



UNIVERSIDAD DE CARABOBO
FACULTAD DE INGENIERÍA
DIRECCIÓN DE POSTGRADO
MAESTRÍA EN INGENIERÍA
MECÁNICA



**EVALUACIÓN DE LA INFLUENCIA DE
RECUBRIMIENTOS POR PROCESOS DE
DEPOSICIÓN FÍSICA EN FASE VAPOR (PVD) SOBRE
LA RESISTENCIA A LA FATIGA DEL ACERO AISI
4340.**

Autor: Norma Oramas

Valencia, junio 2011.



UNIVERSIDAD DE CARABOBO
FACULTAD DE INGENIERÍA
DIRECCIÓN DE POSTGRADO
MAESTRÍA EN INGENIERÍA
MECÁNICA



EVALUACIÓN DE LA INFLUENCIA DE RECUBRIMIENTOS POR PROCESOS DE DEPOSICIÓN FÍSICA EN FASE VAPOR (PVD) SOBRE LA RESISTENCIA A LA FATIGA DEL ACERO AISI 4340.

*Trabajo especial de grado presentado ante la Ilustre Universidad de
Carabobo para optar al título de Magister en Ingeniería Mecánica*

Tutor académico:
Dra. Ing. Laura Sáenz
Asesor:
Dr. Ing. David Ojeda

Autor:
Norma Oramas

Valencia, junio 2011.



UNIVERSIDAD DE CARABOBO
FACULTAD DE INGENIERÍA
DIRECCIÓN DE POSTGRADO
MAESTRÍA EN INGENIERÍA
MECÁNICA



**EVALUACIÓN DE LA INFLUENCIA DE
RECUBRIMIENTOS POR PROCESOS DE
DEPOSICIÓN FÍSICA EN FASE VAPOR (PVD) SOBRE
LA RESISTENCIA A LA FATIGA DEL ACERO AISI
4340.**

Autor: *Norma Oramas*

*Trabajo especial de grado presentado ante la Ilustre Universidad de
Carabobo para optar al título de Magíster en Ingeniería Mecánica*

Valencia, junio 2011.



UNIVERSIDAD DE CARABOBO
FACULTAD DE INGENIERÍA
DIRECCIÓN DE POSTGRADO



ACTA DE APROBACIÓN DEL PROYECTO DE TRABAJO DE GRADO

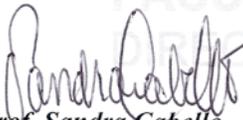
Por medio de la presente hacemos constar que el Proyecto de Trabajo de Grado titulado: **“EVALUACIÓN DE LA IMFLUENCIA DE RECUBRIMIENTOS POR PROCESOS DE DEPOSICIÓN FÍSICA EN FASE VAPOR (PVD) SOBRE LA RESISTENCIA A LA FATIGA DEL ACERO AISI 4340”**, presentado por la ciudadana: **Norma Oramas**, alumna regular del Programa de Maestría en **INGENIERÍA MECÁNICA**, reúne los requisitos exigidos para la inscripción.

la **Prof. Laura Sáenz**, aceptó la tutoría de este Trabajo según constancia anexa.

En Valencia, a los diez días del mes de febrero del año Dos mil Once.

Por la Comisión Coordinadora:


Prof. Edwin Peña
Jefe de Programa


Prof. Sandra Cabello
Miembro




Prof. David Ojeda
Miembro

UNIVERSIDAD DE CARABOBO / DIRECCIÓN DE POSTGRADO

FACULTAD DE INGENIERÍA NAGUANAGUA SECTOR BARBULA - Teléfonos Directos: (0241) 8672829 / 8674268 - 8678885 EXT 102. FAX - (0241) 8671655 <http://postgrado.ing.uc.edu.ve>



UNIVERSIDAD DE CARABOBO
FACULTAD DE INGENIERÍA
DIRECCIÓN DE POSTGRADO
MAESTRÍA EN INGENIERÍA
MECÁNICA



VEREDICTO

*Nosotros, Miembros del Jurado designado para la evaluación del Trabajo de Grado titulado: **EVALUACIÓN DE LA INFLUENCIA DE RECUBRIMIENTOS POR PROCESOS DE DEPOSICIÓN FÍSICA EN FASE VAPOR (PVD) SOBRE LA RESISTENCIA A LA FATIGA DEL ACERO AISI 4340.** presentado por: **NORMA ORAMAS** para optar al título de **MAGÍSTER EN INGENIERÍA MECÁNICA** estimamos que el mismo reúne los requisitos para ser considerado **APROBADO***

Prof. Dra. Ing. Sandra Cabello
C.I. 13046449

Prof. Dr. Ing. David Ojeda
C.I. 9653947

Prof. MSc Ing. Edim Quijada
C.I. 5000100

Valencia, junio 2011

Agradecimientos

Quiero expresar, mi más sincero agradecimiento a mi tutora y amiga, la **Prof. Dra. Ing. Laura Sáenz**, por sus consejos, guiatura y sugerencias oportunas durante el desarrollo de este trabajo de grado y; al **Prof. Dr. Ing. Eli Saúl Puchi**, quien en todo momento, durante el desarrollo de esta investigación, estuvo atento y prestó toda su colaboración y orientación académica, de igual manera quiero agradecer al **Prof. Dr. David Ojeda** en su labor como facilitador de los Seminarios de Grado. También quiero expresar mi reconocimiento por la colaboración prestada al personal técnico del “**Centro de Investigaciones en Mecánica**” de esta Universidad. Igualmente expreso mi agradecimiento a la “**Escuela de Ingeniería Metalúrgica y Ciencia de los Materiales**” de la “**Universidad Central de Venezuela**” por el uso del “**Laboratorio de Ensayos Mecánicos**” y al “**Laboratorio de Nuevos Materiales**”, en el desarrollo de este trabajo.

RESUMEN

EVALUACIÓN DE LA INFLUENCIA DE RECUBRIMIENTOS POR PROCESOS DE DEPOSICIÓN FÍSICA EN FASE VAPOR (PVD) SOBRE LA RESISTENCIA A LA FATIGA DEL ACERO AISI 4340.

AUTOR: Norma Oramas

TUTOR: Dra. Ing. Laura Sáenz

FECHA: 2011

En el siguiente trabajo, de tipo experimental, se evaluó la influencia de los recubrimientos de TiN y ZrN sobre la resistencia a la fatiga de un acero AISI 4340. Los recubrimientos se depositaron al acero mediante el proceso de deposición física en fase vapor (proceso PVD) denominado "Magnetron Sputtering". Para determinar la resistencia a la fatiga de este material se utilizó una máquina de flexión rotativa a una frecuencia de 50 Hz. Las superficies de fractura de las muestras ensayadas fueron evaluadas mediante microscopía electrónica de barrido (MEB). El estudio determinó que la vida de fatiga del material recubierto con TiN se incrementó en un 277,54% a esfuerzos de 688 MPa, cuando se compara con el material sin recubrir. Mientras que, la vida de fatiga del acero AISI 4340 recubierto con ZrN aumentó en un 1189,11% a esfuerzos de 688 MPa. El límite de fatiga del material con depósito de TiN aumentó en un 9.76 %; y el material recubierto con ZrN experimentó un aumento de 6,33 % al compararlo con el material sin recubrimiento. Desde el punto de vista microscópico realizado en el estudio se determinó que, los recubrimientos presentaron una buena adherencia y no se desprendieron en los ensayos de tracción y de fatiga realizados al material. También se observó que las grietas de fatiga del material recubierto se originan en los recubrimientos y se propagan desde éstos hacia la intercara sustrato-recubrimiento. Se concluye que el incremento de las propiedades de fatiga del material se deben a la alta resistencia mecánica del acero, la buena adherencia y a la alta resistencia de los depósitos.

Palabras clave: Procesos PVD, recubrimientos duros, TiN, ZrN, magnetron sputtering, fatiga, acero AISI 4340.

Lista de Símbolos

Ao: Área inicial de la sección transversal de las probetas de ensayo de tracción (mm^2)

Af: Área final de la sección transversal de la probeta de ensayo de tracción. (mm^2)

Do: Diámetro de la sección de ensayo de las probetas del sustrato para ensayos de fatiga y de tracción. (mm)

Df: Diámetro final de la sección de ensayo de las probetas de tracción. (mm)

DS: Desviación estándar

E: Modulo de elasticidad (MPa)

F: Carga aplicada. (N)

Lo: Longitud inicial de la sección de ensayo de las probetas de tracción. (mm)

M: Momento flector. (N.m)

Nf: Número de ciclos a la falla. (Nf)

PVD: Deposición física en fase vapor.

S: Resistencia a la fatiga. (MPa)

Su: Resistencia a la tracción. (MPa)

VHN: Número de dureza Vickers. (HV)

ϵ_u : Deformación real a carga máxima. (mm/mm)

ΔL : Alargamiento de la probeta (mm)

σ_y : Esfuerzo de fluencia (MPa)

σ_f : Esfuerzo real a la fractura. (MPa)

σ_u : Esfuerzo real a carga máxima. (MPa)

Índice General

Índice General	I
Índice de Figuras	III
Índice de Tablas	V
CAPÍTULO 1 El Problema	1
1.1 Introducción	1
1.2 Planteamiento del problema	2
1.3 Objetivos	3
1.3.1 <i>Objetivo General</i>	3
1.3.2 <i>Objetivos Específicos</i>	4
1.4 Justificación	4
CAPÍTULO 2 Bases Teóricas	5
2.1 Antecedentes	5
2.2 Bases Teóricas	12
Fatiga	12
Resistencia a la fatiga	16
Ciclos de esfuerzo	25
Límite de fatiga	26
Método de la escalera	28
Características de la fractura por fatiga	30
Aspecto microscópico de la superficie de fatiga	32

Recubrimientos duros	34
Procesos por Deposición Física en Fase Vapor (PVD)	42
CAPÍTULO 3 Metodología	49
3.1 Tipo de investigación	49
3.2 Procedimiento experimental	49
3.2.1 Maquinado de las muestras y/o probetas	54
3.2.2 Determinación de la microdureza de los depósitos	58
3.2.3 Determinación de los espesores de los depósitos	59
3.2.4 Ensayos de tracción	61
3.2.5 Ensayos de fatiga	63
3.2.6 Estudio fractográfico	66
3.3 Fuentes, técnicas e instrumentos para la recolección de datos	67
3.4 Descripción de equipos e instrumentos para la obtención de datos y/o resultados.	68
CAPÍTULO 4 Resultados	69
4.1 Presentación de resultados	69
4.2 Análisis e interpretación de datos y resultados de los ensayos estáticos.	76
4.3 Presentación de los resultados de los ensayos de fatiga	81
4.4 Análisis e interpretación de datos y resultados de los ensayos de fatiga	95
Conclusiones	105
Recomendaciones	108
Referencias Bibliográficas	109

Índice de Figuras

2.1 Curvas S-N de algunos materiales tecnológicos	14
2.2 Máquinas de fatiga de flexión rotativa	17
2.3 Curva Log amplitud de deformación vs. Log ciclos a la falla	20
2.4 Curva Log da/dN vs. Log ΔK	23
2.5 Ciclos de esfuerzo	26
2.6 Diagrama N-Ti	39
2.7 Diagrama N-Zr	40
2.8 Ilustración de la trayectoria de electrones en un magnetrón convencional	44
2.9 Configuración de un magnetrón desbalanceado	46
2.10 Configuración del proceso de magnetrón de campo cerrado	47
3.1 Organigrama de la caracterización de los recubrimientos	51
3.2 Organigrama de los ensayos estáticos y dinámicos	53
3.3 (a) Dimensiones de las probetas planas (PP) y (b) cilíndricas (PC)	58
3.4 Microdurómetro Indentamet 1100	59
3.5 Equipo utilizado para determinar el espesor de los recubrimientos mediante la técnica de la calota esférica (Calotest)	60
3.6 Esquema del ensayo de la calota esférica.	61
3.7 Probeta utilizada en los ensayos de tracción (PT)	62
3.8 Equipo utilizado en los ensayos de tracción.	62
3.9 Máquina de fatiga de flexión rotativa.	63
3.10 Probeta utilizada en los ensayos de fatiga (PF)	64
4.1. Curvas de esfuerzo real vs. deformación real del sustrato y del sustrato recubierto con TiN y ZrN	74
4.2.a) Vista general a 30° de la superficie de fractura de una probeta cilíndrica recubierta con TiN ensayada a tracción	73
4.2.b) Vista general del recubrimiento de TiN tomada a 60° en el	

punto A de la Foto 4.2. a).	75
4.2.c) Detalle del recubrimiento de TiN a 60° tomado en el Punto D	75
4.2.d) Detalle del recubrimiento tomado a 0° en el Punto D	75
4.3.a) Vista general a 30° de la superficie de fractura de una probeta cilíndrica recubierta con ZrN ensayada a tracción.	76
4.3.b) Detalle de la probeta recubierta con ZrN de la foto 4.3 a) donde se muestran los hoyuelos producto de la fractura dúctil.	76
4.4. Curva de comportamiento a la fatiga del acero AISI 4340 y del acero recubierto con TiN y con ZrN	89
4.5.a) Vista general a 30° de la superficie de fractura de una probeta cilíndrica de acero AISI 4340 recubierto con TiN ensayada a fatiga al aire a 757MPa =76% esfuerzo de fluencia del sustrato	90
4.5.b) Inicio de la fractura de fatiga señalado en el punto O.	90
4.5.c) Fotocomposición del inicio de la fractura, donde se muestra el avance de la grieta de fatiga	90
4.5.d) Detalle del recubrimiento a 60° señalado en el punto O	90
4.6.a) Vista general a 30° de la superficie de fractura de una probeta cilíndrica recubierta con TiN ensayada a fatiga al aire a 688 MPa = 69% esfuerzo de fluencia del sustrato	91
4.6.b) Ampliación del punto O (inicio de la grieta)	91
4.6.c) Fotocomposición del inicio de la grieta de fatiga	91
4.7.a) Vista longitudinal de la probeta cilíndrica recubierta con TiN ensayada a fatiga al aire a 688 MPa=69%esfuerzo de fluencia	92
4.7.b) Detalle a 0° de la muestra de fatiga de la Fig. 4.7.a).	92
4.7.c) Detalle de la grieta de fatiga del recubrimiento (GF)	92
4.7.d) Detalle a 0° señalando el avance de las grietas de fatiga (GF), la Intercara y los poros.	92
4.8.a) Vista general a 30° de la superficie de fractura de una probeta cilíndrica de acero AISI 4340 recubierto con ZrN ensayada a fatiga al aire a 780 MPa =78%esfuerzo de fluencia del sustrato	93
4.8.b) Ampliación del punto O de la Fig. 4.8.a) (inicio de la grieta).	93
4.8.c) Fotocomposición del inicio de la grieta de fractura de fatiga.	93
4.9.a) Vista general a 30° de la superficie de fractura de una probeta cilíndrica de acero AISI 4340 recubierto con ZrN ensayada a fatiga al aire a 711MPa =71% esfuerzo de fluencia del sustrato	94
4.9.b) Ampliación del punto O (Inicio de la Grieta) de la Fig. 4.9.a)	94
4.9.c) Fotocomposición del inicio de la fractura (punto O)	94
4.9.d) Detalle a 0° de la superficie de fractura de la muestra del acero recubierto con ZrN de la Fig. 4.8 (a) ensayada a 711 MPa	95

Índice de Tablas

2.1 Criterios de diseño de fatiga	13
2.2 Método para analizar los datos de la escalera	30
2.3 Propiedades físicas del TiN y ZrN	38
3.1 Composición química del sustrato	54
3.2 Propiedades mecánicas del sustrato	54
3.3 Condiciones de trabajo, cantidad y longitud de las probetas a Utilizar en los diferentes ensayos.	56
3.4 Medición de la rugosidad del sustrato y del sustrato con los depósitos	57
3.5 Niveles de esfuerzos utilizados en los ensayos de fatiga del Sustrato	64
3.6 Niveles de esfuerzos utilizados en los ensayos de fatiga del sustrato recubierto con los depósitos de TiN y ZrN	65
4.1 Resultados de la medición del espesor del depósito de TiN	70
4.2 Resultados de la medición del espesor del depósito de ZrN	70
4.3 Resultados de la microdureza Vickers bajo una carga de 50 g en la superficie del recubrimiento de TiN.	71
4.4 Resultados de la microdureza Vickers bajo una carga de 50 g en la superficie del recubrimiento de ZrN	71
4.5 Resultados de los ensayos de tracción realizados al sustrato	72
4.6 Resultados de los ensayos de tracción realizados al sustrato con recubrimiento de ZrN	72
4.7 Resultados de los ensayos de tracción realizados al sustrato con recubrimiento de TiN	73
4.8 Comparación de los resultados de los ensayos de tracción realizados al sustrato y al sustrato con los recubrimientos	73
4.9 Resultados de los ensayos de fatiga del sustrato	82

4.10 Resultados de los ensayos de fatiga del sustrato recubierto con TiN	83
4.11 Resultados de los ensayos de fatiga del sustrato recubierto con ZrN	84
4.12 Resultados de los ensayos para determinar el límite de fatiga del sustrato	85
4.13 Método de la escalera para determinar el límite de fatiga del sustrato	85
4.14 Resultados de los ensayos para determinar el límite de fatiga del sustrato con depósito de TiN	86
4.15 Método de la escalera para determinar el límite de fatiga del sustrato con depósito de TiN	86
4.16 Resultados de los ensayos para determinar el límite de fatiga del sustrato con depósito de ZrN	87
4.17 Método de la escalera para determinar el límite de fatiga del sustrato con depósito de ZrN	87
4.18 Comparación del límite de fatiga	88
4.19 Ecuaciones de Basquin para las diferentes condiciones del material	88
4.20 Parámetros de la ecuación de Basquin para las diferentes condiciones ensayadas del material	88
4.21 Aumento de la vida de fatiga a 688 MPa para cada condición del Material	88
4.22 Aumento de la vida de fatiga a 780 MPa para cada condición del material	88

CAPÍTULO 1

Problema

1.1 Introducción

Durante los últimos años se ha incrementado el interés por los recubrimientos fabricados mediante técnicas de deposición física en fase vapor (procesos PVD), debido a sus excelentes propiedades mecánicas, protección contra la corrosión y el desgaste abrasivo. Este interés ha generado un cierto número de investigaciones, reportadas en la literatura reciente (Benavides et al, 2004; Carrasco et al, 2001; García et al, 2007; Gómez et al, 2010; Montes de Oca et al, 2009) con el fin de caracterizar materiales recubiertos y determinar su resistencia a la corrosión y al desgaste, pero en el área del comportamiento a la fatiga la información es muy escasa (Hernández et al, 2000; Berríos et al, 2010; Puchi, 2009; Su et al, 1998; Vera, 2009).

En esta investigación se determinó la resistencia a la fatiga de un acero AISI 4340 recubierto con nitruro de titanio (TiN) y nitruro de zirconio (ZrN), mediante un proceso de Deposición Física en Fase Vapor (PVD). Para determinar la resistencia a la fatiga se utilizaron los parámetros de la ecuación de Basquin; y para determinar el límite de fatiga se utilizó el método de la escalera. El recubrimiento del material se realizó mediante la técnica de deposición física en fase vapor (PVD) denominada "Magnetron Sputtering". El

material base o sustrato a recubrir fue un acero aleado AISI 4340 al cromo-níquel-molibdeno. En este trabajo se determinó la resistencia a la fatiga del acero, analizando y comparando las propiedades mecánicas del material base o sustrato, con las propiedades mecánicas del material recubierto con nitruro de titanio y nitruro de zirconio.

1.2 Planteamiento del Problema

La mayoría de las fallas que se producen en estructuras y componentes utilizados en ingeniería se deben a la fatiga. La resistencia a la fatiga depende de muchos factores, tales como: el tamaño del componente o pieza, la magnitud de las cargas estáticas o fluctuantes, la composición y estructura del material, su tratamiento térmico o tratamiento superficial, entre otros. Como las grietas por fatiga siempre se propagan a través de una superficie libre y tiene un efecto importante en la resistencia a la fatiga del material, en los últimos años se ha implementado el uso de recubrimientos a los materiales para mejorar considerablemente su resistencia a la fatiga, además de proporcionarles buena resistencia al desgaste y a la corrosión.

Los recubrimientos superficiales pueden variar la fatiga intrínseca del material, sus propiedades físicas y mecánicas. En tal sentido, estudios recientes han mostrado un gran interés en evaluar el comportamiento a la fatiga de materiales recubiertos, con el fin de mejorar sus aplicaciones y utilidad industrial (Berríos et al, 2010; Puchi, 2009; Vera, 2009).

Para estudiar el efecto que pueda producir un determinado recubrimiento en un material dado, se hace necesario determinar propiedades físicas, mecánicas estáticas y fluctuantes tanto en el material base o sustrato,

como en el material con depósito y de esta manera, evaluar el comportamiento a la fatiga del material recubierto.

Si los elementos de máquina pueden fallar por fatiga y se origina en la superficie libre de éstos; por lo tanto, el estado superficial tiene un efecto importante en la resistencia a la fatiga; debido a que los esfuerzos se incrementan en la superficie del material o componente. Dado que el material que se utilizó en este trabajo es una aleación de base cromo – níquel – molibdeno, ACERO AISI 4340 de alta resistencia mecánica a la fatiga y a la torsión, de gran aplicación en elementos de máquinas de alta exigencia, es posible modificar el comportamiento a la fatiga de este acero al recubrirlo.

Si se une un material de tan alta resistencia como el acero AISI 4340, con recubrimientos duros de nitruro de titanio y nitruro de zirconio, los cuales también poseen una alta dureza y resistencia, se puede obtener un material recubierto de grandes aplicaciones en el campo de la ingeniería, tales como elementos de máquina, industria aeronáutica, matrices de corte y de conformado, herramientas de corte, entre otros.

1.3 Objetivos

1.3.1 Objetivo General

Evaluar la influencia de los recubrimientos PVD de nitruro de titanio (TiN) y nitruro de zirconio (ZrN) sobre la resistencia a la fatiga del acero AISI 4340

1.3.2 Objetivos Específicos

- Determinar el espesor de los depósitos mediante la técnica de la calota esférica.
- Determinar la microdureza de los recubrimientos.
- Determinar las propiedades mecánicas estáticas del material con y sin recubrimientos mediante ensayos de tracción.
- Determinar la resistencia a la fatiga del material con y sin recubrimientos, realizando ensayos de fatiga en flexión rotativa.
- Evaluar las superficies de fractura de las muestras ensayadas a tracción y a fatiga mediante microscopía electrónica de barrido (MEB).
- Establecer comparaciones en cuanto a la resistencia a la fatiga del acero AISI 4340 con los dos tipos de depósitos utilizados.

1.4 Justificación

Numerosas investigaciones han demostrado que los materiales de ingeniería pueden lograr un notable aumento en la resistencia al desgaste y a la corrosión cuando se aplican recubrimientos superficiales (ASM, Vol. 05); sin embargo, en el área del comportamiento a la fatiga de los materiales recubiertos, la información es muy escasa. Los recubrimientos mediante los métodos de deposición física en fase vapor han sido ampliamente utilizados en los últimos años en la industria, con el fin de proporcionar resistencia al desgaste y a la corrosión de elementos de máquinas y estructuras; y la literatura reciente presenta algunos trabajos sobre el comportamiento a la fatiga de materiales recubiertos mediante procesos PVD (Berríos et al, 2010; Puchi,2009), donde la resistencia a la fatiga de los materiales investigados puede aumentar o disminuir, según el conjunto sustrato-recubrimiento estudiado.

CAPÍTULO 2

Bases Teóricas

Los recubrimientos de nitruro de titanio (TiN) y nitruro de zirconio (ZrN) se han utilizado ampliamente en la industria, para la protección contra la corrosión y el desgaste debido a sus excelentes propiedades mecánicas. Los recubrimientos de TiN y ZrN se pueden realizar mediante técnicas de deposición física en fase vapor (PVD) y en la literatura reciente se reportan diversas investigaciones de caracterización de estos recubrimientos, su resistencia a la corrosión y al desgaste, pero existe poca información sobre el comportamiento a la fatiga, encontrándose ciertas contradicciones en cuanto al aumento de la resistencia a la fatiga de materiales recubiertos con TiN y ZrN

2.1 Antecedentes

En los párrafos siguientes se presenta un resumen de artículos publicados recientemente sobre el tema en orden cronológico.

Su et al, (1999) evaluaron el comportamiento a la fatiga de un acero AISI 1045 recubierto con TiN a tres espesores 3, 5 y 7 μm mediante un proceso PVD y cotejaron su comportamiento mecánico con el material no

recubierto. Los ensayos de fatiga se llevaron a cabo con una frecuencia de 20Hz; los resultados de los ensayos dinámicos determinaron que la resistencia a la fatiga para el material no recubierto es mayor que para el material con recubrimientos, en regiones menores que 10^5 ciclos; mientras que para las regiones mayores a 10^5 ciclos, el límite de fatiga del material recubierto de $3 \mu\text{m}$ es mayor que para los otros especímenes recubiertos y para el acero no recubierto. Los autores también trabajaron con recubrimientos de TiN en capas simples y multicapas sobre el acero 1045. En el caso de las películas multicapas primero se depositó una película de Ti entre el sustrato y el recubrimiento para aumentar la adhesión. La aplicación de la multicapa de $9 \mu\text{m}$ ni aumentó, ni disminuyó la vida de fatiga del material. Los autores concluyeron que el límite de fatiga disminuye a medida que aumenta el espesor de la monocapa.

Otro tipo de recubrimientos ampliamente utilizados porque mejoran las propiedades del material base son los procesos por reducción química (electroless de níquel-EN). En este tipo de procesos la deposición del metal se logra por reducción química, pero el proceso para recubrir el material se lleva a cabo en la superficie catalítica y una vez iniciado éste, el depósito es autocatalítico por reducción continua.

En la literatura se reportan algunos trabajos sobre el comportamiento a la fatiga de estos depósitos autocatalíticos sobre distintos materiales, entre ellos el acero AISI 4340, el cual es objeto de estudio en esta investigación. En los siguientes párrafos se presentan dos artículos sobre este tema

Garcés et al, (1999) estudiaron los efectos de la resistencia a la fatiga de un acero AISI 4340 templado y revenido, recubierto con depósitos autocatalíticos de Ni-P de $24 \mu\text{m}$ de espesor, con un 12-14% P en peso. Los

autores reportaron una mayor reducción en la resistencia a la fatiga cuando las muestras recubiertas se sometían a un tratamiento escalonado de 473 K por 1 h y luego a 673 K por 1 h; la disminución de la vida de fatiga en el material recubierto fue de un 78%, mientras que para el material recubierto con post-tratamiento térmico la reducción alcanzó un 92%.

Tales reducciones se pudieron medir por la determinación de los parámetros de Basquin, en las curvas de vida de fatiga del substrato, del material recubierto y del material recubierto con post-tratamiento térmico. Por lo tanto, el diseño mecánico bajo condiciones de fatiga de alto ciclaje, se debe basar en los parámetros de Basquin, de las curvas de vida de fatiga del material recubierto, antes que, en la determinada en el material sin recubrir.

Hernández et al, (2000) evaluaron el comportamiento a la fatiga del acero AISI 4340 templado y revenido con tres condiciones distintas: a) sin recubrimiento, b) con granallado de alúmina y c) con granallado de alúmina y recubierto con un depósito de Colmonoy 88 por termo rociado, empleando una pistola de oxígeno a alta velocidad (HVOF). Las muestras a recubrir se precalentaron y se sometieron a un granallado de alúmina de grano 24 a una presión de 621 kPa y a una distancia de 30 cm perpendicular a la superficie. A otro grupo de muestras se le aplicó un recubrimiento por termo rociado, obteniéndose depósitos de 220 μm de espesor. Los ensayos de fatiga se llevaron a cabo en una máquina de flexión rotativa a una frecuencia de 50Hz. Se aplicaron 4 niveles de esfuerzos para las 3 condiciones de la investigación. Los autores reportaron una disminución en la vida de fatiga de 79.7% a esfuerzos de 663 MPa, para el material con la condición de granallado de alúmina, y para esfuerzos de 463 MPa la vida de fatiga descendió en un 89.4%. En el caso del material con depósito por termo rociado la disminución

es aún mayor, ya que presentó valores por encima del 90% de reducción en la vida de fatiga.

Berrios et al, (2001) determinaron el efecto de diferentes depósitos de TiN_x , específicamente, $TiN_{0.55}$, $TiN_{0.65}$, y $TiN_{0.75}$, sobre las propiedades de fatiga de un acero inoxidable 316 L. Los recubrimientos se depositaron mediante un proceso de deposición física en fase vapor (PVD) empleando un sistema de bombardeo iónico mediante un magnetrón desbalanceado de campo cerrado. Los investigadores determinaron que la aplicación de los depósitos al sustrato incrementó la resistencia a fluencia y las propiedades de fatiga del material, en comparación con el acero sin recubrimiento.

El incremento en la vida de fatiga lo cuantificaron los investigadores, en términos de los valores arrojados por los parámetros de la ecuación de Basquin; y demostraron que dependiendo del tipo de depósito los valores de la vida de fatiga se incrementaron entre un 566 y 1677 %; mientras que, el límite de fatiga aumentó entre un 9.1 y 10.8%.

Las superficies de fractura se evaluaron mediante microscopía electrónica de barrido, y desde el punto de vista microscópico, observaron que los depósitos permanecieron bien adheridos al sustrato durante el desarrollo de los ensayos de tracción y fatiga. De igual manera, observaron que las grietas de fatiga se iniciaron en el depósito y se propagaron subsecuentemente hacia el sustrato. Berrios et al, (2001) concluyeron que el aumento en las propiedades de fatiga del material se produjo por las altas propiedades intrínsecas de los depósitos y a la buena adherencia de estos al sustrato.

Ramírez et al, (2008), evaluaron la respuesta al contacto bajo sollicitaciones monotónicas y cíclicas de dos sistemas constituidos por aceros

herramienta de calidad comercial (DIN 1.2379 y Universal) recubiertos con TiN depositado por PVD. El estudio monotónico se realizó utilizando indentadores esféricos de carburo cementado con diferentes radios de curvatura y se centró en la determinación de las curvas tensión – deformación, la carga crítica para la aparición de daño y la presión límite de fluencia. Finalmente, del contacto bajo sollicitaciones cíclicas se obtienen las curvas presión – número de ciclos, a partir de las cuales se determinaron los parámetros de límite y sensibilidad a la fatiga para cada sistema sustrato-recubrimiento.

Cabe mencionar que a medida que los autores aumentaron la carga de contacto aplicada sobre el sistema, observaron una transición de una respuesta elástica a una plástica. Sin embargo, en ninguno de los sistemas estudiados, ambos con buena adherencia, la deformación plástica implicó la aparición de fisuras o el desconche del recubrimiento. En general; estos dos tipos de daño se generan a mayores esfuerzos aplicados, siendo la aparición de grietas circulares un evento previo al desconche en la capa depositada. Aunque ambos fenómenos se presentan claramente identificables como fallos, en este estudio los investigadores escogieron la aparición de fisuras, como el criterio práctico para definir la condición de fallo en los sistemas sustrato recubrimiento estudiado.

La respuesta mecánica al contacto, obtenida mediante indentación esférica bajo sollicitación monotónica, fue muy similar para todos los sistemas sustrato recubrimiento estudiados; y concluyeron que la presencia del recubrimiento no afecta la respuesta al contacto del sustrato como ente individual.

En el intervalo de esfuerzos de contacto estudiados, la aparición de fisuras circulares como criterio de daño es un fenómeno exclusivo de estos sistemas recubiertos evaluados. En estos casos, la observación de este tipo de daño requiere la aplicación de esfuerzos mayores a la presión límite de

fluencia; es decir, la deformación plástica del sistema parece ser un paso previo y necesario para la posterior fisuración de la capa depositada. Ramírez et al, (2008) estimaron que según el criterio de presión, la sensibilidad a fatiga es relativamente baja para estos sistemas estudiados, lo cual pudo deberse al carácter cerámico del recubrimiento TiN. De igual manera, demostraron que el acero Universal recubierto mostró mejor respuesta mecánica, aún cuando el recubrimiento de ambos aceros fue el mismo.

Puchi, (2009), evaluó los cambios en las propiedades mecánicas estáticas y comportamiento a la fatiga tanto al aire, como en una solución de 3 % en peso de NaCl, de una aleación de aluminio del tipo AA7075-T6 recubierta con una película de ZrN depositada por PVD y, comparó las propiedades de fatiga de la aleación recubierta con aquellas del material sin recubrir. Los recubrimientos de ZrN se conocen por su elevada dureza del orden de 20 GPa y elevada resistencia a la erosión, corrosión y desgaste.

Los ensayos de fatiga-corrosión se realizaron en una solución corrosiva de 3 % en peso de cloruro de sodio (NaCl) a relativamente bajos esfuerzos alternantes, la película de ZrN compensó de manera parcial la disminución de las propiedades de fatiga del sustrato recubierto. en esta Investigación se pudo observar la ocurrencia de una extensa delaminación o separación del recubrimiento del sustrato, cuando trabajaron a esfuerzos cíclicos mayores de aproximadamente 220 MPa; mientras que, a esfuerzos inferiores a este valor límite y en presencia del NaCl, el comportamiento del material recubierto se aproximó al del material sin recubrir. En tal sentido en este trabajo se destacó la elevada resistencia frente a la corrosión del recubrimiento de ZrN y su habilidad para proteger al sustrato cuando permanece adherido a este último. En la investigación se concluye, que el proceso de deposición del recubrimiento generó una reducción significativa de las propiedades

estudiadas, la cual no puede ser compensada en su totalidad por la presencia del recubrimiento.

Berríos et al, (2010) investigaron la influencia que ejerce un recubrimiento de nitruro de zirconio (ZrN), depositado en un acero inoxidable 316L, sobre el comportamiento a la fatiga al aire y fatiga-corrosión del conjunto sustrato-deposito, los ensayos de fatiga se llevaron a cabo bajo condiciones de carga en flexión rotativa.

El recubrimiento fue obtenido por deposición física en fase vapor (PVD) empleando un sistema de bombardeo iónico mediante un magnetrón desbalanceado de campo cerrado. Mediante ensayos abrasivos de calota esférica determinaron que el recubrimiento de ZrN tiene un espesor de 2.6 μm . Las mediciones de microdureza la realizaron utilizando un microdurómetro con indentador Vickers con cargas aplicadas de 5 g durante 15 s, y encontraron que la superficie del recubrimiento presentaba un valor 1882 HVN. Por otro lado, los ensayos de tracción determinaron que el sustrato sin y con recubrimientos de ZrN tiene esfuerzos de fluencia de 489 ± 4 y 525 ± 3 MPa, respectivamente, lo cual indicó que el recubrimiento tiene mayores propiedades mecánicas que la del sustrato.

Con respecto al comportamiento a la fatiga al aire y fatiga-corrosión para los conjuntos sustratos con recubrimiento ZrN, los investigadores observaron que éstos presentaban incrementos en la resistencia a la fatiga en comparación con la obtenida del sustrato. Mediante un análisis fractográfico observaron que las grietas por fatiga en el material recubierto tienen, generalmente, una única zona de origen, que tuvo su inicio en la superficie del recubrimiento y luego se transfirió al sustrato. Berríos y colaboradores concluyeron, que el incremento en el comportamiento a la fatiga al aire y fatiga-corrosión puede estar asociado a las mejores propiedades mecánicas

del recubrimiento con respecto al sustrato y a la aparente buena adhesión al sustrato. Y estos incrementos pueden estar asociados a las mejores propiedades del recubrimiento con respecto a las del sustrato, y a la aparente buena adhesión de los recubrimientos al sustrato. No obstante, el recubrimiento es susceptible a la acción corrosiva, ya que se obtuvo una disminución en la resistencia a la fatiga en comparación con los resultados obtenidos de fatiga al aire.

Por otro lado, Berríos et al, (2010) también concluyeron que la adhesión de los recubrimientos al sustrato era satisfactoria, ya que pudieron observar en algunas de las probetas ensayadas a tracción que el recubrimiento permaneció adherido al sustrato, y en otras probetas que fallaron por fatiga al aire y fatiga-corrosión, que el recubrimiento sólo se desprende como resultado de la propagación de la grieta.

2.2 Bases teóricas

Fatiga

La fatiga es la condición bajo la cual un material se agrieta o falla como resultado de esfuerzos repetidos (cíclicos) y no bajo una acción estática (monotónico).

Desde el punto de vista ingenieril, se debe definir rigurosamente a la fatiga como el cambio estructural permanentemente localizado y progresivo que tiene lugar en un material sujeto a deformaciones repetidas o fluctuantes.

Por lo general estas deformaciones se presentan a esfuerzos menores que la resistencia a la tracción del material y con frecuencia ocurren a esfuerzos menores que la resistencia de fluencia. Este tipo de falla tiene tres etapas características:

1. Daño inicial por fatiga, el cual conduce a la nucleación de grietas (etapa I)
2. Propagación de las grietas perpendicular al eje de carga cíclica (etapa II)
3. Fractura repentina debido a que el elemento de máquina no puede soportar la carga aplicada, ya que al propagarse la grieta por fatiga se produce una disminución de la sección transversal de dicho elemento (etapa III)

Las propiedades de fatiga se determinan según uno de los tres criterios de diseño de fatiga, los cuales se muestran en la tabla 2.1

Tabla 2.1 Criterios de diseño de fatiga

Criterio de diseño	Metodología	Curva a utilizar
Vida segura- vida infinita	Esfuerzo-vida	S-N
Vida segura-vida finita	Deformación-vida	ϵ -N
Daño tolerante	Mecánica de fractura	$da/dN-\Delta K$

Estas técnicas corresponden al desarrollo histórico y la evolución de las tecnologías de la fatiga de los últimos 100 a 200 años. El criterio de vida segura o vida infinita es el más antiguo para determinar propiedades de fatiga y esta basado en los trabajos de Augusto Wohler en Alemania a mediados de los años 1800. El método de diseño esfuerzo-vida es una representación de las propiedades en una curva llamada S-N (esfuerzo vs. número de ciclos a la falla).

En la Fig. 2.1 se muestran las curvas S-N de algunos materiales tecnológicos. La falla se determina por la separación total de la muestra o fractura total. Este método se aplica a materiales considerados como medio continuo, es decir, que no presenten ningún tipo de defecto o grieta preexistente, también establece que la carga del material se realiza bajo régimen elástico. Para el criterio de falla se debe tomar en cuenta que las muestras deben tener las mismas dimensiones.

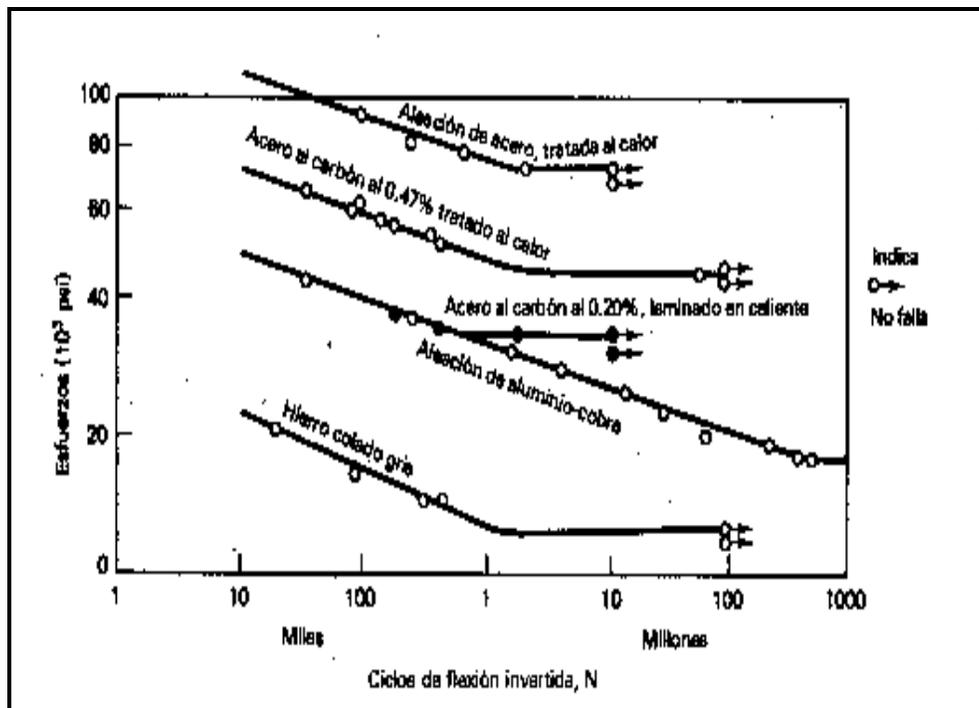


Fig. 2.1 Curvas S-N de algunos materiales tecnológicos

(ASM. Metals Handbook, 1996)

En el criterio de vida segura-vida finita se considera que el material se encuentra en régimen plástico. La representación de los datos se realiza en una curva ϵ -N (Log. deformación vs. Log número de ciclos a la falla). El criterio de falla para las muestras generalmente es la detección de una pequeña grieta en la muestra.

Esta técnica tiene la ventaja de que incluye respuesta plástica, se puede aplicar para diferentes geometrías de la muestra y se pueden tomar en cuenta otras variables o efectos, pero requiere del uso de extensómetros capaces de medir las deformaciones en cada instante.

En los años 60 se desarrolló otro criterio de fatiga basado en parámetros de la mecánica de fractura. La mayoría de los componentes, estructuras y maquinarias presentan discontinuidades que parecen grietas inducidas en servicio o en reparaciones como un resultado del proceso de fabricación, o manufactura.

En el caso de que exista una grieta se utiliza un parámetro de la mecánica de fractura como alternativa de control. Se determina el intervalo de intensidad de esfuerzos en la punta de la grieta bajo el modo de carga I (modo de carga tensión) como función de la ubicación, tamaño y orientación de la grieta dentro de la geometría del componente (ΔK_I).

Este parámetro de la mecánica de fractura relaciona el crecimiento y propagación de una grieta bajo cargas cíclica y describe las propiedades de

fractura mediante una curva da/dN vs. ΔK (Log velocidad de crecimiento de grieta vs. rango de intensidad de esfuerzos)

A continuación se exponen los tres criterios de diseño de fatiga y sus formulaciones matemáticas para determinar la resistencia a la fatiga de los materiales

Resistencia a la fatiga

El procedimiento para determinar la resistencia a la fatiga mediante el criterio “**vida segura-vida infinita**” es ensayar un número de probetas similares, sometiendo cada una a un valor particular de carga fluctuante o alternante hasta su rotura, obteniendo una relación entre la carga o esfuerzo fluctuante **S** y el número de ciclos para la falla **Nf** denominándose así la curva de fatiga, curva de Wohler o simplemente “**curva S-N**” curva esfuerzo-número de ciclos (Stress-Number of cycles).

La mayor parte de las investigaciones sobre fatiga se han realizado utilizando máquinas de viga rotativa, también llamadas de flexión rotativa, en las que el esfuerzo medio es nulo.

En la fig. 2.2 se muestran las máquinas de flexión rotativa más utilizadas para los ensayos de fatiga

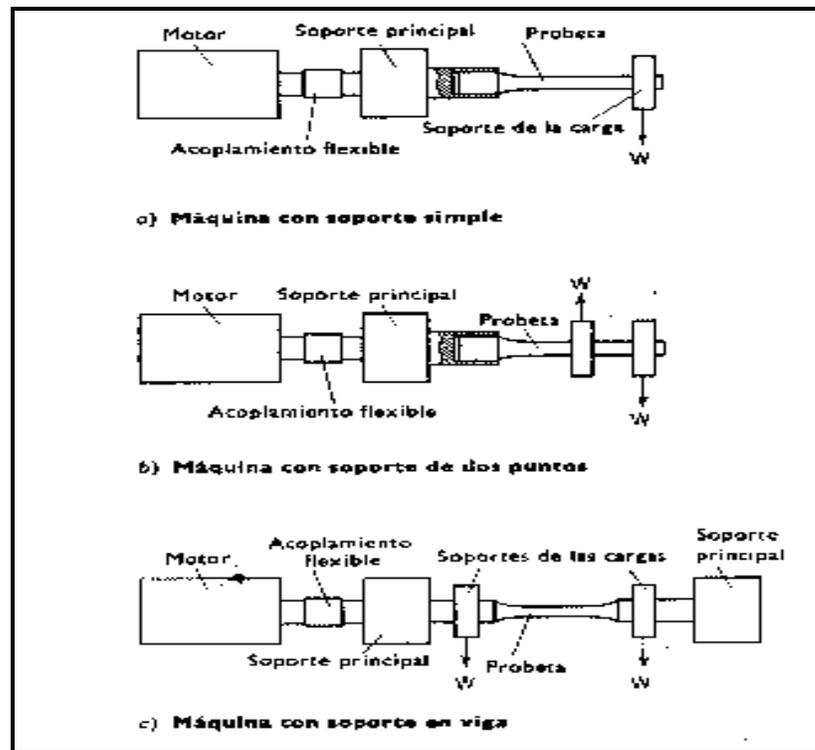


Fig. 2.2. Máquinas de fatiga de flexión rotativa

(Forrest, 1972)

El procedimiento para determinar una curva S-N consiste en ensayar la primera probeta a un esfuerzo elevado esperando que se rompa después de un corto número de ciclos. El esfuerzo se va disminuyendo en el ensayo de cada una de las probetas sucesivas hasta que una o dos no rompen en un número específico de ciclos.

El esfuerzo máximo al que se consigue que una probeta no rompa después de un número indefinido de ciclos se tomará como límite de fatiga. En el caso de materiales que no presentan límite de fatiga se da por terminado el ensayo a un esfuerzo bajo, que puede ser aproximadamente 10^8 o 5×10^8 ciclos.

Las cargas y deformaciones que típicamente causan fallas por fatiga están por debajo de los niveles de falla estáticos. Cuando las cargas o deformaciones sobrepasan los 100.000 ciclos se habla de **fatiga de alto ciclaje**, y cuando las cargas o deformaciones son inferiores a los 100.000 ciclos se denomina **fatiga de bajo ciclaje**.

La descripción fenomenológica de la vida total de fatiga se obtiene graficando esfuerzo o amplitud de deformación (σ_a o ε_a) contra el número de ciclos a la falla (N_f), o reversos ($2N_f$) la cual se conoce como curva S-N.

El mecanismo de falla de la curva es el producto de diversos factores como: endurecimiento o ablandamiento cíclico, nucleación, crecimiento de grieta y fractura final.

En el régimen de “**alto ciclaje**” (**bajos esfuerzos**), las propiedades de fatiga se describen mediante “**la ecuación de Basquin**” según la siguiente expresión (ASTM E 606-92, 1997):

$$\sigma_a = \sigma_f \cdot (2 \cdot N_f)^b \quad (2.1)$$

Donde:

σ_f = coeficiente de resistencia a la fatiga

b = exponente de Basquin

Conocidos como **Parámetros de la Ecuación de Basquin**. El exponente de Basquin tiene un valor de 0.1 para la mayoría de los metales. En condiciones de alto ciclaje se dice que la muestra se encuentra en régimen elástico y la amplitud de la deformación es casi igual a la amplitud de deformación elástica ε_a^{EL} (ASTM E 606-92, 1997):

$$\varepsilon_a \approx \varepsilon_a^{EL} \equiv \frac{\sigma_f'}{E} (2N_f)^b \quad (2.2)$$

Donde:

E= módulo de Young.

En el caso de utilizar el segundo criterio: **vida segura-vida finita**, se considera que el material esta bajo régimen de “**bajo ciclaje**” (**altos esfuerzos**) y la muestra se deforma plásticamente en cada ciclo. En este régimen se describe una correlación entre N_f y la amplitud de deformación plástica, ε_a^{PL} , según la ecuación de Manson-Coffin (ASTM E 606-97):

$$\varepsilon_a^{PL} = \varepsilon_f' (2N_f)^c \quad (2.3)$$

Donde:

ε_f' = coeficiente de ductilidad de fatiga

c = exponente de Manson-Coffin

El exponente de Manson-Coffin tiene un valor de 0.5 para los metales.

La amplitud de la deformación total es la suma del componente elástico y plástico. (ASTM E 606-97):

$$\varepsilon_a = \frac{\sigma_f'}{E} (2N_f)^b + \varepsilon_f' (2N_f)^c \quad (2.4)$$

En la figura 2.3 se muestra la curva Amplitud de Deformación vs. Ciclos a la Falla (N_f), donde los exponentes de las curvas se determinan por las pendientes y los coeficientes se determinan por las intersecciones para $N_f=1$

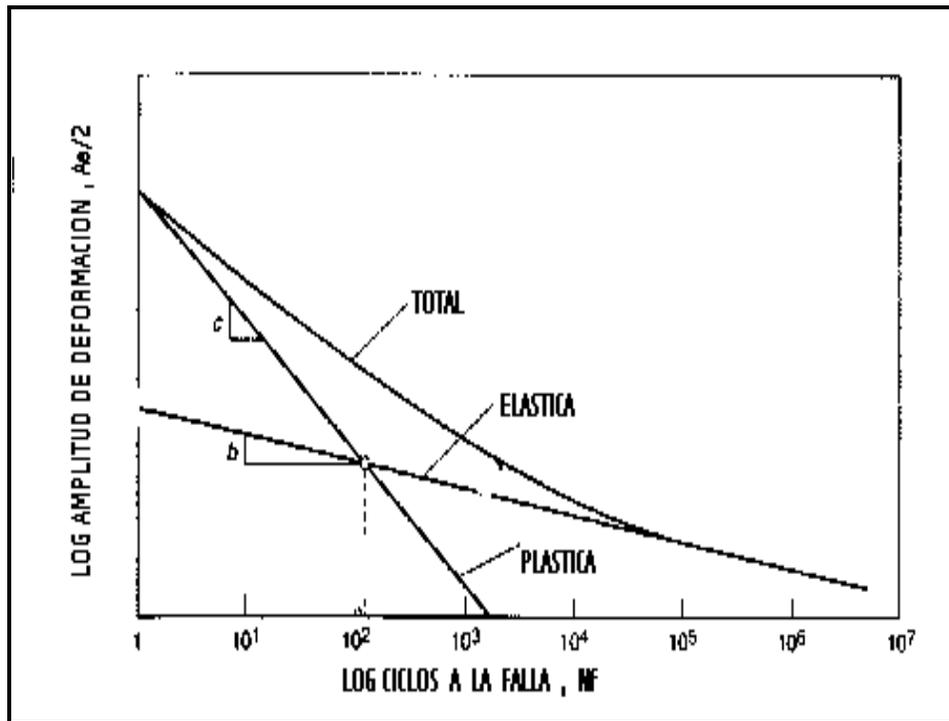


Fig. 2.3 Curva Log amplitud de deformación vs. Log ciclos a la falla

(ASM Metals Handbook, 1996).

En conclusión, si se quiere determinar propiedades de resistencia a la fatiga de un material se deben buscar en el componente de deformación elástica de la curva (S-N), mientras que si se quiere determinar propiedades de ductilidad de fatiga se buscan en el componente de deformación plástica (curva ϵ -N).

En este trabajo se pretende determinar las propiedades de resistencia de fatiga del material, por lo tanto se construye una curva S-N para determinar

resistencia basándose en la ecuación de Basquin y determinando sus parámetros que es el objetivo fundamental de esta investigación.

El tercer criterio de diseño por “**daño tolerante**” esta basado en los parámetros de la mecánica de fractura y expresa que la fatiga es un proceso de fractura retardada o paulatina, en el cual un cuerpo sometido a cargas fluctuantes o cíclicas desarrolla una grieta, que crece hasta alcanzar un tamaño crítico y causa la fractura final del cuerpo. Como en la gran mayoría de los componentes estructurales los esfuerzos de servicio son menores que el esfuerzo de cedencia o fluencia, la propagación de grietas por fatiga transcurre en un cuerpo deformado elásticamente, de manera que los principios de la mecánica de fractura es valida para caracterizar el comportamiento de los materiales en fatiga. Actualmente es aceptado que la propagación de grietas por fatiga ocurre en tres etapas:

Etapa I. Nucleación y crecimiento lento de grietas

Etapa II. Propagación estable de grieta.

Etapa III. Propagación rápida y fractura final

En las tres etapas, la rapidez de propagación de grietas depende de la amplitud de la variación de esfuerzos en la punta de la grieta, el cual, en condiciones lineal elástica depende del factor intensidad de esfuerzos K. Durante un ciclo de carga el intervalo ΔK varía (ASTM E 606-97):

$$\Delta K = K_{\max} - K_{\min} \quad (2.5)$$

Como K depende linealmente de la carga y $\Delta P = P_{\max} - P_{\min}$, en general se tiene que:

$$\Delta K = \Delta P \beta \sqrt{(\pi \cdot a)} \quad (2.6)$$

Si la amplitud de carga es constante, el ciclo de carga queda completamente definido con la relación de cargas (ASTM E 606-97):

$$R = P_{\min}/P_{\max}. \quad (2.7)$$

$$R = K_{\min}/K_{\max} \quad (2.8)$$

Desde el punto de vista mecánico, la principal característica de fatiga es el tipo de carga y puede variar dependiendo de la relación R, de la frecuencia y de la forma de variación de carga. Es muy común que la grieta por fatiga se inicie en un concentrador de esfuerzos, el cual en forma genérica es una entalladura cuyo radio en la raíz es ρ . Se ha encontrado que la relación $\Delta K/\rho$ controla el número de ciclos de iniciación de grietas N y observaciones experimentales han determinado que ΔK tiene un límite, debajo del cual no crecen grietas y por lo tanto la vida de fatiga del componente es infinita. Esta ΔK_{LIM} esta relacionada con el esfuerzo de fluencia y con el radio de la raíz del concentrador de esfuerzos (ρ), por lo que se puede establecer la siguiente relación empírica (ASTM E 606-97):

$$\Delta K_{LIM} = 10\sqrt{(\sigma_o \cdot \rho)} \quad (2.9)$$

Una vez iniciada la grieta por fatiga, esta se propaga por el efecto de la variación de esfuerzos en la punta de la grieta. Si la amplitud de carga es constante, a medida que la grieta crece, el factor intensidad de esfuerzos aumenta y consecuentemente aumentara la rapidez de propagación de la grieta. Este proceso transcurre hasta que el factor intensidad de esfuerzos iguale a la tenacidad de fractura del material K_{IC} y ocurre la fractura final.

La experiencia ha demostrado que la mayor parte de vida útil de un componente sujeto a condiciones de fatiga transcurre con una grieta propagándose a velocidad lenta; en la practica se dice que durante la etapa de propagación transcurre aproximadamente el 90% de la vida en fatiga de

un componente en servicio, mientras que el 10% restante es consumido para iniciar la grieta de fatiga.

Durante la etapa I la rapidez de propagación de grietas es fuertemente influida por el nivel de esfuerzos y la grieta se propaga a lo largo de los planos cristalinos del material. Como la zona plástica en la punta de la grieta es muy pequeña queda contenida dentro de los granos del material, por lo que esta etapa depende básicamente de la microestructura del material.

En la etapa II el incremento de longitud de la grieta por ciclo da/dN depende de ΔK , de manera que en una prueba de fatiga bajo la amplitud de esfuerzos constante ($\Delta\sigma$), la velocidad de crecimiento de la grieta por ciclo (da/dN) aumenta progresivamente debido a que ΔK aumenta.

Paris fue uno de los primeros investigadores en notar este comportamiento al presentar los datos da/dN vs. K en una grafica logarítmica como la mostrada en la figura 2.4

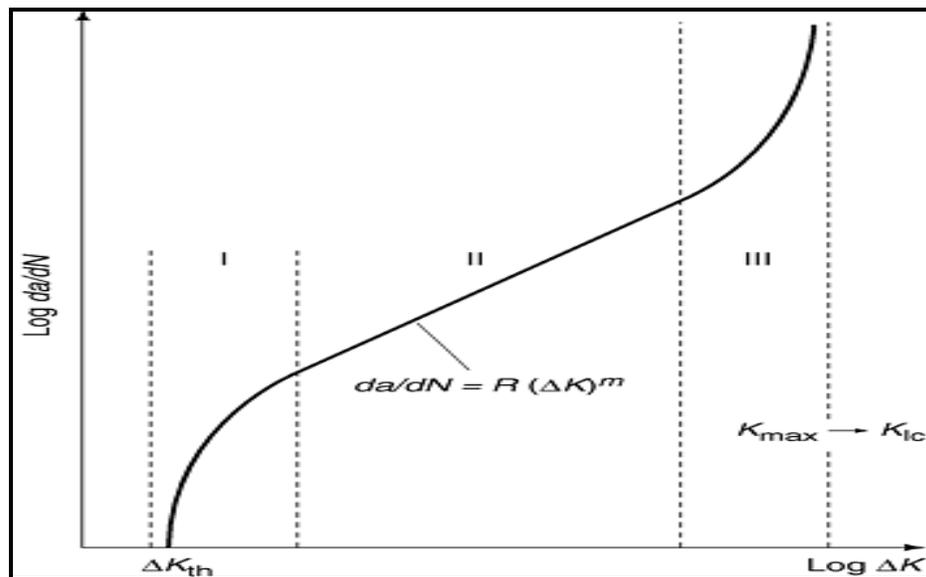


Fig. 2.4 Curva Log da/dN vs. Log ΔK

(ASM Metals Handbook, 1996).

Paris encontró que la rapidez de propagación de grietas de fatiga presenta tres regiones bien definidas que corresponden a las etapas de crecimiento de la grieta de fatiga. Nótese que en la etapa I muestra un valor ΔK_{th} debajo del cual la velocidad de propagación es prácticamente nula, este valor es llamado “límite de fatiga umbral” o “umbral de fatiga”.

La región intermedia de la grafica Log (da/dN) contra Log (ΔK) denominada etapa II, presenta una relación lineal entre estas variables. Precisamente en la etapa II, Paris encontró que para la gran mayoría de los materiales se cumple esta relación: (ASM, Metals Handbook, 1996):

$$\frac{da}{dN} = R \cdot \Delta K^m \quad (2.10)$$

Donde:

R = coeficiente de crecimiento de grietas

m = exponente de Paris

Esta ecuación es la base para muchas aplicaciones de la mecánica de fractura al análisis de la propagación de grietas por fatiga. La etapa II es fuertemente influida por el ambiente y es relativamente independiente de la microestructura, siendo la propagación de grieta principalmente transgranular.

El exponente de la ecuación de Paris varía de 2 a 5, dependiendo del material, mientras que la constante R depende del ambiente. Finalmente la etapa III esta caracterizada por la interacción con formas extáticas de fractura y es controlada por el nivel de esfuerzos y la microestructura principalmente.

Ciclos de esfuerzos

Un ciclo de esfuerzos puede considerarse constituido por dos componentes.

Un **esfuerzo medio o estacionario** siendo ésta la media algebraica de los esfuerzos máximo y mínimo del ciclo (Forrest, 1972):

$$\sigma_m = \frac{\sigma_{\max} + \sigma_{\min}}{2} \quad (2.11)$$

un **esfuerzo alterno o variable**(Forrest, 1972) :

$$\sigma_a = \frac{\sigma_{\max} - \sigma_{\min}}{2} = \frac{\sigma_r}{2} \quad (2.12)$$

siendo: σ_r = **el intervalo de esfuerzos.**

Y la **relación de esfuerzos** es (Forrest, 1972):

$$R = \frac{\sigma_{\min}}{\sigma_{\max}} \quad (2.13)$$

Durante un ensayo de fatiga el ciclo de esfuerzos se mantiene usualmente constante. La figura muestra los ciclos típicos de esfuerzos de fatiga. La figura 2.5.a) representa un ciclo de esfuerzos de forma sinusoidal presentando al esfuerzo de tracción máximo igual al de compresión máximo y se denomina “**Esfuerzo Alternante o Inverso**” donde el esfuerzo medio es cero; en la figura 2.5.b) el esfuerzo medio es igual al esfuerzo alterno donde el esfuerzo mínimo del ciclo es cero y se conoce como “**Esfuerzo de Tracción (o compresión) Pulsante o Repetido**”; mientras que cualquier otra combinación de esfuerzos se conoce como “**Esfuerzo Fluctuante**” (fig. 2.5.c)

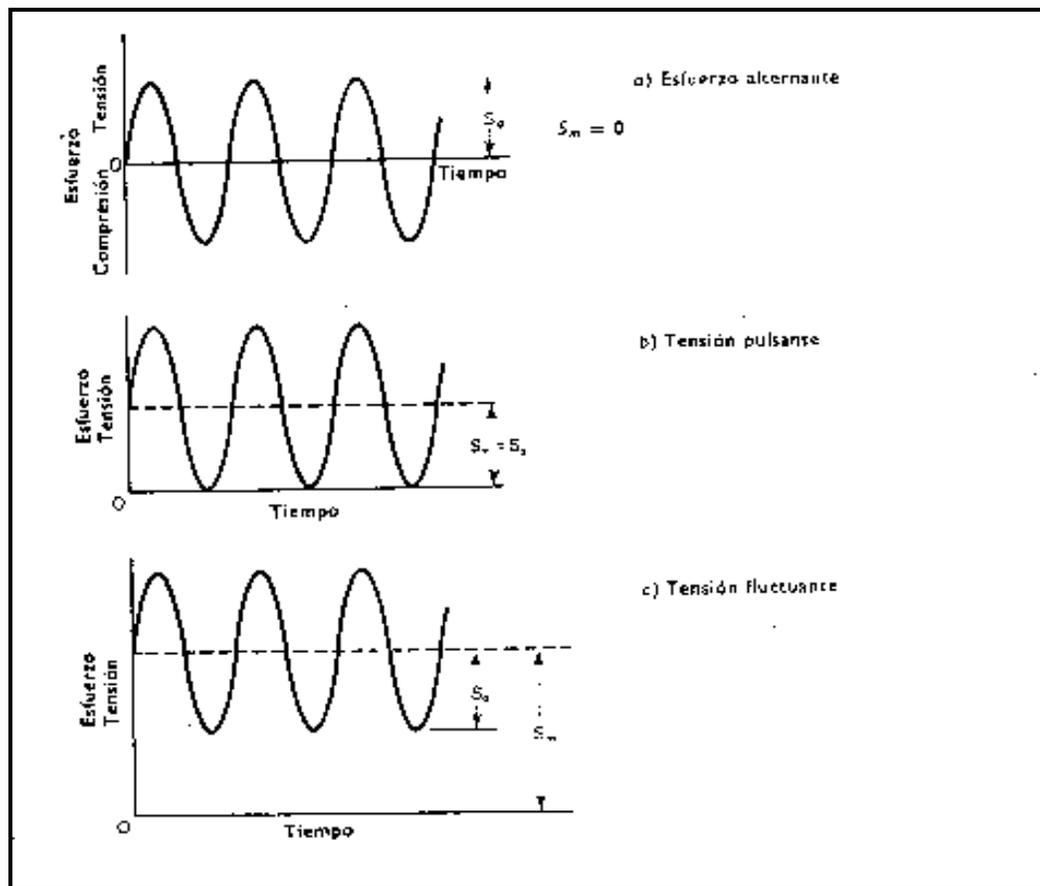


Fig. 2.5. Ciclos de esfuerzos (Forrest, 1972)

Límite de fatiga

Algunos materiales técnicos presentan un tramo horizontal a un esfuerzo determinado. Por debajo de este esfuerzo, que es denominado **límite de fatiga** se presume que el material durará un número infinito de ciclos sin romperse; el límite de fatiga es característico de cada material y dependerá de las condiciones o historial de éste. La mayoría de las aleaciones no ferrosas presentarán una curva cuya pendiente disminuye progresivamente sin llegar a presentar nunca una línea horizontal, por esta razón se dice que estos materiales no presentan un verdadero límite de fatiga.

El límite de fatiga o la resistencia a la fatiga se define como el valor máximo del esfuerzo alternante (o fluctuante) que resistirá sin fallar un material para un determinado número de ciclos

También puede ser definido como el número total de ciclos de esfuerzos necesarios para causar la falla en un elemento de máquina. Es necesario llevar un registro metódico que sirva de patrón de comparación para diseños de ingeniería, para esto se han realizado estudios del comportamiento a la fatiga de los distintos materiales a través de pruebas y ensayos sobre probetas normalizadas, la forma mas utilizada de llevar estos registros son las curvas de Esfuerzo vs. Numero de ciclos, donde, en las ordenadas del diagrama se colocan los esfuerzos alternantes y en las abscisas la cantidad de ciclos hasta la falla. Los resultados de los ensayos de fatiga se sitúan sobre una curva que presenta una forma asintótica y que divide el plano del diagrama en dos regiones: una región superior correspondiente a condiciones para las cuales las probetas no han podido resistir sin romperse y otra región inferior donde las probetas no rompen.

Para determinar el límite de fatiga de un material hay que aceptar que cada probeta tiene su propio límite. El problema estadístico se complica cuando se quiere determinar el valor preciso de dicho límite, por el hecho de que no se puede medir el valor individual de este en cada una de las probetas. Lo que se hace es ensayar cada probeta a un esfuerzo determinado y si falla es porque el esfuerzo es algo superior a su límite.

Se han utilizado varios procedimientos de ensayo para determinar el límite de fatiga. En el método "Probit" se ensayan uno o dos grupos de

probetas para un número previamente fijado de ciclos a varios valores del esfuerzo, próximos a su resistencia a la fatiga. Los resultados pueden representarse llevando la proporción de probetas que sobreviven a los ciclos requeridos frente al valor del esfuerzo. La experiencia ha demostrado que los resultados de estos ensayos, tienden a ser una línea recta si se representan en papel semilogaritmico (Forrest, 1972)

Otro método más económico en cuanto al número de probetas a utilizar es el llamado “**método escalonado**” o “**método de la escalera**” y se emplea más tiempo para realizar los ensayos porque las probetas se ensayan de una en una.

Método de la escalera

También llamado método ascendente y descendente, este ofrece un buen sistema para determinar el límite medio de fatiga (Dieter, 1986); el procedimiento consiste en evaluar la primera probeta a un nivel de esfuerzo que se considera cercano al límite de fatiga; si la probeta falla el esfuerzo aplicado a la siguiente se disminuye en una cantidad determinada que denominamos “escalón”.

Este proceso continúa para cada muestra hasta que la probeta resista el número de ciclos que se considera vida infinita, entonces el esfuerzo aplicado a la siguiente probeta se aumenta en la cantidad establecida. El proceso se repite aumentando el esfuerzo cuando la probeta no falla y disminuyéndolo cuando rompe.

El análisis se fundamenta en el suceso menos frecuente (bien sea por “fallos” o “no fallos”), si se basa en los “fallos”, el nivel mas bajo de esfuerzo al que se obtiene una muestra que se rompa se le asigna $i=0$, el siguiente $i=1$ y

así sucesivamente. El límite medio de fatiga y su respectiva desviación estándar se determinan utilizando las siguientes ecuaciones (Dieter, 1986)

$$S = S_0 + d \left(\frac{A}{N} \pm \frac{1}{2} \right) \quad (2.14)$$

$$DS = 1.62d \left(\frac{N \cdot B - A^2}{N^2} + 0.029 \right) \quad (2.15)$$

$$N = \sum f_i; \quad A = (i \cdot f_i); \quad B = \sum (i^2 \cdot f_i)$$

Donde:

d: incremento del esfuerzo (escalón)

S₀: esfuerzo correspondiente a i=0

f_i: numero de probetas a considerar por cada nivel (frecuencia), bien sea “fallos o “no fallos”, dependiendo del criterio.

Cuando el análisis se basa en los no fallos se usa el signo positivo de la ecuación. En la tabla 2.2 se disponen los datos de fatiga de un material para determinar su límite de fatiga.

El estudio determinó que hay 6 fallas y 4 no fallas de un total de 10 probetas ensayadas, teniendo en cuenta que el análisis se basa en el suceso menos frecuente (ya sean fallas o no fallas) se determinó el nivel mas bajo para 649 MPa con i=0.

El límite de fatiga es de 656 MPa y su desviación estándar es de 3.16 MPa y se determinaron mediante las ecuaciones 2.14 y 2.15; como el análisis se realizó con base en no fallas se utilizó el signo positivo de la ecuación.

Tabla 2.2. Método para analizar los datos de la escalera

S (MPa)	Nivel I	Resultados de los ensayos O: no falla hasta 5×10^6 ciclos X: falla antes de 5×10^6 ciclos										Resumen de los resultados de los ensayos		Frecuencia de los especímenes que no fallaron		
		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	Falla	No Falla	Fi	I*fi	I ² *fi
663	2	X		X		X						3	0	0	0	0
656	1		O		O		X		X		X	3	2	2	2	2
649	0							O		O		0	2	2	0	0
Total												6	4	N=4	A=2	B=2

Características de la fractura por fatiga

Si un componente está repetidamente sometido a cargas de suficiente magnitud se formará eventualmente alguna grieta o grietas de fatiga en una región de tensiones altas, normalmente en la superficie y progresará gradualmente a través del material hasta producir la fractura total. Las superficies fracturadas de las partes que han sido sometidas a fatiga tienen generalmente un aspecto característico, por lo que se le puede reconocer.

Hay dos o tres zonas, que pueden identificarse en cada superficie fracturada. Alrededor de la región de origen de la grieta, la superficie tiene a menudo un aspecto liso y brillante mostrando señales concoidales, o mejor conocida como marcas de playa o, forma de concha de almeja; ésta es la zona en que la grieta de fatiga se ha extendido con relativa lentitud. A veces

puede distinguirse una segunda zona menos lisa y opaca en que la grieta se ha propagado rápidamente, quizás en varios lugares a la vez, de modo que la superficie de fractura es irregular. La tercera zona es el área en la cual se produjo la fractura final cuando se redujo la sección y el metal no pudo soportar la aplicación de la última carga.

Esta zona puede tener un aspecto cristalino y oscuro indicando que la fractura final fue frágil, o un aspecto fibroso que indica una fractura final dúctil; ésta zona corresponde a una falla por sobrecarga debido a la gran disminución del área transversal de la pieza.

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

Corrientemente hay poca dificultad en los materiales dúctiles, pero en los materiales moldeados, particularmente en la fundición, es a menudo difícil distinguir entre las fracturas estáticas y por fatiga, el mismo problema puede ocurrir con los aceros que han tenido fallos intergranulares, pero tales fallos son muy poco corrientes. Se puede obtener mas información por un estudio de las superficies fracturadas por fatiga y esto puede ser de gran valor en el diagnóstico de la causa de un fallo en servicio.

La fractografía es una técnica de análisis de falla que permite determinar los factores responsables que ocasionan la pérdida prematura o la inutilidad de una parte o un componente, logra seguir el progreso de una falla para entender la(s) causa(s) que la originaron y tomar acciones correctivas en diseños apropiados, de manera de minimizar su recurrencia. Las causas son frecuentemente confundidas con los mecanismos y condiciones, por ejemplo: una grieta de fatiga que se inicia en el hueco de un perno. El mecanismo de esta falla es por fatiga, pero la causa es el esfuerzo en el hueco del perno que excedió las propiedades de fatiga del material. La determinación de las causas nos relaciona a las circunstancias que ocasionaron un esfuerzo incrementado y/o una disminución de la resistencia a la fatiga; el hueco del perno es por consiguiente una condición no una causa.

Aspecto microscópico de la superficie de fatiga.

Microscópicamente las superficies de fractura por fatiga están caracterizadas por la presencia de estriaciones. Cada una de ellas es producida por un solo ciclo de esfuerzo. Sin embargo, no es cierto que cada ciclo de esfuerzo produzca una estriación, en efecto, la ausencia de líneas de fatiga no elimina la posibilidad que el material haya fallado por fatiga. Es muy probable que en materiales con grano pequeño o si la aplicación de la carga fue realizada en forma tal que genere un esfuerzo muy grande, las líneas de fatiga no se pueden observar.

También hay un gran número de características fractográficas que pueden ser confundidas con líneas de fatiga, tales como las producidas por

ondas de choque, marcas de goma, y laminillas de perlita o de estructura solidificada en condiciones especiales.

Los esfuerzos alternantes producen líneas o bandas de deslizamiento. Este tipo de deformación varía considerablemente en su orientación y distribución en la superficie. Estos deslizamientos producen salidas del material hacia la superficie (**intrusiones**) o pequeños canales (**extrusiones**) los cuales pueden servir de zonas nucleadoras de grietas de fatiga. Las grietas así formadas se propagan a 45° del eje de esfuerzo de tensión y la superficie del material respectivo (etapa I de la propagación de la grieta de fatiga). Las regiones de deformación plástica o de concentración de esfuerzos son observadas a menudo como sitios de nucleación de grietas de fatiga, tales como: inclusiones en una superficie libre, partículas extrañas, grietas formadas por un proceso deficiente de arenado, picaduras, ranuras, microgrietas, ralladuras, poros, entre otros. Las grietas de fatiga pueden propagarse en dos formas: dúctil y frágil.

a) Dúctil: las grietas de fatiga tienden a propagarse generalmente en forma dúctil. Cada ciclo de carga resulta en una deformación plástica intensiva que tiene lugar alrededor del punta de la grieta, este proceso ocurre en una forma transcristalina. En el caso de materiales policristalinos el frente de la grieta se divide localmente en un número separado de planos, lo que resulta en la formación de una estructura visible microscópicamente que consiste de numerosos caminos de grietas paralelas. Los perfiles de las estriaciones dependen del material y de las condiciones de carga. Los bordes de grano también pueden ser zonas donde la grieta de fatiga se propague

fácilmente por la acumulación de impurezas y/o precipitados de baja resistencia mecánica.

b) Frágil: en casos raros la fractura por fatiga también ocurre a través de planos cristalográficos. Las estriaciones en tales casos resultan de la fractura por clivaje del material en la punta de la grieta con la subsiguiente apertura de la grieta cuando la concentración del esfuerzo aumenta. La fractura por fatiga de forma frágil se ha observado en fundiciones de aluminio de alto esfuerzo, aleaciones de titanio, hierro fundido esferoidal y en láminas de Fe-Si, parece ser que la fractura por fatiga frágil es favorecida por baja frecuencia o bajo ciclaje.

Recubrimientos duros

La ingeniería de superficies abarca la ciencia y tecnología de los acabados superficiales asociados con los fenómenos causantes de las fallas de los materiales, con el fin de obtener un grado aceptable de apariencia, proteger el artículo contra el deterioro y lograr propiedades tecnológicas específicas en la superficie. La Ingeniería de Superficies combina técnicas de la ingeniería mecánica, ingeniería eléctrica, ingeniería química, física, y resistencia de materiales, entre otras; cuyo desarrollo ha logrado mejoras en el desempeño y comportamiento de los materiales frente a procesos productivos.

La ingeniería de superficies es importante para cualquier tipo de industria, como la aeroespacial, automovilística, alimenticia, del envase y embalaje, el transporte, la construcción, la química, la ingeniería pesada y muchas otras, las ventajas económicas que pueden obtener estas industrias del recubrimiento de superficies, son enormes (ASM, 1994)

Los recubrimientos funcionales han significado un enorme avance en la ingeniería de superficies, ya que gracias a variados procesos, se logra obtener materiales compuestos que brindan diversas propiedades físicas y químicas al material sobre el cual están depositados, el cual por lo general tiene distintas propiedades en bloque; por ejemplo, los recubrimientos duros son un grupo de materiales que depositados en capas finas brindan alta resistencia al desgaste y presentan bajos coeficientes de fricción.

Estos recubrimientos se utilizan actualmente en una amplia gama de aplicaciones para reducir el desgaste en los procesos tribológicos que están involucrados herramientas de corte y conformado, moldes de extrusión, moldes de vaciado, piezas móviles en maquinas y motores, entre otros. Los materiales más comunes usados como recubrimientos se encuentran los Óxidos, Carburos, Nitruros, Boruros y compuestos de Silicio; en los que se ha reportado dureza Vickers entre 600 y 3500 HV.

Los procesos de ingeniería de superficies en general se clasifican en tratamientos de superficies y técnicas de deposición:

Tratamientos de superficies. Cuando la composición o las propiedades mecánicas de la superficie se alteran, bien sea para hacerla más dura o para establecer una aleación más resistente al desgaste, caso en el cual se aumenta la dureza superficial.

Técnicas de deposición. Cuando se deposita un material diferente, como películas delgadas o recubrimientos, para crear una nueva capa.

Con la aplicación de los procesos de ingeniería de superficies se obtienen diversos tipos de recubrimientos, clasificados en dos grandes grupos, blandos y duros:

Recubrimientos blandos o películas lubricantes sólidas. Estos recubrimientos proporcionan protección, evitando la adhesión entre los sustratos. Como tienen una baja resistencia al corte, se cizallan en lugar del sustrato, proporcionan un bajo coeficiente de fricción y también fluyen para distribuir mejor el área de contacto, lo que permite cargas y temperaturas mayores.

Recubrimientos duros. Son capas protectoras de materiales, que presentan bajo desgaste y generalmente son capaces de soportar cargas pesadas y altas temperaturas por períodos largos sin sufrir algún deterioro, que afecte su funcionamiento.

Los materiales de recubrimientos duros pueden dividirse en tres categorías, dependiendo de la naturaleza de sus enlaces. La primera incluye los óxidos duros iónicos de Al, etc. El segundo grupo lo componen los materiales duros covalentes: boruros, carburos y nitruros de Al, Si y B como también el diamante. Finalmente están los compuestos metálicos duros que consisten en boruros, carburos y nitruros de metales de transición por ejemplo Zr y Ti.

El primer recubrimiento duro para herramientas de corte fue el de TiC y producido en 1969 sobre un sustrato de carburo de tungsteno por CVD (Deposición Química en Fase Vapor “Chemical Vapor Deposition”) térmico, luego siguieron recubrimientos de TiN a comienzos de la década de 1970 y posteriormente en la misma década de Al_2O_3 , producidos todos por CVD térmico, con el advenimiento de los procesos de recubrimientos por plasma, la producción comercial de recubrimientos duros para herramientas se orientó a esta tecnología, particularmente para el caso de herramientas de acero rápido que requieren procesos de recubrimiento por debajo de la temperatura de revenido (~ 550°C) y, en particular, de la temperatura de transformación para

la que comienza la aparición de martensita (~ 720°C para aceros al carbono), a fin de evitar la pérdida de sus propiedades mecánicas; no obstante el CVD térmico todavía continúa en uso. Por muchos años, el TiN fue el material más utilizado para recubrimientos duros en herramientas además del ZrN, pero con el tiempo surgieron nuevos materiales con propiedades superiores, tales como el TiCN, TiAlN y TiAlVN; que evolucionaron el concepto de recubrimientos monocapa de Ti a recubrimientos multicapas (Gómez et al, 2010).

La mayor parte de los recubrimientos comerciales de alta calidad que se usan hoy día tienen estructura multicapa; este concepto implica el uso de varias capas de materiales mutuamente solubles a fin de promover el desarrollo de interfaces altamente adherentes entre ellos.

El material de la primera capa, en contacto con el sustrato, tiene por función principal promover una buena adherencia (usualmente TiN o TiC), en tanto que los materiales de las capas siguientes se eligen de modo de promover capas de alta dureza y resistencia al desgaste (TiC o TiCN) y/o resistencia química (Al_2O_3). La última capa se fabrica usualmente utilizando TiN, que tiene un bajo coeficiente de fricción y propiedades superiores en relación con el pegado y agregación de virutas durante el maquinado.

No obstante los recubrimientos de TiN y ZrN aun son ampliamente usados para mejorar el desempeño tribológico de muchos de los materiales convencionales de ingeniería usados en la fabricación de herramientas y partes de maquinaria, estos elementos están sujetos a cargas mecánicas y térmicas las cuales causan abrasión, adhesión, tribooxidación, y fatiga superficial que limitan el tiempo de vida útil.

Debido a su color dorado distintivo, el uso de TiN y ZrN como última capa permite al operario visualizar fácilmente efectos de desgaste del

recubrimiento. Hoy día, se utiliza una combinación relativamente limitada de materiales en recubrimiento tipo multicapa y es usual que cuenten con 2 - 8 capas alternadas – y a veces más - con un espesor total del orden de 3 - 15 μm . El uso de recubrimientos multicapa permite extender la vida de la herramienta y aumentar su velocidad de corte y de avance con respecto a recubrimientos monocapa y aportan por tanto una ventaja económica importante en procesos de producción continua. El desarrollo de recubrimientos multicapa para herramientas de corte constituye una de las tendencias más importantes en este campo (Jaramillo, 2004; Gómez, 2010). En la tabla 2.3 se puede apreciar una lista comparativa de propiedades entre el TiN y el ZrN.

Tabla 2.3 Propiedades físicas del TiN y ZrN

PROPIEDAD	TiN	ZrN
Estructura	FCC	FCC
Parámetro de red (Å)	4.244	4.577
Modulo de Young (GPa)	450	670
Microdureza (HV)	2300 – 3000	2500 – 3300
Punto de Fusión ($^{\circ}\text{C}$)	2950	2982
Espesor del Deposito (μm)	5	5
Color del Recubrimiento	Dorado	Dorado

(Fuente: Vera, 2009)

Cuando se emplea el nitrógeno como elemento de aporte para una aleación o para la formación de compuestos, se produce un incremento de la dureza superficial. Este incremento se debe a la formación de una capa de nitruro de titanio. En el caso de realizar los tratamientos a temperaturas inferiores a 1050°C , para contenidos de nitrógeno situados entre 35% hasta

valores superiores a 54% se forman nitruro δ (TiN), y para contenidos de nitrógeno cercanos a 33% se forman nitruro ε (Ti₂N), tal y como puede observarse en el diagrama binario Ti-N de la figura 2.6

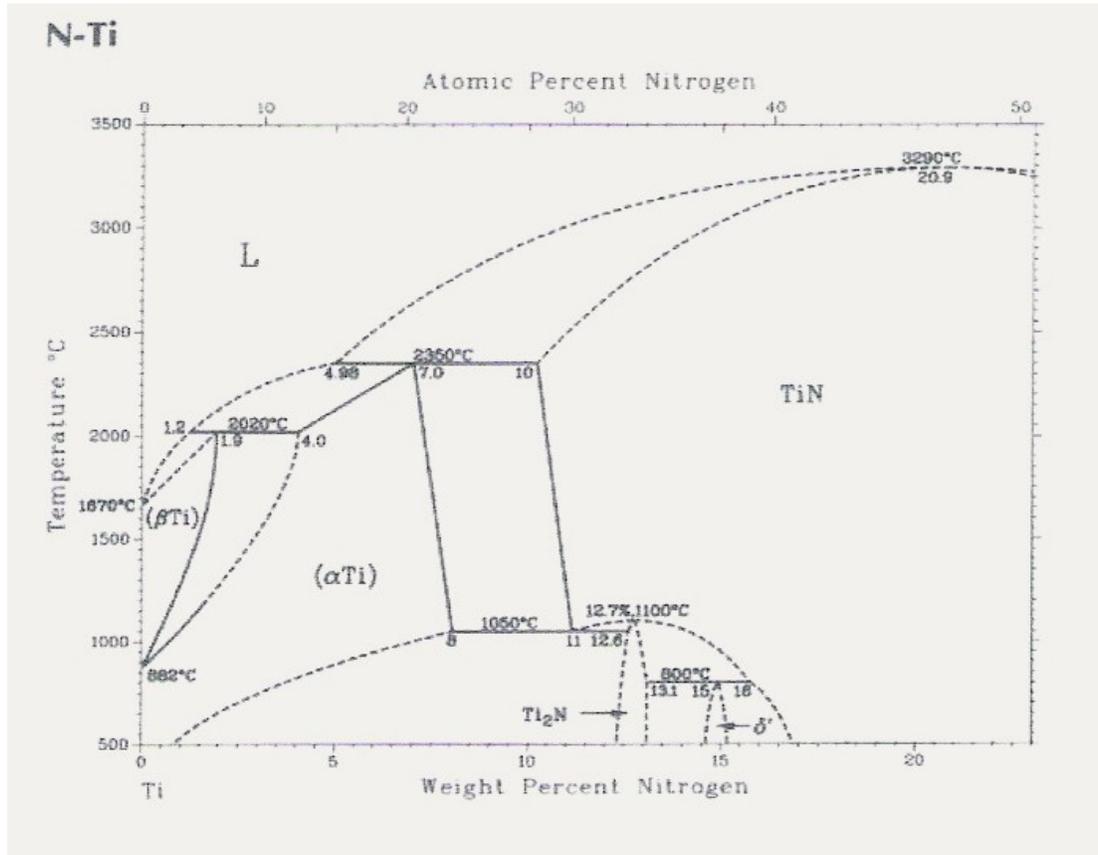


Fig. 2.6 Diagrama N-Ti

(Fuente: ASM Metals Handbook, 1994).

La microestructura de estos nitruros difiere de la del titanio. El nitruro TiN tiene una estructura cúbica centrada en las caras, mientras que el Ti₂N tiene una estructura tetragonal centrada en el cuerpo. Estos nitruros presentan una dureza muy elevada del orden de 2000-2500 HV para el Ti₂N, y de 3000-3200 HV para el caso de TiN

El nitruro de zirconio es un compuesto formado a través de un enlace covalente polar entre los dos elementos, cuyas electronegatividades son 1.3 para el nitrógeno y 3.0 para el zirconio (Fig. 2.7) En este tipo de enlace, la nube electrónica se halla desplazada hacia el nitrógeno, elemento de mayor electronegatividad. Este compuesto es estable, con alto punto de fusión (2980°C) y pertenece al grupo de los materiales cerámicos. Los átomos de zirconio representan el 86.59 % del compuesto y los de nitrógeno, el 13.31 %, debido al tamaño del átomo. La densidad del ZrN en bloque es 7,09 gr/cm³. El ZrN como recubrimiento, posee una dureza muy similar a la del nitruro de titanio TiN (recubrimiento más usado por tradición y el más estudiado), puede depositarse fácilmente por evaporación con arco en vacío. Varios investigadores han depositado películas obteniendo microdureza en el intervalo de 2895 y 3300 Hv (García et al, 2007; Jaramillo et al, 2004; Ortega et al, 2005)

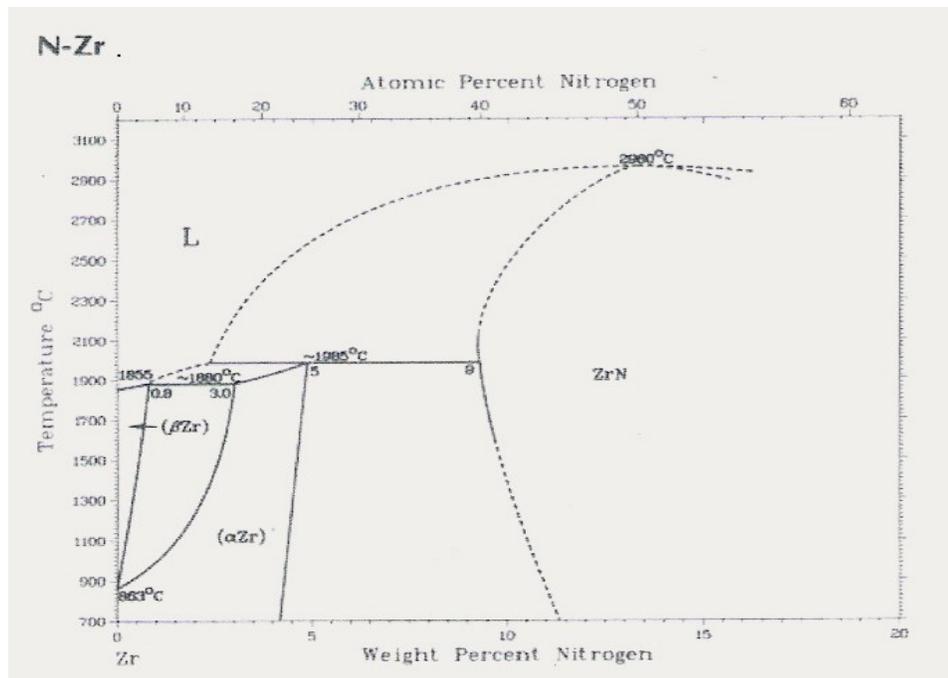


Fig. 2.7 Diagrama N-Zr

(Fuente: ASM Metals Handbook, 1994).

En resumen estas capas nitruradas tienen las siguientes características:

- Elevada dureza
- Gran resistencia al desgaste
- Elevada resistencia a la corrosión
- Bajo coeficiente de fricción
- Buena resistencia térmica y química

La deposición física reactiva en fase vapor (PVD) de las capas duras y finas, consiste en fundir, evaporar e ionizar el metal del que queremos obtener el recubrimiento, para reaccionar con un gas reactivo de aportación (generalmente nitrógeno), y depositar el producto formado sobre el substrato.

De esta forma, pueden conseguirse capas muy duras y de espesores muy pequeños que pueden formar los siguientes compuestos denominados:

- Nitruro de titanio (TiN)
- Carbonitruro de titanio (TiCN)
- Nitruros de titanio-aluminio (TiAlN)
- Carburo de molibdeno (MoC)
- Nitruro de cromo (CrN)
- Nitruro de circonio (ZrN)

El hecho de poder trabajar a una temperatura cercana o inferior a los 500 °C hace posible el recubrimiento en piezas totalmente terminadas y sin necesidad de posteriores tratamientos térmicos o rectificadas ya que no se producen deformaciones ni cambios en la microestructura del material. Las piezas deben poder mantener su dureza original a estas temperaturas.

Para obtener un buen recubrimiento, las exigencias básicas de calidad tienen que establecerse tanto para el material de la herramienta como para el del recubrimiento, por lo tanto este último debe poseer:

1. Buena adherencia a las superficies de la herramienta.
2. Estructura compacta, densa y libre de porosidad.
3. Coeficiente de rozamiento pequeño con respecto al del material que se somete a las operaciones de corte.
4. Dureza elevada a las temperaturas más altas de trabajo.
5. Gran estabilidad química.
6. De producción rápida y económica.

A su vez, la herramienta (sustrato) debe tener:

1. Composición química compatible con el recubrimiento.
2. Buena tenacidad.
3. Dureza elevada tanto en caliente como en frío.
4. Coeficiente de dilatación similar al de la capa.
5. Buena conductividad térmica.
6. Estabilidad dimensional a las temperaturas de recubrimiento.

Una vez realizado el recubrimiento hay que determinar:

1. Adherencia de la capa.
2. Composición y estructura.
3. Espesor de la capa y su uniformidad.
4. Dureza de la capa.
5. El color.

Procesos por deposición física en fase vapor (PVD)

En la deposición física en fase vapor (PVD), (ASM, Vol. 05, 1994) se pueden formar vapores para recubrir materiales mediante técnicas térmicas y no térmicas. Las técnicas térmicas requieren calentamiento como evaporación y sublimación del vapor y son:

- ✓ Deposición al vacío.
- ✓ Evaporación por reactivo.
- ✓ Evaporación por gas.

Entre los procesos de vaporización no térmicos están:

- ✓ Vaporización por arco.
- ✓ Láser
- ✓ Deposición iónica.

El proceso de deposición del material utilizado en este trabajo es un proceso no térmico denominado deposición iónica por “sputtering” el cual se presenta a continuación.

El bombardeo iónico es un proceso de vaporización no térmico, en el cual los átomos neutros o iones altamente energéticos, generados en un plasma y acelerados hacia un blanco u objetivo colocado a un potencial negativo, golpean la superficie de dicho blanco sólido, produciendo la salida de uno o más átomos o moléculas por transporte de momento.

Utiliza un haz iónico para generar el flujo de iones incidente sobre la superficie del objetivo o blanco. Estos iones producen átomos y ocasionalmente racimos de átomos que son golpeados libremente desde la superficie del objetivo por transferencia de impacto o chisporroteo

Una de las técnicas de bombardeo iónico es la del “magnetron sputtering” y difiere de otras técnicas en que la mayor parte del plasma está restringido a la región cercana al objetivo o blanco. Esta restricción del plasma se logra estableciendo un fuerte campo magnético por encima de la superficie del objetivo, y conduce las trayectorias de los electrones secundarios en forma de un espiral de convolución, saltando desde la superficie del cátodo (Fig. 2.8)

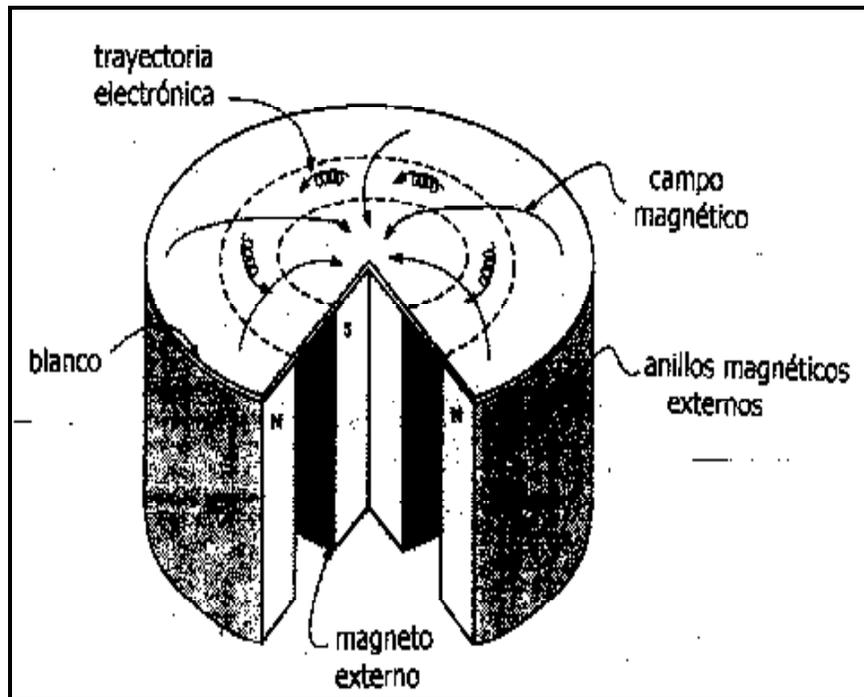


Fig. 2.8. Ilustración de la Trayectoria de Electrones en un Magnetron Convencional

(Fuente: ASM Metals Handbook, 1994).

En este arreglo magnético los electrones secundarios son atrapados y la mayor parte de su energía se emplea en la región cercana al objetivo; ya que, incrementando la ionización, se mejora la velocidad de deposición y el chisporroteo, produciendo recubrimientos de alta calidad y películas de bajas impurezas a velocidades de deposición razonables, siendo muy utilizado en el ámbito comercial.

En los procesos de deposición de bombardeo iónico por “magnetron sputtering” los iones son extraídos de la descarga alrededor del sustrato, si se aplica un potencial negativo de 50 a 500 V al sustrato.

Sin embargo, en los magnetrones convencionales, la densidad de corriente que incide sobre la superficie película-substrato es muy baja, generalmente 0.05-0.10 iones por átomo depositado.

Si esta relación aumenta, sin aumentar la energía de los iones bombardeados, se pueden producir microestructuras de las películas más densas y un daño mínimo dentro de la red cristalina; ya que, si se aumenta el voltaje de polarización se produce una generación de defectos dentro de los granos, incrementando los esfuerzos del recubrimiento produciendo una adherencia pobre y una baja calidad de la película.

En un esfuerzo por lograr un aumento del bombardeo a baja energía, en los últimos años se ha desarrollado un nuevo tipo de magnetrón conocido como **“magnetrón desbalanceado”**

Una de las fuentes más comunes de bombardeo energético son los iones acelerados de un gas plasma reactivo o inerte. En algunos casos el plasma se puede formar por los electrones usados para vaporizar el material del objetivo o, se utilizan plasmas auxiliares para proporcionar los iones.

Generalmente estos plasmas auxiliares se forman de un filamento caliente que emite electrones, un cátodo hueco o una fuente de plasma de arco. Los electrones se pueden encerrar en un campo magnético como se muestra en la Fig.2.9.

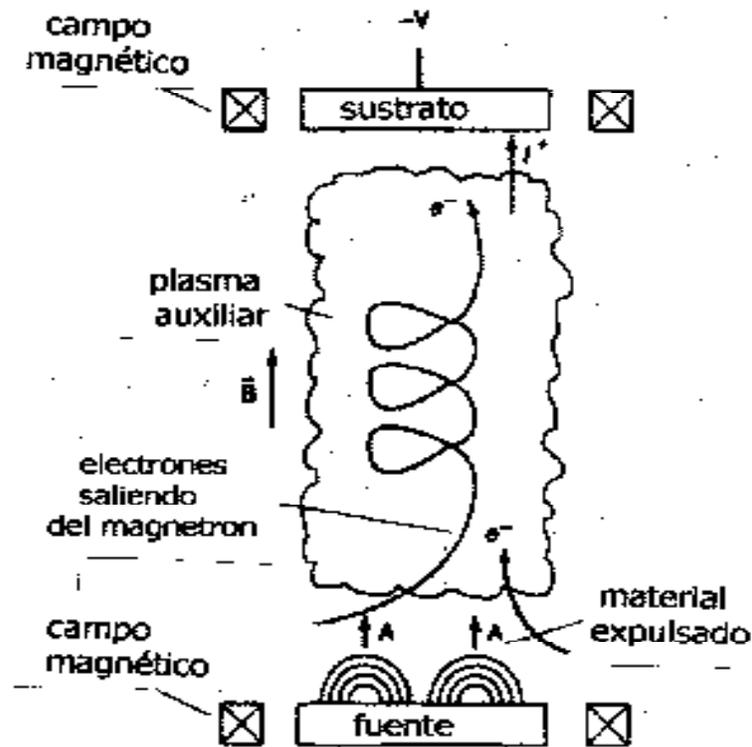


Fig. 2.9. Configuración de un Magnetron Desbalanceado

(Fuente: ASM Metals Handbook, 1994).

La empresa TEER COATING LTD., ha patentado un sistema de “magnetron sputtering” desbalanceado (UDP-Uniform Deposition and Plasma) en 1990.

El sistema es muy versátil, estable, confiable y flexible capaz de realizar deposiciones de casi cualquier recubrimiento sobre cualquier sustrato (www.tearcoatings.com)

El sistema de recubrimiento UDP utiliza un magnetrón desbalanceado en un arreglo según el cual los magnetrones cercanos son de polaridad magnética opuesta (Fig. 2.10)

La zona de deposición en el cual se ubican los substratos es rodeada por líneas de acoplamiento del campo magnético. Este almacenamiento de la región del plasma, previene la pérdida de los electrones ionizados y produce un aumento significativo del plasma.

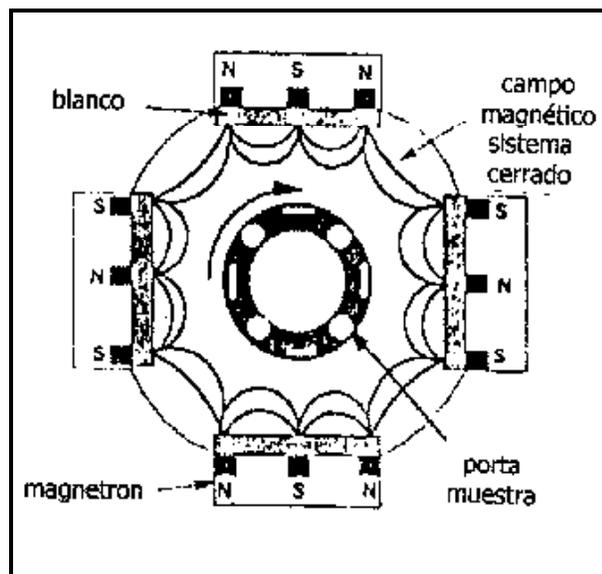


Fig. 2.10. Configuración del Proceso de Magnetron de Campo Cerrado

(Fuente: www.teercoating.com.uk)

Se pueden utilizar una variedad de técnicas por bombardeo iónico, pero la técnica del "magnetron sputtering" es una de las más aceptadas, porque permite temperaturas más bajas del substrato y se utiliza en aplicaciones resistentes al desgaste

En el futuro este tipo de recubrimientos se fabricarán para necesidades específicas como una combinación de procesos para incrementar la vida de las herramientas y elementos de máquina. La naturaleza ambientalmente amigable de este proceso también los hace muy atractivos para múltiples aplicaciones.

CAPÍTULO 3

Metodología

3.1. Tipo de investigación

La siguiente investigación es de tipo experimental donde se evaluó la influencia de depósitos por deposición física en fase vapor (PVD) de nitruro de titanio (TiN), y nitruro de zirconio (ZrN) sobre la resistencia a la fatiga de un acero AISI 4340.

3.2. Procedimiento experimental

El procedimiento experimental se realizó en dos fases: en la primera fase se prepararon las muestras o probetas del material base o sustrato, luego se aplicaron los dos depósitos. La segunda fase consistió en la experimentación propiamente dicha. A continuación se presentan en forma general, los pasos a seguir para determinar la resistencia a la fatiga del material recubierto.

Primera fase:

Para llevar a cabo esta investigación se mecanizaron las diferentes muestras y/o probetas, según las normas estandarizadas de los diferentes tipos de ensayos a realizar. Una vez mecanizadas todas las muestras y/o probetas se llevaron a pulido tipo espejo, con el fin de eliminar posibles concentradores de esfuerzos; tales como: marcas del mecanizado, rayas, entre otros, que pudiesen interferir en los ensayos de fatiga; posteriormente se les aplicaron los dos tipos de depósitos. Una vez aplicados los depósitos se

realizó la caracterización de éstos, la cual consistió en: medición de espesores y determinación de la microdureza de los recubrimientos

Segunda fase:

En la segunda fase del proyecto se realizaron los ensayos estáticos, con el objetivo de determinar propiedades mecánicas y establecer los niveles de esfuerzo a ser utilizados en los ensayos de fatiga; éstos deben oscilar entre un 50% - 80 % del esfuerzo de fluencia del sustrato. Una vez determinados los niveles de esfuerzo se procedió a realizar los ensayos de fatiga, y se analizaron las superficies de fractura con el fin de evaluar la resistencia a la fatiga del conjunto sustrato - recubrimiento

El organigrama del trabajo experimental de la primera fase (Fig. 3.1) se muestra en el diagrama de flujo adjunto y presenta la caracterización del material:

- El material base o sustrato que se utilizó en esta investigación fue un acero AISI 4340.
- Mecanizado de las muestras y/o probetas, según el tipo de ensayo a realizar.
- Preparación metalográfica de todas las muestras y/o probetas, según la norma ASTM E-3.
- Se realizaron los depósitos de TiN y ZrN al material previamente mecanizado y pulido.
- Se determinó la rugosidad de las muestras antes y después de aplicar los recubrimientos.
- Se efectuaron las mediciones de microdureza al conjunto material base-recubrimientos según las normas ASTM B-578 y ASTM E-384.
- Se determinó el espesor de los depósitos mediante la técnica de la calota esférica.

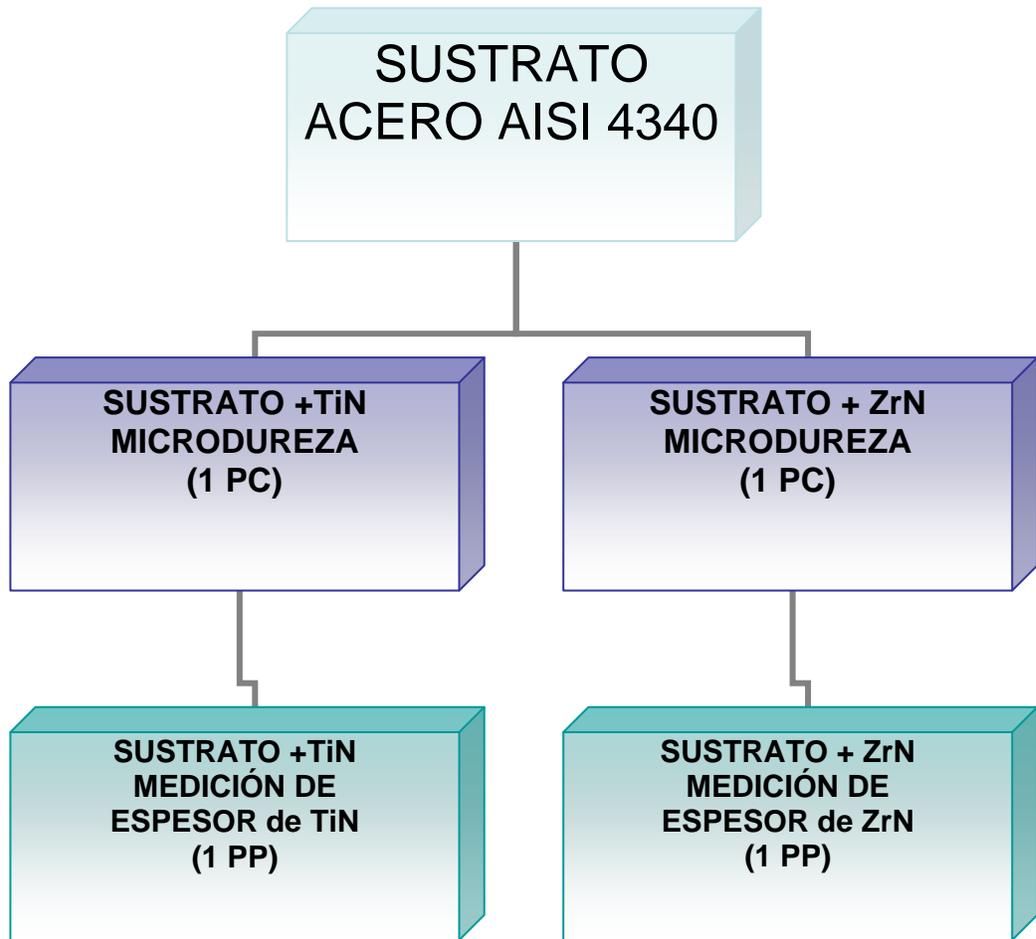


Fig. 3.1 Organigrama de la caracterización de los recubrimientos.

Leyenda:

PC: Probeta Cilíndrica

PP: Probeta Plana

En el organigrama de la Fig. 3.2 se muestra la segunda fase experimental de esta investigación, donde se presentan los ensayos estáticos y dinámicos del material.

- Se realizaron ensayos de tracción al material base o sustrato y al material recubierto con TiN y ZrN (9 probetas: 3 probetas para cada condición) según la norma ASTM E-370.
- Se establecieron los niveles de esfuerzo de fatiga para intervalos de aproximadamente un 50% - 70% del esfuerzo de fluencia del material base.
- Posteriormente se realizaron 102 ensayos de fatiga de flexión rotativa al acero AISI 4340 recubierto con TiN y ZrN.
- Se ensayaron 24 probetas por cada condición para determinar la resistencia o vida de fatiga, según la norma ASTM E-739 y, 10 probetas por cada condición con el fin de obtener el límite de fatiga, según la norma ASTM E-606.
- Los resultados de los ensayos de fatiga se analizaron según la norma ASTM E-468, considerando vida infinita a 5×10^6 ciclos
- Se evaluaron las superficies de fractura de los ensayos estáticos y dinámicos mediante microscopía electrónica de barrido (MEB).
- Se analizaron los resultados obtenidos comparando la resistencia a la fatiga del material con y sin recubrimientos, a fin de obtener las conclusiones pertinentes.
- En cada cuadro del organigrama se indica el número de probetas o muestras que se emplearon para cada ensayo

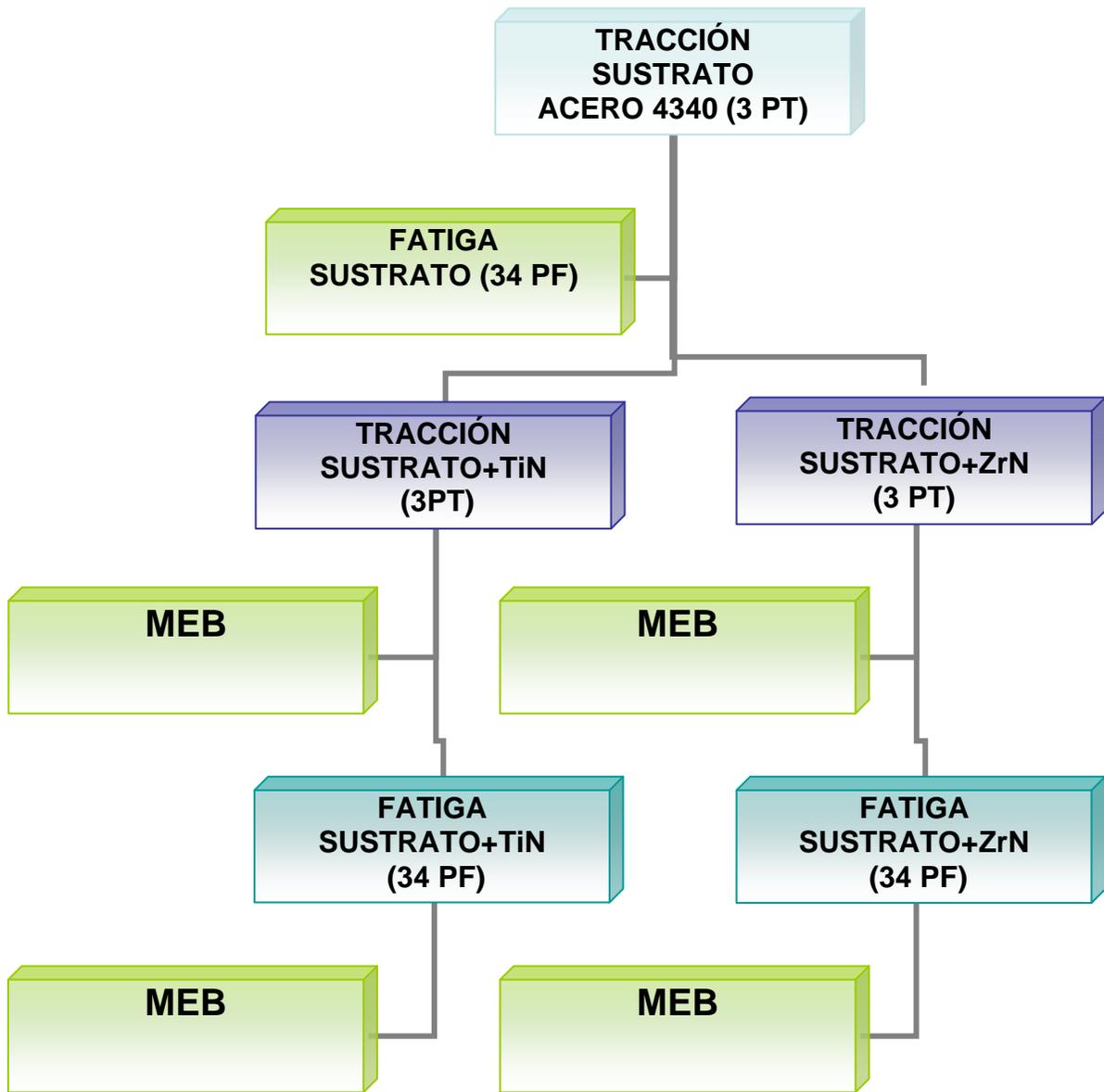


FIG. 3.2. Organigrama de los ensayos estáticos y dinámicos

PF: Probeta de Fatiga

PT: Probeta de Tracción

3.2.1 Maquinado de las muestras y/o probetas

El metal base o sustrato empleado para la fabricación de las probetas y/o muestras utilizadas en esta investigación fue un acero AISI 4340 templado y revenido, el cual se adquirió en la empresa FERRUM S.A. en forma de barras cilíndricas calibradas de 15.8 mm de diámetro y 6 m de longitud.

En las tablas 3.1 y 3.2 se muestran la composición química y las propiedades mecánicas del acero AISI 4340.

Tabla 3.1 Composición química del sustrato.

Elemento	C	Si	Mn	P	S	Cr	Ni	Mo	Al	Cu
% Peso	0.41	0.24	0.79	0.024	0.011	0.79	1.73	0.23	0.015	0.25

(Fuente: FERRUM S.A.)

Tabla 3.2 Propiedades mecánicas del sustrato.

σ_{max} (MPa)	σ_y (MPa)	Elongación (%)	Reducción de área (%)	Dureza Brinell (HB)
1152	1090	17	55	340

(Fuente: FERRUM S.A.)

En la tabla 3.3 se muestran la cantidad y longitud de las muestras y/o probetas que se utilizaron en esta investigación, la cual se detalla a continuación:

El maquinado de las probetas comenzó con el corte de 3 barras calibradas de $\frac{1}{2}$ pulgada de acero AISI 4340 en 115 piezas sobredimensionadas, las cuales se distribuyeron de la siguiente manera: 9 (nueve) de 125 mm, para las probetas de tracción; 102 (ciento dos) de 105 mm, para las probetas de fatiga, 72 (setenta y dos) probetas para determinar vida de fatiga y 30 (treinta) probetas para determinar límite de fatiga; 02 (dos) muestras de 25 mm para determinar el espesor del recubrimiento, y 02 (dos) muestras de 15 mm para la medición de la microdureza de los recubrimientos.

Todas las probetas a utilizar en este trabajo se mecanizaron en un torno de control numérico ubicado en la empresa Sarti C.A., en Valencia, estado Carabobo

La sección de ensayo de cada probeta de tracción y fatiga fueron lijadas en un torno manual utilizando papeles de esmeril de SiC (carburo de silicio) números 240, 320, 400, 500, 600, 1000 y 1200. Esta actividad se realizó en el Laboratorio de Procesos de la Escuela de Mecánica, de la Universidad de Carabobo; mientras que las muestras planas utilizadas para caracterizar el recubrimiento se lijaron con papeles de SiC números 240, 320, 400 y 600.

Posteriormente fueron pulidas con alúmina de 1 y 0.05 μm , hasta alcanzar el pulido tipo espejo, luego se determinó la rugosidad de las muestras, éstas se prepararon en el Centro de Investigaciones en Mecánica, de la Universidad de Carabobo.

Tabla 3.3. Condiciones de trabajo, cantidad y longitud de las probetas a utilizar en los diferentes ensayos

ENSAYOS	FATIGA RESISTENCIA	FATIGA LIMITE	TRACCIÓN	MICRO DUREZA RECUBR.	ESPEJOR DEL RECUBRIMIENTO
Sustrato Acero 4340	24	10	3	-	-
Sustrato + TiN	24	10	3	1	1
Sustrato + ZrN	24	10	3	1	1
Tipo de probeta	PF	PF	PT	PC	PP
Numero probetas/ Ensayo	72	30	9	2	2
Longitud Probeta (mm)	105		125	15	25
Numero de barras	3 barras de ½ pulgada de diámetro de 6 m. cada una				
<i>Total Muestras y/o Probetas.</i>	115				

PF: Probeta de Fatiga
PC: Probetas Cilíndrica

PT: Probeta de Tracción
PP: Probeta Plana

Una vez mecanizadas y pulidas todas las muestras y/o probetas, se enviaron a la empresa Teer (Inglaterra) para realizar la deposición de los recubrimientos mediante uno de los procesos de deposición física en fase vapor (PVD), la técnica de “magnetron sputtering” y se midió de nuevo la rugosidad de las muestras después de la deposición. Estos resultados se presentan en la tabla 3.4

Para determinar la rugosidad de las muestras se utilizaron un total de (10) diez muestras distribuidas de la siguiente manera: (07) siete probetas cilíndricas de fatiga; (01) una probeta cilíndrica de tracción; (01) una probeta plana y (01) una probeta cilíndrica. Se determinaron las rugosidades antes y después de aplicar los depósitos, a fin de que se cumpla con la norma ASTM 606 “Standard Practice for Strain-Controlled Fatigue Testing”, la cual establece que la rugosidad de las muestras debe ser menor 0,20 mm. Se utilizó un rugosímetro digital marca TIME, modelo TR200.

Tabla 3.4. Medición de la rugosidad del sustrato y del sustrato con los depósitos.

MUESTRA Nº	TIPO	SUSTRATO (μm)	SUSTRATO + TiN (μm)	SUSTRATO + ZrN (μm)
1	FATIGA	1,89	0,77	0,67
2		2,56	0,89	0,69
3		2,78	0,75	0,56
4		2,79	0,79	0,72
5		2,76	0,87	0,7
6		2,77	0,78	0,75
7		2,78	0,76	0,68
8	TRACCIÓN	2,76	0,85	0,69
9	PLANA	3,89	1,89	1,02
10	CILINDRICA	2,99	1,87	1,15
	PROM.	2,797	1,04	0,763
	DS	0,48	0,54	0,170

3.2.2. Determinación de la microdureza de los depósitos

Se llevaron a cabo un total de diez (10) mediciones de microdureza sobre cada muestra recubierta (Fig. 3.3), tal como lo recomienda la norma ASTM B-578 y ASTM E-384. Las mediciones fueron realizadas mediante un microdurómetro Vickers digital, marca Buehler, modelo Indentamet 1100 (Fig. 3.4), ubicado en el Centro de Investigaciones en Mecánica, de la Universidad de Carabobo. Cada indentación fue realizada a una carga de 50 g., durante 30 seg.

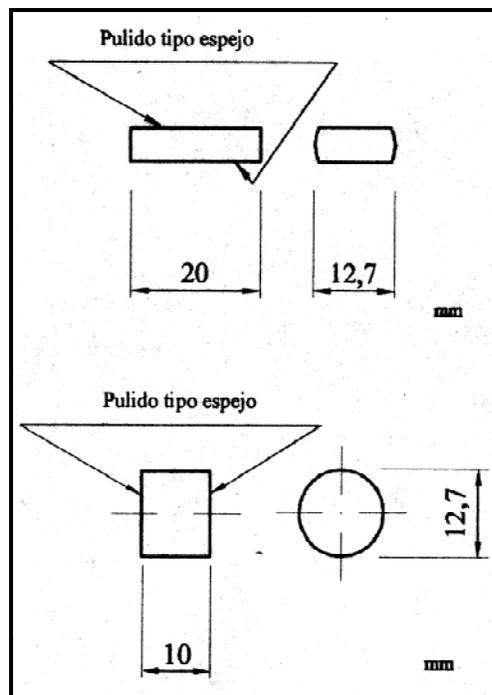


Fig 3.3. (a) Dimensiones de las Probetas Planas (PP) (b) y Cilíndricas (PC)



Fig. 3.4 Microdurómetro Indentamet 1100

3.2.3. Determinación de los Espesores de los Depósitos

La medición del espesor de los recubrimientos de nitruro de titanio y nitruro de zirconio se llevo a cabo mediante la técnica de la calota esférica utilizando un calotest ubicado en el Laboratorio de Nuevos Materiales de la Escuela de Ingeniería Metalúrgica y Ciencia de los Materiales de la Universidad Central de Venezuela (ver Fig. 3.5) (www.tribotechnic.com). Este ensayo consiste en la realización de un cráter esférico en una probeta plana, el cual es producido por la fricción generada por una bola de acero endurecido y pasta de diamante, que rota sobre un mismo eje y tiene un radio de 15 mm.



Fig. 3.5 Equipo Utilizado para Determinar el Espesor de los Recubrimientos Mediante la Técnica de la Calota Esférica (Calotest)

Una vez obtenidos los cráteres, se midieron las distancias X e Y (ver Fig. 3.6) mediante el uso de un analizador de imágenes marca Leco, modelo 500 y una lupa estereoscópica marca Nikon, modelo SMZ-U, que están ubicados en el Laboratorio de Nuevos Materiales de la Escuela de Ingeniería Metalúrgica y Ciencia de los Materiales de la Universidad Central de Venezuela. Posteriormente los valores de X, Y y R se sustituyen en la ecuación (3.1), la cual proporciona un valor aproximado del espesor del recubrimiento D:

$$D \cong \frac{XY}{2R} \quad (3.1)$$

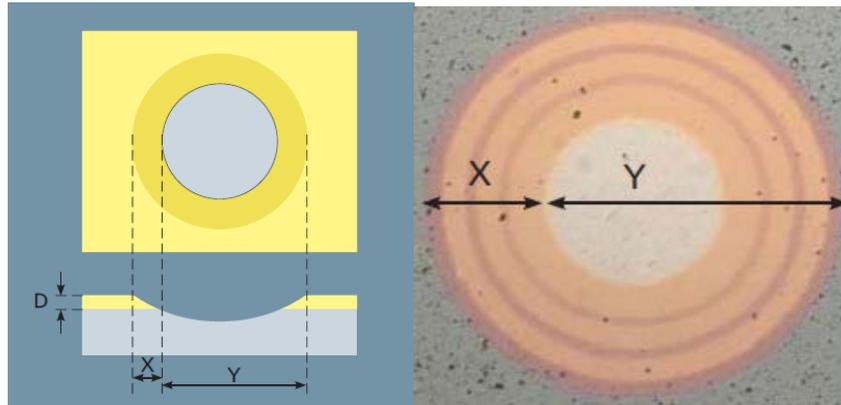


Fig. 3.6 Esquema del ensayo de la calota esférica

(Fuente: www.tribotechnic.com)

3.2.4. Ensayos de tracción

Se realizaron 9 ensayos de tracción, 3 probetas del material base o sustrato y 6 probetas del material base con los recubrimientos según lo establece la norma ASTM A-370 (ver Fig. 3.7) Estas pruebas fueron realizadas en una máquina Instron modelo 8502 (ver Fig. 3.8), ubicada en el Laboratorio de Comportamiento Mecánico, de la Escuela de Ingeniería Metalúrgica, de la Universidad Central de Venezuela. Estos ensayos fueron controlados electrónicamente a una velocidad de desplazamiento de la mordaza móvil de 10 mm. / min. Los datos correspondientes al alargamiento de la probeta en función de la carga aplicada se almacenaron automáticamente en una computadora para ser procesadas posteriormente. Una vez registrados los datos de carga y alargamiento se

procedió a realizar la curva Esfuerzo vs. Deformación para cada probeta ensayada. Con la curva se determinaron propiedades mecánicas como esfuerzo de fluencia, resistencia máxima a la tracción, alargamiento y reducción de área de cada material ensayado.

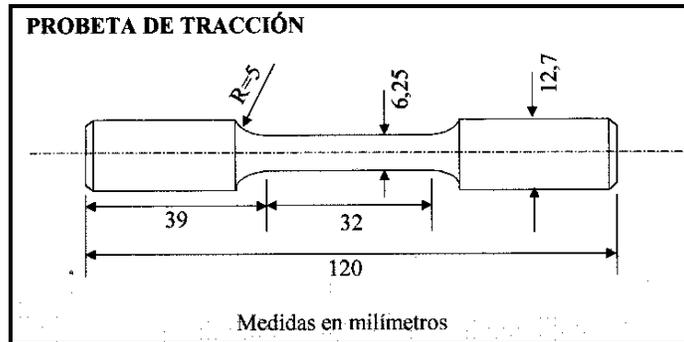


Fig.3.7 Probeta utilizada en los ensayos de tracción (PT)



Fig.3.8 Equipo utilizado en los ensayos de tracción.

3.2.5. Ensayos de fatiga

Los ensayos de fatiga se realizaron con la finalidad de determinar el comportamiento a la fatiga correspondiente a cada condición del material de esta investigación, y se efectuaron en una máquina para ensayos de fatiga a flexión rotativa, marca Fatigue Dynamics, modelo RBF-200, ubicada en el Laboratorio de Comportamiento Mecánico, de la Universidad Central de Venezuela (Fig.3.9).

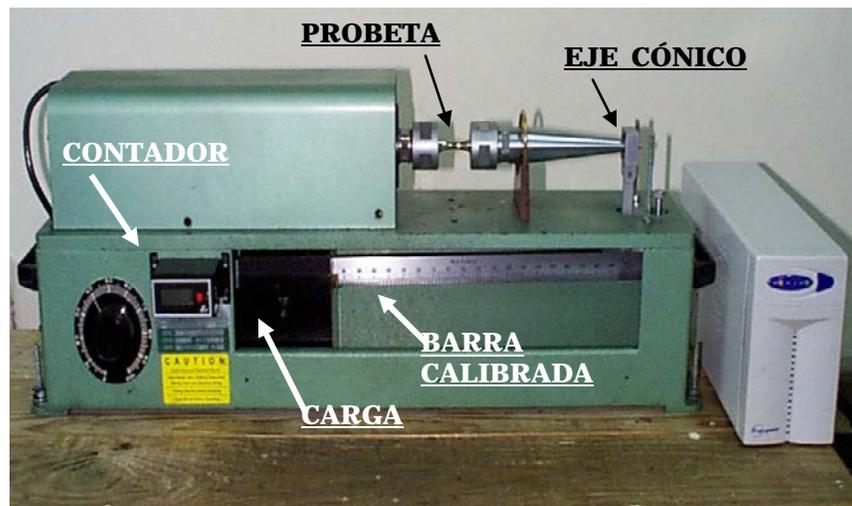


Fig. 3.9 Máquina de fatiga de flexión rotativa

Todas las pruebas se llevaron a cabo a una frecuencia de 50 Hz (3000 rev./min.), y para cada condición de material se ensayaron cuatro niveles de esfuerzo empleando 6 probetas en cada uno de ellos. Las dimensiones de las probetas de fatiga se basaron en el manual de la máquina de fatiga utilizada en los ensayos (Fatigue Dynamics, modelo RBF-200, ver Fig. 3.10). El número de probetas para determinar la vida de fatiga es de 24 para cada condición de ensayo y está dado según la norma ASTM E-739; de igual manera, la norma ASTM E-606 establece

que se deben usar un mínimo de 10 probetas para determinar el límite de fatiga. La presentación de los resultados del comportamiento de fatiga se realizó según la norma ASTM E-468, se considera vida infinita a 5×10^6 ciclos.

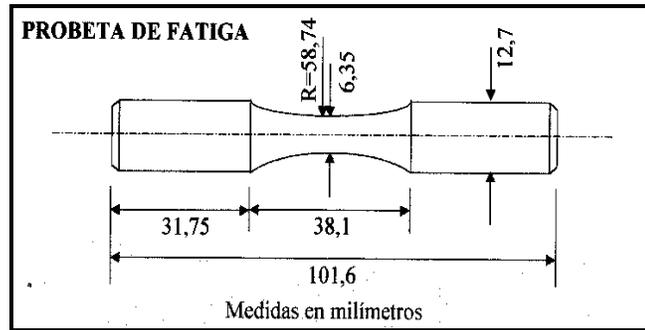


Fig. 3.10. Probeta utilizada en los ensayos de fatiga (PF)

Los niveles utilizados en los ensayos de fatiga para cada condición se determinaron según los resultados arrojados por los ensayos de tracción de los materiales y se muestran en las tablas 3.5 y 3.6. Para calcular los niveles de esfuerzos utilizados en los ensayos de fatiga se establece un rango mínimo de 50% del esfuerzo de fluencia y un 69% del esfuerzo máximo a la tracción como valor máximo.

Tabla 3.5. Niveles de esfuerzos utilizados en los ensayos de fatiga del sustrato.

Nivel	Esfuerzo (MPa)	Porcentaje del esfuerzo de fluencia del sustrato
1	642	64
2	665	66
3	688	69
4	711	71

Tabla 3.6. Niveles de esfuerzos utilizados en los ensayos de fatiga del sustrato recubierto con los depósitos de TiN y ZrN.

Nivel	Esfuerzo (MPa)	Porcentaje del esfuerzo de fluencia del sustrato+deposito
1	711	71
2	734	73
3	757	76
4	780	78

Para realizar los ensayos de fatiga las probetas se sujetaron mediante mordazas, una de las cuales esta acoplada al eje del motor y la otra a un eje cónico al que se le aplica la carga que produce el momento flector (M). El momento flector para la máquina de fatiga esta vinculado al esfuerzo al que se sometió cada probeta por la siguiente ecuación (calculado según las especificaciones de la máquina de fatiga, ecuación 3.2):

$$M= 11.0955.S.do^3 \quad (3.2)$$

Donde:

S: esfuerzo en MPa

do: diámetro en mm

Para determinar el límite de fatiga se utilizó el método de la escalera con un escalón de 7 MPa empleando un total de diez (10) probetas para cada condición de material. Los especímenes ensayados para obtener la curva de vida infinita se llevaron hasta 5×10^6 ciclos. Una vez realizados los ensayos de fatiga hasta la fractura se obtuvieron las ecuaciones de Basquin para cada condición del material. Dichas ecuaciones se

determinaron aplicando el método de regresión lineal simple recomendado por la norma ASTM E-739, la cual toma en consideración todos los datos de fatiga hasta la fractura para cada condición del material. Después de realizar el estudio de los resultados obtenidos de los ensayos de fatiga se calculó la reproducibilidad de los resultados mediante la siguiente ecuación (según la norma ASTM E-739):

$$\% reproducibilidad = \left(1 - \frac{\#deniveles}{\#deprobetasensayadas} \right) \cdot 100 \quad (3.3)$$

$$\% reproducibilidad = \left(1 - \frac{4}{24} \right) \cdot 100 = 83,3\%$$

Se obtuvo una reproducibilidad para los ensayos de fatiga de 83.3% para cada condición del material.

3.2.6. Estudio fractográfico

El estudio fractográfico se realizó mediante un microscopio electrónico de barrido (MEB) marca HITACHI modelo S-2400, ubicado en el Laboratorio de Microscopía Electrónica, de la escuela de Ingeniería Metalúrgica, de la Universidad Central de Venezuela.

El estudio Fractográfico para la superficie de fractura del ensayo de tracción se realizó a la probeta ensayada que presentó resultados cercanos a la media, mientras que para las probetas ensayadas a fatiga se tomaron las probetas ensayadas a altos y bajos esfuerzos cercanos a la media, los cuales son: 642 y 711 MPa para el sustrato y; 688 y 757 MPa para el sustrato recubierto con TiN; mientras que para el sustrato

recubierto con ZrN se utilizaron los valores de esfuerzos de 711 y 780 MPa. Todas las muestras a las que se les realizó el estudio Fractográfico se cortaron a 2 mm de la superficie de fractura, se limpiaron con alcohol y posteriormente se limpiaron con acetona en un limpiador ultrasónico por 20 minutos. Las otras caras de las muestras de los ensayos de fatiga se cortaron de forma longitudinal, se montaron en baquelita y se prepararon metalográficamente, posteriormente se desmontaron de la baquelita, se limpiaron con alcohol y luego se limpiaron con acetona en un limpiador ultrasónico por 20 minutos. Para realizar el estudio fractográfico de las muestras de sección longitudinal, se ataco con Nital al 2% para observar la superficie pulida de la muestra.

3.3 Fuentes, técnicas e instrumentos para la recolección de datos

Los datos arrojados en esta investigación son el producto de la observación y medición directa en los diferentes equipos utilizados. Para los ensayos de fatiga fue necesaria la observación de hasta 24 horas continuas para los ensayos de medición del límite de fatiga.

- La recolección de los datos obtenidos para los ensayos de tracción se basó en la norma ASTM A-370.
- Para los ensayos de fatiga se recolectaron los datos según las normas ASTM E-739, ASTM E-606, ASTM E-468 y según el manual de la máquina de fatiga utilizada.
- Para la medición de la microdureza se utilizaron las normas ASTM B-578 y ASTM E-584

3.4. Descripción de equipos e Instrumentos para la obtención de datos y/o resultados.

- Sierra marca Ercote modelo 320.
- Torno mecánico marca Colchester modelo Alter
- Torno control numérico marca H. Ernault Souma modelo 600N
- Torno manual Fa. Saupe & Suhn tipo MD65.
- Desbastadora marca Buehler
- Pulidora marca Buehler modelo Ecomet 5
- Rugosímetro digital marca Time, modelo TR200
- Equipo limpiador ultrasónico marca Buehler modelo Ecomet III
- Máquina de tracción Instron modelo 8502.
- Máquina de fatiga de flexión rotativa marca Fatigue Dynamics modelo RBF-200.
- Microdurómetro Digital marca Buehler, modelo Indentamet 1100.
- Microscopio electrónico de Barrido (MEB) marca Hitachi modelo 2400.
- Vernier digital marca Mitutoyo.

CAPÍTULO 4

RESULTADOS

4.1. Presentación de resultados

A continuación se presentan los resultados de la caracterización del material y, de los ensayos estáticos efectuados en esta investigación. En las tablas 4.1 y 4.2 se tienen los resultados de las mediciones de los espesores de los recubrimientos; mientras que, en las tablas 4.3 y 4.4 se muestran los resultados de los ensayos de microdureza de los recubrimientos.

Con respecto a los ensayos estáticos, estos resultados se presentan en las tablas 4.5, 4.6, 4.7 y 4.8. También se muestra la Fig. 4.1 donde se presentan las curvas correspondientes a los ensayos de tracción para cada condición del material; y por último, en esta sección se tienen las fotos de las Fig. 4.2 y 4.3 correspondientes al estudio fractográfico de las superficies de fractura de las muestras de los ensayos estáticos.

Tabla 4.1. Resultados de la medición del espesor del depósito de TiN

MEDICIÓN	X (μm)	Y (μm)	D (μm)
1	97,645	673,885	1,73
2	91,105	768,425	1,84
3	110,455	747,425	2,17
4	97,955	700,385	1,80
5	128,65	738,21	2,49
6	101,905	729,105	1,95
7	69,87	732,18	1,34
8	90,315	662,335	1,57
9	99	762,87	1,98
10	96,915	745,685	1,90
ESPEJOR TiN		D PROM	1,88
		DS	0,31

Tabla 4.2. Resultados de la medición del espesor del depósito de ZrN

MEDICIÓN	X (μm)	Y (μm)	D (μm)
1	68,895	868,975	1,57
2	64,805	947,995	1,61
3	71,515	894,645	1,68
4	77,505	918,275	1,87
5	68,22	930,34	1,67
6	66,2	933,53	1,62
7	68,75	874,14	1,58
8	69,985	888,025	1,63
9	55,655	932,205	1,36
10	37,645	925,865	0,92
ESPEJOR ZrN		D PROM	1,55
		DS	0,26

Tabla 4.3. Resultados de la microdureza Vickers bajo una carga de 50 g en la superficie del recubrimiento de TiN

Nº	D1	D2	D promedio	HV1	HV2	HV promedio
1	12,3	12,3	12,3	612,9	612,9	612,9
2	12,3	11,9	12,1	633,3	633,3	633,3
3	12,3	13,4	12,85	561,5	561,5	561,5
4	12,3	13,4	12,85	561,5	561,5	561,5
5	12,3	12,6	12,45	598,2	598,2	598,2
6	12,3	13,2	12,75	570,4	570,4	570,4
7	12,3	12,6	12,45	598,2	598,2	598,2
8	12,3	12,5	12,4	603	603	603
9	12,1	12,3	12,2	623	623	623
10	12,3	12,8	12,55	565,9	565,9	565,9
TiN 50 g					PROM	592,79
					DS	26,46

Tabla 4.4. Resultados de la microdureza Vickers bajo una carga de 50 g en la superficie del recubrimiento de ZrN

Nº	D1	D2	D promedio	HV1	HV2	HV promedio
1	14,7	14,7	14,7	429,1	429,1	429,1
2	14,7	14,7	14,7	429,1	429,1	429,1
3	14,7	14,7	14,7	429,1	429,1	429,1
4	14,7	14,7	14,7	429,1	429,1	429,1
5	14,7	15,5	15,1	406,6	406,6	406,6
6	14,7	15,5	15,1	406,6	406,6	406,6
7	14,7	15,5	15,1	406,6	406,6	406,6
8	14,7	17	15,85	369,1	369,1	369,1
9	14,7	16,6	15,65	378,6	378,6	378,6
10	14,7	16,6	15,65	378,6	378,6	378,6
ZrN 50 g					PROM	406,25
					DS	22,36

Dureza del Acero AISI 4340 = 35 Rc \cong 350 HV

Tabla 4.5. Resultados de los ensayos de tracción realizados al sustrato

Probeta #	σ_y (MPa)	Su (MPa)	σ_u (MPa)	ϵ_u (mm/mm)	σ_f (MPa)	R.A. (%)
1	1022	1123	1169	0.077	975	56.6
2	995	1123	1178	0.07	870	56.6
3	988	1111	1176	0.069	889	56.2
Promedio	1001.6	1120.6	1174.33	0.072	911.33	56.4
D.S.	17.9	8.5	4.726	0.0043	55.95	0.23

Tabla 4.6. Resultados de los ensayos de tracción realizados al sustrato con recubrimiento de ZrN

Probeta #	σ_y (MPa)	Su (Mpa)	σ_u (Mpa)	ϵ_u (mm/mm)	σ_f (MPa)	R.A. (%)
1	1055	1137	1189	0.068	968	44.34
2	1032	1117	1173	0.075	899	44.63
3	1039	1126	1176	0.068	883	52.33
Promedio	1042	1126.67	1179.33	0.0703	916.67	47.1
D.S.	11.79	10.02	8.50	0.004	45.17	4.53

Tabla 4.7. Resultados de los ensayos de tracción realizados al sustrato con recubrimiento de TiN

Probeta #	σ_y (MPa)	Su (MPa)	σ_u (MPa)	Eu (mm/mm)	Σf (MPa)	R.A. (%)
1	1037	1126	1248	0.065	1034	55.4
2	1041	1137	1230	0.073	1009	56.3
3	1073	1152	1236	0.072	1050	56.1
Promedio	1050.6	1138.3	1238	0.07	1031	55.93
D.S.	19.73	13.05	9.16	0.0043	20.66	0.47

Tabla 4.8. Comparación de los resultados de los ensayos de tracción realizados al sustrato y al sustrato con los recubrimientos

CONDICIÓN	σ_y (MPa)	% $\Delta \sigma_y$	Su (MPa)	% ΔSu	σ_u (MPa)	% $\Delta \sigma_u$
Sustrato	1001,6	-----	1120,6	-----	1174,33	-----
Sustrato + ZrN	1042	4,034	1126,67	0,54	1179,33	0,43
Sustrato + TiN	1050,6	4,892	1138,3	1,58	1238	5,42

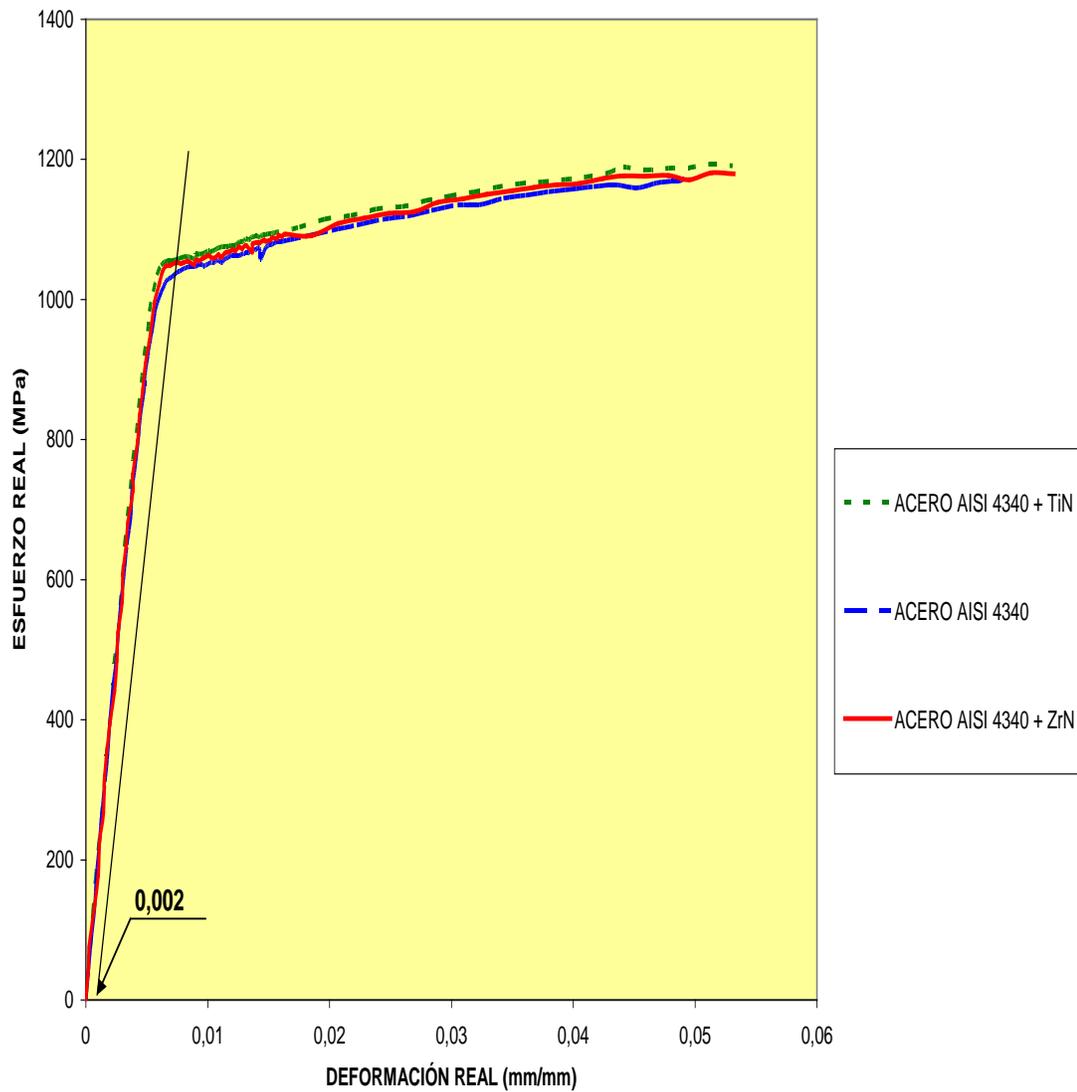


Figura 4.1. Curvas de esfuerzo real vs. deformación real del sustrato y del sustrato recubierto con TiN y ZrN

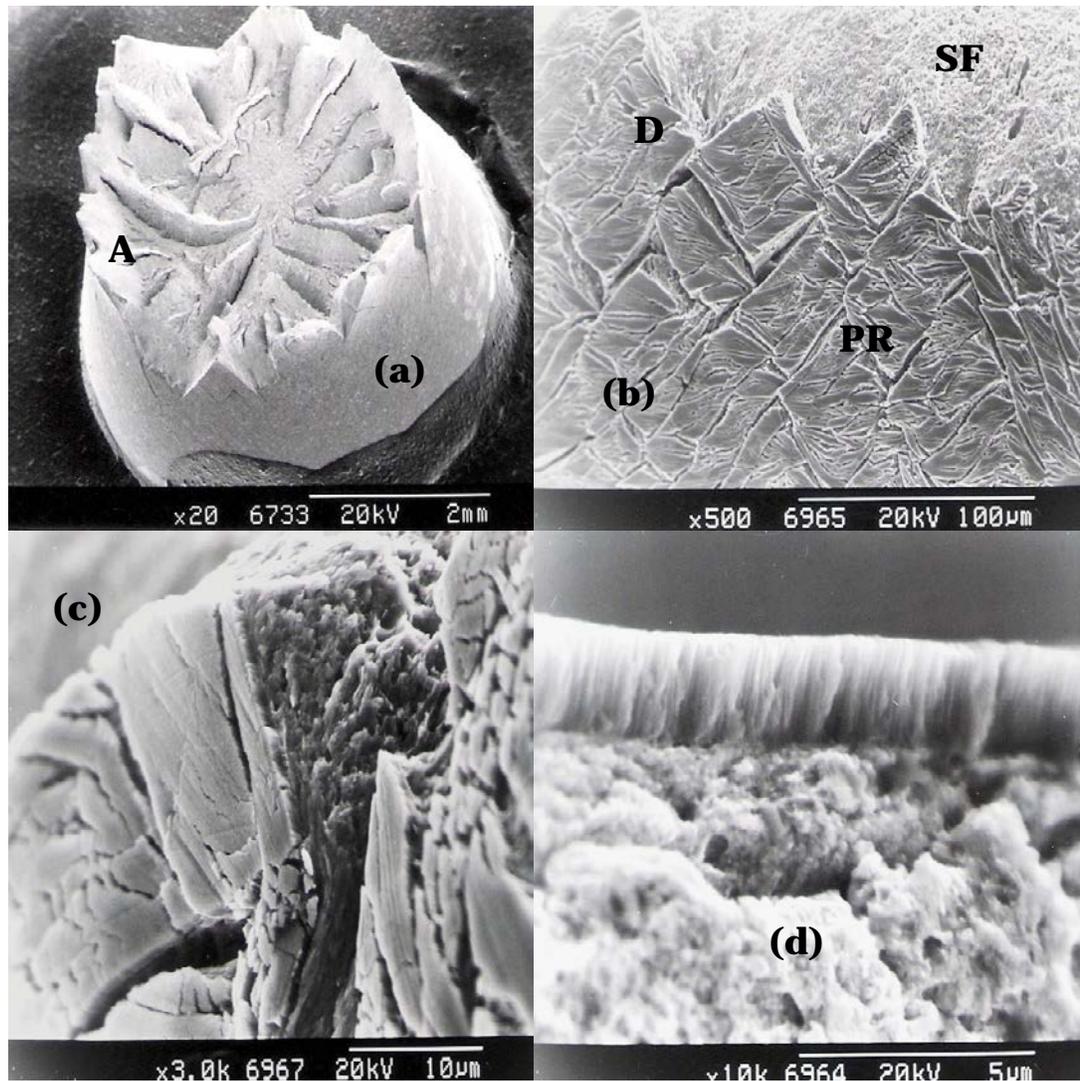


Fig. 4.2.a) Vista general a 30° de la superficie de fractura de una probeta cilíndrica recubierta con TiN ensayada a tracción. (b) Vista general del recubrimiento de TiN tomada a 60° en el punto A de la foto (a). (c) Detalle del recubrimiento de TiN a 60° tomado en el punto D de la foto (b). (d) Detalle del recubrimiento tomado a 0° en el punto D de la foto 4.2. (b).

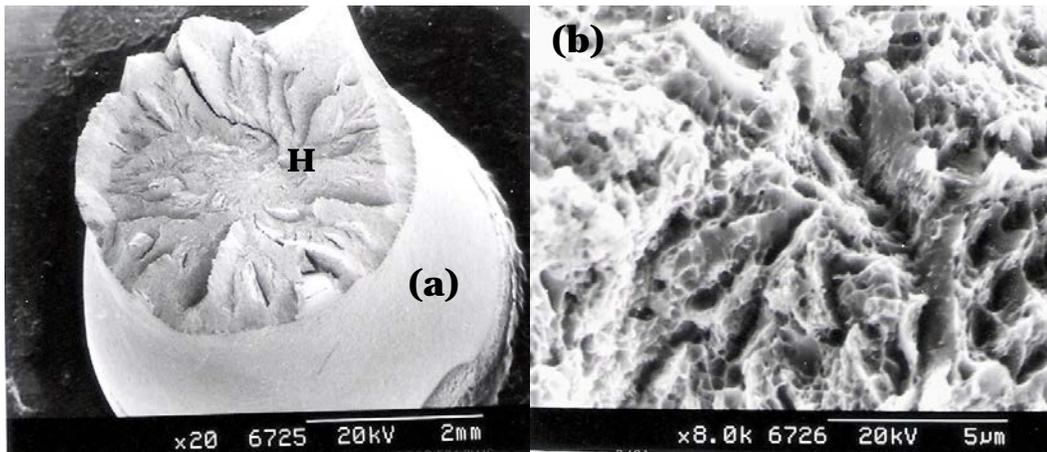


Fig. 4.3.a) Vista general a 30° de la superficie de fractura de una probeta cilíndrica recubierta con ZrN ensayada a tracción. b) Detalle de la probeta recubierta con ZrN de la foto 4.3 a) donde se muestran los hoyuelos producto de la fractura dúctil (punto H)

4.2 Análisis e interpretación de datos y resultados de los ensayos estáticos.

En las tablas 4.1 y 4.2 se muestran los resultados de la medición de espesores de los depósitos, mediante la técnica de la calota esférica; siendo el espesor promedio del depósito de TiN de 1,88 μm ; mientras que, el espesor del recubrimiento de ZrN fue de 1,55 μm . Estos resultados se acercan a los reportados en la literatura. Ramírez et al, (2008), y Rodríguez et al (2004) obtuvieron depósitos de TiN de aproximadamente 2 μm de espesor; en tanto que, Gómez et al, (2010) reportaron espesores de monocapas de TiN y ZrN de 4 μm de espesor; mientras que Berríos et al, (2001) determinaron mediante la técnica de la calota esférica, que el espesor para depósitos de TiN fue de

cerca de las 3 μm de espesor y en estudios posteriores; Berríos,(2009), también reportó los espesores para depósitos de ZrN de aproximadamente 2.6 μm con la misma técnica.

Los promedios y la desviación estándar de las mediciones de microdureza realizadas a los recubrimientos, se muestran en las tablas 4.3 y 4.4; también se señala la dureza del material base o sustrato. El valor de la microdureza del recubrimiento de TiN fue de 593 HV a una carga de 50 g., y la microdureza del depósito de ZrN fue de 406 HV bajo una carga de 50 g; estos resultados indican que están muy por debajo de los valores de microdureza de materiales recubiertos con TiN y ZrN reportados en la literatura.

Su et al, (1998), reportó valores de microdureza, bajo una carga de 50 g. de aproximadamente 2500 HV para depósitos de TiN; Montes de Oca et al, (2009), Ramírez et al,(2010); y Cárdenas (2009) también reportaron valores de microdureza de depósitos de TiN del orden de 2300 HV; mientras que Gómez et al, (2010) presentaron valores de microdureza de depósitos de ZrN cercanos a los 23 GPa; con respecto al depósito de nitruro de zirconio; Berríos et al, (2009) reportaron valores de microdureza de depósitos de ZrN cercanos a los 1500 HV. Probablemente, los resultados arrojados en esta investigación se deben a que el espesor de estos recubrimientos son menores a 2 μm y

para recubrimientos con espesores tan pequeños no se esta midiendo su valor real, ya que se ve afectado por la dureza tan alta del sustrato, la cual en este material es de $35 R_c \cong 350 HV$

En las tablas 4.5, 4.6 y 4.7 se presentan los resultados de los ensayos de tracción, los promedios de estos resultados y la desviación estándar para cada condición del material: sustrato y sustrato con los recubrimientos de TiN y ZrN.

Dichos resultados corresponden al esfuerzo de fluencia (σ_y) a 0.2% de la deformación, resistencia a la tracción (S_u), esfuerzo real a carga máxima (σ_u), deformación real a carga máxima (ϵ_u), esfuerzo real a la fractura (σ_f) y reducción de área expresado en porcentaje.

En la Fig. 4.1 se presentan las curvas de esfuerzo real vs. deformación real correspondientes a cada condición del material, las cuales son: sustrato y sustrato recubierto con nitruro de titanio (TiN) y nitruro de zirconio (ZrN) Adicionalmente se muestran en las Fig. 4.2. (a); (b); (c) y (d); las cuales reflejan las fotomicrografías obtenidas por microscopía electrónica de barrido (MEB) de la superficie de fractura de la probeta cilíndrica recubierta con nitruro de titanio (TiN) y ensayada a tracción. (La numeración de las fotos se debe a que es la misma muestra, donde se presenta la vista general de la

muestra y diferentes detalles en puntos de interés para el análisis de resultados). Mientras que en las figuras 4.3. (a) y (b) se presentan las superficies de fractura de la probeta cilíndrica con depósito de ZrN ensayada a tracción. Para realizar la microscopía electrónica de barrido (MEB) de las muestras del sustrato recubierto con TiN y ZrN ensayadas a tracción, se tomaron las probetas ensayadas cercanas a la media. De los resultados arrojados y mostrados en las tablas 4.5, 4.6, 4.7 y 4.8; y en la Fig. 4.1 se puede destacar que las propiedades estáticas del material no se ven afectadas por los recubrimientos del material, ya que los resultados presentados están dentro de valores muy cercanos para las tres condiciones y las curvas esfuerzo-deformación reales presentan un incremento poco significativo del material recubierto con respecto al material sin recubrir.

En la tabla 4.8 se presenta una comparación de los resultados de los ensayos de tracción para cada condición; donde se muestra un leve incremento de 4.034% y 4.89% para el esfuerzo de fluencia (σ_f) del acero AISI 4340 recubierto con nitruro de zirconio y con nitruro de titanio, respectivamente. Por otro lado, en la misma tabla se compara la resistencia a la tracción (S_u) para cada condición del material. Se reporta un aumento de 0.54% en la resistencia a la tracción (S_u) para el sustrato recubierto con ZrN, y de 1.58% para el sustrato recubierto con TiN; mientras que se observa en la tabla 4.8 un incremento del esfuerzo real a carga máxima de 0.43% y 5.42%

para el sustrato con los depósitos de ZrN y TiN, respectivamente. Estos incrementos se determinaron mediante la ecuación (4.1):

$$\% AUMENTO = \frac{ESFUERZO^{SUST+RECUB} - ESFUERZO^{SUSTRATO}}{ESFUERZO^{SUSTRATO}} \times 100 \quad (4.1)$$

Del estudio fractográfico se tiene que, la superficie de fractura de la probeta cilíndrica de tracción con recubrimiento de nitruro de titanio (TiN) observada en la figura 4.2.a) presenta una fractura tipo copa y cono, típica de materiales que rompen de una forma dúctil. Así mismo se puede observar que en el detalle de la muestra tomado en el punto A (Fig. 4.2.b) el recubrimiento presentó una buena adherencia y no se observó ningún desprendimiento durante el ensayo de tracción. En esta fotomicrografía también se puede apreciar la pared del recubrimiento de nitruro de titanio (PR) y la superficie de fractura (SF) observándose un recubrimiento en forma de red con grietas, producto del ensayo realizado pero sin el desprendimiento de éste.

En la Fig. 4.2.c) se muestra un detalle tomado en el punto "D" de la foto 4.2.b) el cual asevera el planteamiento señalado anteriormente y, se observa claramente la buena adherencia del recubrimiento de nitruro de titanio (TiN). En la Fig. 4.2.d) se observa el recubrimiento tomado a 0° donde se muestra la forma laminar del depósito y se verificó el espesor del recubrimiento con los resultados arrojados por el método de la calota esférica el cual fue de 1.88 μm . Por otro lado en las figuras 4.3. (a) y (b), se muestran las fotomicrografías del ensayo de tracción de la probeta del sustrato recubierto con nitruro de

zirconio (ZrN), donde también se observa una fractura tipo copa y cono, típica de fracturas del tipo dúctil; cabe destacar que en todos los ensayos de tracción realizados al material con los recubrimientos de nitruro de titanio y nitruro de zirconio, no se presentó desprendimiento del material, como se puede observar en la fotos mostradas de esta investigación. Del análisis anterior se puede concluir que el material recubierto experimenta una variación poco significativa en sus propiedades estáticas cuando se compara con el material sin recubrimiento.

4.3. Presentación de los resultados de los ensayos de fatiga

En los párrafos siguientes se presentan los resultados de los ensayos dinámicos de esta investigación. Las tablas 4.9; 4.10 y 4.11 muestran los resultados de los ensayos de fatiga para el sustrato y el sustrato recubierto con TiN y ZrN. En las tablas 4.12, 4.14 y 4.16 se tienen los resultados para determinar el límite de fatiga para cada condición; mientras que, en las tablas 4.13, 4.15 y 4.17 se presenta el método de la escalera para determinar este límite. En las tablas 4.18, 4.19, 4.20, 4.21 y 4.22 se dan los resultados obtenidos de las gráficas de fatiga mostradas en la Fig. 4.4, los cuales se utilizaron para determinar las propiedades de fatiga del material. Luego de las tablas, se presentan las figuras correspondientes al estudio fractográfico de las superficies de fractura, de las probetas ensayadas a fatiga del sustrato y del sustrato con los dos recubrimientos estudiados en este trabajo.

Tabla 4.9. Resultados de los ensayos de fatiga del sustrato

Probeta #	Esfuerzo (MPa)	Ciclos (Nf)	Probeta #	Esfuerzo (MPa)	Ciclos (Nf)
1	642	243400	13	688	140500
2		253400	14		70000
3		213000	15		98900
4		324000	16		111100
5		308000	17		110700
6		306000	18		81800
Promedio		274633	Promedio		102166
DS		44179	DS		24828
7	665	127900	19	711	60000
8		151000	20		40100
9		230000	21		55000
10		71200	22		38500
11		131700	23		58500
12		110000	24		44100
Promedio		136967	Promedio		49366
DS		52942	DS		9590

Tabla 4.10. Resultados de los ensayos de fatiga del sustrato recubierto con TiN

Probeta #	Esfuerzo (MPa)	Ciclos (Nf)	Probeta #	Esfuerzo (MPa)	Ciclos (Nf)
1	688	353900	13	734	51000
2		238900	14		81500
3		207600	15		102200
4		229800	16		41600
5		122600	17		79700
6		227200	18		113100
Promedio		230000	Promedio		78183.33
DS		74128.024	DS		27880.27
7	711	52700	19	757	124800
8		203900	20		71900
9		94400	21		72200
10		153900	22		70900
11		138100	23		62600
12		118700	24		34300
Promedio		126950	Promedio		72783.33
DS		51792.96	DS		29308.93

Tabla 4.11. Resultados de los ensayos de fatiga del sustrato recubierto con ZrN

Probeta #	Esfuerzo (MPa)	Ciclos (Nf)	Probeta #	Esfuerzo (MPa)	Ciclos (Nf)
1	711	183000	13	757	87200
2		230100	14		78100
3		698200	15		118200
4		196300	16		131000
5		175800	17		121000
6		325000	18		59000
Promedio		301400	Promedio		99083.33
DS		201955.85	DS		28469.80
7	734	143400	19	780	42000
8		121600	20		65400
9		342900	21		89700
10		290300	22		58800
11		134800	23		50600
12		479600	24		77100
Promedio		252100.00	Promedio		63933.33
DS		144267.36	DS		17462.15

Tabla 4.12. Resultados de los ensayos para determinar el límite de fatiga del sustrato.

Probeta #	Esfuerzo (MPa)	Ciclos a la falla (Nf)
1	593	5x10 ⁶
2	600	120700
3	593	5x10 ⁶
4	600	334100
5	593	135700
6	586	251900
7	579	5x10 ⁶
8	586	5x10 ⁶
9	593	133100
10	586	157000

Tabla 4.13. Método de la escalera para determinar el límite de fatiga del sustrato.

S (MPa)	Nivel I	Resultados de los ensayos										Resumen de los resultados de los ensayos		Frecuencia de los especímenes que no fallaron		
		O: no falla hasta 5x10 ⁶ ciclos X: falla antes de 5x10 ⁶ ciclos										falla	No falla	Fi	I*fi	I²*fi
		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10					
600	3		X		X							2	0	0	0	0
593	2	O		O		X				X		2	2	2	4	8
586	1						X		O		X	2	1	1	1	1
579	0							O				0	1	1	0	0
Total												6	4	N=4	A=5	B=9

Límite de fatiga del sustrato: 591.25 MPa

DS: 8.125 MPa

Tabla 4.14. Resultados de los ensayos para determinar el límite de fatiga del sustrato con depósito de TiN

Probeta #	Esfuerzo (MPa)	Ciclos a la falla (Nf)
1	628	5x10 ⁶
2	635	5x10 ⁶
3	642	5x10 ⁶
4	649	195300
5	642	5x10 ⁶
6	649	5x10 ⁶
7	656	253400
8	649	5x10 ⁶
9	656	1047800
10	649	316200

Tabla 4.15. Método de la escalera para determinar el límite de fatiga del sustrato con depósito de TiN.

S (MPa)	Nivel I	Resultados de los ensayos										Resumen de los resultados de los ensayos		Frecuencia de los especímenes que fallaron		
		O: no falla hasta 5x10⁶ ciclos X: falla antes de 5x10⁶ ciclos										Falla	No Falla	Fi	I*fi	I²*fi
		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10					
656	1							X		X		2	0	2	2	2
649	0				X		O		O		X	2	2	2	0	0
642	--			O		O						0	2	0	--	--
635	--		O									0	1	0	--	--
628	--	O										0	1	0	--	--
Total												4	6	N=4	A=2	B=2

Límite de fatiga del sustrato recubierto con TiN: 649 MPa
DS: 3.16386 MPa

Tabla 4.16. Resultados de los ensayos para determinar el límite de fatiga del sustrato con depósito de ZrN

Probeta #	Esfuerzo (MPa)	Ciclos a la falla (Nf)
1	628	5x10 ⁶
2	635	638200
3	628	5x10 ⁶
4	635	276300
5	628	5x10 ⁶
6	635	937600
7	628	1496600
8	621	5x10 ⁶
9	628	657700
10	621	5x10 ⁶

Tabla 4.17. Método de la escalera para determinar el límite de fatiga del sustrato con depósito de ZrN.

S (MPa)	Nivel I	Resultados de los ensayos										Resumen de los resultados de los ensayos		Frecuencia de los especímenes que no fallaron		
		O: no falla hasta 5x10 ⁶ ciclos X: falla antes de 5x10 ⁶ ciclos										Falla	No Falla	Fi	I*fi	I²*fi
		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10					
635	2		X		X		X					3	0	0	0	0
628	1	O		O		O		X		X		2	3	3	3	3
621	0								O		O	0	2	2	0	0
Total												5	5	N=5	A=3	B=3

Límite de fatiga del sustrato recubierto con ZrN: 628.7 MPa

DS: 3.05046 MPa

Tabla 4.18. Comparación del límite de fatiga

Condición del Material	Límite de fatiga (MPa)	Aumento %
Sustrato	591.25	-----
Sustrato + TiN	649	9.76
Sustrato + ZrN	628.7	6.33

Tabla 4.19. Ecuaciones de Basquin para las diferentes condiciones del material.

Condición	Ecuación de Basquin
Sustrato	$\text{Log } S = - 0.0529 \times \text{Log } N_f + 3.0975$
Sustrato+TiN	$\text{Log } S = - 0.0449 \times \text{Log } N_f + 3.0841$
Sustrato+ZrN	$\text{Log } S = - 0.0387 \times \text{Log } N_f + 3.0707$

Tabla 4.20. Parámetros de la ecuación de Basquin para las diferentes condiciones ensayadas del material

Condición	A (MPa)	m
Sustrato	1251.69	0.0529
Sustrato+TiN	1213.66	0.0449
Sustrato+ZrN	1176.79	0.0387

Tabla 4.21. Aumento de la vida de fatiga a 688 MPa para cada condición del material

Condición del Material	Vida de Fatiga (Nf)	Aumento %
Sustrato	81895.87	
Sustrato + TiN	309196.96	277.54
Sustrato + ZrN	1055734.14	1189.11

Tabla 4.22. Aumento de la vida de fatiga a 780 MPa para cada condición del material

Condición del Material	Vida de Fatiga (Nf)	Aumento %
Sustrato	7636.59	-----
Sustrato + TiN	18892.5	147.39
Sustrato + ZrN	41221.76	439.79

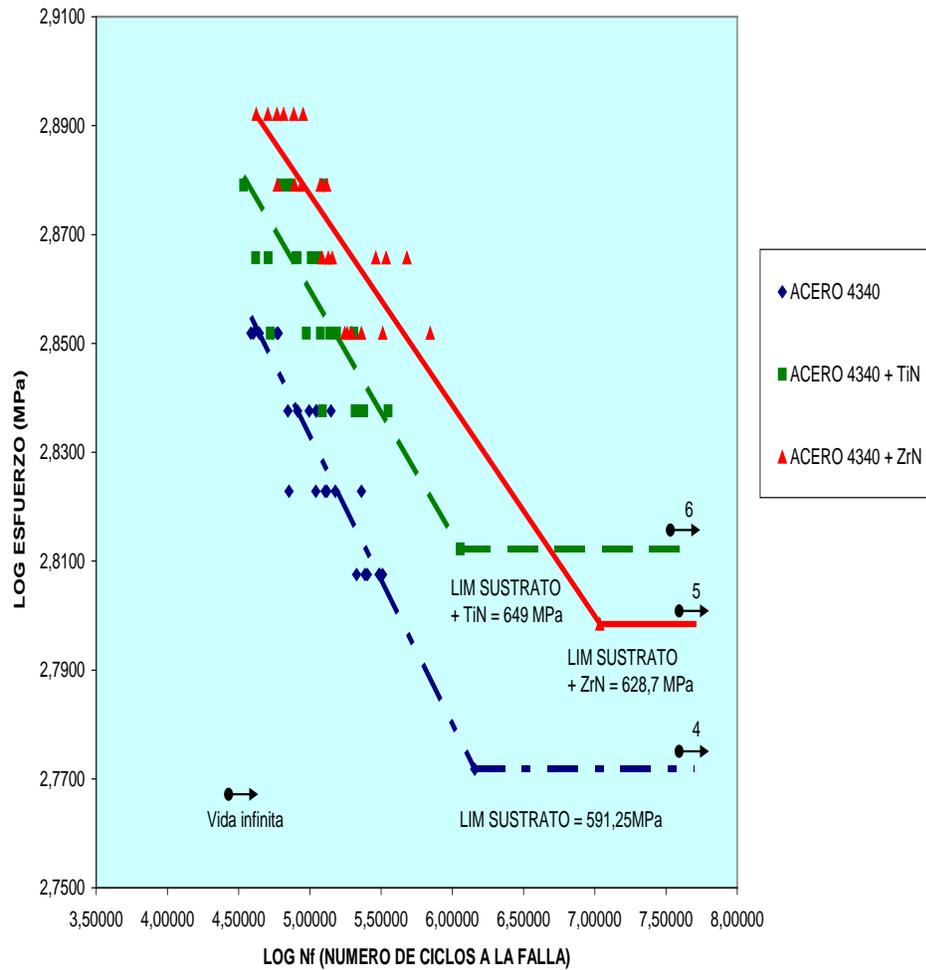


Figura 4.4. Curva de comportamiento a la fatiga del acero AISI 4340 (sustrato) y del acero recubierto con TiN y con ZrN

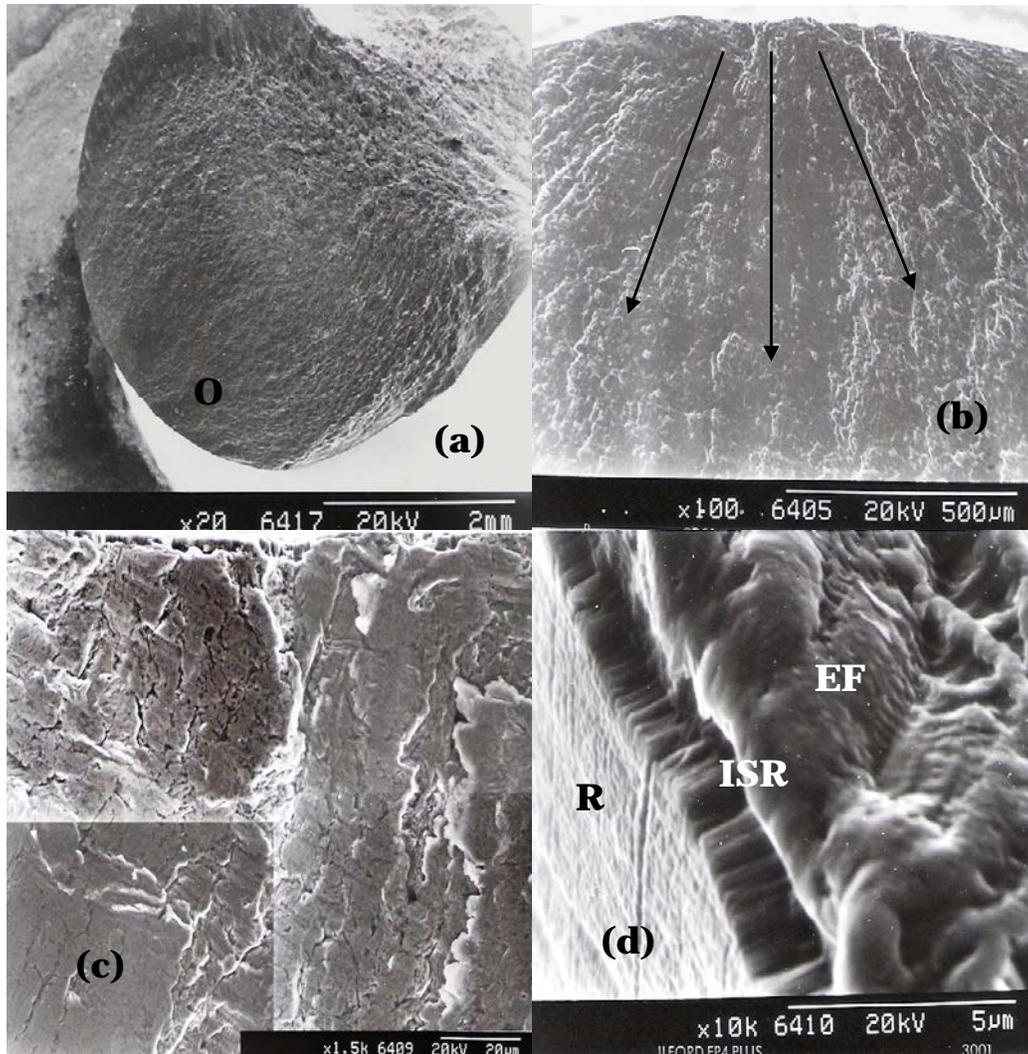


Fig. 4.5. (a) Vista general a 30° de la superficie de fractura de una probeta cilíndrica de acero AISI 4340 recubierto con TiN ensayada a fatiga al aire a 757MPa = 76% Esfuerzo de fluencia del sustrato (altos esfuerzos) (b) Inicio de la fractura de fatiga señalado en el punto O de la foto 4.5. (a). (c) Fotocomposición del inicio de la fractura, donde se muestra el avance de la grieta de fatiga. (d) Detalle del recubrimiento a 60° señalado en el punto O de la Fig. 4.5.a) donde se observa el recubrimiento (R), la interfase-sustrato recubrimiento (ISR) y las estriaciones de fatiga (EF).

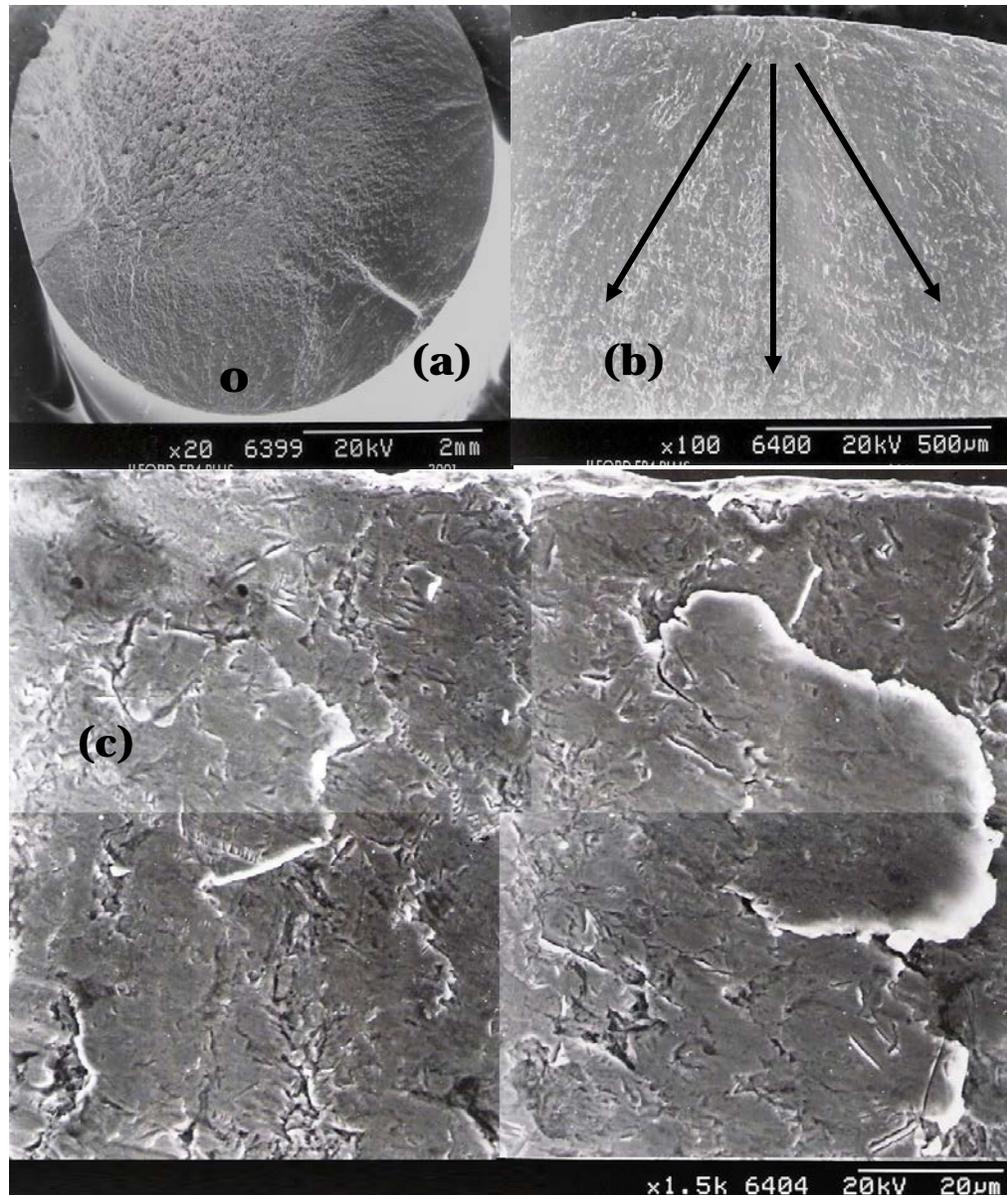


Fig. 4.6. (a) Vista general a 30° de la superficie de fractura de una probeta cilíndrica recubierta con TiN ensayada a fatiga al aire a 688 MPa = 69% Esfuerzo de fluencia del sustrato (bajos esfuerzos). (b) Ampliación del punto O (inicio de la grieta de fatiga). (c) Fotocomposición del inicio de la grieta de fatiga.



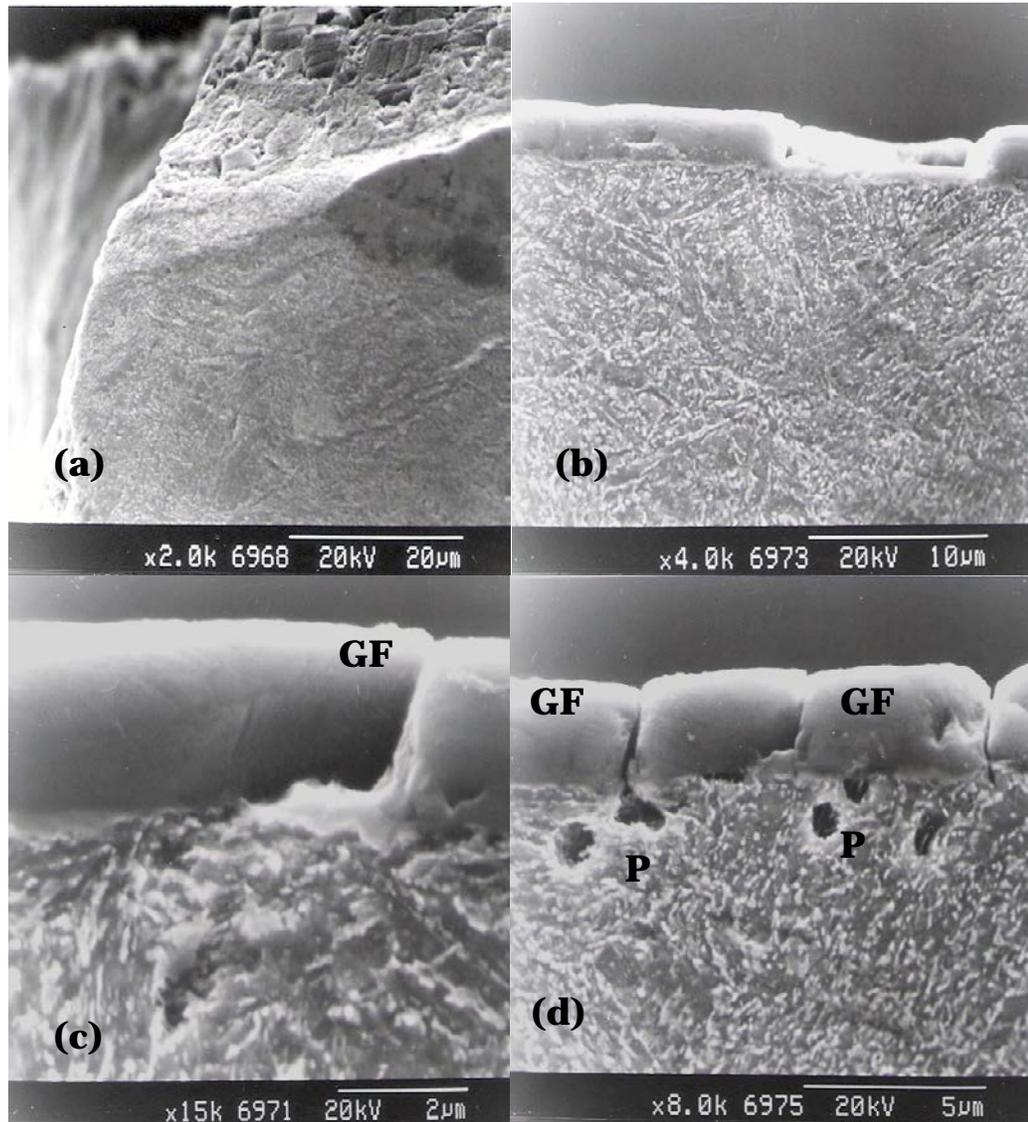


Fig. 4.7. (a) Vista longitudinal de la probeta cilíndrica recubierta con TiN ensayada a fatiga al aire a 688 MPa = 69% Esfuerzo de fluencia (bajos esfuerzos). (b) Detalle a 0° de la muestra de fatiga de la Fig. 4.7. (a). (c) Detalle de la grieta de fatiga del recubrimiento (GF). (d) Detalle a 0° señalando el avance de las grietas de fatiga (GF), la intercara y los poros.

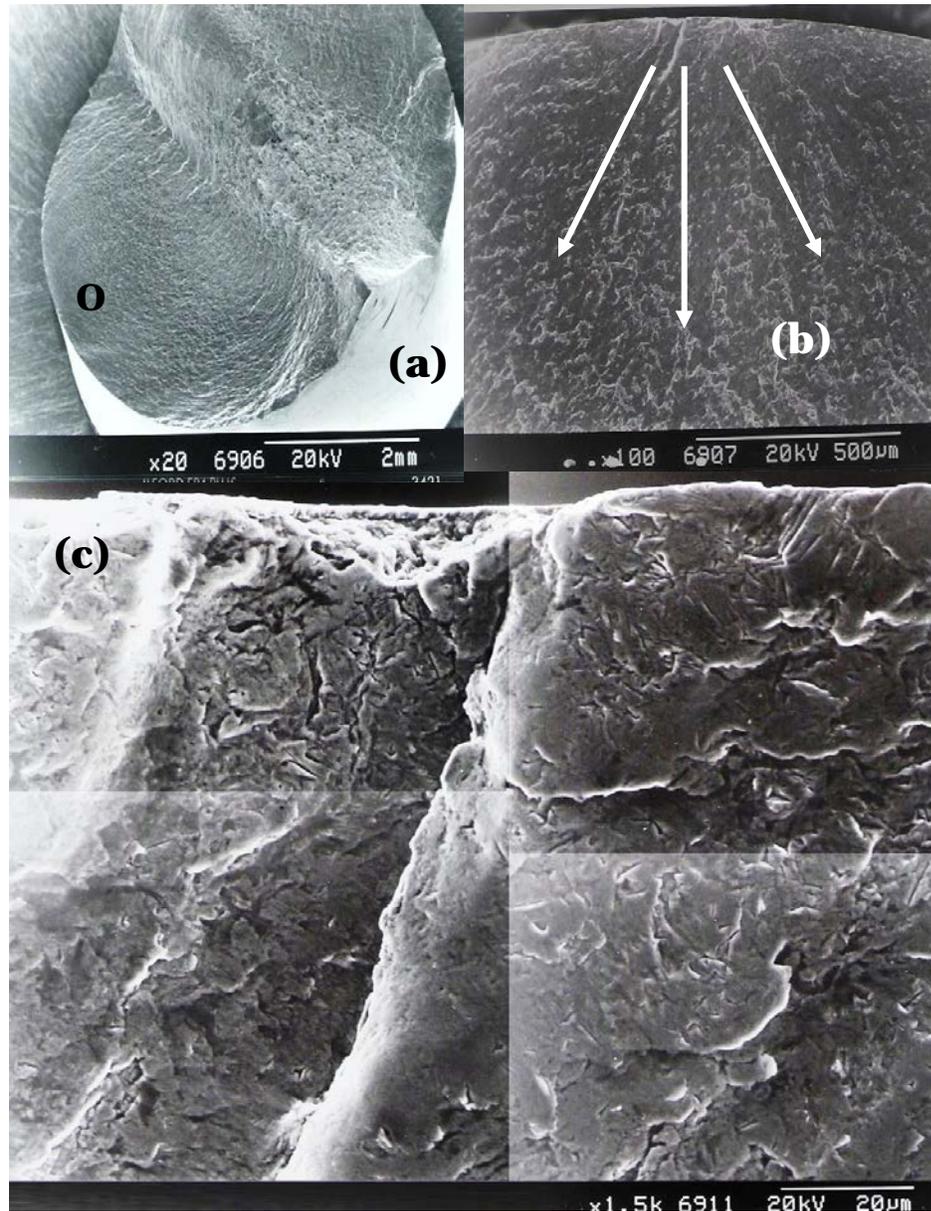


Fig. 4.8 (a) Vista general a 30° de la superficie de fractura de una probeta cilíndrica de acero AISI 4340 recubierto con ZrN ensayada a fatiga al aire a 780 MPa = 78% Esfuerzo de fluencia del sustrato (altos esfuerzos). (b) Ampliación del punto O de la Fig. 4.8 (a) (inicio de la grieta). (c) Fotocomposición del inicio de la grieta de fractura de fatiga.

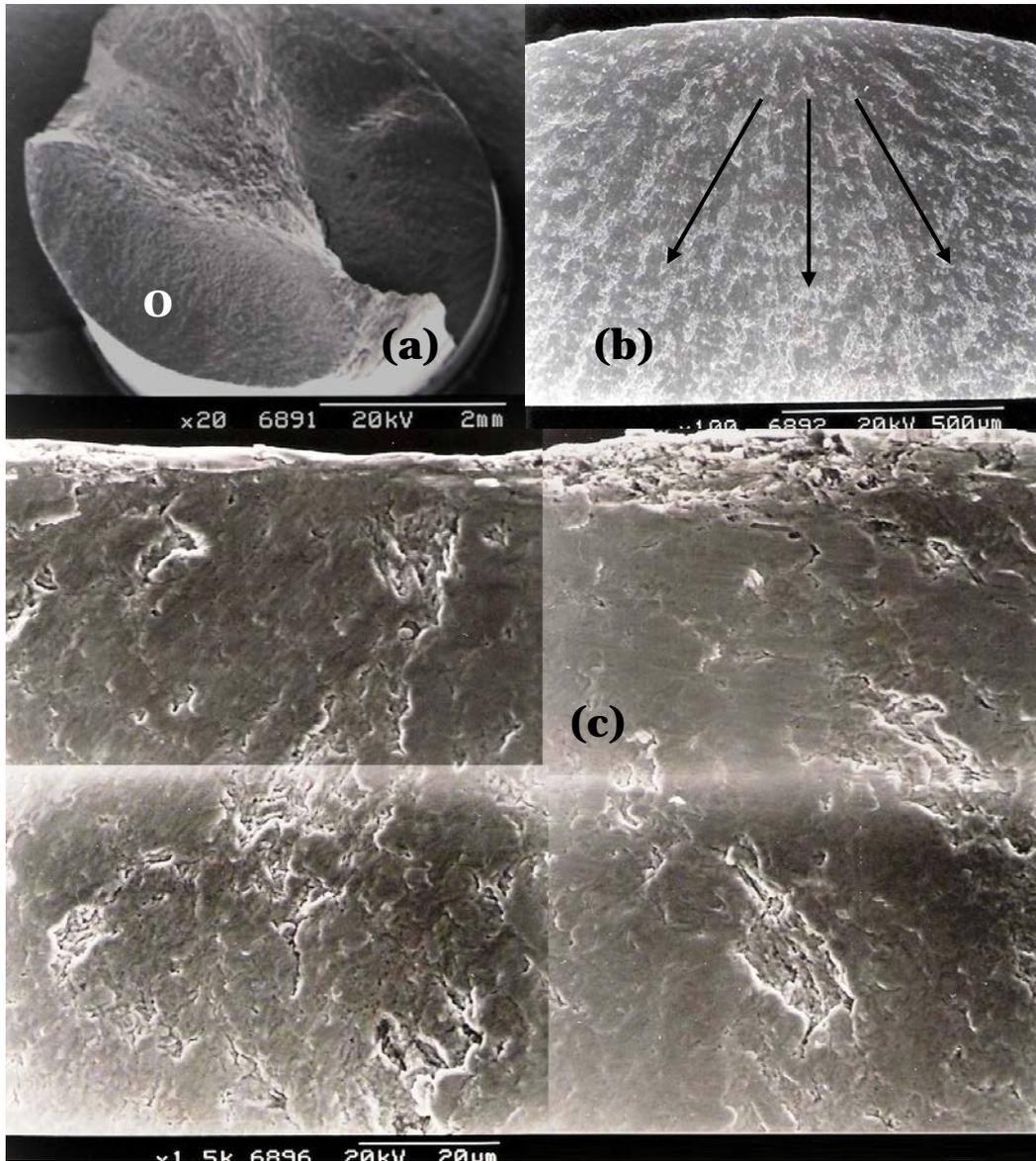


Fig. 4.9 (a) Vista general a 30° de la superficie de fractura de una probeta cilíndrica de acero AISI 4340 recubierto con ZrN ensayada a fatiga al aire a 711 MPa = 71% Esfuerzo de fluencia del sustrato (bajos esfuerzos). **(b)** Ampliación del punto O (inicio de la grieta). **(c)** Fotocomposición del inicio de la fractura (punto O de la Fig. 4.9.a).

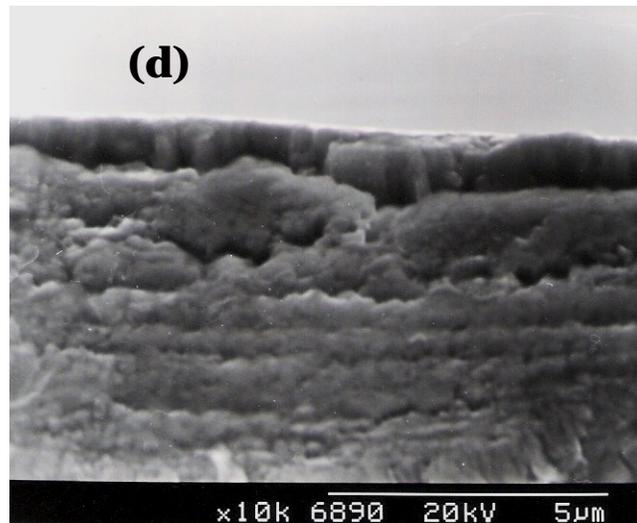


Fig 4.9 (d) Detalle a 0° de la superficie de fractura de la muestra del acero AISI 4340 recubierto con ZrN de la Fig. 4.8 (a) ensayada a 711 MPa = 71% Esfuerzo de fluencia del sustrato (bajos esfuerzos).

4.4. Análisis e interpretación de datos y resultados de los ensayos de fatiga

En las tablas 4.9, 4.10 y 4.11 se muestran los resultados de los ensayos de fatiga para el sustrato y para el sustrato con los depósitos de TiN y ZrN. Para los ensayos de fatiga se utilizaron esfuerzos entre 642 y 711 MPa para el sustrato; y para el sustrato recubierto con TiN se emplearon esfuerzos entre 688 y 757 MPa; mientras que, para el sustrato recubierto con ZrN se trabajó con valores de esfuerzos entre 711 y 780 MPa.

En las tablas 4.12, 4.14 y 4.16 se presentan los resultados para determinar el límite de fatiga del sustrato y del sustrato con los recubrimientos de TiN y ZrN, respectivamente y; en las tablas 4.13, 4.15 y 4.17 se presentan con detalle el método de la escalera para determinar el límite de fatiga del sustrato y del sustrato recubierto con los dos depósitos. En la tabla 4.13 se reporta el límite de fatiga del sustrato con un valor de 591.25 MPa, mientras que en las tablas 4.15 y 4.17 se presentan los límites de fatiga del sustrato con TiN y ZrN respectivamente, obteniéndose que el límite de fatiga para el sustrato recubierto con TiN fue de 649 MPa, mientras que el límite de fatiga para el sustrato recubierto con ZrN fue de 628,7 MPa, determinándose un aumento de 9.76 % en el límite de fatiga del material recubierto con TiN (nitruro de titanio) con respecto al material base. Y para el sustrato recubierto con ZrN se obtuvo un aumento de 6.33% si lo comparamos con el acero AISI 4340 sin recubrimiento.

Todos los datos experimentales reportados en las tablas mencionadas anteriormente se graficaron en la Fig. 4.4 representándose en escala Log-Log los valores de Esfuerzo Alternante (S) vs. Número de Ciclos a la Falla (Nf), los cuales permiten determinar el comportamiento a la fatiga del acero AISI 4340 recubierto con TiN y ZrN. En la gráfica se puede observar que para cada nivel de esfuerzos se ensayaron 6 probetas de acuerdo a la norma ASTM E-739.

En esta figura se observa que los recubrimientos de TiN y ZrN le confieren al material un incremento en las propiedades de fatiga, los incrementos en la vida de fatiga del material se evaluaron mediante los parámetros de la ecuación de Basquin (ecuación 4.2), la cual viene dada por:

$$S = A * N_f^m \quad (4.2)$$

Donde A es el coeficiente de resistencia a la fatiga y m es el exponente de resistencia a la fatiga. El coeficiente de resistencia a la fatiga se calcula con el intercepto para $N_f = 1$; mientras que el exponente de resistencia a la fatiga se determina con la pendiente bajo la curva.

Las tablas 4.19 y 4.20 resumen las ecuaciones de Basquin obtenidas para cada condición ensayada del material; y se presentan los parámetros de dichas ecuaciones, determinados de los datos arrojados en la figura 4.4.; de igual manera, para calcular el aumento de la vida de fatiga del material se utilizó la ecuación (4.3):

$$\% AUMENTO = \frac{N_f^{S_{SUSTRATO+RECUBRIM}} - N_f^{S_{SUSTRATO}}}{N_f^{S_{SUSTRATO}}} \times 100 \quad (4.3)$$

De las ecuaciones de Basquin y utilizando la ecuación (4.3) se determinó que el acero AISI 4340 experimenta un aumento en la vida de fatiga de 277.54% para el material recubierto con nitruro de titanio bajo un esfuerzo de

688 MPa y de 1189,11% de aumento en la vida de fatiga del material con depósito de ZrN (tablas 4.21 y 4.22). Por otro lado, para el acero AISI 4340 recubierto con nitruro de titanio se observa un incremento en la vida de fatiga de 147.39%; en tanto que, para el sustrato recubierto con ZrN el material base experimento un aumento en la vida de fatiga de 439,79% para el esfuerzo de 780 MPa, los cuales representan bajos y altos esfuerzos utilizados en los ensayos de fatiga para el material con los dos recubrimientos. Se puede concluir que el acero AISI 4340 recubierto con ZrN experimentó un mayor incremento en la vida de fatiga; sin embargo, el sustrato recubierto con TiN presentó un mayor límite de fatiga.

De los resultados anteriores se pudo determinar que la alta resistencia a la fatiga del acero AISI 4340 recubierto con TiN y ZrN, se debe a la alta resistencia que presentaron los depósitos, sumados a la alta resistencia mecánica del acero y a la buena adherencia observada en todos los ensayos de tracción y de fatiga realizados en esta investigación.

Estos resultados concuerdan parcialmente con los reportados por otros investigadores donde se reporta una alta resistencia a la fatiga de materiales recubiertos con TiN para regiones de alto ciclaje. Su et al, (1998); reportaron una disminución en la resistencia a la fatiga de un acero AISI 1045 normalizado, recubierto con TiN para regiones de bajo ciclaje; y están de acuerdo a los resultados obtenidos por Berríos et al, (2001); donde se reportó

un incremento en las propiedades de fatiga para el acero inoxidable 316L recubierto con TiN. En cuanto al material recubierto con ZrN, los resultados de esta investigación también concuerdan con los de Berríos et al, (2009); donde presenta un incremento en la vida de fatiga para un acero 316 L recubierto con ZrN. Mientras que Puchi, (2009) reportó una disminución en la vida de fatiga de ensayos al aire para una aleación de aluminio AA7075-76 recubierta con ZrN, lo cual establece que el aumento en la vida de fatiga de los materiales para ingeniería dependen de las propiedades mecánicas del material y los tipos de depósitos.

Para el análisis fractográfico se observaron las muestras de bajos esfuerzos (688MPa = 69% esfuerzo de fluencia del sustrato) y altos esfuerzos (757MPa = 76% esfuerzo de fluencia del sustrato) ensayadas a fatiga cercana a la media, para el material recubierto con nitruro de titanio; mientras que, para el acero AISI 4340 recubierto con nitruro de zirconio se tomaron las muestras de bajos esfuerzos (711 MPa = 71% esfuerzo de fluencia del sustrato) y altos esfuerzos (780 MPa = 78% esfuerzo de fluencia)

En las Fig. 4.5 y 4.8 se presentan las fotomicrografías por microscopía electrónica de barrido (MEB) para altos esfuerzos; mientras que en las Fig. 4.6 y 4.9 se presentan las fotomicrografías para las muestras ensayadas a fatiga a bajos esfuerzos.

La sección de fotomicrografías de la Fig. 4.5 esta dividida en cuatro fotos, debido a que en la misma muestra se tomaron ciertos detalles que son fundamentales para el análisis de resultados. En la Fig. 4.5 a) se presenta una vista general de la superficie de fractura de la probeta cilíndrica del sustrato, recubierta con TiN ensayada a fatiga al aire, tomada a 30° a un aumento de 20X para un esfuerzo de $757\text{MPa} = 76\%$ esfuerzo de fluencia del sustrato (altos esfuerzos) donde se muestra que en el punto “O” se inicia la grieta de fatiga.

En la Fig. 4.5 b) se presenta un detalle de este inicio de fractura señalado en el punto “O” de la foto (a), con un aumento de 100X, las flechas indican como es la radialidad de la grieta de fatiga, la cual va avanzando hacia el lado opuesto de la probeta hasta la falla final por sobrecarga. En la Fig. 4.5 c) se muestra una fotocomposición del mismo punto “O” señalado en la foto (a) con un aumento de 1500X donde se indica el avance de la grieta de fatiga.

En la Fig. 4.5. d) se tiene una foto tomada a 60° a 20.000X para observar con detalle el recubrimiento. En esta foto se señala en el punto “O”: la pared de recubrimiento, señalado con (R), la intercara sustrato-recubrimiento (ISR) y las estriaciones de fatiga (EF) producto del ensayo. Al igual que en las fotos reportadas para los ensayos de tracción, se puede observar que el recubrimiento tiene buena adherencia y no se desprendió con el ensayo realizado.

Las figuras 4.6 presentan 3 fotos de la muestra recubierta con TiN ensayada a fatiga al aire a 688 MPa = 69% esfuerzo de fluencia del sustrato (bajos esfuerzos). En la Fig. 4.6.a) se observa una vista general de la superficie de fractura de dicha muestra tomada a 30° a 20X de aumento, señalando en el punto "O" el inicio de la grieta de fatiga; en la Fig.4.6.b) se tiene la muestra tomada a 0°, para un aumento de 100X, el inicio de la grieta de fatiga e igualmente se señala el avance de la grieta de fatiga; en la Fig. 4.6.c) se muestra una fotocomposición del inicio de la grieta de fatiga a 1500X de aumento.

Las figuras 4.7 presentan 4 fotos de la otra cara de la probeta cilíndrica ensayada a fatiga al aire para un esfuerzo de 688MPa. Esta muestra fue cortada longitudinalmente para observar como se presentó el daño por fatiga al material recubierto con TiN.

En la figura 4.7.a) se observa la muestra tomada a 0°, a un aumento de 2.000 X, en la superficie de fractura. Esta foto indica que el material no presentó grietas de fatiga a lo largo de la probeta de ensayo; en la Fig. 4.7.b) se señala la muestra longitudinal tomada a 0°, a 2 mm de la superficie de fractura, a un aumento de 4.000 X. En la Fig. 4.7 c) se observa la muestra a un aumento de 15000 X, mientras que en la figura 4.7 d) a 8000 X se observa el avance de la grieta de fatiga (GF); la intercara sustrato-recubrimiento y los

poros (P). En las Fig. 4.7. c) y d) se observa como la grieta se inicia en el recubrimiento y avanza desde el depósito hacia la intercara sustrato-recubrimiento.

Es importante señalar que en ninguna de las muestras estudiadas por MEB se observó tan claro el avance de la grieta como en esta muestra recubierta de TiN a bajos esfuerzos. Las grietas señaladas en las Fig. 4.7 c) y d) muestran que el daño es mas severo en el recubrimiento y en la intercara que en el sustrato, ya que no se observaron grietas en el sustrato y la presencia de poros permite explicar el daño por fatiga del material, porque actúan como concentradores de esfuerzos.

Los resultados arrojados por esta investigación están de acuerdo con los mecanismos de fractura por fatiga propuestos por otros investigadores (Ferreira, 1997 - Berríos, 2009) donde la resistencia de materiales recubiertos se debe a la propagación de la grieta de fatiga después que se fractura el recubrimiento.

En la Fig. 4.8 a) se presenta una vista general de la superficie de fractura de la probeta cilíndrica del sustrato recubierto con ZrN ensayada a fatiga al aire, tomada a 30° a un aumento de 20X, para un esfuerzo de 780MPa = 78% esfuerzo de fluencia del sustrato (altos esfuerzos) donde se muestra que en el punto "O" se inicia la grieta de fatiga.

En la Fig. 4.8 b) se presenta un detalle de este inicio de fractura señalado en el punto "O" de la foto (a), con un aumento de 100X, las flechas indican como es la radialidad de la grieta de fatiga, la cual va avanzando hacia el lado opuesto de la probeta hasta la falla final por sobrecarga, al igual que se mostró en la probeta del material recubierto con TiN.

En la Fig. 4.8 c) se muestra una fotocomposición del mismo punto "O" señalado en la foto (a) con un aumento de 1500X donde las flechas indican el avance de la grieta de fatiga.

En la Fig. 4.9 a) se presenta una vista general de la superficie de fractura de la probeta cilíndrica del sustrato recubierto con ZrN, ensayada a fatiga al aire, tomada a 30° a un aumento de 20X, para un esfuerzo de 711MPa = 71% esfuerzo de fluencia del sustrato (bajos esfuerzos) donde se muestra que en el punto "O" se inicia la grieta de fatiga.

La Fig. 4.9 b) se presenta un detalle de este inicio de fractura señalado en el punto "O" de la foto (a), con un aumento de 100X, donde se indica como avanza la grieta de fatiga, hacia el lado opuesto de la probeta hasta la falla final por sobrecarga.

En la Fig. 4.9 c) se muestra una fotocomposición del mismo punto “O”, señalado en la foto (a) con un aumento de 1500X, donde se también muestra el avance de la grieta de fatiga.

En la Fig. 4.9. d) se tiene una foto tomada a 0° a 10.000X para observar con detalle el recubrimiento. En esta foto se señala la forma laminar del deposito de ZrN, donde también se corrobora que éste no se desprendió en el transcurso del ensayo de fatiga.

De acuerdo a los resultados de esta investigación se puede predecir que el incremento en las propiedades de fatiga del material se debe a esfuerzos residuales de compresión que se podrían originar en el depósito, por lo tanto es indispensable determinar los esfuerzos residuales del recubrimiento para asegurar este planteamiento.

Conclusiones y Recomendaciones

Conclusiones

- La aplicación de los depósitos de TiN y ZrN al acero AISI 4340 incrementa ligeramente las propiedades estáticas del material, obteniéndose un 4,034% y 4,89% de aumento en el esfuerzo de fluencia (σ_f) para el material recubierto con ZrN y TiN respectivamente.
- Se determinó un aumento de 0,54% y 1,58% en la resistencia a la tracción (S_u) para el acero AISI 4340 recubierto con ZrN Y TiN, respectivamente; también se experimentó un incremento de 0,43% en el esfuerzo real a carga máxima (σ_u) para el sustrato recubierto con ZrN; mientras que, para el sustrato recubierto con TiN el esfuerzo real a carga máxima (σ_u) presentó un aumento de 5,42%.

- El aumento en la vida de fatiga del material recubierto con TiN fue de 277,54 % para un esfuerzo de 688 MPa y; de 147,39% para esfuerzos de 780 MPa; mientras que el aumento en la vida de fatiga para el acero AISI 4340 recubierto con ZrN fue de 1189,11% bajo un esfuerzo de 688 MPa, y de 439,79 % para esfuerzos de 780 MPa.

- El límite de fatiga del sustrato fue de 591 MPa y el límite de fatiga del sustrato recubierto con TiN fue de 649 MPa experimentando el material recubierto un incremento de un 9.76% del límite de fatiga en comparación al material no recubierto. Mientras que el límite de fatiga del sustrato recubierto con ZrN fue de 591 MPa incrementándose éste en un 6.33% al compararse con el acero sin recubrimiento.

- El incremento de las propiedades de fatiga del material se debe a la buena adhesión del recubrimiento, a la alta resistencia mecánica del acero AISI 4340, unido a la alta resistencia de los depósitos de nitruro de titanio y nitruro de zirconio.

- Mediante el análisis fractográfico se llegó a la conclusión de que, la propagación de la grieta de fatiga del material recubierto comenzó en el depósito, y continuó a lo largo de la interfase sustrato-recubrimiento; observándose que los poros actuaron como concentradores de esfuerzos en el avance de la grieta de fatiga

Recomendaciones

- Determinar los esfuerzos residuales del recubrimiento para evaluar su efecto sobre el comportamiento a la fatiga del material.

- Evaluar otros materiales con recubrimientos de TiN y ZrN para estudiar el comportamiento a la fatiga de materiales recubiertos.

- Determinar el comportamiento a la fatiga-corrosión del material recubierto con TiN y ZrN y sin recubrir bajo los efectos de un ambiente corrosivo para comparar el efecto corrosivo sobre los recubrimientos.

- Estudiar el comportamiento a la fatiga del acero AISI 4340 recubierto con depósitos de TiN y ZrN de mayor espesor al utilizado en este estudio.

Referencias Bibliográficas

ASM Metals Handbook, (1994), Vol. 03, Alloy Phase Diagrams, third edition.

ASM Metals Handbook, (1994), Vol. 05, Surface Engineering, third edition.

ASM Metals Handbook, (1996), Vol. 19, Fracture and Fatigue, third edition.

ASTM Designation B-578 Standard Test Method for Microhardness of Electroplated Coatings.

ASTM Designation E3 Guide for Preparation of Metallographic Specimens.

ASTM Designation: A 370 (1997) Standard Test Methods and Definitions for Mechanical Testing of Steel Products, V1 (2) p.p. 175-226.

ASTM Designation: E 468, (1997) Standard Practice for Presentation of Constant Amplitude Fatigue Test Results for Metallic Materials, V 3 (1), pp. 476-481.

ASTM Designation: E 606, (1997) Standard Practice for Strain-Controlled Fatigue Testing, V 3(1) p-p 523-537.

ASTM Designation: E 739, (1991), Standard Practice for Statistical Analysis of Linear or Linearized Stress-Life (S-N) and Strain-Life (ϵ -N) Fatigue Data, V 3(1), pp. 594-600.

ASTM Designation: **E-384 Standard Test Method for Knoop and Vickers Hardness of Materials**

BASQUIN O. H., (1910) **Proc. ASTM V10** part II, p-p 625.

BENAVIDES V., RESTREPO E., RODRIGUEZ R., DEVA A., ARANGO Y., (2004), *Scientia et Technica*, Año X, N° 24, (mayo), pp. 269-272.

BERRÍOS J. A., TEER D. G. and PUCHI E. S., (2001), **Fatigue Properties of a 316L Stainless Steel Coated with Different TiNx Deposits**, *Surface and Coatings Technology*, 148, p.p. 179-190.

BERRÍOS J. A., TEER D. G. and PUCHI E. S., (2010), **Comportamiento a la Fatiga al Aire y Fatiga-Corrosión de un acero 316L recubierto con ZrN_{0.60} Obtenido por Bombardeo Iónico**, XIV CONIMEIRA, "Congreso Nacional de Ingeniería Mecánica, Eléctrica, Industrial y Ramas Afines", El Salvador.

CARRASCO C.A., VERGARA V., BENAVENTE R., MINGOLO N., RÍOS J. C., (2001), **Determinación de Tensiones Residuales en Recubrimientos de TiN sobre Sustratos de Cu**, *Jornadas SAM-CONAMET-AAS*, pp. 1133-1140.

COLORADO Henry, GHILARDUCCI Ana, SALVA Horacio, VÉLEZ Juan Manuel, (2004), **Fricción Interna de Metales Recubiertos con Capas de TiN mediante PVD**", *Dyna*, noviembre, Año71, N° 144, pp. 67-74, Medellín, Colombia.

DIETER G. E., (1986), **Mechanical Metallurgy**, Mc Graw Hill, third edition.

DORFELI I. OSTERLE W., URBAN I., BOUZY E., (1999), *Surface and Coating Technology* 11, pp. 199-209.

FERREIRA J.A., COSTA J. D. M., LAPA V., (1997), *Int. J. Fatigue*, vol. 19, N° 4, PP. 293-299.

FORREST P. G., (1972), **Fatiga de los Metales**, Ediciones Urmo, Bilbao, España, p 48.

GARCÉS Y., SÁNCHEZ H., BERRÍOS J., VILLALOBOS C., HINTERMANN H., (1999), *Thin Solid Films*, 353, pp. 1-7.

GARCÍA D., PIRATOBA U., MARIÑO A., (2007), **Recubrimientos de TiAlN sobre Acero AISI 4140 por Sputtering Reactivo**, *Dyna* año 74, N° 152, pp. 181-185.

GARCÍA L., MORALES J., PÉREZ J. P., MUÑOZ J., (2004), *Revista Mexicana de Física* 50 (3), pp. 311-318.

GÓMEZ M. A, GAITÁN G., B., OSORIO J. A., (2010), **Mejoramiento de Propiedades Mecánicas y Tribológicas en Herramientas Industriales Mediante Aplicación de Recubrimientos Multicapas de TiN/ZrN**, *Rev. Fac. Ing. Univ. Antioquia*, N° 54, pp. 91-100.

GONZÁLEZ J. L., (1998), **Mecánica de Fractura**, Editorial Limusa.

HERNÁNDEZ L., OLIVEIRA F., BERRÍOS J. A., VILLALOBOS C., PERTUZ A., PUCHI E. S., (2000), **Fatigue Properties of a 4340 Steel Coated with a**

Colmonoy 88 Deposit applied by HVOF, *Surface and Coating Technology*, p. 234.

JARAMILLO H. E., SÁNCHEZ N.A., ZAMBRANO G., PRIETO P., (2004), **Síntesis y Caracterización de Recubrimientos y Multicapas sobre Acero AISI 4340 para Aplicaciones Industriales**, Congreso CONAMET/SAM.

MATTOX D. M., (1991), **Ion Plating** ASM Handbook, *Surface Engineering*, vol. 5, pp. 582-592.

MONTES de OCA J., GONZÁLEZ H. J., SOLÍS E., MORENO J., SALDAÑA J.,(2009), **Aplicación de un Recubrimiento de TiAIN para el Incremento de la Resistencia al Desgaste de una Compuerta de Paso Fabricada en Acero T9**, *Rev. Mex. Fis.*, 55 (5), pp. 378- 386.

MORENO L. H., CAICEDO J. C., BEJARANO G., MARTÍNEZ F., PRIETO P., (2011), **Desempeño de insertos de WC recubiertos con nanomulticapas de TiN/TiAIN en el mecanizado del acero endurecido AISI 4340**, *Rev. Fac. Ing. Univ. Antioquia*, N° 58, (marzo, 2011), pp. 85-94.

NASCIMENTO M. P., SOUZA R. C., PIGATIN W. L., VOORWALD H. J., (2001), *International Journal of Fatigue*, 23, pp. 607-618.

ORTEGA R., FRANCO C., VALDÉS E., RODRÍGUEZ G., (2005), **Dispersión Asistida por Magnetron en Películas de TiN**, *Rev., Fac., Ing., Univ. Tarapacá*, vol. 13, N° 2, pp. 31-38.

PUCHI C. E. S., (2009), **Comportamiento a la Fatiga de la Aleación de Aluminio AA7075-T6 Recubierta con Nitruro de Zirconio (ZrN) via**

- Deposición Física en Fase Vapor (PVD)**, "Entre Siglo y Siglo", Editorial Academia Nacional de la Ingeniería y el Habitat, 10º Aniversario, Caracas, pp. 243-268.
- RAMÍREZ G., TARRÉS E., CASAS B., VALLS I., MARTÍNEZ R., LLANES L., (2008), **Respuesta Mecánica Bajo Solicitaciones de Contacto en Aceros Recubiertos**, *Anales de la Mecánica de Fractura*, 25, Vol. 1, pp. 139-144.
- RODRÍGUEZ R., HOYOS N., (2004), *Scientia et Technica*, diciembre, año X, Nº 26, pp. 161-165.
- ROHDE S. L., (1994), **Sputter Deposition**, *ASM Handbook, Surface Engineering v. 5*, pp. 573-581.
- SU Y. L. , YAO S. H. , WEI C. S. , KAO W. H. , WU C. T. , (1998), **Tension and Fatigue Behavior of a PVD TiN Coated Material**", *Thin Solid Films* 315, pp. 153-158.
- SU Y. L. , YAO S. H. , WEI C. S. , KAO W. H. , WU C. T. , (1999), *Thin Solid Films* 338, pp. 177-184.
- SU Y. L. , YAO S. H. , WEI C. S. , KAO W. H. , WU C. T. , (1998), *Thin Solid Films* 35, pp. 218-224.
- SU Y. L. , YAO S. H. , WEI C. S. , KAO W. H. , (1995), *Plating & Surface Finishing*, April 1995.

VERA CÁRDENAS E., (2009), *Desgaste por Fatiga en Deslizamiento y por Contacto de Rodadura en Aceros AISI 4320, 8620, 4140, y 01 Base y con Recubrimientos Duros de TiN, CrN, y WC/C*, tesis doctoral en Ciencias con Especialidad en Ingeniería Mecánica, Instituto Politécnico Nacional, México, 2009.

www.brycoat.com

www.sgstool.com

www.tearcoatings.com

www.tribotechnic.com