío de  $2 \times 10^{-5}$  mbar, se introdujo Ar a una presión de  $2 \times 10^{-2}$  mbar y subsecuentemente  $\text{H}_2$ . La temperatura de la cámara fue mantenida constante a 400 °C. Finalmente, los especímenes fueron limpiados mediante bombardeo iónico utilizando un blanco de  $\text{Ti}^+$  o  $\text{Cr}^+$  y una mezcla de  $\text{Ar}^+$  y  $\text{H}^+$  a un voltaje de polarización de -1000 V durante 30 min.

La síntesis de los recubrimientos fue llevada a cabo de acuerdo al siguiente procedimiento: 1) el blanco de Ti o Cr puro fue calentado a su temperatura de evaporación,

luego se procedió con el proceso de deposición de Ti. 2) se introdujo gas inerte  $N_2$  o una mezcla de gases  $N_2$  y  $C_6H_2$  a la cámara; el  $N_2$  fue utilizado para depositar los recubrimientos de TiN y CrN, y la mezcla de  $N_2$  y  $C_6H_2$  para obtener los recubrimientos de TiCN y CrCN; así, este procedimiento dio como resultado una intercara de Ti o Cr de 0,1  $\mu$ m de espesor, la cual mejoró la adherencia de los recubrimientos al sustrato. Los parámetros de cada proceso de síntesis de los recubrimientos se presentan en la Tabla 3.

Tabla 3. Parámetros de la síntesis de los recubrimientos de TiN, TiCN, CrN y CrCN obtenidos por PVD mediante la técnica de evaporación por arco eléctrico.

| Parámetros de la síntesis                 | Recubrimientos |           |           |             |
|---|----------------|-----------|-----------|-------------|
|   | TiN            | TiCN      | CrN       | CrCN        |
| Voltaje de polarización, V                | -120           | -120      | -150      | -120 a -160 |
| Corriente del arco, A                     | 80             | 85        | 100       | 85          |
| Temperatura de la cámara, °C              | 400            | 400       | 400       | 400         |
| Temperatura de evaporación, °C            | 280 - 290      | 320 - 350 | 300 - 350 | 300 - 350   |
| Presión parcial de $N_2$ , mbar           | 10 - 2         | 10 - 2    | 10 - 2    | 10 - 2      |
| Presión parcial de $C_2H_6$ , mbar        | - - -          | 10 - 2    | - - -     | 10 - 2      |
| Velocidad de deposición, $\mu$ m $h^{-1}$ | 3,66           | 3,66      | 3,2       | 2,2         |

En referencia al número de probetas y los parámetros de control de los ensayos de tracción y fatiga, fueron las mismas que las reportadas por estos autores (Su *et al.* [1998a]).

Se concluyó que durante los ensayos de tracción, los recubrimientos fracturan por debajo del esfuerzo de fluencia del sustrato; es decir, en la región elástica del sustrato. Por otra parte, la elongación y la reducción en área de estos conjuntos de sustrato +

En la Fig. 17 se presenta el comportamiento a la fatiga en el cual cada punto representa el promedio de ciclos a la fractura de diez probetas. El límite de fatiga se determinó mediante el ensayo de un igual número de probetas hasta  $10^7$  ciclos.

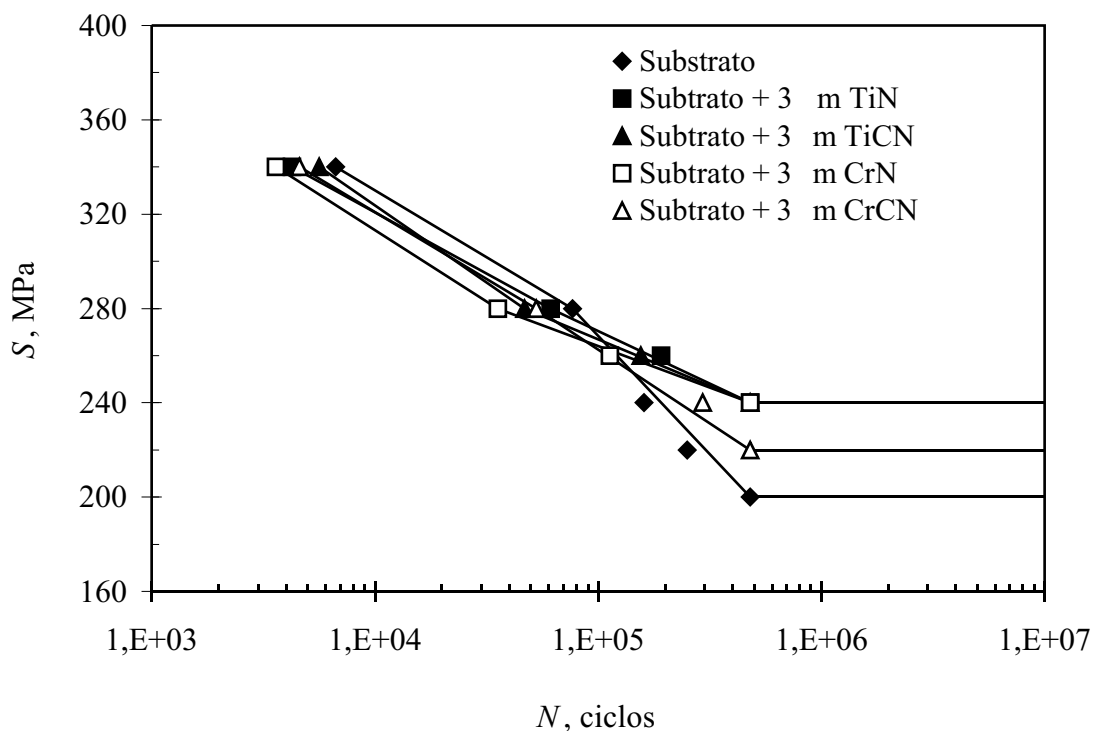


Fig. 17. Comportamiento a la fatiga de un acero AISI 1045 sin y con recubrimientos de TiN, TiCN, CrN y CrCN de 3 μm.

Se reportó que en los ensayos de fatiga en la región  $< 5 \times 10^5$  ciclos los conjuntos substrato + recubrimiento presentan una disminución en la resistencia a la fatiga cuando son comparados con los resultados obtenidos del substrato. Por otro lado, con relación al límite de fatiga, se determinó un incremento de 20 MPa para el recubrimiento de CrCN y de 40 MPa para los recubrimientos de TiN, TiCN y CrN.

**Su *et al.* [1999b]** reportaron disminución en la resistencia a la fatiga en un acero AISI 1045 recocido cuando es recubierto con depósitos de varias capas de TiN/Ti de 2 + 3, 2 + 2 + 3 y 2 + 2 + 2 + 3  $\mu\text{m}$  de espesores de TiN/intercapas de 0,01  $\mu\text{m}$  de espesor de Ti. Por otra parte, reportaron incrementos en el límite de fatiga para las mismas condiciones del material recubierto.

Las dimensiones y rugosidad de las probetas de tracción y fatiga, el proceso de desengrasado y limpieza previa a la deposición del recubrimiento y la síntesis de los recubrimientos fueron las mismas que la reportada por Su *et al.* [1998a].

En la Fig. 18 se presenta el comportamiento a la fatiga de las probetas sin y con recubrimiento. Concluyeron a partir de los ensayos de tracción, que los recubrimientos de varias capas de TiN/Ti fracturan en la región correspondiente a la zona elástica del sustrato, ya que aparentemente estos recubrimientos no producen cambios en las curvas de esfuerzo-deformación real hasta la resistencia máxima del sustrato. Por otro lado, reportaron haber obtenido una disminución apreciable en la elongación y reducción en área, lo cual se hace más marcado a medida que se incrementa el número de capas de recubrimiento de TiN/Ti.

Finalmente, a partir de los ensayos de fatiga en la región de vida temporal, se reportó que las probetas recubiertas presentan una disminución en la resistencia a la fatiga cuando los resultados son comparados con los del sustrato, la cual es más marcada con el aumento en el número de capas de los recubrimientos de TiN/Ti. Además, reportaron que el límite de fatiga sufre un incremento de 20 MPa para la condición de recubrimientos de 2 + 3 y 2 + 2 + 3  $\mu\text{m}$  de espesores de TiN/Ti, y para la condición de recubrimiento de 2 + 2 + 2 + 3  $\mu\text{m}$  de espesores de TiN/Ti no se produjo ninguna variación.

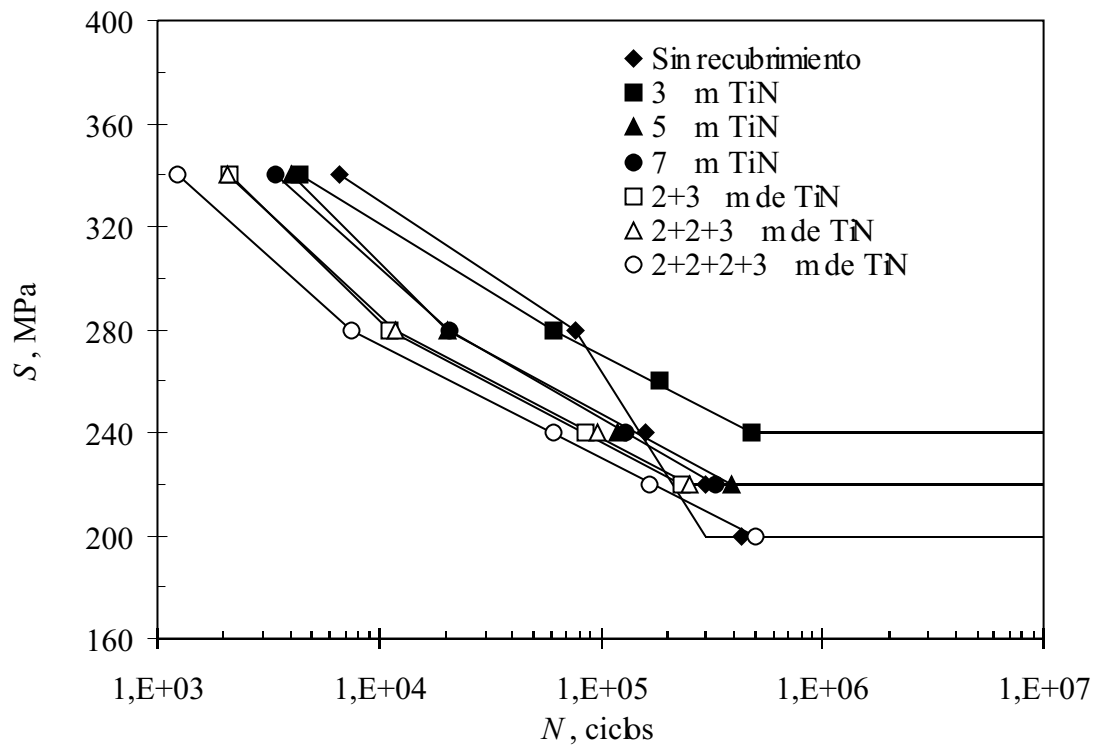


Fig. 18. Comportamiento a la fatiga de un acero AISI 1045 sin y con recubrimientos de TiN de diferentes espesores y varias capas de TiN/Ti de diferentes espesores.

#### 2.4 DUREZA ABSOLUTA DE LOS RECUBRIMIENTO DE BAJO ESPESOR

Uno de los problemas fundamentales involucrado en la determinación de la dureza absoluta de cualquier recubrimiento depositado sobre un substrato es, que la presión media ejercida sobre el mismo, viene dada por una relación no constante. Así, dicha relación es bien conocida y empleada en la determinación del número de dureza Vickers de los materiales, la cual se expresa como:

$$VHN = 1,8544 \frac{P}{d^2} \quad (2)$$

donde:  $P$  es la carga aplicada y  $d$  es la diagonal de la huella o indentación. En tal sentido, **Thomas [1987]** propuso una ecuación que relaciona la microdureza del material ( $H$ ) con la diagonal de la indentación, la cual se expresa como:

$$H = H_0 + \frac{b}{d} \quad (3)$$

donde  $H_0$  representa la dureza intrínseca del material y  $b$  un parámetro que caracteriza el cambio en la presión ejercida con la carga aplicada.

Otro problema fundamental que está presente durante la determinación de la dureza del conjunto recubrimiento-substrato ( $H_C$ ), consiste en que la dureza del recubrimiento es afectada por el espesor de la misma y por la carga aplicada. En tal sentido, **Bückle [1965 y 1973]** consideró que ambas contribuciones del recubrimiento y del substrato deben ser sumadas, tal como se presenta en la siguiente relación:

$$H_C = H_R + H_S \quad (4)$$

donde:  $H_R$  es la dureza del recubrimiento,  $H_S$  es la dureza del substrato y los parámetros  $\alpha$  y  $\beta$  determinan las contribuciones individuales del recubrimiento y substrato en la dureza global, respectivamente. Además, las magnitudes relativas deben ser:  $\alpha + \beta = 1$ .

El modelo desarrollado por **Jönsson y Hogmark [1984]** considera que los parámetros  $H_C$  y  $H_{0S}$  de la Eq. (3) son dados por las fracciones de áreas del recubrimiento y sustrato que soportan la carga aplicada. Por consiguiente, la dureza del conjunto recubrimiento-sustrato puede expresarse como:

$$H_C = \frac{A_R}{A_R + A_S} H_R + \frac{A_S}{A_R + A_S} H_S \quad (5)$$

en la cual se asume que la fracción de área del recubrimiento,  $A_R/(A_R+A_S)$ , se relaciona con la proporción del espesor del recubrimiento con respecto a la diagonal,  $t/d$ , por medio de una expresión polinómica de la forma siguiente:

$$\frac{A_R}{A_R + A_S} = 2C \frac{t}{d} + C^2 \frac{t^2}{d^2} \quad (6)$$

donde: C es una constante. Además, teniendo en consideración la Eq. (3) la cual expresa que la dureza del recubrimiento es  $H_R = H_{0R} + b_R/d$  y la dureza del sustrato es  $H_S = H_{0S} + b_S/d$ . Por lo tanto, resulta que la dureza del conjunto recubrimiento-sustrato, según este modelo, queda expresada por la relación siguiente:

$$H_C = H_{0S} + \frac{1}{d} b_S + 2Ct H_{0R} + H_{0S} + \frac{1}{d^2} 2Ct b_R + b_S + C^2 t^2 H_{0R} + H_{0S} + \frac{1}{d^3} C^2 t^2 b_R + b_S \quad (7)$$

También, se ha reportado que este modelo describe correctamente los resultados cuando la relación entre la profundidad de la indentación ( $h$ ) y el espesor del recubrimiento,  $t/h$ , está en del intervalo 0,07 - 0,2.

**Chicot y Lessage [1995], Bückle [1965] y Burnett y Rickerby [1990]** propusieron otros modelos de determinación de la dureza, en los cuales se consideró en forma simultanea estos dos problemas que afectan la determinación de la dureza absoluta. En tal sentido, **Chicot y Lessage [1995]** consideran que los parámetros  $\alpha$  y  $\beta$  de la Eq. (4) representan fracciones de volúmenes del recubrimiento y sustrato, los cuales contribuyen en la zona plástica; así, la relación final de la microdureza del conjunto queda de la forma siguiente:

$$H_C = \frac{3}{2} \tan^{1/3} \frac{tH_R^{3/2}}{dE_R^{1/2}} + \frac{3}{2} \tan^{1/3} \frac{tH_S^{1/2}}{dE_S^{1/2}} H_S \quad (8)$$

$$\frac{3}{2} \tan^{1/3} \frac{t}{d} \frac{H_S}{E_S}^{1/2} H_R + \frac{H_R}{E_R}^{1/2} H_S$$

donde, nuevamente se utilizó la Eq. (3). Además,  $\alpha$  representa el semiángulo del indentador ( $74^\circ$ ) y  $E_S$  y  $E_R$  son los módulos de Young del sustrato y del recubrimiento, respectivamente.

**Korsunsky et al. [1998]** propusieron un modelo que describe la dureza en función del conjunto recubrimiento-sustrato en la escala desde la macro-Vickers, donde los resultados son dominados por el sustrato, hasta cargas sumamente bajas del orden de las nanoindentaciones, los cuales son dominados por el recubrimiento. Así, el modelo se expresa como:

$$H_C = H_S \frac{H_R}{1} \frac{H_S}{d^2/k} \quad (9)$$

donde:  $H_S$  y  $H_F$  son obtenidas a partir de la Eq (3) y  $k$  representa un parámetro del material.

## 2.5 BOMBARDEO IÓNICO

El bombardeo iónico (BI) es una de las técnicas de deposición física en fase vapor (PVD), la cual fue descubierta por **Grove [1842]** cuando observó que la superficie de un sólido (blanco) podía ser desgastada por un flujo de iones positivos acelerados que chocan sobre la misma. Así, el BI es un proceso mediante el cual átomos neutros o iones altamente energéticos (superior a 30 eV), generados en un plasma y acelerados hacia el blanco colocado a un potencial negativo (cátodo), produce la salida de uno o más átomos o moléculas por transferencia de momento, lo cual constituye un proceso mecánicamente activado. Adicionalmente, el bombardeo iónico se realiza en una cámara al vacío, en la cual entra un gas de trabajo que generalmente es hidrógeno (ver Fig. 19). Por otro lado, existen otras técnicas de PVD como las siguientes: implantación iónica, evaporación, bombardeo iónico, deposición asistida por plasma y arco eléctrico.

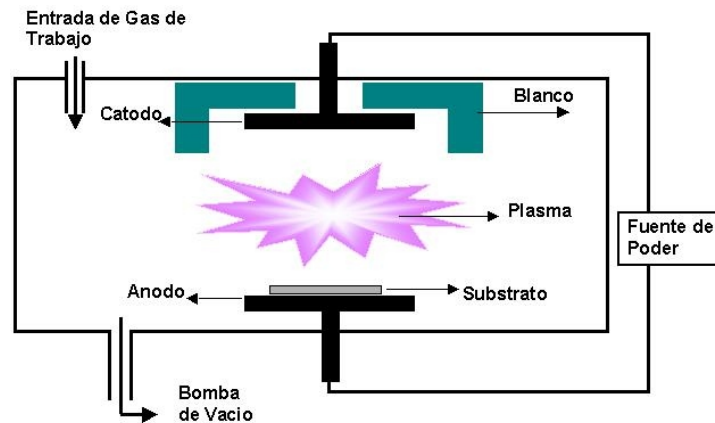


Fig. 19. Esquema de la cámara de bombardeo iónico.

**Berry [1968]** reportó que el bombardeo iónico fue utilizado en la década de los años 1930-1940, para depositar películas magnéticas conductoras sobre discos plásticos (es decir, discos de fonógrafos) y que a finales de la década de los años de 1950-1960 dicho proceso fue utilizado para depositar a gran escala películas de TaN sobre lotes de capacitores y resistores, motivo por el cual se desarrollaron sistemas en línea con el fin de reducir los tiempos de producción. **Wehner [1955]** descubrió que una descarga incandescente por radio frecuencia (RF) podía ser utilizada conjuntamente con un blanco aislado eléctricamente de  $\text{SiO}_2$ ; posteriormente, esta técnica ha tenido gran influencia en el desarrollo de componentes eléctricos, circuitos microelectrónicos y productos del área óptica.

### 2.5.1 BOMBARDEO IÓNICO POR MAGNETRÓN

El bombardeo iónico por magnetrón constituye la técnica más avanzada para la obtención de recubrimientos de buena calidad mediante bombardeo iónico. Los plasmas, en

general, son moderadamente conductores, por lo cual la aplicación de campos eléctricos produce débiles perturbaciones. Sin embargo, la aplicación de campos magnéticos puede producir efectos muy significativos. Así, una partícula cargada al moverse en un campo magnético experimenta una fuerza,  $F_m$ , expresada de la manera siguiente:

$$F_m = q v B \quad (10)$$

donde:  $q$  es la carga de la partícula,  $v$  es su velocidad y  $B$  es el campo magnético. Así, una partícula cargada al moverse en ángulo perpendicular a un campo magnético, experimenta una fuerza que hace que la partícula se mueva en una trayectoria de orbita circular,  $r$ , como resultante de igualar las fuerzas centrípetas y magnéticas, lo cual es expresado por la relación siguiente:

$$r = \frac{m v}{q B} \quad (11)$$

donde:  $m$  es la masa de la partícula y  $v$  es la componente de la velocidad perpendicular al campo magnético. Es por ello que, sí existe una componente de velocidad de la partícula paralela al campo magnético, se induce en la misma una trayectoria helicoidal. Además, la ecuación anterior puede ser escrita en términos de la energía cinética de la partícula,  $E_c$ , de la forma siguiente:

al continuar con el análisis y aplicando el campo eléctrico, el mismo electrón experimenta una fuerza constante orientada hacia la parte superior de la página, lo cual es el resultado de la relación  $F_E = qE$ . Al sobreponer los dos campos, la partícula en el recorrido hacia abajo de la órbita circular sufre una desaceleración; por otro lado, en el recorrido hacia arriba de la órbita ésta se acelera y el radio efectivo de la órbita aumenta. Por lo tanto, este caso de movimiento cíclico es una trayectoria media de deriva efectiva hacia la derecha, en la dirección perpendicular a los campos magnéticos, la cual es conocida como la velocidad media de arrastre del producto  $E \times B$ , siendo la base para un gran número de técnicas de procesos con plasmas, incluyendo el magnetrón.

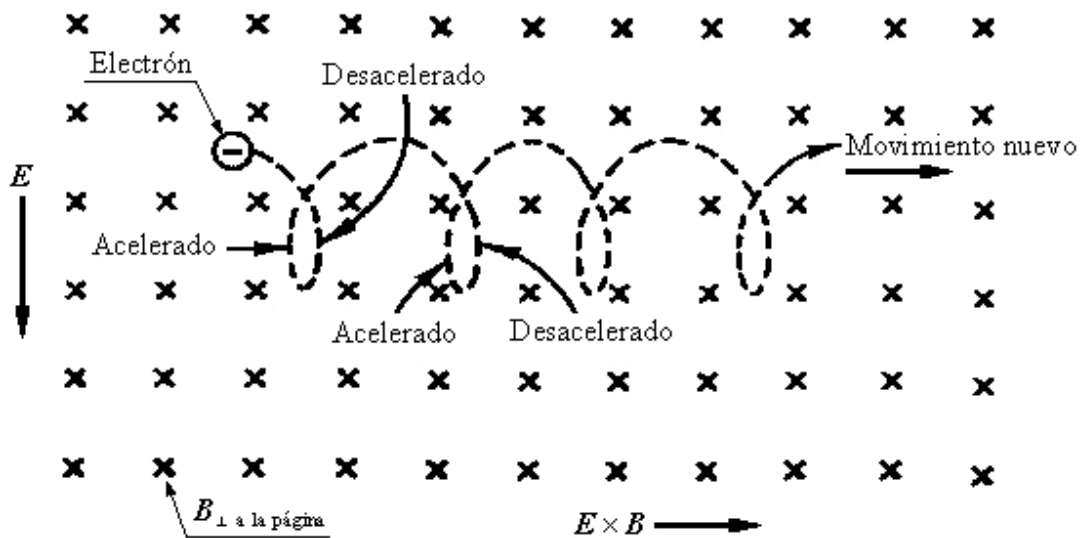


Fig. 20 Movimiento de los electrones en campos magnéticos y eléctricos. El campo eléctrico vertical ( $E$ ), y el campo magnético es perpendicular al plano del papel ( $B$ ).

La velocidad media de arrastre  $v_{E \times B}$ , puede ser calculada a partir del movimiento de una partícula la cual puede ser:

$$\mathbf{v}_{E \times B} = \frac{E}{B} \quad (14)$$

## 2.5.2 APLICACIONES DE CAMPOS MAGNÉTICOS EN PLASMAS

**Hill [1986]** reportó que en la década de 1970 - 1980 se realizó la innovación más importante de este método de deposición, la cual consistió en la adición de un campo magnético en el blanco metálico con el fin de hacer local la acción del plasma en ese blanco, con lo cual se libera una mayor cantidad de átomos y se obtiene una mayor velocidad de deposición. De esta forma, el bombardeo iónico con un magnetrón se convirtió en una técnica comercialmente competitiva en comparación con otras técnicas de deposición de películas delgadas, tal como la evaporación. Además, se redujo el calentamiento del sustrato durante el crecimiento del recubrimiento, permitiendo que por primera vez se pudiese obtener recubrimientos de alta calidad sin calentar el sustrato. Es decir, se pudo contribuir a la deposición de recubrimientos sobre semiconductores y conductores metálicos multicomponentes como AlSi, AlCu y AlSiCu sensibles a las altas temperaturas, **McLeod y Hartsough [1977]**. Esto puede ocurrir debido a que el movimiento de los electrones en presencia de un campo eléctrico y un campo magnético es igual al producto vectorial de ambos campos; es decir, en una trayectoria perpendicular a las dos direcciones de los campos; en este caso, el electrón se moverá en una trayectoria helicoidal en las cercanías de la superficie del blanco, como se puede observar en la Fig. 20. **Mah et al. [1974]** reportaron la deposición de recubrimientos resistentes al desgaste; **Schiller et al. [1987]** reportaron haber depositado aleaciones a base de Cr sobre partes automotrices plásticas.

La disposición ortogonal de los campos eléctricos y magnéticos confina los electrones en la superficie del cátodo. Así, a esta disposición se le conoce como magnetrón. Un ejemplo de este caso es el magnetrón plano circular, el cual consiste de un cátodo formado por un conjunto de magnetos o electromagnetos enfriados mediante agua. Los polos de los magnetos están orientados de forma tal que el eje central del mecanismo es un polo y su periferia un anillo que es el otro polo, tal como se presenta en la Fig. 21; así, las líneas de campo magnético viajan del polo central al externo, describiendo una trayectoria tipo parábola en la superficie del cátodo; es decir, perpendicular al campo eléctrico, produciendo un movimiento del electrón en forma de espiral, tal como se describió. Por lo tanto, la probabilidad de colisión electrón-molécula será mayor y producirá un aumento en la ionización y en consecuencia un plasma más denso, lo cual conlleva a mayores corrientes iónicas y altas velocidades de deposición en comparación con las obtenidas por un sistema convencional.

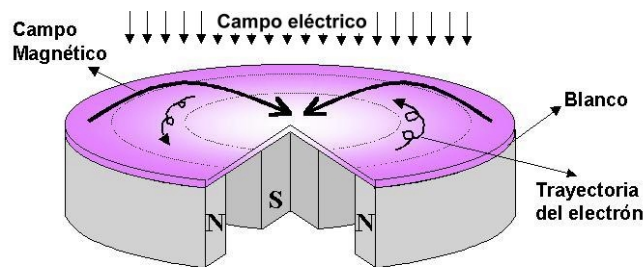


Fig. 21. Bombardeo iónico asistido con magneto

Por otro lado, existen otros cátodos donde el área es rectangular para compensar las pérdidas debido a efectos de gradientes del campo magnético cerca de los extremos del magnetrón, ya que los campos son incrementados ligeramente en cada extremo. Las principales ventajas de confinar el plasma mediante la técnica del magnetrón son: 1)

incrementar las velocidades de deposición; 2) reducir el bombardeo iónico dirigido a las paredes de la cámara; 3) disminuir el calentamiento del sustrato; 4) reducir los requerimientos de alta presión del gas de trabajo; 5) facilidad de aplicar a escala industrial.

**Wimond y Savvides [1986]** introdujeron el concepto de magnetron desbalanceado, en el cual el diseño general de magnetron circular plano fue modificado. Esto fue realizado fortaleciendo uno de los polos magnéticos con la finalidad de generar líneas de campo magnético más amplias en uno de los polos, de forma tal que estas atravesasen el sustrato y que los electrones no estén confinados a la superficie del blanco. Así, el flujo de electrones que sale del blanco puede arrastrar iones y acercar el plasma hacia el sustrato contribuyendo de este modo con la preparación superficial del sustrato. Existen siete configuraciones de magnetrones desbalanceados, los cuales se pueden agrupar en tres categorías: 1) polo central más fuerte, 2) polo exterior más fuerte y 3) cercanamente balanceados. También, reportaron que el flujo de iones en la región del sustrato aumenta linealmente con la corriente de descarga sin estar significativamente influenciado por la presión total del sistema.

**Musil y Kadlec [1990]** depositaron películas de TiN a distancias del blanco/sustrato de 200 mm, obtenidas a densidades de corriente iónica de  $6 \text{ mA/cm}^2$  con voltajes de -5 a -100 V, lo cual fue importante para muchas aplicaciones industriales. El magnetron desbalanceado tiene un beneficio adicional que consiste en la que energía iónica así como el flujo de iones pueden ser variados casi independientemente, lo cual permite investigar los parámetros del proceso relacionados con la microestructura final de los recubrimientos.

La otra variación del proceso es que se generó un campo magnético cerrado en el interior de la cámara, el cual es denominado “Sistema Multimagnetron de Campo

Cerrado”, tal como se presenta en la Fig. 22; el gran aporte de esta variación es que para este proceso de deposición no es necesario tener una cara de la muestra paralela al blanco, debido a que el plasma envuelve lo que se encuentra dentro del reactor, permitiendo recubrir muestras de geometría muy compleja.

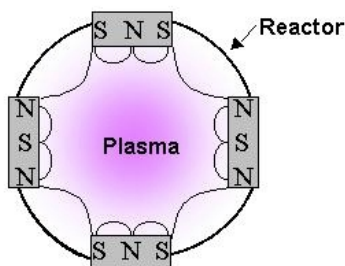


Fig. 22. Sistema multimagnetron de campo cerrado.

En las Figs. 23-25 se presentan las variaciones en la velocidad de deposición, densidad de corriente iónica, relación ión a átomo de Ti en función del voltaje negativo de polarización del sustrato, lo cual fue obtenido al incrementar rápidamente la densidad de corriente iónica y luego mantenida entre  $0,6$  y  $0,8 \text{ mA cm}^2$ , produciendo un flujo de iones bombardeado de  $0,3$  a  $0,4$  iones por átomo de Ti depositado, el cual es un valor típico para los magnetrones convencionales.

Adicionalmente, en las Figs. 26 y 27 se presentan la variación de la presión parcial de  $\text{N}_2$  del mismo y la velocidad de deposición en función del flujo de  $\text{N}_2$ . Al relacionar las Figs. 26 y 27, se puede observar que operaciones estables en el punto B no son fácilmente obtenidas por el método de puntos fijos, dado que un aumento relativamente pequeño de flujo produce una gran disminución en la velocidad de deposición, produciendo un rápido

aumento de la presión parcial de gas de los especímenes reactivos que están frente del blanco, lo cual es conocido como “envenenamiento” del blanco. Este efecto trae como consecuencia dificultades para mantener la estequiometría del recubrimiento de TiN. En la Fig. 28 se presenta la microdureza Vickers del recubrimiento de  $TiN_x$  en función del flujo de  $N_2$ , en el cual se presenta que la microdureza aumenta continuamente con el flujo de nitrógeno hasta obtener un recubrimiento de TiN estequiométrico. Luego, si el flujo crítico del gas reactivo es excedido, la microdureza cae abruptamente como consecuencia del “envenenamiento” del blanco.

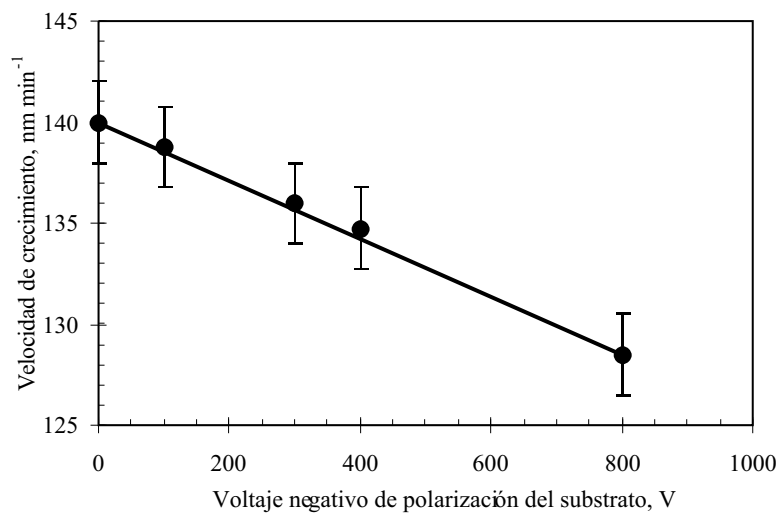


Fig. 23. Velocidad de crecimiento en función del voltaje de polarización del sustrato para un recubrimiento de TiN depositado a 300 °C (Petrov *et al.* [1989]).

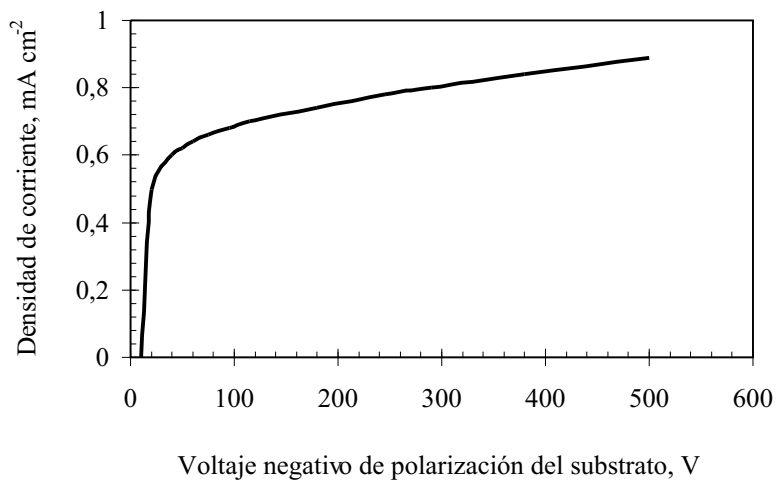


Fig. 24. Densidad de corriente de iones en función del voltaje de polarización del sustrato para un recubrimiento de TiN depositado a 300 °C (Petrov *et al.* [1989]).

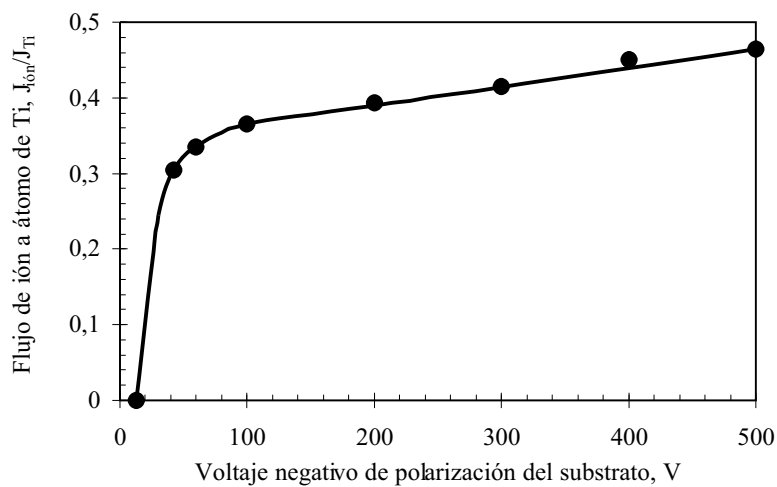


Fig. 25. Flujo de ión a átomo de Ti en función del voltaje de polarización del sustrato para un recubrimiento de TiN depositado a 300 °C (Petrov *et al.* [1989]).

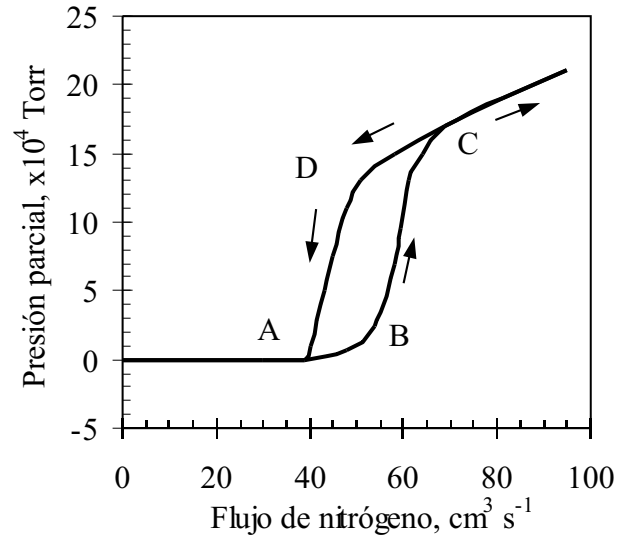


Fig. 26. Presión parcial de N<sub>2</sub> vs flujo de gas reactivo en una descarga de mezcla de Ar-N<sub>2</sub> bajo control de flujo de masa, a un potencial del blanco de 10 kW (Sproul and Tomashek [1987]).

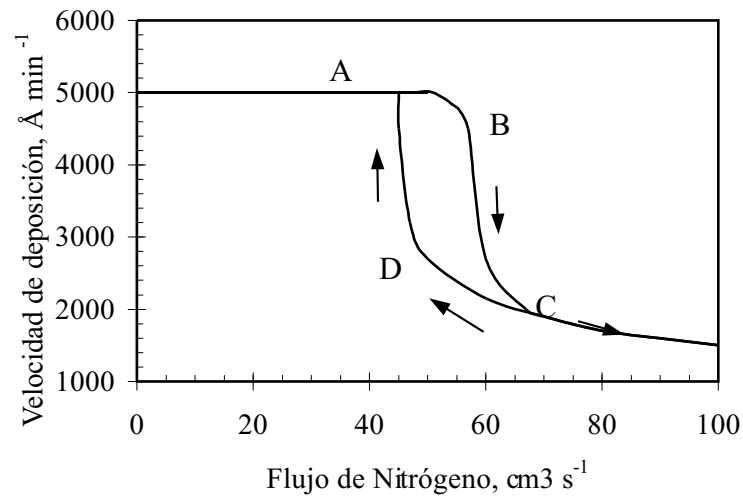


Fig. 27. Velocidad de deposición vs comportamiento de histéresis del flujo para depósitos de TiN<sub>x</sub>, a un potencial del blanco de 10 kW, en una descarga de mezcla de Ar-N<sub>2</sub> (Sproul and Tomashek [1987]).

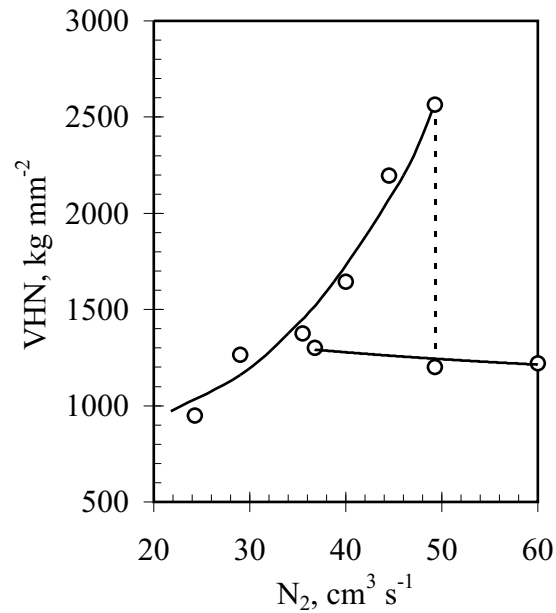


Fig. 28. Microdureza ( $\text{NHV}_{100}$ ) vs velocidad de flujo del nitrógeno, para recubrimientos de  $\text{TiN}_x$  (Münz and Hofmann [1983]).

Se han realizado avances importantes para controlar en forma automática el flujo del gas reactivo. Así, **Sproul y Tomashek [1984]**, **Affinito y Parsons [1984]**, **Schiller et al. [1987]** y **Gogel [1987]** desarrollaron controladores mediante espectrómetros de masa, microprocesadores, monitores de emisión del plasma, y monitores ópticos del gas, respectivamente.

En la Fig. 29 se presenta el modelo de crecimiento de la película y sus características microestructurales en función de la presión parcial del gas y la temperatura del substrato. Este modelo fue propuesto por **Movcham y Demchin [1969]**, luego expandido por **Thorton [1974]** específicamente aplicado a recubrimientos obtenidos por bombardeo iónico.

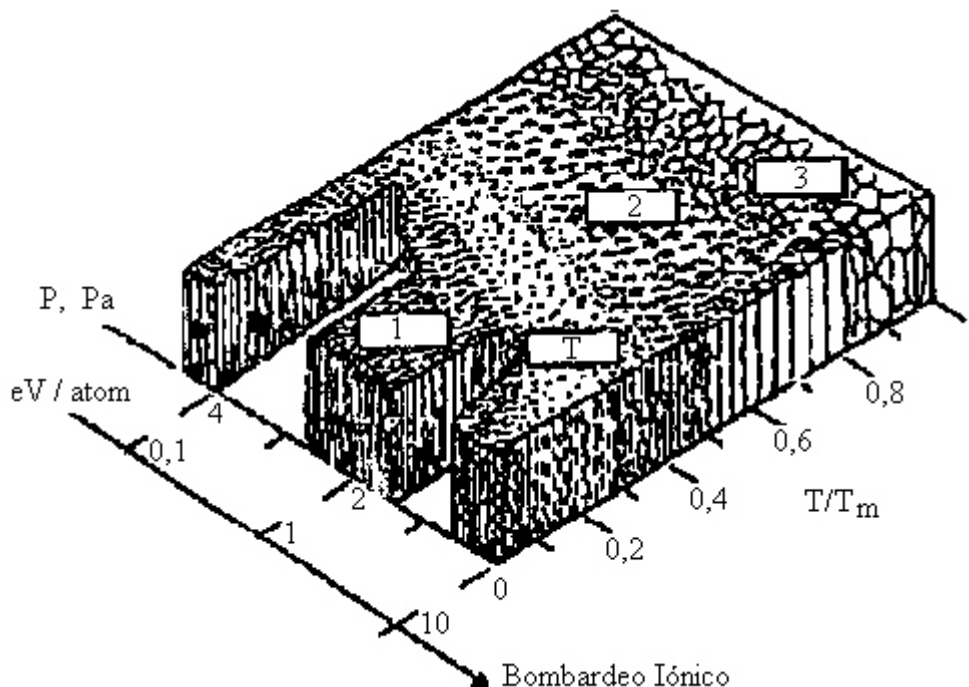


Fig. 29. Morfología y estructura de un recubrimiento en función de la temperatura homóloga  $T/T_m$  y la presión del gas en el bombardeo o energía de deposición por átomo; región 1) estructura porosa; T) zona de transición; 2) estructura columnar; 3) recristalización del material depositado; T (K) es la temperatura del sustrato;  $T_m$  (K) es el punto de fusión del material.

Finalmente, **Teer [1988 y 1989]** reportó la primera aplicación industrial, utilizando un sistema de tres magnetrones desbalanceados en arreglo vertical, el cual fue utilizado para recubrir herramientas de corte.

Los aceros inoxidables austeníticos 316L poseen excelentes propiedades criogénicas y buena resistencia a altas temperaturas, sus propiedades mecánicas son similares a los aceros de medio carbono pero ofrecen excelente resistencia a la corrosión generalizada por exposición a la atmósfera, medios acuosos y a ácidos. **Davis et al. [1994]** reportaron que el molibdeno imparte a los aceros inoxidables tipo 316L mayor resistencia tanto a los ácidos acético y fosfórico como también a las soluciones clorinadas. Sin

embargo, estos aceros se caracterizan por tener baja resistencia al desgaste y al rallado. Es por ello, que se han realizado tratamientos superficiales mediante técnicas de nitruración por implantación iónica, nitruración mediante plasma pulsado e implantación de iones por inmersión en plasma, con el fin de mejorar su propiedades tribológicas sin disminuir la resistencia a la corrosión, **Terwagne *et al.* [2000]**.

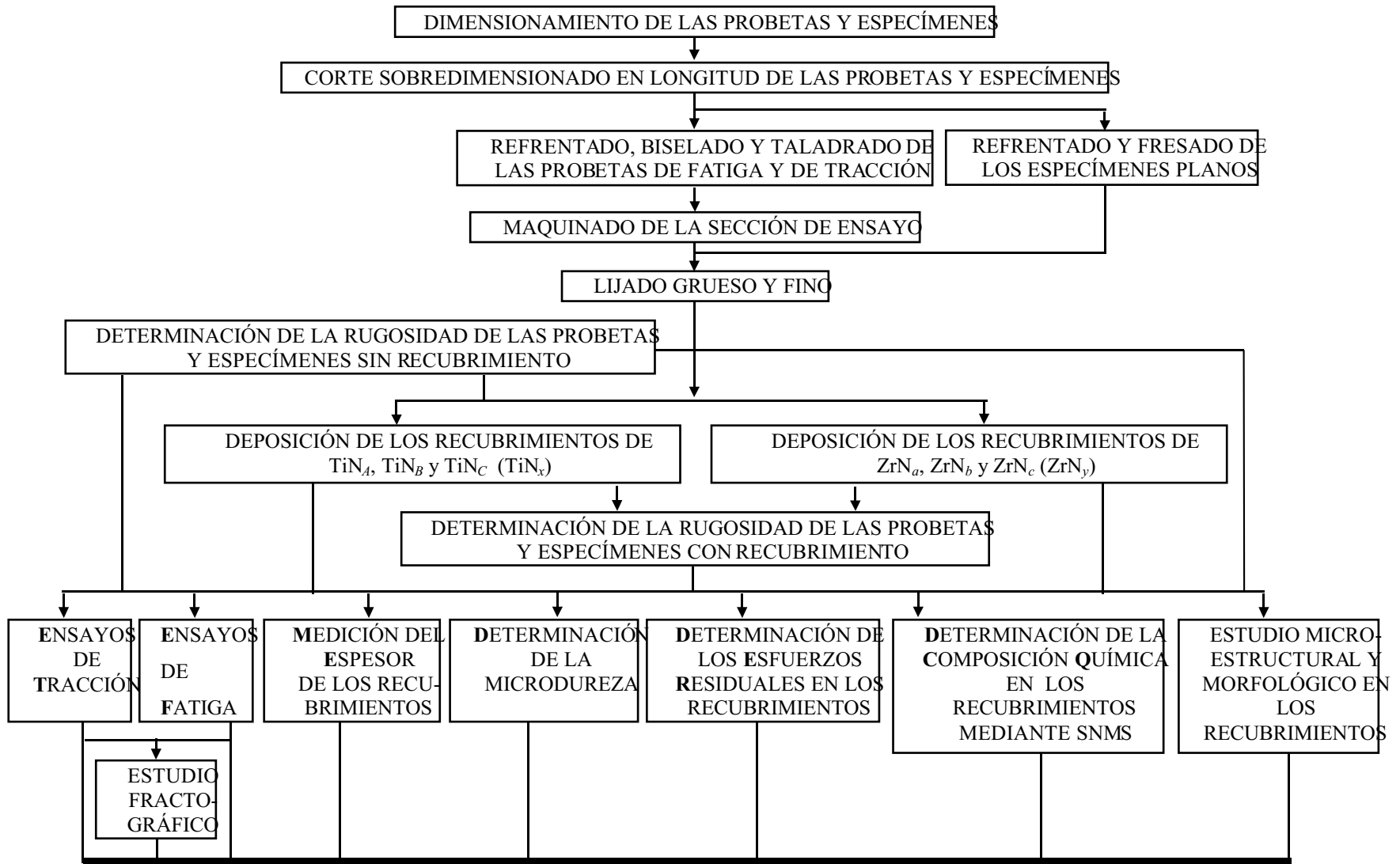
El objetivo de la presente investigación es determinar el efecto de la estequiometría de tres recubrimientos a base de TiN y ZrN depositados en un substrato de acero inoxidable 316L, sobre el comportamiento a la fatiga al aire y fatiga corrosión en un medio al 3 % en peso de NaCl, y establecer el mecanismo de fractura de estos conjuntos, tema de investigación que en los últimos años ha adquirido gran relevancia debido, por una parte, a los elevados costos ocasionados por los fenómenos de corrosión y desgaste, y por otra parte, debido a la importancia del fenómeno de fatiga en la falla catastrófica de componentes, lo cual pudiese ser potenciado por los tratamientos de superficie aplicados al substrato.

### 3 TÉCNICAS EXPERIMENTALES

En esta investigación se utilizó un acero inoxidable austenítico AISI 316L en barras estándar de diámetro 12,7 mm, el cual fue adquirido en la empresa **VENCRAFT C.A.** La finalidad de este trabajo fue estudiar el comportamiento a la fatiga al aire y fatiga en una solución de agua al 3 % en peso de NaCl de siete grupos o condiciones del material, los cuales fueron: (i) metal base; (ii) metal base + recubrimiento de  $TiN_A$ ; (iii) metal base +  $TiN_B$ ; (iv) metal base +  $TiN_C$ ; (v) metal base + recubrimiento de  $ZrN_a$ ; (vi) metal base +  $ZrN_b$  y (vii) metal base +  $ZrN_c$ . La composición química promedio del acero 316L, en % en peso fue: 0,021 C, 0,35 Si, 1,40 Mn, 0,030 P, 0,008 S, 16,84 Cr, 2,22 Mo, y 11,38 Ni. Además, entre sus propiedades estáticas se tienen que el esfuerzo de fluencia a 0,002 de deformación fue de 480 MPa y la resistencia a carga máxima fue de 686 MPa, las cuales fueron proporcionadas por el fabricante de ese acero.

En este capítulo se presenta un diagrama de flujo de la metodología experimental, el cual comienza desde la etapa de dimensionamiento y determinación del número de probetas de fatiga y tracción y especímenes planos para caracterizar los recubrimientos de  $TiN_A$ ,  $TiN_B$ , y  $TiN_C$  ( $TiN_x$ ), y  $ZrN_a$ ,  $ZrN_b$  y  $ZrN_c$  ( $ZrN_y$ ). Dicha caracterización consistió en determinar: espesor, dureza, composición química y esfuerzos residuales. Se realizó un estudio de la superficie de fractura en algunas de las probetas que fallaron por fatiga al aire y fatiga-corrosión en la región de vida temporal y probetas ensayadas en tracción.

### 3.1 DIAGRAMA DE FLUJO DE LA METODOLOGÍA EXPERIMENTAL



### 3.2 DIMENSIONAMIENTO DE LAS PROBETAS Y ESPECÍMENES

Las dimensiones de las probetas de fatiga y fatiga-corrosión se obtuvieron del manual de la máquina de fatiga a flexión rotativa. Las dimensiones de las probetas de fatiga fueron: longitud total de 101,6 mm, diámetro de la sección de agarre de la probeta de 12,7 mm, radio continuo de la sección de ensayo 58,74 mm y diámetro mínimo de la sección de ensayo 6,25 mm, tal como se presenta en la Fig. 30.

Las dimensiones de las probetas de tracción se obtuvieron de la norma de la ASTM Designación A-370. Estas fueron las siguientes: longitud total de la probeta de 120 mm, diámetro de la sección de agarre de la probeta de 12,7 mm, longitud de la sección de ensayo 32 mm, diámetro de la sección de ensayo 6,35 mm y radio de acuerdo entre la sección de ensayo y la sección de agarre de la probeta de 5 mm, tal como se presenta en la Fig. 31.

Así mismo, se prepararon especímenes tipo paralelepípedo, tal como se presenta en la Fig. 32, los cuales son utilizados para caracterizar los recubrimientos de  $TiN_x$  y  $ZrN_y$ , principalmente para determinar los esfuerzos residuales en los recubrimientos mediante la técnica de difracción de rayos-X. También, se prepararon especímenes tipo disco (ver Fig. 33), para determinar la composición química de los recubrimientos y la microdureza del substrato y de los recubrimientos.

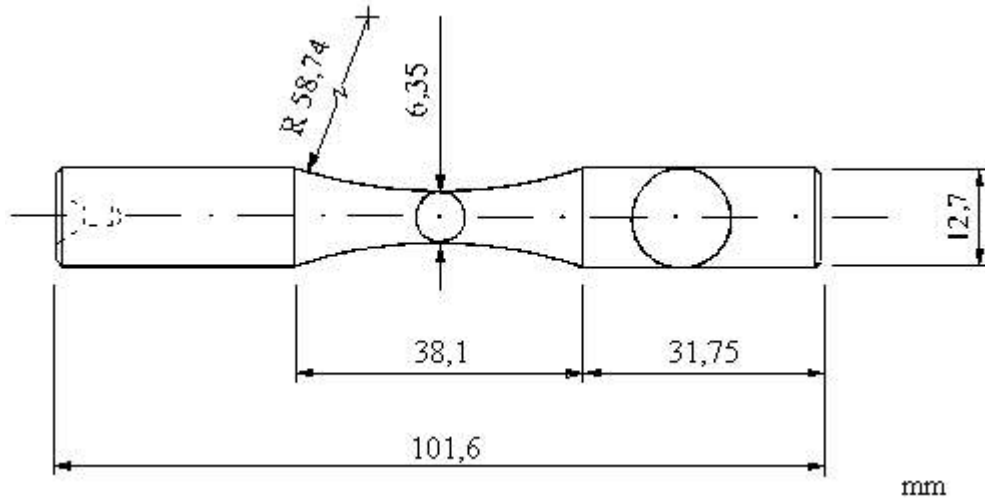


Fig. 30. Esquema de las probetas para ensayos de fatiga y fatiga-corrosión de acuerdo con las recomendaciones sugeridas por el manual de la máquina de ensayos de fatiga flexión rotativa.

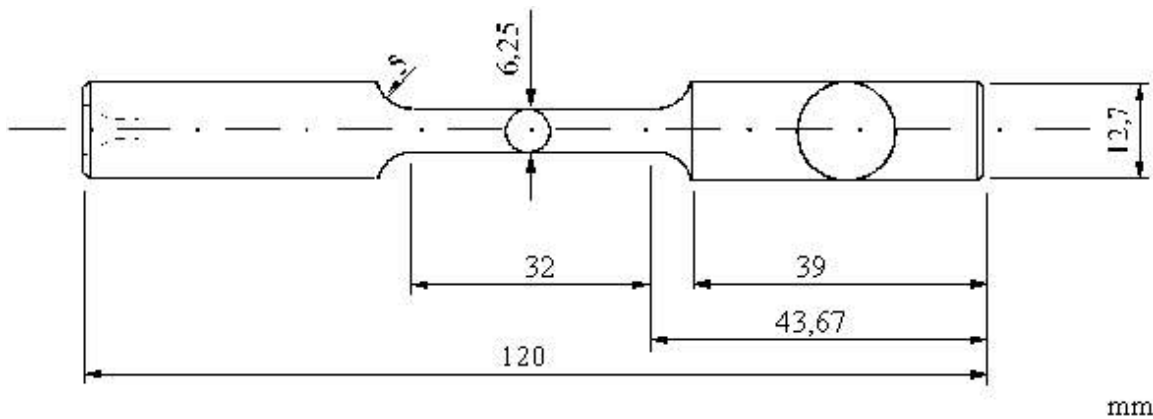


Fig. 31. Esquema de las probetas para ensayos de tracción de acuerdo con las recomendadas sugeridas por la norma de la ASTM A 370.

Por otro lado, la norma de la **ASTM Designación E-739 [1997]** recomienda que para obtener una ecuación confiable de **Basquin [1910]** es necesario ensayar veinticuatro (24) probetas de fatiga o fatiga-corrosión distribuidas en cuatro (4) niveles de esfuerzo y por cada uno de estas seis (6) probetas. En cuanto a la determinación del límite de fatiga se

utiliza el método de la escalera, para el cual se ensayará como mínimo quince (15) probetas, de acuerdo a lo reportada por **Dieter [1986]**.

Las propiedades estáticas reportadas corresponden a tres (3) probetas en tracción. El número de especímenes planos tipo paralelepípedo fue dos (2) y los especímenes planos tipo disco fueron diez (10).

De esta manera, se maquinaron probetas y especímenes adicionales a las descritas previamente con el fin de eliminar los resultados que se desvíen significativamente del promedio.

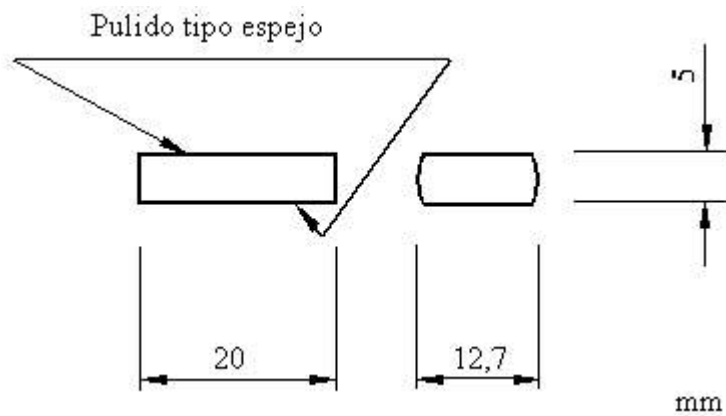


Fig. 32. Esquema de las probetas planas tipo paralelepípedo.

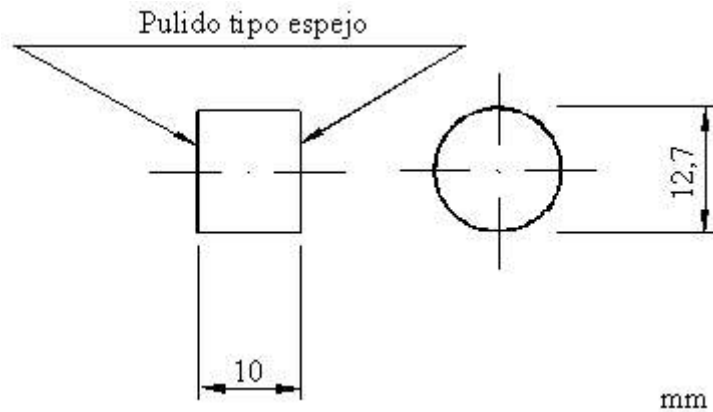


Fig. 33. Esquema de las probetas planas tipo disco.

### 3.3 MAQUINADO DE LAS PROBETAS Y ESPECÍMENES

El maquinado de las probetas y de los especímenes se inició con un corte sobredimensionado mediante una sierra alternativa marca **Ercote**, modelo **320**. Las longitudes sobredimensionadas de las probetas de fatiga y tracción fueron 105 y 125 mm, respectivamente; igualmente, las longitudes sobredimensionadas de los especímenes planos tipo paralelepípedo y disco fueron 25 y 15 mm, respectivamente.

Posteriormente, en un torno mecánico marca **Colchester**. Los especímenes fueron refrentados con la finalidad de obtener barras de 101,6 y 120 mm de longitud calibrada, para las probetas de ensayos de fatiga y tracción, respectivamente. Posteriormente, se realizó un biselado para eliminar todas las partes cortantes de los especímenes. Por último, se taladraron agujeros en una de las caras de los extremos de las probetas con la finalidad de que éstas pudiesen ser soportadas mediante un centro punto en un torno de control numérico.

El maquinado de la sección de ensayo de las probetas de fatiga y de tracción, fue realizado en un torno de control numérico marca **H. Ernault Somua**, modelo **600N**. Así, se obtuvieron probetas idénticas con un diámetro menor sobredimensionado de la sección de ensayo de 6,45 y 6,35 mm para las probetas de fatiga y tracción, respectivamente.

Luego, en uno de los extremos de las probetas se realizó un agujero de diámetro de 2 mm, con la finalidad de sujetar dichas probetas durante la etapa de deposición de los recubrimientos. El agujero fue realizado con un taladro vertical marca **Victoria Works**.

probeta de 300 rpm; produciendo así un lijado diagonal libre de entallas circunferenciales generadas durante el maquinado o por las lijas de número menores, las cuales podrían haber actuado como fuentes de iniciación de grieta de fatiga durante los ensayos.

### 3.4 DETERMINACIÓN DE LA RUGOSIDAD

La rugosidad de las probetas fue obtenida mediante un microscopio de interferometría óptica marca **ZYGO** (ver Fig. 34). El número de especímenes utilizados



Fig. 34. Perfilómetro utilizado para determinar las rugosidades de las probetas y especímenes.

para determinar la rugosidad del sustrato antes y después de aplicar los recubrimientos fue: 4 de cada 68 de las probetas de fatiga, 1 de cada 5 de las probetas de tracción, 1 de cada 2 de los especímenes planos tipo paralelepípedo y 1 de cada 10 de los especímenes planos tipo disco.

### 3.5 DEPOSICIÓN DE LOS RECUBRIMIENTOS DE $TiN_x$ Y $ZrN_y$ MEDIANTE LA TÉCNICA DE BOMBARDEO IÓNICO (SPUTTERING)

La deposición de los recubrimientos tanto de  $TiN_A$ ,  $TiN_B$  y  $TiN_C$  ( $TiN_x$ ) como también de  $ZrN_a$ ,  $ZrN_b$  y  $ZrN_c$  ( $ZrN_y$ ), fue realizada por la empresa **Teer Coating Limited**, en **Hartlebury, Worcestershire, UK.**, mediante un sistema de bombardeo iónico, a través de un magnetrón desbalanceado de campo cerrado. Cada magneto tiene un área de 300 X 125 mm.

La composición o pureza de los blancos de Ti y Zr fue de 99,95 con impurezas de Zr cuando el blanco es de Ti y viceversa. Por otro lado, la calidad de los gases de Ar y N fueron de tipo para investigación; es decir, que la cantidad de impurezas es sumamente baja.

Antes de iniciar el proceso de limpieza y desengrasado de las probetas, la presión de la cámara fue de  $10^{-5}$  Torr. Subsecuentemente, la limpieza es llevada a cabo a una presión parcial de Ar igual a  $1,5 \times 10^{-3}$  Torr, voltaje de polarización de 1000 V, corriente 0,5 A y un tiempo de limpiado de 25 min. Además, durante este proceso de limpieza las probetas alcanzan una temperatura de 200 °C. Finalmente, la limpieza y la hermeticidad del sistema siempre se verifican antes de llevar a cabo el proceso de deposición; para ello, se realiza

una prueba a una velocidad de deposición dada ya que es mucho más sensible que un espectrómetro de masa; así, este resultado asegura que la contaminación sea mínima.

La deposición de los recubrimientos se realiza a una presión de  $1,5 \times 10^{-3}$  Torr, voltaje de polarización del substrato de -50 V y corriente de polarización del substrato de 10 A. Por otro lado, durante la deposición del recubrimiento, el substrato no supera la temperatura de 200 °C.

Para garantizar la estequiometría de los recubrimientos ya sea de  $\text{TiN}_x$  o de  $\text{ZrN}_y$ , se usa un Monitor de Emisión Óptica (MEO) para supervisar el plasma, luego mediante un sistema de válvula piezoeléctrica se controla el flujo de nitrógeno.

Para la deposición se fija (ajustando el voltaje del fotomultiplicador) el magnetrón del bombardeo iónico al nivel máximo de 100 % de emisión metálica, a la potencia requerida sin que esté presente ningún gas reactivo. El nivel deseado de nitrógeno es fijado en el comparador del control, por ejemplo "55%", y el controlador admite gas reactivo hasta que la señal de la emisión óptica se reduce a 55% de su valor original. El controlador mantiene el mismo automáticamente durante la deposición.

La técnica de MEO esencialmente controla el flujo de átomos metálicos que salen del blanco por lo que la estequiometría de los recubrimientos reactivos depositados en el substrato dependerán del flujo de gas reactivo y de las condiciones del blanco. Por lo tanto, la técnica de MEO proporciona un método confiable para mantener estable las condiciones del bombardeo iónico.

Para la deposición de los recubrimientos de nitruro de titanio se usó como gas reactivo  $\text{N}_2$ , fijando en el comparador del control de niveles 55, 65 y 75% lo cual condujo a la formación de recubrimientos de  $\text{TiN}_{0,55}$ ,  $\text{TiN}_{0,65}$  y  $\text{TiN}_{0,75}$  ( $\text{TiN}_x$ ), respectivamente; para

los otros recubrimientos a base de Zr se usó  $N_2$  a niveles de 50, 60 y 70% conduciendo a recubrimientos de  $ZrN_{0,50}$ ,  $ZrN_{0,60}$  y  $ZrN_{0,70}$  ( $ZrN_y$ ), respectivamente.

### 3.6 DETERMINACIÓN DEL ESPESOR DE LOS RECUBRIMIENTOS

La medición de espesor de los recubrimientos de  $TiN_x$  y  $ZrN_y$  fue realizado mediante la técnica de la calota esférica (Calotest, ver Fig. 35). Esta técnica consiste en la realización de un cráter esférico en una probeta plana, en la cual dicho cráter es producido por la fricción generada con una bola de acero endurecido y pasta de diamante. Esta bola gira sobre si misma debido a que es soportada por la probeta e impulsada por un eje rotatorio. El radio de la bola ( $R_b$ ) es de 19 mm. Este estudio fue conducido utilizando dos (2) especímenes tipo disco para cada condición del material recubierto.



Fig. 35. Equipo de ensayo de calota esférica utilizada para determinar el espesor de los recubrimientos.

Una vez obtenidos los cráteres, se midieron las distancias  $D_{cr}$  y  $D_{cs}$  (ver Fig. 36) mediante la utilización de un analizador de imágenes marca **LECO**, modelo **500** y una lupa estereoscópica marca **Nikon**, modelo **SMZ-U**. Posteriormente, los valores de  $R_b$ ,  $D_{cr}$  y  $D_{cs}$  fueron sustituidos en la Ec. (15), la cual proporciona un valor del espesor del recubrimiento.

$$E = \frac{1}{2} \sqrt{4R_b^2 - D_{cs}^2} - \sqrt{4R_b^2 - D_{cr}^2} \quad (15)$$

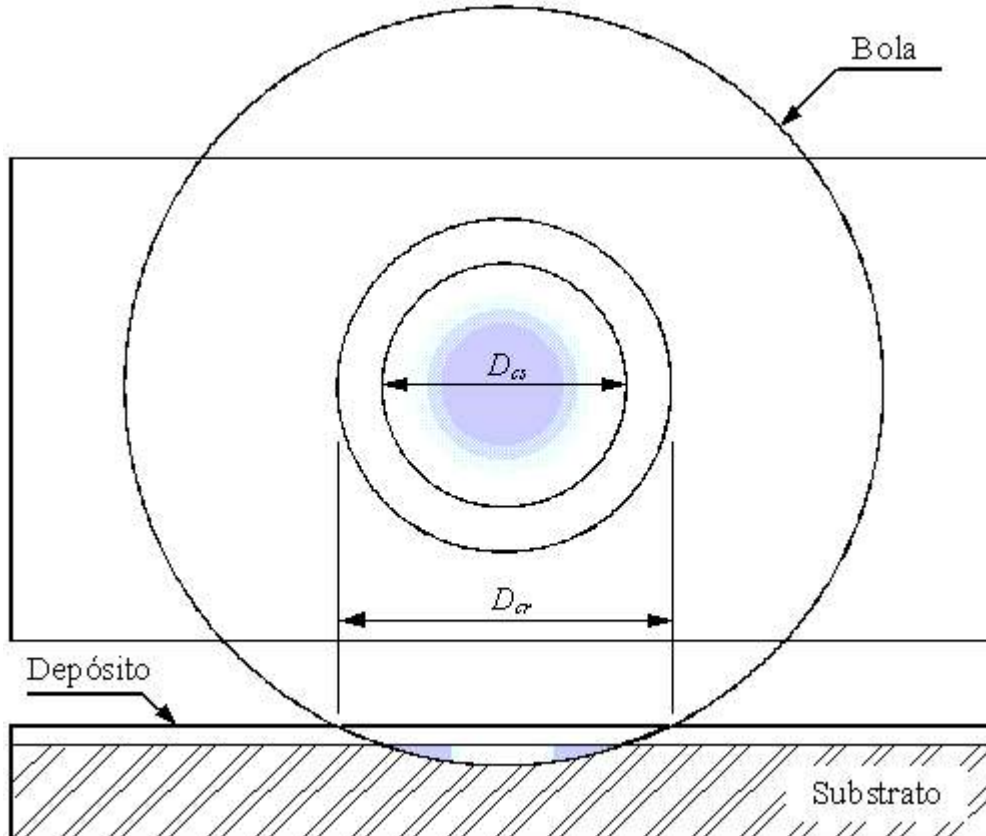


Fig. 36. Esquema de la medición de las distancias  $D_{cr}$  y  $D_{cs}$  en la técnica de la calota esférica.

### 3.7 DETERMINACIÓN DE LA MICRODUREZA DE LOS RECUBRIMIENTOS

Las mediciones de microdureza fueron realizadas mediante un microscopio óptico marca **Leitz**, modelo **metallux** el cual tiene acoplado un indentador Vickers. Para cada condición de material se utilizaron cargas de: 5, 10, 25, 50, 100, 200 y 400 g las cuales se aplicaron durante 15 s en la superficie de los especímenes. Para cada una de las cargas se realizaron doce (12) indentaciones, tal como lo recomiendan las normas de la **ASTM** Designación **B-578** y **E-384**. Las mediciones de las diagonales de las indentaciones para las

cargas aplicadas de 5 y 10 g, fueron realizadas mediante un microscopio electrónico de barrido. Este estudio fue conducido utilizando dos (2) especímenes tipo disco para cada condición del material sin y con recubrimiento.

### **3.8 DETERMINACIÓN DE LA COMPOSICIÓN QUÍMICA EN LOS RECUBRIMIENTOS**

La composición química en la superficie de los recubrimientos de  $\text{TiN}_{0,65}$ ,  $\text{ZrN}_{0,50}$ , y  $\text{ZrN}_{0,70}$  fue determinada mediante la técnica de espectrómetro de masa neutral asistido por bombardeo (SNMS), marca **Leybold**, modelo **INA 3**. Este estudio fue conducido utilizando un (1) espécimen tipo disco para las condiciones de recubrimientos  $\text{TiN}_B$ ,  $\text{ZrN}_a$  y  $\text{ZrN}_c$ .

### **3.9 DETERMINACIÓN DE LOS ESFUERZOS RESIDUALES EN LOS RECUBRIMIENTOS**

La medición de los esfuerzos residuales fue realizada mediante la técnica de difracción de rayos-X (XRD) en un difractómetro totalmente automático marca **SIMENS** modelo **D500**, el cual posee una fuente de  $\text{Cu K}$  de longitud de onda de radiación  $\lambda = 0,15406$  nm y un monocromador secundario.

### 3.10 ENSAYOS DE TRACCIÓN

Los ensayos de tracción fueron realizados en una máquina **Instron** modelo **8502** (ver Fig. 37). Estos ensayos fueron llevados a cabo mediante un programa de computadora para ensayos mecánicos. Los parámetros de control fueron: velocidad de desplazamiento de la mordaza móvil (actuador) de  $3 \text{ mm min}^{-1}$  y una sensibilidad de registro de datos de  $3 \text{ pts s}^{-1}$ . Estos últimos corresponden al alargamiento de la probeta ( $L_i$ ) y a la carga aplicada ( $F_i$ ).

Mediante un vernier digital se realizó la medición del diámetro inicial ( $d_o$ ) para determinar el área inicial ( $A_o$ ) de la sección transversal de la probeta. Cabe mencionar que los promedios de las propiedades estáticas para cada condición de material fueron obtenidos a partir de tres (3) ensayos de tracción. Cada ensayo fue realizado utilizando una distancia entre los cabezales de 5 mm, tal como se presenta en la Fig. 37. En el detalle A de la Fig. 37 se presenta el montaje de la probeta en el actuador, es decir, antes de ser instalada completamente para realizar el ensayo de tracción.



Fig. 37. Fotografía de la máquina utilizada para realizar los ensayos de tracción. (A) detalle del montaje de las probetas.

### 3. 11 ENSAYOS DE FATIGA

Los ensayos de fatiga al aire y bajo ambiente corrosivo fueron realizados en una máquina de fatiga flexión rotativa fabricada por **Fatigue dynamics Inc.**, modelo **RBF-200** (ver Fig. 38).

El comportamiento a la fatiga al aire se describe completamente mediante la resistencia a la fatiga (ecuación de Basquin) y el valor de límite de fatiga. El comportamiento a la fatiga-corrosión queda completamente definido sólo mediante la ecuación de Basquin.

El montaje de las probetas fue llevado a cabo de la forma siguiente: los extremos de la probeta fueron sujetados mediante mordazas al eje cónico y al eje del motor. El primero está conectado a una barra rectangular graduada en función del momento flector ( $M$ ), el cual es producido por la pesa que produce la carga aplicada con lo cual se produce en cierta región de la superficie de la probeta el nivel de esfuerzo ( $S$ ), dado por la siguiente ecuación:

$$S = \frac{M c}{I} \quad (16)$$

donde:  $c$  es la distancia desde el eje neutro de carga hasta la superficie de la probeta ( $c = d_o/2$ ),  $d_o$  es el diámetro inicial de la menor sección de ensayo de la probeta;  $I$  es el momento polar de inercia, el cual para una barra de sección circular se expresa como:

$$I = \frac{d_o^4}{64} \quad (17)$$

Sustituyendo en la Ec. (16) y despejando  $M$ , se obtiene:

$$M = 11,0955 * S * d_o^3 \text{ o } (M = 0,0982 * S * d_o^3) \quad (18)$$

donde:  $S$  es dada en MPa o (lbf/pulg<sup>2</sup>),  $d_o$  en mm o (pulg) y  $M$  en N\*mm o (lbf\*pulg). Por lo tanto, la Ec. (18) representa el momento flector en función del nivel de esfuerzo cíclico del ensayo y del diámetro de la sección de ensayo de la probeta. Todos los ensayos de fatiga fueron realizados a una frecuencia de 50 Hz (3000 rpm).

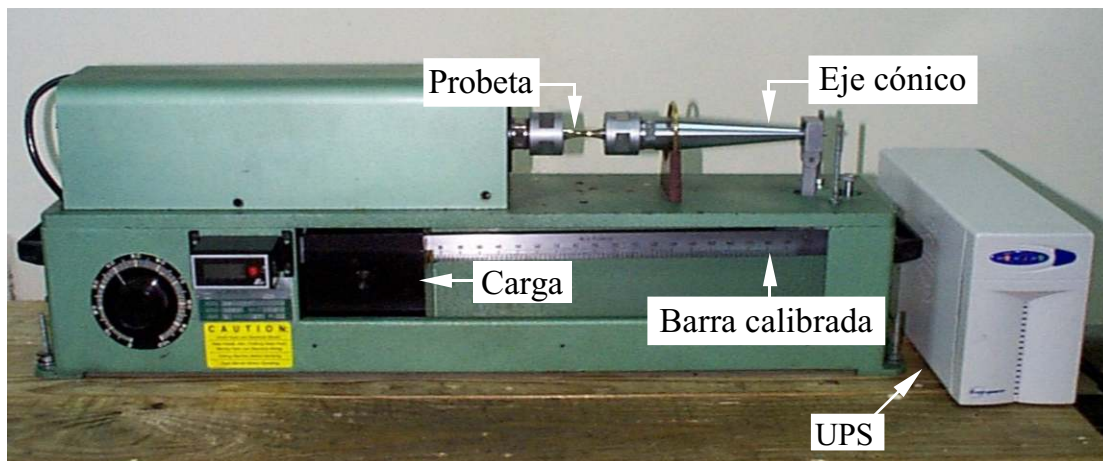


Fig. 38. Máquina de ensayo de fatiga flexión rotativa.

### 3.12 ESTUDIO FRACTOGRÁFICO

El estudio fractográfico fue realizado en una equipo marca **HITACHI**, modelo **S-2400** (20 kV), ver Fig. 39.

Se estudió el inicio de la superficie de fractura por fatiga de algunas de las probetas ensayadas a fatiga al aire y fatiga-corrosión a los niveles menores y mayores de esfuerzo correspondientes a los utilizados para determinar cada ecuación de resistencia a la fatiga de las condiciones del material recubierto.

Además, mediante esta técnica se midieron las diagonales de las indentaciones Vickers realizadas con carga aplicada de 10 y 5 g para las siete condiciones de material ensayado.

Por otra parte, también se realizó un estudio fractográfico en unas de las probetas ensayadas en tracción para las condiciones de material recubierto.



**Fig. 39. Microscopio electrónico de barrido.**

## **4 RESULTADOS Y ANÁLISIS DE RESULTADOS**

En este capítulo se presentan: los resultados obtenidos aplicando cada una de las técnicas experimentales descritas, sus correspondientes gráficas, un análisis que en varios casos se resume en tablas y se elaboran conclusiones de cada técnica. Así, se obtuvo tanto la rugosidad de las probetas y especímenes como también el espesor, perfiles de composición química, esfuerzos residuales y dureza en los recubrimientos. Además, para los conjuntos sustrato + recubrimiento se obtuvo: las propiedades estáticas y dinámicas.

Finalmente se presenta un estudio fractográfico conducente a explicar el comportamiento a la fatiga al aire y fatiga-corrosión obtenido para cada condición del material recubierto en comparación con los resultados obtenidos del sustrato.

### **4.1 RUGOSIDAD DE LAS PROBETAS Y ESPECÍMENES**

En la Fig. 40 se presentan los perfiles de rugosidad obtenidos tanto de las probetas para ensayos de fatiga y tracción como también de las muestras tipo disco y tipo paralelepípedo. En esta figura se presentan los resultados de rugosidad más frecuentes para cada tipo de probeta, sin y con recubrimiento.

Cabe mencionar que para determinar la rugosidad se requiere especificar en el programa del equipo, el tipo de superficie. Así, en la probeta para ensayos de tracción la superficie fue especificada como cilíndrica; para las muestras tipos disco y paralelepípedo la superficie especificada fue plana, lo cual geoméricamente es correcto. Sin embargo, en

la probeta para ensayos de fatiga la superficie fue especificada como cilíndrica debido a que ésta geometría es la que más se ajusta de acuerdo a las opciones de dicho programa.

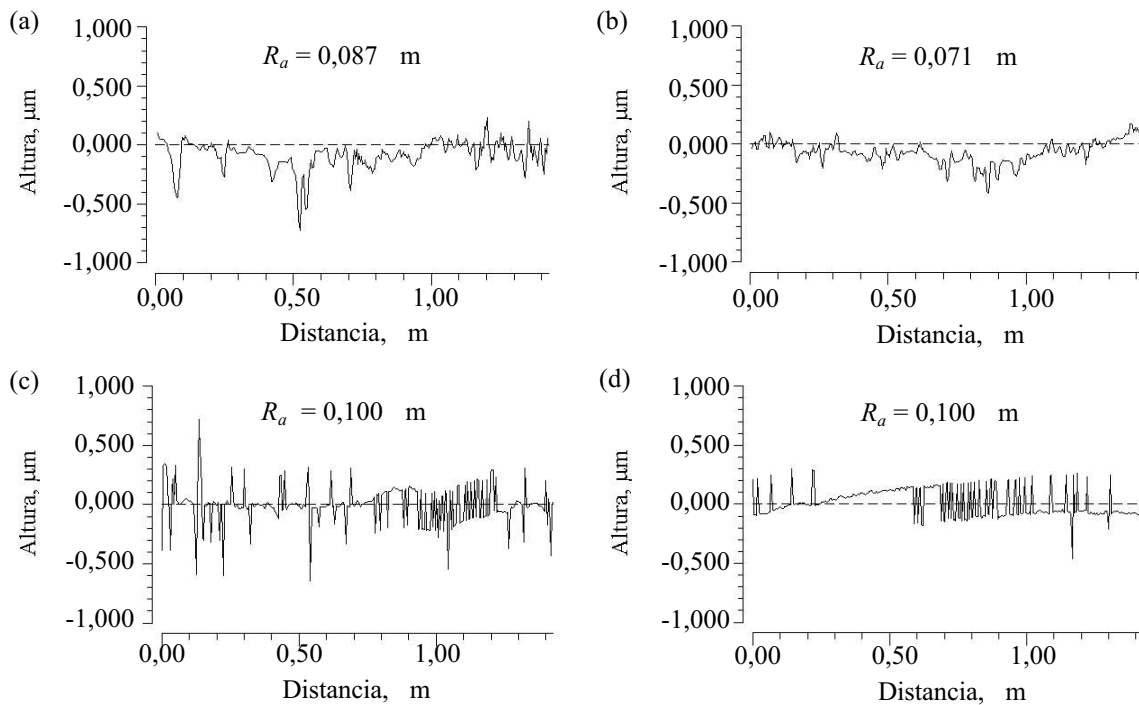


Fig. 40. Perfiles de rugosidad: (a) probeta para ensayos de fatiga, (b) probeta para ensayos de tracción, (c) probeta tipo disco y (c) probeta tipo para lelepípedo.

Aunque el número de probetas estudiadas fue muy bajo, cabe recordar que todas las muestras fueron pulidas con papel esmeril de SiC número desde 100 hasta 1200 y con un procedimiento idéntico para cada una de ellas. Por lo tanto, dado que ninguno de los resultados de rugosidad supera el valor de 0,20, el cual es exigido por la norma de la **ASTM Designación 606**, específicamente en las probetas para fatiga, se puede concluir que sobre la base del número de probetas estudiadas, estas cumplen con el acabado superficial exigido por la Norma y por ende los resultados de fatiga que se obtendrán pueden ser reproducidos.

## 4.2 ESPESOR DE LOS RECUBRIMIENTOS

En las Tablas 4 y 5 se presentan los valores de  $D_{cr}$  y  $D_{cs}$  (especificados en la Fig. 36) realizados en los recubrimientos de  $TiN_x$  y  $ZrN_y$ , respectivamente. Cada valor de  $D_{cr}$  y  $D_{cs}$  corresponde a un valor promedio obtenido de cuatro mediciones realizadas en un mismo cráter. Por otro lado, las primeras dos mediciones corresponden a una probeta y las otras dos corresponden a otra probeta.

En las mismas Tablas 4 y 5, se presentan los espesores calculados mediante la Ec. (15), los espesores promedios de las cuatro mediciones y las desviaciones estándar.

Tabla 4. Resultados de la aplicación de la técnica de la calota esférica para las tres estequiometrías de los recubrimientos de  $TiN_x$ .

| Estequiometría del recubrimiento | Medición # | $D_{cr}$ , m | $D_{cs}$ , m | $E$ , m | $E$ , m | DE, m |
|----------------------------------|------------|--------------|--------------|---------|---------|-------|
| $TiN_{0,55}$                     | 1          | 846,40       | 518,03       | 2,94    | 3,00    | 0,169 |
|                                  | 2          | 862,57       | 547,19       | 2,92    |         |       |
|                                  | 3          | 835,84       | 445,74       | 3,28    |         |       |
|                                  | 4          | 809,08       | 471,39       | 2,84    |         |       |
| $TiN_{0,65}$                     | 1          | 845,86       | 419,61       | 3,54    | 3,53    | 0,043 |
|                                  | 2          | 797,16       | 303,28       | 3,57    |         |       |
|                                  | 3          | 828,77       | 400,15       | 3,46    |         |       |
|                                  | 4          | 871,16       | 465,56       | 3,56    |         |       |
| $TiN_{0,75}$                     | 1          | 817,89       | 320,28       | 3,72    | 3,60    | 0,145 |
|                                  | 2          | 880,94       | 506,59       | 3,41    |         |       |
|                                  | 3          | 795,58       | 314,30       | 3,51    |         |       |
|                                  | 4          | 794,99       | 241,86       | 3,76    |         |       |

Tabla 5. Resultados de la aplicación de la técnica de la calota esférica para las tres estequiometrías de los recubrimientos de  $ZrN_y$ .

| Estequiometría del recubrimiento | Medición # | $D_{cr}$ , m | $D_{cs}$ , m | $E$ , m | $E$ , m | DE, m |
|----------------------------------|------------|--------------|--------------|---------|---------|-------|
| $ZrN_{0,50}$                     | 1          | 881,45       | 770,39       | 1,21    | 1,29    | 0,063 |
|                                  | 2          | 839,76       | 718,38       | 1,24    |         |       |
|                                  | 3          | 824,19       | 692          | 1,32    |         |       |
|                                  | 4          | 857,48       | 726,05       | 1,37    |         |       |
| $ZrN_{0,60}$                     | 1          | 944,26       | 715,95       | 2,49    | 2,56    | 0,122 |
|                                  | 2          | 837,30       | 529,11       | 2,77    |         |       |
|                                  | 3          | 847,82       | 577,54       | 2,53    |         |       |
|                                  | 4          | 1119,00      | 937,58       | 2,46    |         |       |
| $ZrN_{0,70}$                     | 1          | 752,55       | 482,28       | 2,20    | 2,14    | 0,061 |
|                                  | 2          | 960,21       | 782,78       | 2,04    |         |       |
|                                  | 3          | 1092,10      | 928,58       | 2,17    |         |       |
|                                  | 4          | 808,08       | 570,44       | 2,16    |         |       |

De los resultados anteriores se puede decir que las desviaciones estándar de cada espesor de recubrimiento son inferiores a 5% de cada espesor; por lo tanto, cada espesor corresponde a cada recubrimiento de  $TiN_x$  y  $ZrN_y$  en estudio.

Los espesores de los recubrimientos de  $TiN_{0,55}$ ,  $TiN_{0,65}$  y  $TiN_{0,55}$  tienen aproximadamente los mismos resultados, el cual corresponde en términos generales a aproximadamente a 3,4 m. De igual forma, los recubrimientos de  $ZrN_{0,60}$  y  $ZrN_{0,70}$  se pueden agrupar y especificar que tienen un espesor de 2,4 m. Por otro lado, el recubrimiento de  $ZrN_{0,55}$  tiene un espesor de 1,3 m.

Cabe mencionar que la empresa que realizó los recubrimientos no proporcionó el tiempo de deposición de cada recubrimiento.

### 4.3 PERFILES DE COMPOSICIÓN QUÍMICA DE LOS RECUBRIMIENTOS

En las Figs. 41 - 43 se presentan los perfiles de composición química en función de la profundidad del espesor de los recubrimientos de  $\text{TiN}_{0,65}$ ,  $\text{ZrN}_{0,50}$  y  $\text{ZrN}_{0,70}$ , respectivamente, en los que se puede apreciar la variación en el contenido de cada elemento desde la superficie del recubrimiento hasta el sustrato, y particularmente de aquellos que componen las películas depositadas. Es importante mencionar que aunque los mismos fueron obtenidos de una sola probeta, se considera que reflejan la variación de la composición química del resto de los recubrimientos utilizados en la presente investigación.

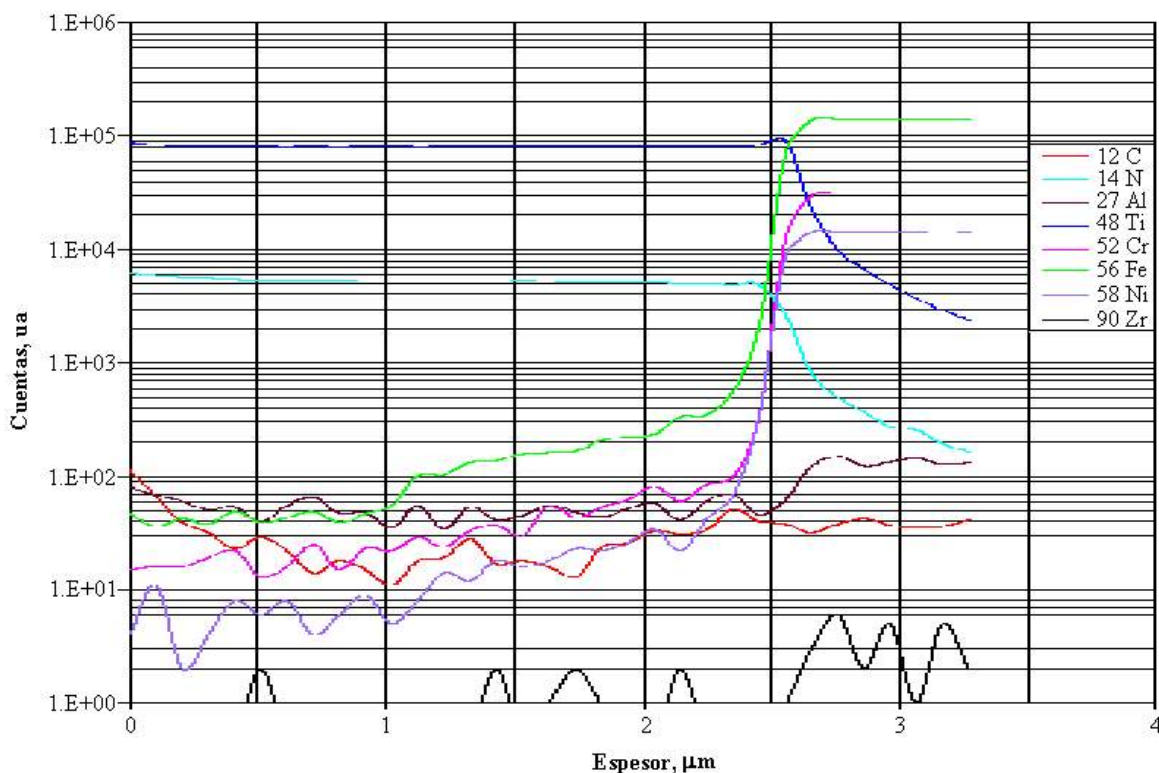


Fig. 41. Perfil de composición química del recubrimiento de  $\text{TiN}_{0,65}$  y parte del sustrato de acero inoxidable 316L.

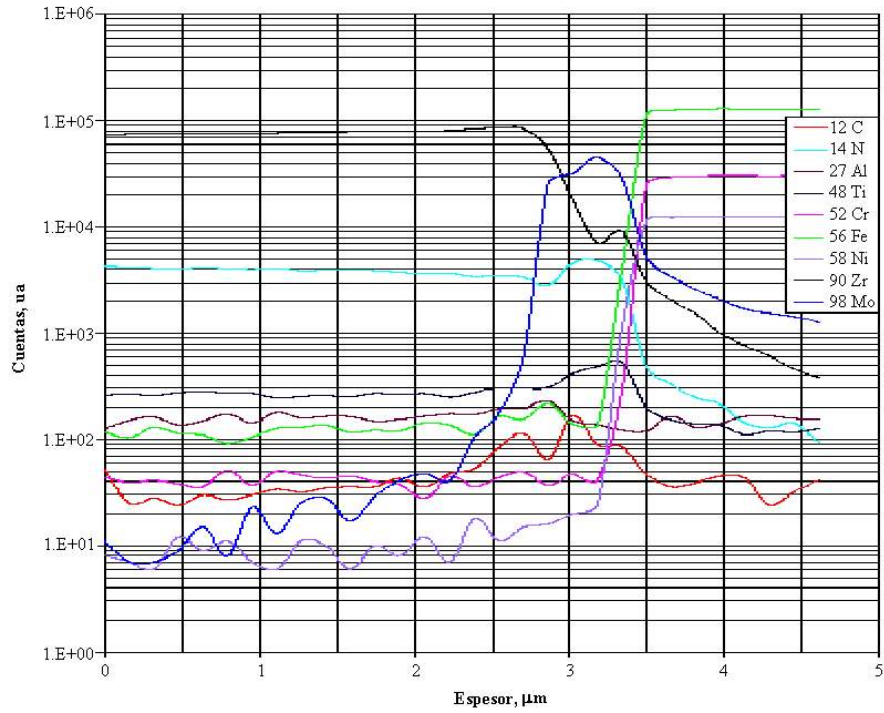


Fig. 42. Perfil de composición química del recubrimiento de  $ZrN_{0,50}$  y parte del sustrato de acero inoxidable 316L.

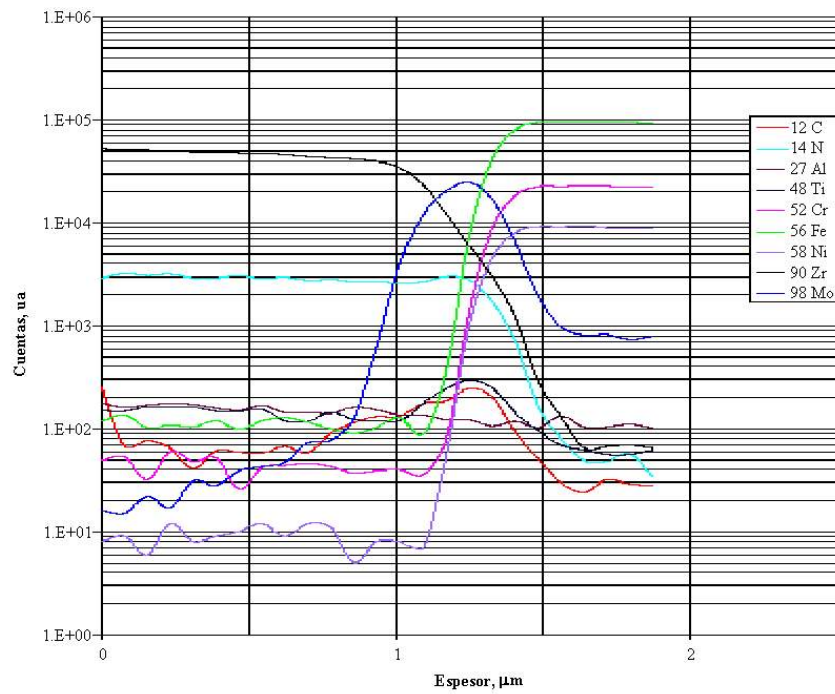


Fig. 43. Perfil de composición química del recubrimiento de  $ZrN_{0,70}$  y parte del sustrato de acero inoxidable 316L.

Sin embargo, cabe destacar que el espesor de los recubrimientos que se derivan a partir de estos perfiles no concuerda con los valores obtenidos mediante la técnica de la calota esférica, el cual es mucho más riguroso para este propósito.

#### 4.4 ESFUERZOS RESIDUALES EN LOS RECUBRIMIENTOS

Los esfuerzos residuales fueron determinados por el método de  $d \text{ vs } \text{sen}^2$ . Las condiciones de operación del difractómetro para realizar las mediciones en los recubrimientos de  $\text{TiN}_{0,65}$ ,  $\text{ZrN}_{0,50}$  y  $\text{ZrN}_{0,70}$ , se presenta en la Tabla 6.

Tabla 6. Condiciones de operación del difractómetro para realizar las mediciones en los recubrimientos de  $\text{TiN}_{0,65}$ ,  $\text{ZrN}_{0,50}$  y  $\text{ZrN}_{0,70}$ .

| Condiciones del material   | Paso, ° (2 $\theta$ ) | Tiempo de cuenta por paso, s | Intervalo de medición, ° (2 $\theta$ ) |
|----------------------------|-----------------------|------------------------------|--|
| 316L + $\text{TiN}_{0,65}$ | 0,05                  | 20                           | 118,0 - 130,0                          |
| 316L + $\text{ZrN}_{0,50}$ | 0,05                  | 20                           | 118,5 - 126,5                          |
| 316L + $\text{ZrN}_{0,70}$ | 0,05                  | 45                           | 103,5 - 116,0                          |

Para el recubrimiento de  $\text{TiN}_{0,65}$  se utilizó un módulo de Young (E) 424 GPa y un módulo de Poisson ( $\nu$ ) 0,20. Para el recubrimiento de  $\text{ZrN}_{0,50}$  y  $\text{ZrN}_{0,70}$  se utilizó un módulo de Young (E) 460 GPa y un módulo de Poisson ( $\nu$ ) 0,186; estas constantes fueron requeridas ya que esta técnica mide la deformación en la probeta.

Para el recubrimiento  $\text{TiN}_{0,65}$  las reflexiones en la familia de planos (422) correspondiente a un ángulo de aproximadamente 123,8° (2 $\theta$ ),  $\text{ZrN}_{0,50}$  en (511) a un ángulo

aproximado de  $121,3^\circ$  ( $2\theta$ ) y  $ZrN_{0,70}$  en (422) a un ángulo aproximado de  $110,4^\circ$  ( $2\theta$ ). Los cuales constituyen los picos de más alto ángulo sin presentar interferencia con el sustrato, debido a que el método utilizado requiere picos de ángulo alto porque un pequeño cambio en el parámetro de red constituye un, relativamente, gran desplazamiento angular ( $2\theta$ ) y un desplazamiento, el cual es la mediación para calcular los esfuerzos residuales.

En la Tabla 7 se presentan los esfuerzos residuales y parámetros de red determinados y el parámetro de red publicado por el Centro Internacional de Estándares de Difracción. Los cuales son dados ya que la técnica mide la deformación.

Tabla 7. Esfuerzos residuales y parámetros de red determinados por difracción de rayos-X.

| Condiciones del material | Esfuerzos residuales, MPa | Parámetro de red encontrado, nm | Parámetro de red publicado, Nm |
|--------------------------|---------------------------|---------------------------------|--------------------------------|
| 316L + $TiN_{0,65}$      | $-5704 \pm 377$           | 0,4279                          | 0,424173                       |
| 316L + $ZrN_{0,50}$      | $-2205 \pm 946$           | 0,4587                          | 0,457756                       |
| 316L + $ZrN_{0,70}$      | $-1502 \pm 773$           | 0,4595                          | 0,457756                       |

Cabe mencionar que los recubrimientos de  $ZrN_{0,50}$  y  $ZrN_{0,70}$  presentan picos que no tienen semejanza con los estándares publicado por el Centro Internacional de Estándares de Difracción.

A partir de los datos anteriores en donde se determinó que los esfuerzos residuales en los recubrimientos estudiados son de compresión, se puede concluir que para los recubrimientos de  $TiN_{0,55}$ ,  $TiN_{0,75}$  y  $ZrN_{0,60}$  también presentaran esfuerzos residuales de compresión cercanos a los determinados en los recubrimientos anteriores.

## 4.5 MICRODUREZA DE LOS RECUBRIMIENTOS

En las Tablas 8-14 se presentan los valores de las diagonales de las indentaciones Vickers realizadas en la superficie de las muestras sin y con recubrimiento de  $TiN_x$  y  $ZrN_y$ , respectivamente. También, se presentan los valores promedios de microdureza y la desviación estándar de dichas mediciones.

Cabe mencionar que las mediciones de las diagonales de las indentaciones realizadas para cargas aplicadas de 5, 10 y 25 g, fueron llevadas a cabo mediante un microscopio electrónico de barrido. Así, en las Figs. 44 y 45 se presentan algunas fotomicrografías de indentaciones en las muestras recubiertas con  $TiN_{0,65}$  y  $ZrN_{0,60}$ , respectivamente.

Para obtener los valores de dureza absoluta de los recubrimientos se aplicaron los modelos de microdureza propuestos por Jönsson and Hogmark [1984], Chicot and Lessage [1995] y Korsunsky *et al.* [1998]. Subsecuentemente, se realizó una optimización aplicando el método de los mínimos cuadrados.

En el caso del modelo de Jönsson y Hogmark [1984], la microdureza del conjunto recubrimiento-substrato, es una función de los parámetros,  $H_{0R}$ ,  $b_R$  y  $C$  cuyos valores óptimos son determinados a partir de los datos experimentales mediante diferencia de los mínimos cuadrados, la cual se determina a partir de los datos de dureza obtenidos experimentalmente y la dureza predicha por el modelo:

$$H_C^{exp} - H_C^{pred}^2. \quad (19)$$

Dado que la Eq (19) es no-lineal, se aplicó la técnica de optimización basada en el método de Newton-Gauss, la cual involucra la linealización de tales ecuaciones por medio de una expansión en series de Taylor; subsecuentemente, se aplicó el método de los mínimos cuadrados lineales hasta obtener una convergencia. Para el modelo de Jönsson y Hogmark [1984], la expansión de la Eq. (7) queda expresada como:

$$H_C = H_{C0} + \frac{H_C}{H_{0R}} H_{0R} - H_{0R}^{init} + \frac{H_C}{b_R} b_R - b_R^{init} + \frac{H_C}{C} C - C^{init} . \quad (20)$$

El modelo propuesto por Chicot y Lessage [1995], representado por la Eq. (8) involucra la optimización de los parámetros  $H_R$  y  $b_R$ . En este caso, la expansión en series de Taylor de dos variables, queda expresada como:

$$H_C = H_{C0} + \frac{H_C}{H_R} H_R - H_R^{init} . \quad (21)$$

Finalmente, con respecto al modelo propuesto por Korsunsky *et al.* [1998], los parámetros de Eq. (9) son  $H_R$  y  $b$ . Para este propósito, la expansión también se llevó a cabo mediante una serie de Taylor de dos variables la cual queda expresada como:

$$H_C = H_{C0} + \frac{H_C}{H_R} H_R - H_R^{init} + \frac{H_C}{b} b - b^{init} . \quad (21)$$

Tabla 8. Valores de diagonales y de microdureza Vickers determinados a diferentes cargas en la superficie de un acero inoxidable AISI 316L.

| Indentación<br># | Carga aplicada, g     |                       |                    |                       |                       |                    |                       |                       |                    |                       |                       |                   |                       |                       |                   |                       |                       |                   |                       |                       |                  |
|------------------|-----------------------|-----------------------|--------------------|-----------------------|-----------------------|--------------------|-----------------------|-----------------------|--------------------|-----------------------|-----------------------|-------------------|-----------------------|-----------------------|-------------------|-----------------------|-----------------------|-------------------|-----------------------|-----------------------|------------------|
|                  | 400                   |                       |                    | 200                   |                       |                    | 100                   |                       |                    | 50                    |                       |                   | 25                    |                       |                   | 10                    |                       |                   | 5                     |                       |                  |
|                  | d <sub>1</sub> ,<br>m | d <sub>2</sub> ,<br>m | HVN <sub>400</sub> | d <sub>1</sub> ,<br>m | d <sub>2</sub> ,<br>m | HVN <sub>200</sub> | d <sub>1</sub> ,<br>m | d <sub>2</sub> ,<br>m | HVN <sub>100</sub> | d <sub>1</sub> ,<br>m | d <sub>2</sub> ,<br>m | HVN <sub>50</sub> | d <sub>1</sub> ,<br>m | d <sub>2</sub> ,<br>m | HVN <sub>25</sub> | d <sub>1</sub> ,<br>m | d <sub>2</sub> ,<br>m | HVN <sub>10</sub> | d <sub>1</sub> ,<br>m | d <sub>2</sub> ,<br>m | HVN <sub>5</sub> |
| 1                | 57,8                  | 55,6                  | 231                | 36,8                  | 37,1                  | 272                | 23,8                  | 24,1                  | 323                | 19,1                  | 17,8                  | 271               | 13,0                  | 13,8                  | 258               | 7,8                   | 7,3                   | 325               | 6,0                   | 6,0                   | 258              |
| 2                | 56,0                  | 56,4                  | 228                | 35,7                  | 35,2                  | 295                | 25,3                  | 24,1                  | 304                | 17,7                  | 18,5                  | 283               | 13,0                  | 12,5                  | 285               | 7,8                   | 7,8                   | 305               | 6,0                   | 5,8                   | 266              |
| 3                | 58,8                  | 57,8                  | 229                | 35,0                  | 35,0                  | 303                | 24,9                  | 24,1                  | 308                | 19,9                  | 18,2                  | 256               | 13,4                  | 13,0                  | 266               | 7,6                   | 7,8                   | 313               | 5,8                   | 5,8                   | 276              |
| 4                | 55,6                  | 55,4                  | 228                | 37,2                  | 36,0                  | 277                | 26,7                  | 24,8                  | 279                | 19,1                  | 18,9                  | 257               | 13,2                  | 13,5                  | 260               | 8,1                   | 8,1                   | 283               | 5,9                   | 5,5                   | 285              |
| 5                | 58,0                  | 56,0                  | 238                | 37,5                  | 37,4                  | 264                | 24,9                  | 25,2                  | 296                | 18,4                  | 18,2                  | 277               | 13,0                  | 12,5                  | 285               | 8,1                   | 7,9                   | 290               | 5,5                   | 5,8                   | 290              |
| 6                | 57,1                  | 56,6                  | 226                | 39,0                  | 38,1                  | 249                | 24,2                  | 23,8                  | 322                | 19,5                  | 18,2                  | 261               | 13,0                  | 12,8                  | 279               | 7,8                   | 7,9                   | 301               | 5,8                   | 5,8                   | 276              |
| 7                | 57,1                  | 55,5                  | 234                | 37,2                  | 36,4                  | 274                | 24,5                  | 24,8                  | 304                | 18,8                  | 18,2                  | 272               | 13,0                  | 13,1                  | 262               | 7,2                   | 7,3                   | 353               | 5,5                   | 5,6                   | 301              |
| 8                | 55,7                  | 54,0                  | 240                | 35,0                  | 35,0                  | 303                | 24,2                  | 24,8                  | 309                | 19,9                  | 18,2                  | 256               | 13,5                  | 12,2                  | 297               | 7,9                   | 8,1                   | 290               | 5,5                   | 5,9                   | 285              |
| 9                | 58,0                  | 55,0                  | 242                | 36,1                  | 35,7                  | 288                | 24,5                  | 24,1                  | 313                | 18,4                  | 18,2                  | 277               | 12,8                  | 13,0                  | 264               | 7,2                   | 7,7                   | 334               | 5,4                   | 5,4                   | 318              |
| 10               | 57,5                  | 55,0                  | 232                | 37,5                  | 37,8                  | 262                | 24,5                  | 24,5                  | 309                | 19,1                  | 18,9                  | 257               | 13,5                  | 13,7                  | 268               | 7,3                   | 7,9                   | 321               | 5,1                   | 5,5                   | 330              |
| 11               | 57,8                  | 56,8                  | 227                | 37,5                  | 38,1                  | 260                | 24,9                  | 23,8                  | 313                | 19,1                  | 18,5                  | 261               | 12,6                  | 12,8                  | 264               | 7,2                   | 7,8                   | 330               | 6,0                   | 5,3                   | 290              |
| 12               | 56,8                  | 57,0                  | 225                | 35,2                  | 37,1                  | 284                | 23,8                  | 23,8                  | 327                | 18,8                  | 18,2                  | 272               | 13,7                  | 13,5                  | 251               | 7,5                   | 7,7                   | 321               | 5,5                   | 5,6                   | 301              |
| Promedio         |                       |                       | 232                |                       |                       | 278                |                       |                       | 309                |                       |                       | 267               |                       |                       | 270               |                       |                       | 314               |                       |                       | 290              |
| DE               |                       |                       | 6                  |                       |                       | 17                 |                       |                       | 12                 |                       |                       | 9                 |                       |                       | 13                |                       |                       | 20                |                       |                       | 20               |

Tabla 9. Valores de diagonales y de microdureza Vickers determinados a diferentes cargas en la superficie de un recubrimiento de  $TiN_{0,55}$  depositado sobre un acero 316L.

| Indentación<br># | Carga aplicada, g     |                       |                    |                       |                       |                    |                       |                       |                    |                       |                       |                   |                       |                       |                   |                       |                       |                   |                       |                       |                  |      |    |  |      |     |
|------------------|-----------------------|-----------------------|--------------------|-----------------------|-----------------------|--------------------|-----------------------|-----------------------|--------------------|-----------------------|-----------------------|-------------------|-----------------------|-----------------------|-------------------|-----------------------|-----------------------|-------------------|-----------------------|-----------------------|------------------|------|----|--|------|-----|
|                  | 400                   |                       |                    | 200                   |                       |                    | 100                   |                       |                    | 50                    |                       |                   | 25                    |                       |                   | 10                    |                       |                   | 5                     |                       |                  |      |    |  |      |     |
|                  | d <sub>1</sub> ,<br>m | d <sub>2</sub> ,<br>m | HVN <sub>400</sub> | d <sub>1</sub> ,<br>m | d <sub>2</sub> ,<br>m | HVN <sub>200</sub> | d <sub>1</sub> ,<br>m | d <sub>2</sub> ,<br>m | HVN <sub>100</sub> | d <sub>1</sub> ,<br>m | d <sub>2</sub> ,<br>m | HVN <sub>50</sub> | d <sub>1</sub> ,<br>m | d <sub>2</sub> ,<br>m | HVN <sub>25</sub> | d <sub>1</sub> ,<br>m | d <sub>2</sub> ,<br>m | HVN <sub>10</sub> | d <sub>1</sub> ,<br>m | d <sub>2</sub> ,<br>m | HVN <sub>5</sub> |      |    |  |      |     |
| 1                | 50,5                  | 50,5                  | 291                | 34,3                  | 35,0                  | 309                | 22,4                  | 21,7                  | 382                | 15,9                  | 16,1                  | 363               | 9,8                   | 9,5                   | 498               | 4,0                   | 4,2                   | 1103              | 2,7                   | 2,4                   | 1426             |      |    |  |      |     |
| 2                | 50,4                  | 49,8                  | 296                | 35,7                  | 37,1                  | 280                | 23,5                  | 22,4                  | 353                | 16,2                  | 15,0                  | 379               | 9,0                   | 9,0                   | 572               | 4,3                   | 4,3                   | 1003              | 2,7                   | 2,3                   | 1484             |      |    |  |      |     |
| 3                | 51,2                  | 51,0                  | 284                | 34,3                  | 35,0                  | 309                | 22,4                  | 23,1                  | 359                | 16,2                  | 15,0                  | 379               | 9,5                   | 10,0                  | 488               | 4,1                   | 4,3                   | 1051              | 2,7                   | 2,5                   | 1372             |      |    |  |      |     |
| 4                | 50,0                  | 51,1                  | 290                | 34,7                  | 34,6                  | 309                | 23,8                  | 24,1                  | 323                | 16,6                  | 16,1                  | 347               | 9,3                   | 9,9                   | 503               | 4,3                   | 4,3                   | 1003              | 2,7                   | 2,4                   | 1426             |      |    |  |      |     |
| 5                | 49,0                  | 52,0                  | 291                | 36,8                  | 35,7                  | 282                | 22,4                  | 23,1                  | 359                | 17,0                  | 16,1                  | 340               | 9,8                   | 9,3                   | 508               | 4,2                   | 4,2                   | 1051              | 2,6                   | 2,4                   | 1484             |      |    |  |      |     |
| 6                | 50,5                  | 51,6                  | 285                | 35,0                  | 35,3                  | 300                | 22,4                  | 23,4                  | 353                | 15,9                  | 16,8                  | 348               | 9,6                   | 9,8                   | 493               | 4,3                   | 4,2                   | 1027              | 2,5                   | 2,3                   | 1610             |      |    |  |      |     |
| 7                | 51,7                  | 52,0                  | 276                | 35,7                  | 37,4                  | 277                | 22,4                  | 22,4                  | 370                | 15,9                  | 15,7                  | 371               | 9,0                   | 9,6                   | 536               | 4,0                   | 4,3                   | 1077              | 2,5                   | 2,2                   | 1679             |      |    |  |      |     |
| 8                | 50,0                  | 51,2                  | 290                | 35,0                  | 35,3                  | 300                | 23,1                  | 23,4                  | 343                | 15,5                  | 15,7                  | 380               | 9,7                   | 9,6                   | 498               | 3,8                   | 4,2                   | 1159              | 2,3                   | 2,3                   | 1753             |      |    |  |      |     |
| 9                | 52,0                  | 51,0                  | 280                | 36,5                  | 37,4                  | 272                | 22,7                  | 23,1                  | 353                | 16,2                  | 15,7                  | 363               | 9,5                   | 9,1                   | 536               | 4,2                   | 4,3                   | 1027              | 2,3                   | 2,4                   | 1679             |      |    |  |      |     |
| 10               | 50,0                  | 50,5                  | 294                | 34,6                  | 36,0                  | 298                | 22,7                  | 23,4                  | 348                | 15,9                  | 16,4                  | 355               | 9,3                   | 9,3                   | 536               | 3,7                   | 3,7                   | 1355              | 2,3                   | 2,3                   | 1753             |      |    |  |      |     |
| 11               | 50,0                  | 50,0                  | 297                | 34,7                  | 33,6                  | 319                | 23,8                  | 23,4                  | 332                | 15,2                  | 17,1                  | 356               | 9,5                   | 9,5                   | 514               | 4,1                   | 4,3                   | 1051              | 2,7                   | 2,5                   | 1372             |      |    |  |      |     |
| 12               | 50,1                  | 50,7                  | 292                | 33,9                  | 34,6                  | 316                | 22,2                  | 22,7                  | 365                | 15,9                  | 16,1                  | 363               | 9,0                   | 9,1                   | 566               | 4,2                   | 4,2                   | 1051              | 2,7                   | 2,4                   | 1426             |      |    |  |      |     |
| Promedio         |                       |                       | 289                |                       |                       |                    | 298                   | .4                    | .7                 | 353                   |                       |                   |                       | 362                   |                   |                       |                       | 521               |                       |                       |                  | 1080 |    |  | 1538 |     |
| DE               |                       |                       | 6                  |                       |                       |                    | 15                    |                       |                    |                       | 15                    |                   |                       |                       | 13                |                       |                       |                   | 27                    |                       |                  |      | 93 |  |      | 140 |

Tabla 10. Valores de diagonales y de microdureza Vickers determinados a diferentes cargas en la superficie de un recubrimiento de  $TiN_{0,65}$  depositado sobre un acero 316L.

| Indentación<br># | Carga aplicada, g     |                       |                    |                       |                       |                    |                       |                       |                    |                       |                       |                   |                       |                       |                   |                       |                       |                   |                       |                       |                  |
|------------------|-----------------------|-----------------------|--------------------|-----------------------|-----------------------|--------------------|-----------------------|-----------------------|--------------------|-----------------------|-----------------------|-------------------|-----------------------|-----------------------|-------------------|-----------------------|-----------------------|-------------------|-----------------------|-----------------------|------------------|
|                  | 400                   |                       |                    | 200                   |                       |                    | 100                   |                       |                    | 50                    |                       |                   | 25                    |                       |                   | 10                    |                       |                   | 5                     |                       |                  |
|                  | d <sub>1</sub> ,<br>m | d <sub>2</sub> ,<br>m | HVN <sub>400</sub> | d <sub>1</sub> ,<br>m | d <sub>2</sub> ,<br>m | HVN <sub>200</sub> | d <sub>1</sub> ,<br>m | d <sub>2</sub> ,<br>m | HVN <sub>100</sub> | d <sub>1</sub> ,<br>m | d <sub>2</sub> ,<br>m | HVN <sub>50</sub> | d <sub>1</sub> ,<br>m | d <sub>2</sub> ,<br>m | HVN <sub>25</sub> | d <sub>1</sub> ,<br>m | d <sub>2</sub> ,<br>m | HVN <sub>10</sub> | d <sub>1</sub> ,<br>m | d <sub>2</sub> ,<br>m | HVN <sub>5</sub> |
| 1                | 50,0                  | 50,5                  | 294                | 32,9                  | 33,2                  | 340                | 23,8                  | 24,1                  | 323                | 13,4                  | 14,3                  | 484               | 7,5                   | 7,5                   | 824               | 3,9                   | 3,4                   | 1392              | 2,3                   | 2,1                   | 1916             |
| 2                | 52,0                  | 50,0                  | 285                | 33,6                  | 34,3                  | 322                | 23,8                  | 23,1                  | 337                | 14,4                  | 13,3                  | 482               | 7,4                   | 7,6                   | 824               | 3,5                   | 3,4                   | 1558              | 2,1                   | 2,6                   | 1679             |
| 3                | 53,0                  | 50,5                  | 277                | 32,9                  | 33,2                  | 340                | 23,8                  | 24,1                  | 323                | 13,7                  | 12,9                  | 522               | 7,4                   | 7,4                   | 847               | 3,5                   | 3,4                   | 1558              | 2,3                   | 2,3                   | 18753            |
| 4                | 50,5                  | 50,2                  | 293                | 32,9                  | 33,2                  | 340                | 23,5                  | 24,1                  | 327                | 14,4                  | 12,6                  | 508               | 7,0                   | 7,0                   | 946               | 3,5                   | 3,4                   | 1558              | 2,3                   | 2,1                   | 1916             |
| 5                | 51,0                  | 51,0                  | 285                | 33,2                  | 32,5                  | 343                | 23,5                  | 22,4                  | 353                | 14,4                  | 13,3                  | 482               | 7,3                   | 7,4                   | 858               | 3,6                   | 3,5                   | 1471              | 2,5                   | 1,7                   | 2102             |
| 6                | 51,5                  | 51,7                  | 279                | 34,3                  | 34,3                  | 316                | 23,5                  | 23,1                  | 342                | 15,2                  | 13,3                  | 458               | 7,0                   | 7,1                   | 933               | 3,4                   | 3,3                   | 1652              | 2,3                   | 2,3                   | 1753             |
| 7                | 51,0                  | 50,0                  | 291                | 33,6                  | 32,9                  | 336                | 24,5                  | 24,5                  | 309                | 14,1                  | 13,6                  | 483               | 7,1                   | 7,0                   | 933               | 3,3                   | 3,4                   | 1652              | 2,3                   | 2,3                   | 1753             |
| 8                | 50,0                  | 50,0                  | 297                | 33,2                  | 32,2                  | 347                | 23,1                  | 22,4                  | 359                | 14,1                  | 12,9                  | 508               | 7,4                   | 7,3                   | 858               | 3,4                   | 3,3                   | 1652              | 2,3                   | 2,1                   | 1916             |
| 9                | 50,0                  | 51,0                  | 291                | 33,9                  | 32,9                  | 332                | 23,1                  | 23,8                  | 337                | 14,8                  | 12,6                  | 494               | 7,6                   | 7,7                   | 792               | 3,4                   | 3,3                   | 1652              | 2,3                   | 2,2                   | 1832             |
| 10               | 51,0                  | 50,0                  | 291                | 33,6                  | 33,6                  | 329                | 23,1                  | 22,4                  | 359                | 14,8                  | 13,6                  | 459               | 7,2                   | 7,4                   | 870               | 3,4                   | 3,3                   | 1652              | 2,1                   | 2,2                   | 2006             |
| 11               | 51,5                  | 51,0                  | 282                | 34,3                  | 33,6                  | 322                | 24,5                  | 22,7                  | 332                | 14,8                  | 13,6                  | 459               | 7,3                   | 7,5                   | 847               | 3,5                   | 3,4                   | 1558              | 2,2                   | 2,3                   | 1832             |
| 12               | 51,5                  | 50,8                  | 284                | 33,2                  | 33,2                  | 336                | 23,8                  | 22,7                  | 342                | 15,2                  | 13,6                  | 447               | 7,4                   | 7,6                   | 824               | 3,6                   | 3,3                   | 1558              | 2,3                   | 2,3                   | 1753             |
| Promedio         |                       |                       | 287                |                       |                       | 334                | .7                    |                       | 337                |                       |                       | 482               |                       |                       | 863               |                       |                       | 1576              |                       |                       | 1851             |
| DE               |                       |                       | 6                  |                       |                       | 9                  |                       |                       | 15                 |                       |                       | 22                |                       |                       | 47                |                       |                       | 79                |                       |                       | 119              |

Tabla 11. Valores de diagonales y de microdureza Vickers determinados a diferentes cargas en la superficie de un recubrimiento de  $TiN_{0,75}$  depositado sobre un acero 316L.

| Indentación<br># | Carga aplicada, g     |                       |                    |                       |                       |                    |                       |                       |                    |                       |                       |                   |                       |                       |                   |                       |                       |                   |                       |                       |                  |
|------------------|-----------------------|-----------------------|--------------------|-----------------------|-----------------------|--------------------|-----------------------|-----------------------|--------------------|-----------------------|-----------------------|-------------------|-----------------------|-----------------------|-------------------|-----------------------|-----------------------|-------------------|-----------------------|-----------------------|------------------|
|                  | 400                   |                       |                    | 200                   |                       |                    | 100                   |                       |                    | 50                    |                       |                   | 25                    |                       |                   | 10                    |                       |                   | 5                     |                       |                  |
|                  | d <sub>1</sub> ,<br>m | d <sub>2</sub> ,<br>m | HVN <sub>400</sub> | d <sub>1</sub> ,<br>m | d <sub>2</sub> ,<br>m | HVN <sub>200</sub> | d <sub>1</sub> ,<br>m | d <sub>2</sub> ,<br>m | HVN <sub>100</sub> | d <sub>1</sub> ,<br>m | d <sub>2</sub> ,<br>m | HVN <sub>50</sub> | d <sub>1</sub> ,<br>m | d <sub>2</sub> ,<br>m | HVN <sub>25</sub> | d <sub>1</sub> ,<br>m | d <sub>2</sub> ,<br>m | HVN <sub>10</sub> | d <sub>1</sub> ,<br>m | d <sub>2</sub> ,<br>m | HVN <sub>5</sub> |
| 1                | 46,8                  | 46,0                  | 345                | 34,3                  | 34,6                  | 312                | 24,5                  | 25,2                  | 300                | 14,8                  | 12,9                  | 482               | 6,5                   | 6,0                   | 1187              | 2,8                   | 2,8                   | 2365              | 1,5                   | 1,7                   | 3622             |
| 2                | 46,6                  | 46,7                  | 341                | 35,0                  | 35,0                  | 303                | 24,9                  | 23,8                  | 313                | 14,1                  | 14,0                  | 471               | 5,7                   | 6,0                   | 1355              | 2,8                   | 2,7                   | 2452              | 1,6                   | 1,8                   | 3208             |
| 3                | 47,2                  | 47,0                  | 334                | 33,2                  | 34,3                  | 326                | 22,0                  | 23,4                  | 359                | 14,4                  | 13,3                  | 482               | 5,8                   | 5,7                   | 1402              | 2,4                   | 2,8                   | 2743              | 1,4                   | 1,9                   | 3406             |
| 4                | 48,0                  | 47,3                  | 327                | 34,3                  | 33,6                  | 322                | 22,4                  | 22,4                  | 370                | 14,1                  | 14,7                  | 448               | 6,0                   | 5,5                   | 1402              | 2,7                   | 2,4                   | 2852              | 1,4                   | 1,7                   | 3859             |
| 5                | 46,7                  | 46,5                  | 342                | 35,0                  | 33,6                  | 315                | 21,7                  | 22,4                  | 382                | 14,1                  | 14,3                  | 459               | 6,0                   | 5,4                   | 1427              | 2,5                   | 2,3                   | 3219              | 1,5                   | 1,8                   | 3406             |
| 6                | 47,0                  | 46,8                  | 337                | 35,4                  | 33,9                  | 309                | 22,4                  | 22,4                  | 370                | 13,0                  | 14,0                  | 509               | 6,0                   | 5,5                   | 1402              | 2,3                   | 2,3                   | 3505              | 1,6                   | 1,8                   | 3208             |
| 7                | 47,6                  | 47,0                  | 332                | 34,7                  | 35,0                  | 306                | 24,2                  | 24,1                  | 318                | 13,4                  | 14,0                  | 496               | 5,6                   | 5,3                   | 1561              | 2,5                   | 2,5                   | 2967              | 1,6                   | 1,9                   | 3028             |
| 8                | 48,0                  | 46,6                  | 332                | 33,9                  | 35,0                  | 313                | 22,7                  | 22,4                  | 364                | 14,4                  | 13,3                  | 482               | 6,0                   | 5,5                   | 1402              | 2,8                   | 2,4                   | 2743              | 1,5                   | 1,8                   | 3406             |
| 9                | 46,7                  | 46,5                  | 342                | 33,9                  | 33,9                  | 322                | 24,2                  | 23,8                  | 322                | 13,7                  | 14,7                  | 460               | 5,7                   | 5,5                   | 1478              | 2,4                   | 2,3                   | 3358              | 1,5                   | 1,7                   | 3622             |
| 10               | 46,3                  | 47,0                  | 341                | 32,9                  | 34,3                  | 329                | 22,0                  | 21,7                  | 388                | 13,7                  | 13,3                  | 509               | 6,6                   | 6,5                   | 1081              | 2,7                   | 2,4                   | 2852              | 1,5                   | 1,8                   | 3406             |
| 11               | 47,0                  | 47,0                  | 336                | 32,9                  | 33,9                  | 333                | 23,1                  | 23,1                  | 348                | 14,1                  | 13,6                  | 483               | 6,3                   | 5,7                   | 1288              | 2,5                   | 2,7                   | 2743              | 1,6                   | 1,6                   | 3622             |
| 12               | 47,2                  | 46,9                  | 335                | 33,9                  | 33,9                  | 323                | 22,4                  | 22,0                  | 376                | 14,1                  | 13,3                  | 495               | 6,0                   | 5,6                   | 1378              | 2,8                   | 2,8                   | 2365              | 1,7                   | 1,6                   | 3406             |
| Promedio         |                       |                       | 337                |                       |                       | 318                |                       |                       | 351                |                       |                       | 481               |                       |                       | 1364              |                       |                       | 2841              |                       |                       | 3433             |
| DE               |                       |                       | 5                  |                       |                       | 9                  |                       |                       | 29                 |                       |                       | 19                |                       |                       | 122               |                       |                       | 354               |                       |                       | 216              |

Tabla 12. Valores de diagonales y de microdureza Vickers determinados a diferentes cargas en la superficie de un recubrimiento de  $ZrN_{0,50}$  depositado sobre un acero 316L.

| Indentación<br># | Carga aplicada, g     |                       |                    |                       |                       |                    |                       |                       |                    |                       |                       |                   |                       |                       |                   |                       |                       |                   |                       |                       |                  |  |     |  |  |      |
|------------------|-----------------------|-----------------------|--------------------|-----------------------|-----------------------|--------------------|-----------------------|-----------------------|--------------------|-----------------------|-----------------------|-------------------|-----------------------|-----------------------|-------------------|-----------------------|-----------------------|-------------------|-----------------------|-----------------------|------------------|--|-----|--|--|------|
|                  | 400                   |                       |                    | 200                   |                       |                    | 100                   |                       |                    | 50                    |                       |                   | 25                    |                       |                   | 10                    |                       |                   | 5                     |                       |                  |  |     |  |  |      |
|                  | d <sub>1</sub> ,<br>m | d <sub>2</sub> ,<br>m | HVN <sub>400</sub> | d <sub>1</sub> ,<br>m | d <sub>2</sub> ,<br>m | HVN <sub>200</sub> | d <sub>1</sub> ,<br>m | d <sub>2</sub> ,<br>m | HVN <sub>100</sub> | d <sub>1</sub> ,<br>m | d <sub>2</sub> ,<br>m | HVN <sub>50</sub> | d <sub>1</sub> ,<br>m | d <sub>2</sub> ,<br>m | HVN <sub>25</sub> | d <sub>1</sub> ,<br>m | d <sub>2</sub> ,<br>m | HVN <sub>10</sub> | d <sub>1</sub> ,<br>m | d <sub>2</sub> ,<br>m | HVN <sub>5</sub> |  |     |  |  |      |
| 1                | 50,4                  | 49,6                  | 297                | 33,2                  | 33,5                  | 333                | 24,5                  | 24,5                  | 309                | 16,9                  | 15,4                  | 355               | 9,4                   | 8,0                   | 612               | 4,5                   | 4,2                   | 980               | 3,7                   | 3,2                   | 779              |  |     |  |  |      |
| 2                | 50,8                  | 49,4                  | 296                | 33,5                  | 33,6                  | 329                | 24,3                  | 24,6                  | 310                | 15,8                  | 14,9                  | 394               | 9,5                   | 8,5                   | 572               | 4,6                   | 4,8                   | 839               | 2,6                   | 3,2                   | 1102             |  |     |  |  |      |
| 3                | 51,3                  | 51,0                  | 284                | 33,4                  | 34,2                  | 325                | 23,0                  | 24,0                  | 336                | 16,5                  | 15,2                  | 369               | 8,0                   | 8,4                   | 689               | 4,2                   | 4,2                   | 1051              | 3,4                   | 3,2                   | 851              |  |     |  |  |      |
| 4                | 51,0                  | 49,9                  | 291                | 33,9                  | 33,5                  | 327                | 24,1                  | 23,0                  | 334                | 15,0                  | 15,0                  | 412               | 8,5                   | 9,0                   | 606               | 4,3                   | 4,3                   | 1003              | 2,9                   | 2,9                   | 1102             |  |     |  |  |      |
| 5                | 50,3                  | 50,7                  | 291                | 33,8                  | 32,5                  | 337                | 25,0                  | 24,1                  | 308                | 15,5                  | 14,8                  | 404               | 8,3                   | 8,2                   | 681               | 4,0                   | 4,3                   | 1077              | 2,6                   | 2,6                   | 1372             |  |     |  |  |      |
| 6                | 48,5                  | 48,3                  | 317                | 33,4                  | 33,0                  | 336                | 24,0                  | 23,8                  | 325                | 16,0                  | 15,9                  | 364               | 8,2                   | 8,1                   | 698               | 4,2                   | 4,2                   | 1051              | 2,9                   | 2,6                   | 1226             |  |     |  |  |      |
| 7                | 49,4                  | 49,0                  | 306                | 33,0                  | 34,0                  | 330                | 23,0                  | 24,2                  | 333                | 15,1                  | 15,3                  | 401               | 9,1                   | 8,0                   | 634               | 4,2                   | 4,2                   | 1051              | 2,6                   | 2,6                   | 1372             |  |     |  |  |      |
| 8                | 50,7                  | 49,4                  | 296                | 34,5                  | 34,0                  | 316                | 23,0                  | 24,1                  | 334                | 15,5                  | 15,4                  | 388               | 9,0                   | 8,9                   | 579               | 4,3                   | 4,2                   | 1027              | 2,9                   | 2,9                   | 1102             |  |     |  |  |      |
| 9                | 51,2                  | 50,0                  | 290                | 34,3                  | 34,5                  | 313                | 23,0                  | 23,2                  | 348                | 15,5                  | 15,0                  | 399               | 9,5                   | 8,1                   | 599               | 4,7                   | 4,6                   | 858               | 2,9                   | 2,9                   | 1102             |  |     |  |  |      |
| 10               | 49,0                  | 48,5                  | 312                | 34,5                  | 33,5                  | 321                | 22,8                  | 23,0                  | 354                | 15,6                  | 15,0                  | 396               | 9,5                   | 8,1                   | 599               | 4,7                   | 4,6                   | 858               | 2,9                   | 2,9                   | 1102             |  |     |  |  |      |
| 11               | 49,6                  | 49,0                  | 305                | 33,5                  | 32,2                  | 344                | 22,9                  | 22,9                  | 354                | 15,0                  | 15,2                  | 407               | 9,5                   | 9,0                   | 542               | 4,5                   | 4,5                   | 916               | 2,9                   | 2,9                   | 1102             |  |     |  |  |      |
| 12               | 48,2                  | 48,4                  | 318                | 33,2                  | 34,0                  | 329                | 22,8                  | 23,0                  | 354                | 15,9                  | 15,5                  | 376               | 8,5                   | 7,9                   | 689               | 4,5                   | 4,7                   | 876               | 2,9                   | 2,9                   | 1102             |  |     |  |  |      |
| Promedio         |                       |                       | 300                |                       |                       |                    | 328                   |                       |                    |                       | 333                   |                   |                       |                       | 389               |                       |                       |                   | 625                   |                       |                  |  | 966 |  |  | 1110 |
| DE               |                       |                       | 11                 |                       |                       |                    | 9                     |                       |                    |                       | 17                    |                   |                       |                       | 18                |                       |                       |                   | 51                    |                       |                  |  | 86  |  |  | 165  |

Tabla 13. Valores de diagonales y de microdureza Vickers determinados a diferentes cargas en la superficie de un recubrimiento de  $ZrN_{0,60}$  depositado sobre un acero 316L.

| Indentación<br># | Carga aplicada, g     |                       |                    |                       |                       |                    |                       |                       |                    |                       |                       |                   |                       |                       |                   |                       |                       |                   |                       |                       |                  |
|------------------|-----------------------|-----------------------|--------------------|-----------------------|-----------------------|--------------------|-----------------------|-----------------------|--------------------|-----------------------|-----------------------|-------------------|-----------------------|-----------------------|-------------------|-----------------------|-----------------------|-------------------|-----------------------|-----------------------|------------------|
|                  | 400                   |                       |                    | 200                   |                       |                    | 100                   |                       |                    | 50                    |                       |                   | 25                    |                       |                   | 10                    |                       |                   | 5                     |                       |                  |
|                  | d <sub>1</sub> ,<br>m | d <sub>2</sub> ,<br>m | HVN <sub>400</sub> | d <sub>1</sub> ,<br>m | D <sub>2</sub> ,<br>m | HVN <sub>200</sub> | d <sub>1</sub> ,<br>m | d <sub>2</sub> ,<br>m | HVN <sub>100</sub> | d <sub>1</sub> ,<br>m | d <sub>2</sub> ,<br>m | HVN <sub>50</sub> | d <sub>1</sub> ,<br>m | d <sub>2</sub> ,<br>m | HVN <sub>25</sub> | d <sub>1</sub> ,<br>m | d <sub>2</sub> ,<br>m | HVN <sub>10</sub> | d <sub>1</sub> ,<br>m | d <sub>2</sub> ,<br>m | HVN <sub>5</sub> |
| 1                | 50,8                  | 49,2                  | 297                | 34,6                  | 34,2                  | 313                | 21,0                  | 21,0                  | 420                | 14,8                  | 14,4                  | 435               | 7,7                   | 7,8                   | 772               | 3,6                   | 3,7                   | 1392              | 2,4                   | 2,0                   | 1916             |
| 2                | 50,4                  | 49,2                  | 299                | 34,5                  | 34,3                  | 313                | 22,2                  | 22,2                  | 376                | 13,2                  | 15,0                  | 466               | 7,8                   | 8,0                   | 743               | 3,8                   | 3,8                   | 1284              | 2,3                   | 2,3                   | 1753             |
| 3                | 50,3                  | 50,5                  | 292                | 33,0                  | 33,8                  | 332                | 22,1                  | 22,1                  | 380                | 14,9                  | 14,3                  | 435               | 7,6                   | 8,0                   | 762               | 3,8                   | 3,8                   | 1284              | 2,2                   | 2,1                   | 2006             |
| 4                | 50,2                  | 49,6                  | 298                | 33,0                  | 34,5                  | 326                | 20,5                  | 20,5                  | 441                | 14,0                  | 15,3                  | 432               | 8,0                   | 7,9                   | 734               | 3,6                   | 3,8                   | 1355              | 2,1                   | 2,0                   | 2206             |
| 5                | 50,0                  | 50,5                  | 294                | 33,5                  | 33,0                  | 335                | 20,9                  | 20,9                  | 425                | 14,5                  | 13,3                  | 480               | 7,4                   | 7,7                   | 813               | 3,9                   | 3,9                   | 1219              | 2,0                   | 2,2                   | 2102             |
| 6                | 51,1                  | 52,0                  | 279                | 33,0                  | 33,0                  | 341                | 22,0                  | 22,0                  | 383                | 14,0                  | 14,2                  | 466               | 7,4                   | 7,6                   | 824               | 3,9                   | 3,9                   | 1219              | 2,2                   | 2,3                   | 1832             |
| 7                | 50,5                  | 49,7                  | 296                | 34,3                  | 34,3                  | 315                | 22,8                  | 22,8                  | 357                | 13,2                  | 14,1                  | 498               | 8,0                   | 7,9                   | 734               | 3,6                   | 3,8                   | 1355              | 2,2                   | 2,2                   | 1916             |
| 8                | 50,8                  | 48,3                  | 302                | 33,2                  | 33,5                  | 333                | 22,0                  | 22,0                  | 383                | 13,8                  | 14,5                  | 463               | 7,3                   | 7,5                   | 847               | 3,8                   | 3,7                   | 1319              | 2,2                   | 2,2                   | 1916             |
| 9                | 49,3                  | 48,5                  | 310                | 34,2                  | 34,5                  | 314                | 21,5                  | 21,5                  | 401                | 14,4                  | 15,0                  | 429               | 7,1                   | 7,7                   | 847               | 3,7                   | 3,7                   | 1355              | 2,3                   | 2,4                   | 1679             |
| 10               | 49,3                  | 49,6                  | 303                | 33,0                  | 33,4                  | 336                | 21,1                  | 21,1                  | 417                | 13,2                  | 13,0                  | 540               | 7,5                   | 8,0                   | 772               | 3,8                   | 3,8                   | 1284              | 2,3                   | 2,3                   | 1753             |
| 11               | 50,1                  | 50,6                  | 293                | 33,2                  | 34,4                  | 325                | 21,9                  | 21,8                  | 388                | 14,0                  | 14,6                  | 453               | 8,0                   | 8,5                   | 681               | 3,8                   | 3,8                   | 1284              | 2,3                   | 2,3                   | 1753             |
| 12               | 48,5                  | 50,5                  | 303                | 33,2                  | 33,9                  | 329                | 21,4                  | 22,0                  | 394                | 14,5                  | 14,4                  | 444               | 7,2                   | 8,0                   | 803               | 3,8                   | 4,0                   | 1219              | 2,3                   | 2,3                   | 1753             |
| Promedio         |                       |                       | 297                |                       |                       | 326                |                       |                       | 397                |                       |                       | 462               |                       |                       | 778               |                       |                       | 1297              |                       |                       | 1882             |
| DE               |                       |                       | 7                  |                       |                       | 10                 |                       |                       | 23                 |                       |                       | 31                |                       |                       | 49                |                       |                       | 56                |                       |                       | 154              |

Tabla 14. Valores de diagonales y de microdureza Vickers determinados a diferentes cargas en la superficie de un recubrimiento de  $ZrN_{0.70}$  depositado sobre un acero 316L.

| Indentación<br># | Carga aplicada, g     |                       |                    |                       |                       |                    |                       |                       |                    |                       |                       |                   |                       |                       |                   |                       |                       |                   |                       |                       |                  |
|------------------|-----------------------|-----------------------|--------------------|-----------------------|-----------------------|--------------------|-----------------------|-----------------------|--------------------|-----------------------|-----------------------|-------------------|-----------------------|-----------------------|-------------------|-----------------------|-----------------------|-------------------|-----------------------|-----------------------|------------------|
|                  | 400                   |                       |                    | 200                   |                       |                    | 100                   |                       |                    | 50                    |                       |                   | 25                    |                       |                   | 10                    |                       |                   | 5                     |                       |                  |
|                  | d <sub>1</sub> ,<br>m | d <sub>2</sub> ,<br>m | HVN <sub>400</sub> | d <sub>1</sub> ,<br>m | D <sub>2</sub> ,<br>m | HVN <sub>200</sub> | d <sub>1</sub> ,<br>m | d <sub>2</sub> ,<br>m | HVN <sub>100</sub> | d <sub>1</sub> ,<br>m | d <sub>2</sub> ,<br>m | HVN <sub>50</sub> | d <sub>1</sub> ,<br>m | d <sub>2</sub> ,<br>m | HVN <sub>25</sub> | d <sub>1</sub> ,<br>m | d <sub>2</sub> ,<br>m | HVN <sub>10</sub> | d <sub>1</sub> ,<br>m | d <sub>2</sub> ,<br>m | HVN <sub>5</sub> |
| 1                | 49,5                  | 51,2                  | 293                | 32,4                  | 31,9                  | 359                | 19,7                  | 20,1                  | 468                | 12,1                  | 11,5                  | 666               | 6,6                   | 6,1                   | 1150              | 3,3                   | 3,4                   | 1652              | 1,6                   | 1,7                   | 3406             |
| 2                | 50,6                  | 50,4                  | 291                | 32,7                  | 32,6                  | 348                | 19,6                  | 19,6                  | 483                | 11,8                  | 11,1                  | 707               | 5,8                   | 6,4                   | 1246              | 3,2                   | 3,3                   | 1756              | 1,9                   | 1,9                   | 2568             |
| 3                | 50,4                  | 49,8                  | 296                | 31,9                  | 31,8                  | 366                | 19,4                  | 19,8                  | 483                | 11,5                  | 11,2                  | 720               | 5,4                   | 5,5                   | 1561              | 3,0                   | 3,2                   | 1930              | 1,7                   | 1,8                   | 3028             |
| 4                | 49,7                  | 50,2                  | 297                | 31,7                  | 31,4                  | 373                | 19,0                  | 19,1                  | 511                | 12,1                  | 11,8                  | 649               | 6,0                   | 5,5                   | 1402              | 2,9                   | 3,0                   | 2131              | 1,9                   | 1,6                   | 3028             |
| 5                | 48,0                  | 48,1                  | 321                | 31,5                  | 30,0                  | 392                | 19,3                  | 20,0                  | 480                | 11,3                  | 11,0                  | 746               | 5,8                   | 6,0                   | 1332              | 3,2                   | 3,2                   | 1811              | 1,8                   | 1,8                   | 2862             |
| 6                | 50,8                  | 49,6                  | 294                | 32,4                  | 31,8                  | 360                | 19,6                  | 19,4                  | 488                | 11,4                  | 10,9                  | 746               | 6,6                   | 6,5                   | 1081              | 3,1                   | 3,2                   | 1869              | 1,6                   | 1,8                   | 3208             |
| 7                | 50,0                  | 50,7                  | 293                | 31,9                  | 32,3                  | 360                | 19,2                  | 19,9                  | 485                | 11,0                  | 11,2                  | 753               | 6,6                   | 6,1                   | 1150              | 2,9                   | 3,0                   | 2131              | 1,9                   | 1,6                   | 3028             |
| 8                | 51,6                  | 49,8                  | 289                | 32,3                  | 31,7                  | 362                | 19,5                  | 19,3                  | 493                | 12,0                  | 11,4                  | 677               | 6,3                   | 6,0                   | 1226              | 3,2                   | 3,1                   | 1869              | 1,8                   | 1,7                   | 3028             |
| 9                | 51,8                  | 50,6                  | 283                | 31,2                  | 31,2                  | 381                | 19,6                  | 20,0                  | 473                | 11,7                  | 11,4                  | 695               | 5,6                   | 6,0                   | 1378              | 3,1                   | 2,9                   | 2060              | 1,7                   | 1,7                   | 3208             |
| 10               | 49,9                  | 49,9                  | 298                | 31,5                  | 31,5                  | 374                | 20,5                  | 19,7                  | 459                | 11,8                  | 11,7                  | 672               | 6,2                   | 5,9                   | 1267              | 3,1                   | 3,2                   | 1869              | 1,6                   | 1,8                   | 3208             |
| 11               | 49,0                  | 49,5                  | 306                | 30,0                  | 30,8                  | 401                | 20,0                  | 19,2                  | 483                | 12,0                  | 11,3                  | 683               | 6,0                   | 6,0                   | 1288              | 3,0                   | 2,9                   | 2131              | 1,9                   | 1,8                   | 2709             |
| 12               | 48,3                  | 49,7                  | 309                | 31,8                  | 31,3                  | 373                | 20,1                  | 19,3                  | 478                | 11,5                  | 11,1                  | 726               | 6,2                   | 5,7                   | 1310              | 3,0                   | 2,9                   | 2131              | 1,6                   | 1,8                   | 3208             |
| Promedio         |                       |                       | 297                |                       |                       | 371                |                       |                       | 482                |                       |                       | 703               |                       |                       | 1282              |                       |                       | 1945              |                       |                       | 3041             |
| DE               |                       |                       | 10                 |                       |                       | 15                 |                       |                       | 12                 |                       |                       | 33                |                       |                       | 124               |                       |                       | 160               |                       |                       | 226              |

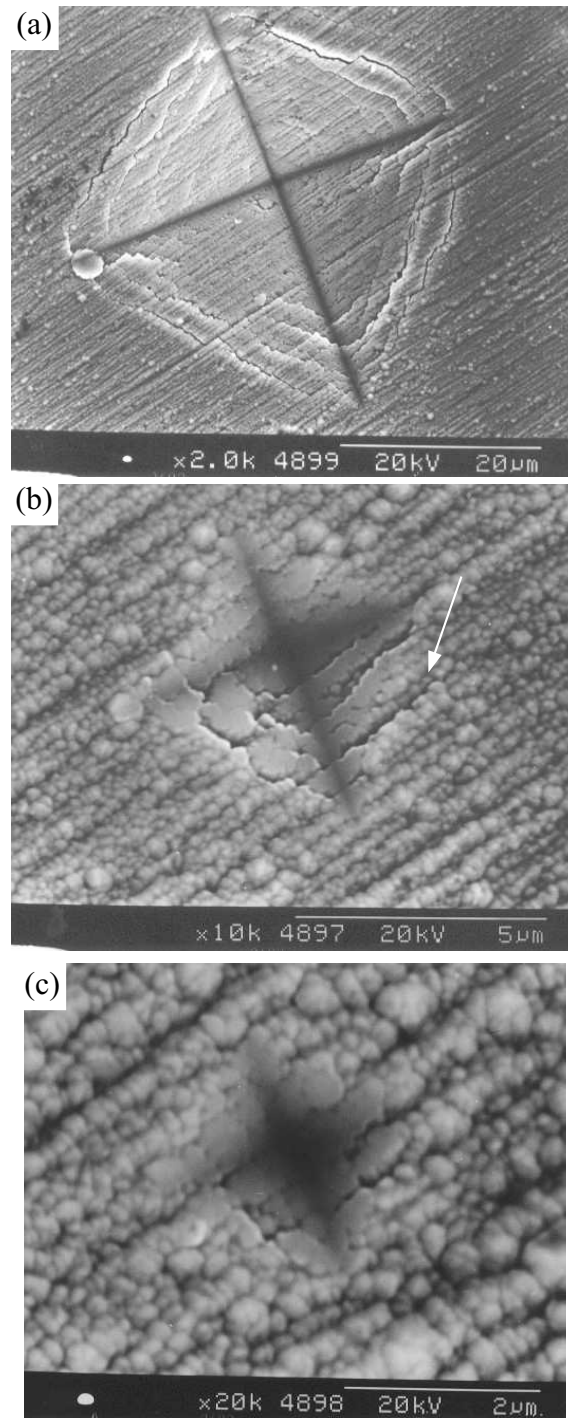


Fig. 44. Fotomicrografías obtenidas por MEB, de huellas de indentaciones Vickers en el sustrato recubrimiento con  $\text{TiN}_{0,65}$  a cargas aplicadas de: (a) 25 g; (b) 10 g; (c) 5 g.

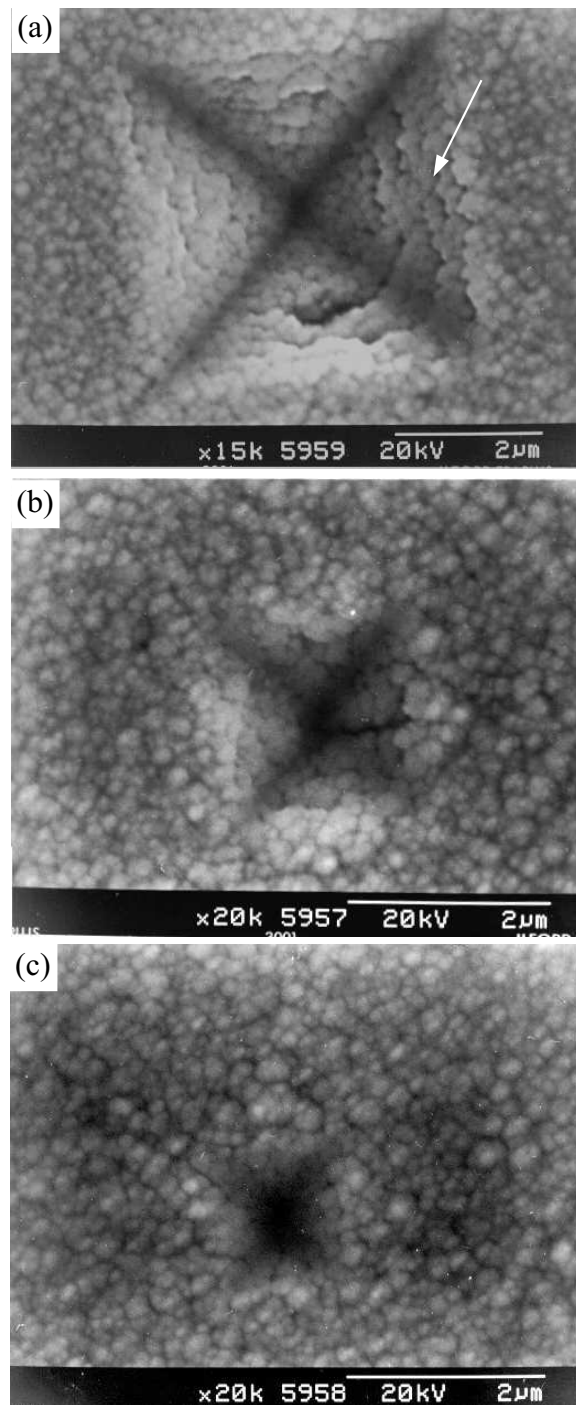


Fig. 45. Fotomicrografías obtenidas por MEB, de huellas de indentaciones Vickers en el sustrato recubrimiento con  $ZrN_{0,70}$  a cargas aplicadas de: (a) 25 g; (b) 10 g; (c) 5 g.

En la Fig. 44b se observan grietas en la indentación realizada con una carga aplicada de 10 g sobre el recubrimiento  $\text{TiN}_{0,65}$ . De igual forma, en la Fig. 45a se observan grietas en la indentación realizada con una carga de 25 g sobre el recubrimiento de  $\text{ZrN}_{0,60}$ . Lo anterior indica que el substrato soporta parte de la carga aplicada, lo cual conduce a que la huella sea mayor y en consecuencia se determine una dureza en el recubrimiento inferior a su valor verdadero.

En las Tablas 15 - 17 se presentan los parámetros que definen los modelos de Jönsson and Hogmark [1984], Chicot and Lessage [1995] y Korsunsky *et al.* [1998], respectivamente, y los coeficientes de regresión entre los valores medidos experimentalmente y los calculados a través de los modelos aplicados a los mismos datos experimentales.

En las Figs. 46 - 48 se presentan los cambios de microdureza en función del tamaño de la diagonal de la huella para las diferentes cargas aplicadas. Los puntos representan los datos experimentales y las líneas sólidas las predicciones de los tres modelos analizados. En la Fig. 49 - 51 se presenta la comparación entre los valores medidos experimentalmente y los calculados a través de los mismos.

Cabe mencionar que solamente se aplicó los modelos de microdureza al recubrimiento de  $\text{ZrN}_{0,60}$  y no a los recubrimientos de  $\text{ZrN}_{0,50}$  y  $\text{ZrN}_{0,70}$  debido a que los resultados de las mediciones de las huellas son muy similares a los de los recubrimientos de  $\text{TiN}_x$ .

Tabla 15. Parámetros correspondientes al modelo de Jönsson and Hogmark [1984].

| Condición del material     | $H_{0R}$ ,<br>kg mm <sup>-2</sup> | $B_R$ ,<br>kg mm <sup>-1</sup> | $C$  | $R^2$ |
|----------------------------|-----------------------------------|--------------------------------|------|-------|
| 316L + TiN <sub>0,55</sub> | 463,8                             | 2,76                           | 0,93 | 0,987 |
| 316L + TiN <sub>0,65</sub> | 629,5                             | 3,27                           | 1,01 | 0,988 |
| 316L + TiN <sub>0,75</sub> | 958,5                             | 4,93                           | 0,74 | 0,986 |
| 316L + ZrN <sub>0,60</sub> | 1340,5                            | 1,67                           | 0,50 | 0,989 |

Tabla 16. Parámetros correspondientes al modelo de Chicot and Lesage [1995].

| Condición del material     | $H_R$ ,<br>kg mm <sup>-2</sup> | $b_R$ ,<br>kg mm <sup>-1</sup> | $R^2$ |
|----------------------------|--------------------------------|--------------------------------|-------|
| 316L + TiN <sub>0,55</sub> | 1516,7                         | 0,62                           | 0,978 |
| 316L + TiN <sub>0,65</sub> | 2299,6                         | -0,79                          | 0,970 |
| 316L + TiN <sub>0,75</sub> | 3065,5                         | -0,84                          | 0,970 |
| 316L + ZrN <sub>0,60</sub> | 1881,3                         | -0,07                          | 0,988 |

Tabla 17 Parámetros correspondientes al modelo de Korsunsky *et al.* [1998].

| Condición del material     | $H_R$ ,<br>kg mm <sup>-2</sup> | $\delta$ ,<br>mm      | $R^2$ |
|----------------------------|--------------------------------|-----------------------|-------|
| 316L + TiN <sub>0,55</sub> | 2126,3                         | $4,13 \times 10^{-3}$ | 0,989 |
| 316L + TiN <sub>0,65</sub> | 2185,0                         | $7,74 \times 10^{-3}$ | 0,994 |
| 316L + TiN <sub>0,75</sub> | 4152,5                         | $4,14 \times 10^{-3}$ | 0,991 |
| 316L + ZrN <sub>0,60</sub> | 2323,3                         | $5,23 \times 10^{-3}$ | 0,986 |

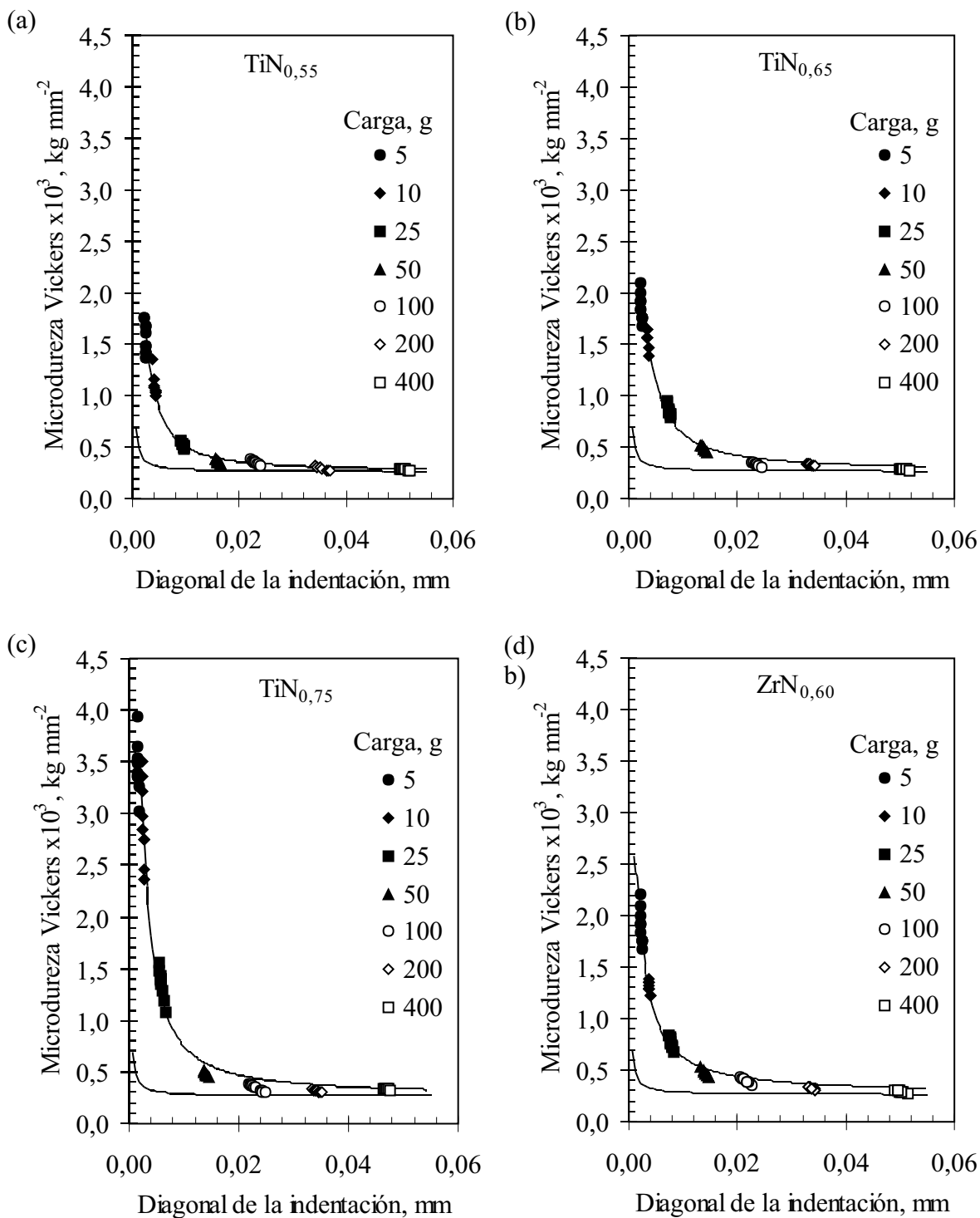


Fig. 46. Cambio de la microdureza en función del tamaño de la diagonal de la huella, de acuerdo al modelo de Jönsson and Hogmark [1984]: (a)  $\text{TiN}_{0,55}$ ; (b)  $\text{TiN}_{0,65}$ ; (c)  $\text{TiN}_{0,75}$ ; (d)  $\text{ZrN}_{0,60}$ .

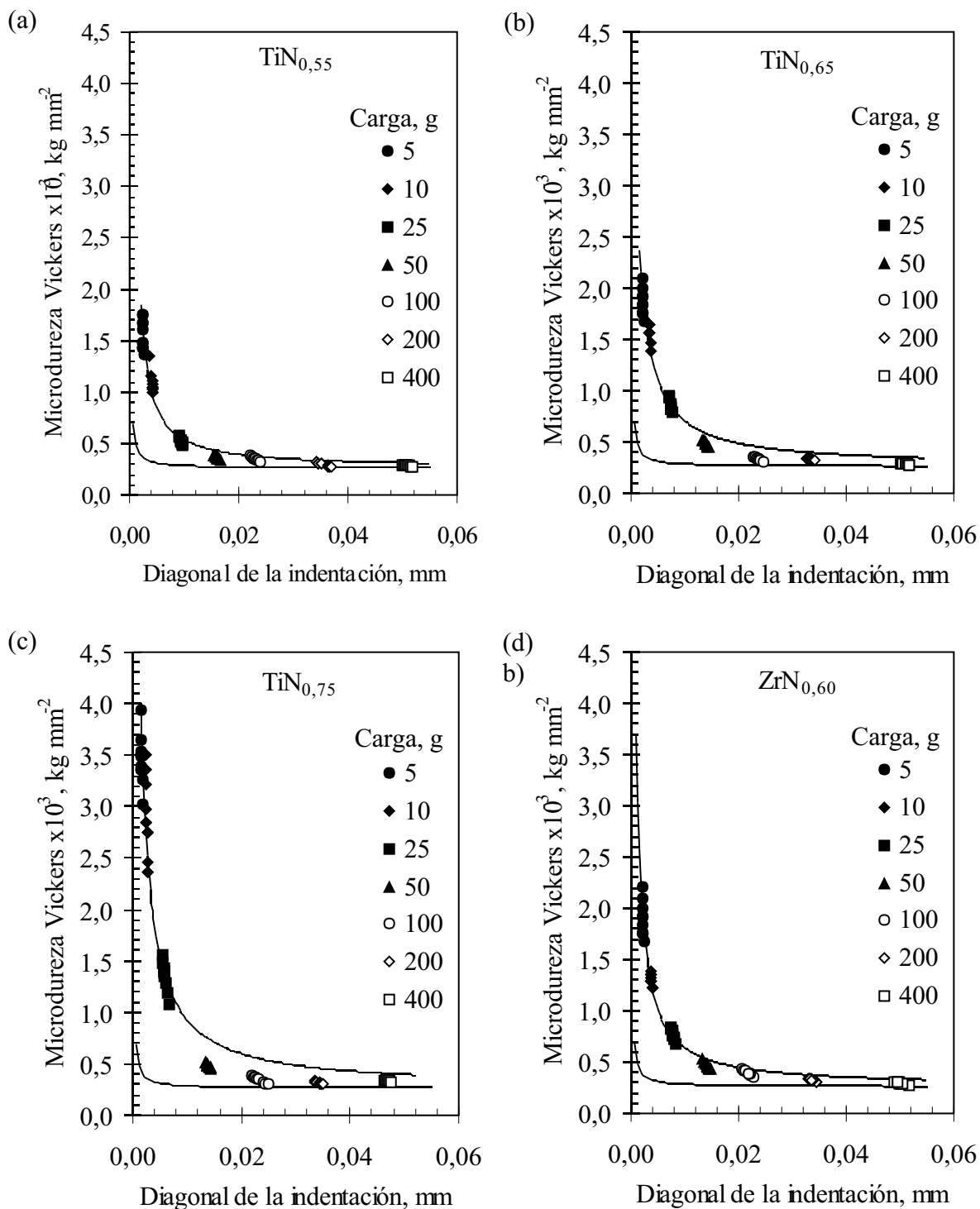


Fig. 47. Cambio de la microdureza en función del tamaño de la diagonal de la huella, de acuerdo al modelo de Chicot and Lessage [1995]: (a)  $\text{TiN}_{0,55}$ ; (b)  $\text{TiN}_{0,65}$ ; (c)  $\text{TiN}_{0,75}$ ; (d)  $\text{ZrN}_{0,60}$ .

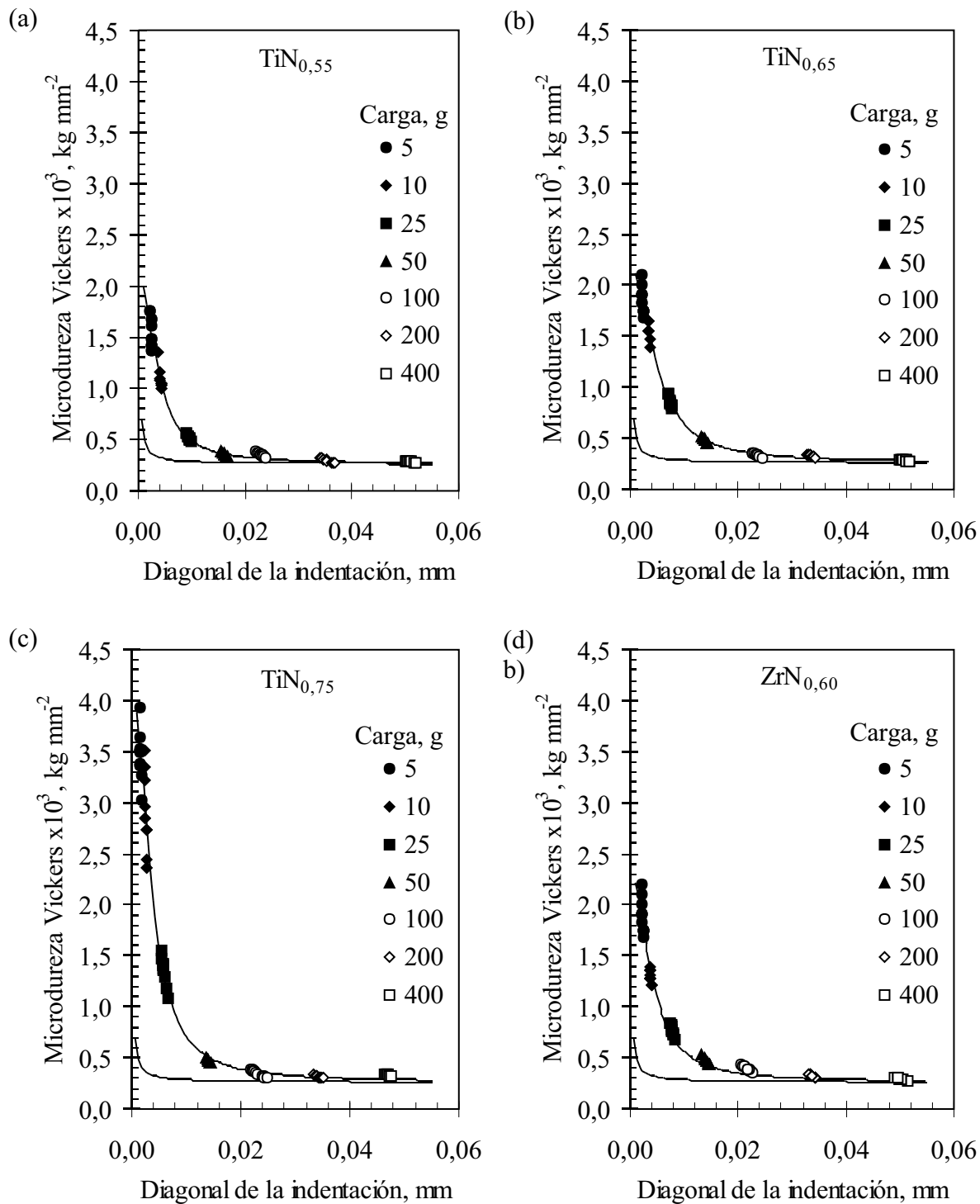


Fig. 48. Cambio de la microdureza en función del tamaño de la diagonal de la huella, de acuerdo al modelo de Korsunsky *et al.* [1998]: (a)  $\text{TiN}_{0,55}$ ; (b)  $\text{TiN}_{0,65}$ ; (c)  $\text{TiN}_{0,75}$ ; (d)  $\text{ZrN}_{0,60}$ .

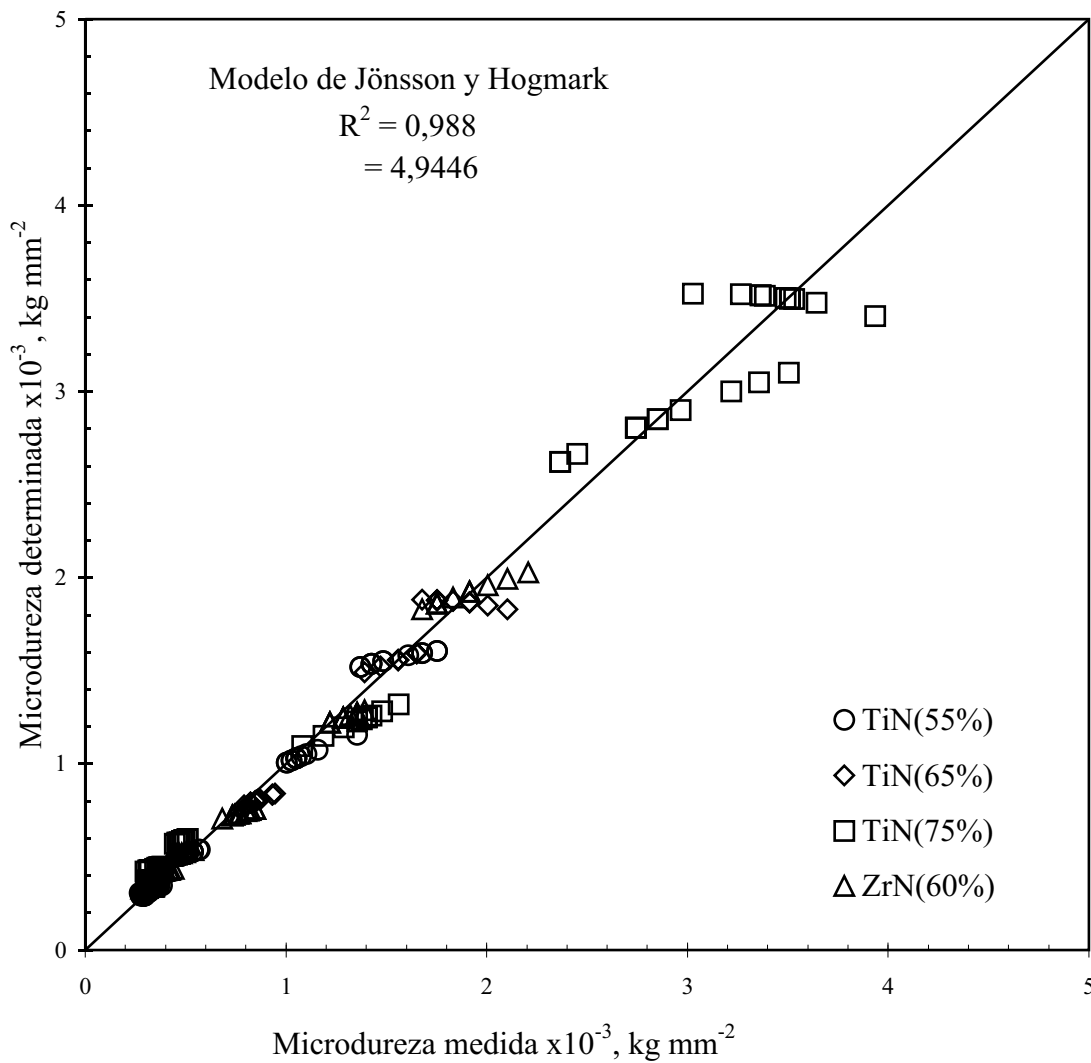


Fig. 49. Comparación entre los valores medidos experimentalmente y los calculados a través del modelo de Jönsson and Hogmark [1984] para los recubrimientos de  $\text{TiN}_x$  y  $\text{ZrN}_{0,60}$  depositados sobre un sustrato de acero 316L.

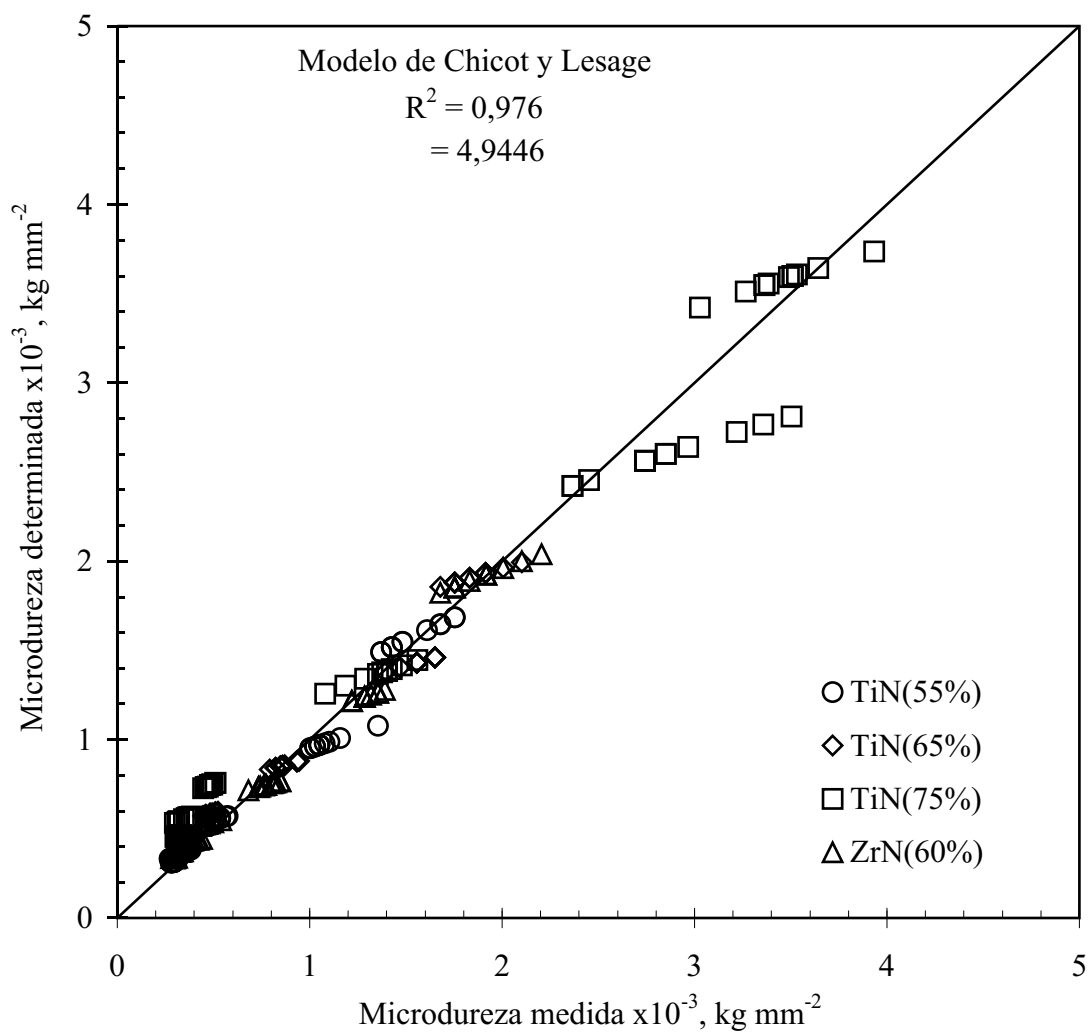


Fig. 50. Comparación entre los valores medidos experimentalmente y los calculados a través del modelo de Chicot and Lesage [1995] para los recubrimientos de  $\text{TiN}_x$  y  $\text{ZrN}_{0,60}$  depositados sobre un sustrato de acero 316L.

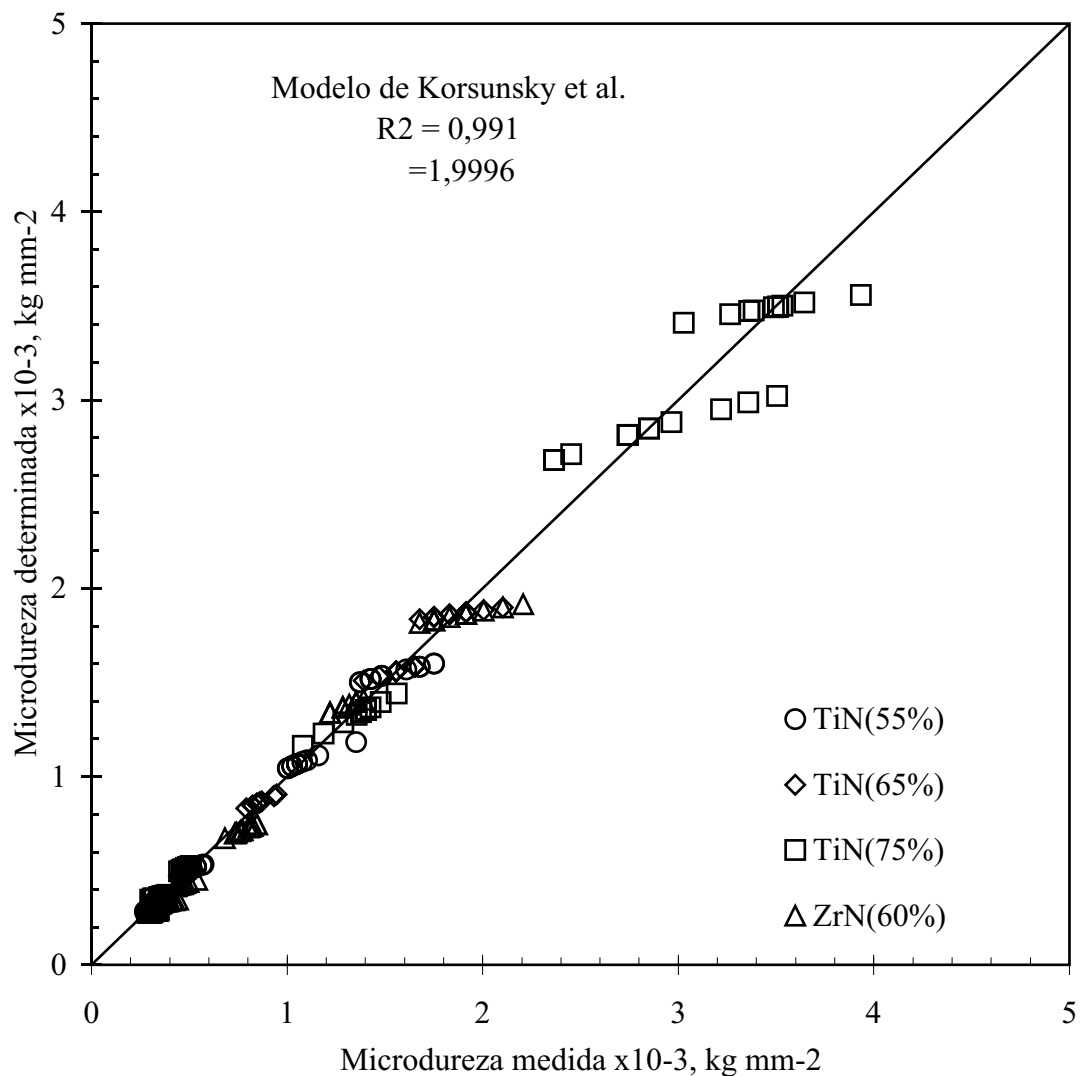


Fig. 51. Comparación entre los valores medidos experimentalmente y los calculados a través del modelo de Korsunsky *et al.* [1998] para los recubrimientos de  $TiN_x$  y  $ZrN_{0,60}$  depositados sobre un sustrato de acero 316L.

En el ajuste de los datos de dureza experimentales, mediante el modelo de Jönsson and Hogmark [1984] se observa que el parámetro  $H_{OR}$  varía entre 463,8 - 1340,5  $kg\ mm^{-2}$ , el parámetro  $b_R$  está entre 1,67 - 4,93  $kg\ mm^{-1}$ ; el valor mayor de  $b_R$  corresponde al recubrimiento de  $TiN_{0,75}$ . Por otro lado, la constante geométrica (C) varía entre 0,50 - 1,01,

con un valor promedio de  $0,8 \pm 0,2$ . El coeficiente de correlación fue  $\sim 0,988$ , y la diferencia de los mínimos cuadrados ( ) es de  $2,5676 \text{ kg}^2 \text{ mm}^{-4}$ , tal como se presenta en la Fig. 49.

El ajuste de los datos de dureza experimentales, mediante el modelo de Chicot and Lessage [1995] indica que el parámetro  $H_R$  varía entre  $1516,7 - 3065,5 \text{ kg mm}^{-2}$ ,  $b_R$  está entre  $-0,84 - 0,62 \text{ kg mm}^{-1}$ ; el valor mayor de  $b_R$  corresponde al recubrimiento de  $\text{TiN}_{0,55}$ . Es importante mencionar que Chicot y Lessage, han reportado que  $C = 0,5$  cuando un recubrimiento de alta dureza es depositado sobre un substrato de baja dureza,  $6,3 < H_R/H_S < 12,9$ ; también,  $C = 1$  cuando la dureza del recubrimiento es similar a la del substrato,  $1,8 < H_R/H_S < 2,3$ . El coeficiente de correlación fue  $\sim 0,976$ , y la diferencia de los mínimos cuadrados ( ) es de  $4,9446 \text{ kg}^2 \text{ mm}^{-4}$ , tal como se presenta en la Fig. 50.

El ajuste de los datos de dureza experimentales, mediante el modelo de Korsunsky *et al.* [1998] presenta que el parámetro  $H_F$  varía entre  $2126,3 - 4152,5 \text{ kg mm}^{-2}$ , y el parámetro  $\alpha$  está entre  $4,13 \times 10^{-3} - 5,23 \times 10^{-3} \text{ mm}$ . El coeficiente de correlación fue  $\sim 0,991$ , y la diferencia de los mínimos cuadrados ( ) es de  $1,9996 \text{ kg}^2 \text{ mm}^{-4}$ , tal como se presenta en la Fig. 51.

Se concluye que para los recubrimientos de  $\text{TiN}_x$  y  $\text{ZrN}_{0,60}$  el modelo que más fielmente describe los resultados, o para el cual se obtuvo el coeficiente de correlación más alto es el de Korsunsky *et al.* [1998]; luego, lo sigue el modelo de Jönsson and Hogmark [1984]; por último, el modelo de Chicot and Lessage [1995] el cual es el menos satisfactorio en ajustarse a los resultados, tal como se presenta en las Figs. 49 - 51. Por otro lado es importante mencionar que el  $\alpha$  más bajo obtenido es el que corresponde al modelo de Korsunsky *et al.* [1998], luego el de Jönsson and Hogmark [1984] y más alto el que corresponde a Chicot and Lessage [1995].

Finalmente, se concluye que la dureza absoluta de una película depositada sobre un substrato puede determinarse con precisión a partir de mediciones de dureza realizadas en los conjuntos recubrimiento + substrato, empleando diferentes cargas y los modelos disponibles para este propósito. Sin embargo, los mejores resultados se obtuvieron para el modelo de Korsunsky *et al.* [1998].

#### 4.6 ENSAYOS DE TRACCIÓN

Los datos obtenidos en cada ensayo de tracción fueron procesados con el fin de eliminar el efecto por deformación elástica tanto de los componentes de la máquina involucrados en el sistema de carga, como también de la sección de agarre de la probeta que no fue sujeta y de las mismas secciones correspondientes a los radios de filete entre las secciones de agarre y de ensayo de la probeta; de otra forma, el sistema se considera como resortes en serie, en donde para un  $F_i$  el alargamiento total que se registra viene dado por:

$$L_{exp} = L_{pro} + L_{máq}, \quad (23a)$$

por lo que:

$$L_i \text{ pro} = L_i \text{ exp} - L_i \text{ máq} \quad (23b)$$

dado que  $L_{i \text{ pro}} = L_{i \text{ cor}}$  y que  $L_{i \text{ máq}} = F_i / K_{\text{máq}}$  la ecuación anterior queda:

$$L_{i \text{ cor}} = L_i + F_i \frac{1}{K_{\text{máq}}} . \quad (23c)$$

Además, la rigidez para un resorte se expresa como  $K = F / L$ , por lo cual a partir de la Ecuación (23a):

$$\frac{F_i}{K_{\text{exp}}} = \frac{F_i}{K_{\text{pro}}} + \frac{F_i}{K_{\text{máq}}} \quad (24a)$$

eliminando  $F_i$  y reduciendo la expresión queda:

$$\frac{1}{K_{\text{máq}}} = \frac{K_{\text{pro}} + K_{\text{exp}}}{K_{\text{exp}} * K_{\text{pro}}} \quad (24b)$$

Finalmente, sustituyendo la Ecuación 24b en la 23c, se obtiene la ecuación de corrección de los datos por la rigidez de la máquina utilizada, la cual se expresa como:

$$L_{i \text{ cor}} = L_i + F_i \frac{K_{\text{pro}} + K_{\text{exp}}}{K_{\text{exp}} * K_{\text{pro}}} \quad (25)$$

donde:  $K_{\text{exp}}$  es la rigidez experimental y  $K_{\text{pro}}$  corresponde a la rigidez de la probeta. Dichas rigideces se expresan como:  $K_{\text{exp}} = F_i / L_i$  y  $K_{\text{pro}} = A_o E / L_o$ ; donde  $E$  es el módulo de elasticidad y  $L_o$  es la longitud inicial de la sección de ensayo de las probetas de tracción. Cabe decir que la rigidez experimental se determina en la zona elástica del material.

Para el cálculo de la rigidez de la probeta se consideró que el substrato y conjuntos substrato + recubrimiento presentan aproximadamente el mismo módulo de elasticidad (190 GPa); ya que en este trabajo los recubrimientos de  $TiN_x$  y  $ZrN_y$  tienen un espesor sumamente bajo de  $\sim 3$  y  $2 \mu m$ , respectivamente.

Luego, se calculó la deformación nominal o de ingeniería ( $e_i$ ) y el esfuerzo nominal o de ingeniería ( $S_i$ ) mediante las ecuaciones  $e_i = \frac{L_{i_{cor}}}{L_o}$  y  $S_i = \frac{F_i}{A_o}$ , respectivamente.

Subsecuentemente, se calculó la deformación verdadera o real ( $\epsilon$ ) y el esfuerzo verdadero o real ( $\sigma$ ) mediante las ecuaciones  $\epsilon = \ln(1 + e_i)$  y  $\sigma = S_i(1 + e_i)$ , respectivamente.

En las Tablas 18 - 24 se presentan los resultados promedios de los ensayos de tracción obtenidos de tres ensayos hasta la fractura y la desviación estándar de la población,  $DE$ , para cada condición del material ensayada. Esta desviación estándar se expresa como:

$DE = \sqrt{\frac{\sum (X - \bar{X})^2}{n - 1}}$ , donde  $n$  es el número de probetas y  $X$  es la propiedad o variable a la cual se le determina dicha desviación.

Los resultados promedios corresponden al esfuerzo real de fluencia a 0,002 de deformación ( $\sigma_y$ ), esfuerzo nominal a carga máxima o resistencia a la tracción ( $S_u$ ), esfuerzo real a carga máxima ( $\sigma_u$ ), deformación real a carga máxima ( $\epsilon_u$ ).

En las Figs. 52 - 58 se presentan para cada condición de material las tres (3) curvas de esfuerzo real vs formación real. Esto, con la finalidad de poder observar la reproducibilidad de las mismas durante todo el ensayo y no sólo los resultados puntuales, tales como  $\sigma_y$ ,  $S_u$ ,  $\sigma_u$  y  $\epsilon_u$ .

Subsecuentemente, en las Tablas 25 y 26 se presentan las variaciones de los promedios de las propiedades estáticas correspondientes a los recubrimientos de  $TiN_x$  de  $\sim 3$

m de espesor y  $ZrN_y$  de  $\sim 2$  m de espesor, respectivamente. Por otro lado, en las Figs. 59 y 60 se presentan los resultados presentados en las Tablas 25 y 26, los cuales corresponden a las propiedades estáticas de los recubrimientos de  $TiN_x$  de  $\sim 3,0$   $3,5$  y  $3,6$  m de espesor, respectivamente, y  $ZrN_y$  de  $\sim 1,3$ ,  $2,6$  y  $2,1$  m de espesor, respectivamente.

Tabla 18. Resultados de los ensayos de tracción de un acero inoxidable AISI 316L.

| Probeta #       | $y_p$<br>MPa | $S_{us}$<br>MPa | $u_p$<br>MPa | $u$   |
|-----------------|--------------|-----------------|--------------|-------|
| 1               | 494          | 664             | 828          | 0,221 |
| 2               | 484          | 658             | 854          | 0,260 |
| 3               | 490          | 662             | 810          | 0,202 |
| <b>Promedio</b> | 489          | 661             | 831          | 0,228 |
| DE              | 4,1          | 2,5             | 18,1         | 0,024 |

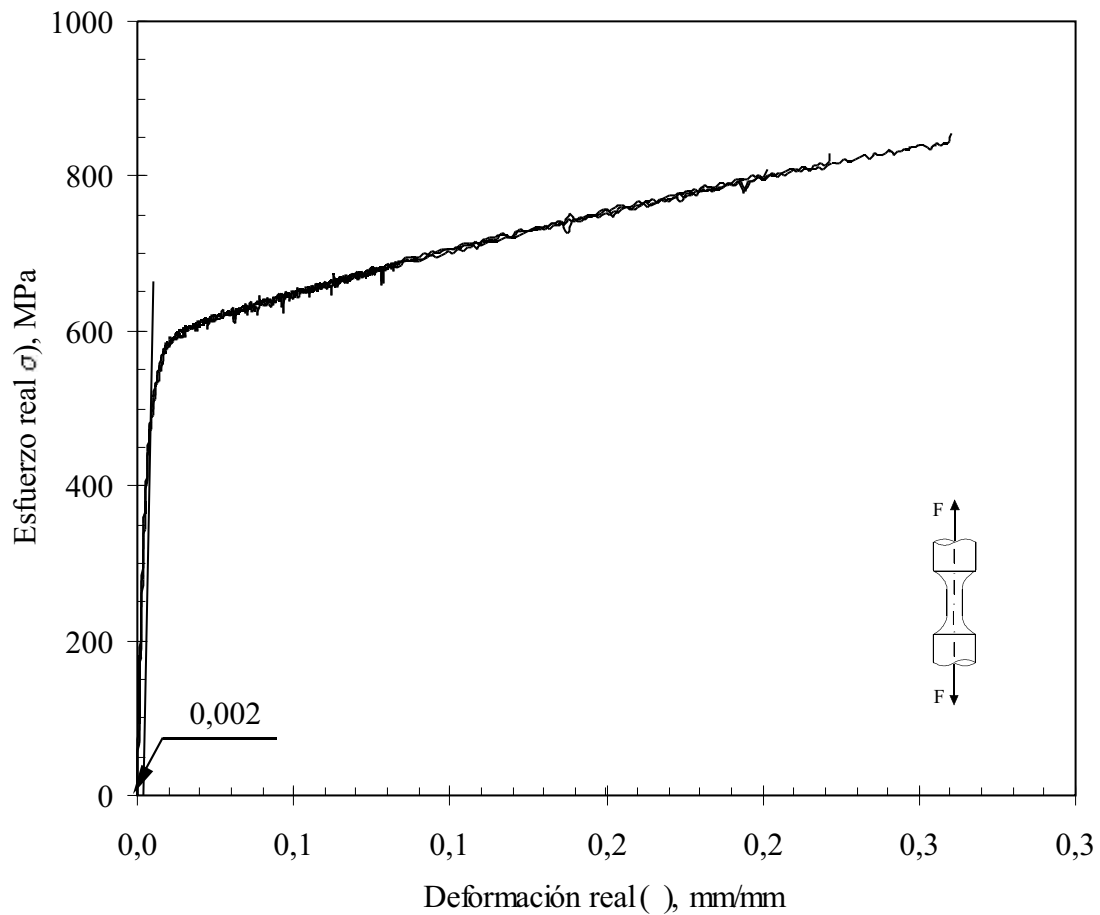


Fig. 52. Curvas corregidas de esfuerzo real vs deformación real de un acero inoxidable AISI 316L.

Tabla 19. Resultados de los ensayos de tracción de un acero inoxidable AISI 316L recubierto con un depósito de  $\text{TiN}_{0,55}$  de  $\sim 3,0$   $\mu\text{m}$  de espesor.

| Probeta #       | $\sigma_y$ , MPa | $S_{u,}$ , MPa | $\sigma_u$ , MPa | $\epsilon_u$ |
|-----------------|------------------|----------------|------------------|--------------|
| 1               | 548              | 676            | 791              | 0,157        |
| 2               | 537              | 674            | 817              | 0,192        |
| 3               | 528              | 675            | 829              | 0,206        |
| <b>Promedio</b> | 538              | 675            | 812              | 0,185        |
| DE              | 8,2              | 0,8            | 15,9             | 0,021        |

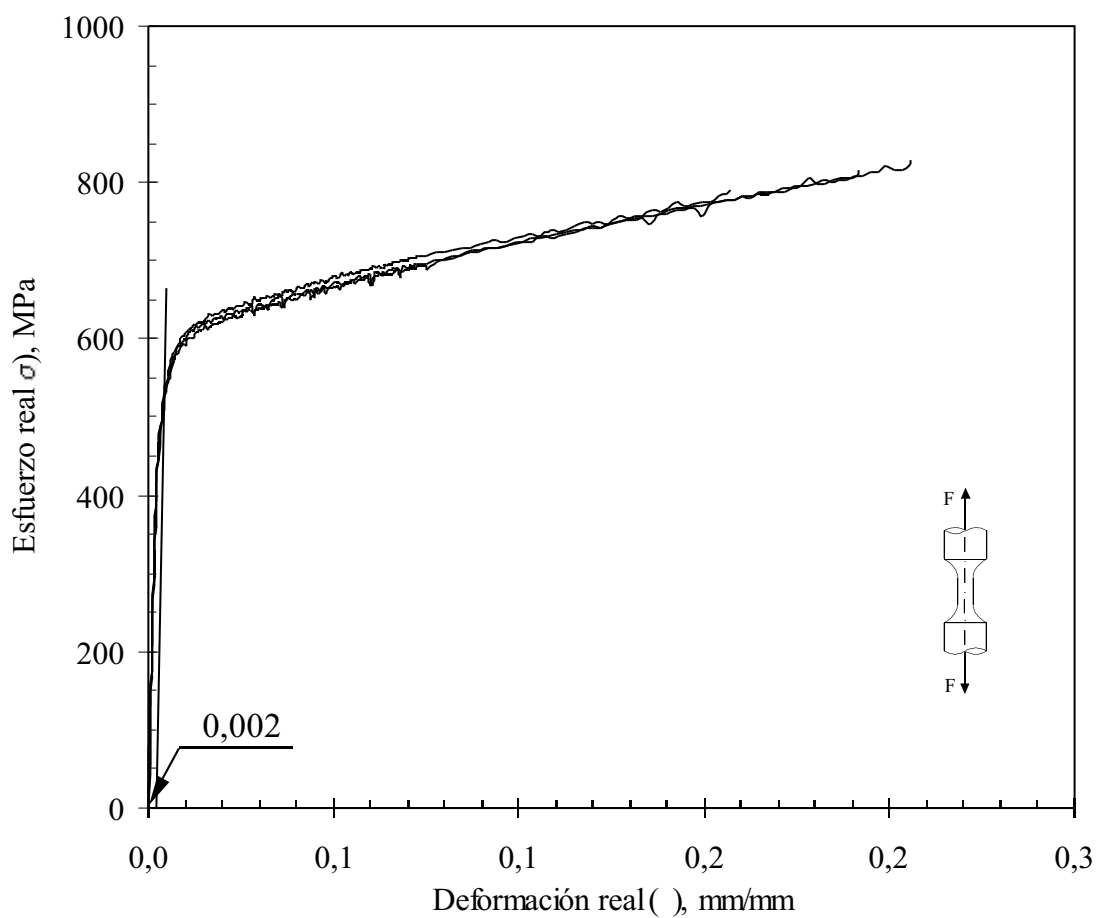


Fig. 53. Curvas corregidas de esfuerzo real vs deformación real de un acero inoxidable AISI 316L recubierto con un depósito de  $\text{TiN}_{0,55}$  de  $\sim 3,0$   $\mu\text{m}$  de espesor.

Tabla 20. Resultados de los ensayos de tracción de un acero inoxidable AISI 316L recubierto con un depósito de  $\text{TiN}_{0,65}$  de  $\sim 3,5$   $\mu\text{m}$  de espesor.

| Probeta # | $\sigma_y$ , MPa | $S_{u,}$ , MPa | $\sigma_u$ , MPa | $\epsilon_u$ |
|-----------|------------------|----------------|------------------|--------------|
| 1         | 547              | 678            | 830              | 0,203        |
| 2         | 539              | 674            | 828              | 0,206        |
| 3         | 563              | 676            | 808              | 0,178        |
| Promedio  | 550              | 676            | 822              | 0,196        |
| <b>DE</b> | 10,0             | 1,6            | 9,9              | 0,013        |

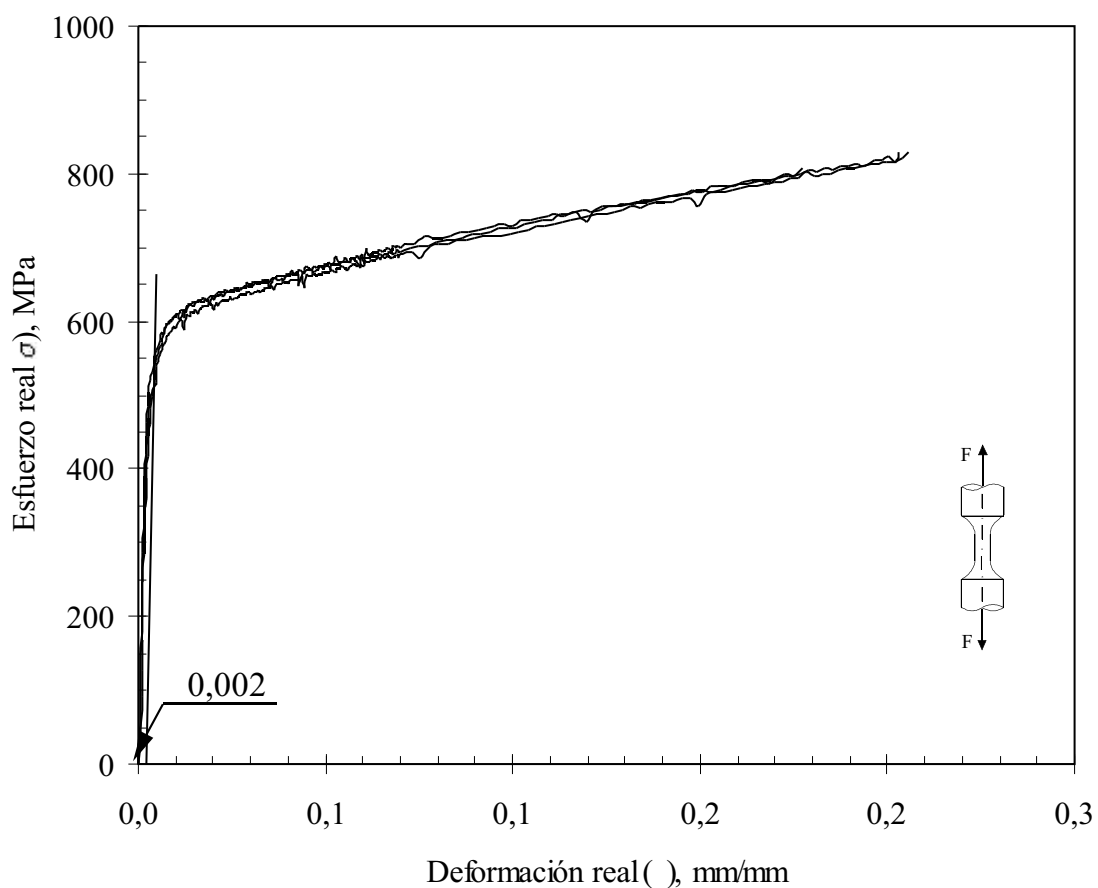


Fig. 54. Curvas corregidas de esfuerzo real vs deformación real de un acero inoxidable AISI 316L recubierto con un depósito de  $\text{TiN}_{0,65}$  de  $\sim 3,5$   $\mu\text{m}$  de espesor.

Tabla 21. Resultados de los ensayos de tracción de un acero inoxidable AISI 316L recubierto con un depósito de  $\text{TiN}_{0,75}$  de  $\sim 3,6$   $\mu\text{m}$  de espesor.

| Probeta # | $\sigma_y$ , MPa | $S_{us}$ , MPa | $\sigma_u$ , MPa | $\epsilon_u$ |
|-----------|------------------|----------------|------------------|--------------|
| 1         | 533              | 667            | 809              | 0,193        |
| 2         | 539              | 666            | 819              | 0,207        |
| 3         | 534              | 672            | 827              | 0,207        |
| Promedio  | 535              | 668            | 818              | 0,202        |
| DE        | 2,6              | 2,6            | 7,4              | 0,007        |

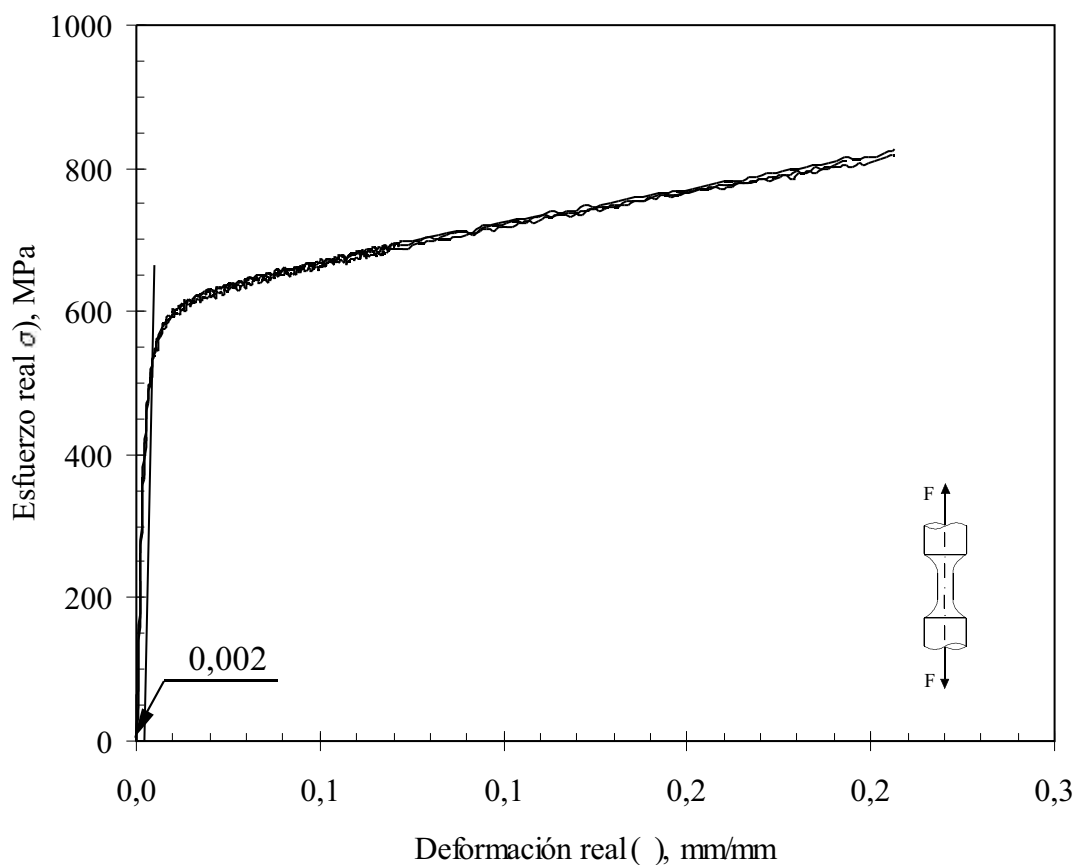


Fig. 55. Curvas corregidas de esfuerzo real vs deformación real de un acero inoxidable AISI 316L recubierto con un depósito de  $\text{TiN}_{0,75}$  de  $\sim 3,6$   $\mu\text{m}$  de espesor.

Tabla 22. Resultados de los ensayos de tracción de un acero inoxidable AISI 316L recubierto con un depósito de  $ZrN_{0,50}$  de  $\sim 1,3 \mu m$  de espesor.

| Probeta # | $\sigma_y$ , MPa | $S_{u,}$ , MPa | $\sigma_u$ , MPa | $\epsilon_u$ |
|-----------|------------------|----------------|------------------|--------------|
| 1         | 512              | 676            | 881              | 0,265        |
| 2         | 506              | 672            | 778              | 0,146        |
| 3         | 528              | 671            | 847              | 0,234        |
| Promedio  | 515              | 673            | 835              | 0,215        |
| DE        | 9,2              | 2,2            | 42,9             | 0,050        |

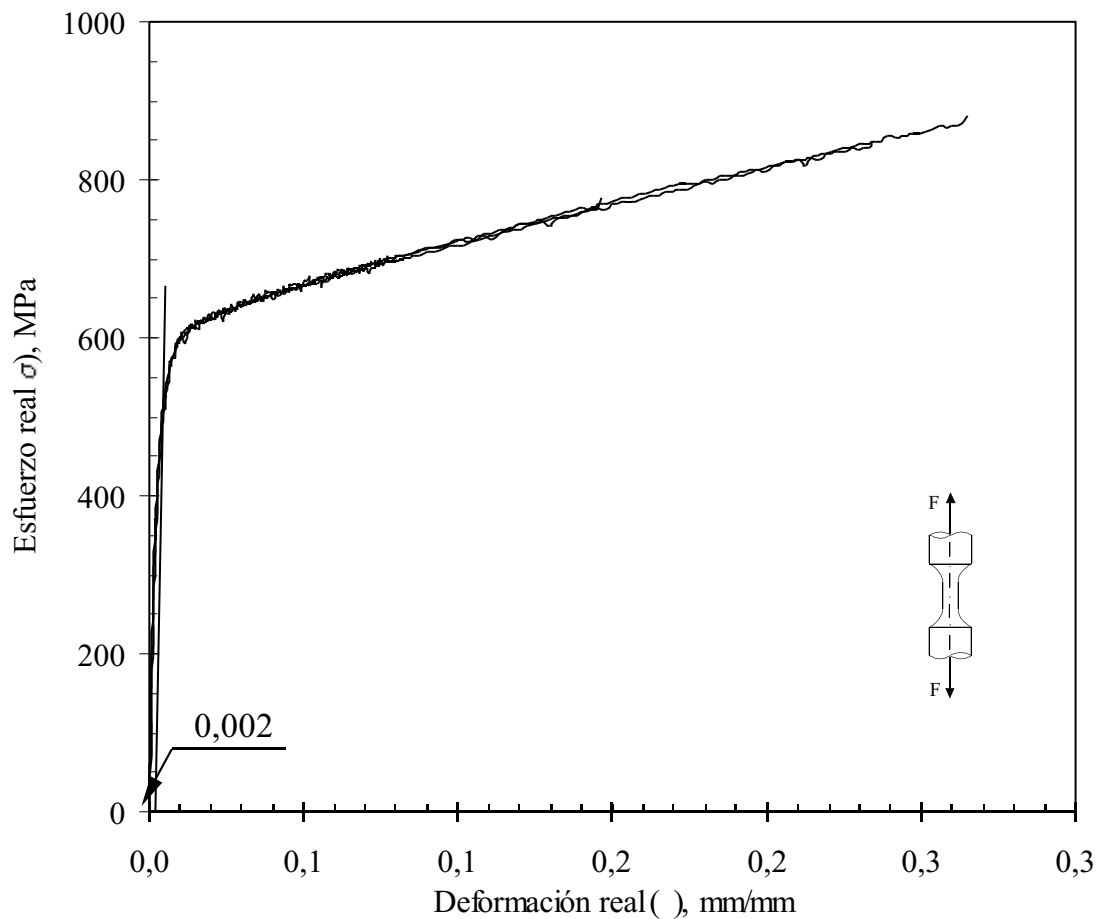


Fig. 56. Curvas corregidas de esfuerzo real vs deformación real de un acero inoxidable AISI 316L recubierto con un depósito de  $ZrN_{0,50}$  de  $\sim 1,3 \mu m$  de espesor.

Tabla 23. Resultados de los ensayos de tracción de un acero inoxidable AISI 316L recubierto con un depósito de  $ZrN_{0,60}$  de  $\sim 2,6$   $\mu m$  de espesor.

| Probeta # | $y_p$ , MPa | $S_{u,}$ MPa | $u_p$ , MPa | $u$   |
|-----------|-------------|--------------|-------------|-------|
| 1         | 520         | 678          | 870         | 0,249 |
| 2         | 512         | 675          | 870         | 0,253 |
| 3         | 543         | 674          | 820         | 0,195 |
| Promedio  | 525         | 676          | 853         | 0,232 |
| DE        | 3,1         | 1,7          | 23,6        | 0,026 |

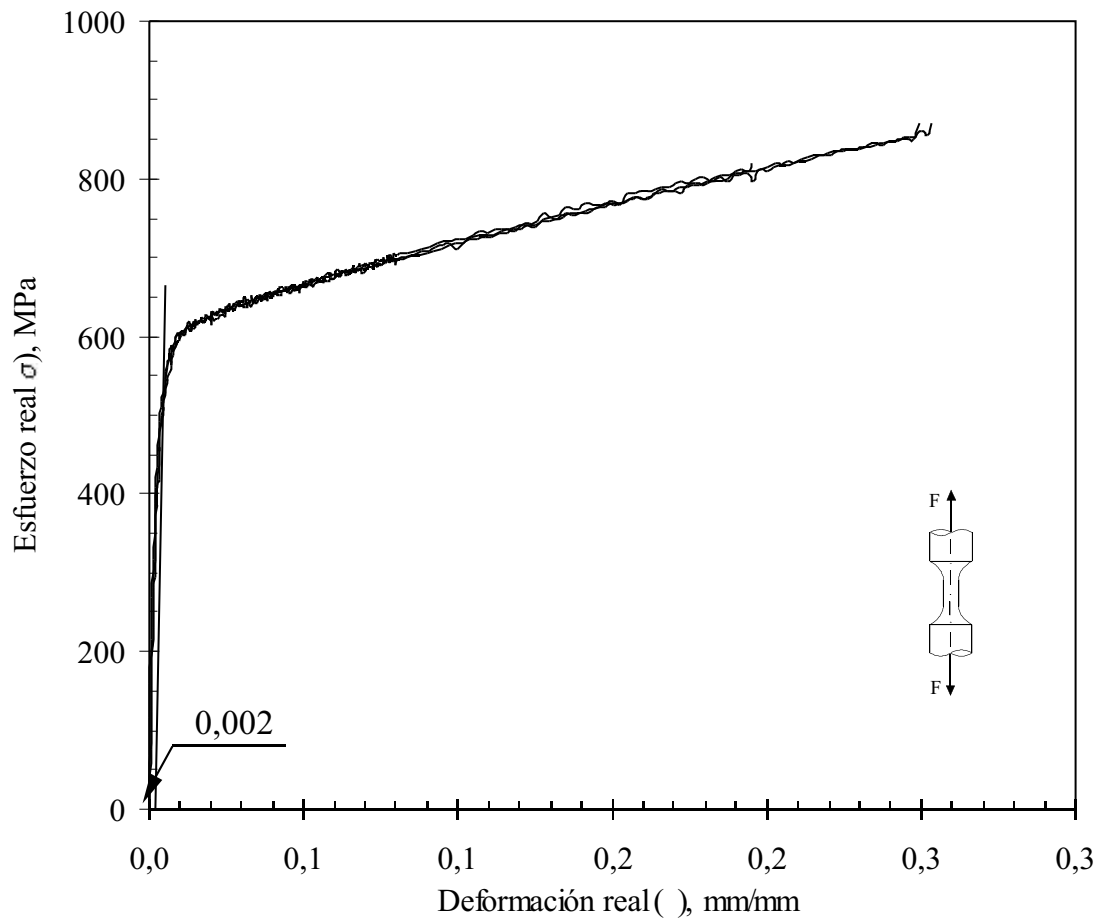


Fig. 57. Curvas corregidas de esfuerzo real vs deformación real de un acero inoxidable AISI 316L recubierto con un depósito de  $ZrN_{0,60}$  de  $\sim 2,6$   $\mu m$  de espesor.

Tabla 24. Resultados de los ensayos de tracción de un acero inoxidable AISI 316L recubierto con un depósito de  $ZrN_{0,70}$  de  $\sim 2,1 \mu\text{m}$  de espesor.

| Probeta # | $\sigma_y$ , MPa | $S_{us}$ , MPa | $\sigma_u$ , MPa | $\epsilon_u$ |
|-----------|------------------|----------------|------------------|--------------|
| 1         | 511              | 668            | 842              | 0,231        |
| 2         | 511              | 662            | 831              | 0,226        |
| 3         | 524              | 672            | 839              | 0,222        |
| Promedio  | 515              | 667            | 837              | 0,226        |
| <b>DE</b> | 6,1              | 4,1            | 4,6              | 0,370        |

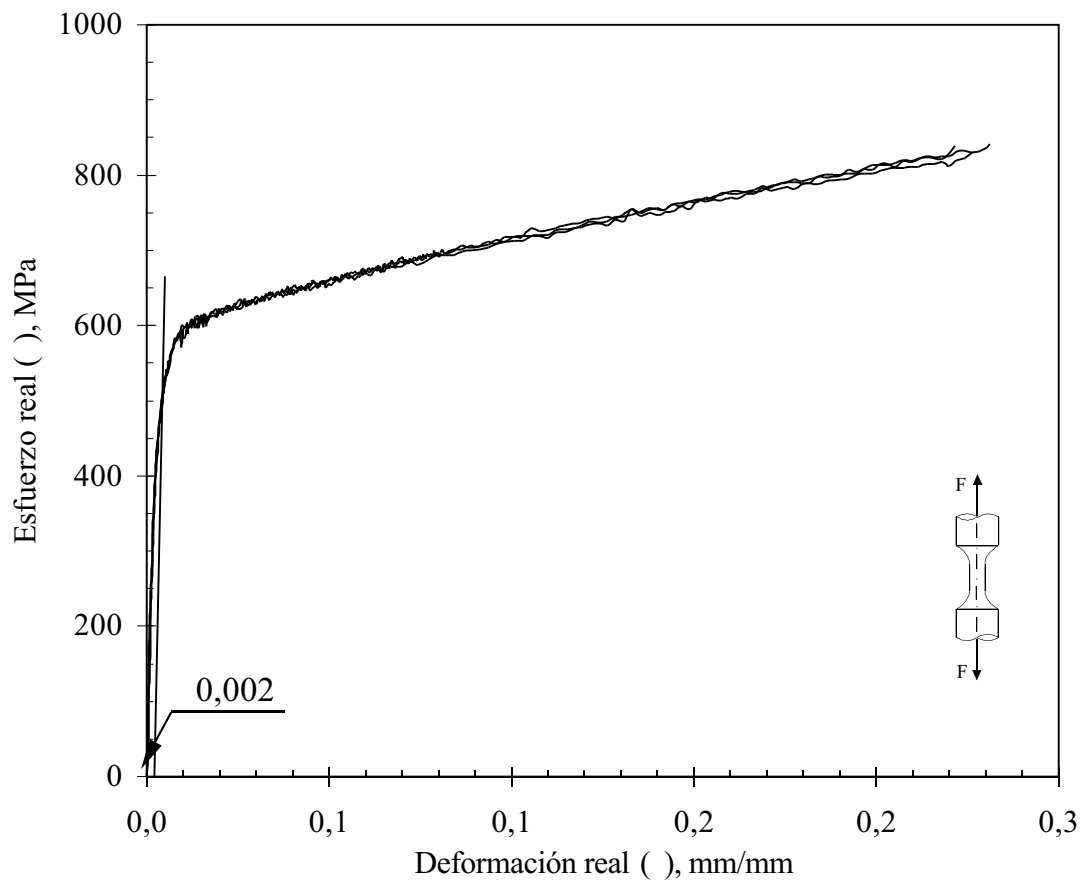


Fig. 58. Curvas corregidas de esfuerzo real vs deformación real de un acero inoxidable AISI 316L recubierto con un depósito de  $ZrN_{0,70}$  de  $\sim 2,1 \mu\text{m}$  de espesor.

Tabla 25. Variaciones de las propiedades estáticas correspondientes a los recubrimientos de  $TiN_x$ .

| Condición del material   | $V_{y_s}$<br>% | $V_{S_{u_s}}$<br>% | $V_{u_s}$<br>% | $V_{u_s}$<br>% |
|--------------------------|----------------|--------------------|----------------|----------------|
| Substrato + $TiN_{0,55}$ | 10             | 2                  | -2             | -18,9          |
| Substrato + $TiN_{0,65}$ | 13             | 2                  | -1             | -14,0          |
| Substrato + $TiN_{0,75}$ | 9              | 1                  | -2             | -11,4          |

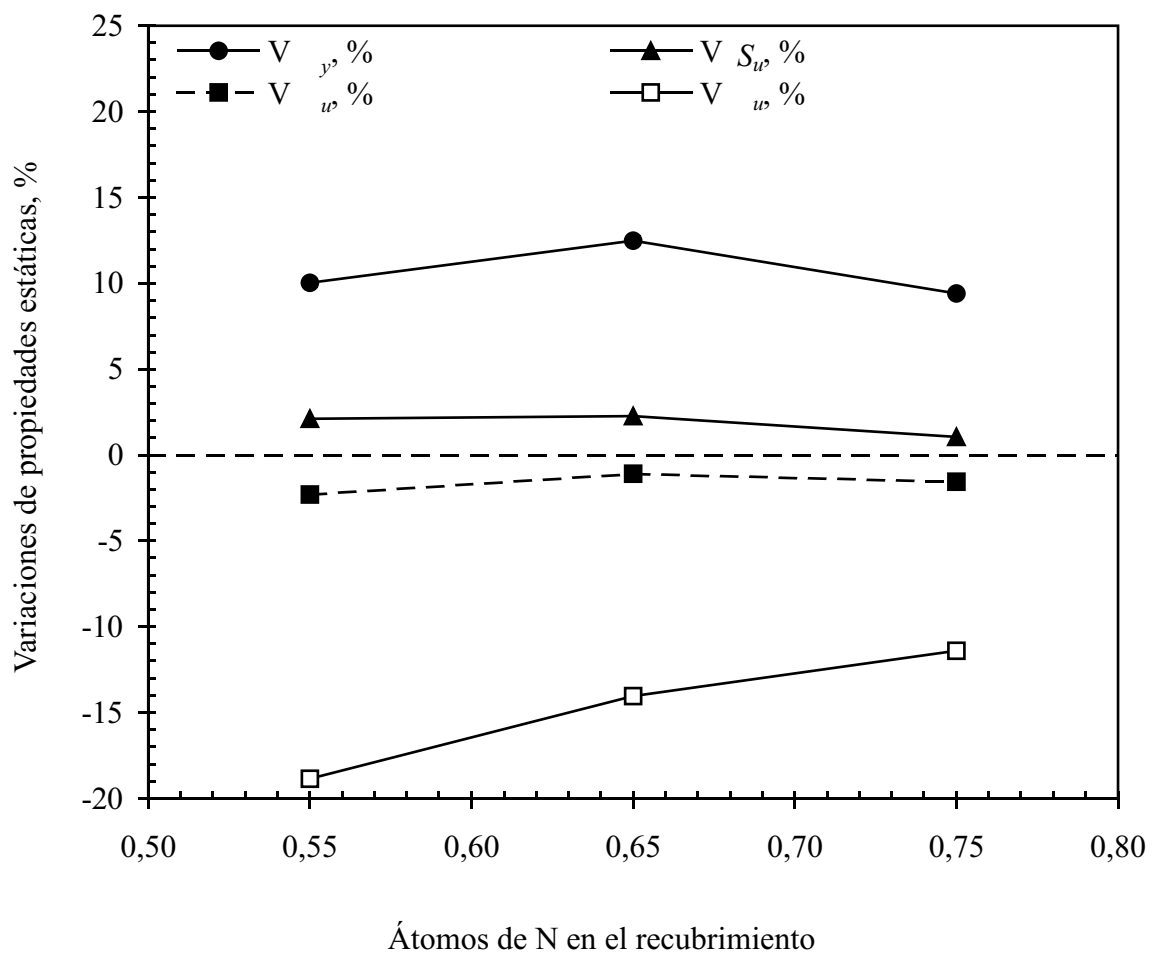


Fig. 59. Variaciones de las propiedades estáticas vs estequiometría de los recubrimientos de  $TiN_x$ .

Tabla 26. Variaciones de las propiedades estáticas correspondientes a los recubrimientos de  $ZrN_y$ .

| Condición del material   | $V_{y_s}$<br>% | $V_{S_{u_s}}$<br>% | $V_{u_s}$<br>% | $u_s$<br>% |
|--------------------------|----------------|--------------------|----------------|------------|
| Substrato + $ZrN_{0,50}$ | 5,3            | 1,8                | 0,5            | -5,7       |
| Substrato + $ZrN_{0,60}$ | 7,4            | 2,3                | 2,6            | 1,8        |
| Substrato + $ZrN_{0,70}$ | 5,3            | 0,9                | 0,7            | -0,9       |

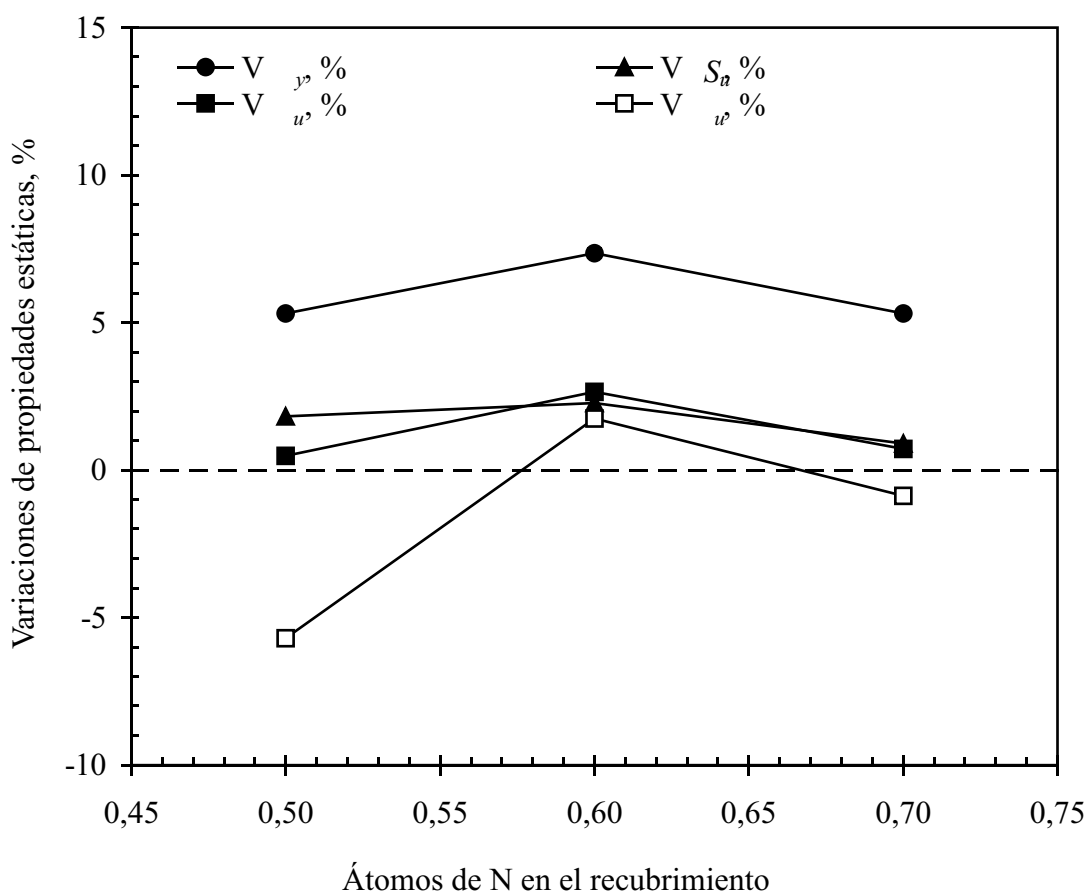


Fig. 60. Variaciones de propiedades a estáticas vs estequiometría de los recubrimientos de  $ZrN_y$ .

En las Figs. 59 - 60 se observa que se han obtenido incrementos en la variación en el esfuerzo de fluencia de  $\sim 10, 13, 9, 5, 7$  y  $5\%$  para los conjuntos substrato + recubierto de  $\text{TiN}_x$  y  $\text{ZrN}_y$ , respectivamente; estos incrementos indican claramente que los recubrimientos tienen mayores propiedades mecánicas con respecto al substrato.

Además, se obtuvo incrementos de las variaciones de la resistencia a la tracción de  $\sim 2, 2, 1, 2, 2$  y  $1\%$  para los conjuntos substrato recubierto con  $\text{TiN}_x$ , y  $\text{ZrN}_y$ , respectivamente. Por otro lado, se obtuvo disminuciones de las variaciones de esfuerzo real a carga máxima de  $\sim -2, -1$  y  $-2\%$  para los conjuntos substrato +  $\text{TiN}_x$ , respectivamente; contrario a esto, se obtuvo incrementos de las variaciones de esfuerzo real a carga máxima de  $\sim 1, 3$  y  $1\%$  para los conjuntos substrato +  $\text{ZrN}_y$ , respectivamente, lo cual indica que no necesariamente presentan una modificación considerable ya que dichos valores son inferiores a  $\pm 3\%$ .

Las variaciones de deformación real a carga máxima presentan disminuciones de  $\sim -19, -14, -11, -6$  y  $-1\%$  para los conjuntos substrato +  $\text{TiN}_{0,55}$ ,  $\text{TiN}_{0,65}$ ,  $\text{TiN}_{0,75}$ ,  $\text{ZrN}_{0,50}$  y  $\text{ZrN}_{0,70}$ , respectivamente. Esto indica que dichas propiedades son influenciadas por las propiedades mecánicas de los recubrimientos. Por otro lado, estos resultados son consistentes con la noción que se pueden obtener incrementos en la resistencia a la tracción y a la vez una disminución en el esfuerzo real a carga máxima como consecuencia a una disminución en la deformación real a carga máxima.

Por otro lado, para el conjunto substrato +  $\text{ZrN}_{0,60}$  se obtuvo un incremento en la deformación real a carga máxima de  $\sim 2\%$ , lo cual es atribuido a un alto incremento de las variaciones de esfuerzo real a carga máxima; es decir, que es posible obtener incrementos en las propiedades mecánicas del conjunto cuando se obtiene incrementos en el esfuerzo y deformación reales a cargas máximas.

Estos resultados indican que el conjunto substrato +  $\text{TiN}_{0,65}$  presenta la mejor condición de material cuando es comparado con los conjuntos substrato +  $\text{TiN}_{0,55}$  ó  $\text{TiN}_{0,75}$ , en la cual se puede obtener un mejor comportamiento estático de dicho material. Igualmente, el conjunto substrato +  $\text{ZrN}_{0,60}$  presenta la mejor condición de material cuando es comparado con los conjuntos substrato +  $\text{ZrN}_{0,50}$  ó  $\text{ZrN}_{0,70}$ . Además, se obtuvo que los conjuntos substrato +  $\text{TiN}_x$  presentaron los mayores valores de esfuerzo de fluencia cuando dichos resultados son comparados con los obtenidos de los conjuntos substrato +  $\text{ZrN}_y$ .

En las Figs. 61-62 se presentan las fotomicrografías correspondientes a los recubrimientos de  $\text{TiN}_x$  y  $\text{ZrN}_y$ , respectivamente. En éstas se puede observar en forma cualitativa la buena adhesión que existe entre el recubrimiento y el substrato, ya que las mismas han sido obtenidas de las superficies periféricas de la fractura para cada conjunto recubrimiento + substrato.

En las Figs. 61a y 62a se presentan una vista general de la fractura, observándose la zona de estricción para las probetas recubiertas con  $\text{TiN}_{0,55}$  y  $\text{ZrN}_{0,50}$ , respectivamente. En las Figs. 61b-d y 62b-d se presentan a mayor aumento las superficies periféricas de la fractura de los recubrimientos  $\text{TiN}_x$  y  $\text{ZrN}_y$ , respectivamente; en éstas se observa claramente que los recubrimientos (R) presentan varias grietas (G) y que tienen una estructura tipo columnar, que el substrato presenta microhoyuelos (MH) y que los recubrimientos permanecen adheridos al substrato. Por otro lado, al comparar las fotomicrografías que corresponden a los conjuntos substrato +  $\text{TiN}_x$  con las de substrato +  $\text{ZrN}_y$ , se observa que las primeras presentan un menor agrietamiento en los recubrimientos, lo cual es consistente con las mejores propiedades estáticas para estos conjuntos; aunque las mismas podrían estar influenciadas por el mayor espesor de los recubrimientos de  $\text{TiN}_x$ .

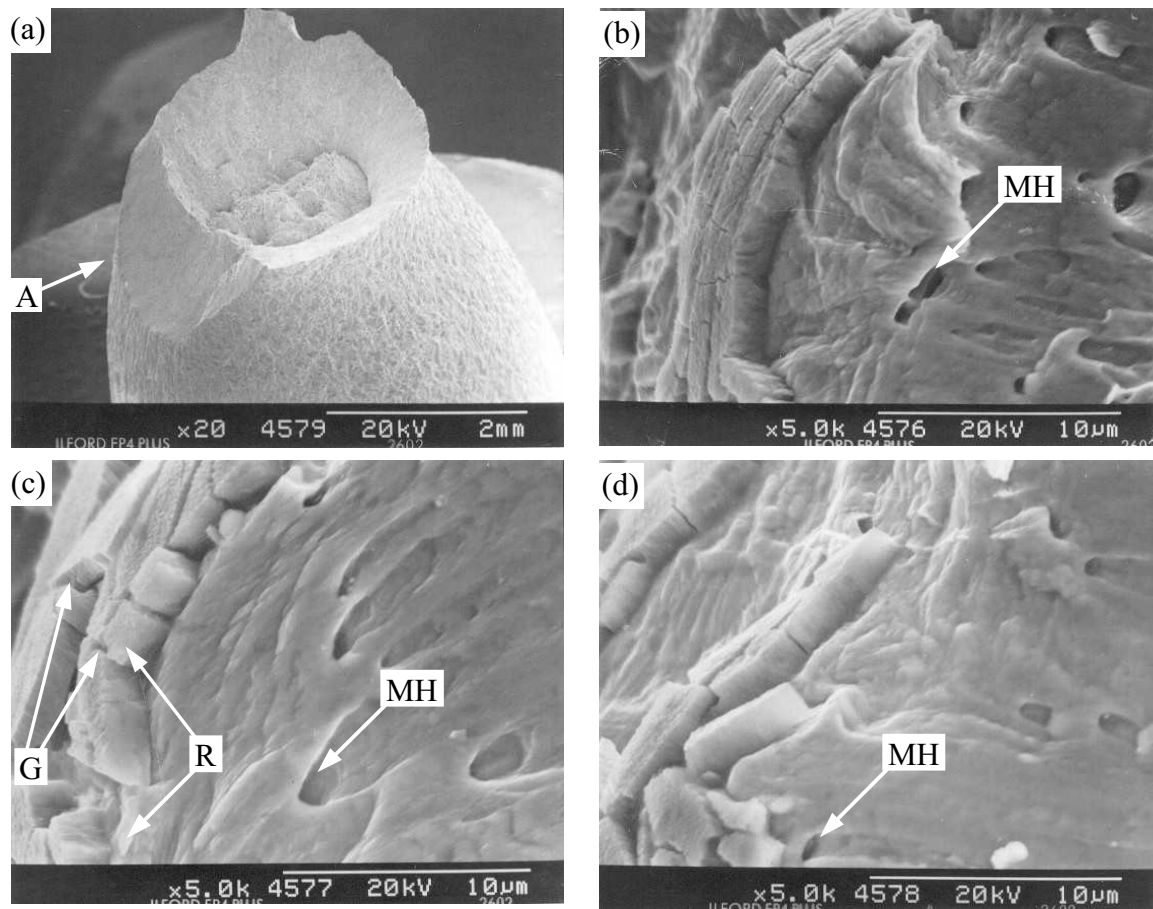


Fig. 61. Fotomicrografías obtenidas por MEB de probetas de acero 316L recubiertas con  $\text{TiN}_x$ , ensayadas a tracción: (a) Vista general de la falla por tracción para una probeta recubierta con  $\text{TiN}_{0,75}$ , (b) Vista del recubrimiento de  $\text{TiN}_{0,55}$ , detalle A, (c) Vista del recubrimiento de  $\text{TiN}_{0,65}$ , (d) Vista del recubrimiento de  $\text{TiN}_{0,75}$ , adyacentes a los microhoyuelos.

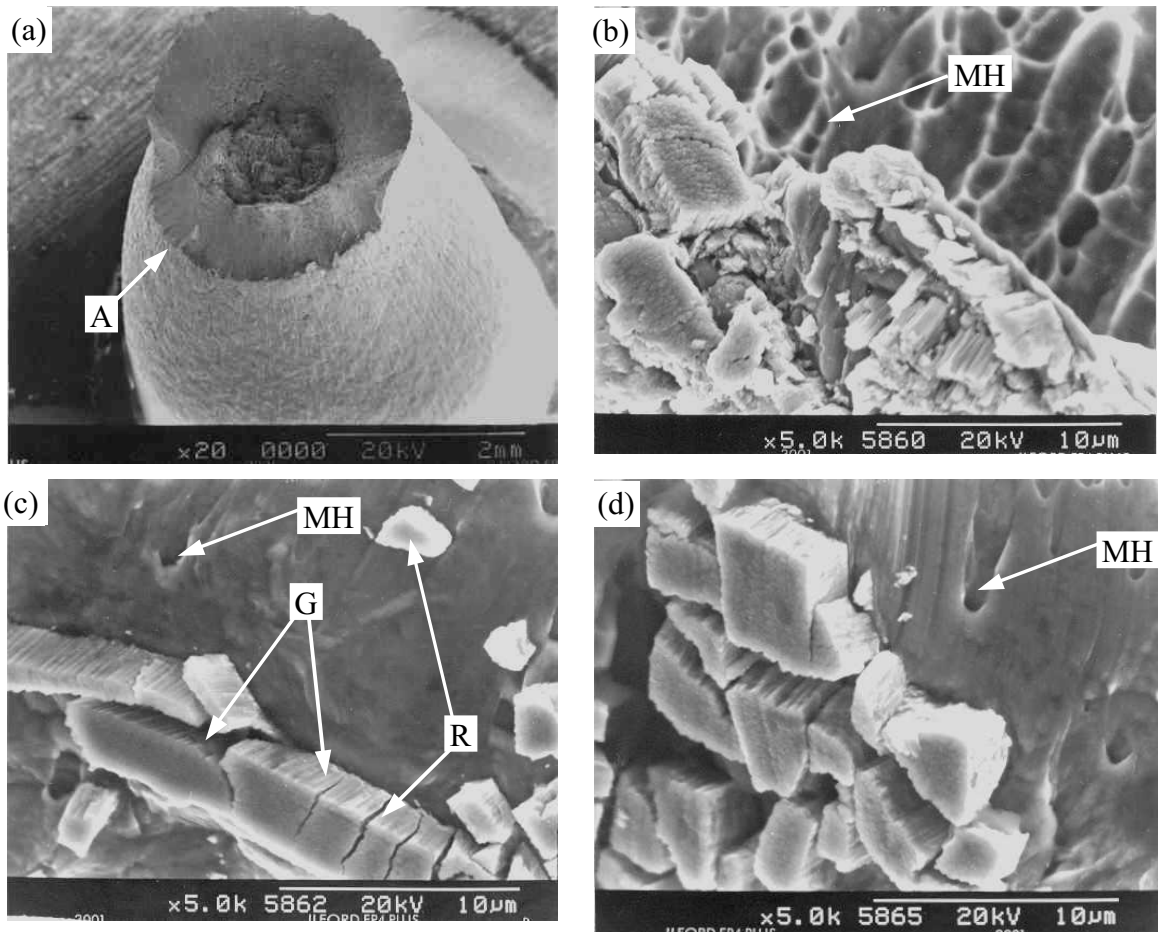


Fig. 62. Fotomicrografías obtenidas por MEB de probetas de acero 316L recubiertas con  $ZrN_y$ , ensayadas a tracción: (a) Vista general de la falla por tracción para una probeta recubierta con  $ZrN_{0,50}$ , (b) Vista del recubrimiento de  $ZrN_{0,50}$ , detalle A, (c) Vista del recubrimiento de  $ZrN_{0,60}$ , (d) Vista del recubrimiento de  $ZrN_{0,70}$ , adyacentes a los microhoyuelos.

#### 4.7 ENSAYOS DE FATIGA

La resistencia a la fatiga para cada condición del material ensayado fue obtenida a partir de cuatro niveles de esfuerzo y para cada uno de ellos se ensayaron seis probetas; es decir, 24 probetas en total. El límite de fatiga para cada condición fue obtenido por el método de la escalera, para lo cual se ensayaron 15 probetas; se consideró como vida infinita  $5 \times 10^6$  ciclos y un escalón de 5 MPa.

En la Tabla 27 se presentan los valores de esfuerzos con sus correspondientes porcentajes de esfuerzo de fluencia y resistencia a la tracción a que fueron realizados los ensayos de fatiga al aire y fatiga corrosión en las probetas de substrato sin y con recubrimientos de  $TiN_x$  y  $ZrN_y$ .

En lo que respecta a los ensayos para determinar el límite de fatiga, el primero de ellos fue realizado a: 400 MPa (61 % $S_u$  ó 82 %  $\sigma_y$ ) para el substrato; 440 MPa (67 % $S_u$  ó 90 %  $\sigma_y$ ) para el substrato +  $ZrN_{0,50}$ ; 450 MPa (68 % $S_u$  ó 92 %  $\sigma_y$ ) para el substrato + recubrimiento de  $TiN_{0,55}$ ,  $TiN_{0,55}$ ,  $ZrN_{0,60}$  y  $ZrN_{0,70}$ ; y 460 MPa (70 % $S_u$  ó 94 %  $\sigma_y$ ) para el substrato +  $TiN_{0,75}$ .

En las Tablas 28-55 y Figs. 63-76 se presentan los resultados de los ensayos de fatiga al aire y fatiga corrosión para las condiciones de material ensayado; es decir: en las Tablas 28, 31, 34, 37, 40, 43 y 46 se presentan los resultados de los ensayos de fatiga al aire en la región de vida temporal; y en las Tablas 49 - 55 se presentan los resultados de los ensayos de fatiga-corrosión para el substrato sin y con recubrimiento de  $TiN_x$  y  $ZrN_y$ . En las Tablas 41, 44, 47, 50, 53, 56 y 59 se presentan los resultados de los ensayos de fatiga realizados con el fin de determinar el límite de fatiga de cada condición del material

ensayado; en las Tablas 42, 45, 48, 51, 54, 57 y 60 se esquematiza el método de la escalera para obtener los límites de fatiga con su correspondiente desviación estándar; en las Figs. 63 - 76 se presentan los gráficos de los resultados de los ensayos de fatiga y las curvas que describen el comportamiento a la fatiga de las condiciones de material ensayado a fatiga al aire y fatiga-corrosión, respectivamente.

El límite de fatiga determinado por el método de la escalera se calcula por el evento menos frecuente,  $f_i$ , de falla o no falla antes de  $5 \times 10^6$  ciclos y los niveles de esfuerzo se numeran desde el más bajo  $i = 0$ . Así, dicho valor de límite de fatiga se calcula por la expresión siguiente:

$$S_{lf} = S_0 + S_1 - S_0 \frac{i f_i}{f_i} \frac{1}{2} \quad (26)$$

La desviación estándar se calcula por la siguiente ecuación:

$$DE = 1,620 \left( S_1 - S_0 \frac{f_i + i^2 f_i - i f_i^2}{f_i^2} \right) 0,029 \quad (27)$$

Además, se considera que el parámetro de desviación, PD, debe ser mayor que 0,3, y se define como:

$$PD = \frac{f_i + i^2 f_i - i f_i^2}{f_i^2} \quad (28)$$



Tabla 28. Resultados de los ensayos de fatiga en la región de vida temporal de un acero inoxidable 316L.

| Probeta # | $S$ , MPa | $N_f$ , Ciclos a la fractura | Probeta # | $S$ , MPa | $N_f$ , Ciclos a la fractura |
|-----------|-----------|------------------------------|-----------|-----------|------------------------------|
| 1         | 480       | 16900                        | 13        | 440       | 100200                       |
| 2         |           | 17000                        | 14        |           | 102100                       |
| 3         |           | 17900                        | 15        |           | 103600                       |
| 4         |           | 20400                        | 16        |           | 108600                       |
| 5         |           | 22300                        | 17        |           | 116900                       |
| 6         |           | 25700                        | 18        |           | 126900                       |
| 7         | 460       | 37800                        | 19        | 420       | 182900                       |
| 8         |           | 39800                        | 20        |           | 241900                       |
| 9         |           | 42600                        | 21        |           | 252100                       |
| 10        |           | 48300                        | 22        |           | 254200                       |
| 11        |           | 50000                        | 23        |           | 290500                       |
| 12        |           | 58200                        | 24        |           | 353800                       |

Tabla 29. Resultados de los ensayos de fatiga en la región de vida infinita en un acero inoxidable 316L.

| Probeta # | $S$ , MPa | $N$ , Ciclos | Probeta # | $S$ , MPa | $N$ , Ciclos |
|-----------|-----------|--------------|-----------|-----------|--------------|
| 1         | 400       | 5000000 →    | 9         | 410       | 249900       |
| 2         | 405       | 5000000 →    | 10        | 405       | 5000000 →    |
| 3         | 410       | 322900       | 11        | 410       | 5000000 →    |
| 4         | 405       | 997600       | 12        | 415       | 235700       |
| 5         | 400       | 5000000 →    | 13        | 410       | 5000000 →    |
| 6         | 405       | 5000000 →    | 14        | 415       | 379900       |
| 7         | 410       | 337500       | 15        | 410       | 5000000 →    |
| 8         | 405       | 5000000 →    | --        | ---       | -----        |

Tabla 30. Método de la escalera para determinar el límite de fatiga de un acero inoxidable 316L.

| Nivel de S, $i$             | S, MPa | Resultados de los ensayos  |   |   |   |   |   |   |   |   |   |  |  |   |   |  | Resumen de los resultados |             | Frecuencia de los especímenes que fallaron | $i f_i$ | $i^2 f_i$ |    |
|-----------------------------|--------|--|---|---|---|---|---|---|---|---|---|--|--|---|---|--|---------------------------|-------------|--|---------|-----------|----|
|                             |        | O: No falla hasta $5 \times 10^6$ ciclos<br>X: Falla antes de $5 \times 10^6$ ciclos |   |   |   |   |   |   |   |   |   |  |  |   |   |  | Fallaron                  | No fallaron | $f_i$                                      |         |           |    |
| 2                           | 415    |  |   |   |   |   |   |   |   |   |   |  |  | X | X |  |                           | 2           | 0  | 2       | 4         | 8  |
| 1                           | 410    |  | X |   |   |   | X | X | O | O | O |  |  |   |   |  |                           | 3           | 3  | 3       | 3         | 3  |
| 0                           | 405    | O  |   | X | O | O | O |   |   |   |   |  |  |   |   |  |                           | 1           | 4  | 1       | 0         | 0  |
| -                           | 400    | O  |   |   | O |   |   |   |   |   |   |  |  |   |   |  |                           | 0           | 2  | 0       | 0         | 0  |
| Totales                     |        |  |   |   |   |   |   |   |   |   |   |  |  |   |   |  |                           | 6           | 9  | 6       | 7         | 11 |
| Límite de fatiga = 408 MPa  |        |  |   |   |   |   |   |   |   |   |   |  |  |   |   |  |                           |             |  |         |           |    |
| Desviación estándar = 4 MPa |        |  |   |   |   |   |   |   |   |   |   |  |  |   |   |  |                           |             |  |         |           |    |
| PD = 0,5                    |        |  |   |   |   |   |   |   |   |   |   |  |  |   |   |  |                           |             |  |         |           |    |

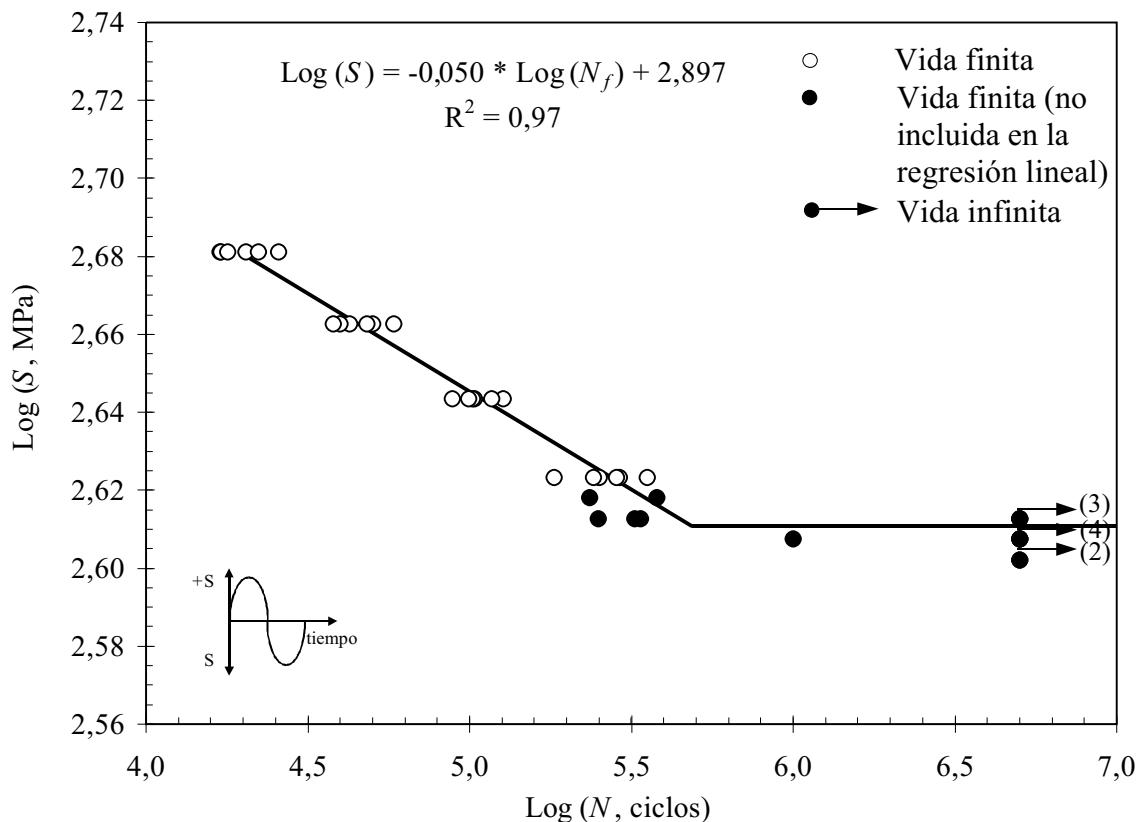


Fig. 63. Log del esfuerzo vs Log de ciclos de un acero inoxidable 316L.

Tabla 31. Resultados de los ensayos para determinar la resistencia a la fatiga de un acero inoxidable 316L recubierto con  $TiN_{0,55}$ .

| Probeta # | S, MPa | $N_f$ , Ciclos a la fractura | Probeta # | S, MPa | $N_f$ , Ciclos a la fractura |
|-----------|--------|------------------------------|-----------|--------|------------------------------|
| 1         | 490    | 71600                        | 13        | 470    | 204300                       |
| 2         |        | 77700                        | 14        |        | 238200                       |
| 3         |        | 95800                        | 15        |        | 276000                       |
| 4         |        | 116300                       | 16        |        | 34900                        |
| 5         |        | 135500                       | 17        |        | 513100                       |
| 6         |        | 152400                       | 18        |        | 559500                       |
| 7         | 480    | 157600                       | 19        | 460    | 275100                       |
| 8         |        | 202100                       | 20        |        | 350000                       |
| 9         |        | 213500                       | 21        |        | 417800                       |
| 10        |        | 250000                       | 22        |        | 422500                       |
| 11        |        | 276400                       | 23        |        | 452000                       |
| 12        |        | 310800                       | 24        |        | 800800                       |

Tabla 32. Resultados de los ensayos para determinar el límite de fatiga de un acero inoxidable 316L recubierto con  $TiN_{0,55}$ .

| Probeta # | S, MPa | $N_f$ , Ciclos | Probeta # | S, MPa | $N_f$ , Ciclos |
|-----------|--------|----------------|-----------|--------|----------------|
| 1         | 450    | 5000000 →      | 9         | 440    | 5000000 →      |
| 2         | 455    | 462900         | 10        | 445    | 1617000        |
| 3         | 450    | 5000000 →      | 11        | 440    | 2672500        |
| 4         | 455    | 350800         | 12        | 435    | 5000000 →      |
| 5         | 450    | 1227200        | 13        | 440    | 1316900        |
| 6         | 445    | 5000000 →      | 14        | 435    | 5000000 →      |
| 7         | 450    | 846500         | 15        | 440    | 1132000        |
| 8         | 445    | 1499900        | ---       | ---    | -----          |

Tabla 33. Método de la escalera para determinar el límite de fatiga de un acero inoxidable 316L recubierto con  $TiN_{0,55}$ .

| Nivel de S, $i$              | S, MPa | Resultados de los ensayos<br>O: No falla hasta $5 \times 10^6$ ciclos<br>X: Falla antes de $5 \times 10^6$ ciclos |   |   |   |   |   |   |   |   |    |    |    |    |    |    | Resumen de los resultados |             | Frecuencia de los especímenes que fallaron | $i f_i$ | $i^2 f_i$ |
|------------------------------|--------|---|---|---|---|---|---|---|---|---|----|----|----|----|----|----|---------------------------|-------------|--|---------|-----------|
|                              |        | 1   | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 | 11 | 12 | 13 | 14 | 15 | Fallaron                  | No fallaron | $f_i$                                      |         |           |
| 4                            | 455    |   | X | X |   |   |   |   |   |   |    |    |    |    |    | 2  | 0                         | 0           | 0  | 0       |           |
| 3                            | 450    | O   | O | X | X |   |   |   |   |   |    |    |    |    |    | 2  | 2                         | 2           | 6  | 18      |           |
| 2                            | 445    |   |   |   |   | O | X | X |   |   |    |    |    |    |    | 2  | 1                         | 1           | 2  | 4       |           |
| 1                            | 440    |   |   |   |   |   |   | O | X | X | X  |    |    |    |    | 3  | 1                         | 1           | 1  | 1       |           |
| 0                            | 435    |   |   |   |   |   |   |   |   |   | O  | O  |    |    |    | 0  | 2                         | 2           | 0  | 0       |           |
| Totales                      |        |   |   |   |   |   |   |   |   |   |    |    |    |    |    |    | 9                         | 6           | 6  | 9       | 23        |
| Límite de fatiga = 445 MPa   |        |   |   |   |   |   |   |   |   |   |    |    |    |    |    |    |                           |             |  |         |           |
| Desviación estándar = 13 MPa |        |   |   |   |   |   |   |   |   |   |    |    |    |    |    |    |                           |             |  |         |           |
| PD = 1,6                     |        |   |   |   |   |   |   |   |   |   |    |    |    |    |    |    |                           |             |  |         |           |

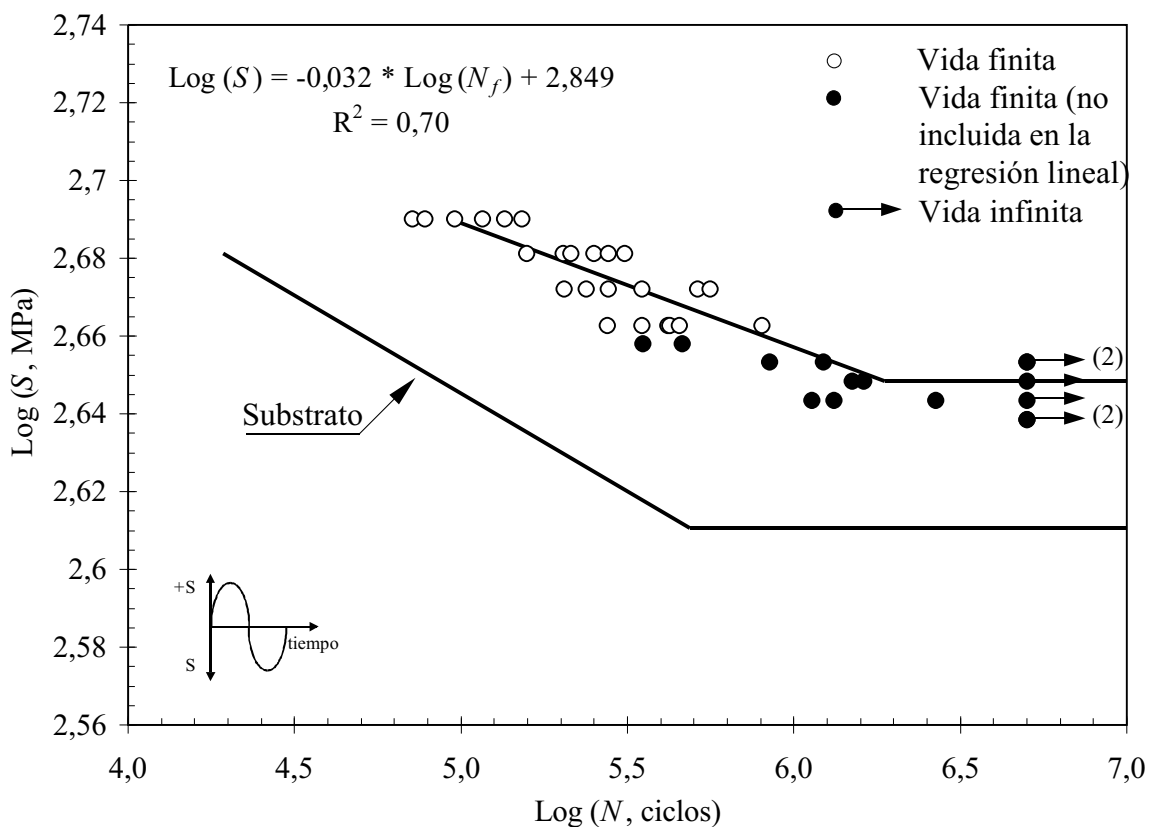


Fig. 64. Log del esfuerzo vs Log de ciclos de un acero inoxidable 316L recubierto con  $TiN_{0,55}$ .

Tabla 34. Resultados de los ensayos para determinar la resistencia a la fatiga de un acero inoxidable 316L recubierto con  $TiN_{0,65}$ .

| Probeta # | $S_f$ , MPa | $N_f$ , Ciclos a la fractura | Probeta # | $S_f$ , MPa | $N_f$ , Ciclos a la fractura |
|-----------|-------------|------------------------------|-----------|-------------|------------------------------|
| 1         | 490         | 148200                       | 13        | 470         | 236900                       |
| 2         |             | 159000                       | 14        |             | 267800                       |
| 3         |             | 170300                       | 15        |             | 274300                       |
| 4         |             | 179100                       | 16        |             | 446800                       |
| 5         |             | 208000                       | 17        |             | 503400                       |
| 6         |             | 233900                       | 18        |             | 594200                       |
| 7         | 480         | 187000                       | 19        | 460         | 465800                       |
| 8         |             | 205700                       | 20        |             | 690100                       |
| 9         |             | 213800                       | 21        |             | 963500                       |
| 10        |             | 227700                       | 22        |             | 1029200                      |
| 11        |             | 231800                       | 23        |             | 1068500                      |
| 12        |             | 317500                       | 24        |             | 1213800                      |

Tabla 35. Resultados de los ensayos para determinar el límite de fatiga de un acero inoxidable 316L recubierto con  $TiN_{0,65}$ .

| Probeta # | $S_f$ , MPa | $N_f$ , Ciclos | Probeta # | $S_f$ , MPa | $N_f$ , Ciclos |
|-----------|-------------|----------------|-----------|-------------|----------------|
| 1         | 450         | 5000000 →      | 9         | 440         | 5000000 →      |
| 2         | 455         | 711700         | 10        | 445         | 5000000 →      |
| 3         | 450         | 1086800        | 11        | 450         | 1919900        |
| 4         | 445         | 1285700        | 12        | 445         | 5000000 →      |
| 5         | 440         | 5000000 →      | 13        | 450         | 713200         |
| 6         | 445         | 928500         | 14        | 445         | 5000000 →      |
| 7         | 440         | 5000000 →      | 15        | 450         | 5000000 →      |
| 8         | 445         | 1301900        | --        | ---         | -----          |

Tabla 36. Método de la escalera para determinar el límite de fatiga de un acero inoxidable 316L recubierto con  $TiN_{0,65}$ .

| Nivel de $S$ , $i$          | $S$ , MPa | Resultados de los ensayos<br>O: No falla hasta $5 \times 10^6$ ciclos<br>X: Falla antes de $5 \times 10^6$ ciclos |   |   |   |   |   |   |   |   |    |    |    |    |    |    | Resumen de los resultados |             | Frecuencia de los especímenes que fallaron | $i f_i$ | $i^2 f_i$ |
|-----------------------------|-----------|---|---|---|---|---|---|---|---|---|----|----|----|----|----|----|---------------------------|-------------|--|---------|-----------|
|                             |           | 1   | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 | 11 | 12 | 13 | 14 | 15 | Fallaron                  | No fallaron | $f_i$                                      |         |           |
| 2                           | 455       |   | X |   |   |   |   |   |   |   |    |    |    |    |    |    | 1                         | 0           | 1  | 2       | 4         |
| 1                           | 450       | O   |   | X |   |   |   |   |   |   | X  | X  |    | O  |    | 3  | 2                         | 3           | 3  | 3       |           |
| 0                           | 445       |   |   |   | X | X | X |   | O | O | O  |    |    |    |    | 3  | 3                         | 3           | 0  | 0       |           |
| -                           | 440       |   |   |   |   | O | O | O |   |   |    |    |    |    |    | 0  | 3                         | 0           | 0  | 0       |           |
| Totales                     |           |   |   |   |   |   |   |   |   |   |    |    |    |    |    |    | 7                         | 8           | 7  | 5       | 7         |
| Límite de fatiga = 446 MPa  |           |   |   |   |   |   |   |   |   |   |    |    |    |    |    |    |                           |             |  |         |           |
| Desviación estándar = 4 MPa |           |   |   |   |   |   |   |   |   |   |    |    |    |    |    |    |                           |             |  |         |           |
| PD = 0,5                    |           |   |   |   |   |   |   |   |   |   |    |    |    |    |    |    |                           |             |  |         |           |

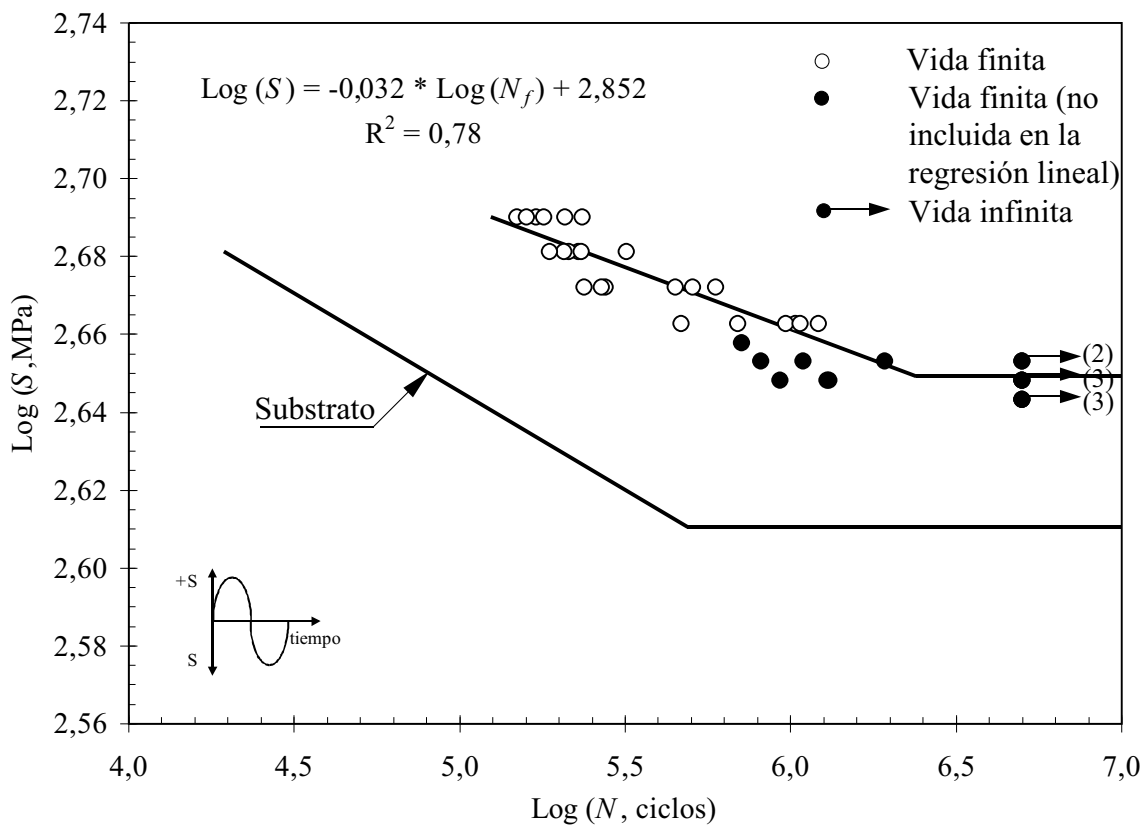


Fig. 65. Log del esfuerzo vs Log de ciclos de un acero inoxidable 316L recubierto con  $TiN_{0,65}$ .

Tabla 37. Resultados de los ensayos para determinar la resistencia a la fatiga de un acero inoxidable 316L recubierto con  $TiN_{0,75}$ .

| Probeta # | $S$ , MPa | $N_f$ , Ciclos a la fractura | Probeta # | $S$ , MPa | $N_f$ , Ciclos a la fractura |
|-----------|-----------|------------------------------|-----------|-----------|------------------------------|
| 1         | 500       | 98300                        | 13        | 480       | 180800                       |
| 2         |           | 104600                       | 14        |           | 247500                       |
| 3         |           | 105400                       | 15        |           | 253900                       |
| 4         |           | 127100                       | 16        |           | 276500                       |
| 5         |           | 152600                       | 17        |           | 282600                       |
| 6         |           | 166300                       | 18        |           | 366700                       |
| 7         | 490       | 120000                       | 19        | 470       | 211600                       |
| 8         |           | 125200                       | 20        |           | 222700                       |
| 9         |           | 125400                       | 21        |           | 299100                       |
| 10        |           | 138500                       | 22        |           | 449900                       |
| 11        |           | 156100                       | 23        |           | 516600                       |
| 12        |           | 232400                       | 24        |           | 551800                       |

Tabla 38. Resultados de los ensayos para determinar el límite de fatiga de un acero inoxidable 316L recubierto con  $TiN_{0,75}$ .

| Probeta # | $S$ , MPa | $N$ , Ciclos | Probeta # | $S$ , MPa | $N$ , Ciclos |
|-----------|-----------|--------------|-----------|-----------|--------------|
| 1         | 460       | 5000000 →    | 9         | 450       | 531900       |
| 2         | 465       | 396500       | 10        | 445       | 5000000 →    |
| 3         | 460       | 792400       | 11        | 450       | 1134700      |
| 4         | 455       | 5000000 →    | 12        | 445       | 5000000 →    |
| 5         | 460       | 442700       | 13        | 450       | 658800       |
| 6         | 455       | 1016300      | 14        | 445       | 5000000 →    |
| 7         | 450       | 664000       | 15        | 450       | 3120400      |
| 8         | 445       | 5000000 →    | --        | ---       | -----        |

Tabla 39. Método de la escalera para determinar el límite de fatiga de un acero inoxidable 316L recubierto con  $TiN_{0,75}$ .

| Nivel de $S_i$               | $S_i$ , MPa | Resultados de los ensayos  |   |   |   |   |   |   |   |   |    |    |    |    |    |    | Resumen de los resultados |             | Frecuencia de los especímenes que no fallaron |         |           |    |
|------------------------------|-------------|--|---|---|---|---|---|---|---|---|----|----|----|----|----|----|---------------------------|-------------|---|---------|-----------|----|
|                              |             | O: No falla hasta $5 \times 10^6$ ciclos<br>X: Falla antes de $5 \times 10^6$ ciclos |   |   |   |   |   |   |   |   |    |    |    |    |    |    | Fallar on                 | No fallaron | $f_i$   | $i f_i$ | $i^2 f_i$ |    |
|                              |             | 1  | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 | 11 | 12 | 13 | 14 | 15 |                           |             |   |         |           |    |
| 4                            | 465         |  | X |   |   |   |   |   |   |   |    |    |    |    |    |    | 1                         | 0           | 0   | 0       | 0         |    |
| 3                            | 460         | O  |   | X | X |   |   |   |   |   |    |    |    |    |    |    | 2                         | 1           | 1   | 3       | 9         |    |
| 2                            | 455         |  |   |   | O | X |   |   |   |   |    |    |    |    |    |    | 1                         | 1           | 1   | 2       | 4         |    |
| 1                            | 450         |  |   |   |   |   | X | X | X | X | X  |    |    |    |    |    | 5                         | 0           | 0   | 0       | 0         |    |
| 0                            | 455         |  |   |   |   |   |   | O | O | O | O  |    |    |    |    |    | 0                         | 4           | 4   | 0       | 0         |    |
| Totales                      |             |  |   |   |   |   |   |   |   |   |    |    |    |    |    |    |                           | 9           | 6   | 6       | 5         | 13 |
| Límite de fatiga = 452 MPa   |             |  |   |   |   |   |   |   |   |   |    |    |    |    |    |    |                           |             |   |         |           |    |
| Desviación estándar = 12 MPa |             |  |   |   |   |   |   |   |   |   |    |    |    |    |    |    |                           |             |   |         |           |    |
| PD = 1,5                     |             |  |   |   |   |   |   |   |   |   |    |    |    |    |    |    |                           |             |   |         |           |    |

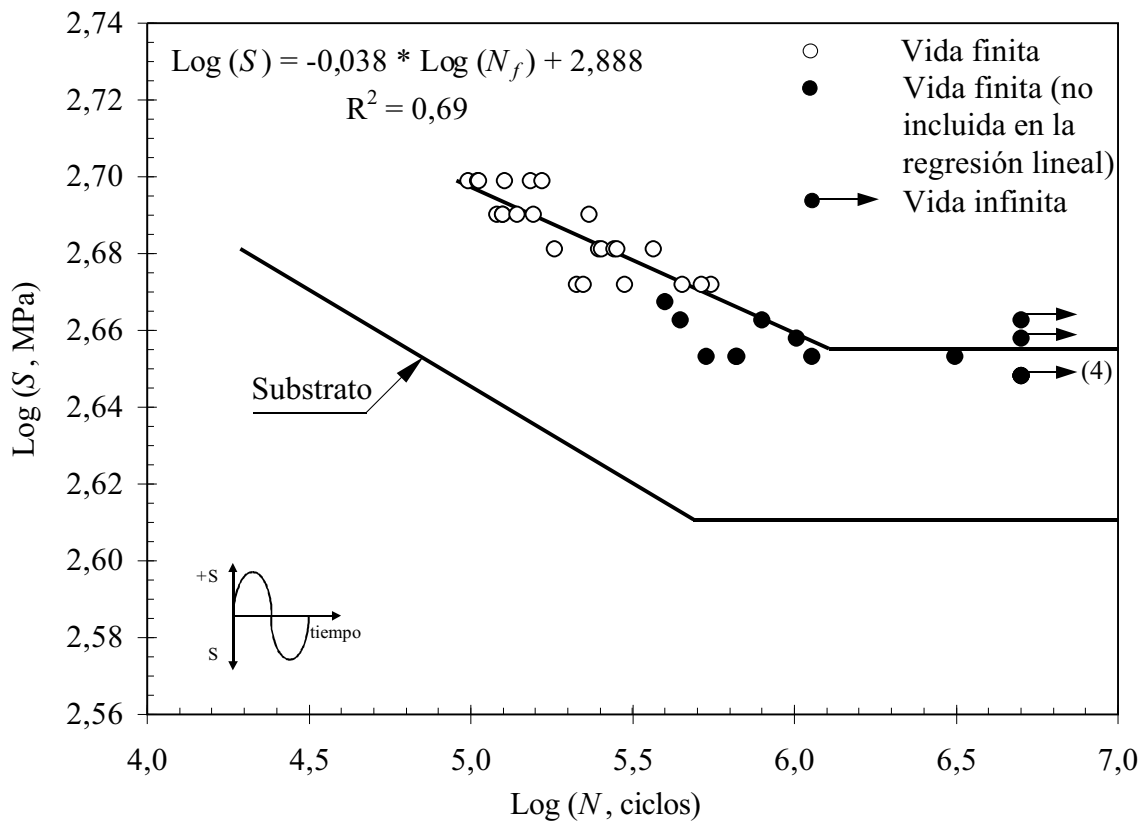


Fig. 66. Log del esfuerzo vs Log de ciclos de un acero inoxidable 316L recubierto con  $TiN_{0,75}$ .

Tabla 40. Resultados de los ensayos para determinar la resistencia a la fatiga de un acero inoxidable 316L recubierto con  $ZrN_{0,50}$ .

| Probeta # | S, MPa | $N_f$ , Ciclos a la fractura | Probeta # | S, MPa | $N_f$ , Ciclos a la fractura |
|-----------|--------|------------------------------|-----------|--------|------------------------------|
| 1         | 480    | 96800                        | 13        | 460    | 171300                       |
| 2         |        | 100300                       | 14        |        | 195200                       |
| 3         |        | 103600                       | 15        |        | 198300                       |
| 4         |        | 109800                       | 16        |        | 210000                       |
| 5         |        | 123000                       | 17        |        | 227000                       |
| 6         |        | 175800                       | 18        |        | 233700                       |
| 7         | 470    | 116800                       | 19        | 450    | 267600                       |
| 8         |        | 138700                       | 20        |        | 339900                       |
| 9         |        | 145700                       | 21        |        | 344400                       |
| 10        |        | 159100                       | 22        |        | 363500                       |
| 11        |        | 210700                       | 23        |        | 438800                       |
| 12        |        | 218200                       | 24        |        | 464100                       |

Tabla 41. Resultados de los ensayos para determinar el límite de fatiga de un acero inoxidable 316L recubierto con  $ZrN_{0,50}$ .

| Probeta # | S, MPa | $N_f$ , Ciclos | Probeta # | S, MPa | $N_f$ , Ciclos |
|-----------|--------|----------------|-----------|--------|----------------|
| 1         | 440    | 5000000 →      | 9         | 430    | 5000000 →      |
| 2         | 445    | 936600         | 10        | 435    | 5000000 →      |
| 3         | 440    | 1094600        | 11        | 440    | 500100         |
| 4         | 435    | 5000000 →      | 12        | 435    | 714100         |
| 5         | 440    | 544100         | 13        | 430    | 1448100        |
| 6         | 435    | 5000000 →      | 14        | 425    | 5000000 →      |
| 7         | 440    | 527200         | 15        | 430    | 5000000 →      |

Tabla 42. Método de la escalera para determinar el límite de fatiga de un acero inoxidable 316L recubierto con  $ZrN_{0,50}$ .

| Nivel de $S$ , $i$                 | $S$ , MPa | Resultados de los ensayos<br>O: No falla hasta $5 \times 10^6$ ciclos<br>X: Falla antes de $5 \times 10^6$ ciclos |   |   |   |   |   |   |   |   |    |    |    |    |    |    | Resumen de los resultados |             | Frecuencia de los especímenes que no fallaron | $i f_i$ | $i^2 f_i$ |
|------------------------------------|-----------|---|---|---|---|---|---|---|---|---|----|----|----|----|----|----|---------------------------|-------------|---|---------|-----------|
|                                    |           | 1   | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 | 11 | 12 | 13 | 14 | 15 | Fallaron                  | No fallaron | $f_i$   |         |           |
| 4                                  | 445       | X   |   |   |   |   |   |   |   |   |    |    |    |    |    | 1  | 0                         | 0           | 0   | 0       |           |
| 3                                  | 440       | O   | X | X | X |   |   |   |   | X |    |    |    |    |    | 4  | 1                         | 1           | 3   | 9       |           |
| 2                                  | 435       |   |   | O | O |   | X | O | X |   |    |    |    |    |    | 2  | 3                         | 3           | 6   | 12      |           |
| 1                                  | 430       |   |   |   |   |   |   | O |   |   | X  |    |    |    | O  | 1  | 2                         | 2           | 2   | 2       |           |
| 0                                  | 425       |   |   |   |   |   |   |   |   |   |    |    | O  |    |    | 0  | 1                         | 1           | 0   | 0       |           |
| Totales                            |           |   |   |   |   |   |   |   |   |   |    |    |    |    |    |    | 8                         | 7           | 7   | 11      | 23        |
| <b>Límite de fatiga = 435 MPa</b>  |           |   |   |   |   |   |   |   |   |   |    |    |    |    |    |    |                           |             |   |         |           |
| <b>Desviación estándar = 7 MPa</b> |           |   |   |   |   |   |   |   |   |   |    |    |    |    |    |    |                           |             |   |         |           |
| <b>PD = 0,8</b>                    |           |   |   |   |   |   |   |   |   |   |    |    |    |    |    |    |                           |             |   |         |           |

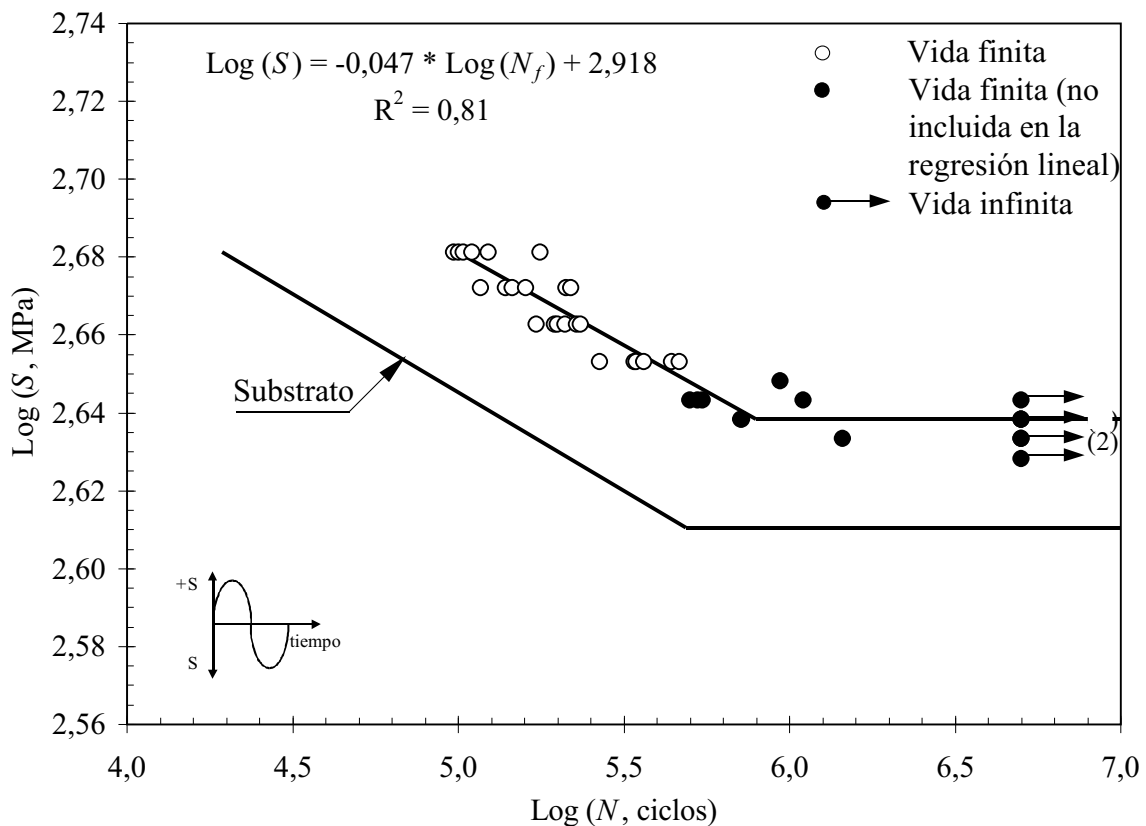


Fig. 67. Log del esfuerzo vs Log de ciclos de un acero inoxidable 316L recubierto con  $ZrN_{0,50}$ .

Tabla 43. Resultados de los ensayos para determinar la resistencia a la fatiga de un acero inoxidable 316L recubierto con  $ZrN_{0,60}$ .

| Probeta # | $S_f$ , MPa | $N_f$ , Ciclos a la fractura | Probeta # | $S_f$ , MPa | $N_f$ , Ciclos a la fractura |
|-----------|-------------|------------------------------|-----------|-------------|------------------------------|
| 1         | 490         | 82300                        | 13        | 470         | 194100                       |
| 2         |             | 86700                        | 14        |             | 243700                       |
| 3         |             | 95200                        | 15        |             | 301200                       |
| 4         |             | 112600                       | 16        |             | 322000                       |
| 5         |             | 140000                       | 17        |             | 326800                       |
| 6         |             | 153400                       | 18        |             | 417400                       |
| 7         | 480         | 121600                       | 19        | 460         | 325700                       |
| 8         |             | 135600                       | 20        |             | 363200                       |
| 9         |             | 200000                       | 21        |             | 383900                       |
| 10        |             | 233800                       | 22        |             | 416000                       |
| 11        |             | 248900                       | 23        |             | 478100                       |
| 12        |             | 288200                       | 24        |             | 563300                       |

Tabla 44. Resultados de los ensayos para determinar el límite de fatiga de un acero inoxidable 316L recubierto con  $ZrN_{0,60}$ .

| Probeta # | $S_f$ , MPa | $N_f$ , Ciclos | Probeta # | $S_f$ , MPa | $N_f$ , Ciclos |
|-----------|-------------|----------------|-----------|-------------|----------------|
| 1         | 450         | 5000000 →      | 9         | 440         | 2316600        |
| 2         | 455         | 591100         | 10        | 435         | 5000000 →      |
| 3         | 450         | 2549600        | 11        | 440         | 5000000 →      |
| 4         | 445         | 894100         | 12        | 445         | 5000000 →      |
| 5         | 440         | 845500         | 13        | 450         | 1529400        |
| 6         | 435         | 5000000 →      | 14        | 445         | 5000000 →      |
| 7         | 440         | 5000000 →      | 15        | 450         | 606000         |
| 8         | 445         | 1961100        | ---       | ----        | -----          |

Tabla 45. Método de la escalera para determinar el límite de fatiga de un acero inoxidable 316L recubierto con  $ZrN_{0,60}$ .

| Nivel de $S$ , $i$          | $S$ , MPa | Resultados de los ensayos<br>O: No falla hasta $5 \times 10^6$ ciclos<br>X: Falla antes de $5 \times 10^6$ ciclos |   |   |   |   |   |   |   |   |    |    |    |    |    |    | Resumen de los resultados |             | Frecuencia de los especímenes que no fallaron | $i f_i$ | $i^2 f_i$ |
|-----------------------------|-----------|---|---|---|---|---|---|---|---|---|----|----|----|----|----|----|---------------------------|-------------|---|---------|-----------|
|                             |           | 1   | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 | 11 | 12 | 13 | 14 | 15 | Fallaron                  | No fallaron | $f_i$   |         |           |
| 4                           | 455       |   | X |   |   |   |   |   |   |   |    |    |    |    |    | 1  | 0                         | 0           | 0   | 0       |           |
| 3                           | 450       | O   |   | X |   |   |   |   |   |   |    |    | X  | X  |    | 3  | 1                         | 1           | 3   | 9       |           |
| 2                           | 445       |   |   |   | X |   |   | X |   |   | O  | O  |    |    |    | 2  | 2                         | 2           | 4   | 8       |           |
| 1                           | 440       |   |   |   |   | X | O | X | O |   |    |    |    |    |    | 2  | 2                         | 2           | 2   | 2       |           |
| 0                           | 435       |   |   |   |   |   | O |   | O |   |    |    |    |    |    | 0  | 2                         | 2           | 0   | 0       |           |
| Totales                     |           |   |   |   |   |   |   |   |   |   |    |    |    |    |    |    | 8                         | 7           | 7   | 9       | 19        |
| Límite de fatiga = 444 MPa  |           |   |   |   |   |   |   |   |   |   |    |    |    |    |    |    |                           |             |   |         |           |
| Desviación estándar = 9 MPa |           |   |   |   |   |   |   |   |   |   |    |    |    |    |    |    |                           |             |   |         |           |
| PD = 1,1                    |           |   |   |   |   |   |   |   |   |   |    |    |    |    |    |    |                           |             |   |         |           |

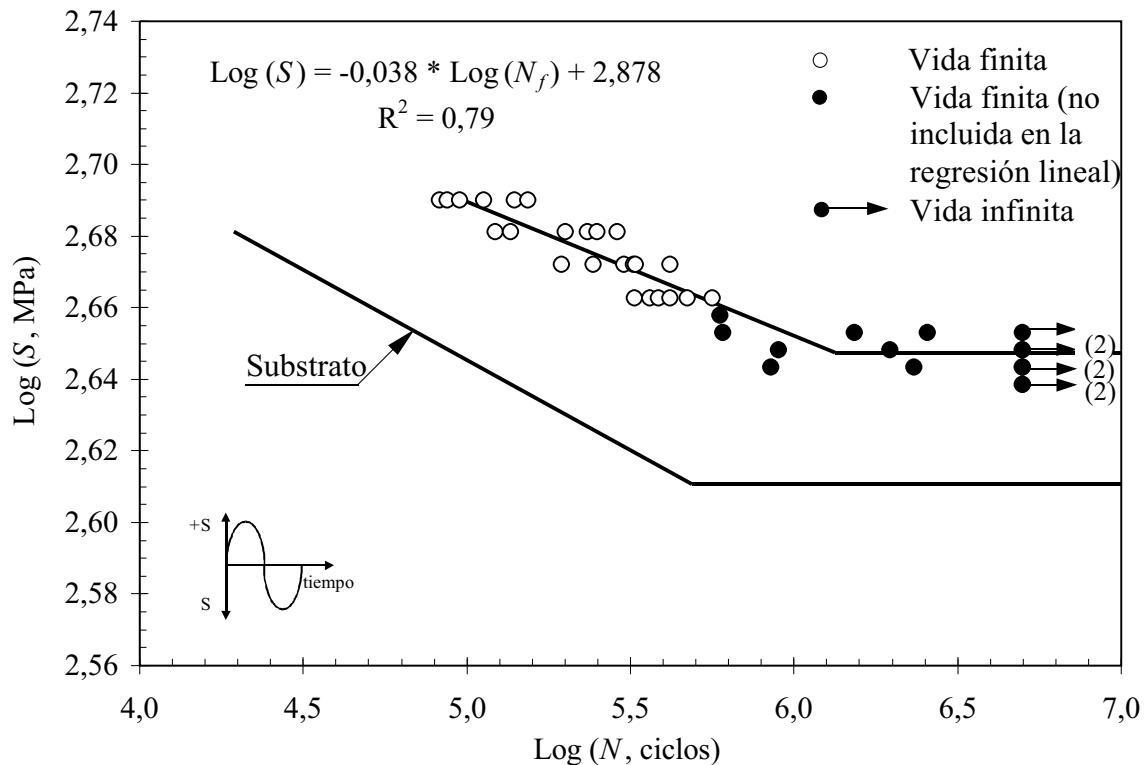


Fig. 68. Log del esfuerzo vs Log de ciclos de un acero inoxidable 316L recubierto con  $ZrN_{0,60}$ .

Tabla 46. Resultados de los ensayos para determinar la resistencia a la fatiga de un acero inoxidable 316L recubierto con  $ZrN_{0,70}$ .

| Probeta # | S, MPa | $N_f$ , Ciclos a la fractura | Probeta # | S, MPa | $N_f$ , Ciclos a la fractura |
|-----------|--------|------------------------------|-----------|--------|------------------------------|
| 1         | 490    | 83100                        | 13        | 470    | 143600                       |
| 2         |        | 88900                        | 14        |        | 174500                       |
| 3         |        | 96500                        | 15        |        | 194800                       |
| 4         |        | 102600                       | 16        |        | 140500                       |
| 5         |        | 112600                       | 17        |        | 256800                       |
| 6         |        | 137900                       | 18        |        | 276100                       |
| 7         | 480    | 100300                       | 19        | 460    | 175900                       |
| 8         |        | 111100                       | 20        |        | 273100                       |
| 9         |        | 113000                       | 21        |        | 278900                       |
| 10        |        | 130200                       | 22        |        | 290000                       |
| 11        |        | 147200                       | 23        |        | 302700                       |
| 12        |        | 192300                       | 24        |        | 318700                       |

Tabla 47. Resultados de los ensayos para determinar el límite de fatiga de un acero inoxidable 316L recubierto con  $ZrN_{0,70}$ .

| Probeta # | S, MPa | N, Ciclos | Probeta # | S, MPa | N, Ciclos |
|-----------|--------|-----------|-----------|--------|-----------|
| 1         | 450    | 5000000 → | 9         | 450    | 514400 →  |
| 2         | 455    | 579300    | 10        | 445    | 825600    |
| 3         | 450    | 786600    | 11        | 440    | 5000000 → |
| 4         | 445    | 606800    | 12        | 445    | 5000000 → |
| 5         | 440    | 5000000 → | 13        | 450    | 645400    |
| 6         | 445    | 700200    | 14        | 445    | 1006000   |
| 7         | 440    | 5000000 → | 15        | 440    | 1881100   |
| 8         | 445    | 5000000 → | 16        | 435    | 5000000 → |

Tabla 48. Método de la escalera para determinar el límite de fatiga de un acero inoxidable 316L recubierto con ZrN<sub>0,70</sub>.

| Nivel de S, <i>i</i>        | S, MPa | Resultados de los ensayos<br>O: No falla hasta 5x10 <sup>6</sup> ciclos<br>X: Falla antes de 5x10 <sup>6</sup> ciclos |   |   |   |   |   |   |   |   |    |    |    |    |    |    |    | Resumen de los resultados |             | Frecuencia de los especímenes que no fallaron | <i>i</i> <i>f<sub>i</sub></i> | <i>i</i> <sup>2</sup> <i>f<sub>i</sub></i> |
|-----------------------------|--------|---|---|---|---|---|---|---|---|---|----|----|----|----|----|----|----|---------------------------|-------------|---|-------------------------------|--|
|                             |        | 1   | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 | 11 | 12 | 13 | 14 | 15 | 16 | Fallaron                  | No fallaron | <i>f<sub>i</sub></i>                          |                               |  |
| 4                           | 455    |   | X |   |   |   |   |   |   |   |    |    |    |    |    |    | 1  | 0                         | 0           | 0   | 0                             |  |
| 3                           | 450    | O   | X |   |   |   |   |   | X |   |    | X  |    |    |    |    | 3  | 1                         | 1           | 3   | 9                             |  |
| 2                           | 445    |   |   | X | X | O |   | X | O | X |    |    |    |    |    |    | 4  | 2                         | 2           | 4   | 8                             |  |
| 1                           | 440    |   |   |   | O | O |   |   | O |   |    | X  |    |    |    |    | 1  | 3                         | 3           | 3   | 3                             |  |
| 0                           | 435    |   |   |   |   |   |   |   |   |   |    |    |    |    | O  |    | 0  | 1                         | 1           | 0   | 0                             |  |
| Totales                     |        |   |   |   |   |   |   |   |   |   |    |    |    |    |    |    |    | 9                         | 7           | 10  | 10                            | 20   |
| Límite de fatiga = 445 MPa  |        |   |   |   |   |   |   |   |   |   |    |    |    |    |    |    |    |                           |             |   |                               |  |
| Desviación estándar = 7 MPa |        |   |   |   |   |   |   |   |   |   |    |    |    |    |    |    |    |                           |             |   |                               |  |
| PD = 0,8                    |        |   |   |   |   |   |   |   |   |   |    |    |    |    |    |    |    |                           |             |   |                               |  |

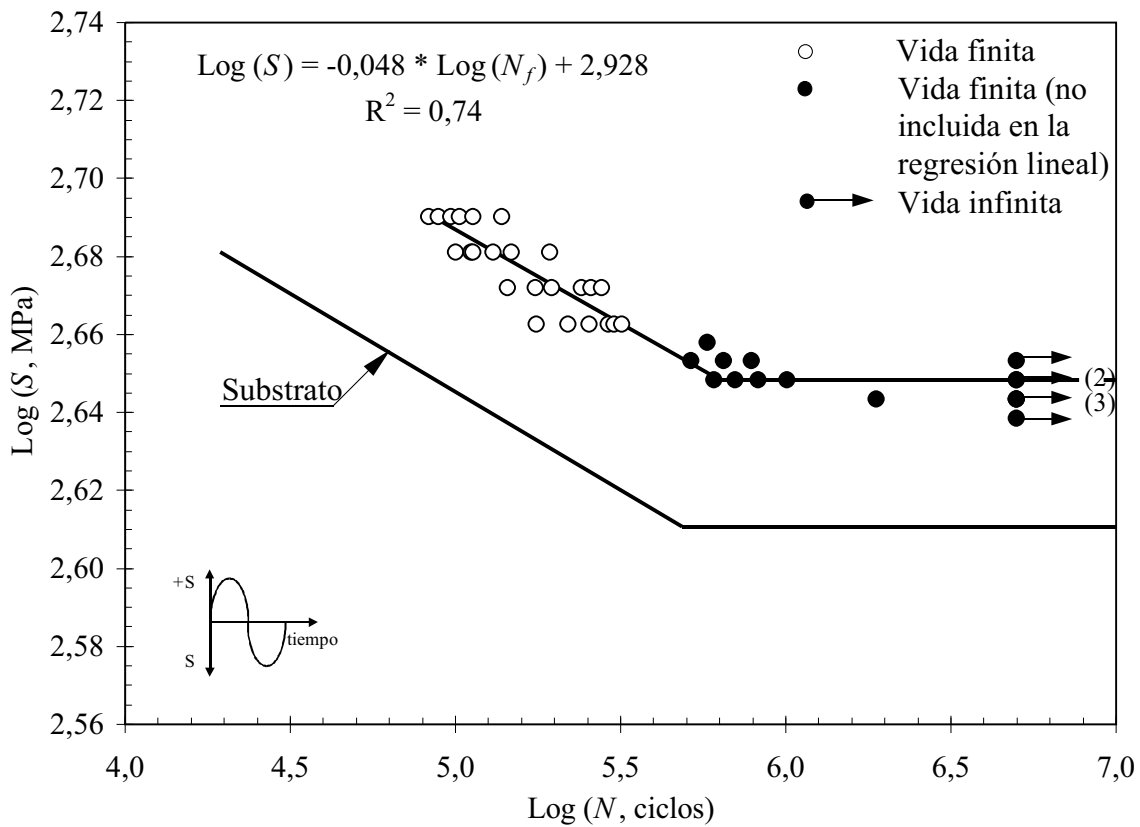


Fig. 69. Log del esfuerzo vs Log de ciclos de un acero inoxidable 316L recubierto con ZrN<sub>0,70</sub>.

Tabla 49. Resultados de los ensayos para determinar la resistencia a la fatiga-corrosión de un acero inoxidable 316L.

| Probeta # | S, MPa | $N_f$ , Ciclos a la fractura | Probeta # | S, MPa | $N_f$ , Ciclos a la fractura |
|-----------|--------|------------------------------|-----------|--------|------------------------------|
| 1         | 460    | 54000                        | 13        | 420    | 115200                       |
| 2         |        | 65000                        | 14        |        | 137700                       |
| 3         |        | 69200                        | 15        |        | 180400                       |
| 4         |        | 69400                        | 16        |        | 182300                       |
| 5         |        | 73600                        | 17        |        | 183800                       |
| 6         |        | 82700                        | 18        |        | 292300                       |
| 7         | 440    | 90000                        | 19        | 400    | 192500                       |
| 8         |        | 104600                       | 20        |        | 196200                       |
| 9         |        | 106300                       | 21        |        | 221600                       |
| 10        |        | 109800                       | 22        |        | 261400                       |
| 11        |        | 110200                       | 23        |        | 387500                       |
| 12        |        | 128800                       | 24        |        | 438900                       |

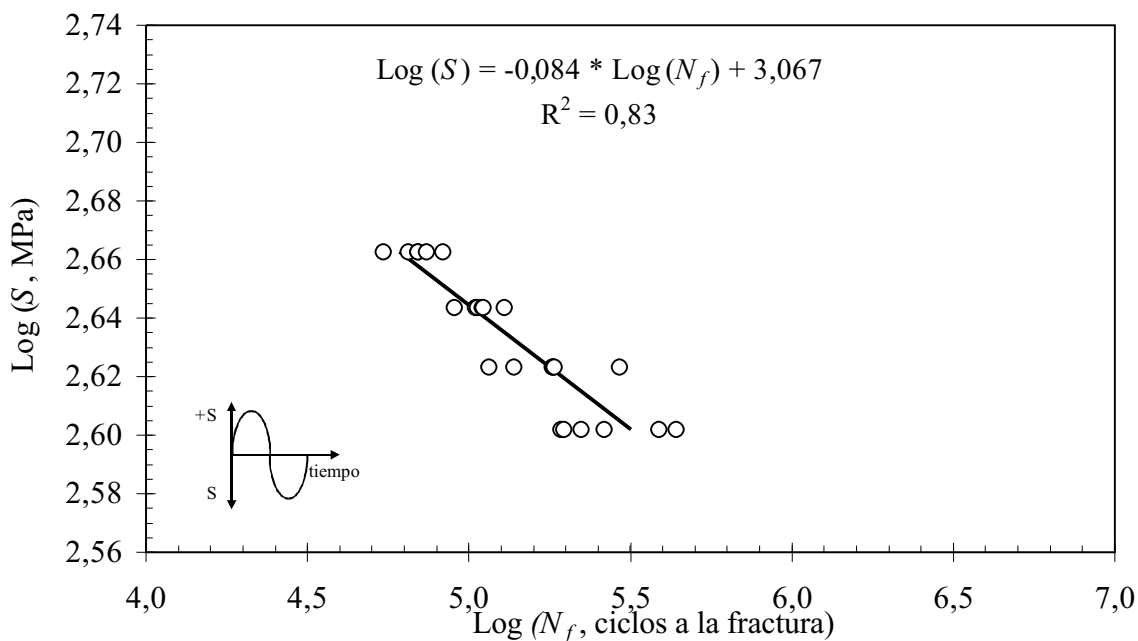


Fig. 70. Log del esfuerzo vs Log de ciclos a la fractura en un medio corrosivo de 3 % en peso de NaCl, de un acero inoxidable 316L (substrato).

Tabla 50. Resultados de los ensayos para determinar la resistencia a la fatiga-corrosión de un acero inoxidable 316L recubierto con  $TiN_{0,55}$ .

| Probeta # | $S$ , MPa | $N_f$ , Ciclos a la fractura | Probeta # | $S$ , MPa | $N_f$ , Ciclos a la fractura |
|-----------|-----------|------------------------------|-----------|-----------|------------------------------|
| 1         | 490       | 74600                        | 13        | 470       | 118000                       |
| 2         |           | 112800                       | 14        |           | 118700                       |
| 3         |           | 121500                       | 15        |           | 141600                       |
| 4         |           | 126100                       | 16        |           | 170100                       |
| 5         |           | 129400                       | 17        |           | 182900                       |
| 6         |           | 145200                       | 18        |           | 192600                       |
| 7         | 480       | 111900                       | 19        | 460       | 149900                       |
| 8         |           | 129600                       | 20        |           | 247000                       |
| 9         |           | 144700                       | 21        |           | 249900                       |
| 10        |           | 153900                       | 22        |           | 251900                       |
| 11        |           | 154800                       | 23        |           | 279800                       |
| 12        |           | 181200                       | 24        |           | 309600                       |

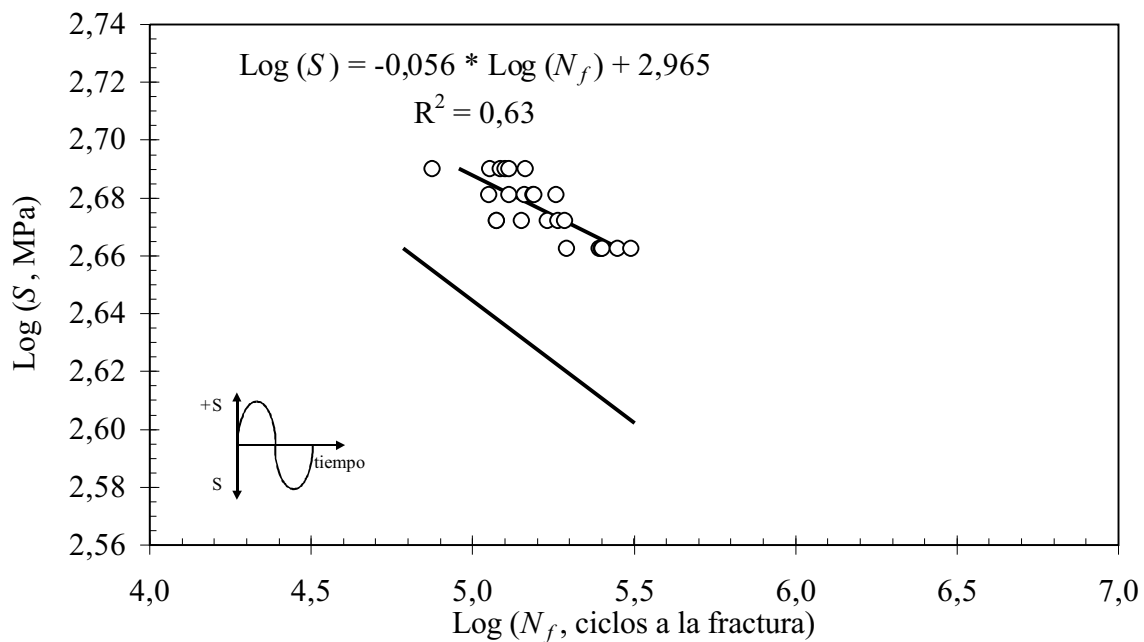


Fig. 71. Log del esfuerzo vs Log de ciclos a la fractura en un medio corrosivo de 3 % en peso de NaCl, de un acero inoxidable 316L recubierto con  $TiN_{0,55}$ .

Tabla 51. Resultados de los ensayos para determinar la resistencia a la fatiga-corrosión de un acero inoxidable 316L recubierto con  $\text{TiN}_{0,65}$ .

| Probeta # | $S_f$ MPa | $N_f$ Ciclos a la fractura | Probeta # | $S_f$ MPa | $N_f$ Ciclos a la fractura |
|-----------|-----------|----------------------------|-----------|-----------|----------------------------|
| 1         | 490       | 134500                     | 13        | 470       | 214700                     |
| 2         |           | 139500                     | 14        |           | 263700                     |
| 3         |           | 181600                     | 15        |           | 275800                     |
| 4         |           | 183900                     | 16        |           | 289300                     |
| 5         |           | 184200                     | 17        |           | 352100                     |
| 6         |           | 203000                     | 18        |           | 415500                     |
| 7         | 480       | 156300                     | 19        | 460       | 271500                     |
| 8         |           | 188100                     | 20        |           | 277200                     |
| 9         |           | 204500                     | 21        |           | 301900                     |
| 10        |           | 221200                     | 22        |           | 325400                     |
| 11        |           | 238200                     | 23        |           | 422100                     |
| 12        |           | 283800                     | 24        |           | 460800                     |

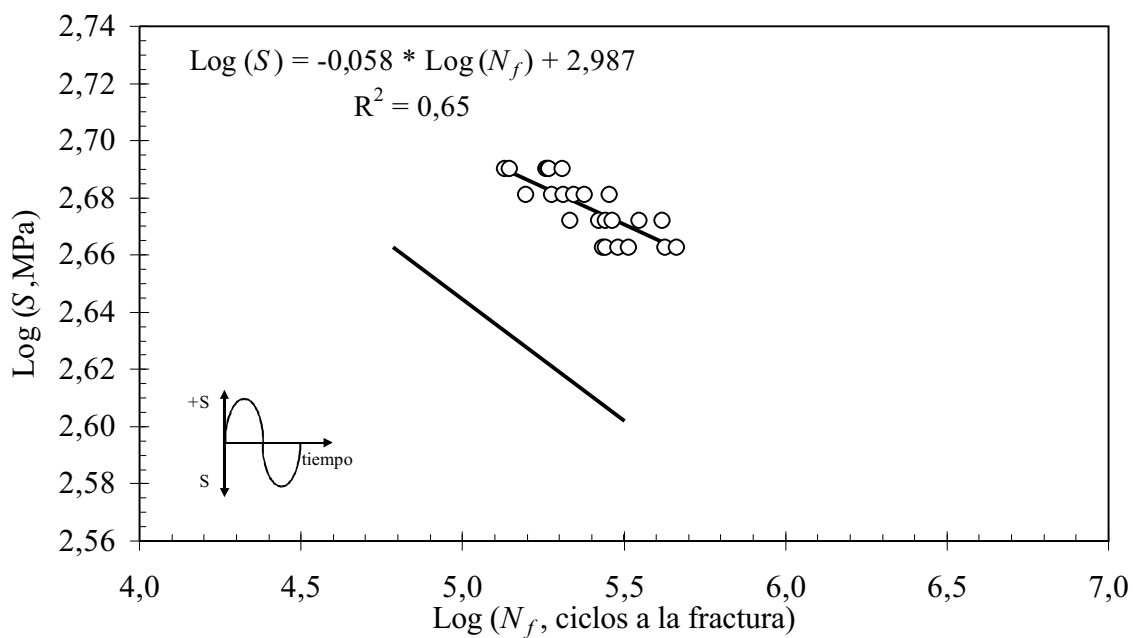


Fig. 72. Log del esfuerzo vs Log de ciclos a la fractura en un medio corrosivo de 3 % en peso de NaCl, de un acero inoxidable 316L recubierto con  $\text{TiN}_{0,65}$ .

Tabla 52. Resultados de los ensayos para determinar la resistencia a la fatiga-corrosión de un acero inoxidable 316L recubierto con  $TiN_{0,75}$ .

| Probeta # | $S$ , MPa | $N_f$ , Ciclos a la fractura | Probeta # | $S$ , MPa | $N_f$ , Ciclos a la fractura |
|-----------|-----------|------------------------------|-----------|-----------|------------------------------|
| 1         | 490       | 104900                       | 13        | 470       | 211900                       |
| 2         |           | 116200                       | 14        |           | 222500                       |
| 3         |           | 128200                       | 15        |           | 244800                       |
| 4         |           | 134000                       | 16        |           | 262500                       |
| 5         |           | 141000                       | 17        |           | 275900                       |
| 6         |           | 175800                       | 18        |           | 340700                       |
| 7         | 480       | 197100                       | 19        | 460       | 343300                       |
| 8         |           | 245600                       | 20        |           | 359800                       |
| 9         |           | 247800                       | 21        |           | 402700                       |
| 10        |           | 250700                       | 22        |           | 423600                       |
| 11        |           | 267800                       | 23        |           | 433900                       |
| 12        |           | 295300                       | 24        |           | 528300                       |

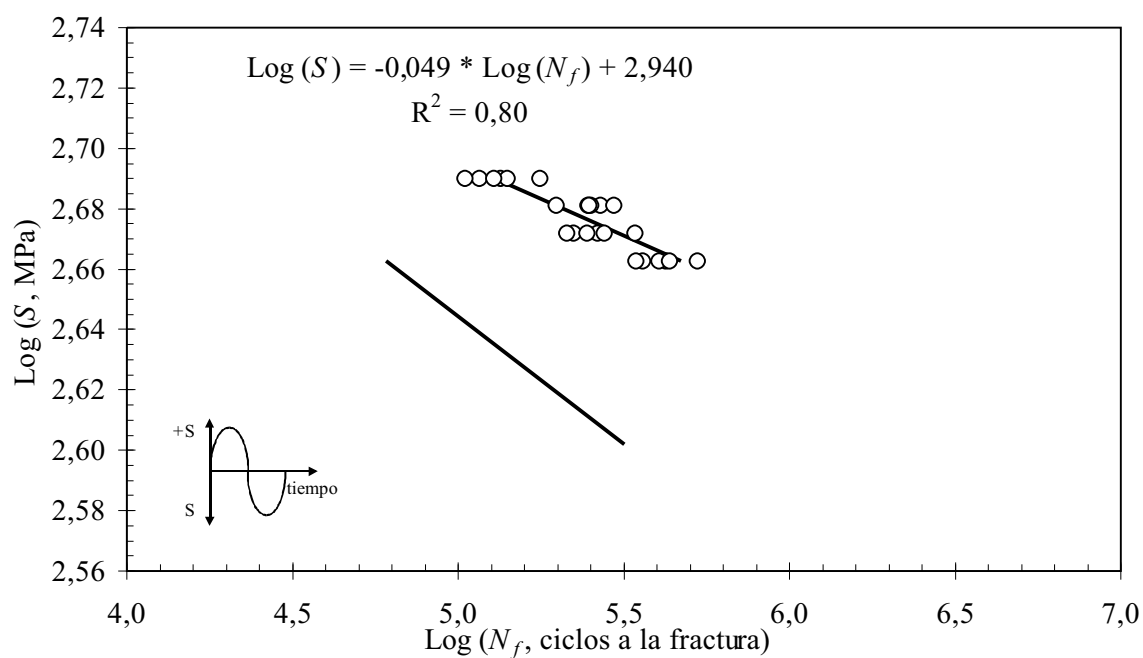


Fig. 73. Log del esfuerzo vs Log de ciclos a la fractura en un medio corrosivo de 3 % en peso de NaCl, de un acero inoxidable 316L recubierto con  $TiN_{0,75}$ .

Tabla 53. Resultados de los ensayos para determinar la resistencia a la fatiga-corrosión de un acero inoxidable 316L recubierto con  $ZrN_{0,50}$ .

| Probeta # | $S$ , MPa | $N_f$ , Ciclos a la fractura | Probeta # | $S$ , MPa | $N_f$ , Ciclos a la fractura |
|-----------|-----------|------------------------------|-----------|-----------|------------------------------|
| 1         | 480       | 65200                        | 13        | 460       | 100300                       |
| 2         |           | 66500                        | 14        |           | 117700                       |
| 3         |           | 71300                        | 15        |           | 117900                       |
| 4         |           | 84500                        | 16        |           | 120000                       |
| 5         |           | 88200                        | 17        |           | 136700                       |
| 6         |           | 90100                        | 18        |           | 157900                       |
| 7         | 470       | 71400                        | 19        | 450       | 134000                       |
| 8         |           | 74400                        | 20        |           | 165200                       |
| 9         |           | 78300                        | 21        |           | 173000                       |
| 10        |           | 92700                        | 22        |           | 173500                       |
| 11        |           | 95700                        | 23        |           | 213600                       |
| 12        |           | 105300                       | 24        |           | 226900                       |

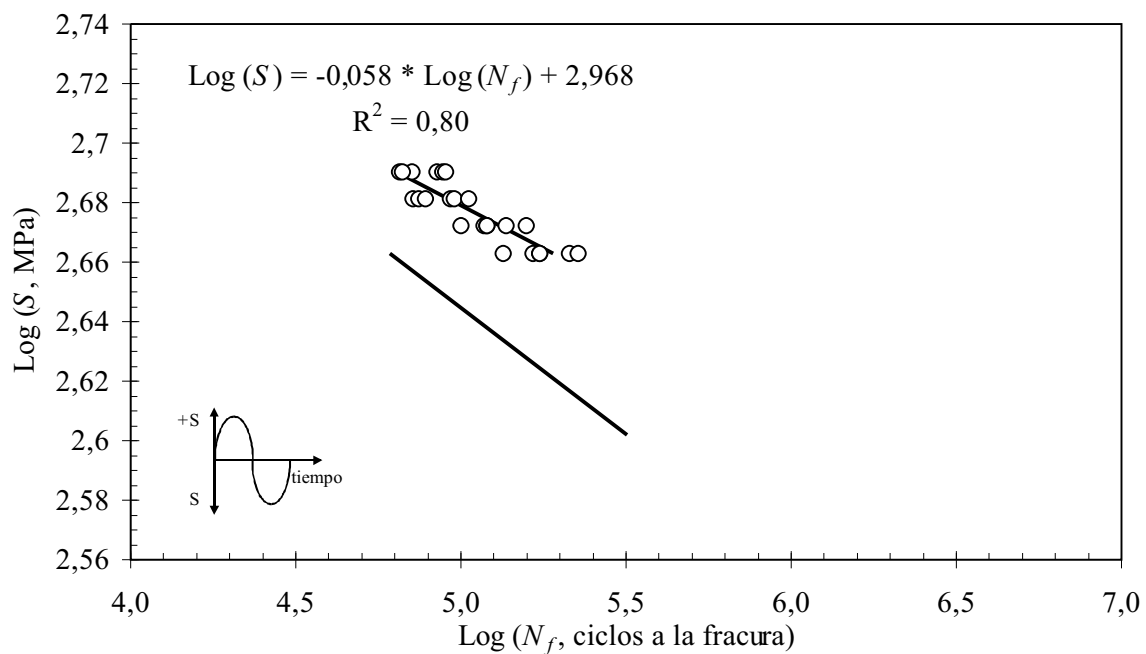


Fig. 74. Log del esfuerzo vs Log de ciclos a la fractura en un medio corrosivo de 3 % en peso de NaCl, de un acero inoxidable 316L recubierto con  $ZrN_{0,50}$ .

Tabla 54. Resultados de los ensayos para determinar la resistencia a la fatiga-corrosión de un acero inoxidable 316L recubierto con  $ZrN_{0,60}$ .

| Probeta # | $S$ , MPa | $N_f$ , Ciclos a la fractura | Probeta # | $S$ , MPa | $N_f$ , Ciclos a la fractura |
|-----------|-----------|------------------------------|-----------|-----------|------------------------------|
| 1         | 490       | 80500                        | 13        | 470       | 195500                       |
| 2         |           | 91000                        | 14        |           | 243300                       |
| 3         |           | 92800                        | 15        |           | 255600                       |
| 4         |           | 117200                       | 16        |           | 287900                       |
| 5         |           | 122400                       | 17        |           | 299300                       |
| 6         |           | 128700                       | 18        |           | 298300                       |
| 7         | 480       | 105400                       | 19        | 460       | 247600                       |
| 8         |           | 120600                       | 20        |           | 263800                       |
| 9         |           | 126300                       | 21        |           | 271400                       |
| 10        |           | 140000                       | 22        |           | 322900                       |
| 11        |           | 149900                       | 23        |           | 329200                       |
| 12        |           | 170500                       | 24        |           | 355800                       |

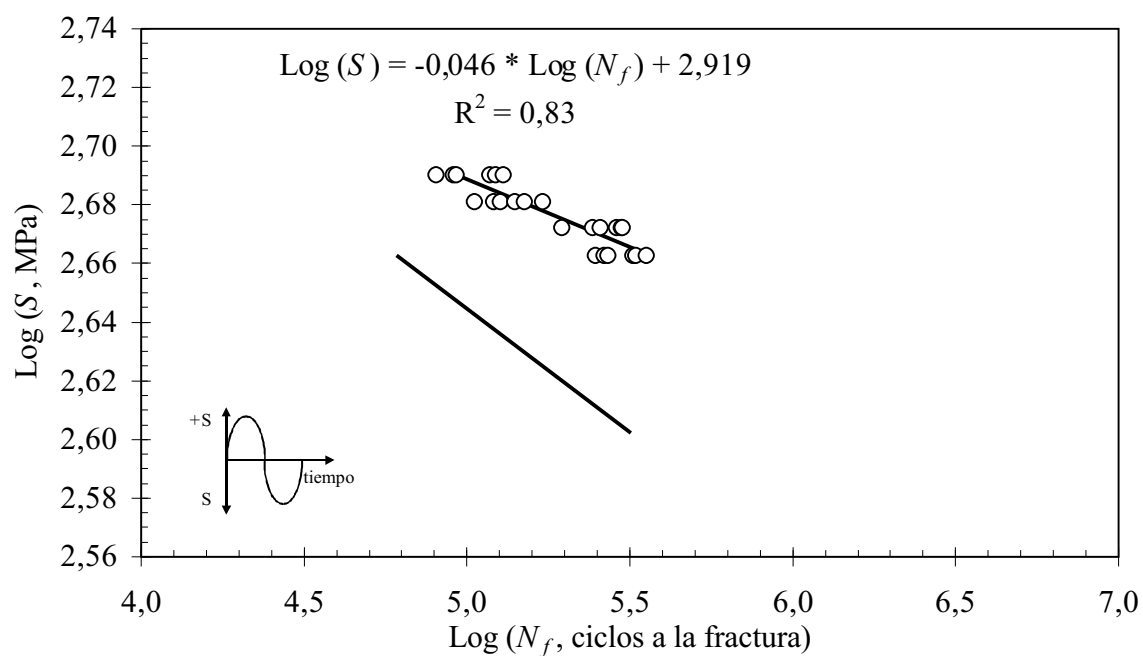


Fig. 75. Log del esfuerzo vs Log de ciclos a la fractura en un medio corrosivo de 3 % en peso de NaCl, de un acero inoxidable 316L recubierto con  $ZrN_{0,60}$ .

Tabla 55. Resultados de los ensayos para determinar la resistencia a la fatiga-corrosión de un acero inoxidable 316L recubierto con  $ZrN_{0,70}$ .

| Probeta # | $S$ , MPa | $N_f$ , Ciclos a la fractura | Probeta # | $S$ , MPa | $N_f$ , Ciclos a la fractura |
|-----------|-----------|------------------------------|-----------|-----------|------------------------------|
| 1         | 490       | 83100                        | 13        | 470       | 143600                       |
| 2         |           | 88900                        | 14        |           | 174500                       |
| 3         |           | 96500                        | 15        |           | 194800                       |
| 4         |           | 102600                       | 16        |           | 240500                       |
| 5         |           | 112600                       | 17        |           | 256800                       |
| 6         |           | 137900                       | 18        |           | 276100                       |
| 7         | 480       | 100300                       | 19        | 460       | 175900                       |
| 8         |           | 111100                       | 20        |           | 218900                       |
| 9         |           | 113000                       | 21        |           | 253100                       |
| 10        |           | 130200                       | 22        |           | 290000                       |
| 11        |           | 147200                       | 23        |           | 302700                       |
| 12        |           | 192300                       | 24        |           | 318700                       |

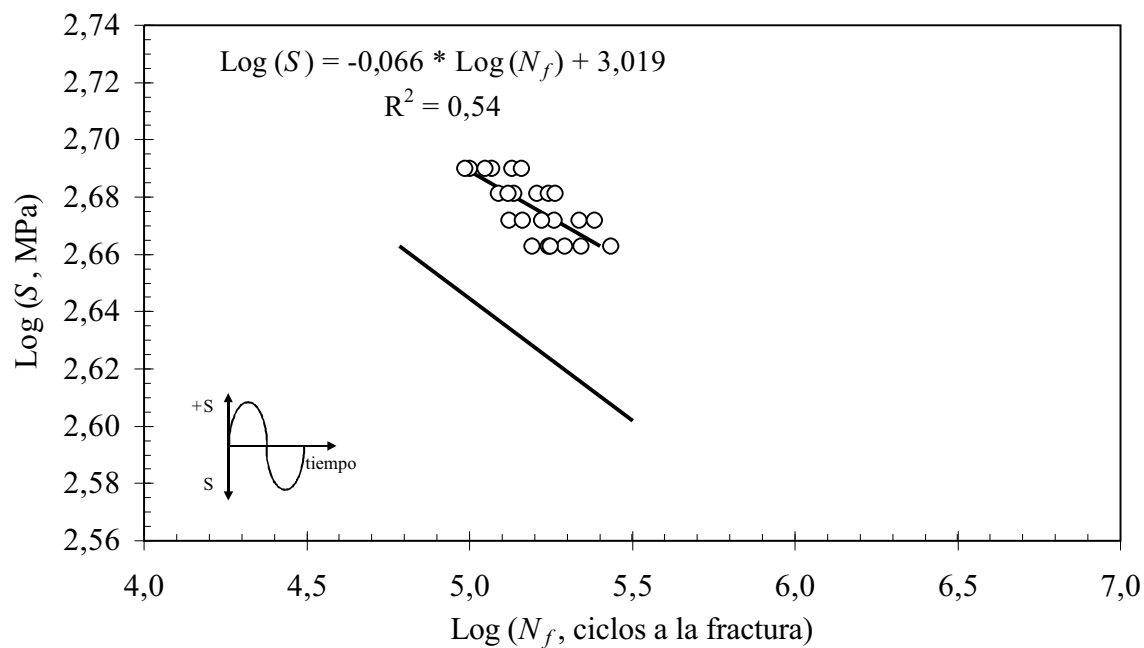


Fig. 76. Log del esfuerzo vs Log de ciclos a la fractura en una solución corrosiva al 3 % en peso de NaCl, de un acero inoxidable 316L recubierto con  $ZrN_{0,70}$ .

Tabla 56. Ecuaciones de **Basquin** correspondientes a cada condición del material.

| Condición del material          |           | Ecuación de <b>Basquin</b><br>$\text{Log}(S) = m \text{Log}(N_f) + b$ | $R^2$ | A,<br>MPa | b,<br>ua |
|---------------------------------|-----------|---|-------|-----------|----------|
| Substrato                       | Aire      | $\text{Log}(S) = -0,050 * \text{Log}(N_f) + 2,897$                    | 0,97  | 789       | -0,050   |
|                                 | Corrosión | $\text{Log}(S) = -0,084 \text{Log}(N_f) + 3,067$                      | 0,83  | 1166      | -0,084   |
| Substrato + TiN <sub>0,55</sub> | Aire      | $\text{Log}(S) = -0,032 * \text{Log}(N_f) + 2,849$                    | 0,70  | 706       | -0,032   |
|                                 | Corrosión | $\text{Log}(S) = -0,056 \text{Log}(N_f) + 2,965$                      | 0,63  | 923       | -0,056   |
| Substrato + TiN <sub>0,65</sub> | Aire      | $\text{Log}(S) = -0,032 * \text{Log}(N_f) + 2,852$                    | 0,78  | 711       | -0,032   |
|                                 | Corrosión | $\text{Log}(S) = -0,058 \text{Log}(N_f) + 2,987$                      | 0,65  | 971       | -0,058   |
| Substrato + TiN <sub>0,75</sub> | Aire      | $\text{Log}(S) = -0,038 * \text{Log}(N_f) + 2,888$                    | 0,69  | 773       | -0,038   |
|                                 | Corrosión | $\text{Log}(S) = -0,049 \text{Log}(N_f) + 2,940$                      | 0,80  | 871       | -0,049   |
| Substrato + ZrN <sub>0,50</sub> | Aire      | $\text{Log}(S) = -0,047 * \text{Log}(N_f) + 2,918$                    | 0,81  | 828       | -0,047   |
|                                 | Corrosión | $\text{Log}(S) = -0,058 \text{Log}(N_f) + 2,968$                      | 0,80  | 929       | -0,058   |
| Substrato + ZrN <sub>0,60</sub> | Aire      | $\text{Log}(S) = -0,038 * \text{Log}(N_f) + 2,878$                    | 0,79  | 755       | -0,038   |
|                                 | Corrosión | $\text{Log}(S) = -0,046 \text{Log}(N_f) + 2,919$                      | 0,83  | 830       | -0,046   |
| Substrato + ZrN <sub>0,70</sub> | Aire      | $\text{Log}(S) = -0,048 * \text{Log}(N_f) + 2,928$                    | 0,74  | 847       | -0,048   |
|                                 | Corrosión | $\text{Log}(S) = -0,066 \text{Log}(N_f) + 3,019$                      | 0,54  | 1045      | -0,066   |

Tabla 57. Límites de fatiga y desviaciones estándar para cada condición del material.

| Condición del material          | Límite de fatiga,<br>MPa | DE,<br>MPa |
|---------------------------------|--------------------------|------------|
| Substrato                       | 408                      | 4          |
| Substrato + TiN <sub>0,55</sub> | 445                      | 13         |
| Substrato + TiN <sub>0,65</sub> | 446                      | 4          |
| Substrato + TiN <sub>0,75</sub> | 452                      | 12         |
| Substrato + ZrN <sub>0,50</sub> | 435                      | 7          |
| Substrato + ZrN <sub>0,60</sub> | 444                      | 9          |
| Substrato + ZrN <sub>0,70</sub> | 445                      | 7          |

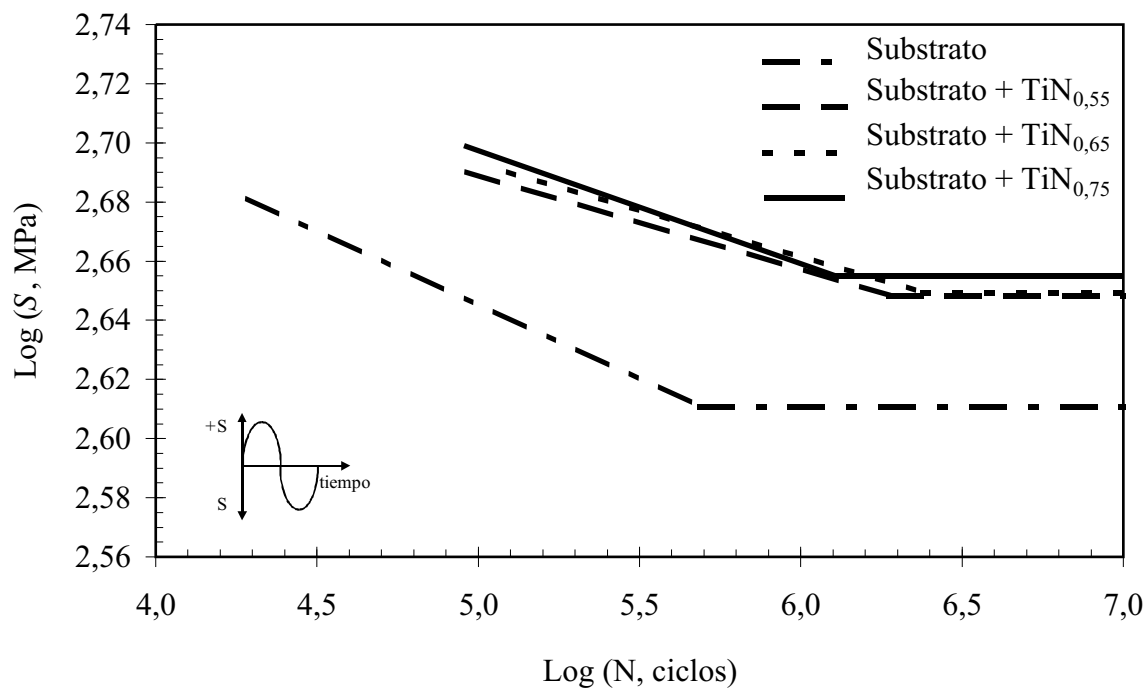


Fig. 77. Log del esfuerzo vs Log de ciclos de un acero inoxidable austenítico 316L sin y con recubrimiento de  $TiN_x$ .

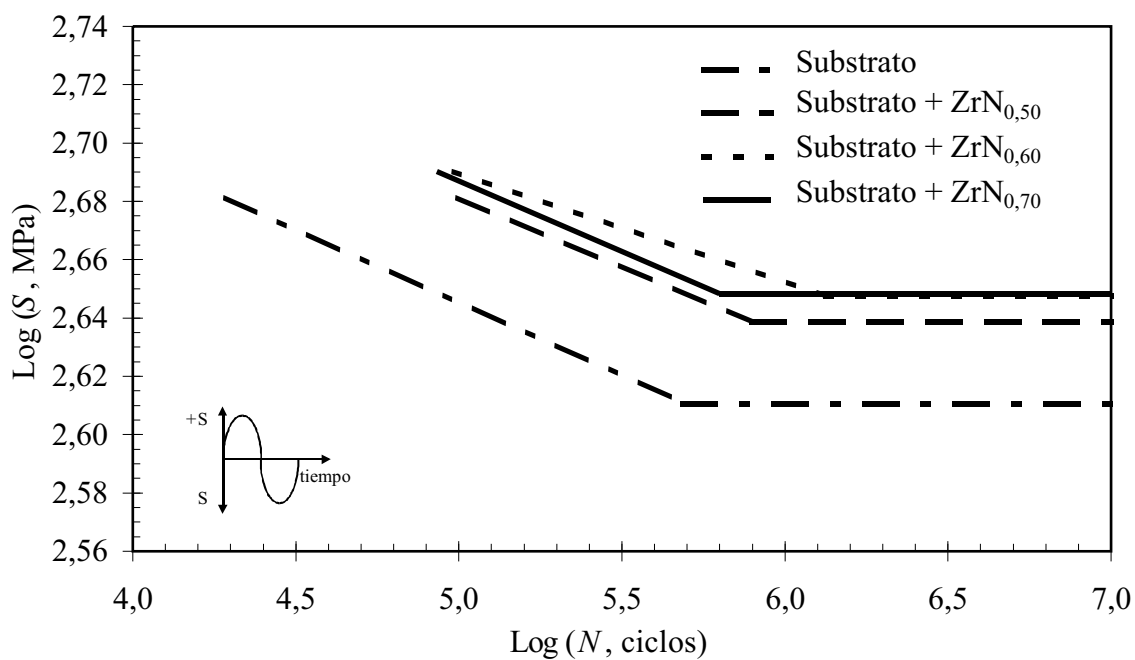


Fig. 78. Log del esfuerzo vs Log de ciclos de un acero inoxidable austenítico 316L sin y con recubrimiento de  $ZrN_y$ .

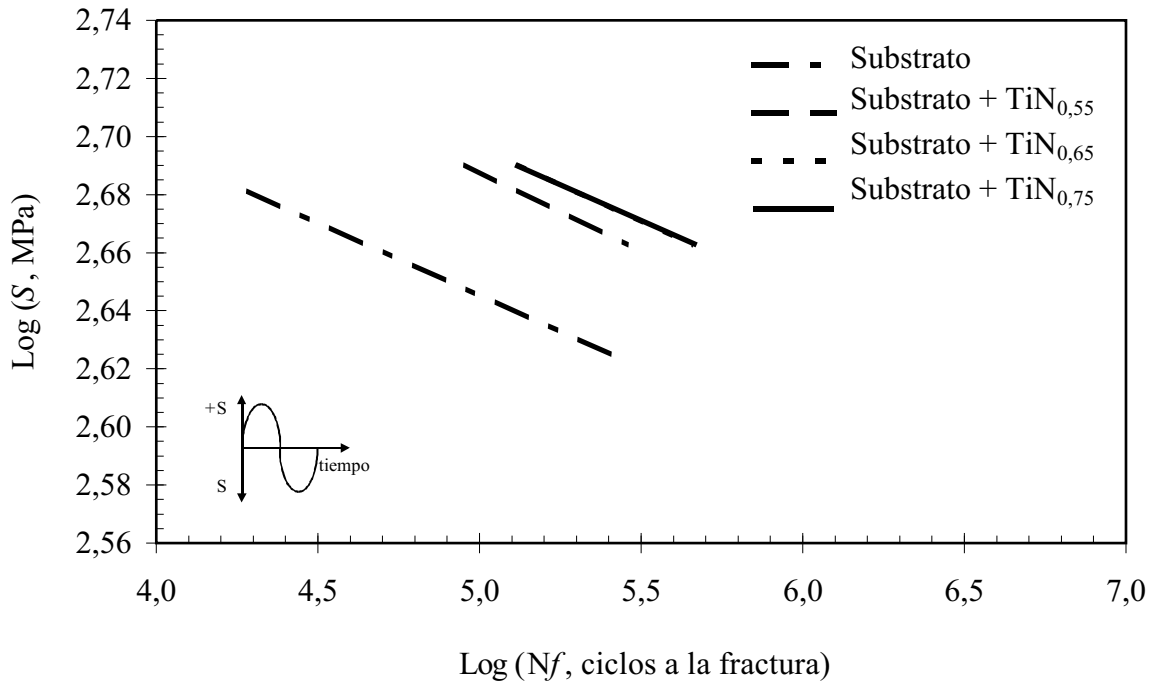


Fig. 79. Log del esfuerzo vs Log de ciclos a la fractura en una solución corrosiva al 3 % en peso de NaCl, de un acero inoxidable 316L sin y con recubrimientos de  $\text{TiN}_x$ .

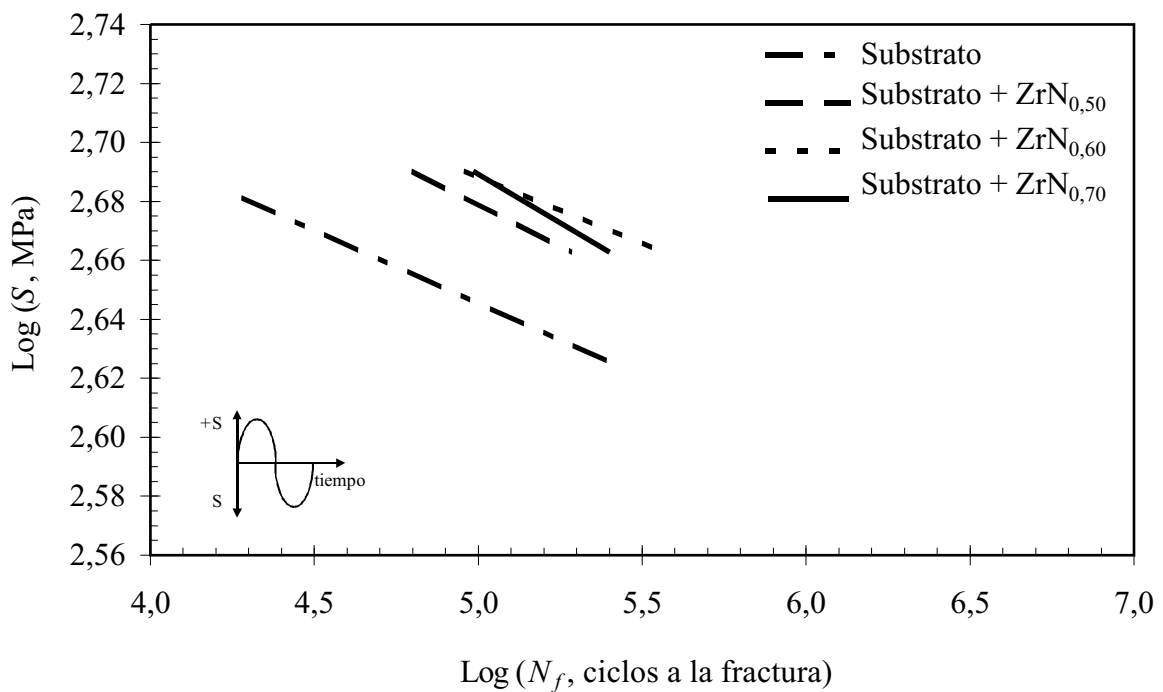


Fig. 80. Log del esfuerzo vs Log de ciclos a la fractura en una solución corrosiva al 3 % en peso de NaCl, de un acero inoxidable 316L sin y con recubrimientos de  $\text{ZrN}_y$ .

Es práctica habitual que antes de comparar los resultados obtenidos, primero se tiene que realizar un análisis estadístico de la reproducibilidad de las ecuaciones de **Basquin**, tal como lo recomienda la norma de la **ASTM Designación E-739**. Dicha reproducibilidad se calcula mediante la Ec. (29), la cual está dada por la siguiente expresión:

$$\text{Reproducibilidad, \%} = 1 - \frac{\# \text{ de niveles de S}}{\# \text{ de probetas ensayadas}} * 100\% . \quad (29)$$

En tal sentido, dado que todas las ecuaciones de resistencia a la fatiga fueron obtenidas a partir de 24 probetas y distribuidas en 4 niveles de esfuerzo, se determinó que estas ecuaciones son confiables ya que la reproducibilidad es de aproximadamente 83 %.

Por otro lado, en la determinación de los límites de fatiga se obtuvo para todas las condiciones de material ensayado, un parámetro de desviación mayor que 0,3, tal como lo recomienda Dieter [1986]. Cabe destacar que esto obedece a que se utilizó un escalón sumamente pequeño y una cantidad significativa de probetas.

En las Figs. 63 - 76 se presentó el comportamiento a la fatiga al aire y fatiga-corrosión de los conjuntos substratos + recubrimientos de  $\text{TiN}_x$  y  $\text{ZrN}_y$ . A partir de las ecuaciones de resistencia a la fatiga se puede calcular los incrementos en la vida a la fatiga a un esfuerzo dado, los cuales se pueden obtener mediante la relación siguiente:

$$\text{Incrementos, \%} = \frac{N_f^{\text{Substrato recubrimiento}} - N_f^{\text{recubrimiento}}}{N_f^{\text{recubrimiento}}} * 100\% \quad (30)$$

En la Tabla 58 se presentan los incrementos en la vida a la fatiga al aire y fatiga-corrosión, a valores de esfuerzos de 460 y 490 MPa para cada condición de substrato + recubrimiento. En la Tabla 59 se presentan el incremento tanto absoluto (MPa) como también porcentual en el límite de fatiga para los mismos materiales.

Tabla 58. Incremento porcentual en la vida a la fatiga para cada condición del material recubierto.

| Condición de material           | Ensayos          | S,<br>MPa | Incremento,<br>% |
|---------------------------------|------------------|-----------|------------------|
| Substrato + TiN <sub>0,55</sub> | Fatiga al aire   | 460       | 1265             |
|                                 |                  | 490       | 571              |
|                                 | Fatiga-corrosión | 460       | 284              |
|                                 |                  | 490       | 164              |
| Substrato + TiN <sub>0,65</sub> | Fatiga al aire   | 460       | 1594             |
|                                 |                  | 490       | 732              |
|                                 | Fatiga-corrosión | 460       | 500              |
|                                 |                  | 490       | 115              |
| Substrato + TiN <sub>0,75</sub> | Fatiga al aire   | 460       | 1648             |
|                                 |                  | 490       | 1074             |
|                                 | Fatiga-corrosión | 460       | 601              |
|                                 |                  | 490       | 310              |
| Substrato + ZrN <sub>0,50</sub> | Fatiga al aire   | 460       | 457              |
|                                 |                  | 490       | 414              |
|                                 | Fatiga-corrosión | 460       | 182              |
|                                 |                  | 490       | 101              |
| Substrato + ZrN <sub>0,60</sub> | Fatiga al aire   | 460       | 854              |
|                                 |                  | 490       | 540              |
|                                 | Fatiga-corrosión | 460       | 473              |
|                                 |                  | 490       | 208              |
| Substrato + ZrN <sub>0,70</sub> | Fatiga al aire   | 460       | 593              |
|                                 |                  | 490       | 558              |
|                                 | Fatiga-corrosión | 460       | 285              |
|                                 |                  | 490       | 213              |

Tabla 59. Incremento absoluto y porcentual en el límite de fatiga para cada condición del material recubierto.

| Condición del material          | Incrementos en el límite de fatiga |      |
|---------------------------------|------------------------------------|------|
|                                 | MPa                                | %    |
| Substrato + TiN <sub>0,55</sub> | 37                                 | 9,1  |
| Substrato + TiN <sub>0,65</sub> | 38                                 | 9,3  |
| Substrato + TiN <sub>0,75</sub> | 44                                 | 10,8 |
| Substrato + ZrN <sub>0,50</sub> | 27                                 | 6,6  |
| Substrato + ZrN <sub>0,60</sub> | 36                                 | 8,8  |
| Substrato + ZrN <sub>0,70</sub> | 37                                 | 9,1  |

En las Figs. 63 - 76 correspondientes a las condiciones del sustrato sin y con recubrimientos de  $TiN_x$  ó  $ZrN_y$  ensayado al aire y fatiga-corrosión, se puede observar que las curvas de los conjuntos sustrato + recubrimiento de  $TiN_{0,65}$  y  $TiN_{0,70}$  y las de sustrato + recubrimiento de  $ZrN_{0,60}$  y  $ZrN_{0,70}$  se cruzan entre ellas, y que a medida que aumenta el contenido de N en los recubrimientos existe mayor incremento en el comportamiento a la fatiga. Sin embargo, cabe destacar que las observaciones anteriores no han sido interpretadas en función de la variación del espesor de los recubrimientos.

Adicionalmente, con el fin de comparar los resultados de los ensayos de fatiga al aire y fatiga-corrosión en la región de vida temporal para cada condición de material ensayado se recalcularon las ecuaciones de **Basquin**. Así, se determinó el promedio de los interceptos de las ecuaciones a un (1) ciclo de vida y, subsecuentemente, se recalcularon las pendientes de las mismas, tal como se presenta en las Figs. 81 - 87. Por otro lado, en la Tabla 60 se presentan para cada condición de material ensayado: las ecuaciones de **Basquin** con sus correspondientes coeficientes de correlación  $R^2$ , el coeficientes resistencia a la fatiga (A) y el exponente de resistencia a la fatiga (b) recalculados a partir de los interceptos comunes.

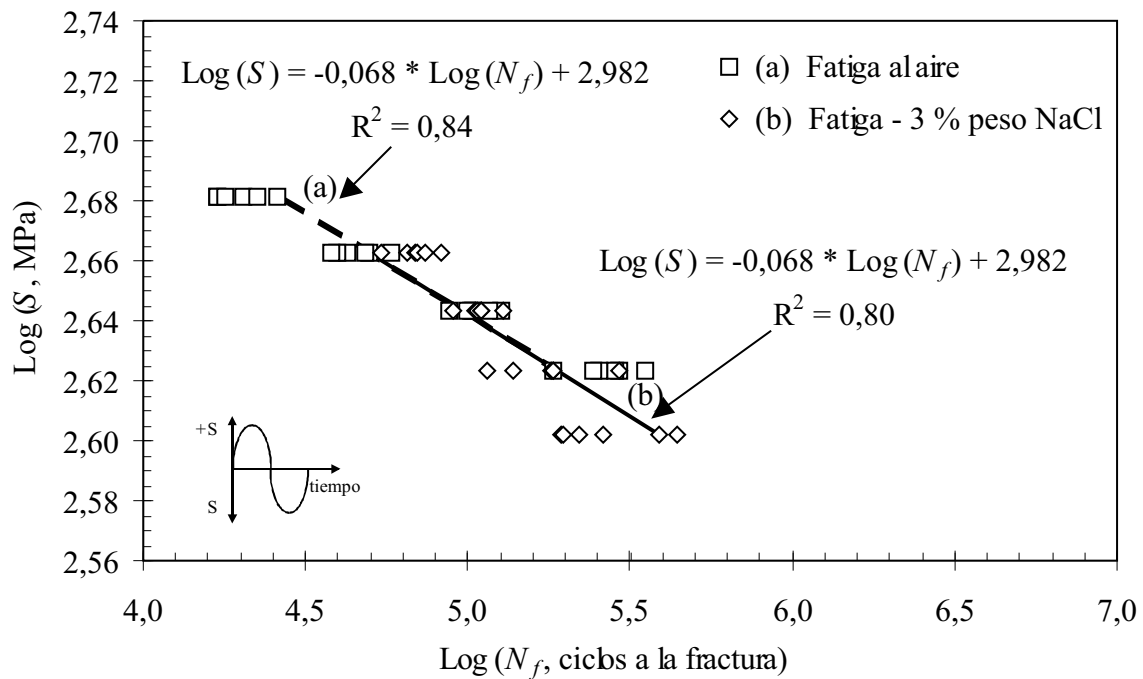


Fig. 81. Resistencia a la fatiga de un acero 316L ensayado a fatiga al aire y en una solución corrosiva al 3 % en peso de NaCl.

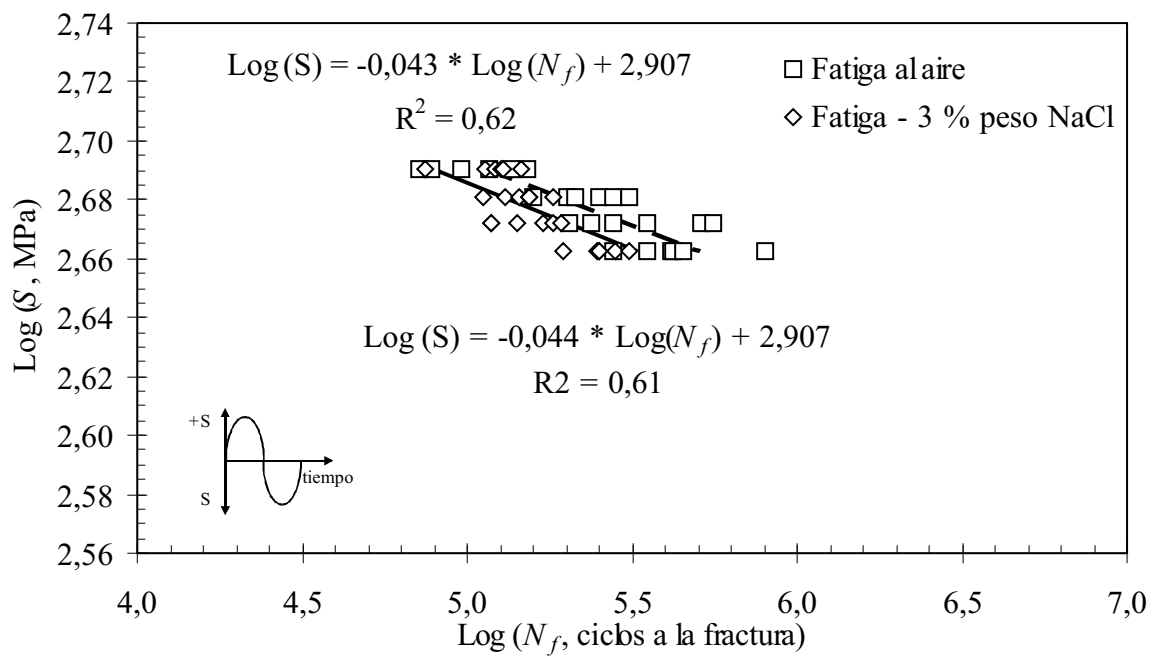


Fig. 82. Resistencia a la fatiga de un acero 316L recubierto con  $TiN_{0,55}$  ensayado a fatiga al aire y en una solución corrosiva al 3 % en peso de NaCl.

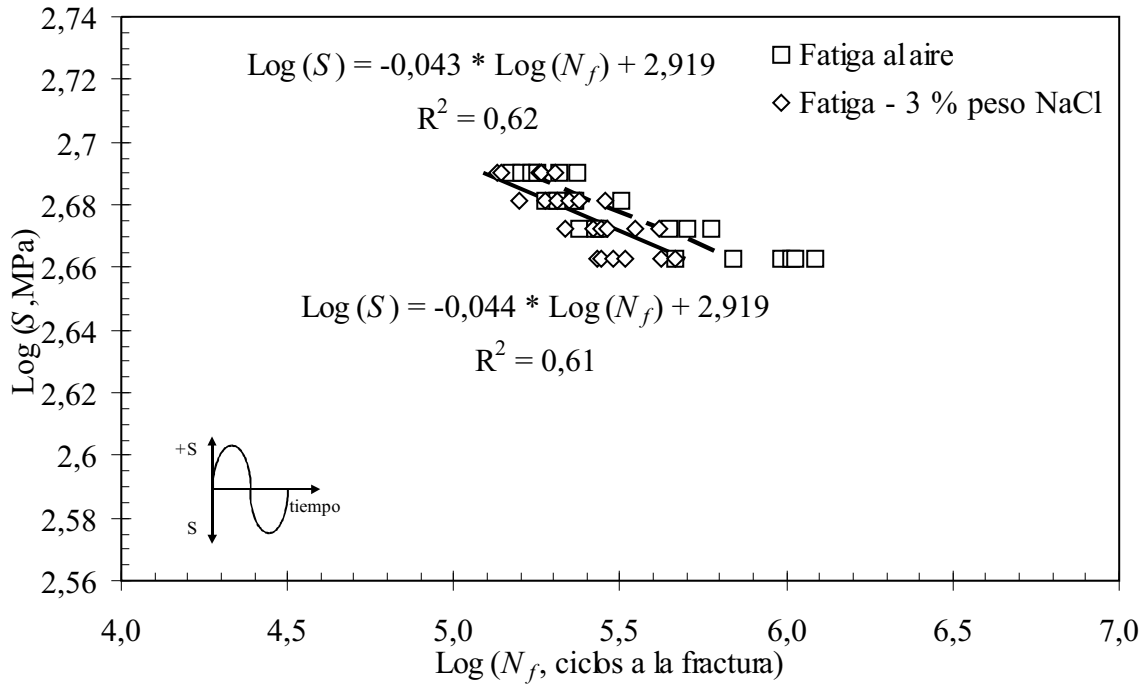


Fig. 83. Resistencia a la fatiga de un acero 316L recubierto con  $\text{TiN}_{0,65}$  ensayado a fatiga al aire y en una solución corrosiva al 3 % en peso de NaCl.

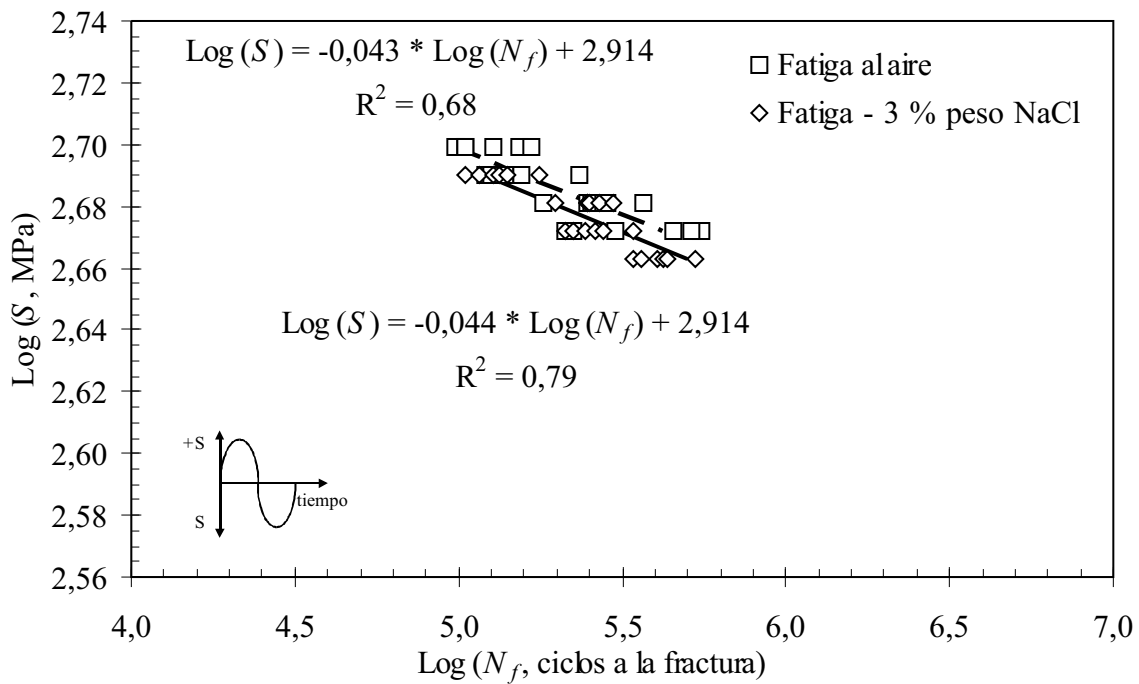


Fig. 84. Resistencia a la fatiga de un acero 316L recubierto con  $\text{TiN}_{0,75}$  ensayado a fatiga al aire y en una solución corrosiva al 3 % en peso de NaCl.

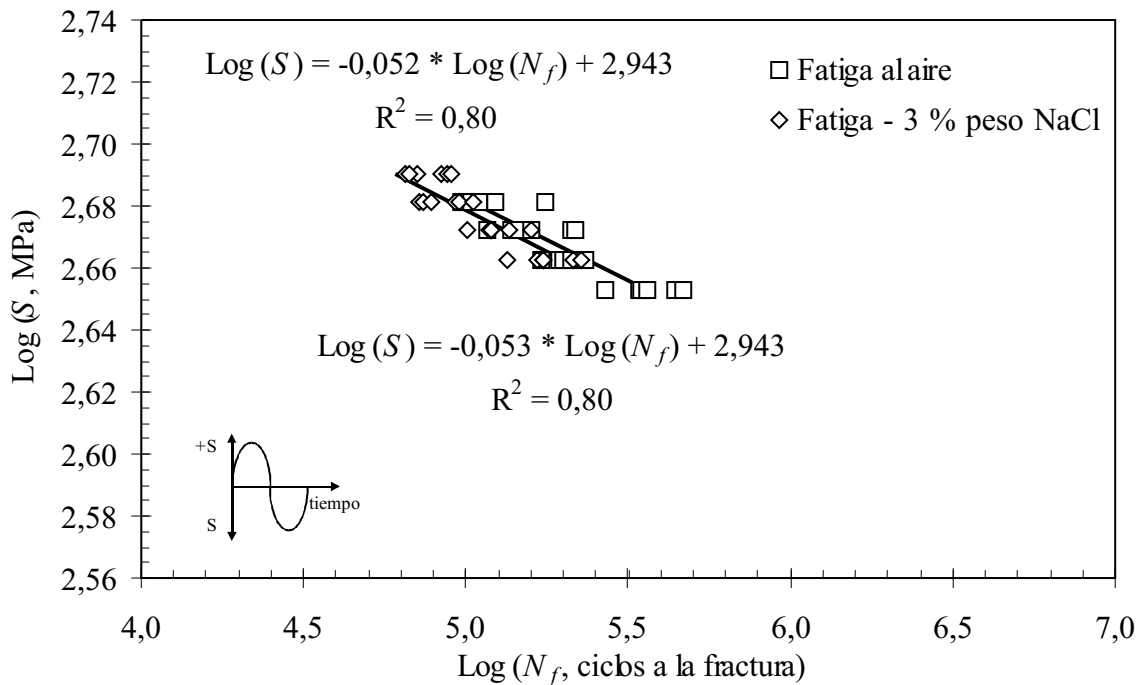


Fig. 85. Resistencia a la fatiga de un acero 316L recubierto con  $\text{ZrN}_{0,50}$  ensayado a fatiga al aire y en un medio corrosivo de 3 % en peso de NaCl.

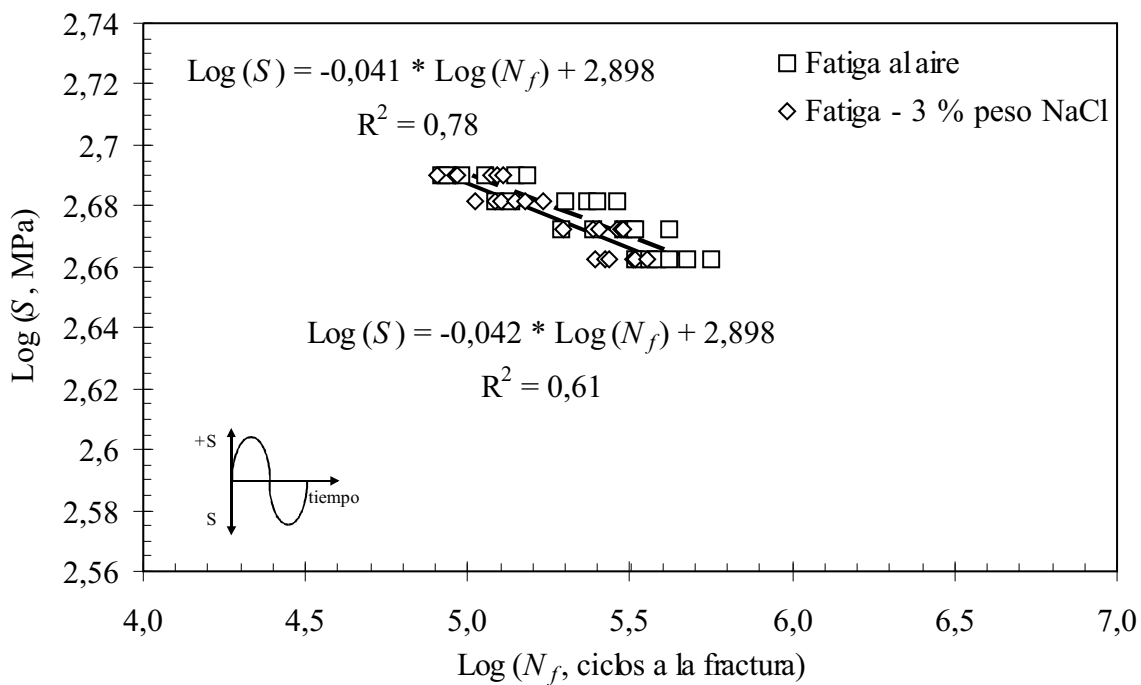


Fig. 86. Resistencia a la fatiga de un acero 316L recubierto con  $\text{ZrN}_{0,60}$  ensayado a fatiga al aire y en una solución corrosiva al 3 % en peso de NaCl.

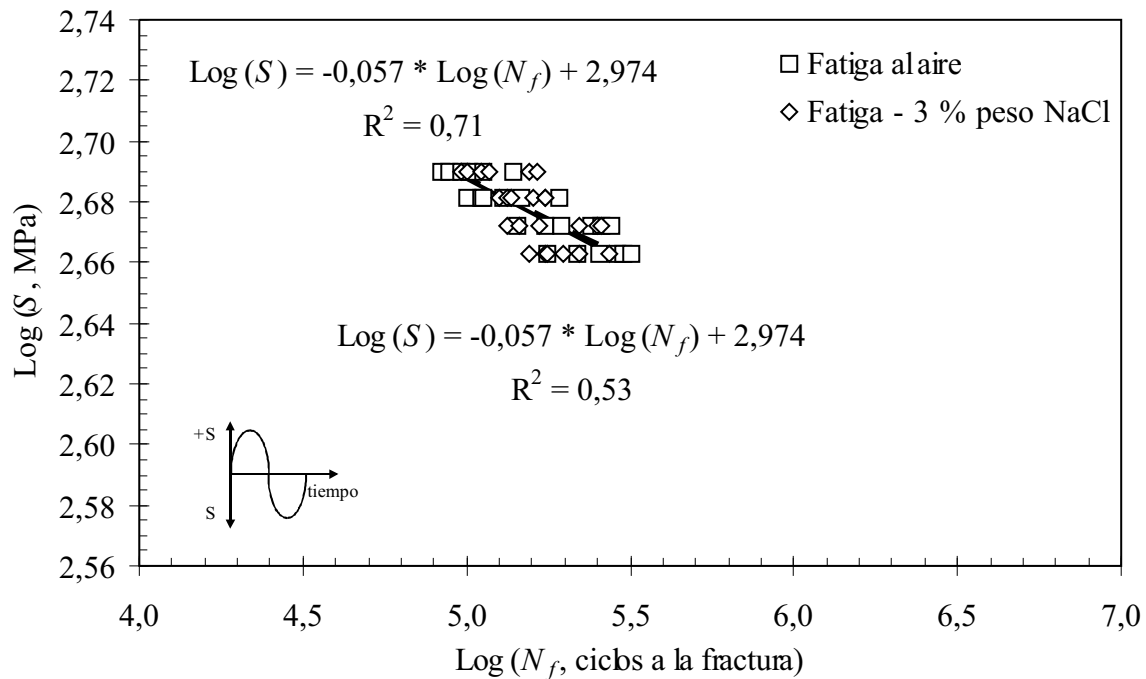


Fig. 87. Resistencia a la fatiga de un acero 316L recubierto con  $\text{ZrN}_{0,70}$  ensayado a fatiga al aire y en una solución corrosiva al 3 % en peso de NaCl.

Tabla 60. Ecuaciones de **Basquin** correspondientes a cada condición del material.

| Condición del material          | Fatiga    | $\text{Log}(S) = -m * \text{Log}(N_f) + b$         | $R^2$ | A, MPa | b, ua  |
|---------------------------------|-----------|--|-------|--------|--------|
| Substrato                       | Aire      | $\text{Log}(S) = -0,068 * \text{Log}(N_f) + 2,982$ | 0,84  | 959    | -0,068 |
|                                 | Corrosión | $\text{Log}(S) = -0,068 * \text{Log}(N_f) + 2,982$ | 0,80  |        | -0,068 |
| Substrato + $\text{TiN}_{0,55}$ | Aire      | $\text{Log}(S) = -0,043 * \text{Log}(N_f) + 2,907$ | 0,62  | 807    | -0,043 |
|                                 | Corrosión | $\text{Log}(S) = -0,044 * \text{Log}(N_f) + 2,907$ | 0,61  |        | -0,044 |
| Substrato + $\text{TiN}_{0,65}$ | Aire      | $\text{Log}(S) = -0,043 * \text{Log}(N_f) + 2,919$ | 0,62  | 830    | -0,043 |
|                                 | Corrosión | $\text{Log}(S) = -0,044 * \text{Log}(N_f) + 2,919$ | 0,61  |        | -0,044 |
| Substrato + $\text{TiN}_{0,75}$ | Aire      | $\text{Log}(S) = -0,043 * \text{Log}(N_f) + 2,914$ | 0,68  | 820    | -0,043 |
|                                 | Corrosión | $\text{Log}(S) = -0,044 * \text{Log}(N_f) + 2,914$ | 0,79  |        | -0,044 |
| Substrato + $\text{ZrN}_{0,50}$ | Aire      | $\text{Log}(S) = -0,052 * \text{Log}(N_f) + 2,943$ | 0,80  | 877    | -0,052 |
|                                 | Corrosión | $\text{Log}(S) = -0,053 * \text{Log}(N_f) + 2,943$ | 0,80  |        | -0,053 |
| Substrato + $\text{ZrN}_{0,60}$ | Aire      | $\text{Log}(S) = -0,041 * \text{Log}(N_f) + 2,898$ | 0,78  | 791    | -0,041 |
|                                 | Corrosión | $\text{Log}(S) = -0,042 * \text{Log}(N_f) + 2,898$ | 0,61  |        | -0,042 |
| Substrato + $\text{ZrN}_{0,70}$ | Aire      | $\text{Log}(S) = -0,057 * \text{Log}(N_f) + 2,974$ | 0,71  | 942    | -0,057 |
|                                 | Corrosión | $\text{Log}(S) = -0,057 * \text{Log}(N_f) + 2,974$ | 0,53  |        | -0,057 |

En la Tabla 61 se presentan las disminuciones en la vida a la fatiga-corrosión en comparación con los resultados obtenidos de fatiga al aire para las mismas condiciones del material, las cuales han sido obtenidas de las ecuaciones recalculadas de **Basquin**.

Tabla 61. Disminución porcentual en la vida a la fatiga para cada condición del material recubierto.

| Condición del material          | Esfuerzo, MPa | Disminución, % |
|---------------------------------|---------------|----------------|
| Substrato                       | 420           | 0              |
|                                 | 490           | 0              |
| Substrato + TiN <sub>0,55</sub> | 460           | 23             |
|                                 | 490           | 26             |
| Substrato + TiN <sub>0,65</sub> | 460           | 24             |
|                                 | 490           | 27             |
| Substrato + TiN <sub>0,75</sub> | 460           | 24             |
|                                 | 490           | 26             |
| Substrato + ZrN <sub>0,50</sub> | 460           | 19             |
|                                 | 490           | 21             |
| Substrato + ZrN <sub>0,60</sub> | 460           | 24             |
|                                 | 490           | 27             |
| Substrato + ZrN <sub>0,70</sub> | 460           | 0              |
|                                 | 490           | 0              |

Estos resultados indican que los recubrimientos de TiN<sub>x</sub>, ZrN<sub>0,50</sub> y ZrN<sub>0,60</sub> presentan una disminución entre 19 y 27 %, lo cual señala la sensibilidad de los mismos al medio corrosivo utilizado. Por otro lado, puede decirse que el recubrimiento de ZrN<sub>0,70</sub> al igual que el substrato no son sensibles a dicho medio corrosivo. Así, estos resultados no presentan una tendencia sistemática con respecto a la estequiometría de los mismos, la cual es la variable en estudio.

El incremento en el comportamiento a la fatiga que se obtuvo en la presente investigación concuerda con los estudios de **Saruky et al.** [1989a, 1989b], **Herr et al.**

[1993] y **Hotta *et al.*** [1994 y 1995]), quienes han reportado para este tipo de recubrimientos incrementos en dicho comportamiento.

Finalmente, es importante destacar que para poder explicar este incremento en el comportamiento a la fatiga se tiene que presentar el estudio fractográfico de los mismos, ya que como ha sido expuesto anteriormente el comportamiento a la fatiga de los materiales tratados superficialmente es influenciado por tres efectos: *(i)* comportamiento a la fatiga del material próximo a la superficie, *(ii)* condición de esfuerzo en las capas superficiales, *(iii)* presencia o ausencia de irregularidades en la superficie del material.

## 4.8 ESTUDIO FRACTOGRÁFICO

En las Figs. 88 - 121 se presentan las fotomicrografías correspondientes al estudio fractográfico del sustrato recubierto con  $TiN_x$  y  $ZrN_y$ . Las Figs. 88 - 105 corresponden al conjunto sustrato +  $TiN_x$  y las Figs. 106 - 121 al conjunto sustrato +  $ZrN_y$ . Además, las Figs. 88 - 96 y 106 - 114 corresponden a las probetas ensayadas a fatiga al aire, para los sustratos recubiertos con  $TiN_x$  y  $ZrN_y$ , respectivamente. Por otro lado, las Figs. 97 - 105 y 115 - 121 corresponden a las probetas ensayadas a fatiga en un medio corrosivo, para los sustratos recubiertos con  $TiN_x$  y  $ZrN_y$ , respectivamente.

Con relación a las fotomicrografías de las probetas recubiertas con  $TiN_x$  o  $ZrN_y$  ensayadas a fatiga al aire o fatiga-corrosión, se presentan primero las que corresponden al contenido más bajo de nitrógeno y en éstas, a su vez, las ensayadas a menor esfuerzo y, subsecuentemente, las ensayadas a mayor esfuerzo; posteriormente las de contenido de nitrógeno intermedio; y al final las de mayor contenido de nitrógeno para el estudio.

Por otro lado, dado que en este estudio fractográfico se analizó el inicio de la grieta por fatiga en un conjunto sustrato + recubrimiento, en el cual los recubrimientos tienen espesores bajos de  $\sim 1,3$  y  $3,6$   $\mu m$ , se vuelve indispensable realizar una secuencia de fotomicrografías a partir desde una vista general, con el fin de poder precisar, el o los sitios de inicio de la grieta por fatiga.

Finalmente, en las Figs. 122a-b correspondientes a los conjuntos sustrato + recubrimiento de  $TiN_{0,65}$  y  $TiN_{0,75}$  ensayado a fatiga al aire, respectivamente, y Figs. 123 corresponde al sustrato recubierto con  $ZrN_{0,60}$  ensayado a fatiga-corrosión, se presentan fotomicrografías correspondientes a la sección longitudinal adyacente a la zona de inicio de la grieta por fatiga, las cuales fueron preparadas hasta pulido tipo espejo y atacadas.

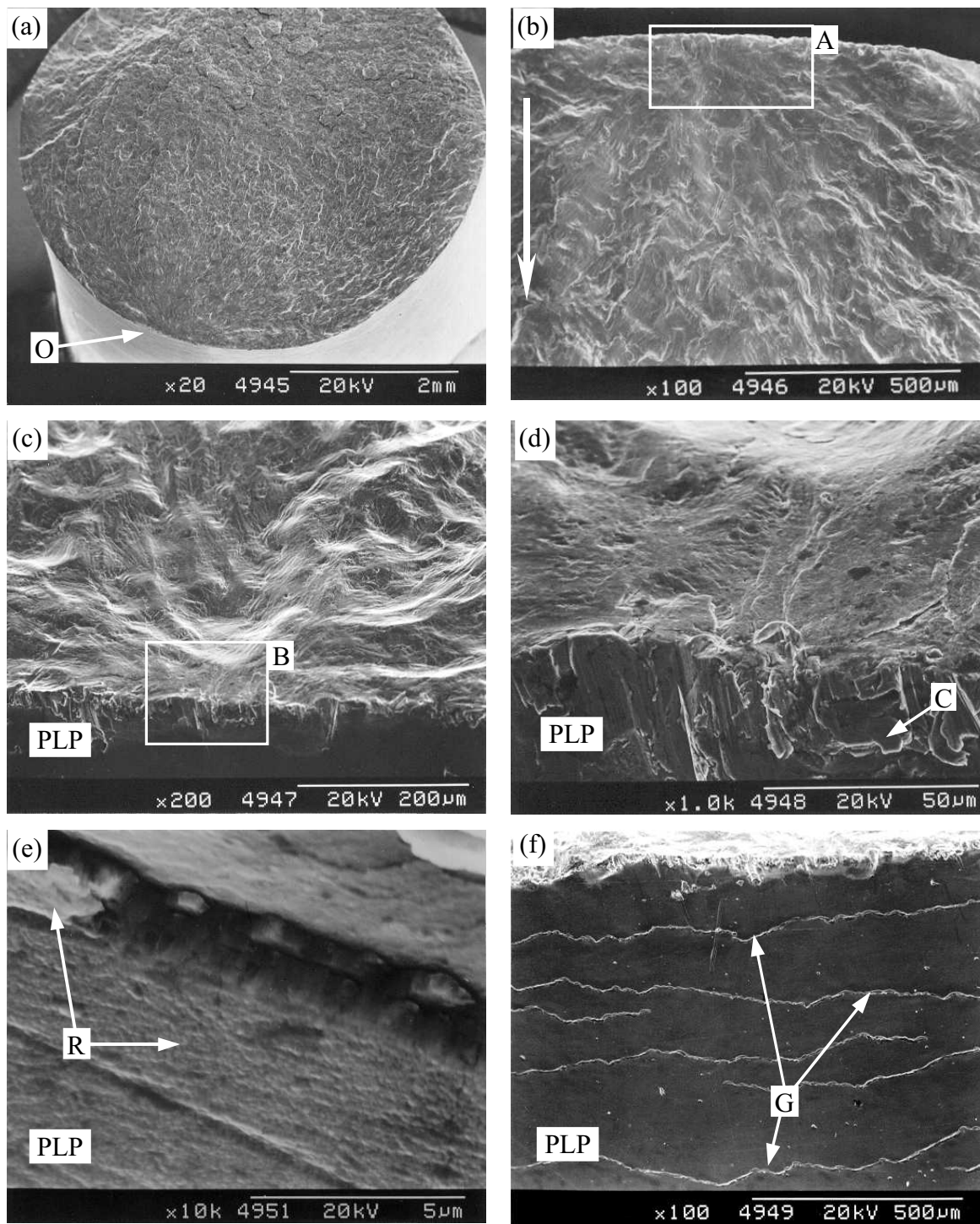


Fig. 88. Fotomicrografías obtenidas por MEB de una probeta de acero 316L recubierta con  $TiN_{0.55}$ , la cual ha sido ensayada a fatiga al aire a 460 MPa: (a) Vista general de la superficie de fractura; (b) Inicio y propagación de la grieta de fatiga; (c) Inicio de la grieta de fatiga (d) Detalle B, Fig. 88c, del inicio de la grieta de fatiga; (e) Detalle C, Fig. 88d, del recubrimiento; (f) Vista de la pared lateral de la probeta adyacente al inicio de la grieta de fatiga.

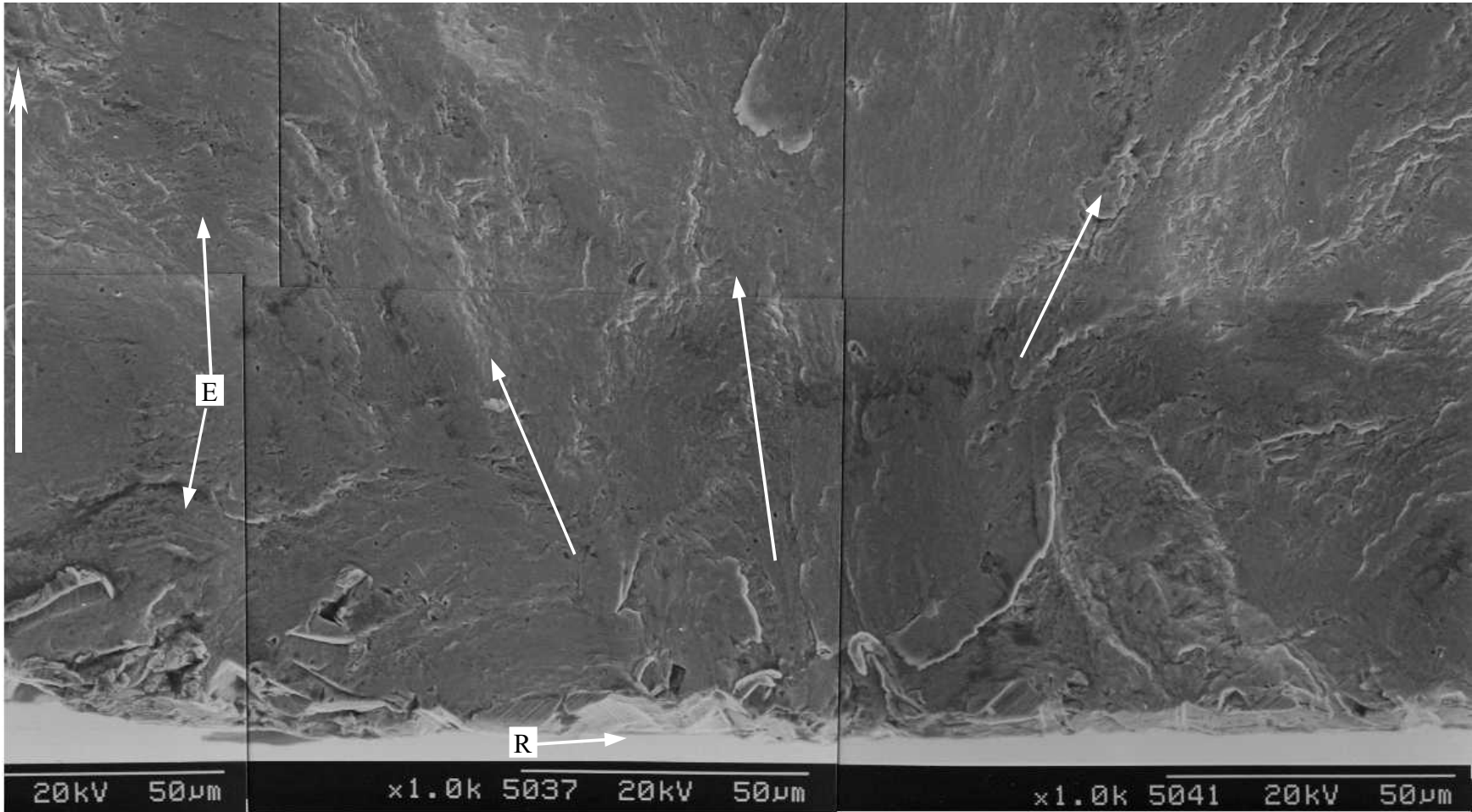


Fig. 89. Montaje de fotomicrografías obtenidas por MEB, del inicio de la grieta de fatiga en una de las probetas de acero inoxidable 316L recubierta con  $\text{TiN}_{0,55}$ , la cual ha sido ensayada a fatiga al aire a 460 MPa (detalle A de Fig. 88b).

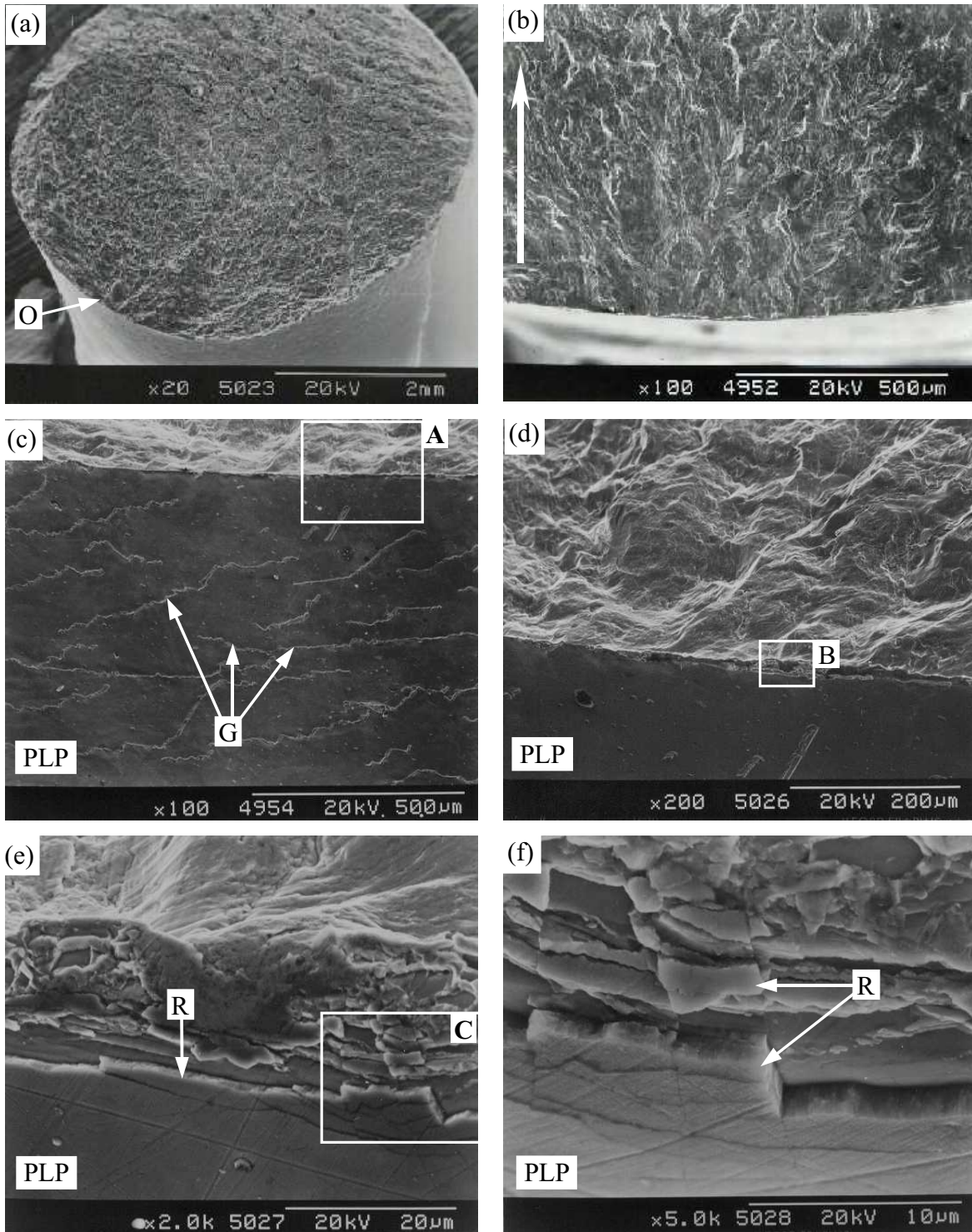


Fig. 90. Fotomicrografías obtenidas por MEB de una probeta de acero 316L recubierta con  $\text{TiN}_{0,55}$ , la cual ha sido ensayada a fatiga al aire a 490 MPa: (a) Vista general de la superficie de fractura; (b) Inicio y propagación de la grieta de fatiga; (c) Vista de la pared lateral de la probeta adyacente al inicio de la grieta de fatiga; (d) Detalle A, Fig. 90c, del inicio y propagación de la grieta de fatiga; (e) Detalle B, Fig. 90d, del inicio de la grieta de fatiga y la pared lateral de la probeta; (f) Detalle C, Fig. 90e, del recubrimiento.

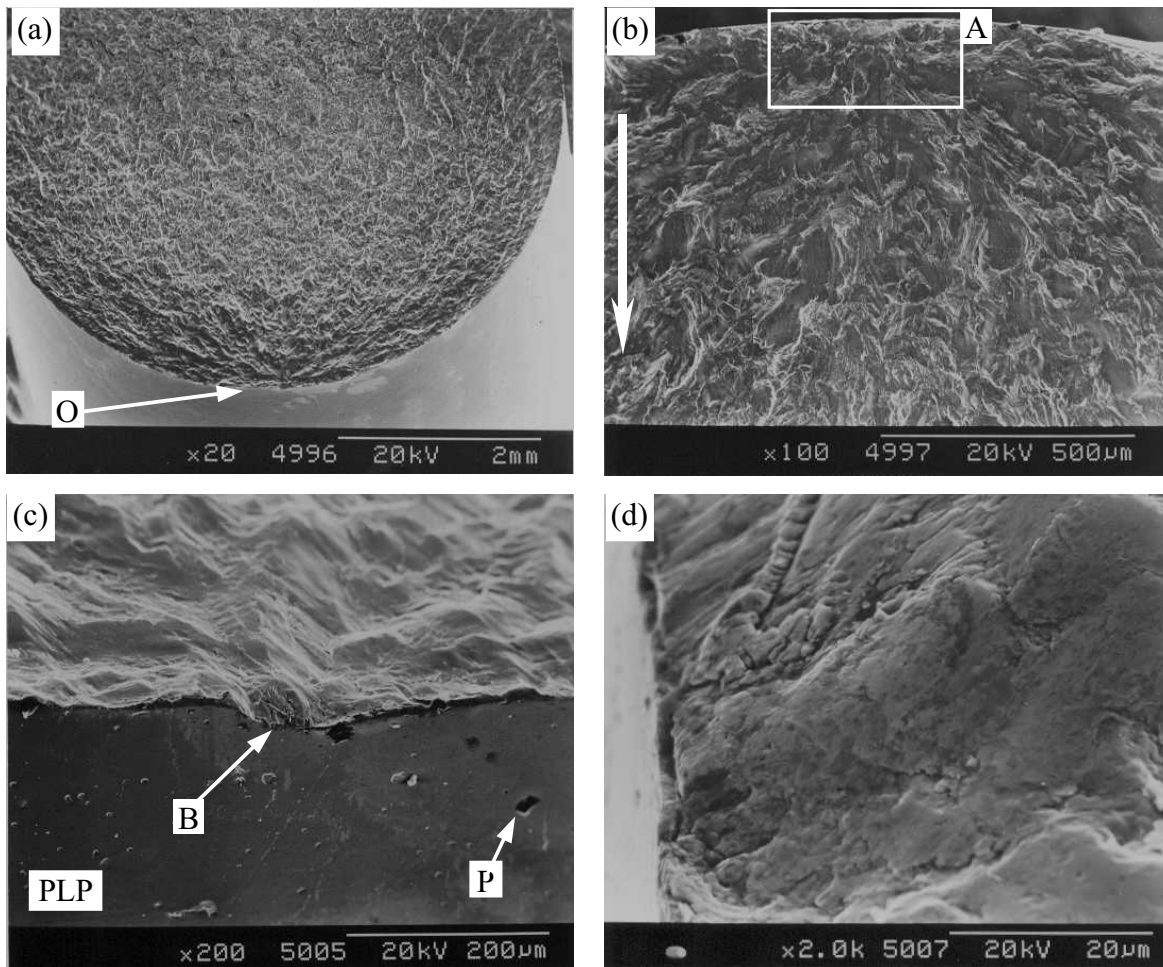


Fig. 91. Fotomicrografías obtenidas por MEB de una probeta de acero 316L recubierto con  $\text{TiN}_{0,65}$ , la cual ha sido ensayada a fatiga al aire a 460 MPa: (a) Vista general de la superficie de fractura; (b) Inicio y propagación de la grieta de fatiga; (c) Inicio de la grieta de fatiga y vista de la pared lateral de la probeta; (d) Detalle B, Fig. 91c, del inicio de la grieta de fatiga.

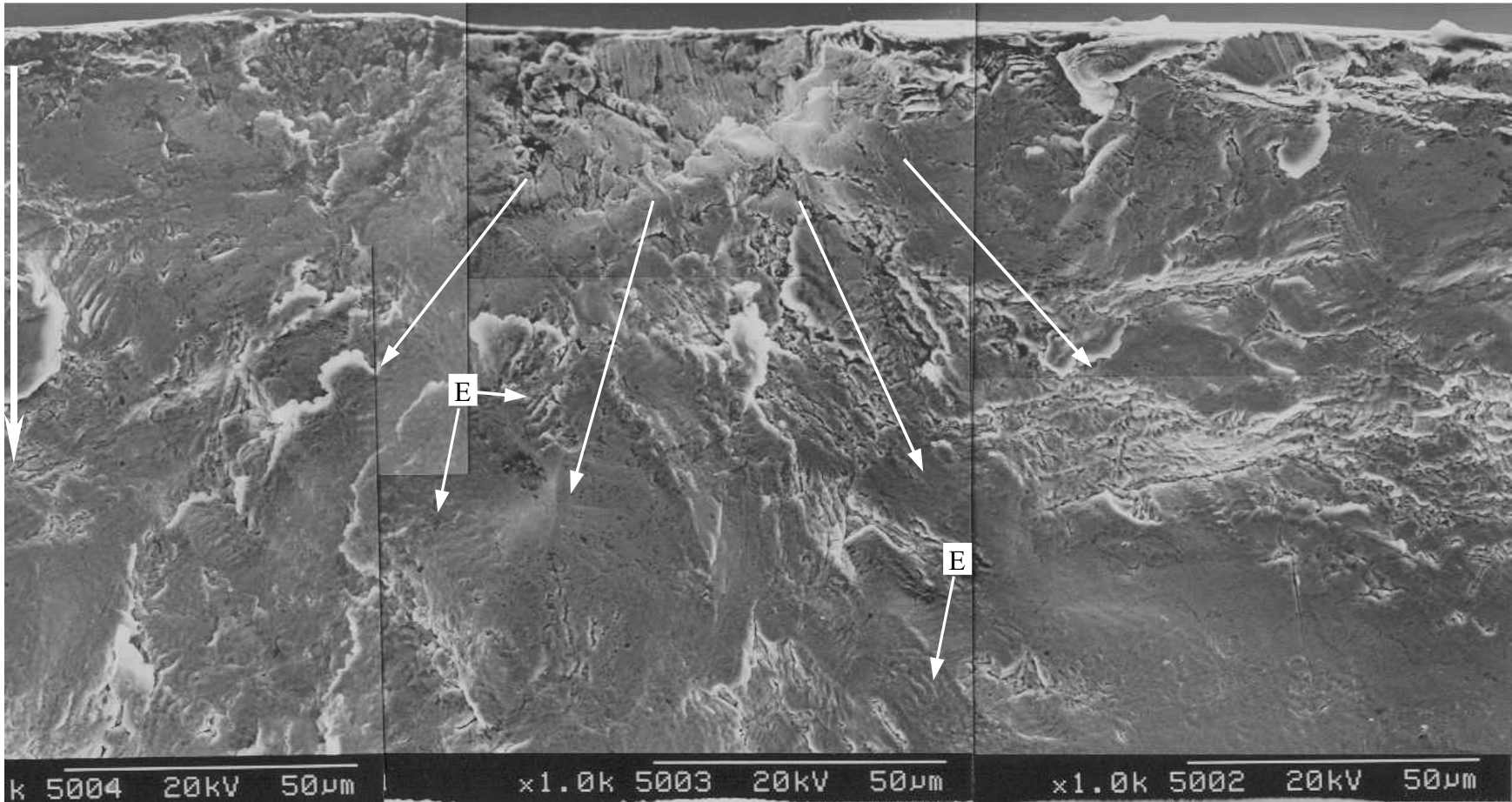


Fig. 92. Montaje de fotomicrografías obtenidas por MEB, del inicio de la grieta de fatiga en una de las probetas de acero inoxidable 316L recubierta con  $\text{TiN}_{0,65}$ , la cual ha sido ensayada a fatiga al aire a 460 MPa (detalle A de Fig. 91b).

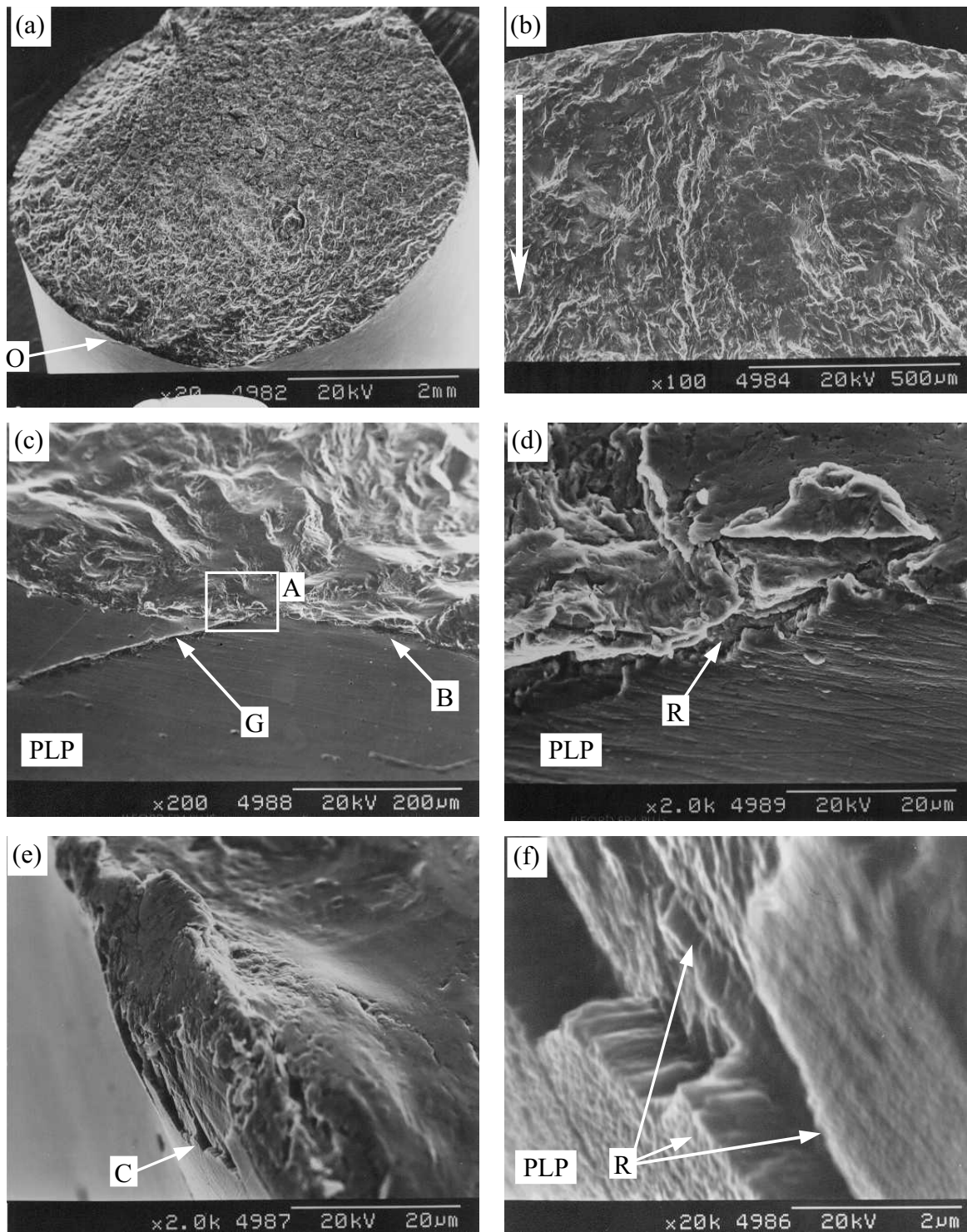


Fig. 93. Fotomicrografías obtenidas por MEB de una probeta de acero 316L recubierto con  $\text{TiN}_{0,65}$ , la cual ha sido ensayada a fatiga al aire a 490 MPa: (a) Vista general de la superficie de fractura; (b) inicio y propagación de la grieta; (c) inicio de la grieta de fatiga y vista de la pared lateral de la probeta; (d) Detalle A, Fig. 93c, del inicio de la grieta de fatiga; (e) Detalle B, Fig. 93c, de una región adyacente al inicio de la grieta de fatiga; (f) Detalle C, Fig. 93e, del recubrimiento.

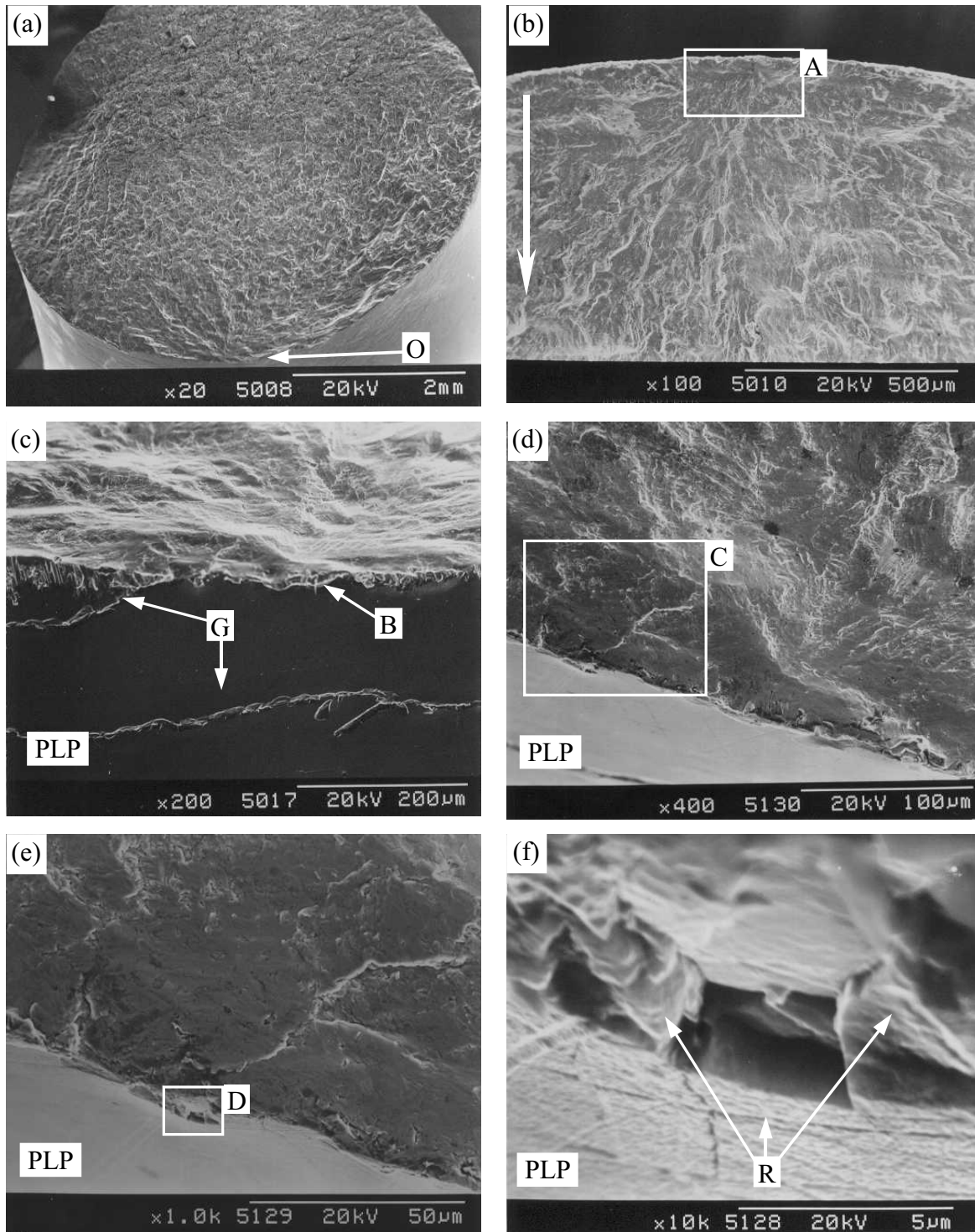


Fig. 94. Fotomicrografías obtenidas por MEB de una probeta de acero 316L recubierto con  $\text{TiN}_{0,75}$ , la cual ha sido ensayada a fatiga al aire a 470 MPa: (a) Vista general de la superficie de fractura; (b) inicio y propagación de la grieta de fatiga; (c) Pared lateral de la probeta, adyacente al inicio de la grieta de fatiga; (d) Detalle B, Fig. 94c, del inicio de la grieta de fatiga; (e) Detalle C, Fig. 94d, del inicio de la grieta de fatiga; (f) Detalle D, Fig. 94e, del recubrimiento.

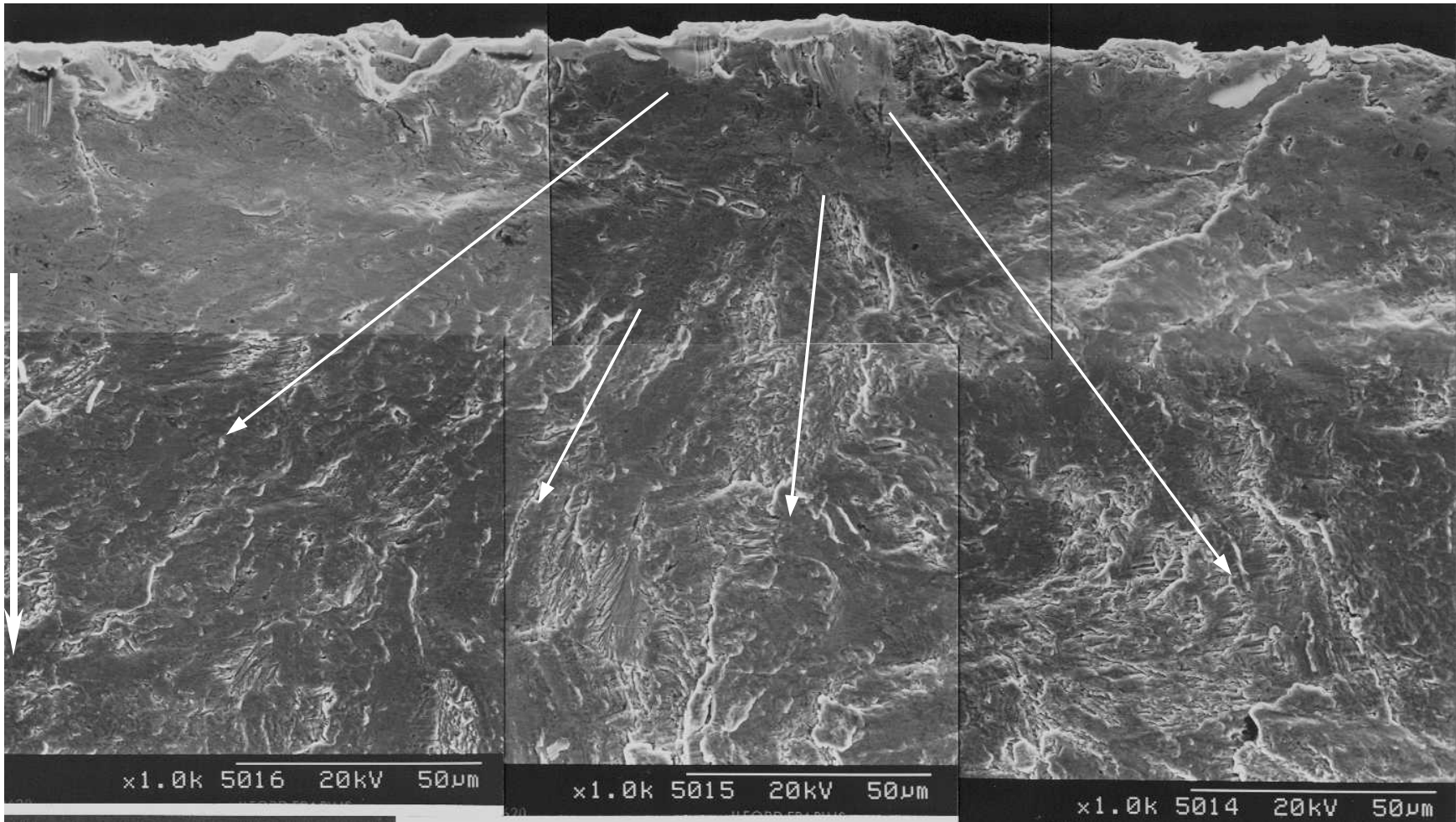


Fig. 95. Montaje de fotomicrografías obtenidas por MEB, del inicio de la grieta de fatiga en una de las probetas de acero inoxidable 316L recubierta con  $\text{TiN}_{0,75}$ , la cual ha sido ensayada a fatiga al aire a 470 MPa (detalle A de Fig. 94b).

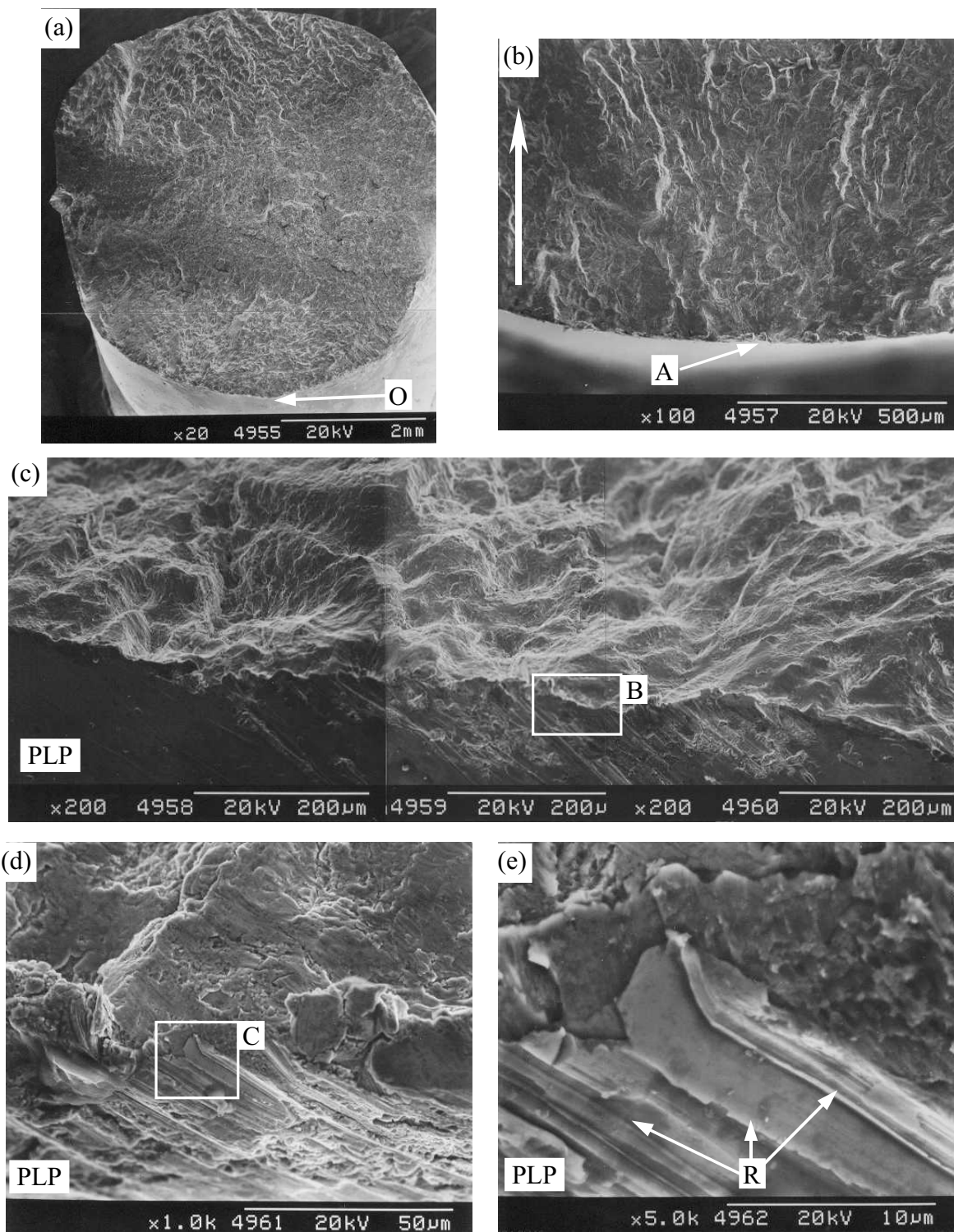


Fig. 96. Fotomicrografías obtenidas por MEB de una probeta de acero 316L recubierta con  $\text{TiN}_{0,75}$ , la cual ha sido ensayada a fatiga al aire a 500 MPa: (a) Vista general de la superficie de fractura; (b) Inicio y propagación de la grieta de fatiga; (c) Detalle A, Fig. 96b, del inicio de la grieta de fatiga; (d) Detalle B, Fig. 96c, de una región del inicio de la grieta de fatiga; (e) Detalle C, Fig. 96d, del recubrimiento.

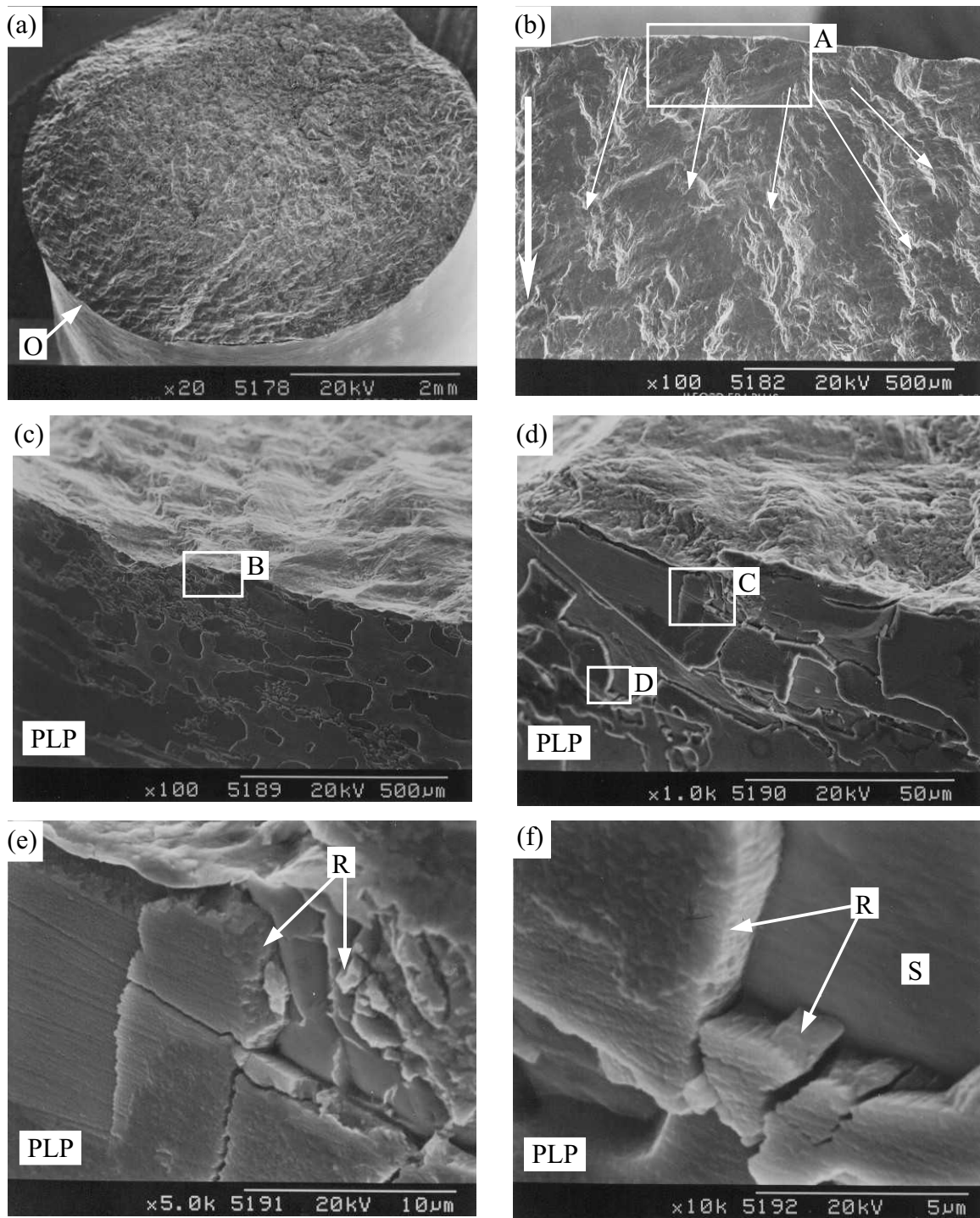


Fig. 97. Fotomicrografías obtenidas por MEB de una probeta de acero 316L recubierta con  $\text{TiN}_{0,55}$ , la cual ha sido ensayada a fatiga en un medio de 3 % en peso de NaCl a 460 MPa: (a) Vista general de la superficie de fractura; (b) Inicio y propagación de la grieta por fatiga; (c) Inicio de la grieta por fatiga (d) Detalle B, Fig. 97c, del inicio de la grieta por fatiga; (e) Detalle C, Fig. 97d, del recubrimiento; (f) Detalle D, Fig. 97d, del recubrimiento.

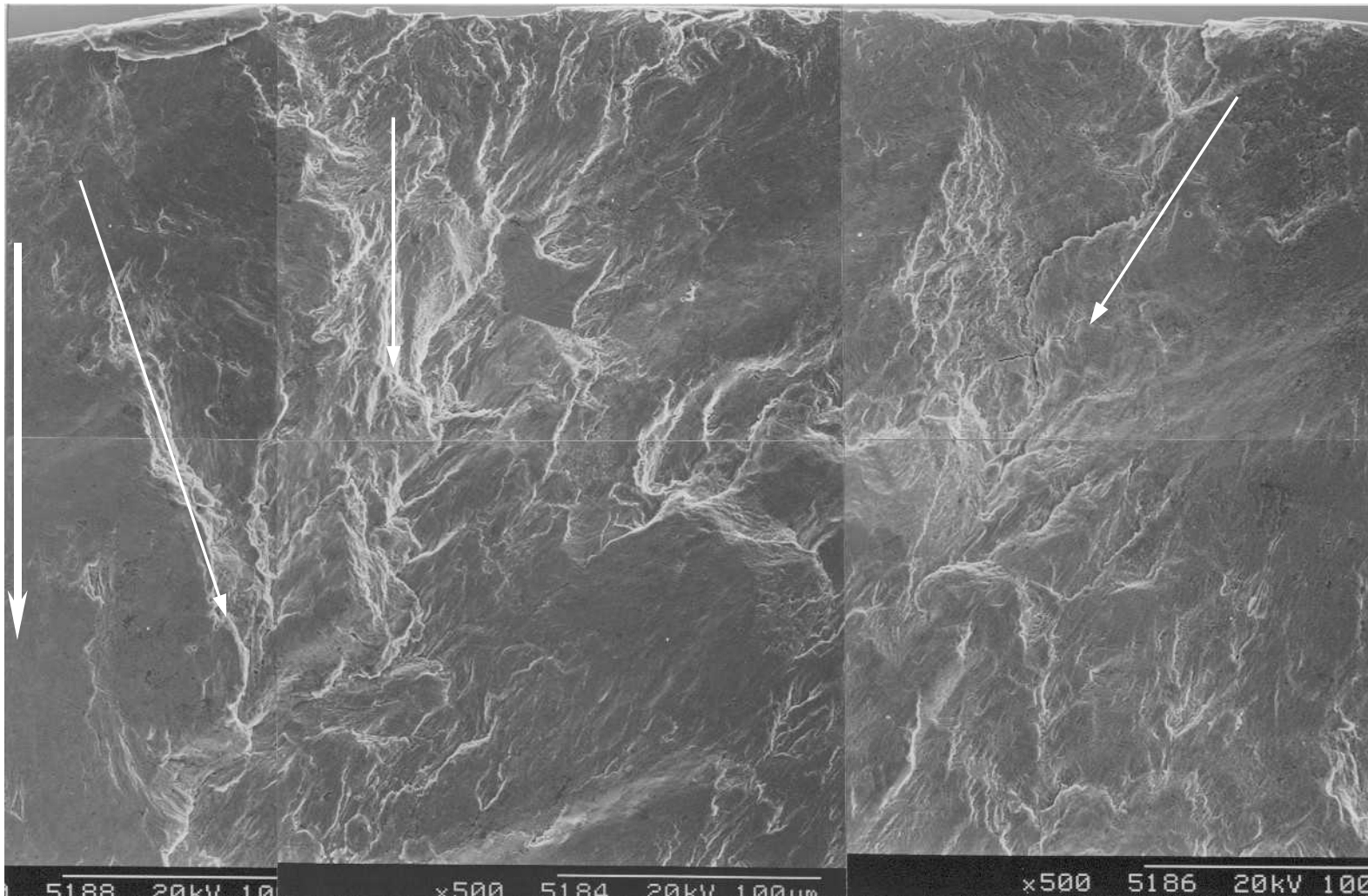


Fig. 98. Montaje de fotomicrografías obtenidas por MEB, del inicio de la grieta por fatiga en una de las probetas de acero inoxidable 316L recubierta con  $\text{TiN}_{0,55}$ , la cual ha sido ensayada a fatiga en un medio de 3 % en peso de NaCl a 460 MPa (detalle A, Fig. 97b).

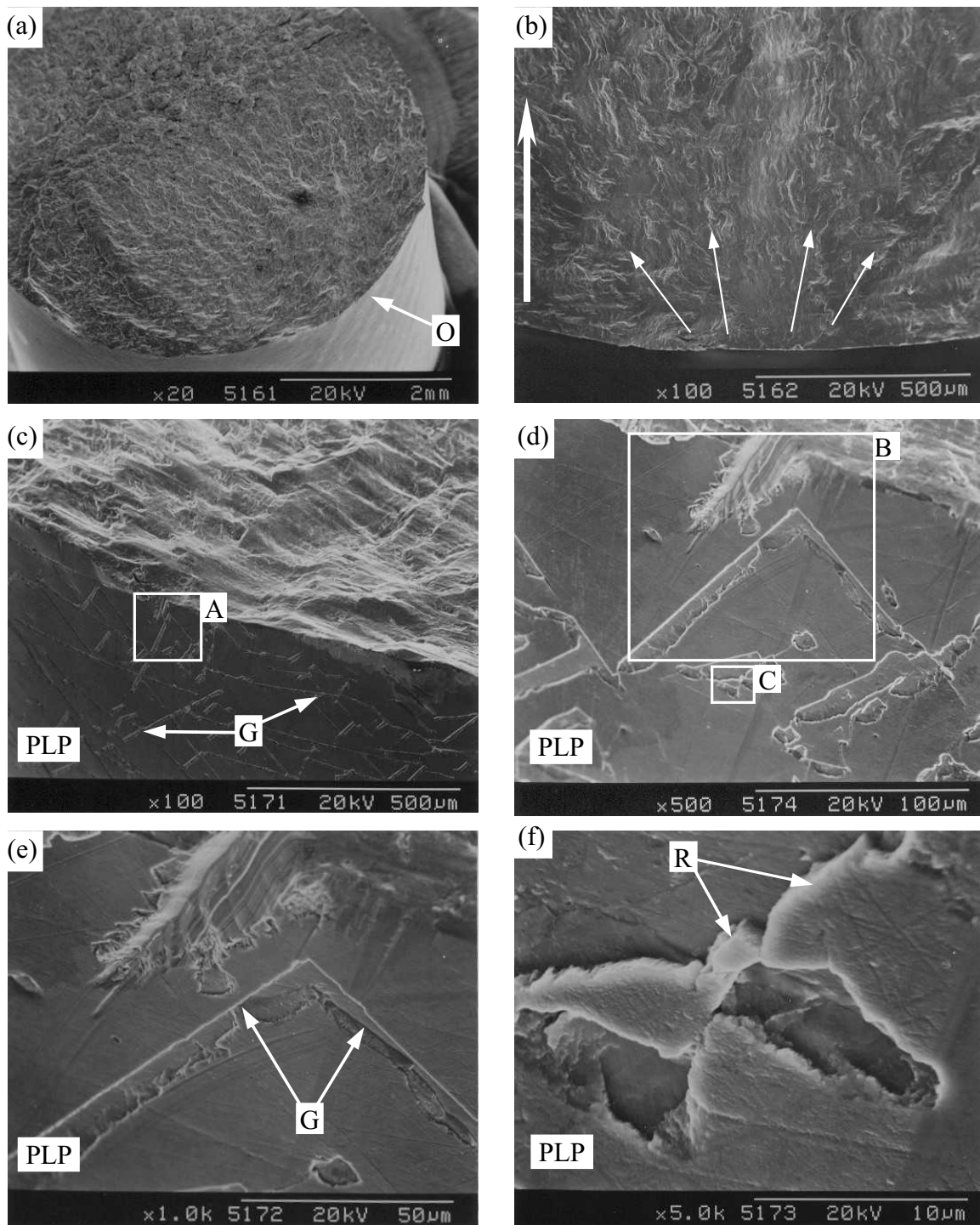


Fig. 99. Fotomicrografías obtenidas por MEB de una probeta de acero 316L recubierta con  $TiN_{0.55}$ , la cual ha sido ensayada a fatiga en un medio de 3 % en peso de NaCl a 490 MPa: (a) Vista general de la superficie de fractura; (b) Inicio y propagación de la grieta por fatiga, (c) Inicio de la grieta por fatiga. (d) Detalle A, Fig. 99c, del inicio de la grieta por fatiga; (e) Detalle B, Fig. 99d, de las grietas en la pared de la probeta; (f) Detalle C, Fig. 99d, del recubrimiento.

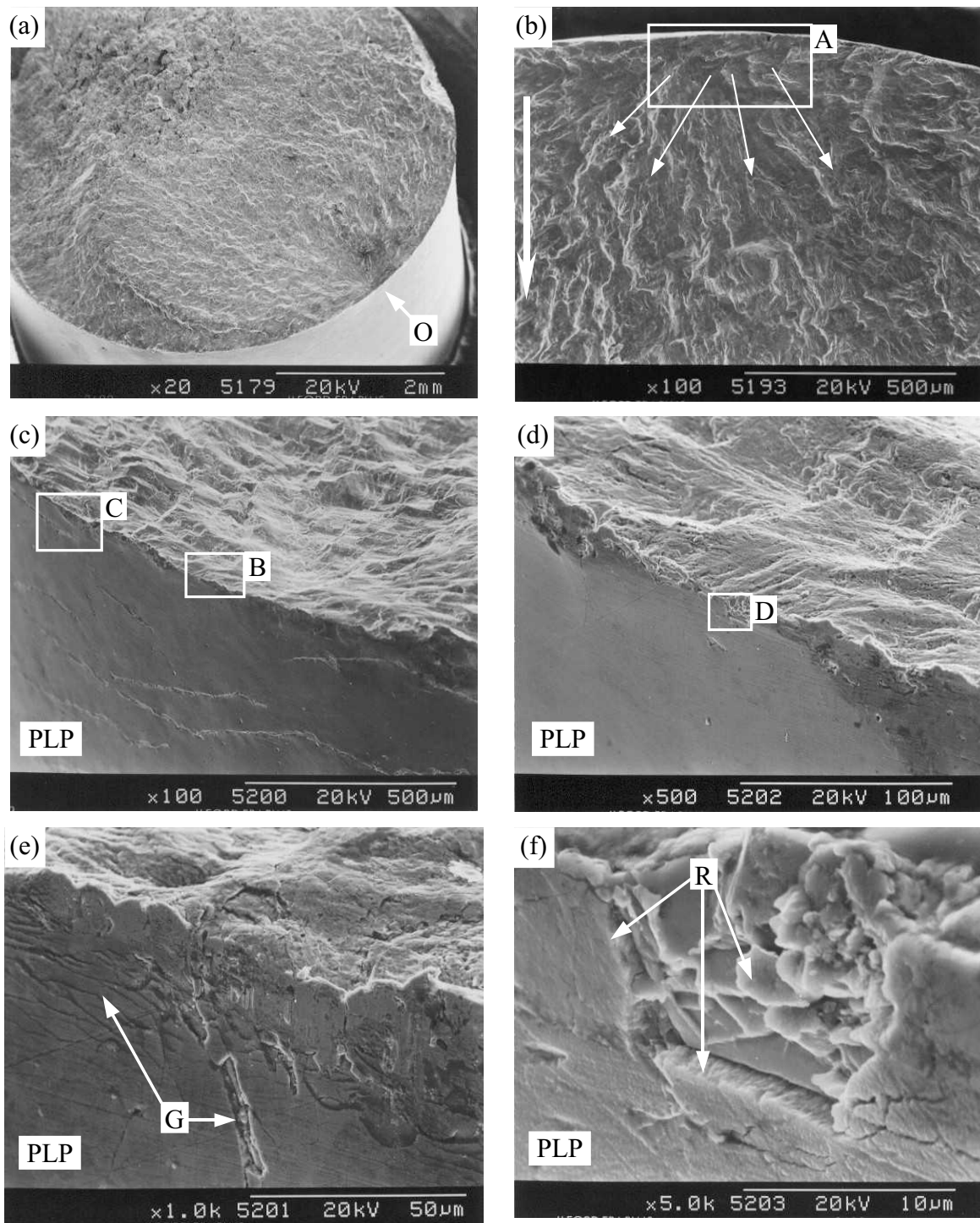


Fig. 100. Fotomicrografías obtenidas por MEB de una probeta de acero 316L recubierta con  $\text{TiN}_{0,65}$ , la cual ha sido ensayada a fatiga en un medio de 3 % en peso de NaCl a 460 MPa: (a) Vista general de la superficie de fractura; (b) Inicio y propagación de la grieta por fatiga, (c) Inicio de la grieta por fatiga. (d) Detalle B, Fig. 100c, del inicio de la grieta por fatiga; (e) Detalle C, Fig. 100c, de las grietas en la pared de la probeta; (f) Detalle D, Fig. 100d, del recubrimiento.

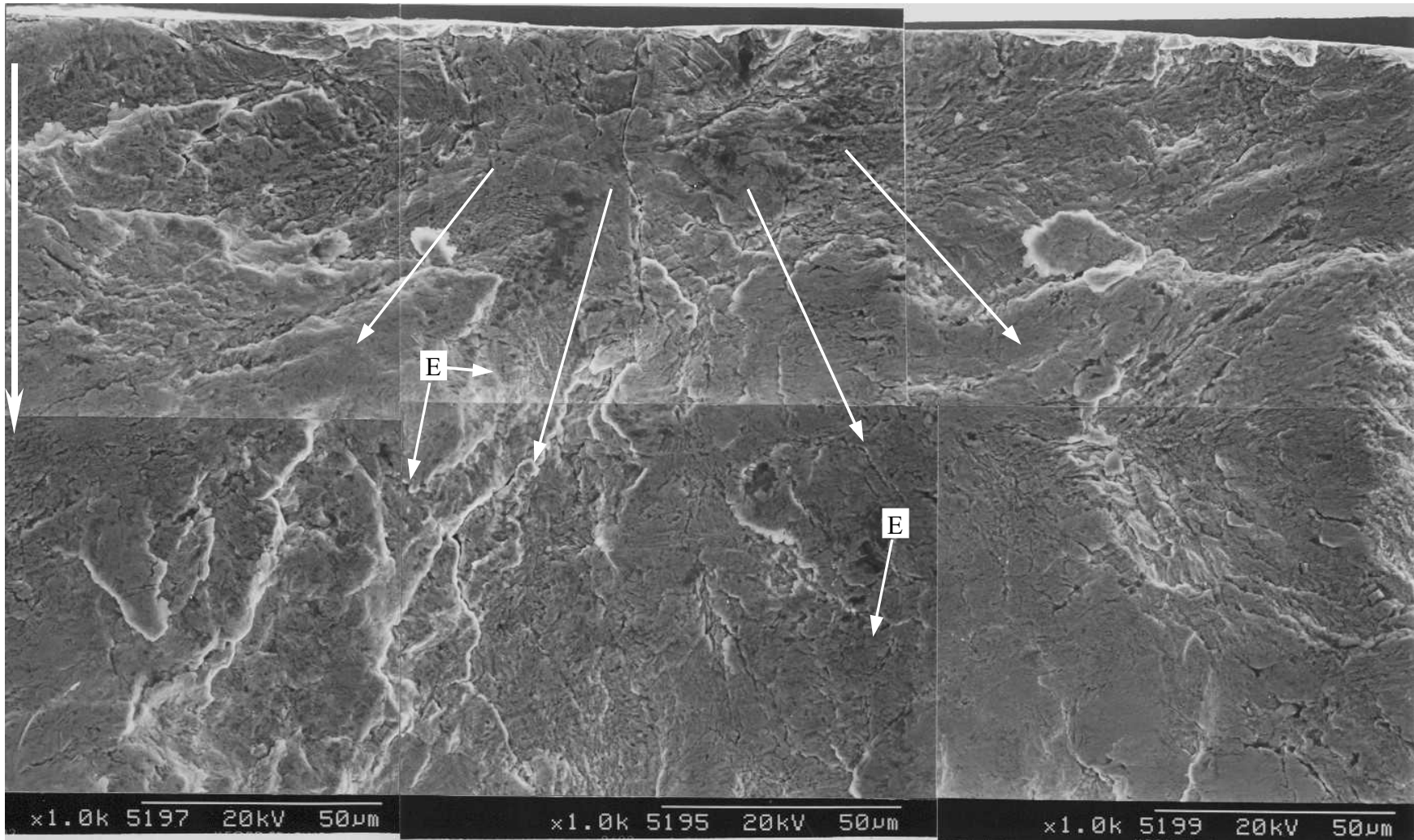


Fig. 101. Montaje de fotomicrografías obtenidas por MEB, del inicio de la grieta por fatiga en una de las probetas de acero inoxidable 316L recubierta con  $\text{TiN}_{0,65}$ , la cual ha sido ensayada a fatiga en un medio de 3 % en peso de NaCl a 460 MPa (detalle A, Fig. 100b).

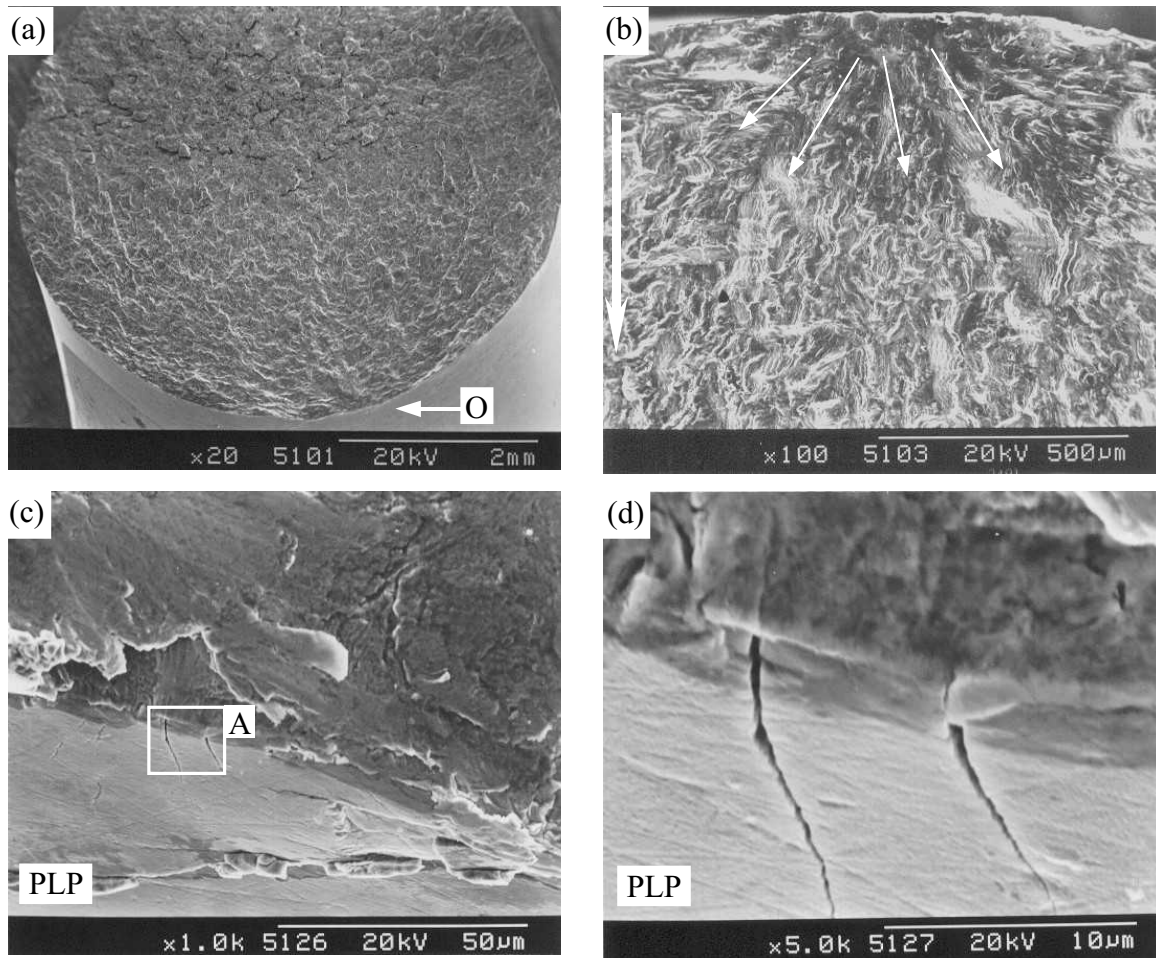


Fig. 102. Fotomicrografías obtenidas por MEB de una probeta de acero 316L recubierto con  $\text{TiN}_{0,65}$ , la cual ha sido ensayada a fatiga en un medio de 3 % en peso de NaCl a 490 MPa: (a) Vista general de la superficie de fractura; (b) Inicio y propagación de la grieta por fatiga; (c) Inicio y propagación de la grieta por fatiga; (d) Detalle A, Fig. 102c, del recubrimiento.

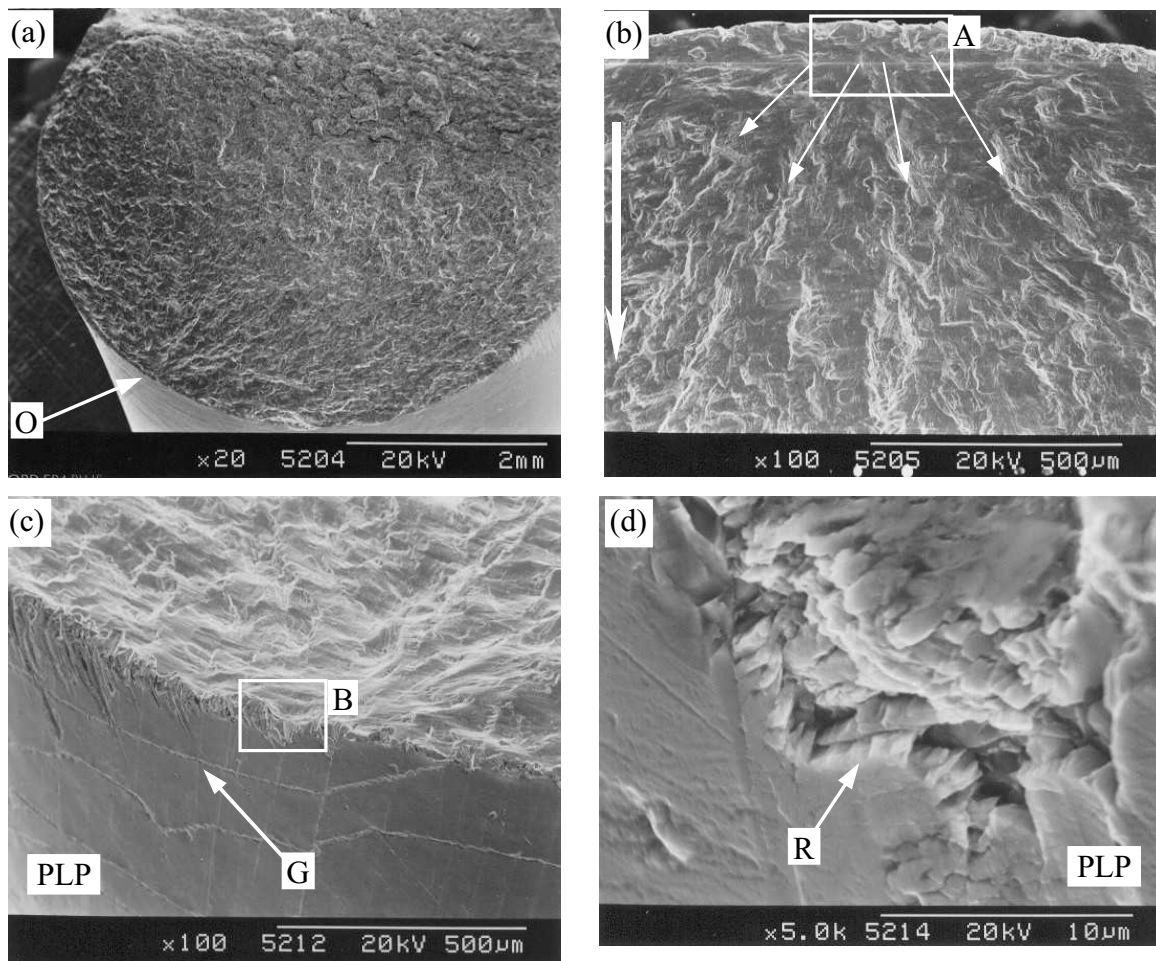


Fig. 103. Fotomicrografías obtenidas por MEB de una probeta de acero 316L recubierto con  $\text{TiN}_{0,75}$ , la cual ha sido ensayada a fatiga en un medio de 3 % en peso de NaCl a 460 MPa: (a) Vista general de la superficie de fractura; (b) inicio y propagación de la grieta; (c) inicio de la grieta por fatiga y vista de la pared lateral de la probeta; (d) Detalle B, Fig. 103c, del recubrimiento.

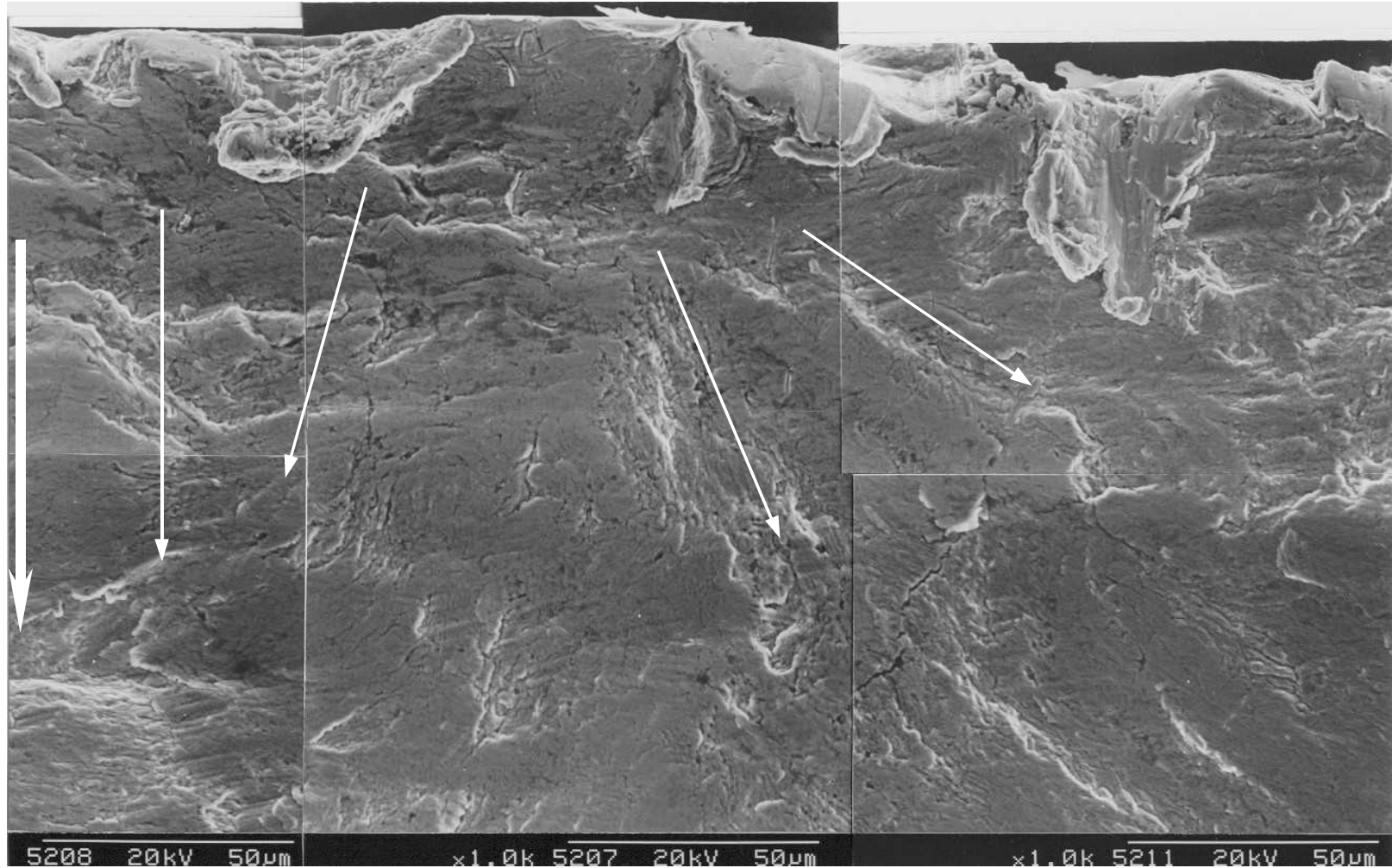


Fig. 104. Montaje de fotomicrografías obtenidas por MEB, del inicio de la grieta por fatiga en una de las probetas de acero recubierta con  $\text{TiN}_{0,75}$ , la cual ha sido ensayada a fatiga en un medio de 3 % en peso de NaCl a 460 MPa (detalle A, Fig. 10).

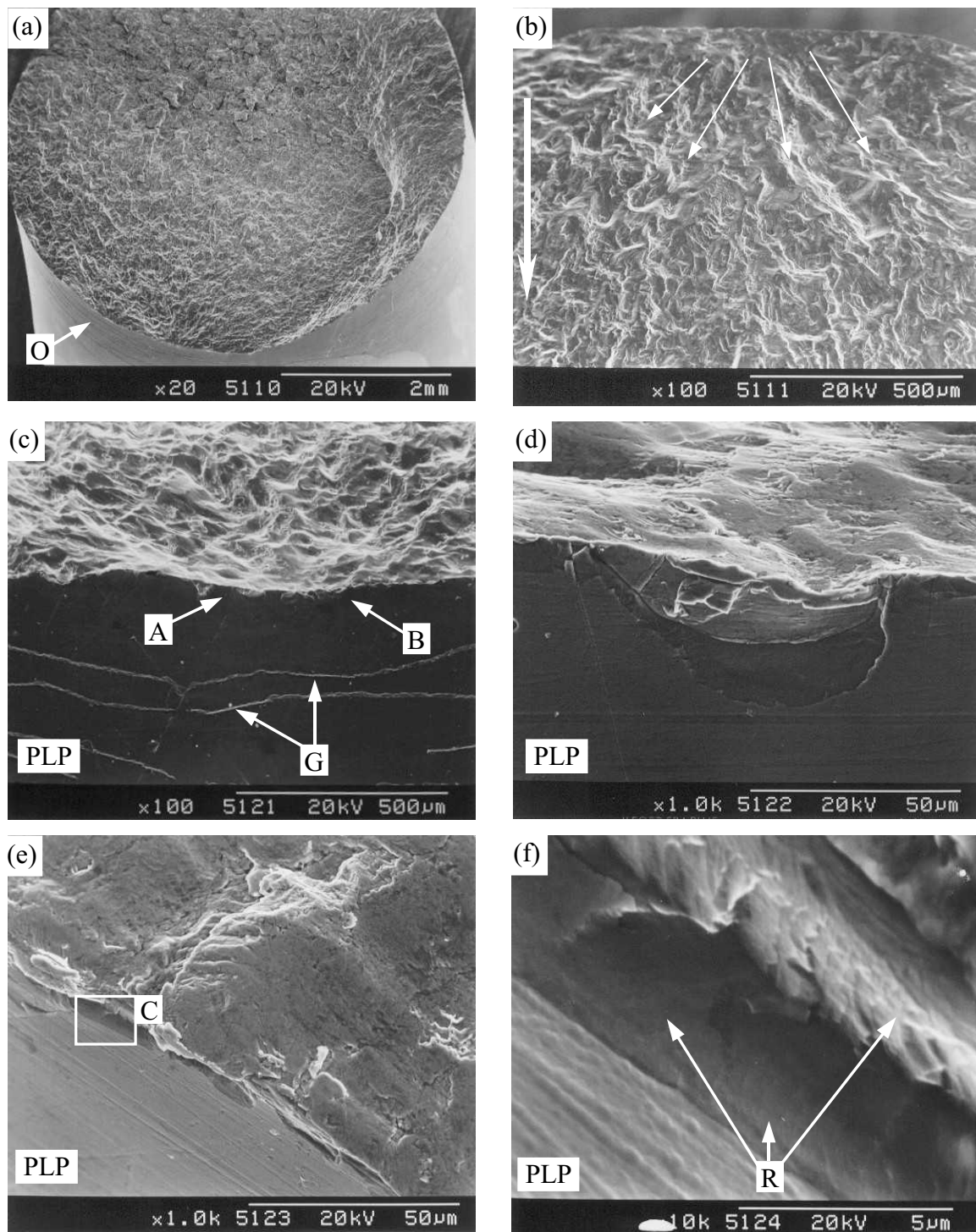


Fig. 105. Fotomicrografías obtenidas por MEB de una probeta de acero 316L recubierto con  $\text{TiN}_{0,75}$ , la cual ha sido ensayada a fatiga en un medio al 3 % en peso de NaCl a 490 MPa: (a) Vista general de la superficie de fractura; (b) inicio y propagación de la grieta por fatiga; (c) Pared lateral de la probeta, adyacente al inicio de la grieta por fatiga; (d) Detalle A, Fig. 105c, del inicio de la grieta por fatiga; (e) Detalle B, Fig. 105c, del inicio de la grieta por fatiga; (f) Detalle C, Fig. 105e, del recubrimiento.

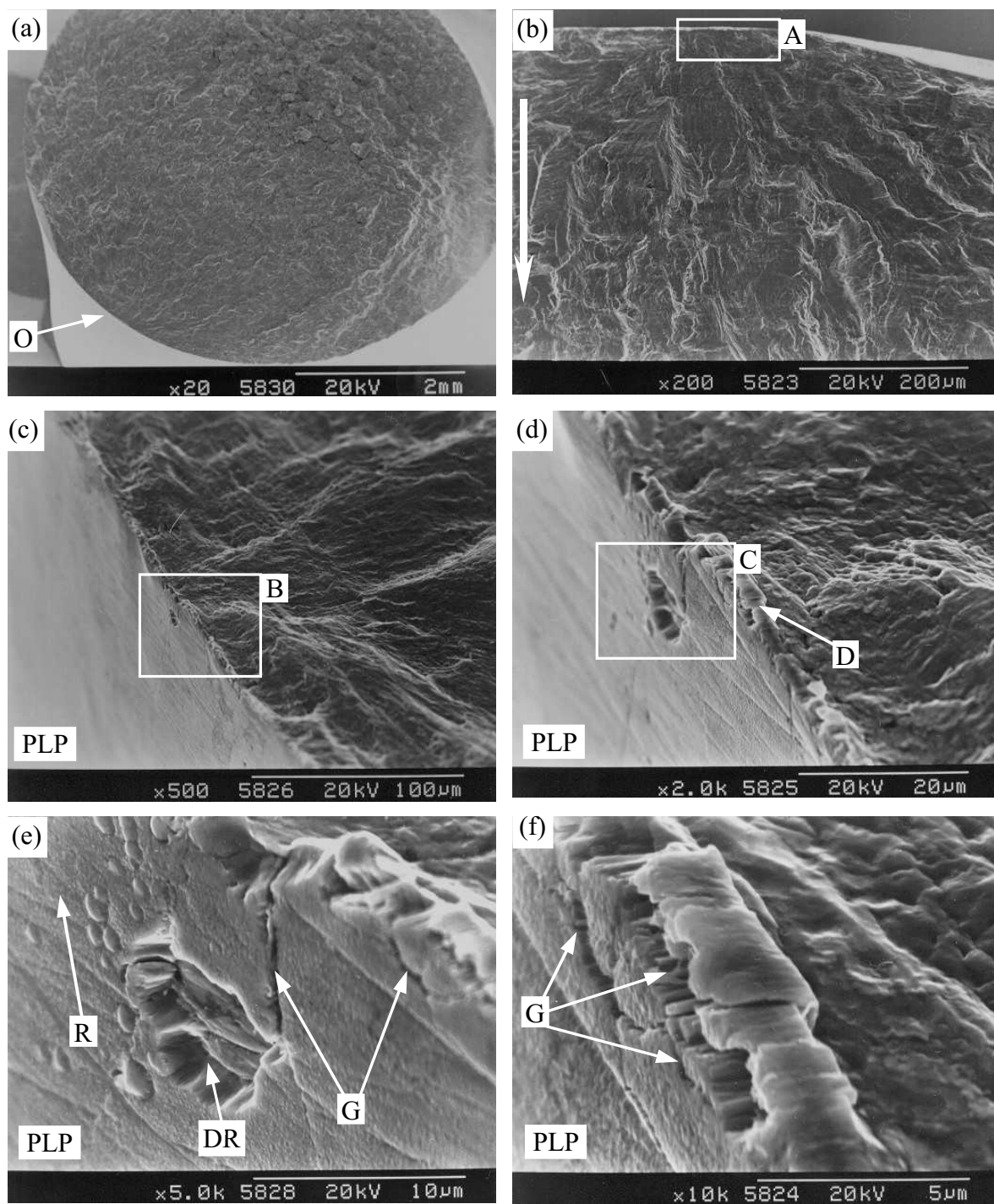


Fig. 106. Fotomicrografías obtenidas por MEB de una probeta de acero 316L recubierta con  $ZrN_{0.50}$  la cual ha sido ensayada a fatiga al aire a 450 MPa: (a) Vista general de la superficie de fractura; (b) Inicio y propagación de la grieta por fatiga; (c) Inicio de la grieta por fatiga (d) Detalle B, Fig. 106c, del inicio de la grieta por fatiga; (e) Detalle C, Fig. 106d, del recubrimiento; (f) Detalle D, Fig. 106d, vista de la pared lateral de la probeta adyacente al inicio de la grieta por fatiga.

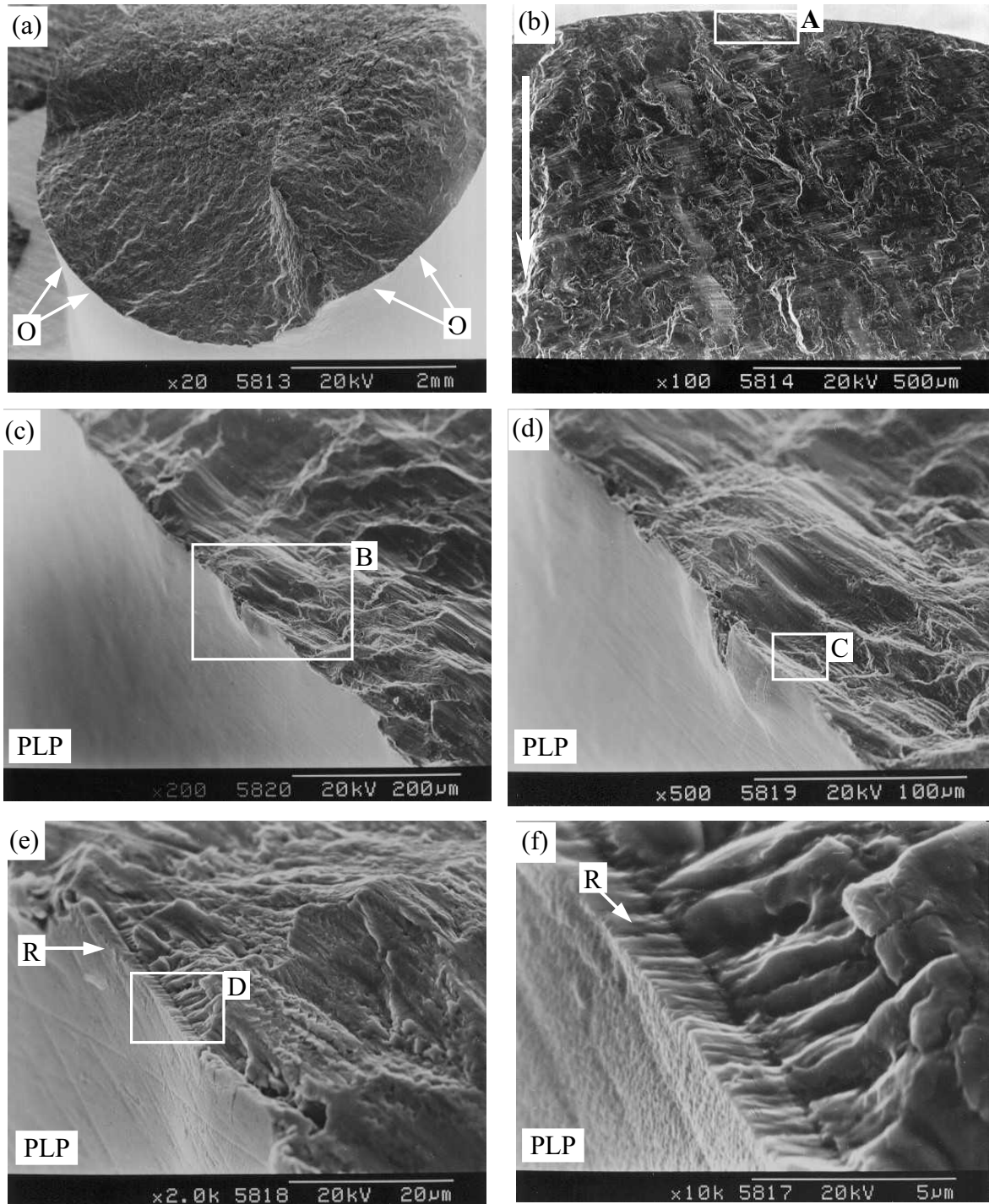


Fig. 107. Fotomicrografías obtenidas por MEB de una probeta de acero 316L recubierta con  $ZrN_{0.50}$  la cual ha sido ensayada a fatiga al aire a 480 MPa: (a) Vista general de la superficie de fractura; (b) Inicio y propagación de la grieta por fatiga; (c) Vista de la pared lateral de la probeta adyacente al inicio de la grieta por fatiga; (d) Detalle B, Fig. 107c, del inicio y propagación de la grieta por fatiga; (e) Detalle C, Fig. 107d, del inicio de la grieta por fatiga y la pared lateral de la probeta; (f) Detalle D, Fig. 107e, del recubrimiento.

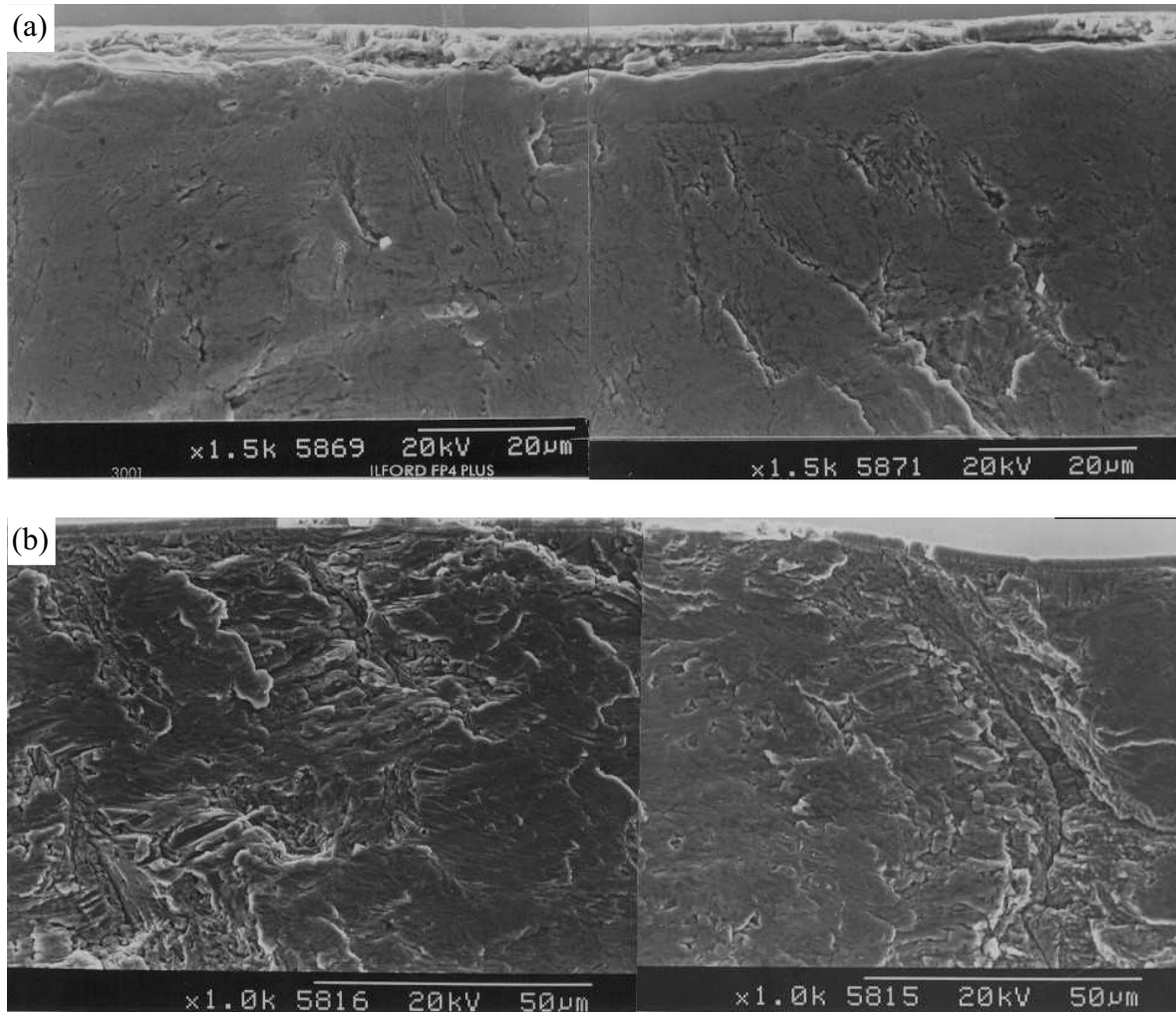


Fig. 108. Montaje de fotomicrografías obtenidas por MEB, del inicio de la grieta por fatiga en una de las probetas de acero inoxidable 316L recubierta con  $ZrN_{0.50}$  la cual han sido ensayadas a fatiga al aire a: (a) 450 MPa (detalle A de Fig. 106b) y (b) 480 MPa (detalle A de Fig. 107b).

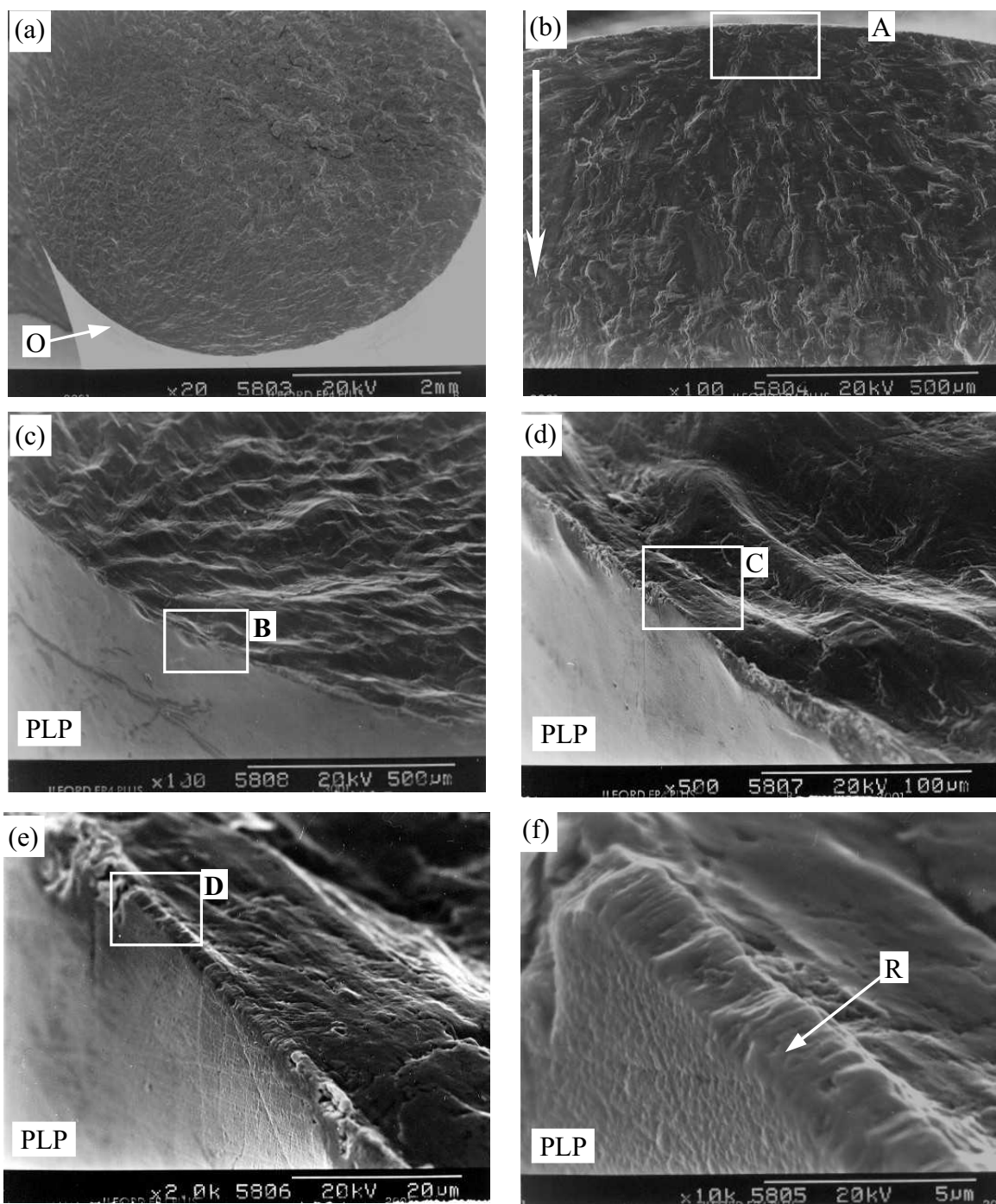


Fig. 109. Fotomicrografías obtenidas por MEB de una probeta de acero 316L recubierta con  $ZrN_{0.60}$  la cual ha sido ensayada a fatiga al aire a 460 MPa: (a) Vista general de la superficie de fractura; (b) Inicio y propagación de la grieta por fatiga; (c) Vista de la pared lateral de la probeta adyacente al inicio de la grieta por fatiga; (d) Detalle B, Fig. 109c, del inicio y propagación de la grieta por fatiga; (e) Detalle C, Fig. 109d, del inicio de la grieta por fatiga y la pared lateral de la probeta; (f) Detalle D, Fig. 109e, del recubrimiento.

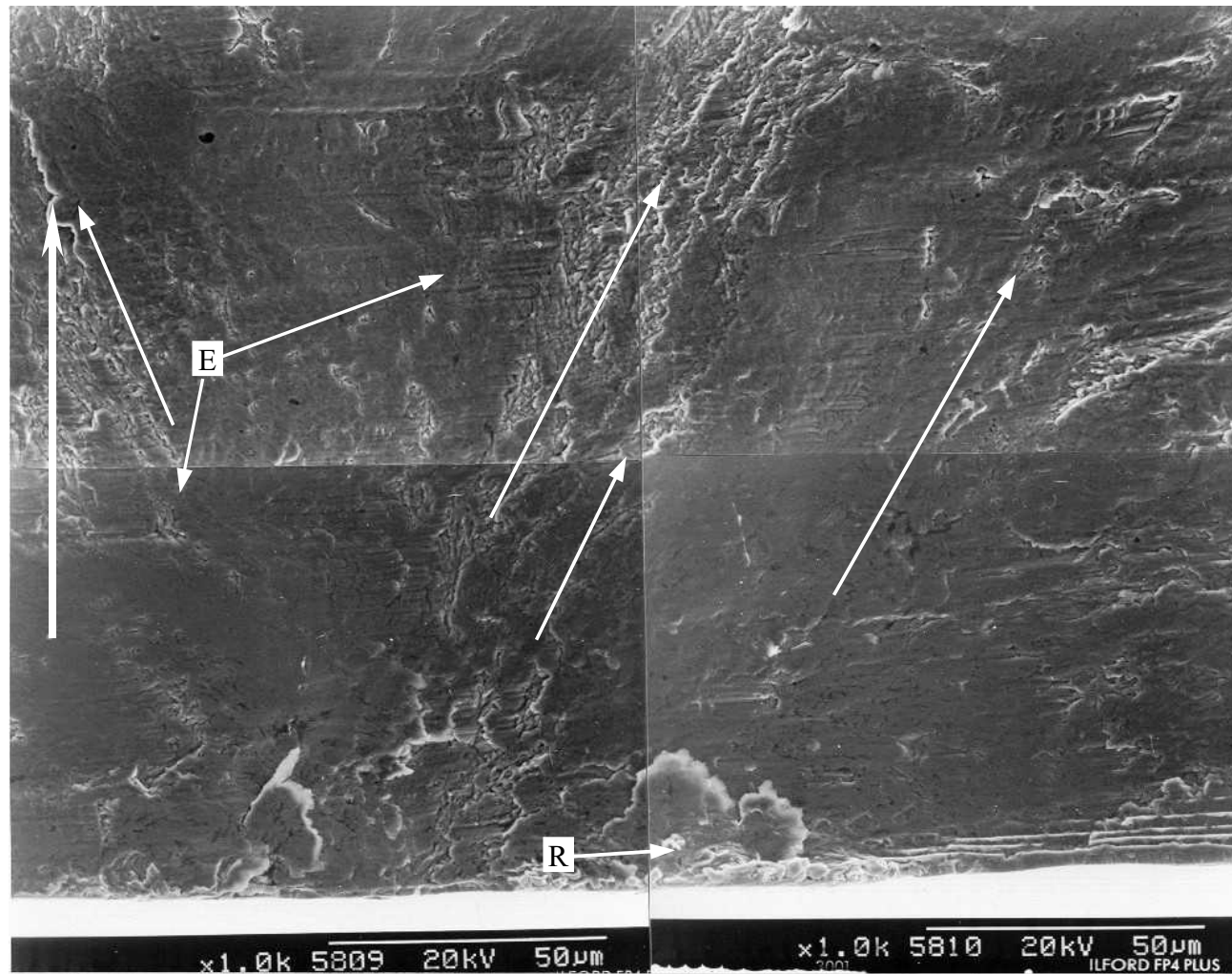


Fig. 110. Montaje de fotomicrografías obtenidas por MEB, del inicio de la grieta por fatiga en una de las probetas de acero inoxidable 316L recubierta con  $ZrN_{0.60}$  la cual ha sido ensayada a fatiga al aire a 460 MPa (detalle A de Fig. 109b)

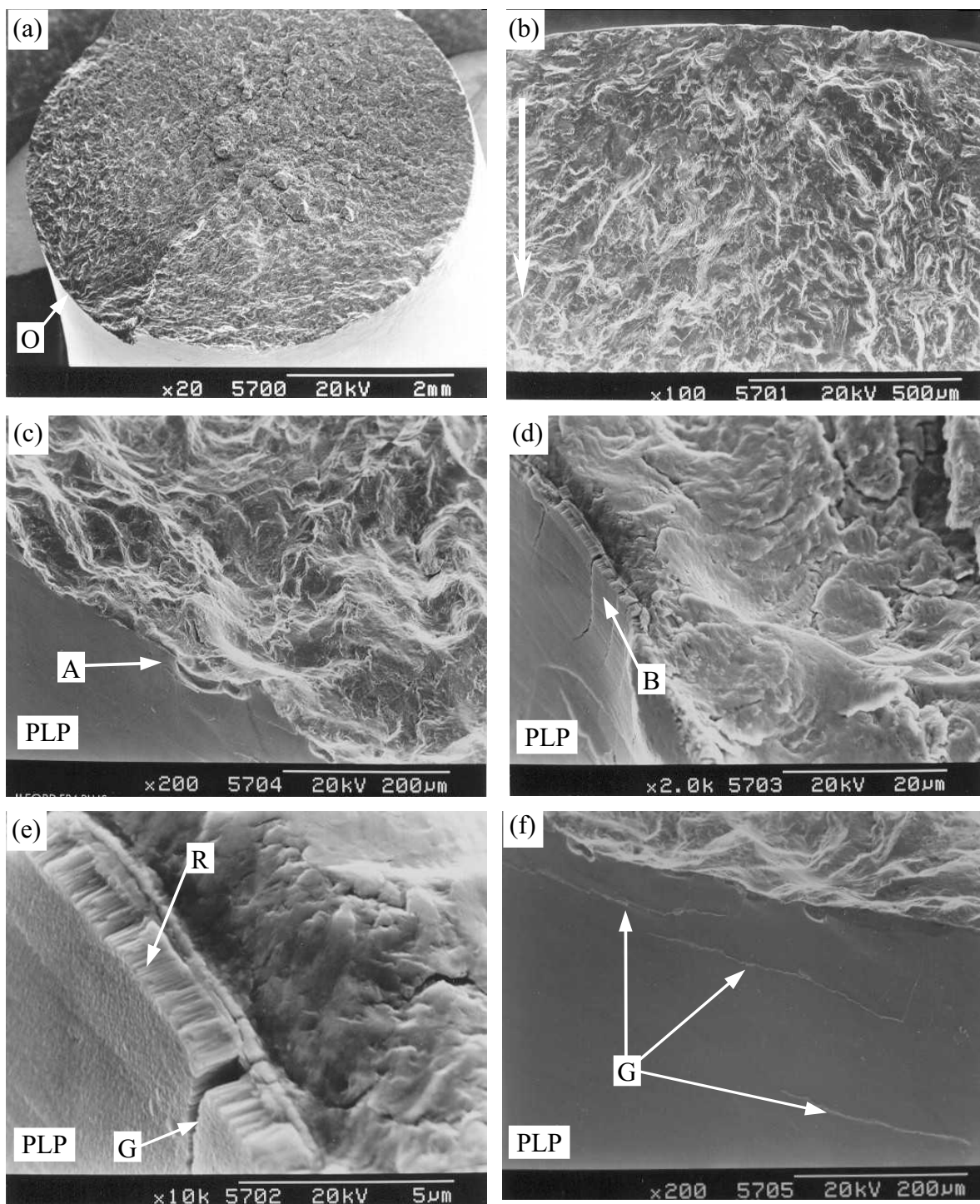


Fig. 111. Fotomicrografías obtenidas por MEB de una probeta de acero 316L recubierto con  $ZrN_{0.60}$  la cual ha sido ensayada a fatiga al aire a 490 MPa: (a) Vista general de la superficie de fractura; (b) inicio y propagación de la grieta; (c) inicio de la grieta por fatiga y vista de la pared lateral de la probeta; (d) Detalle A, Fig. 111c, del inicio de la grieta por fatiga; (e) Detalle B, Fig. 111d, del recubrimiento; (f) Vista de la pared lateral de la probeta.

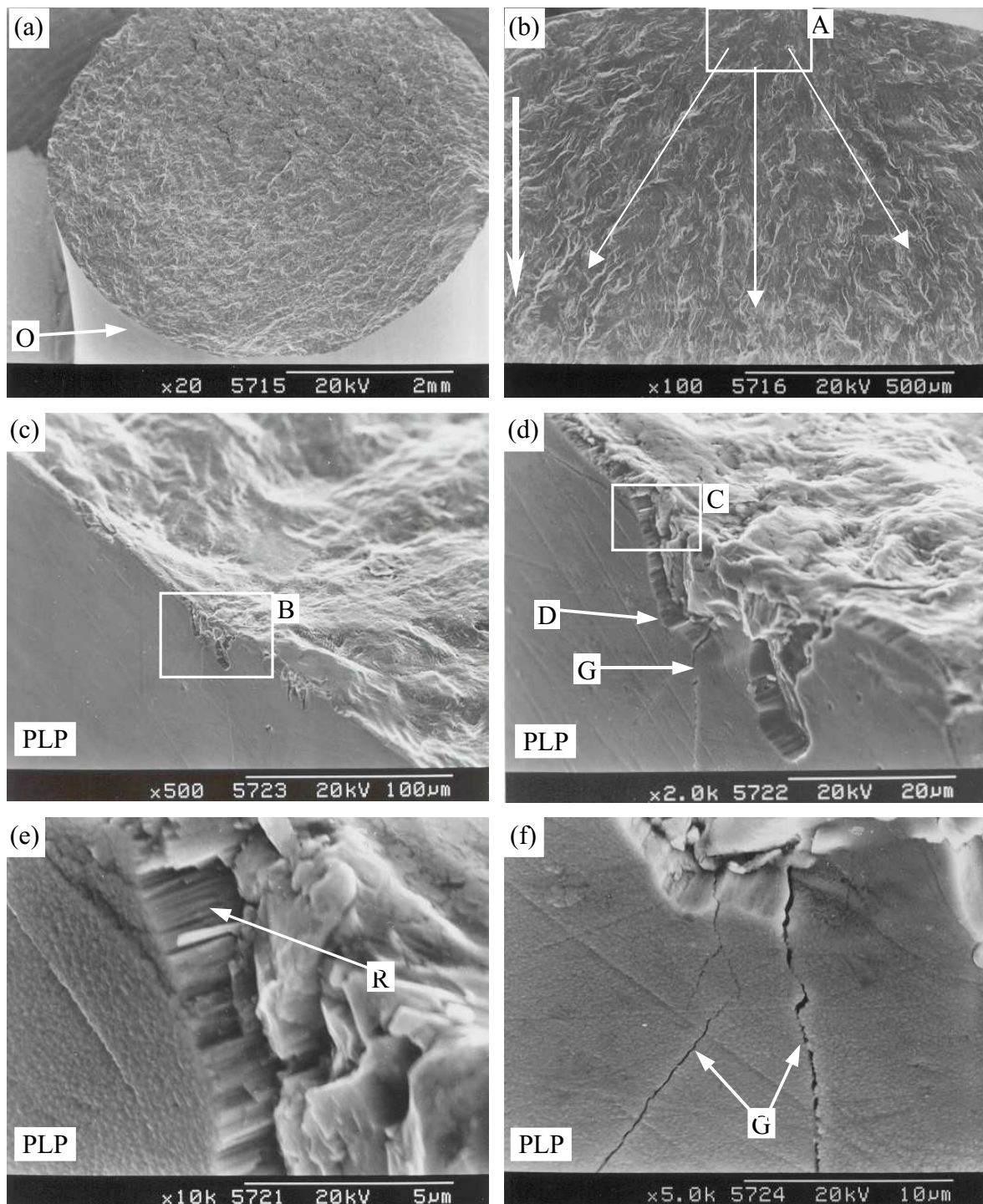


Fig. 112. Fotomicrografías obtenidas por MEB de una probeta de acero 316L recubierto con  $ZrN_{0.70}$  la cual ha sido ensayada a fatiga al aire a 460 MPa: (a) Vista general de la superficie de fractura; (b) Inicio y propagación de la grieta por fatiga; (c) Pared lateral de la probeta, adyacente al inicio de la grieta por fatiga; (d) Detalle B, Fig. 112c, del inicio de la grieta por fatiga; (e) Detalle C, Fig. 112d, del inicio de la grieta por fatiga; (f) Detalle D, Fig. 112d, del recubrimiento.

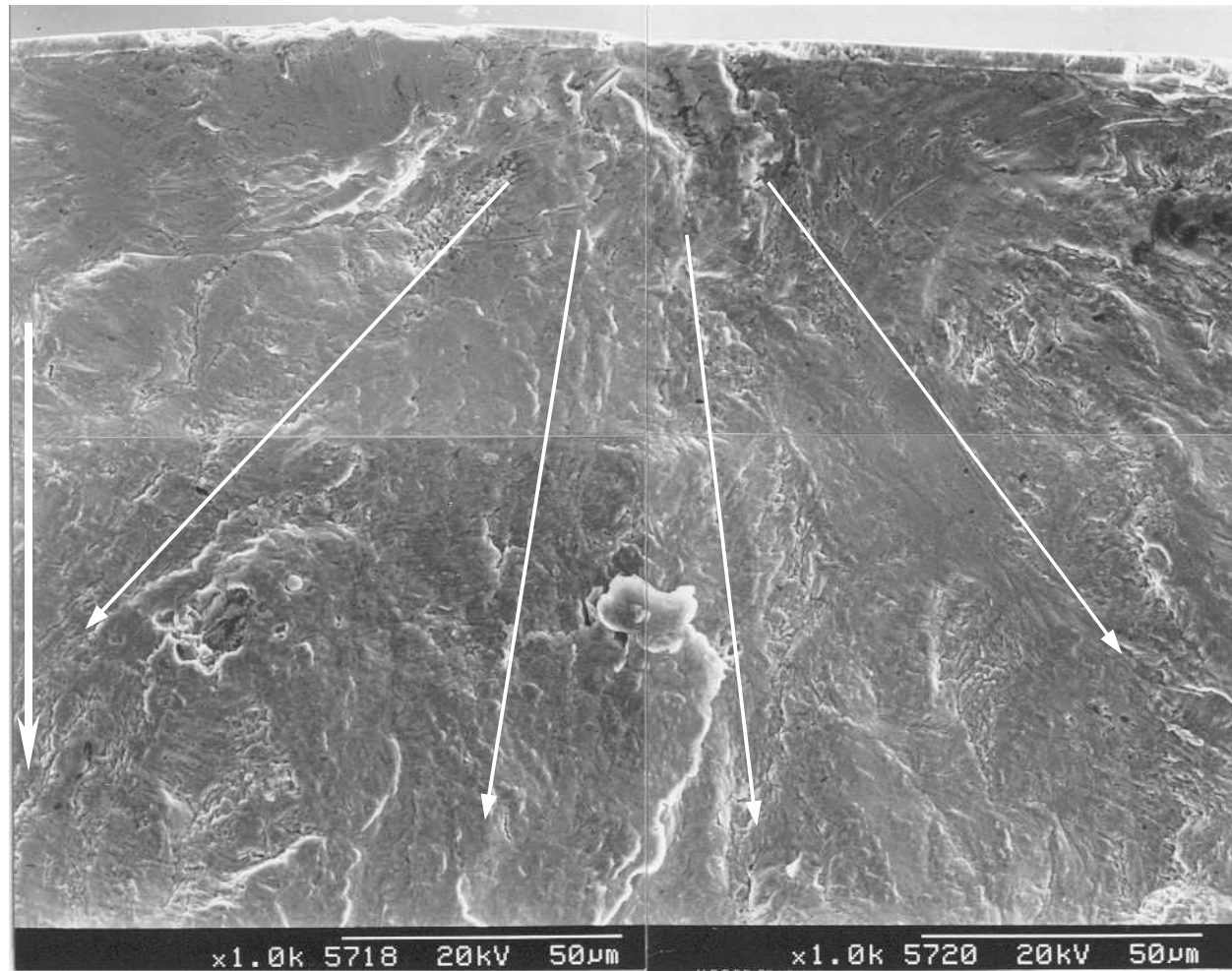


Fig. 113. Montaje de fotomicrografías obtenidas por MEB, del inicio de la grieta por fatiga en un de acero inoxidable 316L recubierta con  $ZrN_{0.70}$  de  $\sim 3 \mu m$  de espesor mediante bombardeo iónico. sido ensayada a fatiga al aire a 460 MPa (detalle A de Fig. 112b).

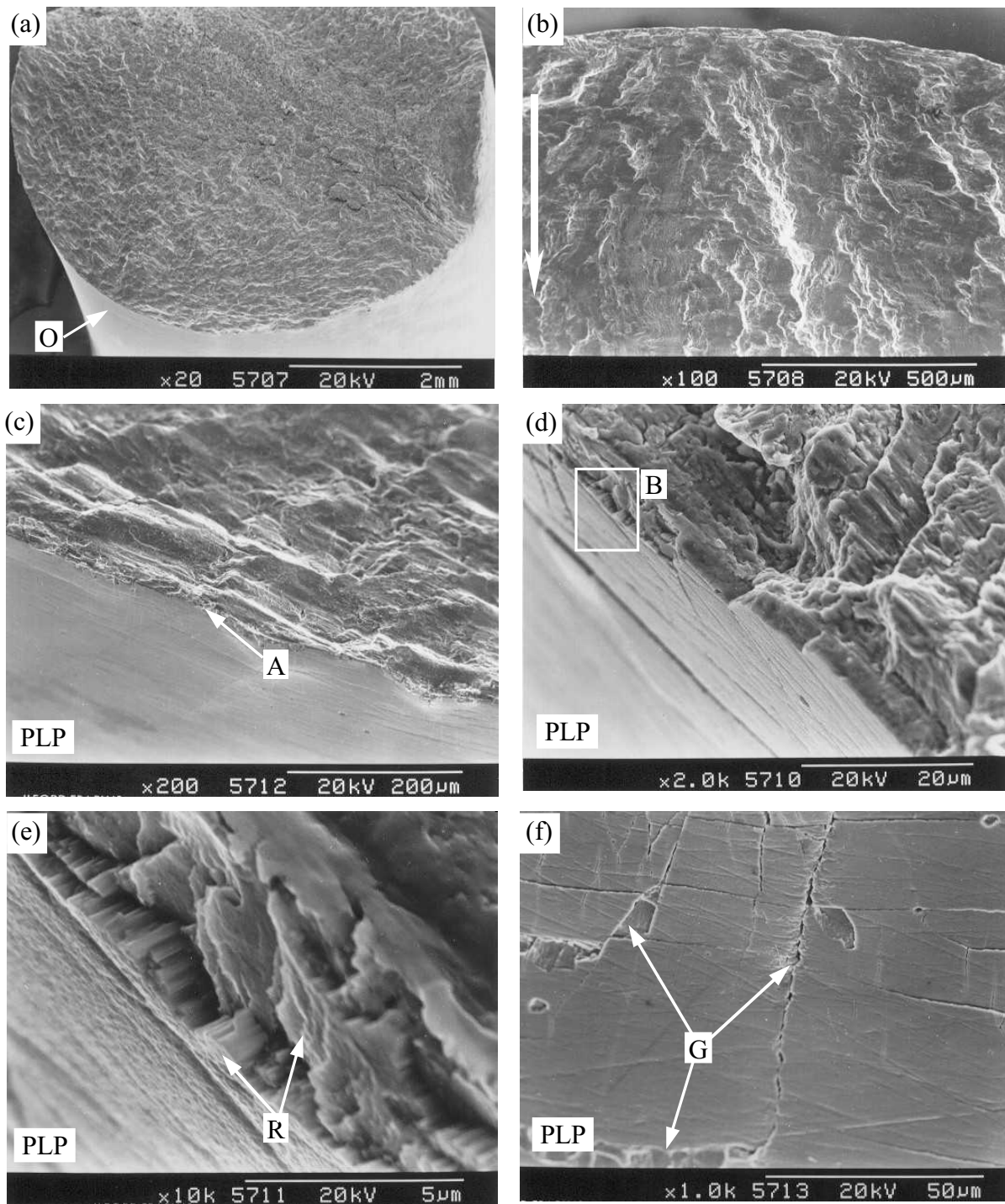


Fig. 114. Fotomicrografías obtenidas por MEB de una probeta de acero 316L recubierto con  $ZrN_{0.70}$  la cual ha sido ensayada a fatiga al aire a 490 MPa: (a) Vista general de la superficie de fractura; (b) Inicio y propagación de la grieta por fatiga; (c) Inicio de la grieta por fatiga; (d) Detalle A, Fig. 114c, de una región del inicio de la grieta por fatiga; (e) Detalle B, Fig. 114d, del recubrimiento; (f) vista de la pared lateral de la probeta próxima al inicio de la grieta de fatiga.

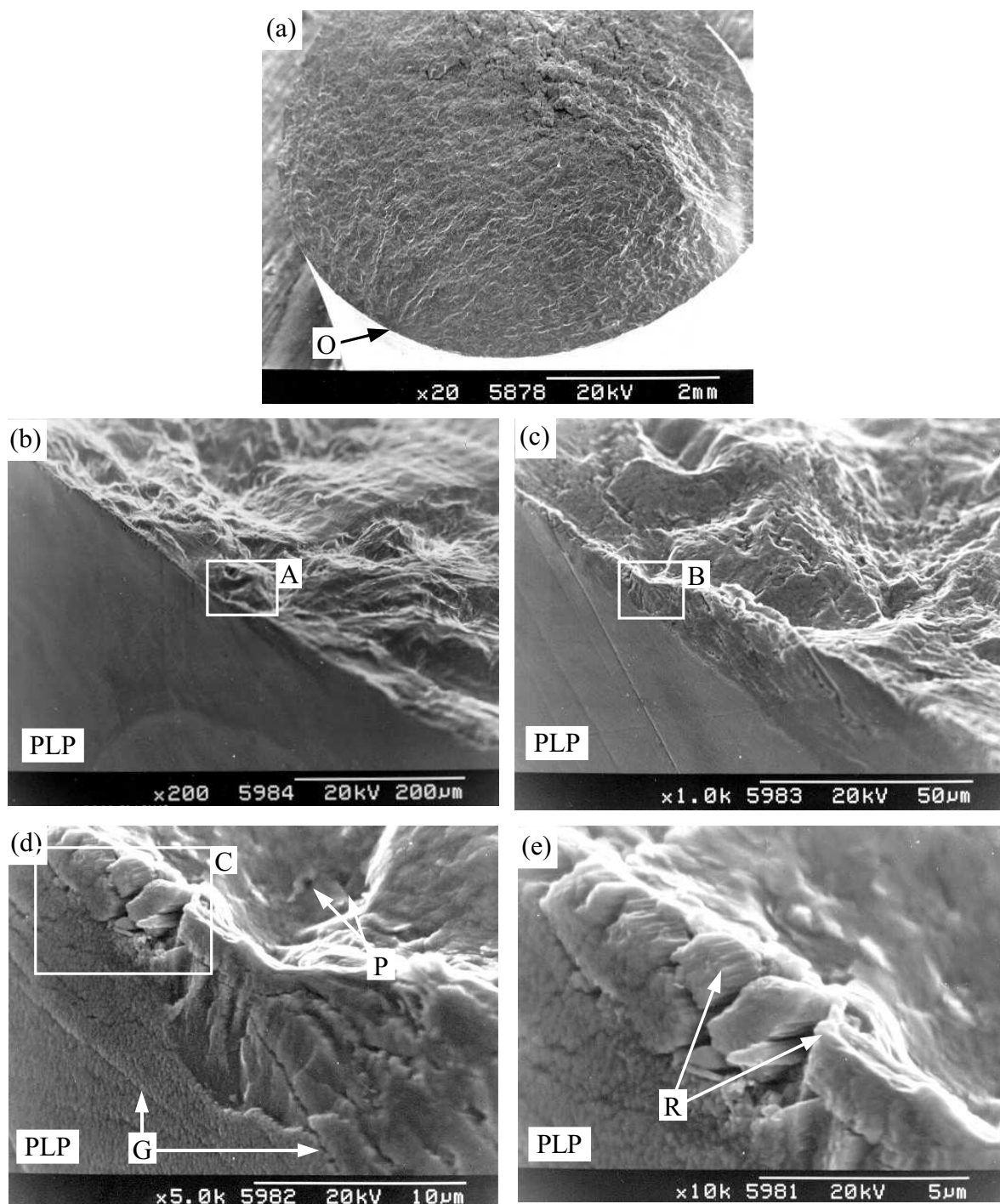


Fig. 115. Fotomicrografías obtenidas por MEB de una probeta de acero 316L recubierta con  $ZrN_{0,50}$  la cual ha sido ensayada a fatiga en un medio al 3 % en peso de NaCl a 460 MPa: (a) Vista general de la superficie de fractura; (b) Inicio y propagación de la grieta de fatiga; (c) Detalle A, Fig. 115b, del inicio de la grieta de fatiga; (d) Detalle B, Fig. 115c, de la pared lateral de la probeta adyacente al inicio de la grieta de fatiga; (e) Detalle C, Fig. 115d, del recubrimiento.

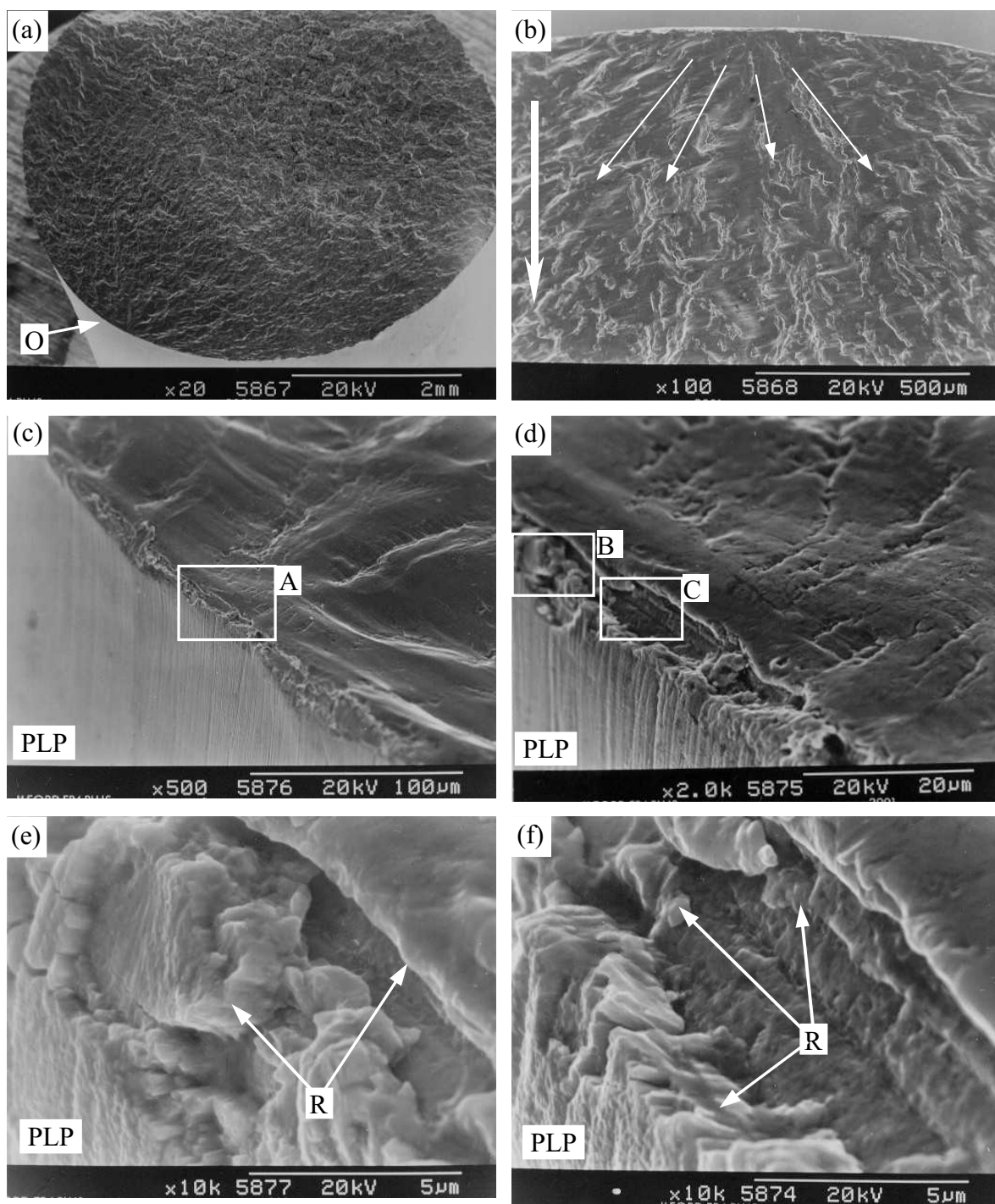


Fig. 116. Fotomicrografías obtenidas por MEB de una probeta de acero 316L recubierta con  $ZrN_{0,50}$  la cual ha sido ensayada a fatiga en un medio al 3 % en peso de NaCl a 490 MPa: (a) Vista general de la superficie de fractura; (b) Inicio y propagación de la grieta de fatiga, (c) Inicio de la grieta de fatiga; (d) Detalle A, Fig. 116c, del inicio de la grieta de fatiga; (e) Detalle B, Fig. 116d, de la zona de inicio de la grieta de fatiga; (f) Detalle C, Fig. 116d, de la zona de inicio de la grieta de fatiga.

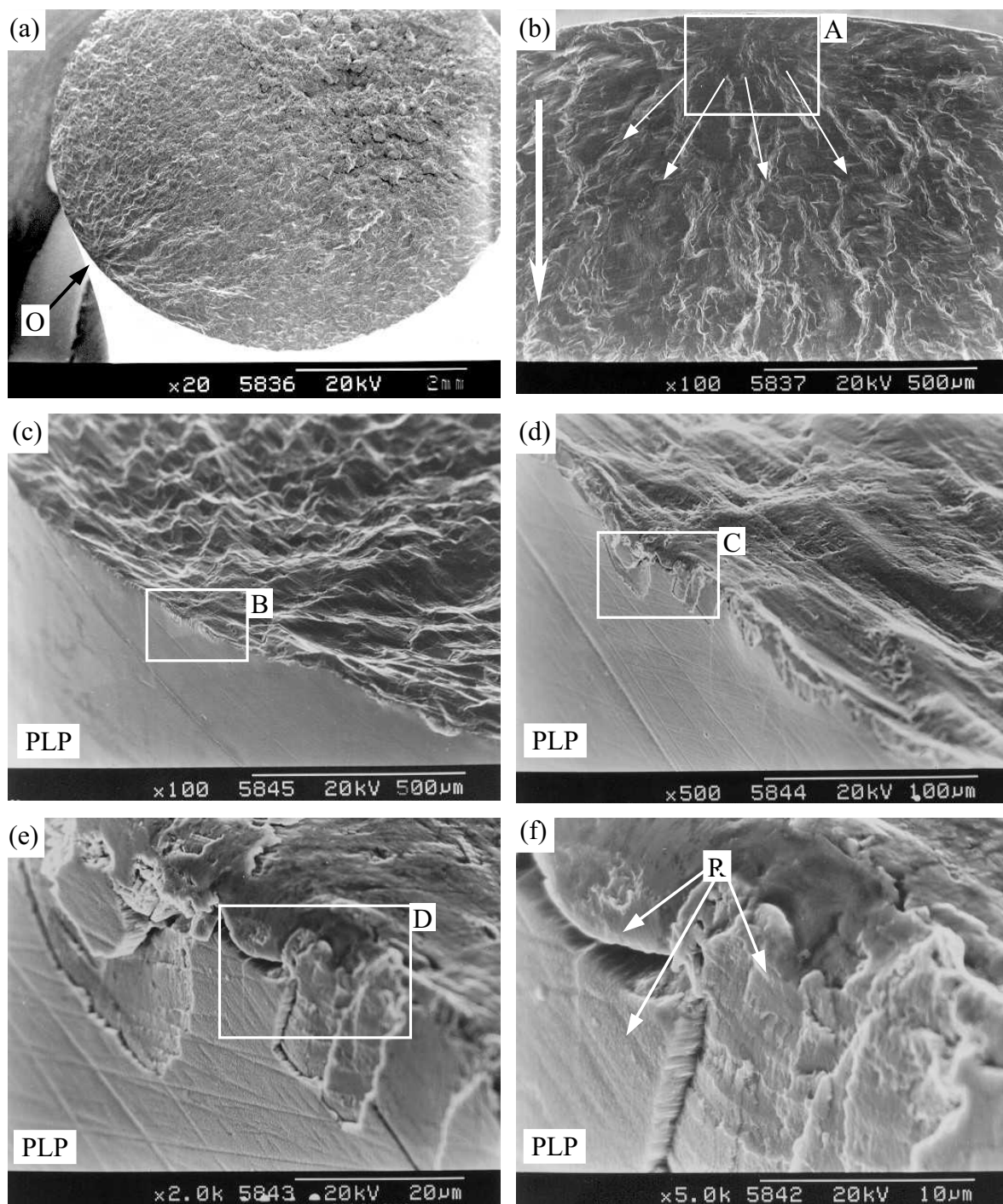


Fig. 117. Fotomicrografías obtenidas por MEB de una probeta de acero 316L recubierta con  $ZrN_{0,60}$  la cual ha sido ensayada a fatiga en un medio al 3 % en peso de NaCl a 460 MPa: (a) Vista general de la superficie de fractura; (b) Inicio y propagación de la grieta de fatiga, (c) Inicio de la grieta de fatiga; (d) Detalle B, Fig. 117c, del inicio de la grieta de fatiga; (e) Detalle C, Fig. 117d, de la pared de la probeta; (f) Detalle D, Fig. 117e, del recubrimiento.

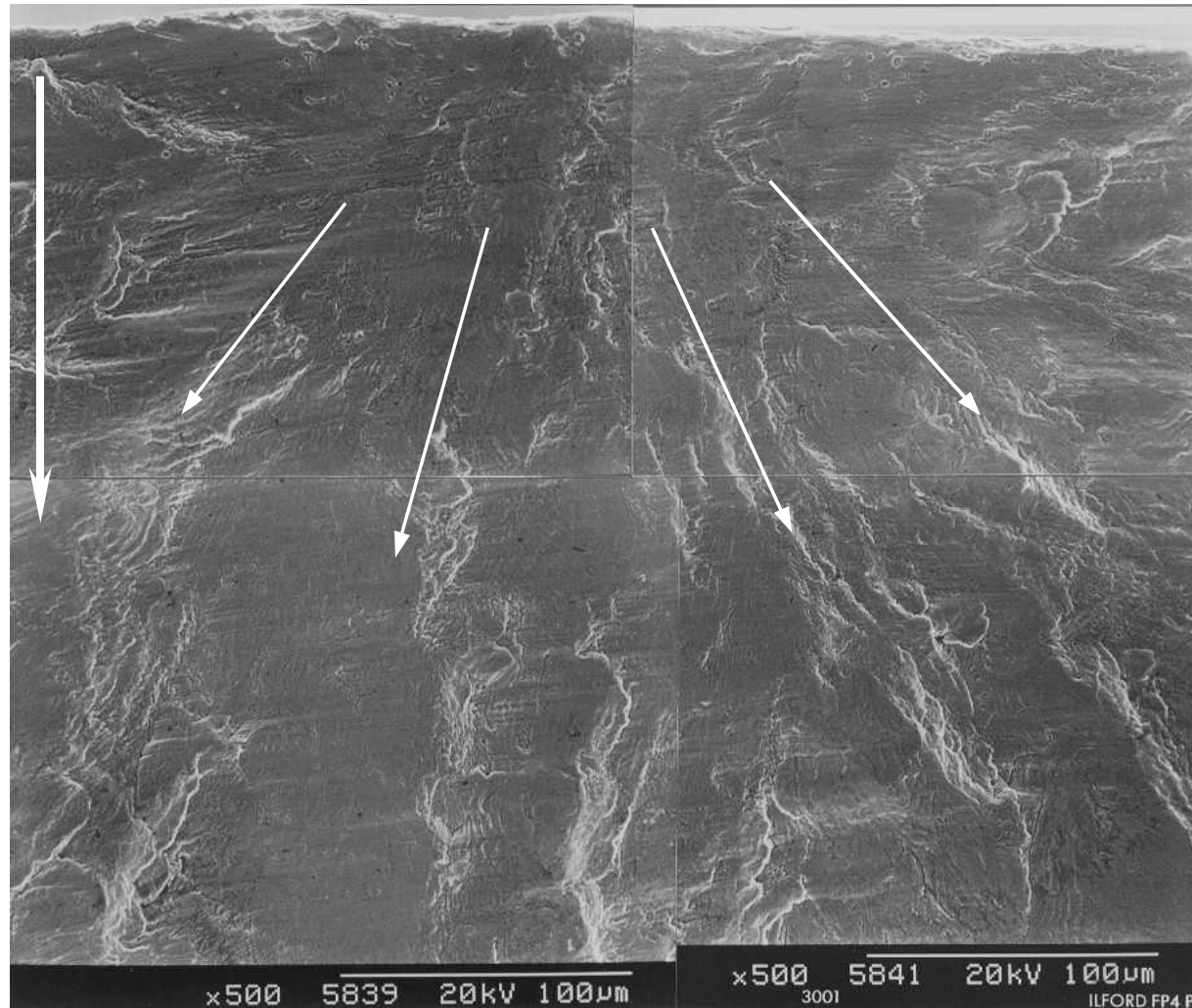


Fig. 118. Montaje de fotomicrografías obtenidas por MEB, del inicio de la grieta de fati probetas de acero inoxidable 316L recubierta con  $ZrN_{0,60}$  la cual ha sido ensayada a fatiga % en peso de NaCl a 460 MPa (detalle A de Fig. 117b).

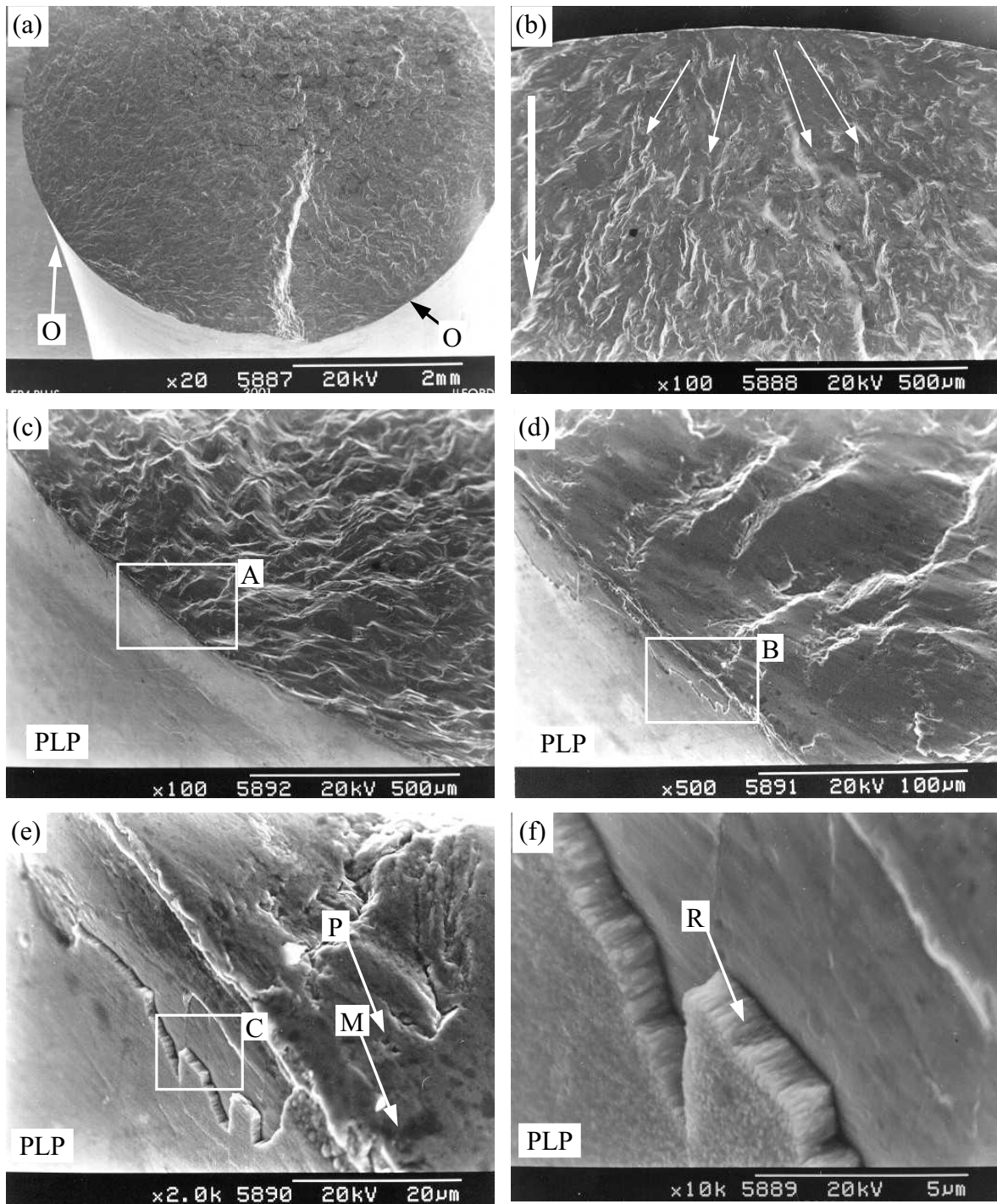


Fig. 119. Fotomicrografías obtenidas por MEB de una probeta de acero 316L recubierta con  $ZrN_{0.60}$  la cual ha sido ensayada a fatiga en un medio al 3 % en peso de NaCl a 490 MPa: (a) Vista general de la superficie de fractura; (b) Vista de planta del inicio y propagación de la grieta de fatiga; (c) Inicio y propagación de la grieta de fatiga; (d) Detalle A, Fig. 119c, del inicio de la grieta de fatiga; (e) Detalle B, Fig. 119d, de la pared de la probeta; (f) Detalle C, Fig. 119e, del recubrimiento.

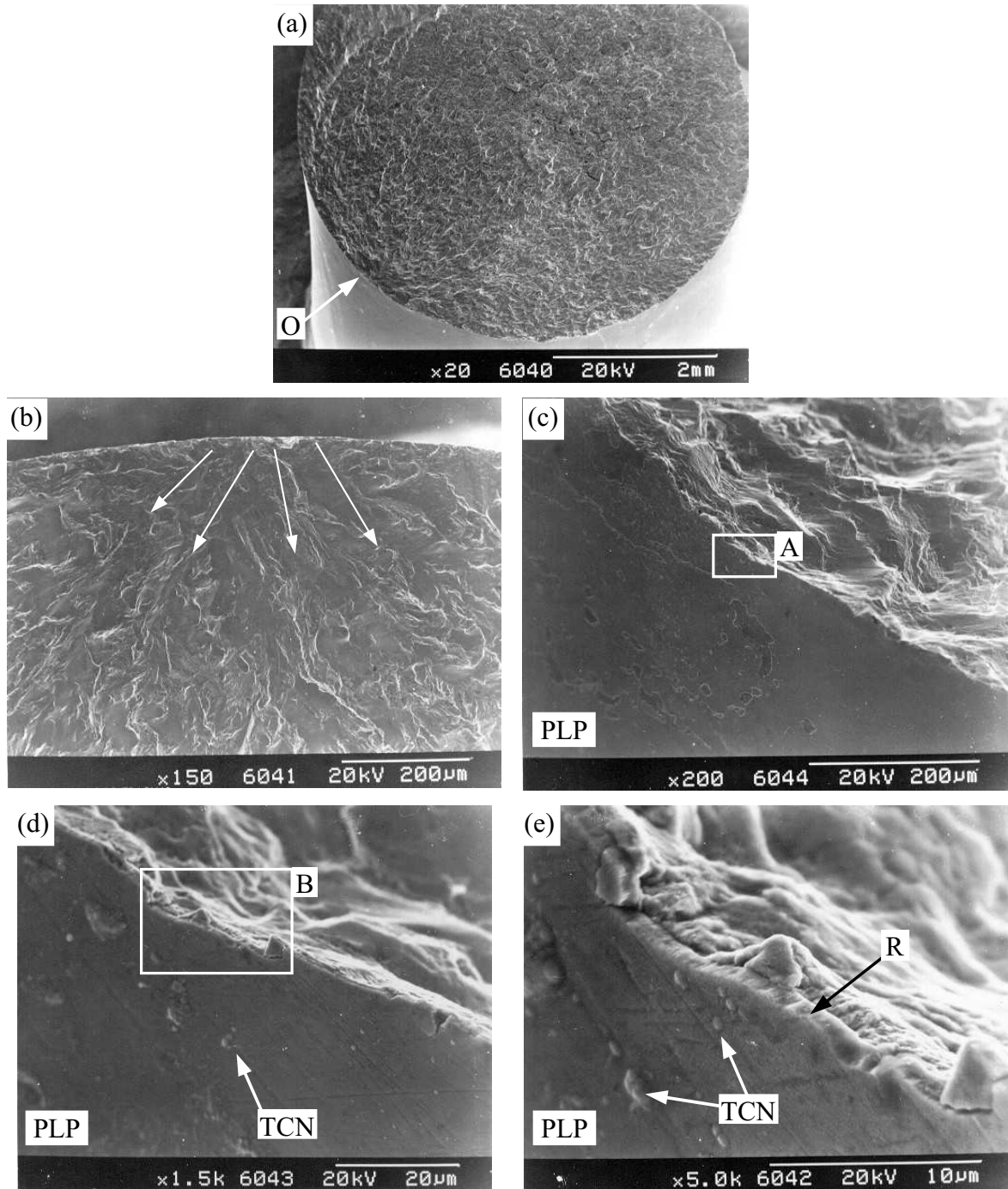


Fig. 120. Fotomicrografías obtenidas por MEB de una probeta de acero 316L recubierto con  $ZrN_{0,70}$  la cual ha sido ensayada a fatiga en un medio al 3 % en peso de NaCl a 460 MPa: (a) Vista general de la superficie de fractura; (b) Vista en planta del inicio y propagación de la grieta de fatiga; (c) Inicio de la grieta de fatiga y vista de la pared lateral de la probeta; (d) Detalle A, Fig. 120c, del inicio de la grieta; (e) Detalle B, Fig. 120d, del recubrimiento y la pared lateral de la probeta.

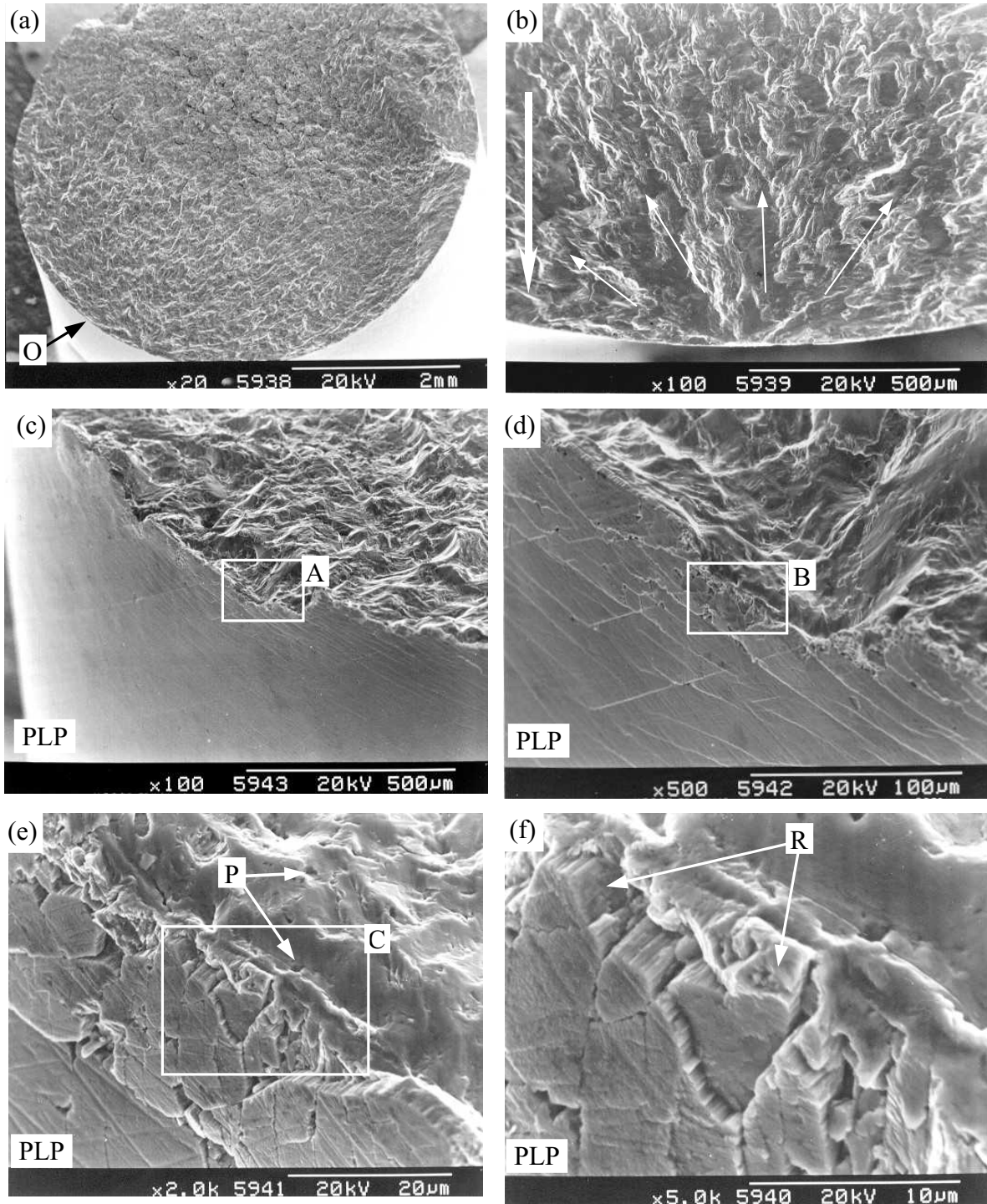


Fig. 121. Fotomicrografías obtenidas por MEB de una probeta de acero 316L recubierto con  $ZrN_{0,70}$  la cual ha sido ensayada a fatiga en un medio al 3 % en peso de NaCl a 490 MPa: (a) Vista general de la superficie de fractura; (b) Vista en planta del inicio y propagación de la grieta de fatiga; (c) Pared lateral de la probeta, adyacente al inicio de la grieta de fatiga; (d) Detalle A, Fig. 121c, del inicio de la grieta de fatiga; (e) Detalle B, Fig. 121d, del inicio de la grieta de fatiga; (f) Detalle C, Fig. 121e, de la pared lateral de la probeta adyacente al inicio de la grieta de fatiga.

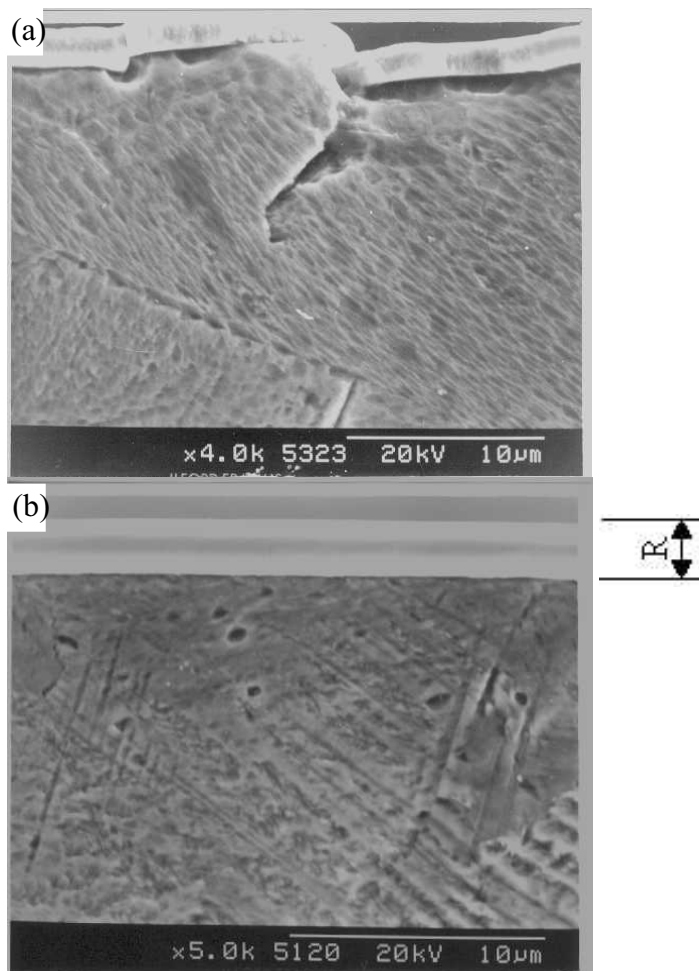


Fig. 122. Fotomicrografías de probetas que fallaron por fatiga y preparadas longitudinalmente: (a)  $TiN_{0,65}$  ensayada a 460 MPa, (b)  $TiN_{0,75}$  ensayada a 460 MPa.

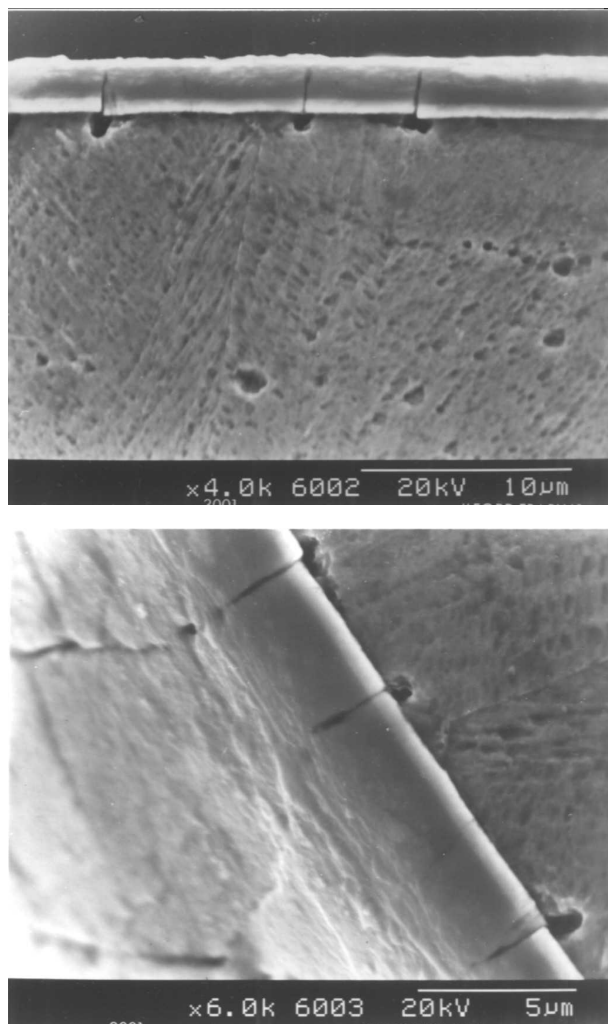


Fig. 123. Fotomicrografías de una probeta que falló por fatiga en un medio al 3 % en peso de NaCl y preparadas longitudinalmente: (a y b) ZrN<sub>0,60</sub> ensayada a 490 MPa.

La Fig. 88 corresponde al sustrato recubierto con  $\text{TiN}_{0,55}$  ensayado a fatiga al aire a 460 MPa. En las Figs. 88a-b se observa que la grieta por fatiga tiene una única zona de inicio (O), ya que las líneas radiales que indican su dirección de propagación parten desde un mismo sitio. La Fig. 88c corresponde al inicio de la grieta en la cual también se presenta la pared lateral de la probeta, PLP, destacándose que aunque la grieta tiene un sólo punto de inicio, en el borde de la misma el recubrimiento está marcadamente fracturado. En la Fig. 88d, detalle B de la Fig. 88c, se observa a mayor aumento la fractura del recubrimiento. En la Fig. 88e, detalle C de la Fig. 88d, se observa que el recubrimiento se desprendió del sustrato y que parte de este recubrimiento queda adherido al sustrato, lo cual es conocido como decohesión; y se observa la estructura columnar del recubrimiento. En la Fig. 88f se observan varias grietas circunferenciales en el recubrimiento adyacente a la zona de inicio de la grieta. En la Fig. 89 se presenta un montaje del inicio de la grieta (detalle A de Fig. 88b), el cual presenta una superficie de fatiga típica de los sustratos dúctiles, tal como es el caso del 316L.

La Fig. 90 corresponde al sustrato recubierto con  $\text{TiN}_{0,55}$  ensayado a fatiga al aire a 490 MPa. En las Figs. 90a-b se observa que la grieta tiene una zona con varios inicios ya que las líneas que definen su trayectoria son paralelas entre si, lo cual es diferente para el mismo material ensayado a un esfuerzo alternante de 460 MPa. En la Fig. 90c se observa que en el recubrimiento están presente varias grietas. En la Fig. 90d, detalle A de la Fig. 90c, se observa parte de la zona con varios sitios de inicio de la grieta, destacándose que los mismos están asociados a los puntos donde existe desprendimiento del recubrimiento. Esta observación permite sugerir que la grieta se forma en el recubrimiento y luego se transfiere al sustrato. En la Fig. 90e, detalle B de la Fig. 90d, se observa que parte del recubrimiento

se desprendió del sustrato. En la Fig. 90f, detalle C de la Fig. 90e, se observan varias grietas en el recubrimiento así como su desprendimiento del sustrato.

La Fig. 91 corresponde al sustrato recubierto con  $\text{TiN}_{0,65}$  ensayado al aire a 460 MPa. En las Figs. 91a-b se observa que la grieta tiene una zona de inicio, al igual que para el sustrato recubierto con  $\text{TiN}_{0,55}$  ensayado al aire a 460 MPa. La Fig. 91c corresponde al punto de inicio de la grieta, en la cual se observa nódulos aparentando una estructura tipo “cáscara” de naranja y desprendimiento de varios nódulos. En la Fig. 91d, detalle B en la Fig. 91c, se observa a mayor aumento, que el recubrimiento se desprendió del sustrato. En la Fig. 92, detalle A de la Fig. 91b, se presenta un montaje del inicio de la grieta, en el cual se observa que esta comenzó a propagarse desde un punto único.

La Fig. 93 corresponde al sustrato recubierto con  $\text{TiN}_{0,65}$  ensayado al aire a 490 MPa. En las Figs. 93a-b se observa que aparentemente la grieta tiene un sólo inicio. En la Fig. 93c se observa que en el recubrimiento está presente una grieta que pasa por la zona de inicio de la misma. En la Fig. 93d, detalle A de la Fig. 93c, se observa que en la grieta existe desprendimiento del recubrimiento. En la Fig. 93e, detalle B de la Fig. 93c, se observa que en la zona de inicio de la grieta existe un marcado desprendimiento de recubrimiento, mayor que el observado para el mismo recubrimiento ensayado al aire a 460 MPa. En la Fig. 93f, detalle C de la Fig. 93e, se observa que existe desprendimiento de recubrimiento y que parte del mismo permanece adherido a la probeta.

La Fig. 94 corresponde al sustrato recubierto con  $\text{TiN}_{0,75}$  ensayado al aire a 470 MPa. En las Figs. 94a-b se observa que la grieta tiene un sólo punto de inicio. La Fig. 94c corresponde a dicho punto y se observa que en la pared lateral existen grietas muy marcadas. En la Fig. 94d, detalle B de la Fig. 94c, se observa a mayor aumento, la zona de inicio de la grieta. En la Fig. 94e, detalle C de la Fig. 94d, se observa que la zona de inicio

de la grieta tiene su origen en un sitio donde se observa desprendimiento de recubrimiento. En la Fig. 94f, detalle D en la Fig. 94e, se aprecia que el recubrimiento se desprendió del sustrato y que en el mismo recubrimiento existe una grieta longitudinal a la probeta sin transferirse al sustrato. En la Fig. 95, detalle A de la Fig. 94b, se presenta un montaje del punto de inicio de la grieta en el cual se observa que aparentemente la grieta también tiene un sólo punto de inicio.

La Fig. 96 corresponde al sustrato recubierto con  $\text{TiN}_{0,75}$  ensayado al aire a 500 MPa. En las Figs. 96a-b se observa que la grieta tiene una zona con varios puntos de inicio ya que las líneas que definen la trayectoria de la misma son aproximadamente paralelas entre sí. En la Fig. 96c, detalle A de la Fig. 96b, se observa claramente que desde el recubrimiento se originan varias grietas. En la Fig. 96d, detalle B de la Fig. 96c, se observa que existe un marcado agrietamiento en el recubrimiento y que la grieta se transfirió desde el este hacia el sustrato. En la Fig. 96e, detalle C de la Fig. 96d, se observa a mayor aumento que el recubrimiento presenta un agrietamiento muy marcado en comparación con las otras probetas estudiadas, lo cual se atribuye a que el ensayo fue realizado a un esfuerzo superior al de fluencia del sustrato.

La descripción del estudio fractográfico para las probetas recubiertas tanto con  $\text{TiN}_x$  ensayado a fatiga en un medio corrosivo como también con  $\text{ZrN}_y$  ensayadas a fatiga al aire y en un medio corrosivo, se presenta de forma igual a lo descrito detalladamente para las probetas recubiertas con  $\text{TiN}_x$  ensayadas a fatiga al aire. Así, en lo que continúa se hace mención a los detalles más relevantes.

Los conjuntos de sustrato +  $\text{TiN}_x$  ensayados a fatiga-corrosión generalmente presentan una zona con varios inicios de la grieta de fatiga (Figs. 97a-b, 99a-b, 100a-b, 102a-b, 103a-b y 105a-b). En las Figs. 97c-e, 99c-e, 100c y e, 102c y 105c-d se observan

grietas en los recubrimientos y desprendimiento de los mismos. En las Figs. 97e, 99f, 100e se observa claramente desprendimiento de recubrimiento y que parte de éste queda adherido al sustrato. En las Figs. 100c-e y 103c-d se observa que en la periferia de la superficie de fractura el recubrimiento está marcadamente fracturado. En la Fig. 100d y 100e se observa claramente que la grieta se transfirió al sustrato. En las Figs. 97f y 100f se observa que el recubrimiento presenta una estructura columnar.

En las Fig. 100 y 103 correspondientes a los conjuntos de sustrato + recubrimiento  $\text{TiN}_{0,65}$  y  $\text{TiN}_{0,75}$  ensayados en un medio corrosivo a 460 MPa respectivamente, se observa que dicha grieta se transfirió desde el recubrimiento al sustrato, aunque esta propagación es de forma más marcada para la probeta ensayada Fig. 97 y 99.

En la Fig. 100 correspondiente al sustrato recubierto con  $\text{TiN}_{0,65}$  ensayado en un medio corrosivo a 460 MPa, se pueden observar que el recubrimiento está marcadamente fracturado, lo cual no se observó para el mismo material ensayado al aire a 460 y 490 MPa. En la Fig. 101 correspondiente al mismo conjunto, se pueden observar una grieta que se propagan perpendicularmente al plano de la superficie de fractura, la cual se asume que se propagó desde el recubrimiento ya que el mismo está marcadamente fracturado tal como se presenta en la Fig. 100e.

En la Fig. 102d correspondiente al sustrato recubierto con  $\text{TiN}_{0,65}$  ensayado en un medio corrosivo a 490 MPa se observan grietas en el recubrimiento que son longitudinales al eje de la probeta y que se transfieren al sustrato, las cuales quedan en dirección normal a la superficie de fractura, tal como se presentó en el mismo recubrimiento ensayado a 460 MPa (Fig. 91).

En la Fig. 103 correspondiente al sustrato recubierto con  $\text{TiN}_{0,75}$  ensayado en un medio corrosivo a 460 MPa, se pueden observar que el recubrimiento está marcadamente

fracturado, lo cual no se observó para el mismo material ensayado al aire a 460 MPa, aunque se puede decir que esto se observa para los recubrimiento de  $\text{TiN}_{0,55}$  (Fig. 97d) y  $\text{TiN}_{0,65}$  (Fig. 100e) ensayados en el medio corrosivo a 460 MPa.

En la Fig. 104 correspondiente al substrato recubierto con  $\text{TiN}_{0,75}$  ensayado en un medio corrosivo a 460 MPa se presenta un montaje del inicio de la grieta por fatiga, en la cual se observa que la grieta, efectivamente, presenta varios sitio de inicio, y que existen grietas normal al plano de la superficie de fractura, al igual que lo observado para el recubrimiento de  $\text{TiN}_{0,65}$  ensayado en un medio corrosivo a 460 y 490 MPa.

En Fig. 105 correspondiente al substrato recubierto con  $\text{TiN}_{0,75}$  ensayado en un medio corrosivo a 490 MPa, se observa en el recubrimiento grietas circunferencial (Fig. 105c), que uno de los inicios de la grieta tiene su origen en una zona donde existe desprendimiento del recubrimiento (Fig. 105e); que la superficie de fractura del recubrimiento es lisa, lo cual es difiere a las otras superficies de las probetas estudiadas.

En Los conjuntos de substrato +  $\text{ZrN}_y$  ensayados a fatiga al aire se presenta una zona con varios inicios de la grieta de fatiga (Figs. 106a-b, 109a-b y 112a-b); en las Figs. 109c, 111f y 114d-e se observan grietas en los recubrimientos; en las Figs. 106c-e, 107c-d, 112c-f y 114d-e se observa desprendimiento de los recubrimientos y que parte del mismo queda adherido al substrato; y en las Figs. 106f, 107f, 109f, 111d-e, 112e y 114e se observa que el recubrimiento tiene una estructura columnar.

En la Fig. 106e correspondiente al substrato recubierto con  $\text{ZrN}_{0,50}$  ensayado al aire a 450 MPa, se observa desprendimiento del recubrimiento y que parte del mismo queda adherido al substrato, y que una zona del recubrimiento adyacente al inicio presenta una morfología tipo “cáscara” de naranja, lo cual indica que este desprendimiento pudo propiciar después de iniciada la grieta de fatiga.

En la Fig. 107f correspondiente al substrato recubierto con  $ZrN_{0,50}$  ensayado al aire a 480 MPa, se observa la continuidad de la superficie de fractura desde el recubrimiento al substrato lo cual es atípica la forma en que se propagó el inicio dicha grieta, y que la superficie de fractura del recubrimiento es columnar.

En la Figs. 108a-b correspondiente al substrato recubierto con  $ZrN_{0,50}$  ensayado al aire a 450 y 480 MPa respectivamente, se observa que el primero presenta una superficie de fractura lisa o aplastada por el constante martilleo de las dos caras de la grieta, y la segunda una estructura típica de una zona de inicio de fatiga.

En la Fig. 109d-e correspondiente al substrato recubierto con  $ZrN_{0,60}$  ensayado al aire 460 MPa, se observa que en el borde de la pared lateral de la probeta el recubrimiento está marcadamente fracturado. En la Fig. 110, detalle A en la Fig. 109b, se observa una grieta en dirección normal a la superficie de fractura.

En la Fig. 111 correspondiente al substrato recubierto con  $ZrN_{0,60}$  ensayado al aire 490 MPa, se observan dos zonas de inicio de grietas destacándose un escalón formado cuando ambas grietas se unen (Fig. 111a); la presencia de una grieta longitudinal en el recubrimiento, la cual se observa (Fig. 111e) que la grieta se transfirió al substrato de forma más marcada que para el mismo recubrimiento ensayado a 460 MPa.

En la Figs. 112e y 114e correspondientes al substrato recubierto con  $ZrN_{0,70}$  ensayado al aire a 460 y 490 MPa respectivamente, se observa en ambas que en la zona donde existe desprendimiento del recubrimiento queda una capa del mismo adherido al substrato; así, en el recubrimiento se pueden distinguir dos capas; en la Figs. 112f y 114f se observan grietas longitudinales en la pared lateral de la probeta.

En Los conjuntos de substrato +  $ZrN_y$  ensayados a fatiga-corrosión generalmente se presenta una zona con varios inicios de la grieta de fatiga (Figs. 115a, 116a-b, 117a-b,

120a-b y 121a-b); en las Figs. 115d-e y 121d-f se observan grietas en los recubrimientos; en las Figs. 115d, 116e-f, 117e-f, 119e-f y 121e-f se observa desprendimiento de los recubrimientos y que parte del mismo queda adherido al substrato; y en las Figs. 115e, 116f, 117f, 119f, 120e y 121e-f se observa que el recubrimiento tiene una estructura columnar.

En la Fig. 115 y 116 correspondiente al substrato recubierto con  $ZrN_{0,50}$  ensayada en un medio corrosivo a 460 y 490 MPa respectivamente, se observan varias grietas en el recubrimiento, desprendimiento de éste, picaduras en el substrato causadas por el medio corrosivo y un marcado agrietamiento en el borde de la superficie de fractura indicando que aparentemente la grieta se transfirió desde el recubrimiento como en el mismo recubrimiento ensayado al aire a 450 MPa.

La Fig. 117 corresponde al substrato recubierto con  $ZrN_{0,60}$  ensayado en un medio corrosivo a 460 MPa, en el cual se observa que en el borde de la probeta está marcadamente fracturado (Fig. 117d), se observa que existe desprendimiento del recubrimiento, que parte de este queda adherido al substrato y que la grieta probablemente se transfirió desde el recubrimiento al substrato (Fig. 117e-f). En la Fig. 118, detalle A de la Fig. 117b, se presenta un montaje del inicio de la grieta, en el cual se observa que la grieta comenzó a propagarse a partir de una zona.

La Fig. 119 corresponde al substrato recubierto con  $ZrN_{0,60}$  ensayado en un medio corrosivo a 490 MPa, se observa que la grieta tiene dos zonas de inicio al igual que para el mismo recubrimiento ensayado al aire a 490 MPa; además, que en la zona del inicio de la grieta existe un marcado desprendimiento de recubrimiento y en el substrato se observan picaduras y manchas causadas por el medio corrosivo (Fig. 119e) tal como se presenta en el mismo material ensayado en el medio corrosivo a 460 MPa.

La Fig. 120 corresponde al sustrato recubierto con  $ZrN_{0,70}$  ensayado en un medio corrosivo a 460 MPa, en el cual se observa que en zona de inicio de la grieta y en la pared lateral de la probeta se observan varios nódulos (Fig. 120d), que el inicio de la grieta está asociada a los nódulos tipo “cáscara” de naranja y que la superficie de fractura del recubrimiento es columnar, lo cual no se observó para el mismo recubrimiento ensayado al aire a 460 y 490 MPa.

La Fig. 121 corresponde al sustrato recubierto con  $ZrN_{0,70}$  ensayado en un medio corrosivo a 490 MPa, en la cual se observa que la grieta se transfirió desde el recubrimiento al sustrato (Fig. 121d), que el recubrimiento presenta un agrietamiento muy marcado y que existen picaduras que pueden ser el resultado de desprendimiento de nódulos tal como se presenta en la Fig. 120d-e correspondiente al mismo recubrimiento ensayado a 460 MPa; se observa claramente que el recubrimiento ha fracturado y que parte del mismo queda adherido al sustrato (Fig. 120f) tal como se evidenció para el mismo recubrimiento ensayado al aire a 490 MPa, y que en el sustrato se observan picaduras como consecuencia de la exposición al medio corrosivo.

Todas las observaciones anteriores apuntan en que cada inicio de la grieta de fatiga tiene su origen en estos recubrimientos y que subsecuentemente la misma se transfiere al sustrato. En tal sentido, en las Fig. 122a correspondientes a los conjuntos sustrato + recubrimiento de  $TiN_{0,65}$ ; y Figs. 123 corresponde al sustrato recubierto con  $ZrN_{0,60}$  ensayado en un medio corrosivo a 490 MPa se observan grietas en el recubrimiento y que las mismas no se transfirieron al sustrato, lo cual confirma que la grieta inicia en el recubrimiento.

Por otro lado, se puede concluir que las propiedades mecánicas del recubrimiento son mayores que las del sustrato ya que se encontró que el primero presenta una dureza

muy superior a la del segundo y que estos conjuntos substrato + recubrimiento presentan un incremento en el esfuerzo de fluencia con respecto al substrato; por otro lado, se pudo determinar que la morfología de los recubrimientos es columnar y que la grieta de fatiga en los recubrimientos se propagó intergranularmente.

En este sentido, se encontró que estos recubrimientos tienen esfuerzos residuales de compresión, lo cual confiere a los mismos mayor capacidad de soportar sollicitaciones alternantes; es decir, producen incrementos en el comportamiento a la fatiga.

Adicionalmente, en el estudio fractográfico no se encontró evidencias que demuestren la existencia de defectos intrínsecos en los recubrimientos, los cuales sean capaces de nuclear la grieta de fatiga.

Finalmente, las consideraciones anteriores están de acuerdo con los conceptos expuestos en otros estudios de Saruky *et al.* [1989], Parameswaran & Immarigeon [1992], Herr *et al.* [1993], Hotta *et al.* [(1994) y (1995)], Kolkman [1995], Ferreira *et al.* [1997] y Su *et al.* [1998a-c y 1999a-b] referentes a estos tipos de recubrimientos.

## 5. DISCUSIÓN DE RESULTADOS

### 5.1 Determinación de la dureza absoluta de los recubrimientos y su relación con la resistencia mecánica de los mismos.

Uno de los aspectos fundamentales del presente trabajo ha sido la determinación de la dureza absoluta de algunos de los recubrimientos estudiados mediante un análisis hasta ahora obviado en la literatura, cual es la incorporación del efecto del tamaño de la huella (o de la carga aplicada en el ensayo de dureza), en la evaluación de la dureza intrínseca del recubrimiento. La ecuación de dureza propuesta por Thomas [1987], Ec. (3), señala claramente que la dureza constituye una pseudo propiedad mecánica, en el sentido que el valor de la misma depende de la carga que se utilice para su evaluación, y por ende, del tamaño de la huella que la aplicación de dicha carga induce. La hipótesis de la presente investigación es que tal dependencia es válida tanto para el material que constituye el recubrimiento como para el sustrato.

Sin embargo, tal como se ha presentado en los capítulos anteriores, la evaluación de la dureza absoluta de un recubrimiento constituye una tarea compleja ya que cuando la carga es aplicada al conjunto sustrato-recubrimiento, y especialmente para recubrimientos delgados (1-5  $\mu\text{m}$ ), el resultado que se obtiene representa una medida que proviene en parte de las propiedades de cada uno de los materiales involucrados en el sistema, razón por la cual al valor de dureza medido se le denomina comúnmente “dureza compuesta”.

Esta circunstancia ha llevado al desarrollo de un cierto número de modelos tales como los propuestos por Jönsson y Hogmark [1984], Chicot y Lesage [1995] y Korsunsky *et al.* [1998], tendientes a separar las contribuciones a la dureza compuesta que aportan tanto el recubrimiento como el sustrato, partiendo de la hipótesis anteriormente formulada

por Bückle [1965, 1973] en el sentido que la dureza compuesta sigue una ley de mezclas, dependiente tanto de las durezas intrínsecas o absolutas como de las fracciones volumétricas del recubrimiento y del sustrato.

En el presente trabajo, no solo se han analizado los valores de la dureza compuesta a través de cada uno de estos modelos sino que además se ha incorporado el efecto señalado por Thomas [1984], lo cual hace más complicado el análisis ya que además de separar las contribuciones individuales de dureza provenientes del recubrimiento y del sustrato, se toma en consideración que tales contribuciones dependen de la carga aplicada, para los fines de la estimación de la dureza compuesta, enfoque hasta ahora no publicado en la literatura.

Por lo tanto, ya que la dureza absoluta del recubrimiento es solo una estimación derivada del modelo particular que se emplee para separar las contribuciones individuales del recubrimiento y del sustrato, es de esperarse que se deriven valores diferentes para cada modelo, tal como se puede apreciar claramente en la Tablas 15-17. Sin embargo, a fin de intentar una racionalización de los resultados experimentales, también es importante señalar que de los tres modelos de dureza compuesta analizados, fue el propuesto por Korsunsky *et al.* [1998] el que permitió una descripción más satisfactoria de los datos experimentales, al menos en términos de la minimización de la suma de cuadrados entre dichos datos y su predicción. Por lo tanto, sería razonable utilizar los resultados del citado modelo como las estimaciones más satisfactorias de la dureza absoluta de los recubrimientos estudiados.

De esta forma, la Tabla 17 indica que a medida que el contenido de nitrógeno en el compuesto subestequiométrico aumenta, la dureza absoluta del recubrimiento también incrementa, tendencia que es igualmente indicada por los otros dos modelos, aunque la

magnitud de los valores de dureza absoluta predichos por el modelo de Jönsson y Hogmark [1984] son muy inferiores los predichos por los otros dos modelos. Asimismo, aún cuando no puede hacerse una comparación directa de la dureza absoluta del recubrimiento de  $ZrN_{0,60}$  con los recubrimientos de  $TiN_x$ , también se observa que de acuerdo a los modelos de Chicot y Lesage [1995], y Korsunsky *et al.* [1998], la dureza absoluta del compuesto a base de Zr tiene un valor intermedio entre aquellos reportados para  $TiN_{0,55}$  y  $TiN_{0,75}$ , tal como cabría esperarse *a priori*, ya que la literatura reporta valores de dureza semejantes para ambos tipos de compuestos.

Sin embargo, el modelo de Jönsson y Hogmark [1984] indica una tendencia completamente distinta, señalando que el compuesto de Zr tendría una mayor dureza absoluta que cualquiera de los compuestos a base de Ti, resultado que, en nuestra opinión, cuestiona la validez de las predicciones de dicho modelo. Por lo tanto, como punto de partida del análisis y discusión de nuestros resultados experimentales se admitirán como válidos los valores de dureza absoluta derivados del modelo de Korsunsky *et al.* [1998], lo cuales son razonablemente corroborados por el modelo de Chicot y Lesage [1995].

La literatura del comportamiento mecánico de materiales señala que para metales y aleaciones existe una relación lineal entre su dureza y resistencia mecánica, en el sentido que a medida que la primera aumenta, también incrementa la segunda. Igualmente, dado que la resistencia a la fatiga (y más específicamente el límite de fatiga) también incrementa a medida que aumenta la resistencia mecánica, sería de interés evaluar si a partir de los datos de resistencia mecánica obtenidos tanto para el substrato como para las muestras recubiertas, a partir de los ensayos de tracción, se pudiese estimar la resistencia mecánica de los materiales recubiertos y evaluar si dicha resistencia se puede correlacionar con los

valores de dureza absoluta calculados previamente a partir del modelo de Korsunsky *et al.* [1998].

La hipótesis de partida para la estimación de la resistencia mecánica de cada uno de los recubrimientos es que la resistencia a la fluencia de las muestras recubiertas se puede expresar a partir de la resistencia a la fluencia de la película y del sustrato mediante una simple ley de mezclas, de tal manera que:

$$\sigma_c = f_r \sigma_r + (1 - f_r) \sigma_s \quad (31)$$

Donde  $\sigma_c$  representa el esfuerzo de fluencia del material recubierto,  $\sigma_r$  la resistencia mecánica de la película de recubrimiento,  $\sigma_s$  el esfuerzo de fluencia del sustrato y  $f_r$  la fracción de área del recubrimiento en la sección transversal de la muestra de tracción. Teniendo en consideración el espesor de cada recubrimiento determinado a partir de las mediciones de calotest reportadas en la Tablas 4 y 5, los valores del esfuerzo de fluencia reportados en las Tablas 18-24 y un diámetro nominal para la probeta de tracción de 6,25 mm, los resultados que se obtendrían del análisis se resumen en la Tabla 62.

Los resultados de dicha Tabla, los cuales incluyen el valor de la dureza absoluta derivada del modelo de Korsunsky *et al.* [1998] de algunos de los recubrimientos, indican que la resistencia mecánica de los compuestos de  $\text{TiN}_x$  varían aproximadamente entre 20,4-27,5 GPa, mientras que los de  $\text{ZrN}_y$  varían aproximadamente entre 19,4-32 GPa. En el primer caso, no se manifiesta una tendencia clara entre la resistencia mecánica y el contenido de nitrógeno en el compuesto, mientras que en el segundo la tendencia indica que la resistencia mecánica disminuye a medida que el contenido de nitrógeno aumenta,

resultado absolutamente contrario al esperado, teniendo en consideración el efecto que el contenido de nitrógeno debería producir en dicha resistencia.

Tabla 62. Parámetros para la determinación de la resistencia mecánica de los distintos recubrimientos, conjuntamente con su dureza absoluta calculada a partir del modelo de Korsunsky et al. [1998].

| Recubrimiento       | $t$ ,<br>m | $c_s$ ,<br>MPa | $H_F$ ,<br>GPa | $f_r$                 | $r_s$ ,<br>MPa |
|---------------------|------------|----------------|----------------|-----------------------|----------------|
| TiN <sub>0,55</sub> | 3,0        | 538            | 20,859         | $1,92 \times 10^{-3}$ | 26047          |
| TiN <sub>0,65</sub> | 3,53       | 550            | 21,435         | $2,26 \times 10^{-3}$ | 27535          |
| TiN <sub>0,75</sub> | 3,60       | 535            | 40,736         | $2,30 \times 10^{-3}$ | 20489          |
| ZrN <sub>0,50</sub> | 1,29       | 515            | ---            | $8,25 \times 10^{-3}$ | 32001          |
| ZrN <sub>0,60</sub> | 2,56       | 525            | 22,792         | $1,64 \times 10^{-3}$ | 22487          |
| ZrN <sub>0,70</sub> | 2,14       | 515            | ---            | $1,37 \times 10^{-3}$ | 19492          |

Estos resultados concuerdan bastante bien con aquellos reportados en la literatura, en el sentido que estos recubrimientos poseen una resistencia mecánica del orden de 20-30 GPa. Sin embargo, también es importante señalar que la estimación realizada en el presente trabajo depende sensiblemente tanto del espesor de la película como del esfuerzo de fluencia obtenido a partir de los ensayos de tracción. Como ilustración, basta señalar que debido a la magnitud tan pequeña de la fracción de área del recubrimiento, una variación de  $\pm 0,1 \mu\text{m}$  en un espesor de aproximadamente  $3,53 \mu\text{m}$ , genera diferencias del orden de  $\pm 1000 \text{ MPa}$  en el cálculo de la resistencia mecánica del compuesto, mientras que la misma variación en el espesor para un recubrimiento de  $1,29 \mu\text{m}$ , genera cambios en la resistencia mecánica del orden de  $\pm 2600 \text{ MPa}$ .

Sí se tiene en consideración que la deposición de los recubrimientos se llevó a cabo en un reactor a escala industrial y que debido a la naturaleza del proceso de deposición el espesor del recubrimiento pudiese haber variado de muestra en muestra y de posición en posición en cada espécimen, se concluye que el presente análisis solo puede proveer de manera razonablemente confiable un orden de magnitud de la resistencia mecánica de cada recubrimiento, haciéndose muy difícil estimar racionalmente la dependencia de dicha resistencia con el contenido de nitrógeno de cada compuesto subestequiométrico.

La evaluación de los escasos datos que se disponen para tratar de establecer una relación entre la dureza absoluta del recubrimiento y la resistencia mecánica estimada de la manera antes señalada, indicaría la existencia de una correspondencia completamente inesperada entre ambos parámetros, tal como se presente en la Fig. 124, la cual sugiere que tales propiedades podrían describirse mediante una relación paramétrica simple del tipo:

$$r = k_1 - k_2 H_r^{k_3} \quad (32)$$

donde  $k_1 = 20,87$ ,  $k_2 = 2,65 \times 10^7$  y  $k_3 = 5$ . Esta relación aparentemente anómala tendría que atribuirse necesariamente a la incertidumbre en la determinación del valor de la resistencia mecánica del recubrimiento debido a las causas antes señaladas, ya que de acuerdo a lo indicado por Tabor [2000], la relación entre la dureza Vickers y la resistencia a la fluencia, al menos para materiales que se endurecen por deformación, debería describirse mediante una ecuación del tipo:

$$\frac{VHN}{K} \quad (33)$$

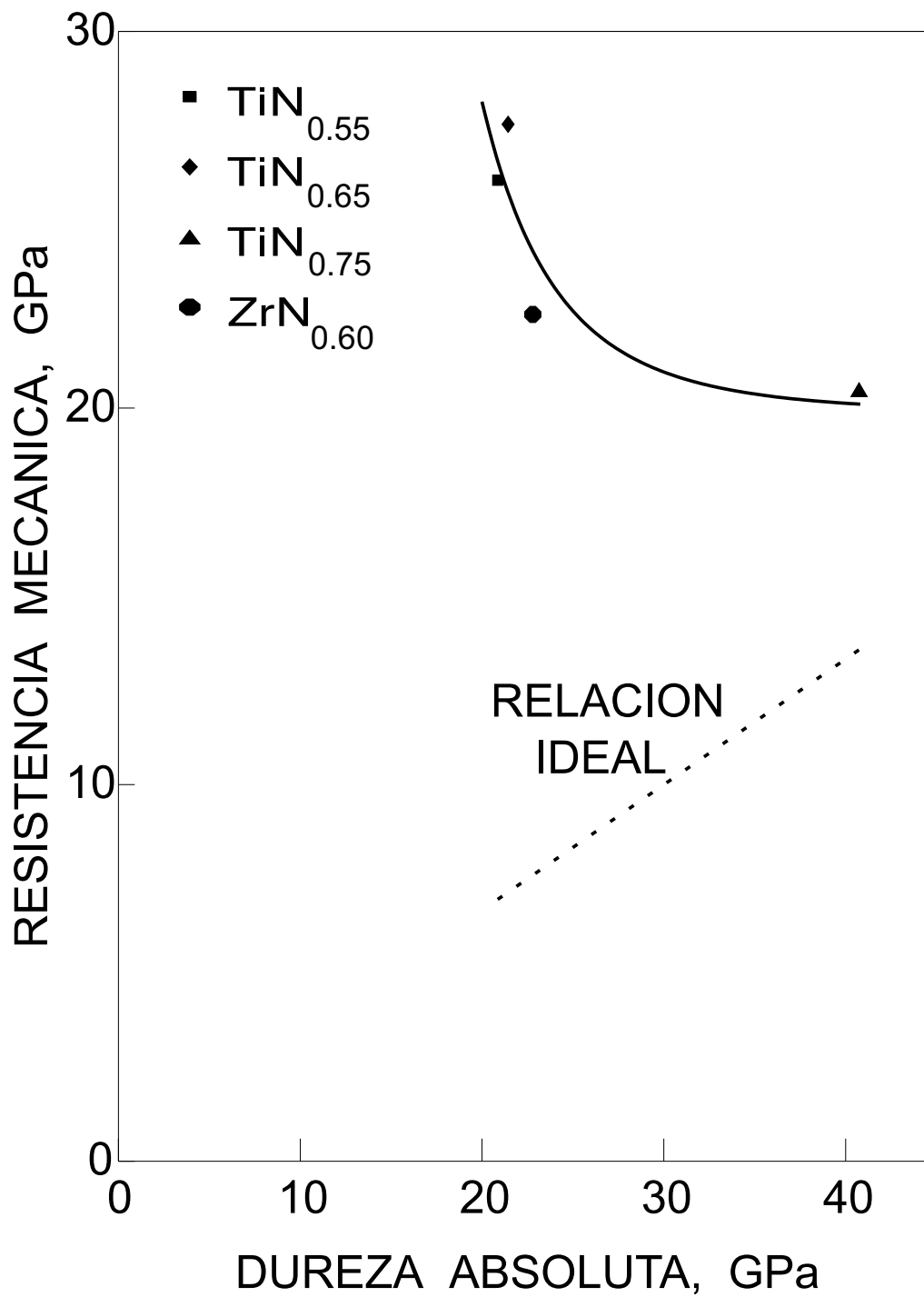


Fig. 124. Dependencia de la resistencia mecánica de los compuestos de  $\text{TiN}_x$  y  $\text{ZrN}_y$ , de su dureza. Adicionalmente se ilustra la relación ideal para metales y aleaciones.

Donde  $K$  representa una constante cuyo valor se encuentra entre 2,9-3. Se ratifica, por lo tanto, que los datos experimentales disponibles aunque permiten determinar el orden de magnitud de la resistencia mecánica de los recubrimientos, no hacen posible su diferenciación racional en función de su respectiva estequiometría. En consecuencia, se sugiere adoptar los valores de dureza absoluta derivados de la aplicación del modelo de Korsunsky *et al.* [1998] como un parámetro más confiable de evaluación de la resistencia mecánica de tales películas, lo que además sería consistente con lo esperado en cuanto al efecto del contenido de nitrógeno en cada compuesto.

## 5.2 Incremento de la resistencia a la fatiga de los materiales recubiertos.

Uno de los resultados más importantes que se han derivado en el presente trabajo es el incremento en la vida a la fatiga que se obtiene cuando el metal base es recubierto con este tipo de películas duras, aspecto que entre otras cosas, debe estar relacionado con la resistencia mecánica de estos, esfuerzos residuales presentes y su espesor. Sin embargo, la racionalización de este conjunto de parámetros para explicar los resultados obtenidos no es del todo fácil, por lo que en el presente trabajo solo se propone una mera hipótesis.

Sin lugar a dudas, a medida que aumenta la resistencia mecánica de un material, incrementa su resistencia a la fatiga, por lo que habría que esperar que a medida que aumenta el contenido de nitrógeno en cada uno de los compuestos, y por consiguiente a medida que aumenta su dureza absoluta (resistencia mecánica), el incremento en la vida a la fatiga debe ser mayor. Esta racionalización se cumple para casi todos los recubrimientos ensayados en fatiga al aire, tal como se ilustra en las Figs. 125 y 126, excepto para las películas de  $ZrN_{0,60}$  y  $ZrN_{0,70}$  en las cuales existe una inversión de esta tendencia. El mayor

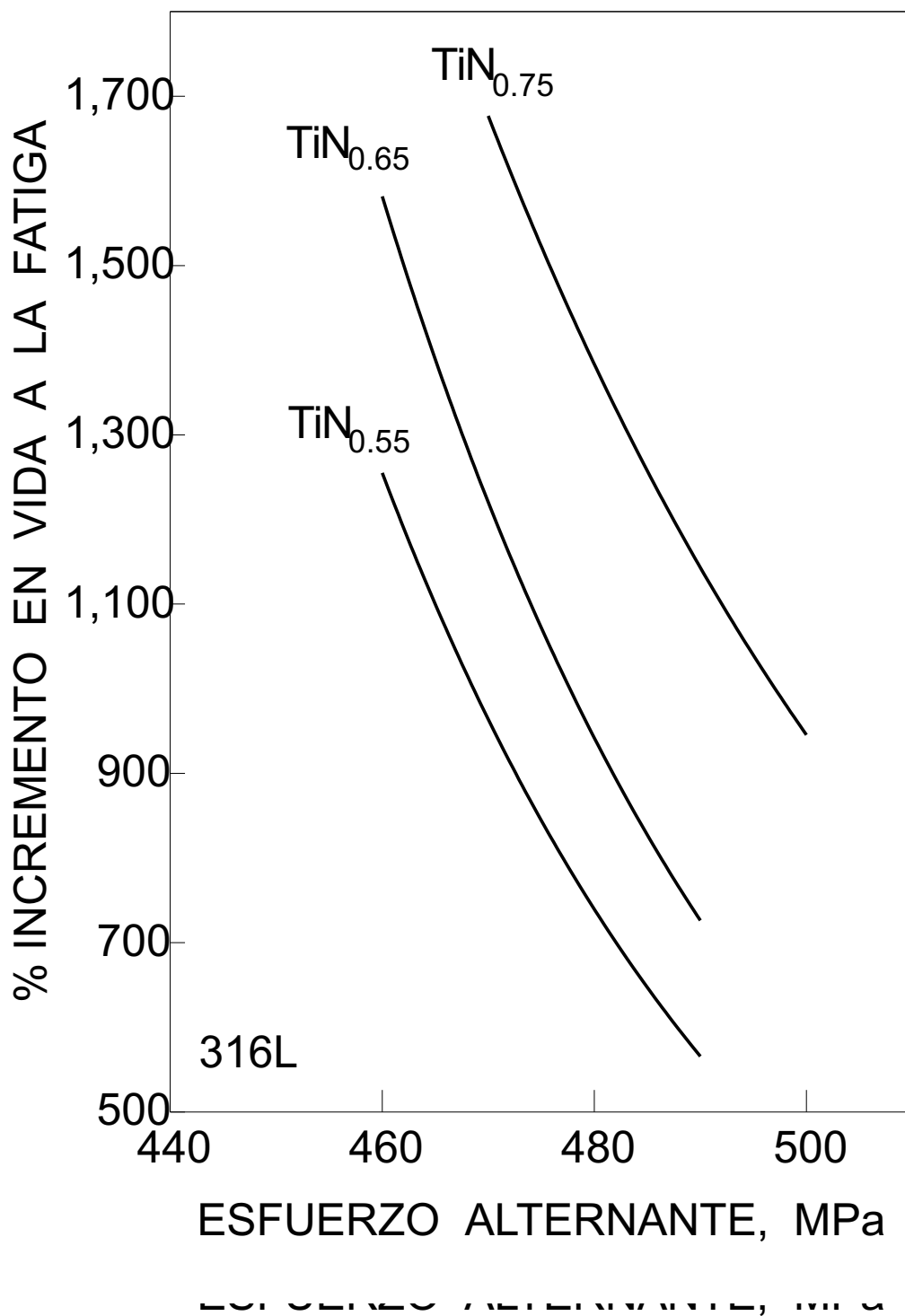


Fig. 125. % de incremento de la vida a la Fatiga al aire en función del esfuerzo alternante para los compuestos de  $TiN_x$ .

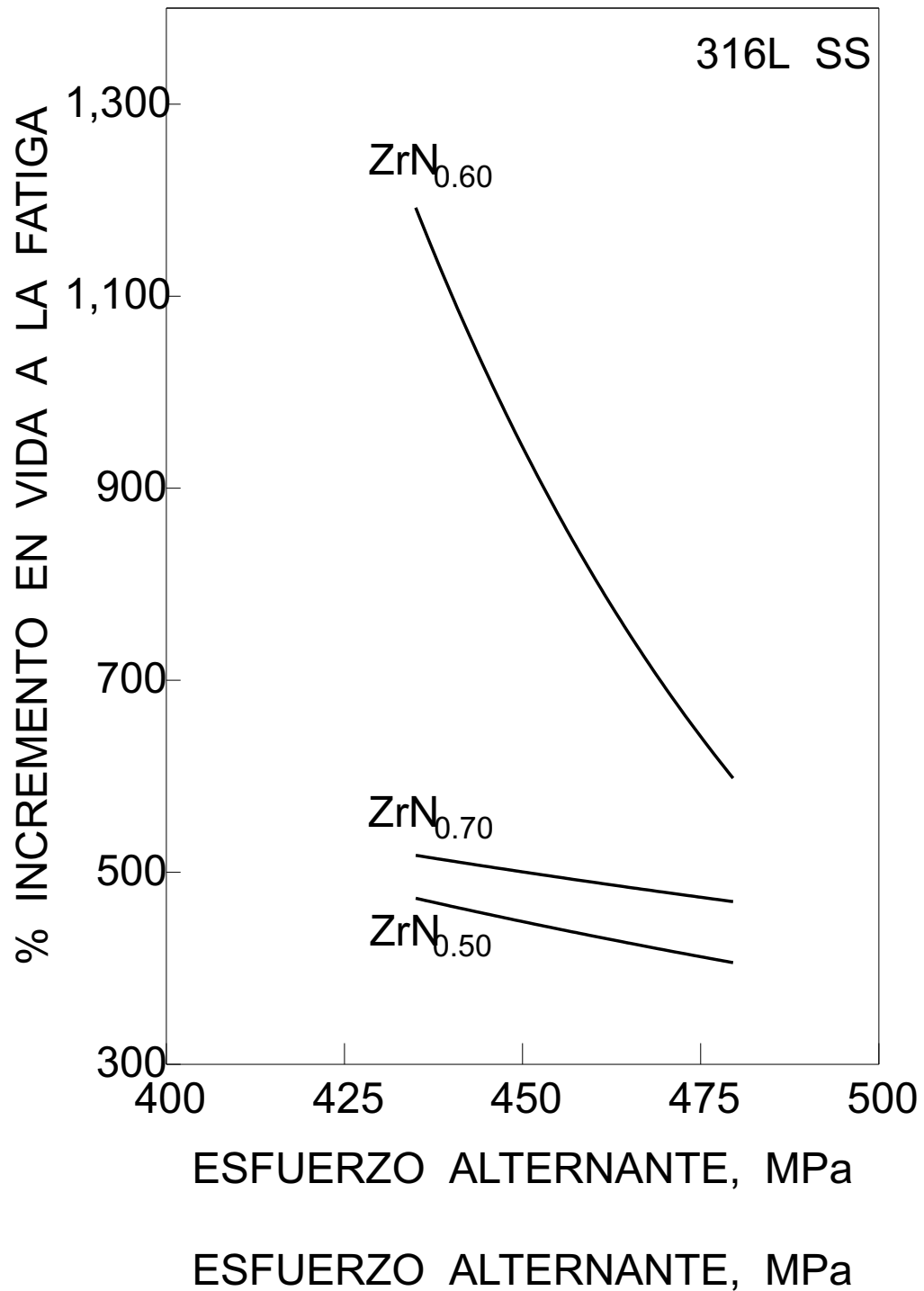


Fig. 126. % de incremento de la vida a la fatiga al aire en función del esfuerzo alternante para los compuestos de ZrN<sub>y</sub>.

incremento en la vida a la fatiga que se observa en las muestras recubiertas con  $ZrN_{0,60}$  sugiere que probablemente existen otros factores determinantes de este comportamiento.

Sí se analiza la Tabla 62 se observa que en el caso de las películas de  $TiN_x$ , para las cuales se cumple perfectamente bien la racionalización propuesta, no sólo se cumple con un aumento en la resistencia mecánica con el contenido de nitrógeno, sino que además las muestras reportaron un leve incremento en el espesor del recubrimiento desde 3  $\mu m$  para el  $TiN_{0,55}$  hasta 3,60  $\mu m$  para el  $TiN_{0,75}$ . Para este conjunto de muestras solo se realizó el análisis de esfuerzos residuales correspondiente al recubrimiento de  $TiN_{0,65}$  para el cual se determinó la existencia de esfuerzos residuales compresivos del orden de 5,7 GPa.

Dado que los esfuerzos residuales en este caso no constituyen una variable de comparación, se concluye que el incremento en la vida a la fatiga para las muestras recubiertas con  $TiN_x$  es producto de un incremento en la resistencia mecánica y del espesor de los recubrimientos aplicados a las muestras, aunado todo esto a la existencia de elevados esfuerzos residuales compresivos en las películas. El efecto del espesor de los recubrimientos duros en la resistencia a la fatiga ya ha sido reseñado por Su *et al.* [1998], con relación al trabajo realizado por Murakami *et al.* [1992] quienes ensayaron a fatiga, en condiciones de flexión de tres puntos a una frecuencia de 10 Hz, un acero AISI 1522 recubierto con películas de TiN de distintos espesores, depositadas por PVD. En este sentido, Murakami *et al.* [1992] reportaron que a medida que incrementa el espesor de las películas de PVD de 2 a 6  $\mu m$ , se produce un mayor aumento del límite de fatiga del material recubierto.

En el caso de los recubrimientos de  $ZrN_y$ , la Tabla 7 indica la existencia de un nivel de esfuerzos residuales de compresión de 2,2 GPa para el recubrimiento de  $ZrN_{0,50}$  y uno de

1,5 GPa para la película de  $ZrN_{0,70}$ . Además, la Tabla 62 indica que el recubrimiento de  $ZrN_{0,60}$  tiene un espesor de 2,56  $\mu\text{m}$  mientras que el recubrimiento de  $ZrN_{0,70}$  tiene un espesor de 2,14  $\mu\text{m}$ . Por lo tanto, si se admite que en estos recubrimientos tiene lugar una reducción de los esfuerzos residuales con el contenido de nitrógeno en el compuesto, como consecuencia de un cambio en el coeficiente de expansión térmico de la película dura, se concluye que la inversión observada entre los recubrimientos de  $ZrN_{0,60}$  y  $ZrN_{0,70}$  se atribuye tanto a una reducción de esfuerzos residuales como del espesor del recubrimiento de este último en comparación con el primero, factores que tendrían una mayor injerencia que la inducida por el incremento en resistencia mecánica que se espera para esta película en comparación con las otras dos de su especie.

En el caso de los ensayos de fatiga-corrosión, las Figs. 127 y 128 muestran la variación del % de incremento de la vida de las probetas recubiertas en función del esfuerzo aplicado y en estas se ilustra que la acción del agente corrosivo da lugar a una inversión de la tendencia de las curvas obtenidas para las muestras recubiertas con  $TiN_{0,65}$  y  $TiN_{0,75}$ . Lo que en este caso se pudiese especular es que a medida que incrementa el contenido de nitrógeno en el compuesto, a partir de cierto valor superior a 0,65, el compuesto de  $TiN_x$  pudiera volverse más sensible a los iones de cloro, lo cual aceleraría el crecimiento de la grieta de fatiga. En el caso de las muestras recubiertas con  $ZrN_y$ , el comportamiento a la fatiga en ambiente corrosivo es similar al encontrado al aire, excepto por la presencia de un leve cruzamiento de las curvas correspondientes a  $ZrN_{0,60}$  y  $ZrN_{0,70}$  cuando el material es sometido a elevados esfuerzos alternantes. Sin embargo, tal cruzamiento pudiese no ser significativo dada la desviación estándar de las curvas de las Figs. 85 y 86.

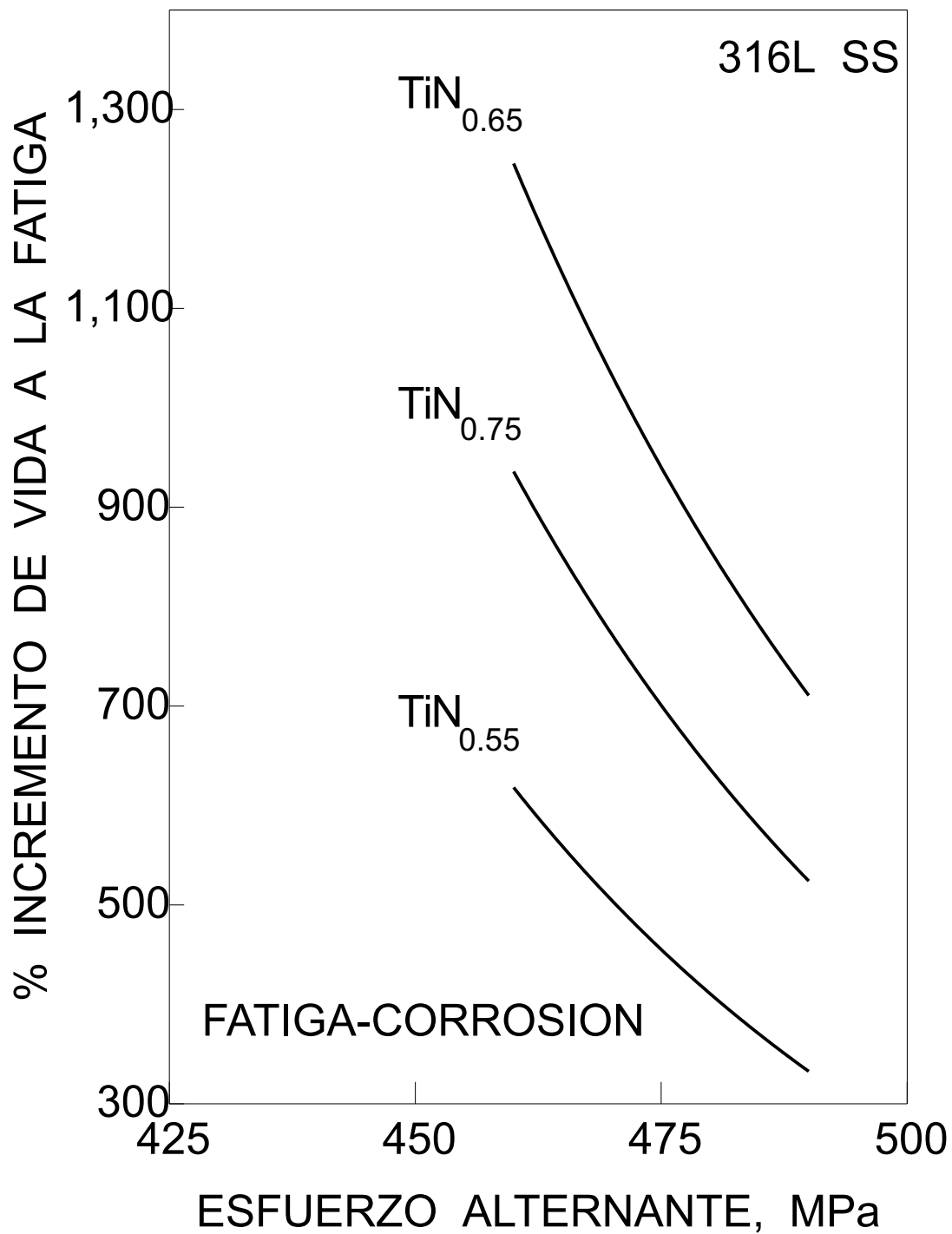


Fig. 127. % de incremento de la vida a la fatiga-corrosión en función del esfuerzo alternante para los compuestos de  $TiN_x$ .

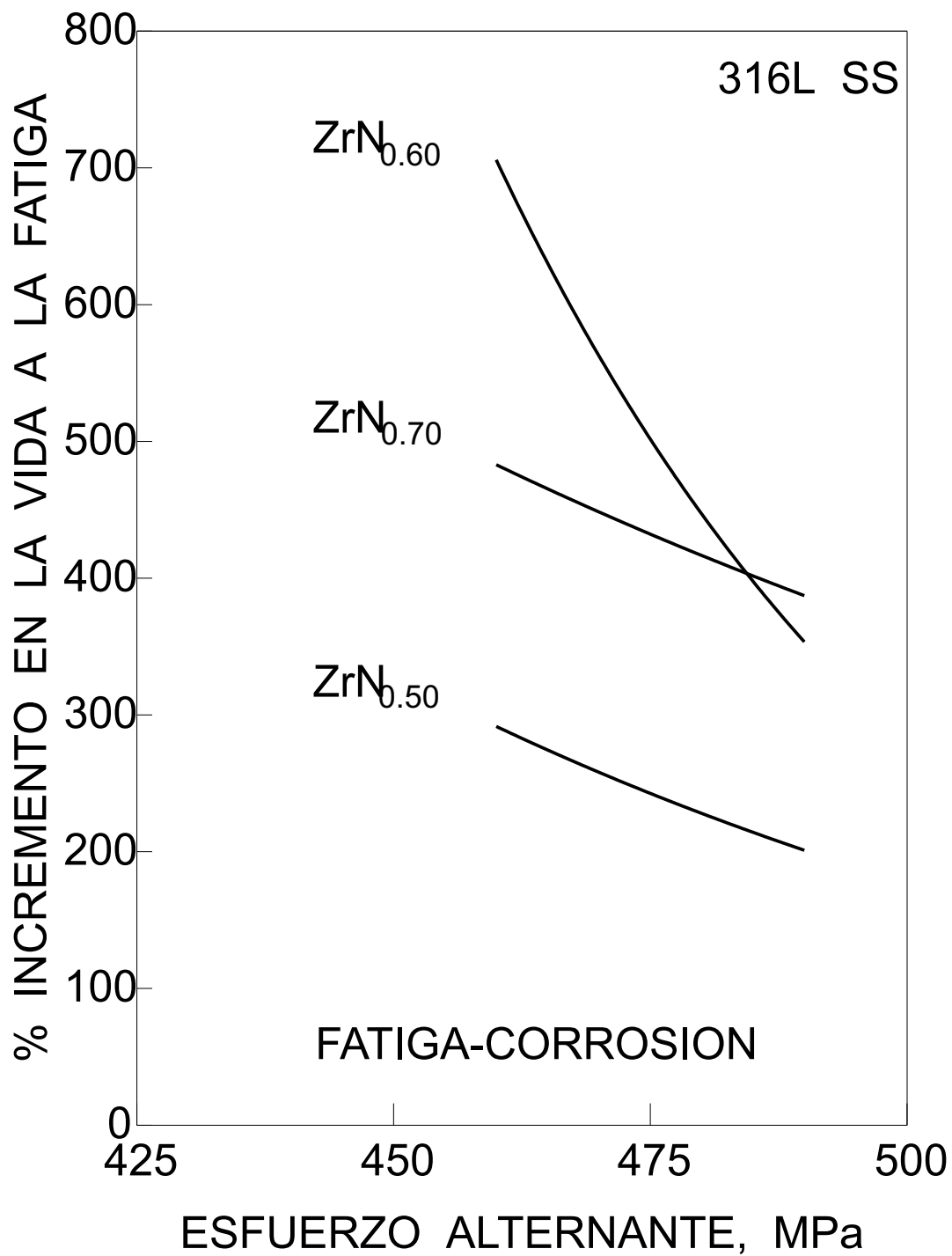


Fig. 128. % de incremento de la vida a la fatiga-corrosión en función del esfuerzo alternante para los compuestos de ZrN<sub>y</sub>.

Por lo tanto, el presente análisis pareciera demostrar que el incremento en la vida a la fatiga es mayor a medida que aumenta la resistencia mecánica del recubrimiento, los esfuerzos residuales compresivos presentes en el plano de este y su espesor. Sin embargo, los resultados experimentales también sugieren que las dos primeras variables dependen de manera contrapuesta del contenido de nitrógeno en ambos tipos de películas: la resistencia mecánica aumenta y los esfuerzos residuales compresivos disminuyen a medida que el contenido de nitrógeno incrementa.

Además, se sugiere que en el caso de los compuestos de  $TiN_x$ , los cuales son más eficientes en extender la vida a la fatiga y fatiga-corrosión del metal base en comparación con los compuestos de  $ZrN_y$ , a partir de un cierto contenido de nitrógeno, el material aparentemente se hace más sensible a la presencia de los iones de cloro, acelerando la velocidad de propagación de las grietas de fatiga. Igualmente, se ha demostrado que aunque es posible estimar el orden de magnitud de la resistencia mecánica de ambos tipos de recubrimientos a partir de la información derivada de los ensayos de tracción y de la medición del espesor de estos, no se puede discriminar racionalmente el efecto del contenido de nitrógeno en dicha resistencia, por lo que es necesario recurrir a la evaluación de la dureza absoluta a partir de un modelo satisfactorio, tal como aquel propuesto por Korsunsky *et al.* [1998].

### **5.3 Mecanismo de fractura de las muestras recubiertas, ensayadas en fatiga.**

Otro de los aspectos fundamentales del presente trabajo es el dilucidar el “mecanismo de fractura” que opera en estos materiales recubiertos en los cuales la película induce un incremento substancial de la vida a la fatiga, entendiéndose por “mecanismo de fractura” la identificación de la zona donde se nuclea la grieta de fatiga y el subsiguiente

proceso de propagación de esta. La literatura existente en este sentido es bastante ambigua, reportándose que en algunos casos tal proceso de nucleación puede ocurrir en la superficie del recubrimiento, en la intercara recubrimiento-substrato e inclusive en el substrato mismo adyacente a la intercara.

Nuestra firme creencia es que la grieta de fatiga se origina en la superficie del recubrimiento y que esta, mediante su propagación, debe consumir el espesor de la película antes de alcanzar el substrato y proseguir su recorrido a través del mismo. La anterior aseveración está apoyada tanto por los propios resultados de vida a la fatiga y fatiga-corrosión discutidos anteriormente con relación a las Figs. 125-126, como por el análisis de las secciones transversales a las superficies de fractura que se presentaron en las Figs. 122a y 123.

La literatura concerniente con el fenómeno de fatiga señala que una cierta fracción de la vida a la fatiga de un material está determinada por la etapa de nucleación de la grieta, mientras que la fracción remanente correspondería a la etapa de propagación de la misma. El elevado incremento que se observa en la vida a la fatiga y fatiga-corrosión, de los materiales recubiertos en el presente trabajo, lo cual es consistente con una serie de trabajos que se han reportado en la literatura sobre este tema, particularmente bajo condiciones de alto ciclaje [Murakami *et al.* (1992); Herr *et al.* (1993); Hotta *et al.* (1994); Hotta *et al.* (1995); Ferreira *et al.* (1997); Su *et al.* (1998a, 1998b, 1998c, 1999a, 1999b)], indica que la grieta dominante responsable del proceso de fractura afronta serias dificultades para alcanzar el substrato y propagarse a través de este.

En caso contrario, si dicha grieta pudiese alcanzar rápidamente el metal base, su propagación a través de este ocurriría tan rápidamente que la presencia del recubrimiento no daría lugar a incremento alguno en la vida a la fatiga y se encontraría, en el mejor de los

casos, que las curvas S-N de los materiales recubiertos serían muy similares a la del substrato sin recubrir. En el peor de los casos, la presencia del recubrimiento induce una severa reducción de la vida a la fatiga tal como sucede con los recubrimientos de cromo duro y Ni-P autocatalítico depositados sobre aceros de alta resistencia mecánica, del tipo NiCrMo [Guzmán *et al.* (2001), Ortiz-Mancilla *et al.* (2002)]. Particularmente, en el caso de los recubrimientos de Cr duro [Ortiz-Mancilla *et al.* (2002)], se ha comprobado mediante el análisis de secciones transversales empleando técnicas de MEB, que las grietas de fatiga efectivamente nuclean en la intercara substrato-recubrimiento y se propagan hacia el depósito antes de iniciar su propagación hacia el metal base.

En el presente trabajo, la mayor probabilidad que la grieta dominante de fatiga afronte serios obstáculos para alcanzar el substrato se obtiene cuando esta se forma en la periferia exterior de la muestra recubierta, debido fundamentalmente tanto a la elevada resistencia mecánica de las películas de  $TiN_x$  y  $ZrN_y$  como a la presencia de esfuerzos residuales compresivos en el plano de estas, factores que son extremadamente adversos a los procesos de nucleación y crecimiento de grietas de fatiga.

Sí por el contrario, la grieta de fatiga dominante se nucleara en la intercara substrato-recubrimiento o en el substrato adyacente a dicha intercara, esta tendería a propagarse inmediatamente hacia el substrato en lugar de desplazarse hacia el recubrimiento ya que este último proceso requeriría una mayor inversión de energía mecánica para la creación de una nueva superficie, a través del crecimiento de la grieta en un medio donde las fuerzas cohesivas son muy superiores (resistencia mecánica del orden de 20-30 GPa) y donde existen esfuerzos residuales compresivos de elevada magnitud (1,5-5,7 GPa) que se superponen a los esfuerzos de tracción que dan lugar al desplazamiento de la grieta. Dado que el substrato carece de tales esfuerzos residuales compresivos y posee

una resistencia mecánica muy inferior (0,5 GPa), sería mucho más factible desde el punto de vista energético la propagación de la grieta en este último.

Este mecanismo también permitiría explicar la influencia positiva antes demostrada del espesor del recubrimiento en la vida a la fatiga y fatiga-corrosión. A medida que el espesor del recubrimiento aumenta, incrementa la vida a la fatiga ya que la grieta una vez nucleada en la superficie exterior de la muestra, tendría que recorrer un espacio mayor de un medio de las características mecánicas antes señaladas. De nuevo, si la grieta nucleara en la intercara o en el substrato adyacente a este, el espesor del recubrimiento, en el mejor de los casos, no tendría influencia alguna en la vida a la fatiga.

Por otra parte, este mecanismo es enteramente consistente con previos análisis tanto de carácter teórico como experimental sobre el comportamiento a la fatiga de materiales recubiertos. Por ejemplo, de acuerdo con los estudios realizados por Sugimura *et al.* [1995], Kim *et al.* [1997] y Suresh [1998], basados en la aplicación de técnicas de elemento finito para el análisis de la distribución de esfuerzos en grietas que se transfieren de un medio isotrópico a otro, de diferentes propiedades elásticas y plásticas, a través de una intercara de alta adhesividad, tal como en el presente caso, indican que cuando la grieta intenta pasar de un medio más débil a uno más fuerte desde el punto de vista de su resistencia mecánica, la zona plástica en la punta de la grieta tiende a continuar propagándose dentro del material de menor resistencia mecánica, dando lugar a un fenómeno de “escudo protector” (shielding) delante de la intercara, en lugar de propagarse hacia el material de mayor resistencia mecánica, mientras que cuando la grieta se propaga de un medio de mayor resistencia mecánica hacia uno de menor resistencia, se amplifica la tasa de liberación de energía elástica en la punta de la grieta, lo que conduce a la propagación de la zona plástica hacia el

material de menor resistencia, induciendo la subsiguiente propagación de la grieta en este último.

Asimismo, el mecanismo propuesto es totalmente consistente con los hallazgos de Ferreira *et al.* [1997] cuyo modelo de nucleación y propagación de grietas de fatiga en materiales recubiertos con películas de WN, WTi y WTiN depositadas por PVD se presentó en la Figura 15. De acuerdo a dicho modelo, las grietas de fatiga se forman en la superficie de los recubrimientos duros y pueden proseguir hacia el sustrato mediante un mecanismo como el explicado anteriormente, o pueden desviarse en la intercara hasta interceptarse con otra grieta, desprender parte del recubrimiento y proseguir su propagación hacia el sustrato. Esto es precisamente lo que se puede observar en la Fig. 122a la cual ilustra dos grietas en la sección transversal de distinto grado de desarrollo.

La grieta central ha consumido el recubrimiento completamente y se ha comenzado a propagar hacia el sustrato, bifurcándose a lo largo de la intercara hacia la derecha de la fotomicrografía. La grieta situada más hacia la izquierda apenas ha fracturado el recubrimiento, ha comenzado su propagación a lo largo de la intercara también hacia la derecha y ha comenzado apenas a propagarse hacia el sustrato, siguiendo el modelo postulado por Sugimura *et al.* [1995], Kim *et al.* [1997] y Suresh [1998].

De igual modo, las fotomicrografías de la Fig. 123 correspondientes al ensayo en fatiga-corrosión de una muestra recubierta con  $ZrN_{0,60}$  ilustran tres grietas que se han formado en la superficie del recubrimiento y comienzan a propagarse hacia el sustrato, aspecto que fue corroborado durante las observaciones en MEB. Particularmente la grieta central de la Fig. 123b pareciese partir desde el sustrato y no haber consumido el espesor del recubrimiento en su totalidad. Sin embargo, dicha apreciación es solo aparente y se atribuye a la falta de contraste en la fotomicrografía ya que un leve cambio en la

orientación de la muestra permitiría demostrar que el recubrimiento se encuentra totalmente agrietado en ese punto, tal como se ilustra en la fotomicrografía de la Figura 129 la cual representa exactamente la misma sección de la Figura 123b, pero con una leve inclinación y rotación.

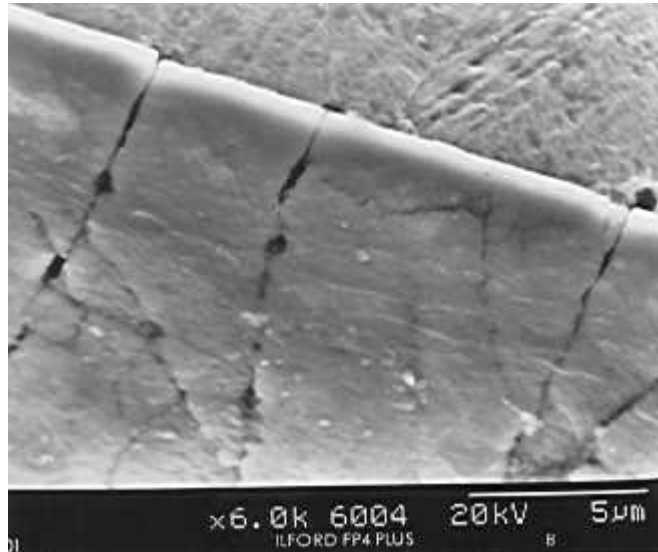


Fig. 129. Fotomicrografía de la misma sección presentada en la Figura 123b. La muestra fue levemente inclinada y rotada en el microscopio para demostrar que todas las grietas progresan desde el recubrimiento hacia el sustrato.

De acuerdo al análisis realizado por Sugimura et al. [1995], Kim et al. [1997] y Suresh [1998], si los puntos oscuros situados en el sustrato fuesen el origen de las grietas de fatiga, la zona plástica en la punta de la grieta tendería a propagarse dentro del sustrato mismo formando lo que estos investigadores caracterizan como un escudo de protección que impediría el paso de la grieta hacia el material de mayor resistencia mecánica. Por lo tanto, tales puntos no constituyen el origen de grietas de fatiga sino, por el contrario, representan la propagación de la grieta que se viene desarrollando desde el recubrimiento, mecanismo que de acuerdo a estos investigadores comienza por la formación de una

extensa zona plástica más allá de la intercara, como consecuencia de una mayor tasa de liberación de energía elástica en el material de menor resistencia mecánica. Por lo tanto, es nuestro pleno convencimiento que las grietas de fatiga se forman en la superficie del recubrimiento y de allí siguen su curso de propagación hacia el substrato.

Por supuesto, un aspecto de fundamental importancia que quedaría por dilucidar es el mecanismo que conlleva a la nucleación de las grietas de fatiga en la superficie del recubrimiento, siendo este un material de mayor resistencia mecánica y encontrándose bajo la acción de esfuerzos residuales compresivos. De acuerdo a la literatura especializada sobre el fenómeno de fatiga, [Suresh, 1998], tanto los carburos como los nitruros se consideran sólidos altamente frágiles, lo cual puede observarse claramente en las fotomicrografías que se ilustran en las Figs. 44 y 45.

En la fotomicrografía 44 se aprecia que tan solo una carga del orden de 10 g genera en el  $\text{TiN}_{0,60}$  diagonales de huella de aproximadamente 3,3-3,9  $\mu\text{m}$  y por ende una penetración de una magnitud de 0,47-0,56  $\mu\text{m}$ , lo cual da lugar a una deformación plástica extremadamente pequeña en el material que constituye el recubrimiento. Asimismo, en el caso del  $\text{ZrN}_{0,70}$ , Fig. 45, la profundidad de la penetración capaz de producir grietas es de aproximadamente 0,43  $\mu\text{m}$ , lo que corrobora que la cantidad de deformación plástica que estos recubrimientos pueden soportar antes de la fractura es relativamente pequeña.

Por lo tanto, mientras que en los metales y aleaciones dúctiles tanto la ocurrencia de la deformación cíclica como la falla por fractura están claramente identificadas con el movimiento de dislocaciones en un sentido y otro, tanto en el material mismo como en la vecindad de la punta de la grieta, en los materiales frágiles la situación es bastante más compleja. En dichos materiales no es posible identificar con claridad cual es el efecto de la aplicación de una carga cíclica ya que las fluctuaciones en esta pudiesen tener una

influencia importante tanto en la curva esfuerzo-deformación cíclica como en el proceso de nucleación y crecimiento de la grieta.

En los materiales frágiles en los cuales la movilidad de los defectos puntuales y dislocaciones es muy limitada no existen diferencia notables entre las condiciones de carga estática y cíclica, al menos en lo que respecta a los mecanismos de deformación microscópica o formación de microgrietas. En este sentido, existen diversas posibilidades de introducir microgrietas durante la síntesis o fabricación de un sólido frágil, las cuales han sido ampliamente reseñadas en la literatura.

Una de estas posibilidades es la población intrínseca de microgrietas contenidas en esta clase de materiales conocidas como “Grietas de Griffith”, cuya presencia da lugar a una marcada reducción en la resistencia a la fractura de estos sólidos. Por otra parte, es bien conocido que las superficies libres son invariablemente rugosas a nivel atómico, ya que estas generalmente contienen distintos tipos defectos topográficos que resultan del crecimiento cristalino y muy particularmente del bombardeo iónico, tal como en el presente caso. Tales defectos topográficos pudiesen servir como concentradores locales de esfuerzo que darían lugar a la ruptura de los enlaces atómicos.

Las Figs. 44 y 45 ilustran claramente, en las zonas externas a las huellas de dureza, que la estructura superficial de los recubrimientos de  $TiN_x$  y  $ZrN_y$  no es homogénea sino por el contrario altamente heterogénea, con una morfología conocida en la literatura como tipo “coliflor” pronunciadamente direccional (especialmente en los recubrimientos de  $TiN_x$ ), con la presencia de zanjas (“grooves”) marcadamente visibles entre las filas de “macropartículas” aparentemente compactas de tamaño diverso que dan lugar a este tipo de morfología.

Quizás la diferencia en morfología que se observa entre la estructura de los compuestos de  $TiN_x$  y  $ZrN_y$ , en el sentido de la percepción de una estructura más homogénea en estos últimos, también podría ayudar a explicar la inversión en las curvas de incremento en la vida a la fatiga-corrosión en el caso de los compuestos de  $TiN_{0,65}$  y  $TiN_{0,75}$ , Fig. 127, ya que las zanjas existentes entre las filas de macropartículas seguramente pudiesen facilitar la acción del medio corrosivo durante la realización de estos ensayos.

En lo que respecta a los esfuerzos residuales y su efecto en la nucleación y propagación de grietas de fatiga, es evidente que la deposición por bombardeo iónico da lugar a un gradiente en la magnitud de los mismos, lo que hace que estos disminuyan hacia la superficie e incrementen hacia la intercara substrato-recubrimiento, posición en la cual se anulan. Esta variación ha sido demostrada claramente por Gruss *et al.* [1998] quienes determinaron esfuerzos residuales compresivos del orden de 2,69-4,06 GPa, para recubrimientos de ZrN de 58,41 y 41,59% atómico, depositados por evaporación de arco catódico en substratos de Incoloy 825, Hastelloy C22 y Titanio grado 12.

Los resultados de estos investigadores demuestran la presencia de una curvatura negativa apreciable en los gráficos de deformación versus  $\sin^2$ , de cuya pendiente se calculan los esfuerzos residuales presentes en el plano de la película. Tal curvatura indica que para ángulos de inclinación de  $\pm 55^\circ$ , es decir cerca de la superficie del recubrimiento, dicha pendiente es menor que para un ángulo de  $0^\circ$ , el cual representa la posición de la intercara.

Por lo tanto, se concluye que tanto desde el punto de vista de la microestructura de los recubrimientos como de la variación de los esfuerzos residuales compresivos que se generan en el plano de estos como consecuencia de la diferencia en los coeficientes de

expansión térmica entre el recubrimiento y el sustrato, es posible explicar la nucleación de las grietas de fatiga en la superficie de dichas películas duras, base de un modelo consistente que a su vez explica racionalmente el incremento significativo de la vida a la fatiga y fatiga-corrosión de los especímenes recubiertos, en comparación con el sustrato sin recubrir.

## CONCLUSIONES

Los incrementos en la vida a la fatiga al aire entre 414 - 1648 % y vida a la fatiga en un medio corrosivo al 3 % en peso de NaCl entre 182 - 601 % a 460 MPa, así como en el límite de fatiga entre 27 - 44 MPa cuando el acero inoxidable 316L es recubierto con depósitos de  $\text{TiN}_{0,55}$ ,  $\text{TiN}_{0,65}$  y  $\text{TiN}_{0,75}$  ( $\text{TiN}_x$ ), y  $\text{ZrN}_{0,50}$ ,  $\text{ZrN}_{0,60}$  y  $\text{ZrN}_{0,70}$  ( $\text{ZrN}_y$ ) pueden estar asociados a las mejores propiedades de estos recubrimientos con respecto a las del substrato, esfuerzos residuales de compresión en los recubrimientos y a la aparente buena adhesión de los recubrimientos al substrato.

Los recubrimientos de  $\text{TiN}_x$ ,  $\text{ZrN}_{0,50}$  y  $\text{ZrN}_{0,60}$  son susceptibles a la acción corrosiva de un medio al 3 % en peso de NaCl, ya que los resultados de fatiga-corrosión al ser comparados con los obtenidos de fatiga al aire para los mismos conjuntos, se obtuvieron disminuciones de 19 y 27 % en la vida a la fatiga a esfuerzos de 460 y 490 MPa, respectivamente.

Entre las diferentes estequiometrías de los recubrimientos de  $\text{TiN}_x$  no se producen modificaciones significativas en el comportamiento a la fatiga al aire y a la fatiga-corrosión en los conjuntos substrato recubierto con  $\text{TiN}_x$ . En este sentido, la mayor variación que se obtuvo fue de 43 % en la vida a 490 MPa entre los recubrimientos de  $\text{TiN}_{0,55}$  y  $\text{TiN}_{0,75}$ . Por otro lado, para los recubrimientos de  $\text{ZrN}_y$  se obtuvo una variación del 51 % en la vida a la fatiga a 460 MPa entre los recubrimientos de  $\text{ZrN}_{0,50}$  y  $\text{ZrN}_{0,60}$ , lo cual puede estar asociado a las diferencias tanto en estequiometrías como también en el espesor, ya que los mismos tienen  $\sim 1,3$  y  $2,6$   $\mu\text{m}$  de espesor, respectivamente.

Los recubrimientos de  $TiN_x$  y  $ZrN_y$  tienen mejores propiedades estáticas que el sustrato, ya que los principales resultados de esfuerzo de fluencia y resistencia a la tracción a carga máxima obtenidos para los materiales recubiertos reflejan un incremento con respecto al sustrato de entre  $\sim 49$  y  $15$  MPa, para estas propiedades respectivamente. En este sentido, los mayores incrementos de esfuerzo de fluencia y resistencia a la tracción corresponde a los conjuntos sustrato + recubrimiento de  $TiN_{0,55}$  y  $ZrN_{0,60}$ .

Las grietas de fatiga en los materiales recubiertos tienen generalmente una única zona de origen en la superficie de los recubrimientos, ya que se observó mediante el estudio fractográfico que la misma tuvo su inicio en la superficie del recubrimiento y que se transfirió al sustrato. Por otro lado, la adhesión de los recubrimientos al sustrato es satisfactoria, ya que también se pudo observar en algunas de las probetas ensayadas a tracción que el recubrimiento permanece adherido al sustrato, y en otras probetas que fallaron por fatiga al aire y fatiga-corrosión, que el recubrimiento sólo se desprende del sustrato como resultado de la propagación de la grieta o decohesión del mismo.

La dureza absoluta de los recubrimientos pudo ser evaluada a partir de mediciones de dureza realizadas en el material recubierto, empleando cargas diferentes y aplicando modelos existentes en la literatura.

## RECOMENDACIONES

Realizar un estudio del efecto del espesor en uno de los recubrimiento de  $ZrN_y$  depositado por bombardeo iónico PVD en un substrato de acero inoxidable 316L, sobre el comportamiento a la fatiga, con el fin de correlacionar lo resultados obtenidos con los de otros trabajos y, principalmente, tratar de encontrar el espesor óptimo.

Realizar estudios cuantitativos de composición química y de esfuerzos residuales en los recubrimientos de  $TiN_x$  y  $ZrN_y$  obtenidos en este trabajo, con el fin de caracterizar más detalladamente estos recubrimientos.

Realizar un estudio de biocompatibilidad de los conjuntos substrato 316L + recubrimientos de  $TiN_x$  y  $ZrN_y$  con el fin de que los mismos puedan ser utilizados como implantes ortopédicos, dado que se han obtenido incrementos en el comportamiento a la fatiga al aire y fatiga corrosión; es decir, que dichos implantes se puedan rediseñar las secciones transversales o colocarlos para vida infinita a la fatiga.

Realizar ensayos de fatiga a esfuerzos comprendidos en la región de resistencia a la fatiga, a un 50 % de vida a la fatiga y estudiar mediante microscopía electrónica de barrido, secciones longitudinales de las probetas, con el fin de aportar otro tipo de información sobre el inicio de la grieta de fatiga para estos recubrimientos de  $TiN_x$  y  $ZrN_y$  depositados en un acero inoxidable 316L.

Realizar un estudio detallada de carácter analítico en la intercara recubrimiento-substrato, que permita determinar la posible existencia de compuestos formados durante la deposición, que pudieran jugar un papel importante en la propagación de la grieta de fatiga que dan lugar a la fractura de las muestras recubiertas.

**REFERENCIAS**

J. Affinito and R.R. Parsons: *J. Vac. Sci. Technol*, vol. A2, 1984, p. 1275.

ASM Handbook: Fractography, vol. 12, 1991, ps. 517.

ASM Handbook: Head Treating, vol. 4, 1991, ps. 517.

ASTM Designation: A 370-96, vol. 1(2), 1997, pp. 175-226.

ASTM Designation: E 384-89, vol. 3(1), 1997, pp. 386-404.

ASTM Designation: E 468-90, vol. 3(1), 1997, pp. 476-481.

ASTM Designation: E 606-92, vol. 3(1), 1997, pp. 523-537.

ASTM Designation: E 739-91, vol. 3(1), 1997, pp. 594-600.

O.H. Basquin: *Proc. ASTM*, vol. 10 Part II, 1910, p. 625.

J.A. Berríos, M.H. Staia, E.C. Hernández, H. Hintermann, E.S. Puchi: *Surface and coatings technology*, vol. 108-109, 1998, pp. 466-472.

V.S. Borisov and S.A. Vishenkov: *Chemical Nickel Plating*, vol. 2, 1958, p. 37.

P.J. Burnett, D.S. Rickerby: *Surface and coatings technology*, vol. 42, 1990, p. 149.

H. Bückle: *La Machine Outil Française*, vol. 206, 1965, p. 125.

H. Bückle, J.W. Westbrook, H. Conrad: *The Science of Hardness Testing and research Applications*, American Society for Metals Park, OH, 1973, p. 453.

D. Chicot, J. Lessage: *Thin Solid Films*, vol. 254, 1995, p. 123.

J. Chitty, A. Pertuz, H. Hintermann, M. H. Staia, E. S. Puchi: *Thin Solid Films*, vol. 308-309, 1997, pp. 430-435.

J.A. Chitty, A. Pertuz, H. Hintermann, E.S. Puchi: *Journal of Materials Engineering and Performance*, vol. 8(1) February, 1999, pp. 83-86.

G. Contreras, C. Fajardo, J.A. Berríos, A. Pertuz, J. Chitty, H. Hintermann, E.S. Puchi: *Thin Solid Films*, vol. 355-356, 1999, pp. 480-486.

G.E. Dieter: Mecanical Metallurgy, McGraw Hill, Third edition, 1986, ps. 751.

T. Ericsson and P. de la Cruz: *Fatigue and Stress of Engineering Materials and Structures*, editor: H. P. Liurade Francia, 1989, pp. 113-129.

J.A.M. Ferreira, J.D.M. Costa and V. Lapa: *International Journal Fatigue*, vol. 19(4), 1997, pp. 293-299.

P.G. Forrest: Fatiga de los Metales, Urmo, Primera edición, 1972, ps. 461.

Y. Garcés, H. Sánchez, J. Berríos, A. Pertuz, J. Chitty, H. Hintermann, E. S. Puchi: *Thin Solid Films*, vol. 355-356, 1999, pp. 487-493.

C.A. Gogol: US Patent 4692630, 1987.

W. R. Grove: On the electrical polarity of gases, *Phil. Trans. Roy. Soc. London*, vol. 142, 1842, p. 87.

K. A. Gruss, T. Zheleva, R. F. Davis and T. R. Watkins, *Surf. Coat. Technol.*, 107, 1998, pp. 115-124.

C. Guzmán, N. Díaz, J.A. Berríos, A. Pertuz, E.S. Puchi Cabrera: *Surface and coatings technology*, vol. 133-134, 2000, pp. 561-571.

S. Hotta, Y. Itou, K. Saruki, T. Arai: *Surface and Coating Technology*, vol. 73, 1995, pp. 5-13.

S. Hotta, K. Saruki and T. Arai: *Surface and Coating Technology*, vol. 70, 1994, pp. 121-129.

H. Izumi, H. Sunada and Y. Kondo: *J. Soc. Mater. Sci. Japan*, vol. 24, 1975, p. 320.

E.J. Jankowsky, J.V. Viglione and S.J. Ketcham: *Proc. Corrosion 71*, Paper 23.

B. Jönsson, S. Hogmark: *Thin Solid Films*, vol. 114, 1984, p. 257.

R.C. Juvinall: Fundamentos de Diseño para Ingeniería Mecánica, LIMUSA primera edición, 1991, ps. 819.

H.P. Kehrer, J. Ziese and F. Hoffmann: *HTM*, vol. 37, 1982, pp. 174-179.

A.S. Kim, S. Suresh and C.F. Shih, *Int. J. Sol. and Struct.*, 34, 1997, pp. 3415-3432.

H.J. Kolkman: *Surface and coatings technology*, vol. 72, 1995, pp. 30-36.

A.M. Korsunsky, M.R. McGurk, S.J. Bull, T.F. Page: *Surface and coatings technology*, vol. 99, 1998, p. 171.

B.A. Movchan and A.V. Demchishin: *Fiz. Metal. Metalloved.*, vol 28, 1969, p. 653.

R. Murakami, T. Akazawa, T. Yano, M. Katsumura, *Advance in Electronic Packaging*, American Society of Mechanical Engineering, EEP Published by ASME, New York, NY, USA, 2 (1992), p. 655.

J. Musil and S. Kadlec: *Vaccum*, vol. 40(5), 1990, p. 435.

W.D. Münz and D. Hofmann: *Metalloberfläche*, vol. 37, 1983, p. 279.

M. J. Ortiz-Mancilla, C. Mariño-Berroteran, J. A. Berríos-Ortiz and E. S. Puchi-Cabrera, comunicación enviada a la consideración de la revista *Surf. and Coat. Technol.*, 2002.

V.R. Parameswaran, J.P. Immarigeon, D. Nagy: *Surface and coatings technology*, vol. 52, 1992, pp. 251-260.

A. Pertuz, J.A. Chitty, H. Hintermann, E.S. Puchi: *Journal of Materials Engineering and performance*, vol. 8(4) August, 1999, pp. 424-428.

A. Pertuz, J.A. Berríos, E.S. Puchi Cabrera: *Surface and coatings technology*, vol. 133-134, 2000, pp. 572-582.

I. Petrov, L. Hultman , U. Helmersson, J.E. Sundgren and J.E. Greene: *Tin Solid Films*, vol. 169, 1989, 299.

E.S. Puchi, M.H. Staia, H. Hintermann, A. Pertuz, J. Chitty: *Thin Solid Films*, vol. 290-291, 1996, pp. 370-375.

W. Riedel: Electroless Nickel Plating, ASM International, Metals Park, OH, 1991, ps. 181.

W.H. Safranek: *ASTM Spec. Tech. Publ.*, vol. 265, 1959, p. 41.

S. Schiller, U. Heisig, Chr. Korndörfer, G. Beister, J. Reschke, K. Steinfeld and J. Strümpfel: *Surface and coatings technology*, vol. 33, 1987, p. 405.

K. Saruki, S. Hotta, H. Fujita and T. Arai: *Thin Solid Films*, vol. 181, 1989, pp. 383-395.

H. Spähn: *Metallüberflaeche*, vol. 17, 1963, pp. 1-9.

W.D. Sproul and J.A. Tomashek: *US Patent 4428811*, 1984.

W.D. Sproul: *Surface and coatings technology*, vol. 33, 1987, p. 73.

W.D. Sproul, P.J. Rudnik and M.E. Graham: *Surface and coatings technology*, vol. 39-40, 1989, p. 355.

Y.L. Su, S.H. Yao, C.S. Wei, W.H. Kao, C.T. Wu: *Materials Science and Technology*, vol. 15 January, 1998, pp. 73-77.

Y.L. Su, S.H. Yao, C.S. Wei, W.H. Kao and C.T. Wu: *Thin Solid Films*, vol. 338, 1999, pp. 177-184.

Y.L. Su, S.H. Yao, C.S. Wei, C.T. Wu: *Thin Solid Films*, vol. 315, 1998, pp. 135-158.

Y.L. Su, S.H. Yao, C.S. Wei, C.T. Wu: *Thin Solid Films*, vol. 322, 1998, pp. 218-224.

Y.L. Su, S.H. Yao, C.S. Wei, C.T. Wu and W.H. Kao: *Materials Letters*, vol. 35, 1998, pp. 255-260.

Y. Sugimura, P.G. Lim, C.F. Shih and S. Suresh, *Acta Metall. Mater.*, 43, 1995, pp. 1157-1169.

S. Suresh, *Fatigue of Metals*, 2<sup>nd</sup> edition, Cambridge University Press, 1998.

D. Tabor, "The Hardness of Metals", Clarendon Press, Oxford, 2000.

J.A. Thornton: *J. Vac. Sci. Technol.*, vol. 11, 1974, p. 666.

A. Thomas: *Surface Engineering*, vol. 3, 1987, p. 117.

E. Vacoille, J.P. Celis and J.R. Roos: *Thin Solid Films*, vol. 224, 1993, pp. 168-176.

B. Window and N. Savvides: *J. Vac. Sci. Technol.*, vol. A4, 1986, p. 453.

Y. Wu, Y. Zhang and M. Yao: *Plating and Surface Finishing*, vol. April, 1995, pp. 83-85.

Y.Z. Zhang, Y.Y. Wu and M.Yao: *Journal of Material Science Letter*, vol. 15, 1996, pp. 1364-1366.