

TRABAJO ESPECIAL DE GRADO

ESTUDIOS DE FATIGA AL AIRE DE UNA ALEACIÓN DE Ti-6Al-4V, RECUBIERTA CON UNA PELÍCULA DE BALINIT[®] FUTURA.

TUTOR: PROF.: ELI SAÚL PUCHI CABRERA

Presentado ante la ilustre
Universidad Central de Venezuela
Para optar por el título de
Ingeniero Metalúrgico
por el **Br. Fernández Alvarado, Luis M.**

Caracas, octubre de 2003.

Fernández Alvarado, Luis Miguel.

**ESTUDIOS DE FATIGA AL AIRE DE UNA ALEACIÓN DE Ti-6Al-4V,
RECUBIERTA CON UNA PELÍCULA DE BALINIT[®] FUTURA.**

Tutor: Prof.: Eli Saúl Puchi Cabrera.

**Caracas, U.C.V. Facultad de Ingeniería. Escuela de Ingeniería Metalúrgica y
Ciencias de los Materiales. Año 2003, 103 págs.**

Palabras Claves: Ti-6Al-4V, Fatiga, PAPVD, Balinit[®] Futura, TiAlN/TiN.

Resumen

En el presente trabajo se estudió, mediante ensayos de fatiga al aire realizados en condición de flexión rotativa, el comportamiento de un recubrimiento multicapa (24 capas, con un espesor total de 2 micras) de TiAlN/TiN intercaladas, depositado por medio de una técnica Deposición Física en Fase Vapor Asistido por Plasma (PAPVD), específicamente bajo un proceso de *Ion Plating* realizado a temperaturas inferiores a los 500 °C en donde el sustrato es sometido a un potencial negativo constante, siendo este una aleación de Ti-6Al-4V en estado de recocido (704 °C por una hora y enfriada al aire); con la finalidad de llevar a cabo dicho estudio, el recubrimiento fue depositado en tres tipos de probetas: de tracción, de fatiga y cilíndricas, estas últimas con el propósito de determinar su composición química y dureza. De la evaluación de las propiedades en tracción uniaxial, se aprecia que la aplicación de la película aumentó la rigidez del conjunto con respecto a la del sustrato, así como el esfuerzo de fluencia, al 0.2% de la deformación; y por otro lado disminuyó la resistencia a la tracción, esto, junto a los resultados de los ensayos de dureza evidencian una pérdida de propiedades mecánicas de la aleación Ti-6Al-4V sufrida durante el proceso de deposición debido a las temperaturas y tiempos a la cual estuvieron expuestas las probetas recubiertas. La resistencia a la fatiga de los materiales se evaluó en el orden del 68 al 78 % del esfuerzo de fluencia del sustrato. La misma es reportada en términos de la ecuación de Basquin. Se observó que la aplicación del recubrimiento disminuyó la vida a la fatiga del conjunto con respecto al material base entre 13.83 y 23.07 % para una condición de esfuerzo entre 754 MPa y 650 MPa respectivamente (79 y 68 % del esfuerzo de fluencia del material base). En cuanto al límite de fatiga las probetas recubiertas presentaron una disminución de 7.98 % (51 MPa), con respecto al material sin recubrir; de igual forma se aprecia una notable disminución en la dispersión de los datos obtenidos para las probetas recubiertas en comparación con las probetas sin recubrir. Adicionalmente se reportan datos obtenidos a partir de ensayos de Micro Indentación Estática Vickers del conjunto recubrimiento-sustrato y del sustrato sin el recubrimiento, valores de rugosidad hechos por medio de un Interferómetro de luz, y perfil de composición química realizadas con Espectroscopia de Electrones Auger (AEM). La superficie de fractura y cortes perpendiculares a esta fueron examinadas usando Microscopia Electrónica de Barrido (MEB) con el fin de determinar donde se originan las grietas de fatiga y su modo de propagación. Así mismo se evaluó la condición microestructural del sustrato, observándose una morfología típica columnar de procesos de conformado de barras en este tipo de aleaciones, no obstante, también se puede apreciar un ligero engrosamiento de la fase alfa, en la aleación después de haber sido recubierta, lo que iría en dirección de una respuesta mecánica distinta por parte de este sustrato con respecto a la aleación base.

ÍNDICE GENERAL

INTRODUCCIÓN.....	1
CAPÍTULO I.....	10
MARCO TEÓRICO	10
1.1 Aleaciones de Titanio y su Aleación Ti-6Al-4V	10
1.1.1 Generalidades.....	10
1.1.2 Características de las aleaciones alfa-beta.....	13
1.1.2.1 Constituyentes Microestructurales	14
1.1.3 Propiedades físicas y mecánicas	17
1.1.4 Tratamientos térmicos para la aleación Ti-6Al-4V	19
1.1.5 Aplicaciones.....	19
1.2 Fatiga	21
1.2.1 Introducción	21
1.2.2 Factores que condicionan el comportamiento de los materiales a la fatiga	
.....	22
1.2.3 Aspectos estructurales	24
1.2.4 Etapas.....	26
1.2.5 Curva Whöler o curva S-N	31
1.2.6 Fatiga en aleaciones de titanio	32
1.2.6.1 Resistencia y tenacidad de fractura	32
1.2.6.2 Comportamiento a la fatiga	34
1.3 Recubrimientos	37
1.3.1 Generalidades.....	37
1.3.2 Procesos de Deposición Física en Fase Vapor Asistido por Plasma.....	38
1.3.2.1 Generalidades.....	38
1.3.2.2 Aplicaciones de los procesos PVD	39
1.3.2.3 Efecto del Bombardeo en la Formación de la Película.....	40
1.3.2.4 Balinit [®] Futura.....	41
1.3.3 Antecedentes.....	44
CAPÍTULO II.....	48
PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL	48
2.1 Organigrama de trabajo	48
2.1.1 Obtención del material.....	49
2.1.2 Maquinado y preparación de las probetas	49
2.1.3 Deposición del recubrimiento	51
2.1.4 Ensayos	52
2.1.4.1 Tracción	52
2.1.4.2 Fatiga.....	54
2.1.4.2.1 Determinación de los Parámetros de la Ecuación de Basquin..	58
2.1.4.2.2 Límite de Fatiga	58
2.1.4.3 Medición del Espesor del Recubrimiento	61
2.1.4.4 Perfil de Composición Química	63
2.1.5 Medida de Rugosidad	65
2.1.6 Análisis Microestructural.....	66

2.1.6.1	Preparación de las Muestras.....	66
2.1.6.2	Microscopia Electrónica de Barrido (MEB)	66
2.1.7	Estudio Fractográfico	67
CAPÍTULO III	68
RESULTADOS Y ANÁLISIS	68
3.1	Ensayos de Tracción	68
3.2	Ensayos de Fatiga.....	73
3.2.1	Vida a fatiga	77
3.2.2	Relación Potencial (ecuación de Basquin)	81
3.2.3	Límite de Fatiga	83
3.3	Medición del Espesor del Recubrimiento	84
3.4	Perfil de Composición Química	84
3.5	Ensayos de Dureza	85
3.6	Medidas de Rugosidad.....	88
3.7	Análisis Microestructural.....	90
3.8	Estudio Fractográfico.....	93
CONCLUSIONES	105
RECOMENDACIONES	106
REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS	107

LISTA DE SIGLAS Y SIMBOLOS

Siglas

Ti-6Al-4V	Titanio, seis aluminio, cuatro vanadio.
MEB	Microscopia Electrónica de Barrido.
PAPVD	Proceso de Deposición Física Asistida por Plasma (Plasma Asisted Phisical Vapor Deposition)
EDX	Espectroscopia por Dispersión de Energía Rayos X
AEM	Espectroscopia de Electrones Auger
HVN	Número de Dureza Vickers (Hardness Vickers Number)
AIP	Arc Ion Plating
ASM	Sociedad Americana de Materiales (American Society of Materials)
CNEA	Comisión Nacional de Energía Atómica, Argentina
ASTM	Sociedad Americana para Ensayos de Materiales (American Society for Testing Materials)

Símbolos

σ	Esfuerzo real	nm	nanometros
S	Esfuerzo ingenieril	mm	milímetros
N	Numero de ciclos	”	pulgadas
$\sigma_{\text{máx}}$	Esfuerzo máximo	h	horas
$\sigma_{\text{mín}}$	Esfuerzo mínimo	°C	Grados centígrados
R	Relación de esfuerzos	°F	Grados Fahrenheit
σ_a	Esfuerzo alterno	Bal.	Balance
S_r	Intervalo de esfuerzo	min	minutos
σ_y	Esfuerzo de fluencia	r.p.m.	Revoluciones por minuto
MPa	Mega Pascales	kV	Kilo voltios
GPa	Giga Pascales	eV	Electron voltios
μm	Micrometros		

AGRADECIMIENTOS

Como en cualquier trabajo arduo y extenso, se tienen que superar muchas barreras, caños, laberintos y un montón de obstáculos que van en contra de una marcha fluida que nos guíe hacia la culminación feliz de la actividad realizada; tal vez como tantas barreras se presenten, aparecerán y no de manera casual, personas o amigos que nos regalaran herramientas para solventar un sin número de nuestros problemas y nos llevaran junto a nuestra actitud a lograr los objetivos trazados para presentar de la mejor forma nuestro esfuerzo, trabajo y dedicación. De manera particular interpreto a esto, como una parte muy importante del aprendizaje que nos aportan los grandes proyectos que asumimos a lo largo de nuestras vidas y sin duda llegan a ser para muchos, y es mi caso, parte de nuestro propio ser.

Por todo esto, me siento comprometido con el corazón a agradecer directamente a Dios, aunque se que el preferiría que mencionara a todas las personas... con lo que le estaría agradeciendo a El; le agradezco también:

A mis padres que han tenido la mayor influencia y el mayor esfuerzo para que esto ocurriera.

A mi familia, hermanos, tíos, primos y a mi sobrino (por la puerta).

Al Profesor Eli Saúl Puchi y al Profesor Crisanto Villalobos por ser una fuente constante de conocimiento, siempre dispuestos a compartirla.

A mis amigos, todas personas especiales, por orden alfabético:

Carlos Sánchez	Luis Ramón Perdomo R.
Crisanto Villalobos	Manuel John Ortiz
Engels Ochoa (Paya)	Mónica Bermúdez
Henry IV Flores T.	Silvia Fong
Jorge Orlando Jiménez	Thamara Marchiani
Jose Antonio Fumero G.	Víctor Torres
José Gregorio La Barbera	

Finalmente agradecimientos especiales por todo el soporte económico dado para la realización de este trabajo por el FONACIT, a través de la subvención N° LAB-97644 y S1-2000000642

INTRODUCCIÓN

El comportamiento de los materiales en régimen estático es perfectamente conocido y las propiedades necesarias para el diseño de componentes ingenieriles están perfectamente caracterizadas como por ejemplo tensiones de fluencia, resistencia a la tracción, alargamiento, módulo de Elasticidad, etc. Generalmente desde el punto de vista de diseño estático es suficiente con estos datos de partida. Sin embargo, tan pronto como en una pieza los esfuerzos varían por efecto) de las fuerzas fluctuantes, o por movimientos de la propia pieza (caso por ejemplo de ejes tanto los procedimientos de diseño estático como las propiedades estáticas del material pierden su valor dado que las piezas fallan al cabo de haber sufrido un determinado número de ciclos de esfuerzos bajo condiciones de trabajo. Además, el fallo se produce muy por debajo de las propiedades consideradas aceptables en diseño estático, y de forma repentina, sin sufrir ninguna deformación que alerte del fallo inminente.

Este fenómeno por el cual los materiales pierden resistencia cuando están sometidos a ciclos de tensiones variables en el tiempo, se denomina **fatiga**. En la practica casi la totalidad de los sistemas mecánicos sufren cargas que propician el desarrollo del fenómeno de fatiga, ya que en las aplicaciones reales no se presentan comúnmente sollicitaciones estáticas puras sobre las piezas, al contrario los sistemas presentan algún tipo de movimiento o reciben cargas que no son uniformes, haciendo necesaria la realización de estudios de fatiga que permitan aproximar en la fase de diseño el comportamiento que experimentarán las piezas al cabo de un determinado número de ciclos.

El estudio a fatiga no es una ciencia exacta y absoluta, de la cual pueden obtenerse resultados exactos, número de ciclos que resiste un material en determinada condición de esfuerzos cíclicos, sino que es un estudio aproximado y relativo, con muchos componentes del cálculo estadístico, por lo que cuanto más exacto deba ser el cálculo, más datos provenientes de ensayos serán necesarios.

En la actualidad se han desarrollado un sin número de tecnologías capaces de alterar substancialmente las propiedades superficiales de los materiales a través de diversas técnicas que conllevan a una severa modificación superficial, resaltando la importancia de los procesos de deposición de películas de bajo espesor generalmente de naturaleza cerámica en materiales de aleaciones comerciales. Todo este desarrollo nace primordialmente con la necesidad de incrementar la eficiencia en la industria metal-mecánica, Electrónica, Aeronáutica, óptica por mencionar algunas de las áreas que impactan estos desarrollos. En tal sentido abordemos por ejemplo las mejoras que experimentan las herramientas de corte, protegiéndolas contra un desgaste prematuro producido por tensiones térmicas severas, barreras difusionales que evitan la degradación de la herramienta, pudiendo trabajar a mayores velocidades de avance y corte; y además presentar un incremento en la vida útil de esta en las más severas condiciones de trabajo. Para cumplir con esto se requiere ciertamente del incremento de la resistencia al desgaste y de estabilidad química superficial, lo que se traduce en aumento de la dureza, incremento en la resistencia a la corrosión, excelente adherencia, por enunciar algunas de las propiedades de carácter superficial que se ven incrementadas significativamente. Estos desarrollos se han conseguidos mayoritariamente a través de procesos de Deposición Física en Fase Vapor (PVD) en los que se depositan recubrimientos generalmente como TiN, TiAlN, TiCN, CrN, WC, entre otros. No obstante estas mejoras, en un número considerable de casos, inciden en el deterioro de otras propiedades mecánicas relacionadas con el comportamiento del material recubierto, sobre todo, las relacionadas con condiciones de servicio que involucran la existencia de cargas cíclicas que originan posibles fallas por fatiga. El propósito fundamental que se persigue con la realización de este trabajo es estudiar el comportamiento de fatiga al aire de una aleación de Ti-6Al-4V recubierta con una película de producción comercial, denominada Balinit[®] Futura, en la que son depositadas mediante un proceso de Ion Plating veinticuatro capas de TiN y TiAlN intercaladas, producida bajo un patente de la empresa Balzers México.

CAPÍTULO I

MARCO TEÓRICO

1.1 Aleaciones de Titanio y su Aleación Ti-6Al-4V

1.1.1 Generalidades

El titanio es un metal ligero con una densidad de 4.5 g/cm^3 , que equivale al 57% de la densidad del acero y aproximadamente 1.7 veces la del aluminio, pudiendo alcanzar altas resistencias mediante aleaciones y procesos de deformación. No es magnético y tiene buenas propiedades de transferencia de calor. Su coeficiente de expansión térmico es más bajo que en los aceros y menor que en el Aluminio. Por ser *pasivo* exhibe un alto grado de inmunidad al ataque de muchos ácidos minerales y cloruros. No es tóxico y por lo general es biocompatible y de baja reactividad con los fluidos corporales, sistema óseo y el tejido humano. En estado puro, sin aleantes, tiene dos formas alotrópicas: a temperatura ambiente tiene una estructura cristalina hexagonal compacta (HCP) denominada fase alfa (α) la cual se transforma a una estructura cristalina cúbica centrada en el cuerpo (BCC) llamada fase beta (β) a $883 \text{ }^\circ\text{C}$ ($1621 \text{ }^\circ\text{F}$) (Temperatura β Transus). (ASM Handbook, Vol. 2 1996; Bever, 1986).

Este material y sus aleaciones son usados fundamentalmente en dos áreas de aplicación donde las principales características que justifican su selección son: 1) Su resistencia a la corrosión en servicio y 2) Su alta relación resistencia-peso; los criterios de selección para estas dos áreas difieren marcadamente. En aplicaciones de corrosión normalmente se utilizan productos acabados de titanio puro de baja resistencia para la fabricación de tanques, intercambiadores de calor o recipientes utilizados en procesos químicos, en plantas de desalinización o de generación de potencia. En contraste, en aplicaciones de alto rendimiento se utilizan aleaciones de titanio de gran resistencia de una manera muy selectiva dependiendo de factores tales como ambiente térmico, parámetros de carga, características de fabricación y/o requerimientos de confiabilidad. Históricamente, las aleaciones de titanio han sido usadas en lugar del acero ó las aleaciones de níquel en aplicaciones aeroespaciales debido a que este material economiza peso en componentes

altamente cargados que operan bajo temperaturas moderadamente elevadas (ASM Handbook, Vol. 2 1996).

El comportamiento alotrópico del titanio permite diversos cambios en la microestructura por variación en procesos termomecánicos, y un amplio intervalo de propiedades y aplicaciones pueden ser suplidas por una mínima cantidad de aleaciones de titanio. Esto se hace especialmente real con la aleaciones de dos fases, alfa-beta ($\alpha + \beta$). Las aleaciones de titanio se clasifican en: aleaciones alfa, las cuales están esencialmente formadas por una microestructura alfa; aleaciones beta, las cuales están formadas principalmente por una microestructura beta después de un enfriamiento al aire desde por encima de la línea de transformación beta; y aleaciones alfa-beta, que contienen una mezcla de fases alfa y beta a temperatura ambiente. La aleación de titanio más ampliamente usada es la aleación alfa-beta Ti-6Al-4V. (ASM Handbook, Vol. 19 1996)

El efecto principal de los elementos aleantes es la variación que producen en la temperatura de transformación alfa-beta. Algunos elementos estabilizan la estructura cristalina alfa por el aumento de la temperatura de transformación alfa-beta, mientras que otros elementos estabilizan la estructura cristalina beta disminuyendo la temperatura de transformación alfa-beta. La tabla 1 clasifica a los elementos aleantes más comunes en estabilizadores alfa o beta; la adición de elementos también divide a la única temperatura de transformación de equilibrio en dos temperaturas: la línea de transformación alfa, por encima de la cual la fase alfa empieza a transformarse en fase beta y la línea de transformación beta, por encima de la cual la aleación es toda fase beta. Entre estas líneas de transformación tanto la fase alfa como la beta están en equilibrio.

El aluminio es el principal estabilizador de la fase alfa en las aleaciones de titanio; asimismo incrementa: la resistencia mecánica, resistencia al “creep” y el modulo elástico. La máxima resistencia que puede aportar se encuentra limitada, puesto que por encima del 6% de aluminio se promueve la formación de Ti_3Al (α_2), el cual está asociado con un

fenómeno de fragilización. De esta manera, los contenidos típicos de aluminio en las aleaciones de titanio son menores al 7%.

Tabla 1.1. Intervalos y efectos de algunos elementos aleantes en el titanio.

Elementos aleantes	Intervalo (% aprox. en peso)	Efecto en la estructura
Aluminio.....	2-7	estabilizador α
Vanadio.....	2-20	estabilizador β
Cobre.....	2-6	estabilizador β
Molibdeno.....	2-20	estabilizador β
Cromo.....	2-6	estabilizador β
Carbono.....	0.020-0.050	estabilizador α
Zirconio.....	2-8	estabilizador β
Hierro.....	0.01-0.25	estabilizador β
Oxígeno.....	0.10-0.20	estabilizador α
Nitrógeno.....	0.020-0.030	estabilizador α
Estaño.....	2-6	estabilizador α

Otros elementos aleantes que favorecen la estabilidad de la fase alfa son: el galio, germanio, carbono, oxígeno y nitrógeno. Los elementos estabilizadores de la fase beta son clasificados en dos grupos: beta isomorfa y beta eutectoide. La fase alfa isomorfa resulta de la descomposición de beta metaestable isomorfa, mientras que la fase beta eutectoide esta íntimamente ligada con una mezcla eutectoide de alfa y un compuesto intermetálico (Ti_3Al).

El grupo isomorfo lo componen elementos que son completamente miscibles en la fase beta, estos son: molibdeno, vanadio, tántalo y niobio. El grupo eutectoide lo forman elementos que tienen temperaturas eutectoides de como mucho 335 °C por debajo de la temperatura de transformación del titanio puro, estos elementos son: manganeso, hierro, cromo, cobalto, níquel, cobre y silicio. (Ver figura 1.1).

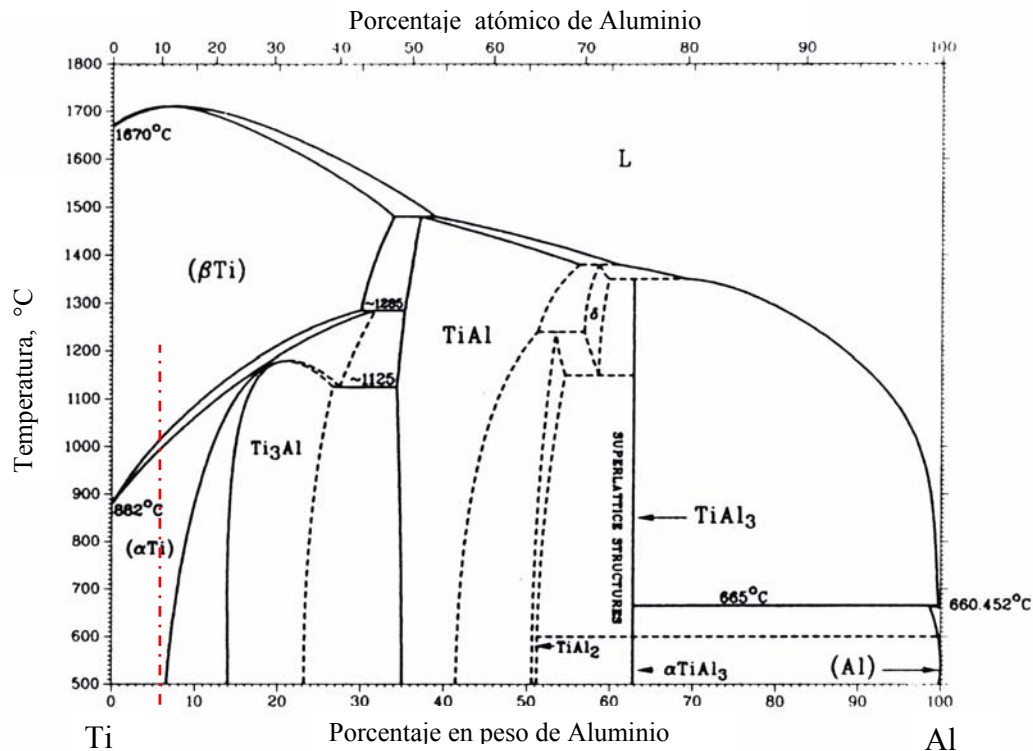


Fig. 1.1. Diagrama de fases Ti-Al.

1.1.2 Características de las aleaciones alfa-beta

Estas aleaciones pueden ser tratadas térmicamente alcanzando una gran resistencia mediante tratamientos térmicos de solución y de envejecimiento pero son menos formables que las tipo alfa. El tratamiento de solución por lo general es completado a alta temperatura en la zona bifásica alfa-beta, seguido de un temple en agua, aceite u otra sustancia. Como resultado del temple, la fase beta presente a la temperatura del tratamiento de solución puede ser retenida o puede ser parcialmente transformada durante el enfriamiento, ya sea, por una transformación martensítica o por nucleación y crecimiento. La respuesta específica depende de la composición de la aleación, temperatura del tratamiento de solución, velocidad de enfriamiento y tamaño de la sección. (ASM Handbook, Vol. 2 1996).

Contienen uno o más elementos estabilizadores alfa y uno o más elementos estabilizadores beta, se hacen más resistentes por tratamiento térmico o procesos termomecánicos. Generalmente cuando se desea mayor resistencia la aleación es rápidamente enfriada desde temperaturas altas en la zona alfa-beta o incluso por encima de la temperatura de transformación beta. Este tratamiento de solubilidad es seguido por un envejecimiento para producir una mezcla apropiada de fase alfa y productos beta transformados; estos tratamientos térmicos son función de la tasa de enfriamiento desde la temperatura de solubilización y por lo tanto pueden ser afectados por el tamaño de la sección. (ASM Handbook, Vol. 2 1996).

La microestructura puede tomar distintas formas, variando desde equiaxial a acicular o una combinación entre ambas. Las estructuras equiaxiales se pueden formar por trabajo en caliente dentro de la zona alfa-beta, o por un recocido a bajas temperaturas. La estructura acicular se forma por trabajo en caliente o tratamientos térmicos por encima de la temperatura de transformación beta y su posterior enfriamiento rápido. El rápido enfriamiento desde la zona alfa-beta podría resultar en una estructura equiaxial primaria alfa y alfa acicular de la transformación de las estructuras beta. Mediante la apropiada manipulación entre trabajo en caliente y tratamientos térmicos se puede obtener un variado intervalo de propiedades. En la tabla 2 se muestra las ventajas de cada estructura (ASM Handbook, Vol. 2 1996).

1.1.2.1 Constituyentes Microestructurales

La base para la manipulación microestructural durante el tratamiento térmico de las aleaciones de titanio radica en las transformaciones que ocurren de beta a alfa durante el enfriamiento; estas ocurren por nucleación y crecimiento o por transformación martensítica, dependiendo de la composición de la aleación y la tasa de enfriamiento.

Tabla 1.2. Ventajas y desventajas de las estructuras equiaxiales y aciculares.

Estructura

Equiaxial:

- Alta ductilidad y conformabilidad.
 - Alto umbral de esfuerzo para corrosión bajo tensiones en soluciones salinas a relativas altas temperaturas.
 - Alta resistencia (para tratamientos térmicos equivalentes).
 - Mejores propiedades a la fatiga de bajo ciclaje (para la primera etapa del proceso de fatiga).
-

Acicular:

- Propiedades superiores ante el creep.
 - Mayores valores de tenacidad de fractura.
 - Ligera caída de la resistencia (para tratamientos térmicos equivalentes).
 - Resistencia superior a la corrosión bajo tensiones.
 - Menores velocidades de propagación de grietas.
-

Estructuras Alfa. Los granos alfa equiaxiales se desarrollan por recocido por encima de la temperatura de recristalización. Los granos alfa alargados son el resultado de un proceso de deformación unidireccional y son normalmente encontrados en secciones longitudinales y aleaciones extruidas.

El término alfa primaria se refiere a la fase alfa que es retenida desde la zona alfa-beta por el tratamiento térmico o por procesos termomecánicos.

El término beta transformada se refiere a las áreas de fase alfa que han sido producidas por transformación desde beta. La fase alfa en estas zonas aparece como diferentes estructuras, tales como: dentada, acicular, plaquetas, Widmanstätten y α' (martensita hexagonal). El término de beta transformada es usado para describir varias estructuras alfa más cualquier estructura beta que permanezca a temperatura ambiente.

El término alfa acicular se refiere al producto más común de la transformación de beta durante el enfriamiento. Se produce por la nucleación y crecimiento a lo largo de un plano preferencial cristalográfico de la matriz beta primaria.

El término alfa prima (martensita hexagonal) se utiliza para describir una fase metaestable sobresaturada en estructura alfa, que se produce por un proceso transformación de poca difusión de beta. Tiene apariencia de aguja, similar a la martensita en los aceros. Es usualmente difícil de diferenciar de la estructura alfa acicular, aunque esta no se define tan bien como la alfa prima y posee muchas más curvas que lados derechos.

El término doble prima (martensita ortorrómbica) describe una fase metaestable sobresaturada en estructura alfa que se produce en aleaciones que contienen altas concentraciones en elementos refractarios como el molibdeno, tántalo o niobio. Se originan por un proceso de transformación martensítica.

El término alfa-2 (α_2) o Ti_3Al se emplea para describir una fase que se puede formar dentro de la fase alfa en aleaciones con contenidos de más de 6% de aluminio; además, la formación de α_2 está asociada con el contenido de oxígeno, por lo que se puede formar α_2 con niveles bajos de aluminio.

Estructuras Beta. En aleaciones alfa-beta y beta se pueden presentar algunas estructuras beta en equilibrio a temperatura ambiente. Las estructuras metaestables pueden ser producidas en aleaciones con suficientes estabilizadores beta para retener esta fase a temperatura ambiente durante un enfriamiento rápido desde la zona alfa-beta. La composición de la aleación debe ser tal que la temperatura para que comience la transformación martensítica esté por debajo de la temperatura ambiente, evitando así que la estructura beta metaestable sea parcial o completamente transformada a martensita, alfa o a productos de descomposición eutectoide.

El término beta “*flecks*” son regiones delgadas de alfa en una microestructura de alfa-beta. Estas regiones son ricas en beta y tienen una temperatura de transformación beta por debajo que la de la matriz. Están atribuidas a microsegregaciones durante la

solidificación de aleaciones que contienen estabilizadores beta. No son consideradas como nocivas si las secciones van a ser usadas en condición de recocido.

1.1.3 Propiedades físicas y mecánicas

La tabla 1.3 compara las propiedades generales del titanio comercialmente puro y la aleación Ti-6Al-4V con otras aleaciones comerciales. El peso específico del titanio es cerca de las dos terceras partes que el del acero y cerca del sesenta por ciento por encima que el del aluminio. Varias de sus aleaciones poseen una resistencia mecánica superior a los 827 MPa, cantidad está que supera muy por encima a la resistencia de muchos aceros, característica que lo convierte hoy en día en el metal con mayor relación resistencia peso. (www.alleghenytechnologies.com/titanium/pages/help/tech2.htm)

Las aleaciones de titanio tienen un elevado punto de fusión, lo que generalmente es señal de excelente estabilidad térmica; sin embargo la resistencia del titanio cae rápidamente a temperaturas por encima de los 425 °C. Su coeficiente de expansión es incluso menor que el de los aceros. Las aleaciones de titanio tienen una estructura hexagonal compacta (hcp), similar a las aleaciones de magnesio. Sin embargo aproximadamente a los 882 °C el titanio sufre una transformación alotrópica, cambiando de una estructura hcp a una estructura cúbica centrada en el cuerpo (bcc). (ASM Handbook, Vol. 2 1996).

Tabla 1.3. Comparación de algunas propiedades del titanio, Ti-6Al-4V y otras aleaciones.

Propiedad	Titanio	Ti-6Al-4V	Acero 1020	Acero inoxidable 18-8	Aleación de aluminio 7075
Estructura	hcp	hcp	bcc	fcc	fcc
Peso específico, g/cm ³	4,42	4,40	7,74	7,75	2,77
Resistencia, MPa.*	551	896	344	620	570
Modulo de Young, GPa (Tensión)	110,316	117,210	206,842	206,842	68,94
Punto de fusión, °C	1760	1648	1427	1427	660
Coefficiente de expansión térmica, °C x 10 ⁻⁶	5	8	6.6	9	13

*En condición de recocido

Además de las propiedades de la aleación Ti-6Al-4V reseñadas en la tabla 1.3, tenemos:

- Resistencia de fluencia, al 0.2% de desplazamiento: 827,371 MPa.
- Reducción de área, en porcentaje aprox.: 20.
- Impacto, Charpy V, J, a temperatura ambiente: 24,40.
- Dureza, HVN: 360.

1.1.4 Tratamientos térmicos para la aleación Ti-6Al-4V

La tabla 1.4 muestra distintos tratamientos térmicos aplicados al la aleación Ti-6Al-4V:

Tabla 1.4. Tratamientos térmicos para la aleación Ti-6Al-4V.

Nombre Técnico	Modo
Forja inicial	985 °C y no mayores de 968 °C para finalizar.
Recocido	704-843 °C de 1 a 8 hr, y enfriamiento lento hasta los 565 °C
Tratamiento de solubilización	926-954 °C, 1 hr., enfriado en agua (barras) 904-940 °C, 5-20 min., enfriado en agua (láminas)
Recocido de liberación de tensiones	482-648 °C, 1-4 hr., enfriado al aire
Envejecimiento	537 °C, 4 hr., enfriado al aire

1.1.5 Aplicaciones

- **En la industria aeroespacial:** donde son necesarias unas características particulares en el diseño de cohetes y naves espaciales y supersónicas. Los materiales usados en estos vehículos y en sus motores deben ser ligeros y ser resistentes, a la vez capaces de soportar temperaturas muy elevadas. Para soportar esas temperaturas y reducir el peso total, se han desarrollado aleaciones ligeras y de gran resistencia hechas de aluminio, berilio y titanio.

- **En motores a reacción:** se usa en partes giratorias, como en los nuevos alabes de poco espesor, que incrementan la eficiencia y disminuyen el ruido. También se fabrican partes críticas del motor como: discos, barras, anillos, remaches, platos, protecciones del motor, etc.

- **En estructuras aéreas:** las aleaciones de titanio han venido suplantando a los aceros y aleaciones de níquel en los trenes de aterrizaje, partes del fuselaje, entubado hidráulico, en la nariz de los aviones, etc.

- **En plantas de generación de energía o intercambiadores de calor:** donde el medio de enfriamiento es el agua marina o agua contaminada, las tuberías de paredes delgadas de titanio aportan un incremento de vida muy superior al de otros materiales. Por otra parte se emplean en la construcción de plantas desalinizadoras de agua en todo el mundo.

- **En procesos químicos:** aleaciones específicas de titanio incrementan la vida en equipos en la industria del cobre, níquel y aceros inoxidable. Así como disminuyen los costos iniciales sobre el procesamiento de superaleaciones de níquel, tántalo y zirconio. También se emplea en la construcción de autoclaves para la industria hidrometalúrgica entre otras.

- **En la explotación petrolera:** tuberías hechas de titanio se hacen por su ligereza, flexibilidad y resistencia a la corrosión excelentes para producción en plataformas “*offshore*”.

- **En la industria automotor:** con un crecimiento del mercado acelerado, hoy en día se construyen piezas como: barras, muñones, válvulas, válvulas retenedoras, resortes, árboles de leva, para mencionar solo algunas piezas del sin número de componentes hechos de las diversas aleaciones de titanio.

- **En materiales compuestos:** el titanio ha venido siendo ampliamente usado en compuestos de matriz metálica hechos con aleaciones de titanio por su alta resistencia y bajo peso. Como por ejemplo cables de altos requerimientos, cuerdas de raquetas de tenis, entre otros.

- **En implantes humanos:** por ser uno de los materiales ingenieriles de mayor inercia ante los fluidos del cuerpo humano, resulta ideal para implantes de cadera y rodilla, así como tornillos y láminas que fijan los huesos rotos. En otro campo de la medicina, como en la odontología, múltiples instrumentos y herramientas son fabricadas de aleaciones de titanio.

- **Armamentistas:** su alta resistencia y bajo peso, así como sus propiedades balísticas hacen a las aleaciones de titanio un material estratégico para la construcción de misiles, chalecos de protección y cascos personales, blindaje de tanques y carros.

- **Otras aplicaciones:** el titanio también se encuentra en un sin número de productos de consumo como: joyería, relojes, lentes, bicicletas, raquetas de tenis, equipos de golf, etc.

1.2 Fatiga

1.2.1 Introducción

Alrededor del año de 1830 el hombre sabe a ciencia cierta que ocurre falla en un metal que se somete a tensiones repetidas o fluctuantes, aunque estas sean más bajas que las necesarias para producir fractura en una sola aplicación de carga. Dicha falla se caracteriza por ocurrir sin previo aviso, ya que no se visualiza deformación plástica, particularidad ésta de una fractura dúctil. La superficie de fractura que se produce es usualmente normal a la dirección del esfuerzo principal de tracción y estas generalmente tienen una apariencia común (ver figura 1.4), que constan de una región lisa y una región rugosa que se origina cuando la sección remanente se hace insuficiente para soportar la carga aplicada y esta falla de manera dúctil. (Dieter, 1987)

La fatiga se puede definir como, el daño estructural permanente, localizado y progresivo que ocurre en materiales sometidos a esfuerzos o deformaciones fluctuantes que después de un determinado número de fluctuaciones pueden resultar en la nucleación y posterior crecimiento de grietas hasta finalmente producir la fractura del material.

Una tensión máxima de tracción de suficiente magnitud, una variación o fluctuación suficientemente intensa de la tensión aplicada y un número suficiente de ciclos son las condiciones básicas para que se desarrolle la falla por fatiga. Estas condiciones se ven modificadas por variables como: condiciones superficiales, ambientes agresivos, concentradores de esfuerzos (cambios de secciones bruscos, entallas, inclusiones, etc.),

esfuerzos residuales y temperatura, entre otras. Se calcula que cerca del 90% de las fallas en servicio de componentes que están sometidos a esfuerzos fluctuantes se deben a la fatiga, como resultado en su mayoría de esfuerzos de tensión (Dieter, 1987).

1.2.2 Factores que condicionan el comportamiento de los materiales a la fatiga

Los materiales presentaran distintos comportamientos en respuesta a los esfuerzos cíclicos a los cuales estén expuestos, no solamente por factores intrínsecos de cada material sino que sus comportamientos se ven afectados por la condición de esfuerzo al que estén sometidos. En general existen tres tipos de esfuerzos cíclicos, tal como se muestra en la figura 1.2.

Es convenido que la tensión mínima es la algebraicamente más pequeña del ciclo, el esfuerzo de tensión se considera positivo y el de compresión negativo.

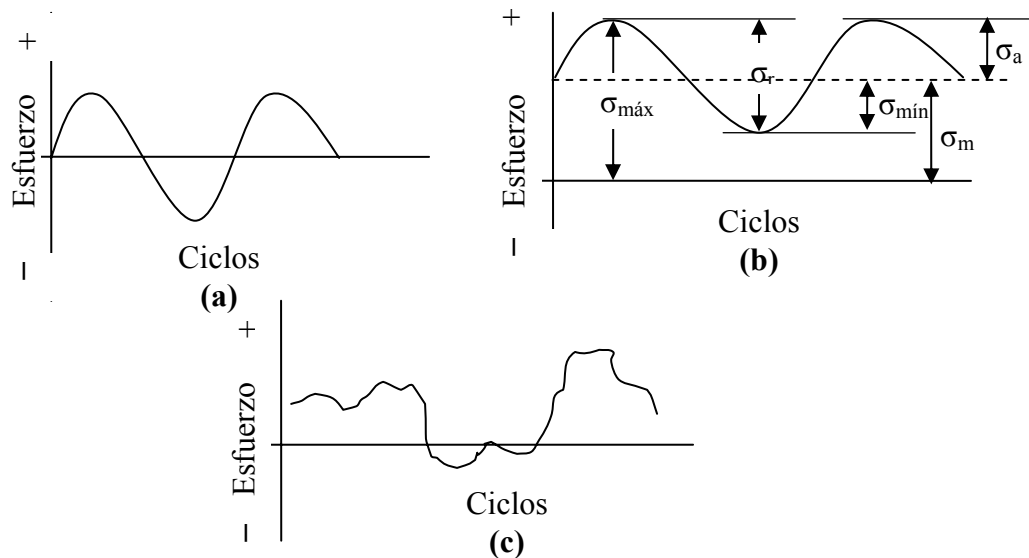


Fig. 1.2. Ciclos de fatiga.

Estos son:

- Ciclo de inversión completa o alterna, en el que el esfuerzo de tensión máximo ($\sigma_{\text{máx}}$ o $S_{\text{máx}}$) y compresión máximo ($\sigma_{\text{mín}}$ o $S_{\text{mín}}$) son de igual de

magnitud. Ver figura 1.2(a). El ciclo de esfuerzos representado describe el estados de esfuerzos al que es sometido una probeta en una máquina de flexión rotativa ($R = \sigma_{\min}$ o S_{\min} / σ_{\max} o $S_{\max} = -1$).

- Ciclo de tensiones repetidas, como lo muestra la figura 1.2(b), el esfuerzo máximo (σ_{\max} o S_{\max}) y el esfuerzo mínimo (σ_{\min} o S_{\min}) no son iguales; en este caso ambos esfuerzos (máximo y mínimo) son de tracción, mas pueden ser de signos opuestos. El estado de esfuerzos descrito por la figura 1.2(b) al que pudiera estar sometido un componente en servicio, se considera el estado de esfuerzos más crítico, puesto que siempre está sometido a esfuerzos de tracción.
- Ciclo complejo o aleatorio, como lo dice su nombre, los esfuerzos aplicados siguen un régimen de cargas aleatorio o complejo, siendo este ciclo de esfuerzos el que representaría la mayoría de los estados de esfuerzos al que son expuestos distintos componentes ingenieriles. La figura 1.2(c) lo representa.

Un ciclo de esfuerzo está constituido por dos componentes: un esfuerzo medio o estacionario (σ_m o S_m), siendo este la media de la suma algebraica de los esfuerzos máximos y mínimos del ciclo:

$$S_m = (S_{\max} + S_{\min}) / 2$$

y otro alterno o variable (σ_a o S_a):

$$S_a = S_r / 2$$

mas se deben considerar el intervalo de esfuerzos (σ_r o S_r) y la relación de esfuerzos (R); respectivamente (Dieter, 1987):

$$S_r = S_{\text{máx}} - S_{\text{mín}}$$

$$R = S_{\text{mín}} / S_{\text{máx}}$$

1.2.3 Aspectos estructurales

Las grietas de fatiga se originan y propagan en regiones que presentan una deformación más severa. Debido a que la mayoría de los materiales ingenieriles presentan defectos y concentradores de esfuerzo, que intensifican la deformación, la mayor parte de las grietas de fatiga se originan y propagan en defectos estructurales (Dieter, 1987).

Los análisis de los campos de esfuerzos y deformaciones en la punta de una grieta bajo carga, se basan en el supuesto de que el comportamiento del material es totalmente lineal-elástico para cualquier valor de esfuerzos en el extremo de la grieta. Pero en la realidad, los materiales no se comportan de esa manera, y es evidente que la singularidad del estado de esfuerzos que caracteriza el campo elástico en la punta de la grieta debe conducir necesariamente a la formación de una zona plástica localizada en dicha punta. La existencia de esta zona deformada plásticamente representa una limitación a la validez de los análisis y estudios realizados en este tópico, hasta el punto de que si las dimensiones de la zona plástica son lo suficientemente grandes, dichos análisis resultan inválidos. Sin embargo, si la extensión de la zona plástica es pequeña comparada con las dimensiones características del sistema (en este caso la longitud de la grieta y el espesor del material), la formación de dicha zona puede ser considerada como una perturbación a la solución elástica.

Bajo la acción de cargas cíclicas, la zona plástica (o zona de deformación) se desarrolla desde la punta del defecto. Esta zona de alta deformación se transforma en un sitio ideal para la nucleación de una grieta de fatiga. La grieta se propaga, bajo los esfuerzos aplicados, a través del material hasta la fractura total. A nivel microscópico, la característica más importante del proceso de fatiga, es la nucleación de una o más grietas

bajo la influencia de esfuerzos que exceden el esfuerzo de fluencia, en sitios conocidos como extrusiones o intrusiones de bandas de deslizamiento (ver figura 1.3).

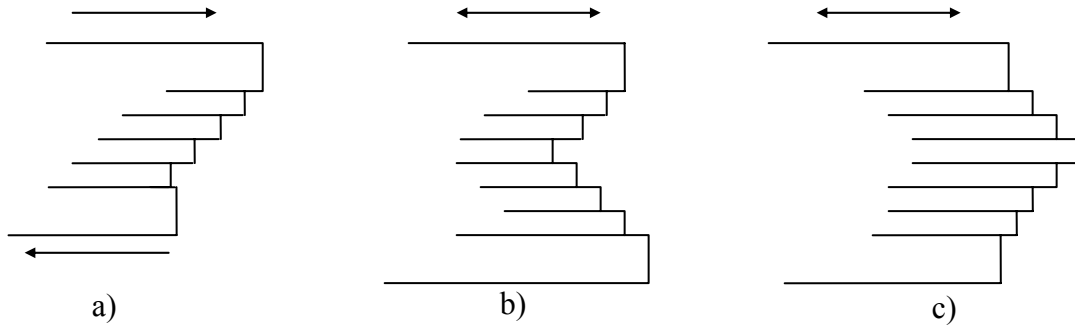


Fig. 1.3. Bandas de deslizamiento. a) Deformación estática; b) deformación de fatiga que conduce a la formación de una entalla superficial; c) deformación por fatiga que conduce a la extrusión de una banda de deslizamiento.

El estudio de Partridge hace referencia sobre la estructura de dislocaciones en películas delgadas de aluminio ha demostrado que, para los esfuerzos de fatiga grandes, se forman redes de dislocaciones análogas a las formadas en la carga monodireccional. Para esfuerzos de fatiga pequeños el metal contiene una elevada densidad de bucles de dislocación parecidos a los encontrados en probetas templadas. Esto es una buena indicación de que se forman una gran cantidad de defectos puntuales durante la fatiga (Dieter, 1987).

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

1.2.4 Etapas

El agrietamiento por fatiga normalmente es el resultado de la acción cíclica a niveles de esfuerzos ubicados por debajo de la resistencia del material. En los materiales sometidos a condiciones de esfuerzos cíclicos se producen una serie de cambios, los cuales pueden ser divididos en tres etapas principales:

Etapa I	Nucleación de la grieta
Etapa II	Propagación de la grieta
Etapa III	Fractura por sobre carga

Etapa I— Nucleación de la grieta

El daño acumulado a nivel estructural a lo largo de todo el material, por esfuerzos alternantes, produce la nucleación de la grieta por fatiga. Esta primera etapa está vinculada con el inicio de grietas en regiones localizadas de alta concentración de esfuerzos y deformaciones severas, y a su vez, de mínima resistencia local. Los materiales ingenieriles por lo general poseen defectos, los cuales actúan como concentradores de esfuerzos que intensifican la deformación, por lo que la mayoría de las grietas de fatiga inician y crecen a partir de estos concentradores, (Klesnil et al., 1980).

Bajo la acción de cargas cíclicas se desarrolla una región de deformación plástica, por lo que esta zona pasa a ser la más adecuada para el inicio del agrietamiento. La resistencia a la fatiga de los materiales está, por tanto, determinada por sus características inherentes tales como discontinuidades, anisotropía y heterogeneidades presentes en la estructura, así como cualquier otro tipo de defecto superficial. Por otro lado, las inclusiones, partículas precipitadas endurecedoras y discontinuidades cristalinas (Maclas y límites de grano), representan ejemplos de concentradores de esfuerzos microscópicos en la matriz del material, (Klesnil et al., 1980).

En la raíz de las grietas de fatiga existe un estado de esfuerzo triaxial, lo cual reduce la ductilidad aparente local del material. En esta etapa de nucleación existe, además, el crecimiento de microgrietas orientadas en planos de deslizamiento preferenciales (a lo largo de planos donde el esfuerzo cizallante alcanza los valores máximos). Cuando se ejercen en el material cargas uniaxiales, el esfuerzo cizallante máximo se ubica en planos orientados a 45° de la dirección del esfuerzo aplicado. A medida que el número de sistemas de deslizamiento en el metal es mayor, los planos activos van a presentar una orientación similar al plano de deslizamiento máximo, por lo que los planos de las microgrietas estarán orientados en una dirección de aproximadamente 45° respecto a la dirección de esfuerzo aplicado. A medida que continúan los ciclos de cargas, las microgrietas crecen y coalescen. Una gran mayoría de estas grietas detienen su propagación, mientras que algunas logran alcanzar longitudes y profundidades de algunas micras. Con el incremento de la longitud, estas grietas abandonan la orientación cercana a los 45° de los planos de deslizamiento y tienden a propagarse en dirección perpendicular al eje de esfuerzos. Esta transición del plano de agrietamiento desde el plano de cizallamiento activo a planos perpendiculares al eje de esfuerzo es denominado transición de la etapa I (propagación cristalográfica) a la etapa II. (Klesnil et al., 1980).

La etapa de nucleación culmina con la iniciación de microgrietas superficiales. En la etapa de propagación generalmente predomina el crecimiento de una de las grietas nucleadas en la etapa I, mientras que el movimiento del resto de las grietas se detienen (Klesnil et al., 1980).

Etapa II— Propagación de la grieta

La longitud de la grieta al ocurrir la transición de la etapa I a la II depende principalmente del tipo de material y de la amplitud del esfuerzo. En algunos casos no ocurre la transición de la etapa I a la II, por lo que la superficie de fractura es únicamente del tipo I. (Klesnil et al, 1980).

A medida que disminuye la amplitud del esfuerzo, mayor es la extensión de la grieta correspondiente a la transición I-II. A medida que la velocidad de propagación de la grieta en la etapa I es mayor que en la etapa II, el número de ciclos de esfuerzo producidos en esta primera etapa será mucho mayor que la propagación de la grieta en la etapa II. Este es el caso de las muestras sin entallar. El número de ciclos necesarios para la nucleación de la grieta en materiales preagrietados o entallados es insignificante y las grietas de fatiga son predominantemente del tipo II. (Klesnil et al., 1980).

Se puede decir, de manera general que la propagación de las grietas en la etapa I se encuentra controlada por la componente de cizallamiento del esfuerzo aplicado, mientras que la propagación de la etapa II es controlada por la componente normal. A temperatura ambiente y en ausencia de un medio corrosivo las grietas de fatiga son usualmente transgranulares. La propagación de grietas de fatiga intergranulares es mucho menos frecuente en casos prácticos (depende del material), y suele ocurrir a altas temperaturas y en medios agresivos de corrosión.

Etapa III – Fractura.

Esta etapa se inicia durante los últimos ciclos de esfuerzo, donde la sección transversal del material no es capaz de soportar la carga aplicada, produciéndose de esta manera la fractura repentina del material. La fractura final puede presentar una apariencia frágil, dúctil o una combinación de ambas. (Klesnil et al, 1980).

Se debe considerar que para los materiales sin recubrimiento, la nucleación de la grieta por fatiga puede consumir hasta el 90 % de la vida a fatiga del material. (ASM Handbook Vol. 12, 1996)

Las fallas por fatiga presentan en su superficie una morfología característica, entre las cuales se observan dos zonas bien diferenciadas, tal como se observa en la figura 1.4, donde se visualizan dichas zonas, **A**: área de fatiga, que es relativamente lisa; y **B**: área de fractura final, que posee una textura más rugosa e irregular. Esta área de fractura final, es evidencia de la deformación plástica que ocurre antes de la separación final. El área de fatiga contiene el origen o los orígenes, **O**, y otras características que indican la dirección y velocidad de crecimiento de grieta en cualquier etapa de su propagación.

La topografía de la superficie de fractura frecuentemente proporciona información del origen, dirección y sentido de propagación de la grieta de fatiga. Por lo general se pueden apreciar unas *marcas radiales* que parecen propagarse desde el origen de la falla hacia la zona de fractura final, caracterizándose esta última por presentar un cambio brusco de orientación del plano de fractura, aproximadamente 45° , llamado *labio de corte* o *despegue* (ver figura 1.4). Este cambio de orientación del plano se produce obedeciendo el efecto de los esfuerzos cizallantes máximos principales, los cuales se hallan a un ángulo de 45° con respecto al eje principal de tensión.

Con cada ciclo de esfuerzo se observan unas marcas paralelas en la superficie de la grieta (estriaciones de fatiga), estas son marcas características de un crecimiento de grieta progresivo por fatiga y por lo general su observación dependerá de la plasticidad y resistencia del material. También se forman gran cantidad de “mesetas” paralelas separadas por canales longitudinales, estas mesetas son generalmente perpendiculares a la dirección del máximo esfuerzo principal actuante conformadas por un grupo de estriaciones que tienen direcciones semejantes.

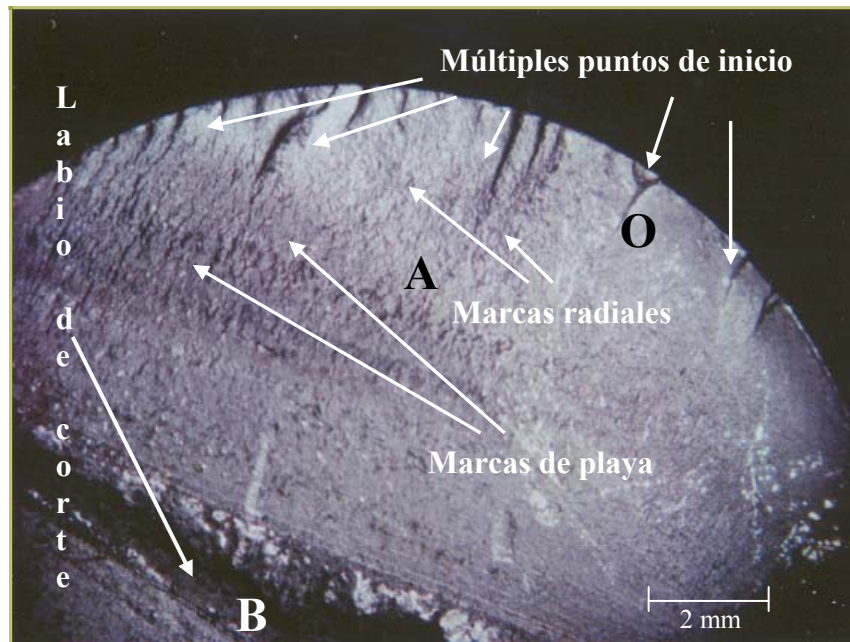


Fig. 1.4. Superficie de una fractura de fatiga

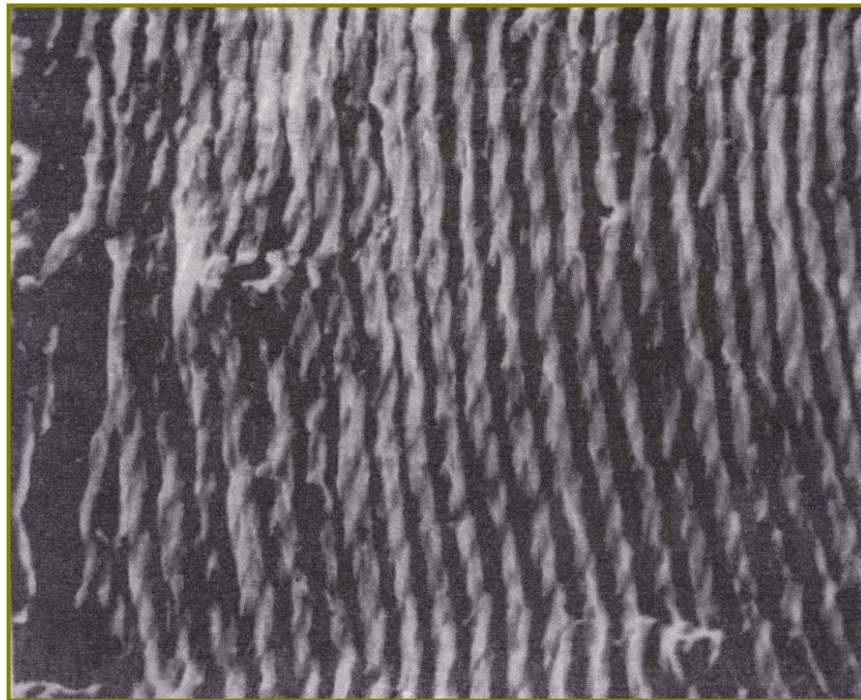


Fig. 1.5. *Estriaciones de fatiga en una aleación de Ti-6Al-4V recocida.(2000X).*

1.2.5 Curva Whöler o curva S-N

La forma más recomendada para representar ordenadamente todos los datos obtenidos de los ensayos y pruebas de fatiga y al mismo tiempo tener una rápida visualización de los resultados y principales propiedades del material relacionadas con la fatiga, es por medio de las curvas S-N o curvas de Wöhler (figura 5); en estas curvas se colocan los esfuerzos alternantes (S) en el eje de las ordenadas del diagrama, y el número de ciclos (N) a falla en el eje de las abscisas. Los resultados de esta curva dividen el plano del diagrama en dos regiones: la que está por encima de la curva, que representa el campo donde la probeta fallará y la que está por debajo de la curva, que corresponde a las condiciones donde las probetas no fallaran. En esta curva se puede ubicar el límite de fatiga, que vendría siendo la asíntota horizontal a la curva en los materiales que exhiban tal comportamiento.

La curva S-N también suele ser representada en escala doble logarítmica, linealizando así a la curva para mayor comodidad, colocando el logaritmo decimal de los esfuerzos alternantes (Log S) en el eje de las ordenadas, contra el logaritmo decimal del número de ciclos a falla (Log N) en las abscisas; la recta es expresada mediante la ecuación sugerida por Basquin. (ASM Handbook Vol. 19, 1996)

Ecuación de Basquin:

$$S_a = S_f(N_f)^b \quad (\text{Ec. 1})$$

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

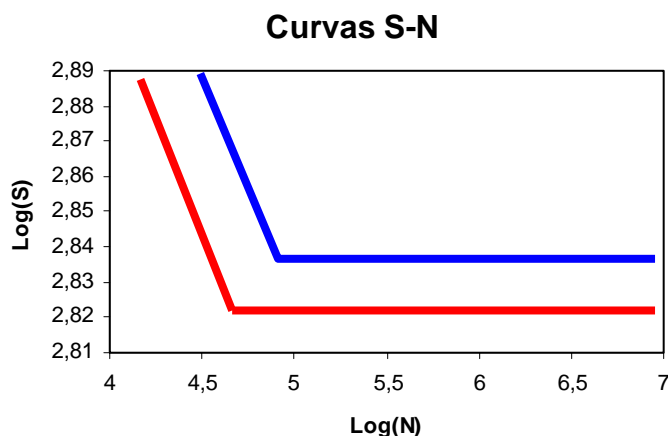


Fig. 1.6. Curva S-N de dos materiales con límite de fatiga.

1.2.6 Fatiga en aleaciones de titanio

1.2.6.1 Resistencia y tenacidad de fractura

En los últimos años la aplicación de las aleaciones de titanio ha venido expandiéndose ampliamente desde el campo aeroespacial convencional y medico-quirúrgico, entre otros, a un campo emergente como herramientas y avances deportivos, debido a sus atractivas propiedades. La resistencia a la fatiga es una de las más importantes propiedades ingenieriles de las aleaciones de titanio.

La aleación Ti-6Al-4V es un material estructural ligero y posee una combinación de resistencia y tenacidad entre el acero y las aleaciones de aluminio. Su uso es muy común en condición de recocido, lo que mejora su resistencia por diversas fuentes, siendo la principal los elementos que en solución sólida pasan a sustituir o alojarse en los intersticios tanto en la fase alfa como en la beta. Oxígeno, nitrógeno, hidrógeno y carbono son elementos intersticiales, que en general incrementan la resistencia y disminuyen la ductilidad. El aluminio es el elemento sustitucional en solución sólida más importante para el aumento de la resistencia. Otras fuentes de aporte de resistencia menos importantes son el tamaño de grano, el efecto de la fase beta (siendo esta el 10% en volumen a temperatura ambiente), envejecimiento, textura cristalográfica, entre otras. Debido al alto porcentaje a temperatura ambiente de la fase alfa en la aleación Ti-6Al-4V (aprox. 90% vol.), esta fase

domina las propiedades mecánicas y físicas de la aleación. La microestructura depende del historial termomecánico. Esta puede combinar una alta resistencia y ductilidad, mas no necesariamente proporciona una óptima tenacidad de fractura. (ASM Handbook Vol. 19, 1996)

Mejoras en el K_{IC} puede obtenerse por una estructura beta transformada o una estructura equiaxial compuesta principalmente de la fase alfa recocida o alfa equiaxial (esta es la fase alfa que se forma de la ya preexistente fase alfa) con baja densidad de dislocaciones y baja concentración de aluminio y oxígeno. La estructura beta transformada, Widmanstätten por ejemplo, también incrementa la tenacidad de fractura debido principalmente a que la fractura debe de proseguir por un camino de múltiples facetas de fractura. Especialmente la estructura de recocido aporta una tenacidad de fractura máxima, ya que en su mayoría sigue siendo fase alfa y alfa recocida (que es fase alfa que se forma de la preexistente fase alfa primaria). Este efecto se ve reflejado en la tabla 1.4.

Dentro de los intervalos permisibles de composición química para aleaciones de titanio, el oxígeno es la impureza de mayor importancia sobre la tenacidad de fractura y resistencia a fatiga. El hidrogeno por su parte tiene un efecto importante sobre la tenacidad de fractura, siendo los niveles menores de este elemento los que la aumentan dicha propiedad (por debajo de 40 ppm). (ASM Handbook Vol. 19, 1996)

Tabla 1.5. Tenacidad de fractura típica de aleaciones de titanio, según su microestructura.

Aleación	Morfología de la fase alfa	Punto de fluencia	K_{IC}
		MPa	MPa
Ti-6Al-4V	Equiaxial	910	44-66
	Transformada	875	88-110
Ti-6Al-6V-2Sn	Equiaxial	1085	33-55
	Transformada	980	55-77
Ti-6Al-2Sn-4Zr-6Mo	Equiaxial	1155	22-23
	Transformada	1120	33-55

Modo de deformación. Un aspecto crucial al hablar de tenacidad de fractura es el tamaño de la zona plástica en la punta de la grieta. Este tamaño depende del esfuerzo de fluencia; teniendo un alto esfuerzo de fluencia y relativamente bajo módulo de elasticidad, la aleación Ti-6Al-4V puede almacenar mayor cantidad de energía elástica que la mayoría de las aleaciones antes que comience la deformación plástica. La zona plástica en la punta de la grieta no es uniforme durante el avance con respecto a una sección transversal, por la anisotropía de la fase alfa. Esto varía en sentido microscópico en respuesta a la microestructura de la fase y morfología, así como de grano a grano en conformidad con el tipo de cristal, alfa o beta, y la orientación cristalina.

Como regla general el esfuerzo de fluencia de las aleaciones alfa-beta es más elevado cuando la microestructura es una mezcla de alfa primaria y una estructura alfa-beta fina. En la aleación Ti-6Al-4V se puede alcanzar alta resistencia por una estructura alfa prima (martensita hexagonal). Se puede obtener una alta tenacidad de fractura con una comparable resistencia a la fatiga en aleaciones alfa-beta con una estructura acicular, beta transformada, con tratamientos de la fase beta o tratamiento de solubilidad y envejecimiento con estructuras equiaxiales.

1.2.6.2 Comportamiento a la fatiga

La resistencia a la propagación de la grieta está determinada por la vida a fatiga en regímenes de bajo ciclaje. Considerando que la propagación de la grieta se distingue usualmente entre microgrietas y macrogrietas, debido a que la dependencia del crecimiento de grieta de parámetros microestructurales como el tamaño de grano o dimensiones de la fase pueden ser contradictorias (ASM Handbook Vol. 19, 1996). Para piezas pequeñas, sometidas a grandes esfuerzos, la vida a fatiga se controla principalmente por el crecimiento de microgrietas, mientras que para grandes piezas, sometidas a bajos niveles de esfuerzos, es el comportamiento de las macrogrietas el más importante. Al contrario del acero y las aleaciones de aluminio, las aleaciones de titanio están generalmente libres de

defectos como inclusiones y poros; por lo que el comportamiento a fatiga es muy sensible a la condición superficial.

Efecto de la microestructura. En adición al tamaño de grano alfa, el grado de envejecimiento y el contenido de oxígeno las propiedades de fatiga en las aleaciones alfa-beta están profundamente afectadas por la morfología y arreglo de la fase alfa y beta. Básicamente, completamente laminares, completamente equiaxiales y una estructura *duplex* (fase alfa en una matriz laminar) pueden ser desarrolladas para obtener distintas propiedades.

La disminución en el espesor de la lámina alfa desde 10 a 0.5 μm de una estructura completamente laminar mejora la resistencia a fatiga desde 480 a 650 MPa. Similarmente la disminución en el tamaño del grano alfa desde 12 μm a 2 μm en una estructura completamente equiaxial incrementa la resistencia a fatiga desde 550 a 720 MPa (ver figura 1.7). Una disminución en el espesor de la estructura laminar alfa desde 0.5 a 1 μm en una estructura *duplex* incrementa la resistencia a la fatiga desde 480 a 575 MPa. (ASM Handbook Vol. 19, 1996)

Las grietas de fatiga se nuclean preferencialmente en las microestructuras completamente laminares, en las bandas de deslizamiento dentro de las laminas alfa o en las zonas alfa a lo largo de los límites de grano beta, porque la resistencia al movimiento de dislocaciones y la resistencia a la nucleación de la grieta de fatiga dependen del espesor de la lamina alfa, que esta directamente correlacionado con la resistencia a la fatiga y el esfuerzo de fluencia. En una microestructura completamente equiaxial las grietas de fatiga se nuclean en las bandas de deslizamiento dentro de los granos alfa, por lo que la resistencia a la fatiga está correlacionada con el tamaño del grano alfa y el esfuerzo de fluencia (ver figura 1.8). La grieta de fatiga en las microestructuras *duplex* pueden nuclearse en la matriz laminar, en la interfase entre esta y al fase alfa primaria; o en la fase alfa primaria. (ASM Handbook Vol. 19, 1996; Nakajima, et al. 1998).

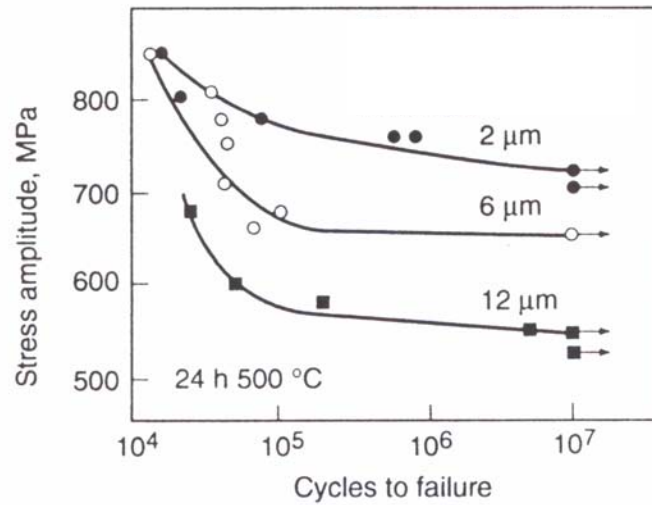


Fig. 1.7. Efecto del tamaño de grano α en la aleación Ti-6Al-4V.

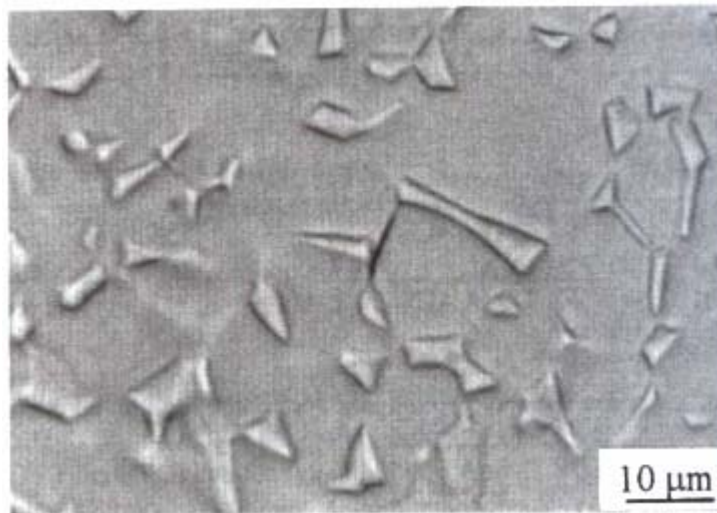


Fig. 1.8. Sitio de nucleación de grieta de fatiga para una estructura equiaxial de Ti-6Al-4V.

Alrededor del 80 al 90 % de la vida a fatiga de alto ciclaje depende de la nucleación de grietas superficiales, la cual puede ser bastante influenciada por concentradores de esfuerzos (como entallas o picaduras por corrosión) o esfuerzos residuales superficiales. (ASM Handbook Vol. 19, 1996)

Se puede destacar que en el límite de fatiga de probetas (no entalladas) de Ti-6Al-4V y de otras aleaciones de titanio se observa una importante dispersión, mayor que la

observada en aceros. Esta tendencia revela una importante diferencia en el comportamiento a la fatiga entre las aleaciones de titanio y los aceros, como lo es el efecto más complejo de la microestructura *duplex* de las aleaciones alfa-beta. (ASM Handbook Vol. 19, 1996)

Efecto de los esfuerzos residuales. Los esfuerzos residuales en la superficie pueden ser un factor predominante en la fatiga y este es más pronunciado cuando se trabaja en la zona del límite de fatiga. Este efecto no es simple, puesto que combina la influencia de esfuerzos residuales, estructura de trabajo en frío y rugosidad. Sin embargo mientras la rugosidad se conserve dentro de un intervalo entre 2.5 y 5 μm , el efecto de los esfuerzos residuales tiene mayor influencia en la resistencia a fatiga que la rugosidad. (ASM Handbook Vol. 19, 1996)

1.3 Recubrimientos

1.3.1 Generalidades

Los recubrimientos son aplicados a un vasto campo de materiales por una igual cantidad de razones. Pueden ser aplicados desde propósitos netamente estéticos hasta aplicaciones totalmente funcionales.

Un recubrimiento es una capa, generalmente de poco espesor (μm), aplicada en la superficie externa de otro material con la finalidad de modificar sus características superficiales. Entre los principales beneficios que aportan actualmente los recubrimientos se encuentran:

- Incremento de la resistencia de la corrosión y oxidación.
- Incremento de la resistencia al desgaste.
- Creación de superficies hidrofobicas o hidrofílicas.
- Mejoramiento de biocompatibilidad.
- Superficie de fácil mantenimiento y limpieza
- Barreas térmicas, entre otros.

1.3.2 Procesos de Deposición Física en Fase Vapor Asistido por Plasma

1.3.2.1 Generalidades

Los procesos de Deposición Física en Fase Vapor (PVD) son aquellos donde se requiere de la creación de material gaseoso (vía evaporación, *sputtering* o desprendimiento por láser) y subsiguiente condensación en la superficie del sustrato para formar una película. De manera general los procesos de deposición se pueden modelar por los siguientes pasos:

Paso 1: Creación de las especies en fase vapor.

Paso 2: Transporte desde la fuente u origen de la fase vapor hasta el sustrato. Puede ser con o sin colisiones entre los átomos y moléculas. Durante el transporte algunas especies de la fase vapor pueden ser ionizadas por un plasma creado.

Paso 3: Crecimiento de la película en el sustrato. Esto involucra la condensación de la fase vapor sobre el sustrato y la subsiguiente formación de la película por nucleación y crecimiento.

La Deposición Física en Fase Vapor Asistida por Plasma (PAPVD) es un término genérico que se usa para describir a múltiples procesos PVD en los que se usa un plasma para mejorar las propiedades de un recubrimiento. El Plasma es generalmente descrito como el cuarto estado de agregación de la materia. Está constituido por un fluido que contiene proporciones prácticamente iguales de electrones y de iones positivos, por lo que en grandes volúmenes es casi neutro y conduce excelentemente la electricidad; en su interior se encuentran cantidades pequeñas de moléculas neutras (nunca superiores al 1 %) y se obtiene por la casi completa ionización de una gas. (ASM “Growth and Growth-Related Properties of Films Formed by Physical Vapor Deposition, 1996)

El término “*ion plating*” describe a los procesos PVD como aquel en el que la superficie del sustrato y la película en crecimiento es continua o periódicamente sometida a un flujo de energía, bombardeando en vacío o en plasma, partículas como iones,

átomos, o moléculas; que reaccionan o presentan un comportamiento inerte, lo suficiente como para generar cambios en el proceso de formación de la película y en sus propiedades. Si las especies a depositar reaccionan para formar un compuesto, por ejemplo depositando átomos de titanio y aluminio bajo un bombardeo simultáneo de la superficie del sustrato, pueden reaccionar con especies de nitrógeno que forman parte del plasma, creando TiAlN en la superficie del sustrato; el proceso se denomina “*ion plating*” reactivo (CNEA, 2001).

1.3.2.2 Aplicaciones de los procesos PVD

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

Las aplicaciones del PVD incluyen los recubrimientos decorativos delgados sobre partes de plástico y piezas metálicas, tales como trofeos, juguetes, plumas y lápices, empaques para relojes y adornos para interiores de automóviles. Los recubrimientos son películas delgadas de Aluminio (del alrededor de 150 nm) aplicadas con laca transparente para proporcionar un aspecto de plata o cromo satinada. Otro uso del PVD es la aplicación de recubrimientos antirreflejantes de fluoruro de magnesio (MgF_2) sobre lentes ópticos. El PVD se aplica en la fabricación de artículos electrónicos, principalmente para la deposición de metales que tienen el propósito de formar conexiones eléctricas en circuitos integrados. Por último, el PVD se usa ampliamente para recubrir herramientas de corte y moldes de inyección de plástico con nitruro de titanio (TiN) para que resistan el desgaste. (Groover, 2001)

Entre las aplicaciones típicas del “Ion Plating” se encuentran:

- Mejora de la adhesión entre la película y el sustrato.
- Aplicación de capas eléctricamente conductoras sobre el plástico y semiconductores.
- Para lubricación en casos de bajos esfuerzos cortantes.
- Recubrimientos para resistencia al desgaste y la abrasión (por ejemplo: TiN y TiAlN, sobre herramientas).
- Recubrimientos decorativos aplicados a Hardware, joyerías, pistolas y cuchillerías.
- Para protección contra la corrosión.
- Para deposición de películas aislantes, por ejemplo dióxido de silicio (SiO₂) y dióxido de Zirconio (ZrO₂). (ASM Handbook, Vol. 5 1996)

1.3.2.3 Efecto del Bombardeo en la Formación de la Película

Antes de la deposición: El bombardeo de iones sobre el sustrato produce un efecto de limpieza que elimina capas de óxidos superficiales y gases adsorbidos, dejando así una superficie limpia, ayudando a promover una buena adherencia del recubrimiento.

Durante la deposición: El bombardeo de iones produce un efecto permanente de limpieza que elimina impurezas y especies débilmente unidas a la superficie.

Aporte de energía térmica: Resultante del bombardeo iónico, promueve la movilidad superficial de las especies depositadas, lo que conduce al desarrollo de un recubrimiento con mayor perfección estructural (por ejemplo: película de mayor densidad, mayor adherencia, mayor dureza). A través del potencial del sustrato puede así controlarse el desarrollo de la estructura de la película.

Desarrollo del recubrimiento: Bajo efectos del impacto de iones positivos, conduce a formar una red cristalina con átomos en posiciones más próximas entre sí que las que ocuparían en el caso de un sólido del mismo material formado metalúrgicamente; como resultado, se generan tensiones internas compresivas en el material del recubrimiento, cuya magnitud es controlable a través del potencial del sustrato. La posibilidad de producir un recubrimiento con tensiones internas compresivas mejora, dentro de ciertas condiciones, el comportamiento mecánico del mismo en servicio. (ASM Handbook, Vol. 5 1996)

1.3.2.4 Balinit® Futura

Es un recubrimiento multicapa (24 capas, de 2-5 micras), extraduro, PAPVD, basado en un nitruro de titanio aluminio (TiAlN), que *nace* con la necesidad de proteger a las herramientas de corte contra un desgaste prematuro producido por tensiones térmicas severas, pudiendo trabajar dichas herramientas a velocidades y avances altos; además da lugar a un incremento en la vida útil de estas en las más dramáticas condiciones de trabajo.

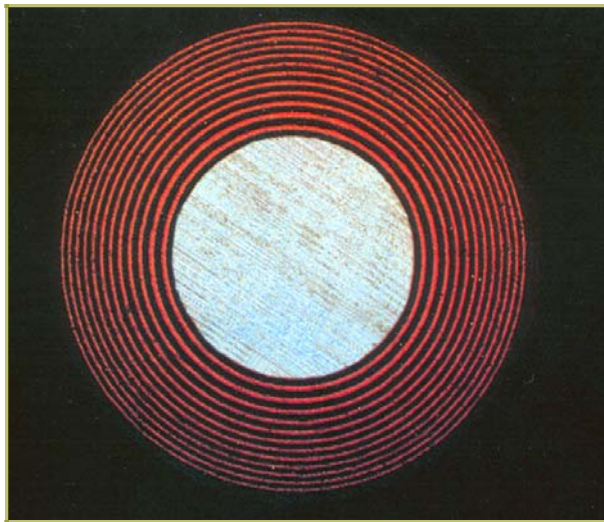


Fig. 1.10. Imagen del recubrimiento multicapa Balinit® Futura

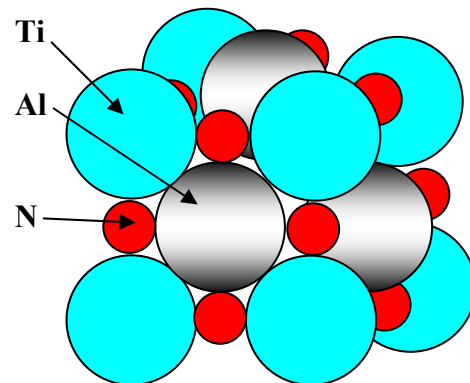


Fig. 1.9. Celda unitaria FCC. TiAlN

El recubrimiento se deposita a temperaturas inferiores a 500 °C mediante un proceso *ion plating* desarrollado por la empresa Balzers. Tiene las ventajas de una dureza de (HVN_{0.05}, 3.000) protegiendo a la herramienta contra el desgaste; su naturaleza cerámica previene contra la soldadura en frío, su bajo coeficiente de fricción (contra acero, seco, 0.4) permite mejorar el flujo de viruta y por lo tanto mejora la refrigeración, su gran estabilidad química reduce el desgaste por difusión, su excelente adhesión y baja rugosidad le permite utilizarse no solo en herramientas de corte sino también en tecnologías de conformado así como en el procesamiento de plásticos y en un sin número de campos donde la aplicación de este tipo de recubrimiento está siendo desarrollada actualmente. (Catalogo Balzers, 2002; Larsson, et al. 1995; Wilson, et al. 1993)

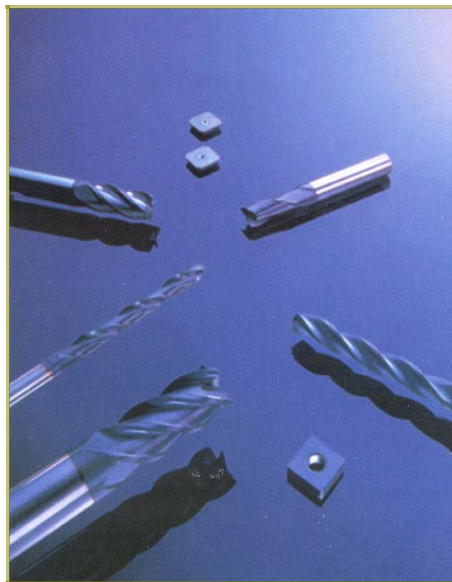


Fig. 1.11. Herramientas de corte recubiertas con Balinit® Futura.



Fig. 1.12. Reactor Balzers.

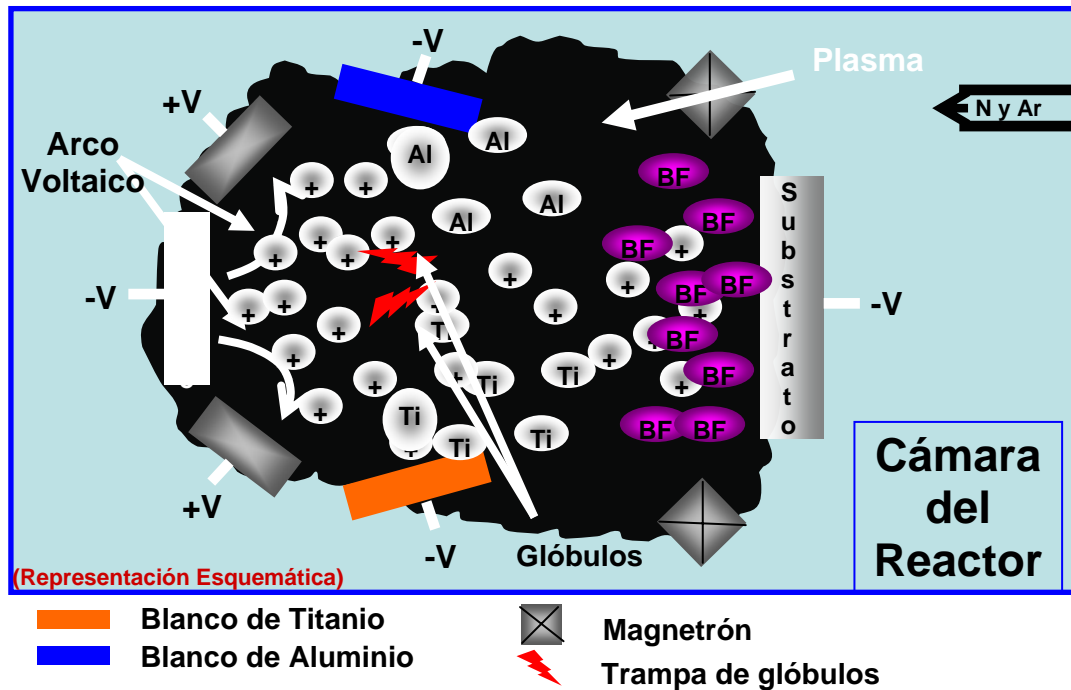


Fig. 1.13. Esquema representativo de la cámara de un reactor Ion Plating

De forma general los parámetros a ser controlados son:

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

Los gases más comunes usados para la formación de plasma y bombardeo de iones son el argón, porque es el menos costoso de los gases inertes, el Kriptón usado algunas veces y el mercurio también fue utilizado con anterioridad. Los reactivos más comunes son el oxígeno y el nitrógeno.
- Energía de la partícula:** la energía de las partículas es un parámetro importante. Para baja temperatura de deposición, la energía no debería exceder de 300 eV. Si el sustrato es calentado a 400°C o más, la energía puede ser incrementada.
- Razón de flujo:** la relación de átomos depositados para el bombardeo de especies es importante para las propiedades de la película. Para completar la ruptura de la morfología columnar y para obtener la máxima densidad y la mínima microporosidad, la energía requerida para la deposición de las especies por bombardeo es cerca de 20 eV.

-
-
- **Composición del gas y flujo másico:** el gas utilizado para un plasma inerte debe estar libre de contaminantes (por ejemplo vapor de agua y oxígeno). Los gases inertes pueden ser purificados usando reactivos superficiales calentados (por ejemplo titanio y uranio). Los plasmas reactivos deben estar libres de contaminantes.
 - **Uniformidad en el bombardeo:** la distribución del gas dentro del sistema es un factor importante en la obtención de un bombardeo uniforme sobre una superficie y activación uniforme de un gas reactivo.

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

1.3.3 Antecedentes

Tatsuya Matsue et al. 1999. Una película de TiN fue depositada sobre sustrato de aluminio y sustrato de acero inoxidable por el método *Arc Ion Plating* (AIP). El voltaje de polarización, la presión del nitrógeno gaseoso y el arco de corriente eléctrica fueron variables para examinar, para analizar su incidencia sobre la dureza y los esfuerzos residuales en la película de TiN. Ensayos de microdureza Vickers revelaron altos valores de dureza (HVN= 2.250-2.500) los cuales dependen de la presión del Nitrógeno gaseoso y del arco eléctrico. Mediante patrones de Difracción de Rayos X se encontró que la orientación cristalina de la película de TiN varió notablemente con el cambio de voltaje de polarización. De igual forma fueron evaluados los esfuerzos residuales en la película TiN por medio de difracción de Rayos X, en función de la presión del Nitrógeno gaseoso y el arco de corriente eléctrica. Se observaron altos esfuerzos residuales de compresión de 5GPa en las películas sobre el sustrato de Aluminio y de 7 GPa en la película sobre el sustrato de acero inoxidable.

Kolkman. 1995. Reportó una disminución en el límite a la fatiga en una aleación Ti-6Al-4V recubierta con depósitos monocapa de TiN y multicapas de TiN/Ti de diferentes espesores y distintos números de capas alternas. Esta aleación con recubrimiento de TiN están siendo empleadas para construcción de álabes de turbinas a gas. Las probetas de

fatiga fueron maquinadas desde los mismos álabes; posteriormente, se les aplicó el siguiente tratamiento térmico: calentadas a 950 °C durante 1 h y templadas en agua y revenida a 700 °C durante 2h; el proceso utilizado para la deposición de los recubrimientos fue mediante una técnica de deposición física en fase vapor con arco (arc PVD).

En los especímenes sin recubrir la grieta por fatiga inicio a 40µm por debajo de la superficie; mientras que para las probetas recubiertas ésta inició en la intercara del recubrimiento-substrato. Además, se observó un desprendimiento del recubrimiento en la cercanía del inicio de la grieta. Para los materiales sin tratamiento superficial no es común que la grieta por fatiga inicie por debajo de la superficie; sin embargo, para las aleaciones de titanio este fenómeno es muy conocido cuando el número de ciclos excede los 10⁶. Una de las explicaciones para este fenómeno radica en el hecho que el origen de la grieta por fatiga es producido por un apilamiento de dislocaciones favorable por debajo de la superficie, ya que éstas en la superficie probablemente son relajadas más fácilmente. Otra posible explicación es atribuida a un envejecimiento por deformación de la superficie, debido a la absorción de átomos intersticiales desde la atmósfera; así, en acuerdo con esta explicación la aplicación de estos recubrimientos podría eliminar la relajación del material en la superficie y también eliminar la absorción de átomos intersticiales desde la atmósfera, con lo cual se evitaría la iniciación de la grieta por fatiga en la subsuperficie. Otro factor concerniente al incremento en el comportamiento a la fatiga es la historia térmica del substrato, ya que la temperatura de deposición de los recubrimientos fue en el intervalo de endurecimiento por envejecimiento de dicho substrato.

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

Larsson, et al. 1995. El trabajo de investigación se realiza con la idea de incrementar la resistencia a la fractura en recubrimientos sin modificar las propiedades de dureza y adhesión. Una vía, que plantean los autores para obtener este efecto, es depositando recubrimientos multicapas con películas delgadas alternadamente, de materiales duros y blandos. Siguiendo esta idea se depositó un recubrimiento multicapa de Ti-TiN con un espesor de 5 μm , sobre sustratos de aceros de herramientas (HSS) y carburo cementado (CC), mediante un proceso de Deposición Física en Fase Vapor modificado, el depósito fue hecho por Balzers. Fueron evaluadas propiedades fundamentales como morfología, microestructura, dureza, adhesión y resistencia a la fractura. Los autores tomaron como base para incrementar la resistencia a la fractura, una estructura de menor tamaño de grano con la que se obtendrá los mayores valores en dicha propiedad, por lo que las condiciones de deposición se condicionaron a la obtención de este tipo de estructura. El recubrimiento multicapa de Ti-TiN probó tener mayor resistencia a la fractura que los recubrimientos convencionales de TiN, manteniendo sin cambios importantes a la dureza y adhesión sobre cada uno de los sustratos.

Wilson, et al. 1993. El estudio se basa en la comparación de la evaluación en cuanto a la resistencia a la fatiga y desgaste de dos recubrimientos depositados sobre una aleación de Ti-6Al-4V, el primero consiste en un proceso duplex que consiste en una nitruración por plasma seguido de una deposición de TiN aplicado por un proceso de Deposición Física en Fase de Vapor (PAPVD), y el segundo es un depósito de TiN realizado por un proceso PAPVD. De los resultados se obtiene que modificando la superficie a través del proceso duplex se incrementa sustancialmente la resistencia al desgaste, así como la resistencia a la fatiga, en comparación con los procesos convencionales PAPVD de deposición de TiN. También fueron evaluadas propiedades como la dureza y adherencia de los conjuntos.

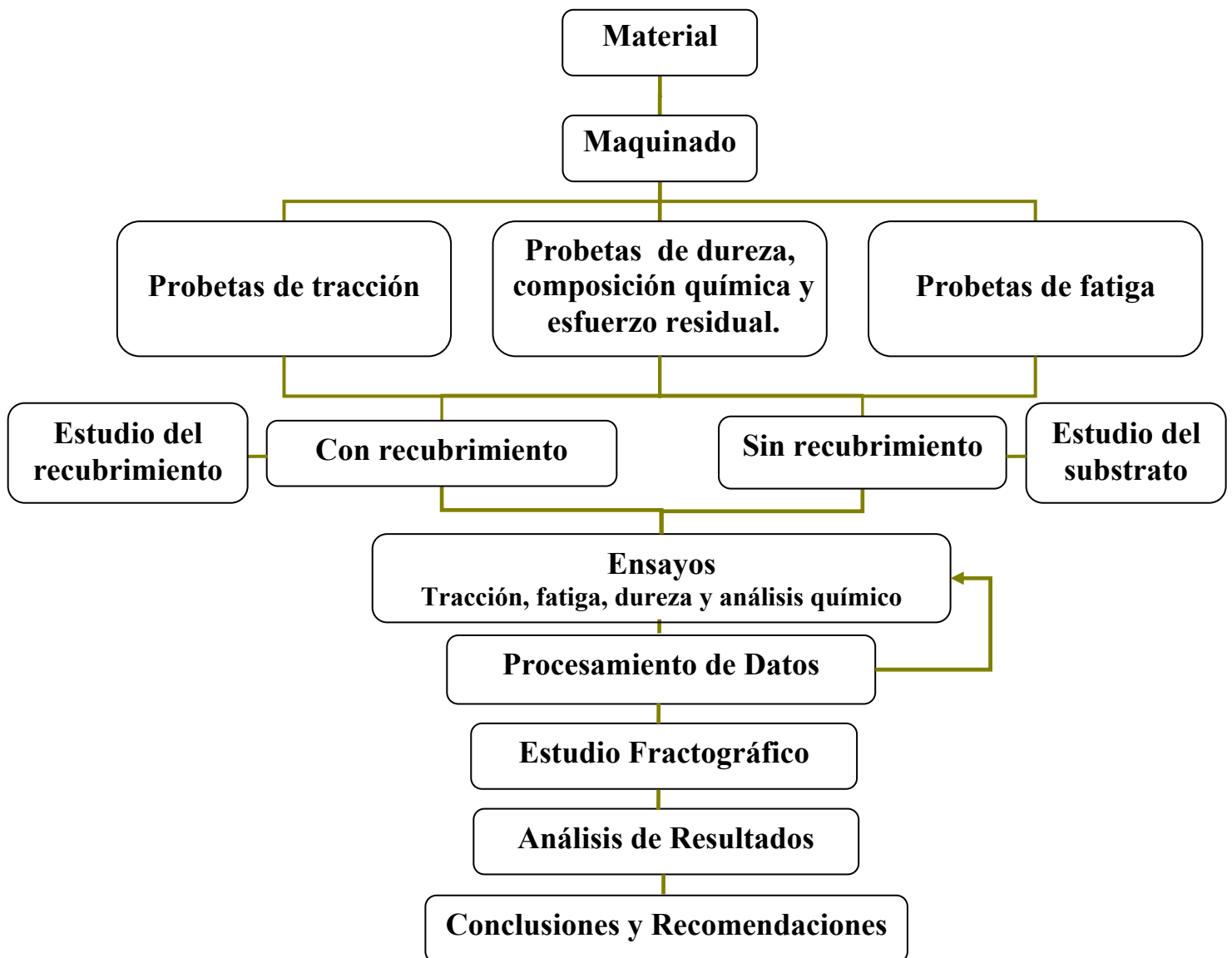
Nakajima, et al. 1998. Estudiaron en aleaciones Ti-6Al-4V y Ti-4.5Al-3V-2Fe-2Mo el efecto de la microestructura en la propagación de la grieta de fatiga en ambos

materiales. Se estudio el comportamiento en fatiga de alto ciclaje en aleaciones $\alpha + \beta$, en estado de recocido con tamaños de granos muy pequeños en el orden de 2 a 10 μm , y con tratamiento para conseguir el engrosamiento de los granos alfa. Los ensayos se realizaron a una relación $r= 0.1$ y a una frecuencia de 20 Hz al vacío en una maquina Instron, la cual se monto en un microscopio electrónico de barrido, (la observación se realizo In-situ). Entre las conclusiones más importantes que resaltan los autores del trabajo se encuentra que la grieta de fatiga se inicia en los granos alfa para ambas aleaciones estudiadas, así como se revela que la grieta de fatiga cambia su dirección de propagación en los límites de granos para ambas condiciones estudiadas.

CAPÍTULO II

PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

2.1 Organigrama de trabajo



2.1.1 Obtención del material

El material, aleación de Ti-6Al-4V, fue provisto por Castle Metals, Illinois USA, en barras de 12.7 mm (1/2”) de diámetro y 1.77 m de longitud, obtenidas por medio de un proceso de extrusión. El material se obtuvo en condición de recocido, 704°C (1300 °F) por una hora y luego enfriada al aire, condiciones especificadas por la empresa proveedora.

Tabla 2.1. Composición Química de la aleación Ti-6Al-4V suministrada por el fabricante

%Al	%V	%C	%Si	%Mn	%Mo	%Fe	%Ti
6.24	4.22	0.026	0.01	0.01	0.01	0.22	Bal.

Tabla 2.2. Propiedades Mecánicas de la aleación Ti-6Al-4V suministrada por el fabricante

Resistencia a la tracción	Esfuerzo de fluencia	Módulo de Young	Porcentaje de elongación	Porcentaje de reducción de área	Dureza (HVN)
1.133 MPa	932 MPa	117 GPa	14	41	363

2.1.2 Maquinado y preparación de las probetas

Las barras cilíndricas se cortaron, en secciones de 120 mm para fabricar seis probetas de tracción, de 101.6 mm para fabricar 100 probetas de fatiga y 10 mm para fabricar 6 probetas de dureza y composición química (designadas así por ser utilizadas para cada uno de esos ensayos). Posterior a esto se maquinaron las secciones para obtener un producto de dimensiones según las normas ASTM E-606 (ver figura 2.1) y A-370 (ver figura 2.2) para las probetas de fatiga y tracción respectivamente; las probetas de dureza, espesor del recubrimiento y composición química tienen las dimensiones especificadas en la figura 2.3. La condición superficial de las probetas de fatiga se obtiene mediante la aplicación manual de papel esmeril desde granulometrías para realizar desbaste grosero hasta papeles con granulometrías para realizar pulido. Se trabajo con papeles marca *Buehler*, de granulometrías comprendidas desde 400 hasta 4.000 aplicando a través de la

mano una presión moderada sobre la superficie de la probeta colocada en un torno, con el giro continuo de esta se aseguró la eliminación de las marcas circunferenciales dejadas por el mecanizado previo y se da origen a marcas en forma de “x” que finalmente son eliminadas por un pulido final longitudinal hecho a mano.

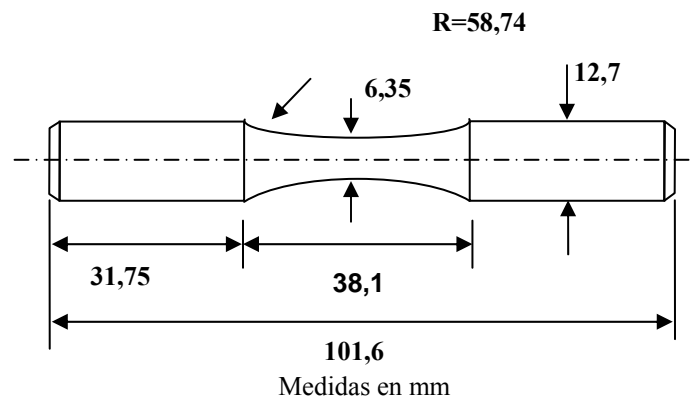


Fig. 2.1. Probeta de fatiga.

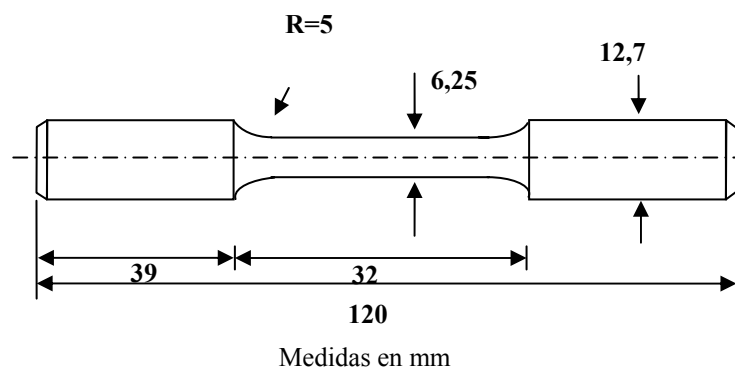
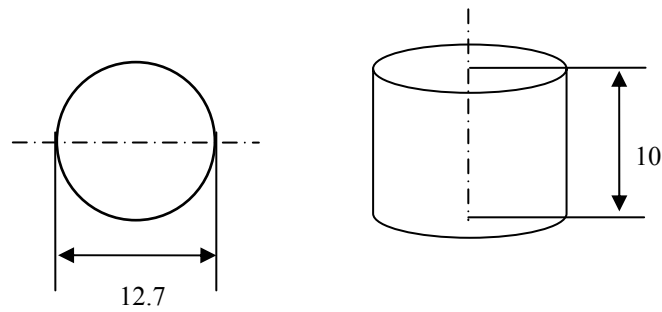


Fig. 2.2. Probeta de Tracción.



Medidas en mm



Fig. 2.3. Probeta cilíndrica.

2.1.3 Deposición del recubrimiento

La deposición de la película de Balinit[®] Futura se realizó en Balzers, Querétaro México. Bajo un proceso de Deposición Física en Fase Vapor Asistida por Plasma (PAPVD).

El recubrimiento aplicado es una película de 2 μ m aproximadamente, el cual es un depósito de tipo multicapa de Nitruro de Titanio al Aluminio alternándose con capas de Nitruro de Titanio y una capa para mejorar la adhesión de Titanio puro. Esta última estaría en contacto con el metal base. Dicha estructura multicapa es convencionalmente designada como: TiAlN/TiN

Se enviaron a recubrir: 3 probetas de tracción, 5 de dureza, composición química, y 40 de fatiga.

2.1.4 Ensayos

2.1.4.1 Tracción

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



Fig. 2.4. Máquina de ensayos universales Instron 8502.

Basado en la norma ASTM E739 la cual establece que para la obtención de la ecuación de Basquin es necesario ensayar entre 12 y 24 probetas de fatiga. Y según la norma ASTM A370 la cual hace referencia, que para reportar de manera confiable las propiedades estáticas del material se debe realizar el ensayo de tracción por triplicado. Debido a un déficit en el volumen de aleación de Ti-6Al-4V se decidió hacer el ensayo de tracción para el substrato por triplicado y para el substrato recubierto por duplicado, ya que sobre las primeras se realizaron los cálculos de fracciones del esfuerzo de fluencia que fueron los mismos esfuerzos a los cuales se ensayaron las probetas recubiertas, asegurando así un mínimo exceso de probetas de fatiga previniendo cualquier posible eventualidad.

Los valores obtenidos para cada uno de estos ensayos corresponden al alargamiento de la probeta (Δl_i), y a la carga aplicada (F_i); estos datos son almacenados en el sistema de

computación de la Instron 8502 simultáneamente con la realización del ensayo y posteriormente llevados a una hoja de cálculo de Excel, donde se procesaron todos los datos adquiridos después de haber realizado mediciones de los diámetros inicial y final de cada probeta, antes y después de cada ensayo respectivamente. La medición de dichos diámetros se realizó mediante un vernier digital, marca Mitutoyo, modelo CD-6” B, con la finalidad de determinar el área inicial y final de la sección transversal de cada probeta ensayada, información necesaria para la construcción de las gráficas esfuerzo-deformación real.

Para corregir el efecto de la deformación elástica de los componentes de la máquina involucrados en el sistema de carga, se procesaron los datos obtenidos de alargamiento de la probeta en cada ensayo aplicando una ecuación que corrige dichos datos, deduciendo el aporte de los elementos ajenos a la propia probeta:

$$\text{Ec. 2.1} \quad (\Delta l)_{\text{corr}} = \Delta l_i - F_i * \frac{K_{\text{teo}} - K_{\text{exp}}}{K_{\text{teo}} * K_{\text{exp}}}$$

donde:

$(\Delta l)_{\text{corr}}$ = Elongación instantánea corregida de la probeta

Δl_i = Elongación sin corrección de la probeta

F_i = Fuerza instantánea aplicada

K_{teo} = Rigidez teórica de la probeta

K_{exp} = Rigidez experimental del conjunto

A su vez, se tiene que:

$$\text{Ec. 2.2} \quad k_{\text{teo}} = \frac{A_o * E}{l_o}$$

$$\text{Ec. 2.3} \quad K_{\text{exp}} = \frac{\Sigma F_i}{\Sigma \Delta l_i}$$

donde:

$$A_0 = \text{Área inicial de la sección transversal del ensayo} \left(A_0 = \frac{\pi * D_o^2}{4} \right)$$

E = Módulo de elasticidad de la aleación de Ti-6Al-4V (117 GPa)

l_0 = longitud inicial de la sección de ensayo (32 mm)

Una vez obtenidos los valores de alargamiento corregidos $(\Delta l_i)_{corr}$ para cada estado de carga correspondiente (F_i), se procedió a construir la curva esfuerzo-deformación real (σ vs. ε) a partir de la curva esfuerzo-deformación ingenieril (S vs. e).

$$\text{Ec. 2.4} \quad S_i = \frac{F_i}{A_0} \quad \text{Esfuerzo ingenieril}$$

$$\text{Ec. 2.5} \quad e_i = \frac{(\Delta l_i)_{corr}}{l_0} \quad \text{Deformación ingenieril}$$

$$\text{Ec. 2.6} \quad \sigma_i = S_i(1 + e_i) \quad \text{Esfuerzo real}$$

$$\text{Ec. 2.7} \quad \varepsilon_i = Ln(1 + e_i) \quad \text{Deformación real}$$

Con estos resultados se obtienen diversos parámetros tales como lo son: esfuerzo de fluencia (σ_y) a 0,02 % de la deformación total y resistencia a la tracción (σ_{uts}). Estos valores se obtuvieron para cada una de las seis probetas, de los cuales se obtuvo un promedio y su desviación estándar para cada curva.

2.1.4.2 Fatiga

El ensayo de fatiga, se llevó a cabo en una máquina de flexión rotativa, diseñada para aplicar carga reversible de flexión en voladizo en probetas de forma cilíndrica, que incluye un contador de ciclos, un regulador de velocidad y una barra calibrada con un contrapeso la cual se utiliza para aplicar el momento a la muestra que se va a ensayar (ver figura 2d). Los ensayos de fatiga en flexión rotativa se llevaron a cabo a cinco niveles de esfuerzo para el substrato y a cuatro niveles de esfuerzo para el substrato recubierto, todos

ellos diferentes para cada material (recubierto o sin recubrir) e inferiores a los esfuerzos de fluencia hallados en el ensayo de tracción.

La evaluación se llevó a cabo por medio del seguimiento y reporte de los datos obtenidos en los ensayos de Fatiga (Número de ciclos para la fractura para los distintos esfuerzos ensayados) y de las curvas S-N o Log S-Log N.

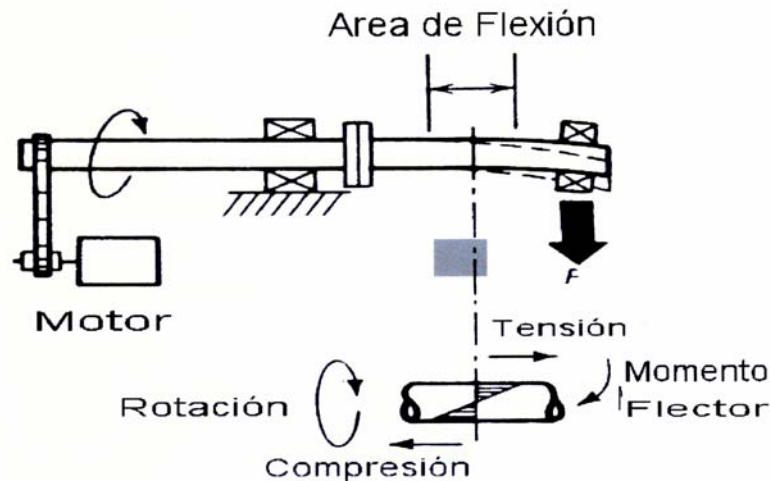


Fig. 2.5. Esquema de la distribución de tensiones en el ensayo de fatiga en condiciones de flexión rotativa.

El montaje de las probetas se realiza sujetando sus extremos mediante mordazas, acoplada al eje del motor y a un eje cónico a través del cual se aplica un momento flector sobre la probeta, dicho eje va unido a una barra graduada en función del momento flector (M), el cual es producido por la carga aplicada. En vista que el nivel de esfuerzo necesario en cada ensayo se aplica a través de la barra calibrada en función del momento flector, se debe conocer el momento flector para cada nivel de esfuerzo. Para ello, se utiliza la ecuación que relaciona el momento flector con el esfuerzo aplicado:

$$\text{Ec. 2.8} \quad S = \frac{M * C}{I} \Rightarrow M = \frac{S * I}{C}$$

donde:

M = Momento flector.

S = Esfuerzo aplicado.

I = Momento de inercia.

C = Distancia desde el eje neutro de carga hasta la superficie de la probeta.

C = D/2, D = Diámetro de la probeta.

Para una barra de sección circular, se tiene que:

$$\text{Ec. 2.9} \quad I = \frac{\pi * D_o^4}{64}$$

Sustituyendo se tiene que:

$$\text{Ec. 2.10} \quad M = \frac{S * (\pi * D_o^4 / 64)}{D / 2} = \frac{S * \pi * D^3}{32}$$

M = 0,0982 * S * D³ (Lbs*pulg). Ecuación del momento de la máquina.

donde S y D pueden proveerse en unidades inglesas ó unidades internacionales.

Una vez conocido el valor de M, se procede con el ensayo de fatiga bajo el siguiente procedimiento:

- a) Proteger la superficie de la probeta, en la porción calibrada, con un trozo de tela para evitar posibles entallas durante su montaje en la máquina.
- b) Comprobar que la máquina esté apagada y luego encender la fuente de poder.
- c) Verificar que el peso de la barra esté en cero.
- d) Colocar la mordaza derecha en la probeta e introducirla en el husillo, colocar la rosca y apretar correctamente.

-
-
- e) Colocar la segunda rosca y la mordaza izquierda e introducirla en el husillo izquierdo de la máquina apretando levemente la rosca.
 - f) Ajustar la probeta de tal manera que el movimiento de vaivén sea lo más pequeño posible, para evitar cualquier movimiento brusco durante el ensayo que pueda afretar los resultados.
 - g) Activar el interruptor de apagado automático.
 - h) Colocar el contador en cero.
 - i) Encender la máquina y verificar que no vibre demasiado.
 - j) Retirar el trozo de tela protectora.
 - k) Deslizar el peso hasta el valor calculado mediante la ecuación de momento.
 - l) Encender la máquina.

Los ensayos de fatiga al aire se realizaron en una máquina de flexión rotativa fabricada por Fatigue Dynamics Inc., modelo RBF-200 ubicada en el Laboratorio de Ensayos Mecánicos de la Escuela de Metalurgia UCV. La máquina está diseñada para aplicar cargas totalmente invertidas en voladizo sobre probetas en forma cilíndrica; esta máquina posee un contador de ciclos y un regulador de velocidad que puede variar las revoluciones entre 500 y 10.000 r.p.m.

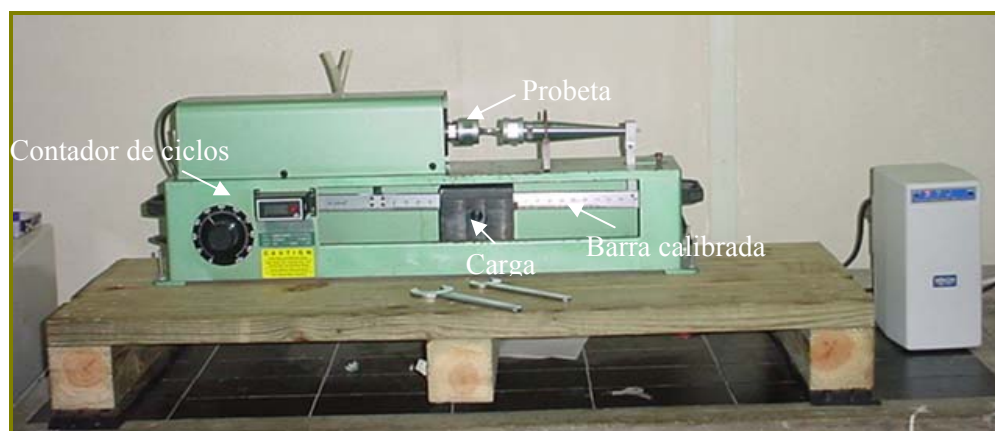


Fig. 2.6. Máquina de fatiga RBF-200. Fatigue Dynamics Inc.

2.1.4.2.1 Determinación de los Parámetros de la Ecuación de Basquin

Para cada condición se ensayaron 17 y 24 probetas respectivamente, distribuidas en 5 y 4 niveles de esfuerzos respectivamente. La distribución de estas se presenta en el Capítulo III, tablas números 3.2 y 3.3. Los niveles de esfuerzo aplicados fueron; para la aleación sin recubrir: 79, 76, 73, 71 y 68 % del esfuerzo de fluencia de la aleación de Ti-6Al-4V, en tanto al material recubierto: 79, 76, 73 y 71 % del esfuerzo de fluencia del material recubierto.

Para encontrar los parámetros S_f y b de la ecuación de Basquin para cada curva de cada condición, se aplicó un método de regresión lineal a partir de los valores obtenidos en cada ensayo. Cada curva de Basquin se construyó a partir de los niveles de esfuerzos aplicados en cada condición, con su respectivo número de ciclos a falla. Se grafica el $\log(s)$ versus $\log(N_f)$ y se construye una tendencia que coincide con el promedio de los ciclos para cada nivel de esfuerzos ensayados.

Se aplica una regresión lineal para obtener la ecuación de una recta, donde el corte con las ordenadas en el parámetro S_f y la pendiente es el parámetro b ; además se obtiene el coeficiente de correlación lineal (R^2) para esta recta.

Lo que permite escribir cada una de las ecuaciones de Basquin para la vida a fatiga de las dos condiciones estudiadas:

1. Fatiga al aire de la aleación de Ti-6Al-4V.
2. Fatiga al aire de la aleación de Ti-6Al-4V recubierta con Balinit Futura.

2.1.4.2.2 Límite de Fatiga

El análisis estadístico de los datos de fatiga, en la región del límite de esta, exige técnicas especiales. Al realizar ensayos con el fin de determinar el límite de fatiga, se puede ensayar una probeta determinada solamente a una tensión dada y si dicha muestra falla antes del límite prescrito de $5 \cdot 10^6$ ciclos, sabremos que el límite de fatiga de la muestra se

encuentra en un punto por debajo del nivel de esfuerzo aplicado. Por el contrario, si la probeta no falla en el número de ciclos establecido, sabremos que el límite de fatiga se encuentra en algún punto por encima del esfuerzo del ensayo. Como cada muestra puede someterse a ensayo una sola vez, es necesario estimar los datos estadísticos del límite de fatiga por medio del ensayo, a diferentes niveles de esfuerzo, de un número de probetas que se consideran idénticas.

Para determinar estadísticamente el límite de fatiga se han empleado dos métodos de análisis. En el manual ASTM Handbook, Vol. 19 1996 describe el análisis estadístico de datos de fatiga. En nuestro caso se empleó el método de la escalera, el cual ofrece un buen sistema para determinar el límite medio de fatiga, utilizando un número de muestras de entre 15 y 25 probetas, pero tiene el inconveniente de que los ensayos deben realizarse sucesivamente. El cálculo del límite de fatiga consiste en la aplicación de un método estadístico el cual se basa en el evento de menor frecuencia, sea el fallo o no de las probetas durante el ensayo; este consiste en ensayar una probeta a un esfuerzo determinado, si esta no falla se ensayará otra probeta a un escalón de esfuerzo por encima del esfuerzo ensayado anteriormente. De lo contrario, si la probeta falla, la nueva probeta se ensayará a un escalón de esfuerzo por debajo del esfuerzo ensayado anteriormente.

El método se realiza con un número de probetas entre 15 y 25, de forma sucesiva a niveles de esfuerzos por encima o por debajo del esfuerzo anterior aplicado, de acuerdo al resultado del ensayo anterior; entonces el límite medio de fatiga se calculó de la siguiente manera:

- Se construyó una tabla con los siguientes términos:

S_i = Esfuerzo aplicado durante el ensayo; para el esfuerzo menor donde haya ocurrido el evento de menor frecuencia se le asigna el valor $i=0$ y a los esfuerzos superiores en orden creciente se les asigna los valores de 1, 2, 3, ..., n.

i = valor del nivel de esfuerzo.

p_i = número de probetas ensayadas en el nivel de esfuerzo S_i .

N = sumatoria de los p_i , para el evento de menor frecuencia.

A = sumatoria de los $i \cdot p_i$, para el evento de menor frecuencia.

B = sumatoria de los $i^2 \cdot p_i$, para el evento de menor frecuencia.

- Luego se calcula el límite medio de fatiga a través de la ecuación:

$$\text{Ec. 2.11} \quad S_L = S_0 + d \left(\frac{A}{N} \pm \frac{1}{2} \right)$$

- Se construye la curva de límite de fatiga con una línea horizontal que coincide con el valor de límite obtenido a partir de la ecuación 2.11.

Tabla 2.3. Modelo de tabla para almacenar datos para el cálculo de límite de fatiga.

S_i	i	p_i	$i \cdot p_i$	$i^2 \cdot p_i$
S_n	n	V	$n \cdot V$	$n^2 \cdot V$
S_3	3	W	$3 \cdot W$	$3^2 \cdot W$
S_2	2	X	$2 \cdot X$	$2^2 \cdot X$
S_1	1	Y	$1 \cdot Y$	$1^2 \cdot Y$
S_0	0	Z	$0 \cdot Z$	$0^2 \cdot Z$
	Σ	N	A	B

- Por último se calculó la desviación estándar por la siguiente relación:

$$\text{Ec. 2.12} \quad s = 1,62 * d \left(\frac{N * B - A^2}{N^2} + 0,029 \right)$$

donde:

S_L : Límite medio de fatiga

S_0 : Esfuerzo menor aplicado para el evento de menor frecuencia

d: Amplitud entre los esfuerzos aplicados a cada ensayo

A: Sumatoria del valor designado para cada esfuerzo por el número de probetas correspondientes al evento de menor frecuencia de cada nivel.

N: Sumatoria del número de probetas correspondiente al evento de menor frecuencia para cada nivel de esfuerzo.

±: El + cuando el evento de menor frecuencia es no falla y viceversa.

s: desviación estándar.

B: Sumatoria del valor designado para cada esfuerzo al cuadrado por el número de probetas correspondientes al evento de menor frecuencia de cada nivel donde: S_L es el límite medio de fatiga, S_0 es el valor de menor esfuerzo aplicado para el evento de menor frecuencia, el signo + se utiliza cuando el evento de menor frecuencia es el de probetas que fallan y el signo - cuando el evento de menor frecuencia es el de probetas que no fallan.

Nota: $(NB-A^2)/N^2$ debe ser mayor que 0,03.

2.1.4.3 Medición del Espesor del Recubrimiento

La medida del espesor del recubrimiento se hace como parte de la caracterización del mismo, así como para dar un idea del espesor de cada capa que compone al Balinit[®] Futura, información que fue empleada para estimar el tiempo del bombardeo con el cañón de argón en el perfil de análisis químico. Para esto se emplea la técnica de “*ball-cratering*”, también denominada de calota esférica, con ayuda de un equipo *Calotest*, marca *CSEM* (ver figura 2.7).



Fig. 2.7. Equipo CSEM Calotest.

El Calotest es un equipo de fácil uso que consiste básicamente de un eje giratorio y de una serie de esferas, o bolas, de acero, cuyo diámetro es conocido. De esta manera, para efectuar la medición se fija la muestra recubierta al equipo y se coloca una de las esferas haciendo contacto con una cara plana de la misma y con el eje giratorio. Este último impulsa la esfera y la hace girar, ocasionando una abrasión tanto del recubrimiento como del sustrato, que deja una cavidad esférica o cráter. Para facilitar este desgaste por fricción se aplica a la esfera una pasta abrasiva.

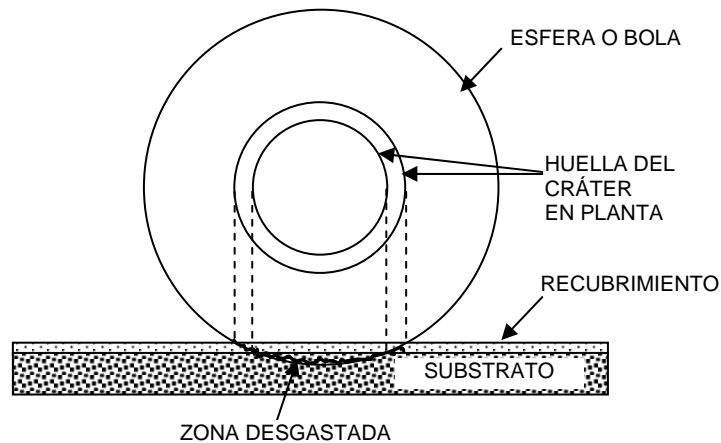


Fig. 2.8. Esquema de la abrasión producida por el equipo Calotest.

Al observar con un microscopio óptico la huella del cráter producido por el Calotest sobre un material recubierto, se suele apreciar algo similar a lo mostrado en la figura 2.7, en la cual además se identifican los diámetros de los dos círculos concéntricos. Justamente, estos diámetros, tanto el del cráter en el recubrimiento (D_{ext}) como el del cráter en el sustrato (D_{int}), son los que se emplean para hacer la estimación del espesor del recubrimiento (E_r). En tal sentido, a partir de relaciones geométricas apropiadas, el espesor del recubrimiento, E_r , se obtiene mediante la expresión

Ec. 2.13

$$E_r = \frac{1}{2} \left(\sqrt{4R_b^2 - D_{int}^2} - \sqrt{4R_b^2 - D_{ext}^2} \right)$$

donde R_b es el radio de la bola de acero utilizada en el Calotest.

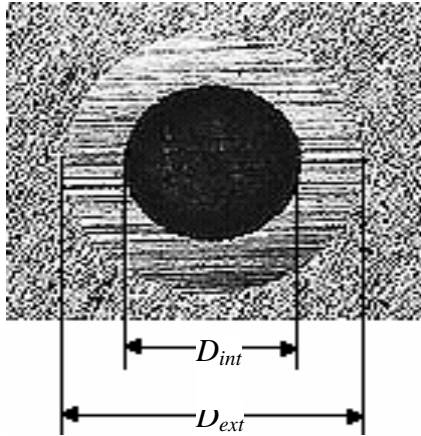


Fig. 2.9. Huella producida por el Calotest sobre un material recubierto.

De manera específica, se efectuaron las mediciones sobre una muestra cilíndrica. El radio de la bola fue de 35 mm y sobre ésta se aplicó pasta de diamante de 1 μm . Se hicieron seis (6) cráteres, para igual número de mediciones, realizando abrasión durante 20 seg. y mediante el uso de un analizador de imágenes se midieron los valores de D_{cs} y D_{cr} .

2.1.4.4 Perfil de Composición Química

Tomando en cuenta el espesor de la película depositada, se hace necesario la aplicación de una técnica de análisis superficial que se limite al estudio de las capas más externas del material. Para esto se dispondrá de la técnica de Espectroscopia de Electrones Auger (AES), el cual arrojará como resultado desde un punto de vista cualitativo, la composición elemental de la superficie del sólido, corroborando la condición multicapa del depósito, que equivale a espesores comprendidos en nanómetros.

Básicamente el proceso Auger consiste en la desexcitación no radiactiva de un átomo que ha sido previamente ionizado en un nivel interno. El hueco dejado por el electrón expulsado en dicha ionización es ocupado por un electrón de un nivel superior que, en su caída al nivel inferior, transfiere su energía a otro electrón de un nivel que es expulsado (electrón Auger) del átomo con una energía determinada.

En tal sentido se procedió a la preparación, de una muestra cilíndrica para llevar a cabo el mencionado análisis superficial, básicamente se aplicó una limpieza con un desengrasante en ultrasonido, una vez la muestra en la cámara de vacío del equipo el espécimen es sometida a una limpieza adicional a través de la acción e un bombardeo con iones argón, garantizando la remoción de las trazas de sustancias orgánicas que pudiesen estar presente contaminando la superficie y por ende afectando el espectro generado del estudio. Seguidamente se aprovechó el uso de este cañón de argón, para generar en la superficie una especie de huella por erosión, que permitirá la exposición del recubrimiento a través de su espesor, esto con el objeto de lograr la caracterización de las distintas capas que constituyen el recubrimiento Balinit® Futura.

2.1.4.4 Dureza

Las muestras cilíndricas fueron evaluadas superficialmente para determinar la dureza compuesta (substrato-recubrimiento) y tratar de inferir la dureza absoluta de los recubrimientos. Para ello se utilizó un Microdurómetro Leco, con un penetrador Vickers (pirámide de diamante con base cuadrada con ángulo de 136° entre caras) y se utilizó un barrido de cargas de: 25, 50, 100, 200, 300, 500 y 1000 gramos. Para este ensayo se dispuso de un software que controla la pletina motorizada del equipo de microindentación, que permite diseñar una plantilla la cual reproduce los puntos de análisis durante los ensayos. Mediante el software se construyó una malla rectangular de 2 columnas por 5 filas con espaciamiento de 300 µm para cada Indentación. Para la medición de la dureza se usó un sistema de análisis de imagen, a través del cual se obtienen para cada carga las dimensiones de la indentación, y a partir de estas mediante el uso de la ecuación 2.13 se obtiene el valor de dureza Vickers.

Posteriormente, a través de las ecuaciones estándar se estimó la dureza en función de la carga aplicada y del valor promedio de las diagonales de la huella. La ecuación utilizada es simplemente:

$$\text{Ec. 2.13} \quad HVN = \frac{1,854 * F}{Dp^2}$$

donde:

HVN: dureza Vickers.

F: Carga.

Dp: Diagonal promedio.

La secuencia de malla se realizó, en las probetas fabricadas para dicho propósito, para el substrato en dos condiciones: tal como se adquirió y después de haber sido expuestas al proceso de recubrimiento, así como para las probetas recubiertas. Se realizaron tres secuencias para cada probeta, obteniendo datos que se procesan con la finalidad de ser construidas gráficas de dureza en GPa versus carga en gramos, con sus respectivas desviaciones estándar.



Fig. 2.10. Durómetro

2.1.5 Medida de Rugosidad

Es bien conocido que en los elementos de máquina que han fallado por fatiga, ésta generalmente se origina en la superficie libre de dichos elementos; debido a esto es de suma importancia la condición superficial de las probetas de un material que va a ser sometido a un estudio de fatiga.

Se realizaron mediciones de rugosidad a distintas probetas elegidas aleatoriamente con y sin recubrimiento. Los valores de rugosidad promedio (R_a), fueron medidos luego de ser aplicada la secuencia de preparación superficial (pulido) y después de haberse recubierto con Balinit[®] Futura; el estudio se llevó a cabo por medio de un Interferómetro de Luz, marca ZYGO modelo New View 200. Se realizaron mediciones de rugosidad en 3 campos para cada muestra. La finalidad de medir la rugosidad en las probetas de fatigas es obtener el grado de discontinuidad en la superficie del recubrimiento y del substrato sin recubrir, de esta manera es conocida la condición inicial de trabajo, lo cual según lo

reportado en la literatura prevaleceran los esfuerzos residuales que podrían estar presentes o la condición superficial sobre el comportamiento de fatiga para este tipo de aleaciones.

2.1.6 Análisis Microestructural

2.1.6.1 Preparación de las Muestras

El equipo de corte fue una cortadora de precisión con disco de diamante, marca *Buehler*, modelo Isomet 2000 y el equipo de pulido fue una pulidora Ecomet 5 de la misma marca, donde se trabajó con papel esmeril marca *Buehler*, de granulometrías comprendidas desde 400 hasta 4.000, aplicando manualmente una presión moderada de las probetas sobre la superficie del disco giratorio de la pulidora y con un giro de 90 grados con respecto a las rayas dejadas en cada práctica anterior lo cual aseguró la eliminación de las rayas visibles. Estas últimas fueron eliminadas en una pulidora Vibromet, de la misma marca de las máquinas anteriores, para finalmente obtener una superficie totalmente pulida y libre de rayas.

Posterior al pulido las muestras fueron limpiadas en un equipo de limpieza por ultrasonido marca *Buehler*, modelo Ultramet II, durante 15 minutos cada una por separado, sumergidas en un Vickers con alcohol, luego se cambia el alcohol y se procede otros 15 minutos más con la limpieza; todo esto con la finalidad de eliminar grasa, residuos provenientes del pulido, entre otros elementos perturbadores para las imágenes obtenidas en la sesión de microscopía electrónica de barrido.

2.1.6.2 Microscopía Electrónica de Barrido (MEB)

Se evaluó las condiciones microestructurales del sustrato antes y después de ser depositada la película de Balinit Futura, tanto en cortes transversales como longitudinales, con la finalidad de comparar la morfología, el tamaño, distribución y orientación de las fases, con la finalidad de poder determinar posibles cambios microestructurales del sustrato por haber sido expuesto al proceso PAPVD a temperaturas aproximadas de 500

°C por el lapso de 2 a 3 horas (información suministrada, no oficialmente, por parte de la empresa Balzers México).

Se utilizó un Microscopio Electrónico de Barrido, marca Philips, modelo XL30, a un voltaje de aceleración de 125 kV y un modo de imagen por electrones secundarios.

2.1.7 Estudio Fractográfico

La evaluación fractográfica se realizó por medio de MEB, a un voltaje de aceleración de 125 kV y un modo de imagen por electrones secundarios. El estudio se realizó principalmente con la finalidad de determinar donde se inician las grietas de fatiga y su modo de propagación, así como la topografía de la superficie de fractura y búsqueda de grietas paralelas a la grieta principal de fractura (grietas principales), por medio de cortes longitudinales y transversales a las probetas falladas recubiertas y sin recubrir.

Se hizo una selección de las probetas a ser estudiadas, tomando en cuenta solo una probeta por nivel de esfuerzos, siendo esta la que se aproximará más al promedio de ese ciclo de esfuerzos. Es decir, cinco probetas de la aleación sin recubrir y cuatro probetas de la aleación recubierta, en cortes paralelos a la zona de fractura de aproximadamente 7 mm de altura para lo que se denomina la sección de la probeta con zona de fractura positiva (presentan labio de corte hacia arriba o positivo). Asimismo, para las cuatro probetas recubiertas en sus secciones negativas (presentan labios de cortes hacia abajo o negativo), se les realizó un corte longitudinal con una (presunta) dirección de corte desde el origen hacia el labio de corte, quedando secciones de aproximadamente 8 mm de largo; siendo embutidas para facilitar su pulido sobre su cara longitudinal.

CAPÍTULO III

RESULTADOS Y ANÁLISIS

3.1 Ensayos de Tracción

Se ensayó un primer grupo de probetas sin recubrir y un segundo grupo de probetas recubiertas. Las tablas 3.1 muestran los valores corregidos para ambos grupos en tracción uniaxial, considerando la deformación elástica sufrida por los distintos componentes de la máquina durante el ensayo. Es importante destacar que para el material en condición de recocido, los valores obtenidos en el presente trabajo prácticamente coinciden con los suministrados por la empresa y a su vez con los reportados en la literatura especializada (ASM Handbook, Vol. 2 1996). Sin embargo se toman los datos provenientes en los ensayos realizados por ser parte de la caracterización mecánica de la evaluaciones, los valores obtenidos del esfuerzo permitieron establecer el diseño de los ensayos de fatiga, debido a que el criterio utilizado para tal fin fue realizar los ensayos a esfuerzos menores del esfuerzo de fluencia del material en condiciones de tracción uniaxial.

Tablas 3.1. Resultados de los ensayos de tracción uniaxial:

a) probetas sin recubrir		
Numero de Probeta	Esfuerzo de fluencia (MPa)	Resistencia a la tracción (MPa)
1	947	1.194
2	962	1.245
3	953	1.218
Promedio	954	1.219
Desv. Estándar	8	26

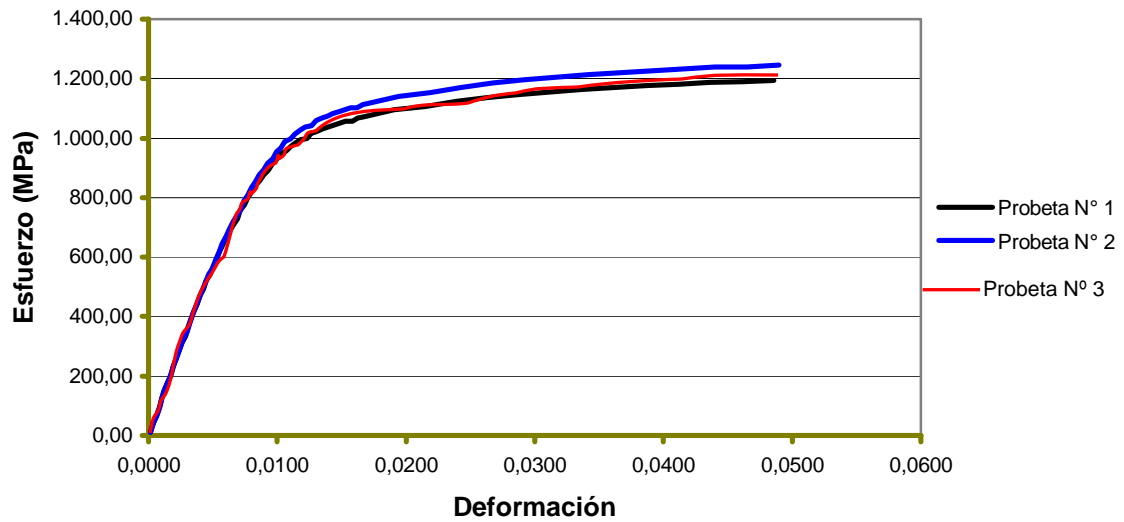


Fig. 3.1 a). Curva esfuerzo real vs. deformación real de la aleación Ti-6Al-4V.

b) probetas recubiertas

Numero de Probeta	Esfuerzo de fluencia (MPa)	Resistencia a la tracción (MPa)
1	1.072	1.171
2	1.074	1.154
3	1.075	1.153
Promedio	1.074	1.159
Desv. Estándar	2	10

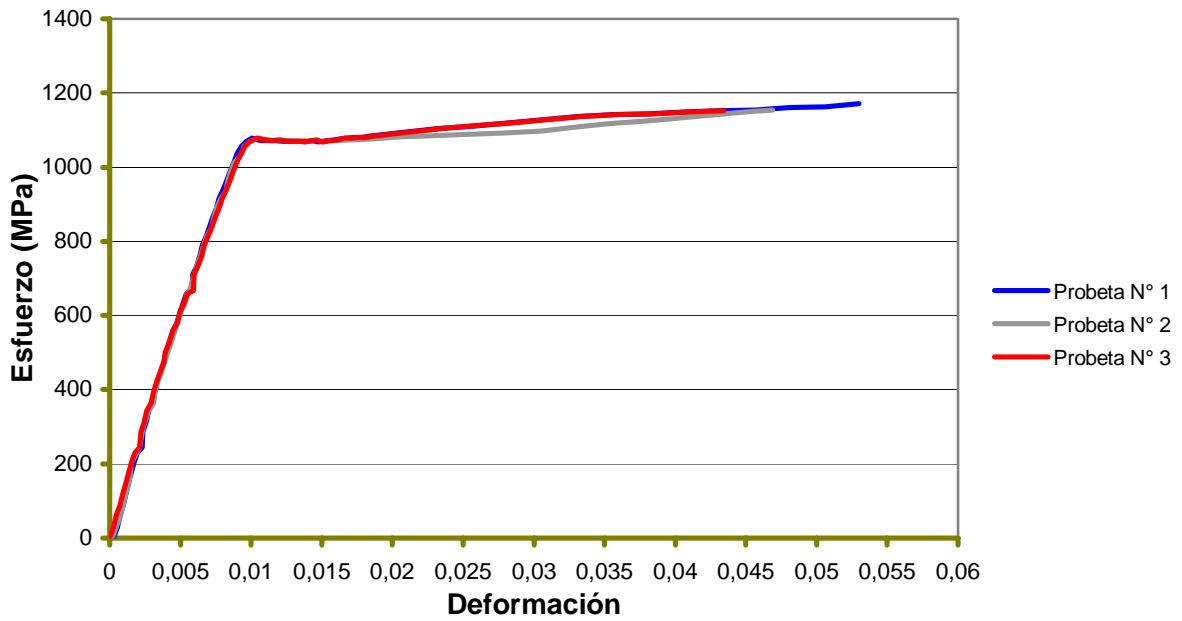


Fig. 3.1 b) Curva esfuerzo real vs. deformación real de la aleación Ti-6Al-4V recubierta con Balinit Futura.

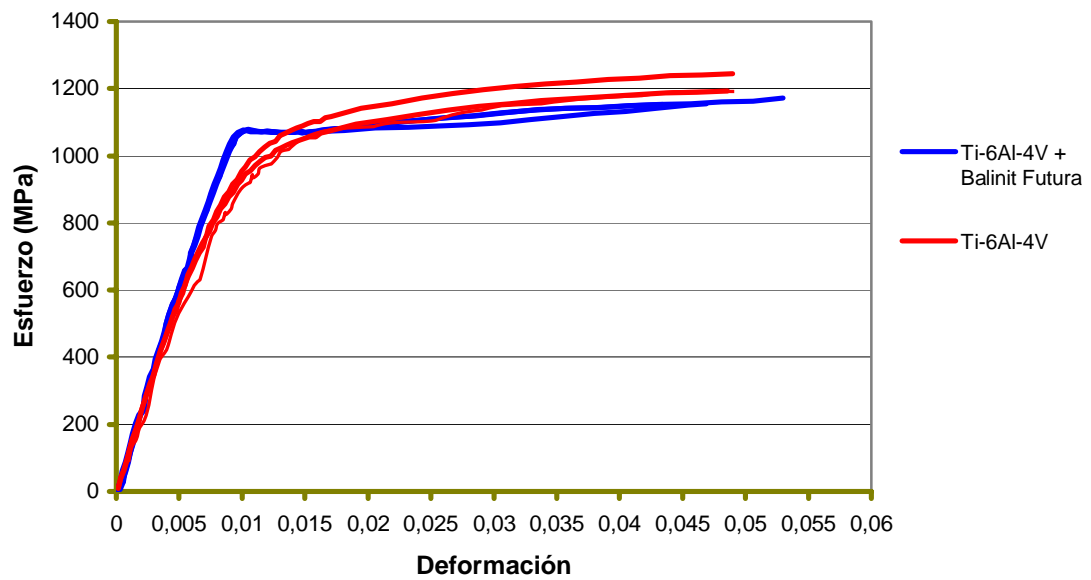
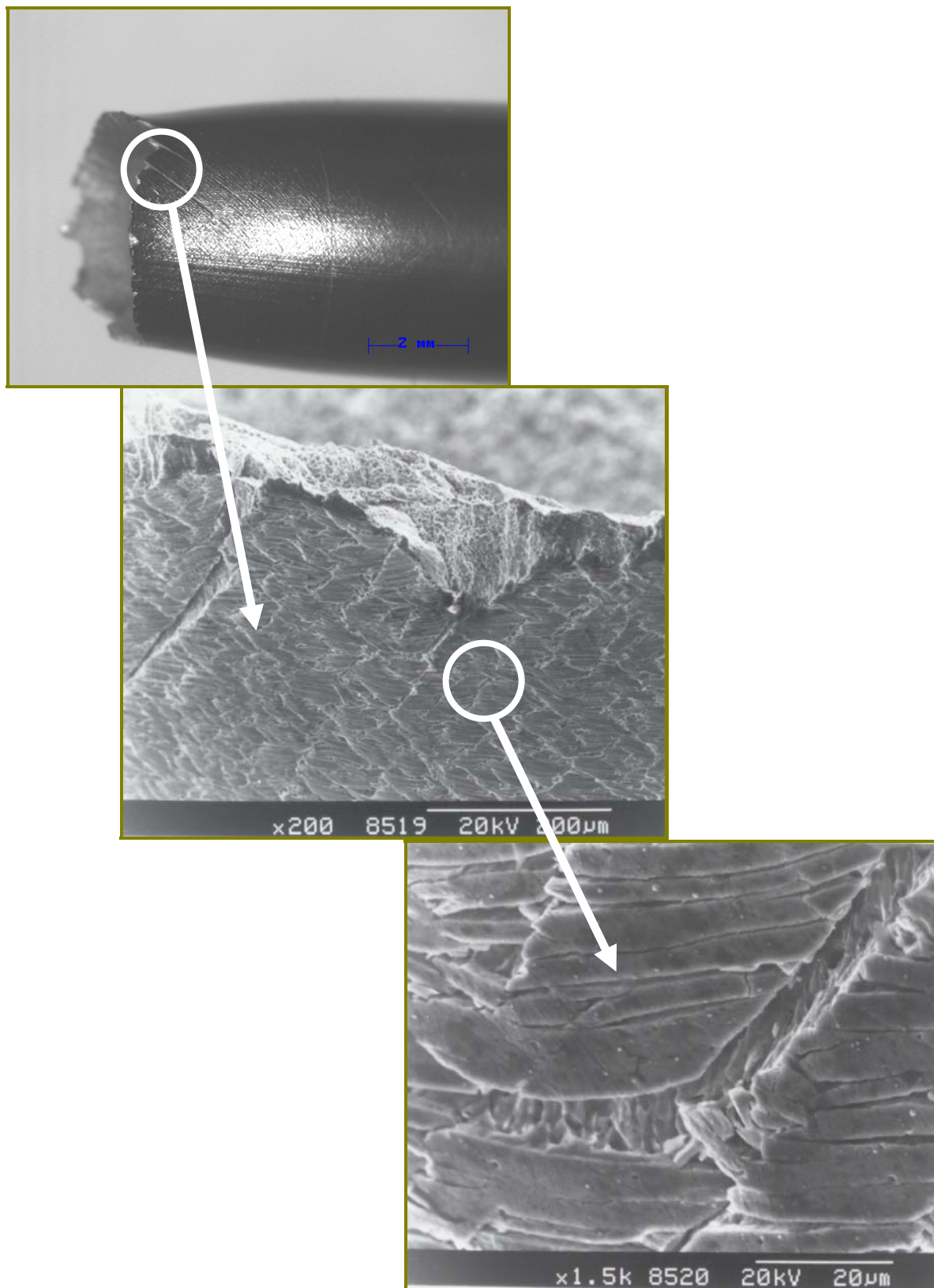


Fig. 3.1 c) Curva esfuerzo real vs. deformación real

Fig. 3.1 d) Secuencia en aumento de probetas de tracción.



Tal como puede observarse, los datos de las tablas 3.1 y las figuras 3.1 muestran el efecto recubrimiento sobre el sustrato para este tipo de evaluación, los cuales son descritos a continuación: aumento del límite de fluencia del conjunto en relación al sustrato, aproximadamente en 120 MPa (12.6 %). Una disminución del valor de resistencia a la tracción de aproximadamente 60 MPa, 4.9 % del conjunto en relación al sustrato. En la figura 3.1 c) se aprecia el efecto del aumento del esfuerzo de fluencia y la disminución de la resistencia debido a la película depositada sobre la aleación de Ti-6Al-4V. Debido a la naturaleza cerámica de la película el aporte de resistencia por el recubrimiento será efectiva justamente hasta que comienzan a actuar los mecanismos de deformación plástica en donde las respuestas a las cargas aplicadas vendrán solo por el aporte del sustrato, y como se evidencia en la figura 3.1 d) el recubrimiento falla por un mecanismo diferente a la falla por adherencia, específicamente presenta una falla de tipo cohesivo al no poder acompañar al sustrato durante la deformación plástica. Por otro lado durante el ensayo y mientras el conjunto se comporte elásticamente, la película se mantendrá íntegra y aportará al sustrato recubierto, debido a sus características intrínsecas, dureza y resistencia en general durante dicho campo. La disminución de la resistencia de las probetas recubiertas con respecto a las probetas sin recubrir después del límite de fluencia nos da un primer indicio de cambios en las propiedades del sustrato, posiblemente como consecuencia del proceso de deposición del Balinit® Futura; esto se puede explicar considerando que a partir de este punto, solo debe de tener efecto sobre la resistencia, el material del sustrato o específicamente la aleación de Ti-6Al-4V, por lo tanto debería observarse un comportamiento muy similar en la resistencia de ambos materiales en las curvas de esfuerzo deformación.

Observando la figura 3.1 d), se puede hacer referencia a través de la morfología del recubrimiento luego de haber sido realizados los ensayos de tracción, como de excelente adherencia, ya que no se observa para ninguno de los ensayos desprendimiento del recubrimiento; por el contrario el recubrimiento se mantiene adherido al sustrato hasta la fractura. Las fotografías fueron tomadas con una lupa estereográfica marca Nikon, la cual tiene acoplado sistema analizador de imágenes LECO IA-3001.

3.2 Ensayos de Fatiga

Para materiales recubiertos se puede enmarcar el comportamiento a la fatiga dentro de tres factores: el primero con respecto al perfil de esfuerzos residuales de tracción o compresión desarrollados en el depósito y en el sustrato, los cuales están asociados a la naturaleza o forma de obtención y a la composición química de los materiales involucrados; el segundo viene descrito por la resistencia mecánica del depósito con respecto al sustrato, en tal sentido debido a las características del proceso de deposición del recubrimiento éste posiblemente debe presentar mayor resistencia que el sustrato; el tercer factor es concerniente tanto a la condición libre o no de defectos que potencien al desarrollo de una falla por fatiga en el recubrimiento. (ASM Handbook, Vol. 12 1991)

Siguiendo el esquema utilizado para el análisis de los ensayos de tracción, sin y con recubrimiento, se presentan en las tablas 3.2 y 3.3 los esfuerzos asociados a cada ensayo de fatiga, porcentajes de estos con relación al esfuerzo de fluencia y el número de ciclos a falla para cada probeta; así como el promedio y desviación estándar.

Tablas 3.2. Resultados de los ensayos de fatiga, probetas sin recubrir:

a) 754 MPa	
Esfuerzo, MPa (% del esfuerzo de fluencia)	Numero de ciclos a falla
	23.500
754	18.200
(79%)	27.600
	23.400
Promedio	23.175
Desviación estándar	3.851

b) 727 MPa

Esfuerzo, MPa (% del esfuerzo de fluencia)	Numero de ciclos a falla
727	37.600
(76%)	39.200
	31.700
Promedio	36.167
Desviación estándar	3.225

c) 700 MPa

Esfuerzo, MPa (% del esfuerzo de fluencia)	Numero de ciclos a falla
700	28.900
(73%)	31.100
	46.100
Promedio	35.367
Desviación estándar	9.360

d) 675 MPa

Esfuerzo, MPa (% del esfuerzo de fluencia)	Numero de ciclos a falla
	48.700
675 (71%)	31.500
	70.700
Promedio	50.300
Desviación estándar	19.649

e) 650 MPa

Esfuerzo, MPa (% del esfuerzo de fluencia)	Numero de ciclos a falla
	47.300
650 (68%)	54.500
	74.600
	59.200
Promedio	58.900
Desviación estándar	11.554

Tablas 3.3. Resultados de los ensayos de fatiga, probetas recubiertas:

a) 754 MPa

Esfuerzo, MPa (% del esfuerzo de fluencia)	Numero de ciclos a falla
	21.300
	17.800
754	16.900
(79%)	27.900
	16.100
	29.100
Promedio	21.517
Desviación estándar	5.208

b) 727 MPa

Esfuerzo, MPa (% del esfuerzo de fluencia)	Numero de ciclos a falla
	29.300
	31.200
727	24.800
(76%)	21.800
	26.700
	23.000
Promedio	26.133
Desviación estándar	3.326

c) 700 MPa

Esfuerzo, MPa (% del esfuerzo de fluencia)	Numero de ciclos a falla
700 (73%)	27.700
	25.000
	24.000
	27.900
	33.200
	31.400
Promedio	28.200
Desviación estándar	3.252

d) 675 MPa

Esfuerzo, MPa (% del esfuerzo de fluencia)	Numero de ciclos a falla
675 (71%)	35.300
	42.000
	35.400
	32.900
	40.500
	48.700
Promedio	39.133
Desviación estándar	5.309

3.2.1 Vida a fatiga

Las figuras 3.2 a) y b) representan el conjunto de probetas ensayadas sin y con recubrimiento, donde se indica el número de ciclos a falla correspondiente al nivel de esfuerzo de cada probeta ensayada.

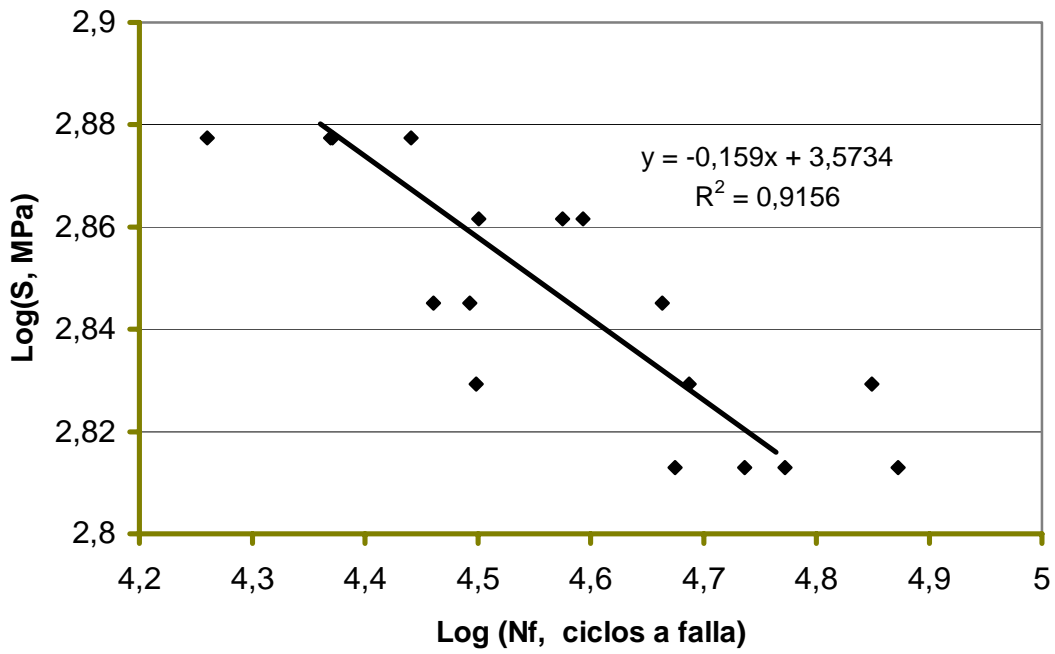


Fig. 3.2 a) Curva de vida a fatiga de la aleación Ti-6Al-4V

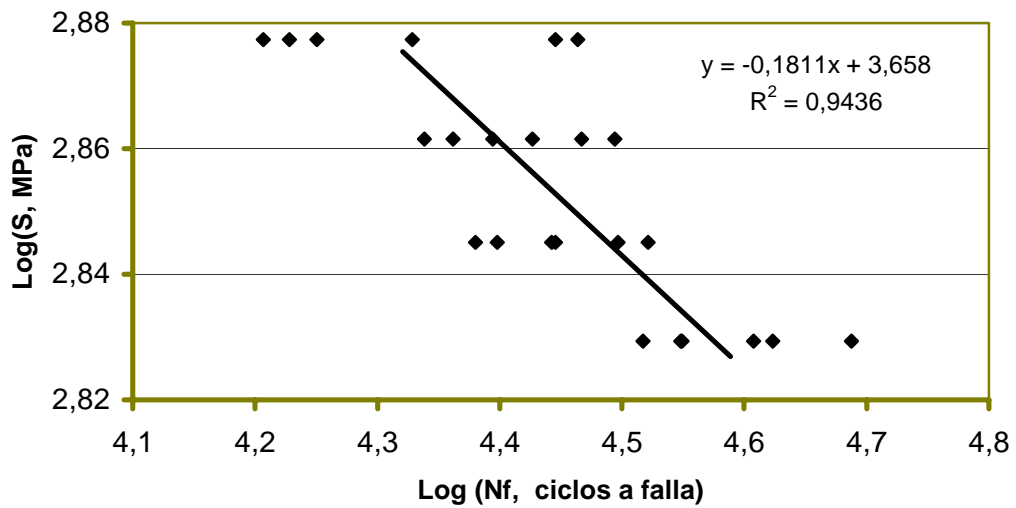


Fig. 3.2 b) Curva de vida a fatiga de la aleación Ti-6Al-4V recubierta con Balinit Futura

Tal como puede observarse, los datos describen un comportamiento típico para este tipo de aleaciones, apreciándose una dispersión de mayor magnitud para cada nivel de esfuerzo que la expuesta en general para cualquier acero (ASM Handbook, Vol. 2 1996). La dispersión obtenida para la aleación recubierta en cada nivel de esfuerzo ensayado en común con la aleación sin recubrir, fue menor; lo que se evidencia a través de las desviaciones estándar mostradas en las tablas 3.2 y 3.3. Suponiendo que el factor de más preponderancia para que exista una mayor o menor dispersión en el comportamiento a la fatiga, estaría representado por el proceso de nucleación, debido a su naturaleza probabilística, podríamos entonces de acuerdo al comportamiento experimentado por el conjunto, pensar que de alguna manera la presencia del recubrimiento estaría afectando el inicio o nucleación de las grietas de fatiga. Lo anteriormente expuesto no limita la influencia del recubrimiento solo al proceso de nucleación, solo sugiere que es posible que este tenga una marcada influencia sobre el proceso de nucleación y por ello disminuya el valor de la componente dentro del número de ciclos totales de vida a la fatiga del conjunto. Otro aspecto derivado del análisis de estos valores es que las dispersiones presentadas marcan una moderada tendencia a incrementar los valores de desviación estándar al disminuir el nivel de esfuerzo aplicado, este comportamiento es característico de las aleaciones metálicas en general. Esto podría ser atribuido a que a cargas elevadas la falla está condicionada básicamente por el esfuerzo alternante, mientras que a bajos niveles de esfuerzo los aspectos Probabilísticos alcanzan una considerable influencia sobre la ocurrencia del evento de nucleación de la grieta.

Con la finalidad de describir cuantitativamente el efecto del recubrimiento en el comportamiento a fatiga se presentan en cada figura 3.2 ecuaciones que resultan de la tendencia del promedio de los ciclos para cada nivel de esfuerzos ensayados así como la correlación lineal (R^2), los cuales permitieron el cálculo de los parámetros involucrados en la ecuación de Basquin para cada uno de los ensayos. Para el material recubierto con Balinit[®] Futura, se produjo una disminución de la resistencia a la fatiga con respecto al material base de 13.83 % para una condición de esfuerzo de 754 MPa (79 % del esfuerzo de fluencia del material base), y una reducción de 23.07 % para una condición de esfuerzo de 650 MPa (68 % del esfuerzo de fluencia del material base), ver figura 3.4. De igual manera

el límite de fatiga del material recubierto disminuyó en un 7.98 % (51 MPa), lo que se aprecia en la figura 3.3 y la tabla 3.5.

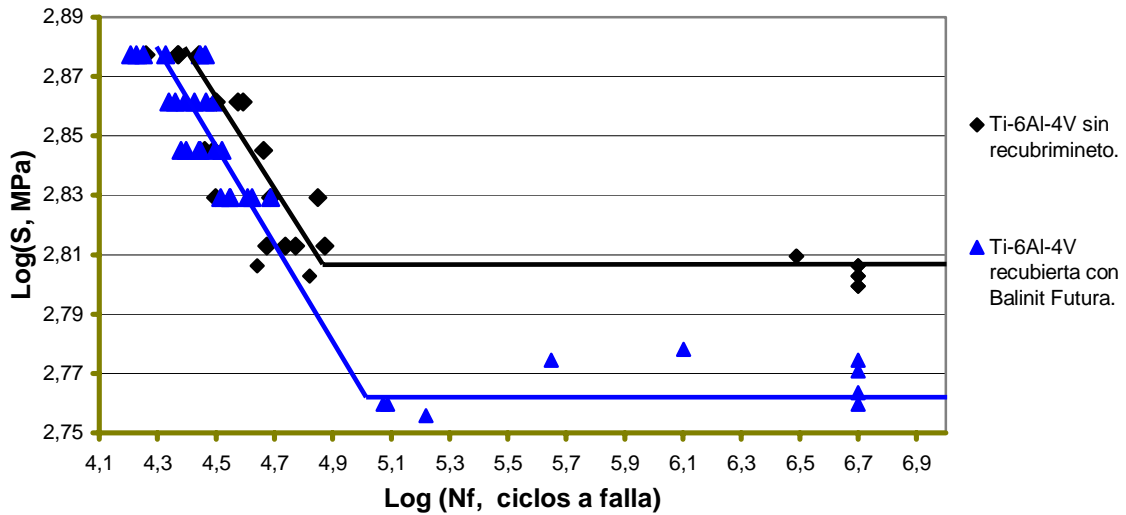


Fig. 3.3 Curvas S-N. Ti-6Al-4V sin recubrimiento y Ti-6Al-4V recubierta con Balinit Futura.

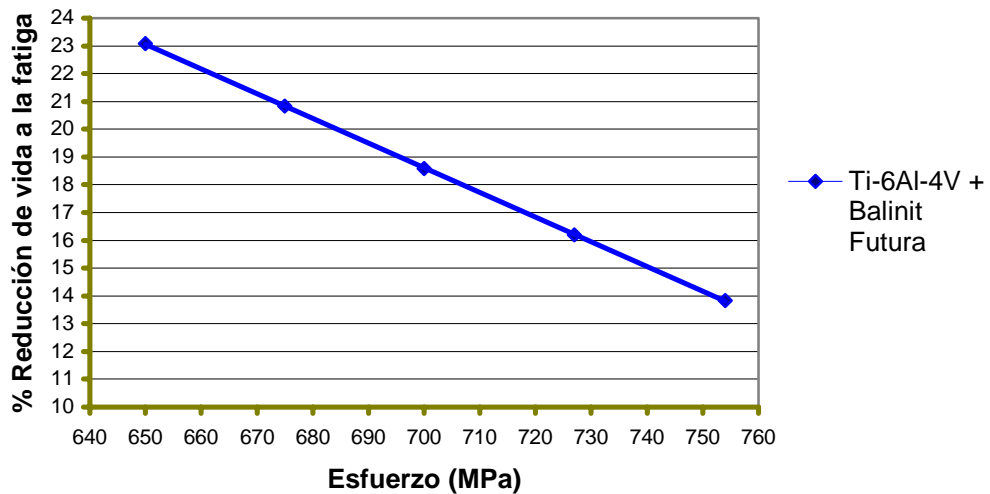


Fig. 3.4 Reducción de Vida a la Fatiga respecto al Material Base.

Por otra parte, la figura 3.3 presenta los resultados obtenidos para el estudio de fatiga en las dos condiciones estudiadas, facilitando su comparación y estudio. De acuerdo a lo reportado en la literatura los depósitos de naturaleza cerámica como el Balinit[®] Futura y su modo de deposición pueden generar esfuerzos residuales de compresión de magnitudes cercanas a los 5 GPa. (ASM Ion Plating, Vol. 5 1999), lo que produciría una condición no favorable al desarrollo de la fatiga, por ende la presencia del recubrimiento en el conjunto boga en un principio por el incremento de la vida a fatiga. Los resultados obtenidos en el presente trabajo no van en dirección con lo reportado generalmente en la literatura sobre el efecto de películas similares a la de estudio, bajo análogos modos de deposición. Sin embargo otros autores han encontrado resultados similares al encontrado en el presente estudio, indicando que si bien es cierto que persiste la presencia de esfuerzos residuales de compresión durante el ensayo, no es su influencia la que condiciona el comportamiento a la fatiga y es otro el mecanismo preponderante en la evolución del proceso de fatiga, tal como lo reporta Kolkman en un trabajo que es referenciado en el marco teórico del presente trabajo.

3.2.2 Relación Potencial (ecuación de Basquin)

Observando las gráficas de esfuerzo alternante contra el número de ciclos a falla en escala doble logarítmica se hace válido el uso de una expresión matemática simple del tipo propuesto por Basquin para la descripción de este tipo de datos (Peterson, 1953), $S_a = S_f (2N)^b$, donde N es el número de reverso, o lo que es lo mismo $S_a = S_f (N_f)^b$, donde N_f representa el número de ciclos a falla. A continuación en la tabla 3.4 se presentan los valores para esta relación obtenidos mediante regresión lineal.

Tabla 3.4. Constantes de la ecuación de Basquin para probetas sin y con recubrimiento.

Ecuación paramétrica simple $S_a = S_f (N_f)^b$	Coefficiente de resistencia a la fatiga S_f	Exponente de Basquin b
Sin recubrimiento	3.744,55	-0,159
Recubierta	4.549,88	-0,181

El coeficiente S_f representa una constante relacionada con el coeficiente de resistencia a la fatiga y b el exponente de resistencia a la fatiga o exponente de Basquin siendo estos de suma importancia para el diseño de componentes estructurales y elementos de máquina que pueden fallar por fatiga de alto ciclaje durante el servicio. Se observa un paralelismo de las curvas S-N presentada en la figura 3.3, lo que se puede deducir de la similitud de los exponentes de Basquin mostrados en la tabla 3.4

Las relaciones potenciales para cada una de las series estudiadas son:

$$S_s = 3.744,55 * N_f^{-0.159}$$

$$S_r = 4.549,88 * N_f^{-0.181}$$

Siendo S_s la resistencia a la fatiga del Substrato y S_r la resistencia a la fatiga del material recubierto.

3.2.3 Límite de Fatiga

Tabla 3.5. Aplicación del Método de la Escalera para la obtención del límite de fatiga del material base Ti-6Al-4V.

Esfuerzo (MPa)	Nivel de esfuerzo (i)	Número de probeta										N° de probetas que no fallan (f)	(i*f)	(i*i*f)	
		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10				
645	2						1					1	0	0	0
640	1					0		1		0			2	2	2
635	0		1		0					0			2	0	0
630		0		0									2	0	0
d= 5											N	A	B		
So= 635											Total		6	2	8
$S_L = S_0 + d \left(\frac{A}{N} + \frac{1}{2} \right)$						$s = 1,62 * d \left(\frac{N * B - A^2}{N^2} + 0,029 \right)$									
Límite de Fatiga						Desviación estándar									
Límite de Fatiga = 639 ± 10															

Tabla 3.6. Aplicación del Método de la Escalera para la obtención del límite de fatiga del material base Ti-6Al-4V recubierto con Balinit® Futura.

Esfuerzo (MPa)	Nivel de esfuerzo (i)	Número de probeta										N° de probetas que no fallan (f)	(i*f)	(i*i*f)	
		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10				
600	6			1									0	0	0
595	5		0		1								1	5	25
590	4	0				1							1	4	16
585	3						1						0	0	0
580	2							1					0	0	0
575	1								1		1		0	0	0
570	0									0			1	0	0
d= 5											N	A	B		
So= 570											Total		3	9	41
$S_L = S_0 + d \left(\frac{A}{N} + \frac{1}{2} \right)$						$s = 1,62 * d \left(\frac{N * B - A^2}{N^2} + 0,029 \right)$									
Límite de Fatiga						Desviación estándar									
Límite de Fatiga = 588 ± 38															

3.3 Medición del Espesor del Recubrimiento

Se presenta en la tabla 3.7 los resultados obtenidos de las mediciones realizadas con un analizador de imagen sobre la huella dejada por la prueba de Calotest, en dicha tabla se muestran básicamente los diámetros externos e internos de la impronta, con los cuales a través de una relación aritmética presentada en la ec. 2.13 se establece el espesor del recubrimiento. Dicho **espesor** es aproximadamente de **1,71 μm** , este espesor es un poco menor al ofertado por el proveedor el cual era de 2 μm .

Tabla 3.7. Resultados del calculo de los parámetros para determinar el espesor, por la técnica de calota esférica.

	D_{ext}	D_{int}
Promedio	669.06	829.19
Desv. Standard	18.313	19.912
Conteo	10	10

3.4 Perfil de Composición Química

En la Fig.3.5 se muestra la derivada del espectro de AES, realizado sobre la superficie del recubrimiento, en el mismo tal y como era de esperarse, se distingue claramente el aluminio, el nitrógeno y el titanio, ya que, de acuerdo a la disposición de las capas en el deposito Balinit[®] Futura, la más externa es de un nitruro de titanio aluminio (TiAlN). Es conveniente destacar, como esta descrito en el capítulo II, se persigue a través de esta técnica, tratar de corroborar la condición multicapa del deposito, el análisis presentado en la Fig.3.5 representa el patrón superficial, el cual permitiría una vez realizado el barrido a través del espesor, verificar la existencia de variaciones sistemáticas en el espectro, a lo largo de la huella dejada por el frezado iónico realizado previamente. Lamentablemente al observar los resultados obtenidos del mencionado análisis lineal, no fue posible apreciar diferencia, que no pudiese ser atribuida al ruido electrónico, lo que podría ser explicado en términos de la tasa de erosión que presenta el compuesto bajo la acción de un bombardeo continuo con iones de argón, la cual aparentemente es muy baja y no remueve una cantidad significativa del recubrimiento que nos permita apreciar la transición de una capa a otra elementalmente distinta.

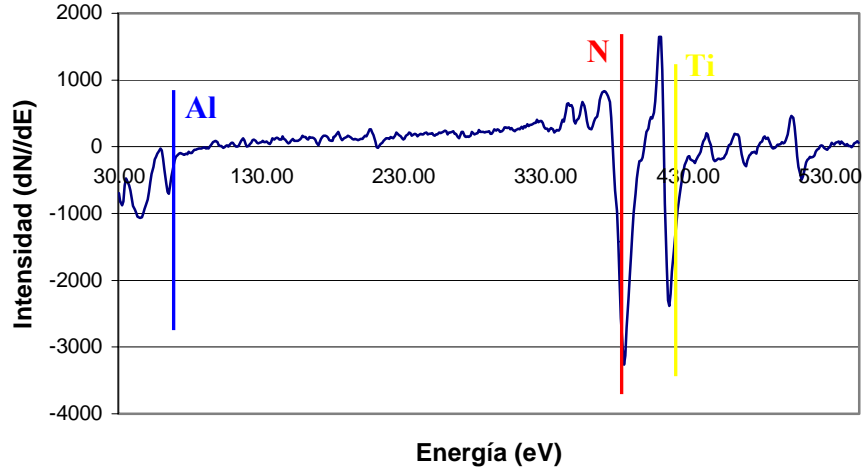


Fig. 3.5 Derivadas del espectro de Electrones Auger de la superficie de una probeta recubierta con Balinit® Futura

3.5 Ensayos de Dureza

Tomando en cuenta los resultados obtenidos en los ensayos de tracción y fatiga se realizaron mediciones de microdureza mediante un microindentador Vickers, para determinar las respuestas ante dicho ensayo en las siguientes condiciones: **substrato sin recubrir** (en condición de adquisición), **el substrato recubierto** (evaluación sobre el conjunto) y el **substrato en las probetas que se encuentran recubiertas** (sin aporte del recubrimiento), a fin de considerar un posible efecto del proceso de deposición del recubrimiento sobre las probetas de Ti-6Al-4V. En la tabla 3.5 se reporta para cada una de las condiciones anteriormente descritas: el promedio de tres ensayos para cada carga (cada uno constituido de una secuencia de malla rectangular de 2 columnas por 5 filas), los valores de las cargas, dureza Vickers y la misma expresada en GPa con sus respectivas desviaciones estándares.

Tabla 3.8. Dureza respecto a la carga.

Muestra	Carga	Dureza (HVN)	Dstnd	Dureza (GPa)	Dstnd
Ti-6Al-4V + B F	25	396,16	18,93	3,88	0,19
	50	388,85	20,42	3,81	0,20
	100	386,66	17,53	3,79	0,17
	200	385,57	11,06	3,78	0,11
	300	376,29	7,00	3,69	0,07
	500	372,41	8,64	3,65	0,08
	1000	368,01	8,64	3,61	0,08
Ti-6Al-4V	25	387,38	18,76	3,80	0,18
	50	389,83	24,85	3,82	0,24
	100	387,16	13,86	3,79	0,14
	200	387,88	13,31	3,80	0,13
	300	385,99	12,17	3,78	0,12
	500	379,06	7,90	3,71	0,08
	1000	376,47	4,47	3,69	0,04
Ti-6Al-4V en recubierta	25	387,24	25,03	3,79	0,25
	50	387,72	17,69	3,80	0,17
	100	383,06	20,05	3,75	0,20
	200	377,04	9,32	3,69	0,09
	300	373,30	10,64	3,66	0,10
	500	358,53	6,18	3,51	0,06
	1000	354,43	2,21	3,47	0,02

Los datos mostrados en la tabla 3.7 son plasmados en la figura 3.7, donde se aprecia que la curva que representa al comportamiento del sustrato (en dureza versus carga) permanece por encima, en general, que las curvas del sustrato recubierto y del sustrato en una probeta recubierta. Lo que nos asegura perdidas de propiedades, un ablandamiento en este caso específico, del sustrato o aleación de Ti-6Al-4V debido al efecto de tratamiento térmico que sufrió el material durante la deposición de la película de Balinit[®] Futura, ya que el proceso de deposición representa la única diferencia entre el sustrato en condición de adquisición y el sustrato en las probetas recubiertas.

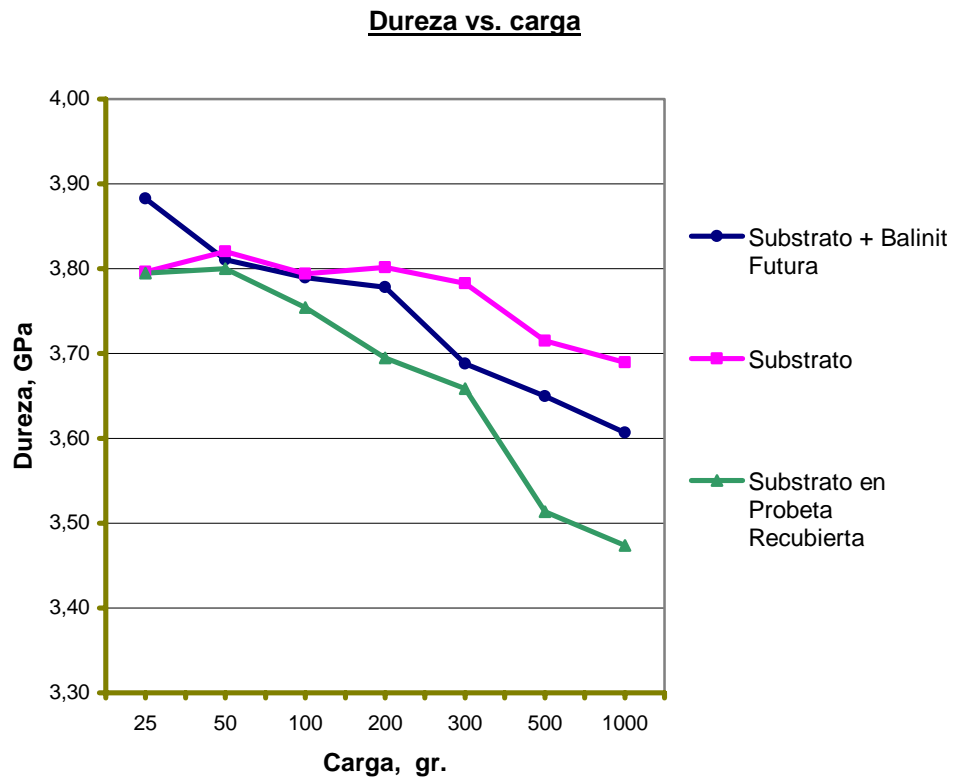


Fig. 3.6 Dureza vs. carga

Si bien se espera que no ocurran cambios en las propiedades del sustrato después de aplicada la película, para poder definir un modo de comparación en torno a una muestra patrón, que resultarían ser las probetas de Ti-6Al-4V sin recubrir; el proceso de deposición produjo cambios apreciables para los ensayos de tracción, específicamente en el comportamiento concerniente a la zona plástica de la curva donde se observó una disminución de la resistencia de la aleación, como se mencionó anteriormente. Esta pérdida de resistencia (S_{uts}), en la que solo interviene el material sustrato es análoga a la respuesta obtenida por el material en los ensayos de dureza, apreciados claramente en las figuras 3.1 c) y 3.5 por lo que, definitivamente, el proceso de deposición provocó un ablandamiento del sustrato.

En la figura 3.7 se observa que para la carga de 25 gramos la respuesta del conjunto recubrimiento-substrato es ligeramente mayor en comparación con las otras dos condiciones; lo que se debe a la mayor influencia de la película sobre el conjunto a esa carga, efecto que va aumentando en la medida que las cargas van disminuyendo hasta poder evaluar el valor de dureza absoluto del recubrimiento, punto que queda descartado por esa vía y por lo cual se aplican distintos métodos que a partir de mediciones de dureza compuestas se determinan valores de dureza absoluta; lo que no será posible en el presente trabajo de grado ya que estos métodos requieren de los módulos de Young de cada una de las capas del recubrimiento, información que se desconoce y esta fuera del alcance del trabajo.

3.6 Medidas de Rugosidad

De acuerdo a la literatura especializada, las aleaciones de titanio presentan una alta dependencia a la presencia de entallas. Sin embargo, mientras la rugosidad se conserve dentro de un intervalo entre 2.5 y 5 μm , el efecto de los esfuerzos residuales tendrán mayor influencia en la resistencia a fatiga que la rugosidad (ASM Handbook. Vol 19). Los resultados obtenidos en la medida de la rugosidad promedio superficial de los especímenes de fatiga del material base Ti-6Al-4V, podemos decir, que dichas rugosidades promedios (R_a), se encuentran por debajo del intervalo donde prevalecen la condición superficial sobre el efecto de los esfuerzos residuales; de igual forma que para los especímenes de fatiga recubiertos con el depósito de Balinit[®] Futura los cuales presentaron un valor de rugosidad promedio muy similar al de las probetas sin recubrir, indicando que la superficie libre del recubrimiento presenta un grado de discontinuidades muy semejante a la del substrato (ver figura).

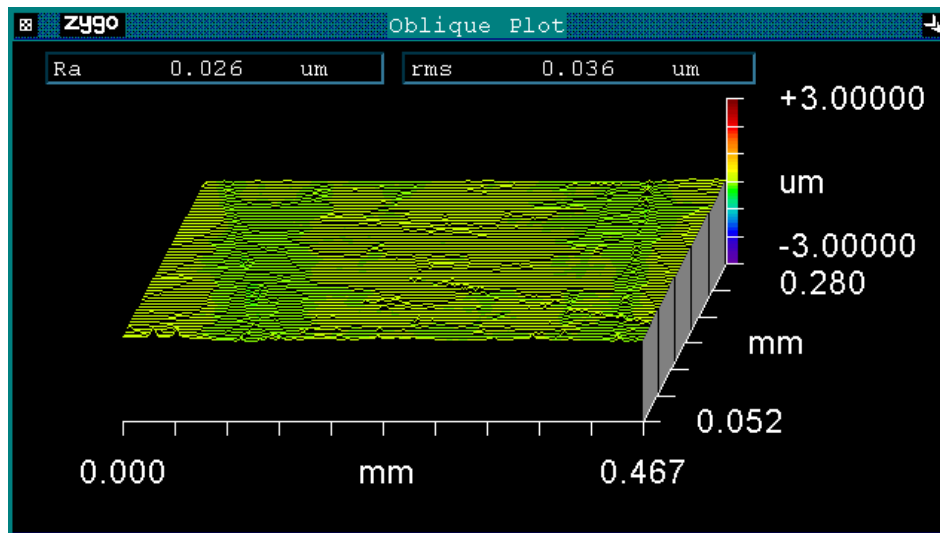


Fig. 3.7. Perfilometría Óptica 3D para el material base Ti-6Al-4V

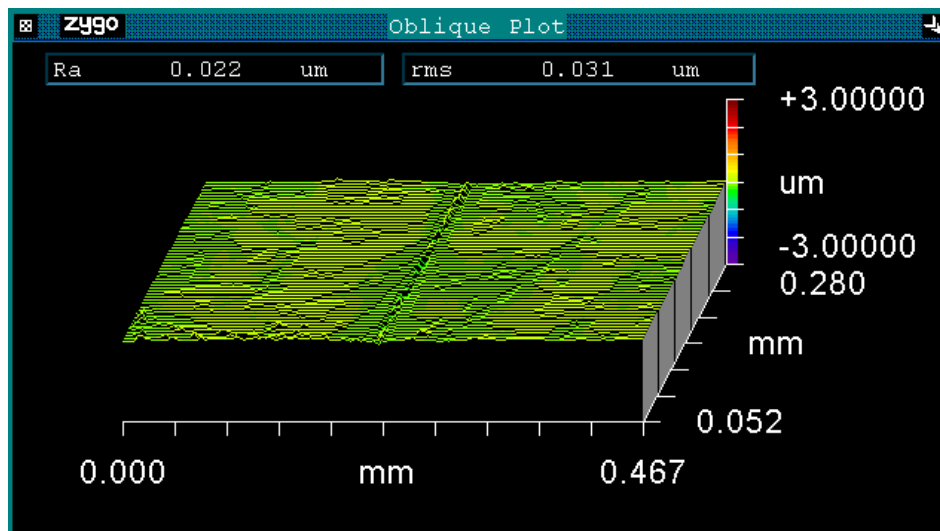


Fig. 3.8. Perfilometría Óptica 3D para el material base Ti-6Al-4V recubierto con Balinit® Futura

Tabla 3.9. Valores de rugosidad promedio (Ra) en probetas de fatiga de Ti-6Al-4V.

3.7 Análisis Microestructural

Mediante la técnica de Microscopia Electrónica de Barrido se evaluó la condición microestructural del sustrato antes y después de ser recubierto con la película de Balinit[®] Futura, esto se puede apreciar en las figuras 3.9 a la 3.11.

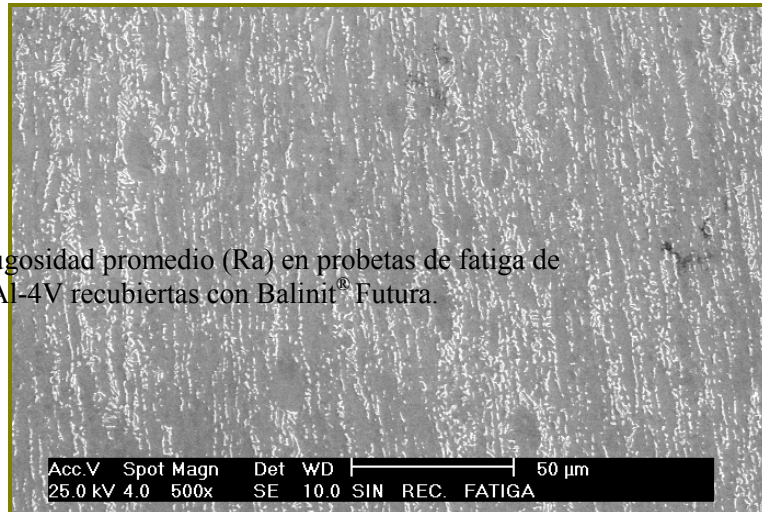


Tabla 3.10. Valores de rugosidad promedio (Ra) en probetas de fatiga de Ti-6Al-4V recubiertas con Balinit[®] Futura.

Fig. 3.9 Ti-6Al-4V recocido, 704 °C por una hora y luego enfriada al aire. Vista de un corte longitudinal. La estructura consiste en granos α alargados (tono oscuro) en una matriz β transformada. 2 ml HF, 10 ml HNO₃, 88 ml H₂O. MEB, 500X.

Número de Probeta	Rugosidad Promedio (Ra)
1	0.026

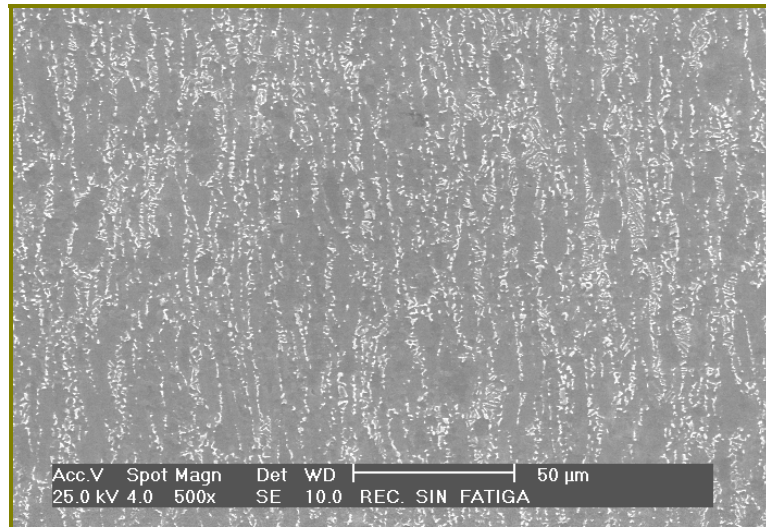
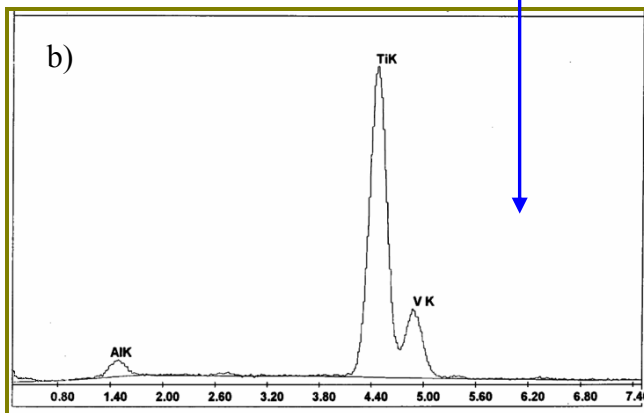
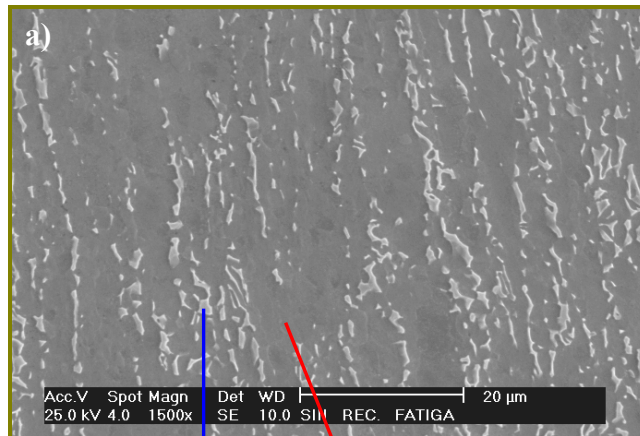
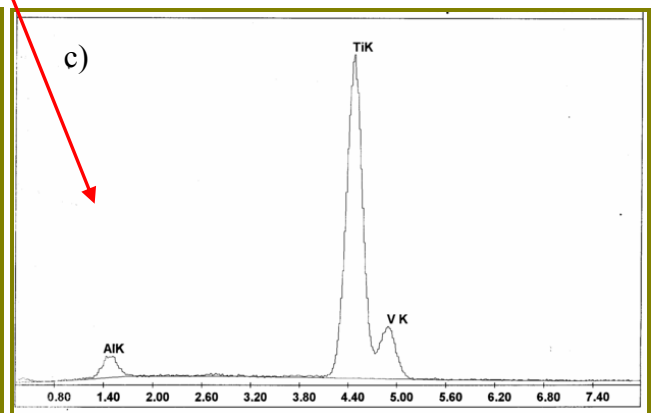


Fig. 3.10. La misma aleación de la Fig. 3.9, pero sometida al proceso de deposición del recubrimiento Balinit® Futura. Observándose la fase β más dispersa que en la Fig. anterior, por lo que se aprecia una estructura menos direccionada. 2 ml HF, 10 ml HNO₃, 88 ml H₂O. MEB, 500X.



Element	Wt %	At %	K-Ratio	Z	A	F
AlK	5.97	10.17	0.0241	1.0783	0.3732	1.0038
TiK	88.35	84.72	0.8728	0.9955	0.9923	1.0000
V K	5.67	5.11	0.0555	0.9758	1.0033	1.0000
Total	100.00	100.00				



Element	Wt %	At %	K-Ratio	Z	A	F
AlK	7.77	13.01	0.0319	1.0758	0.3803	1.0037
TiK	90.95	85.85	0.8947	0.9930	0.9907	1.0000
V K	1.28	1.14	0.0125	0.9734	1.0021	1.0000
Total	100.00	100.00				

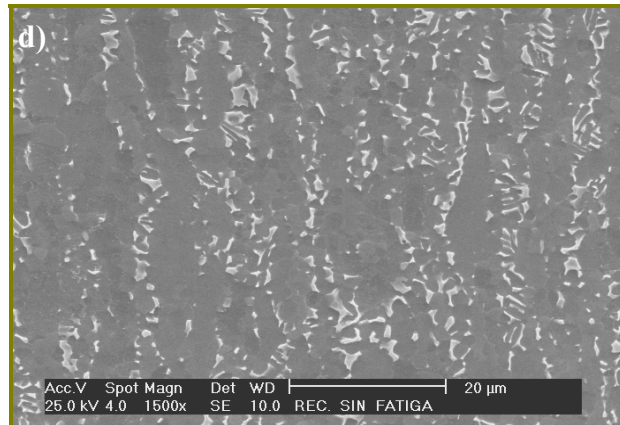
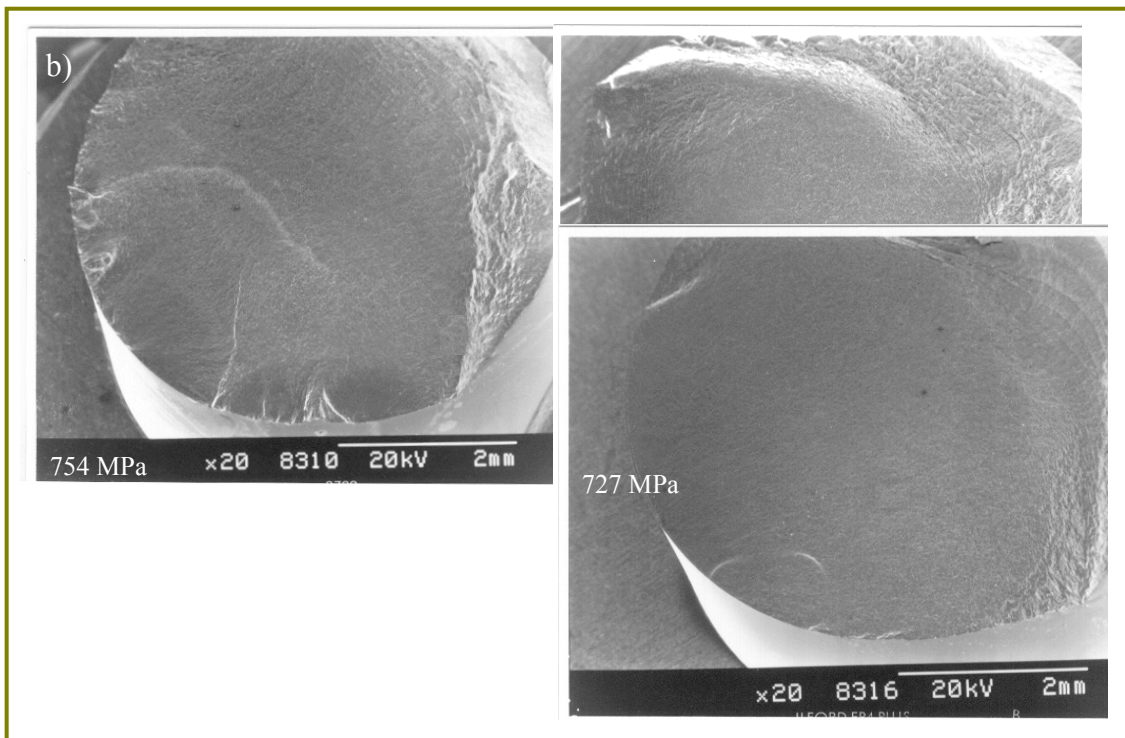
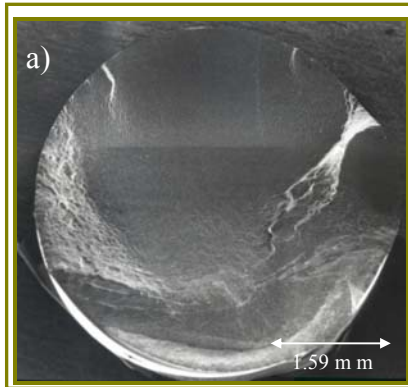


Fig. 3.11. a) Vista de la muestra de la Fig. 3.9 a una magnificación de 1.500X. 2 ml HF, 10 ml HNO₃, 88 ml H₂O. MEB 1.500X. **b) y c)** Microanálisis puntual representativo de las fases presentes en las fotomicrografías a) y d), por la técnica de Espectroscopia por Dispersión de Energía de Rayos X (EDS). **c)** Vista de la muestra de la Fig. 3.10 a una magnificación de 1.500X. 2 ml HF, 10 ml HNO₃, 88 ml H₂O. MEB 1.500X.

En la figura 3.11 a) mostrada en la página anterior se puede observar una morfología altamente direccionada. Dicha morfología corresponde a una microestructura típica columnar obtenida por procesos metalúrgicos de conformado de barras en este tipo de aleación, es decir barras obtenidas por un proceso de extrusión. Mientras que para la figura 3.11 b) se observa una ligera alteración de la morfología original, deja de apreciarse esta direccionalidad tan marcada y el grano de alfa se ha engrosado un poco, sin que ello involucre alguna modificación apreciable en cuanto a la naturaleza elemental de las fases involucradas tal como se evidencia en los respectivos análisis por Espectroscopia por Dispersión de Energía de Rayos X (EDS) realizados a cada fase presente, puesto que el método utilizado es de carácter semicuantitativo se puede decir que ambas fases presentan en su composición elemental titanio, aluminio y vanadio en cuantía de mayor a menor en el orden en que fueron nombrados y en su magnitud de porcentaje en peso correspondiente para este tipo de aleación.

3.8 Estudio Fractográfico



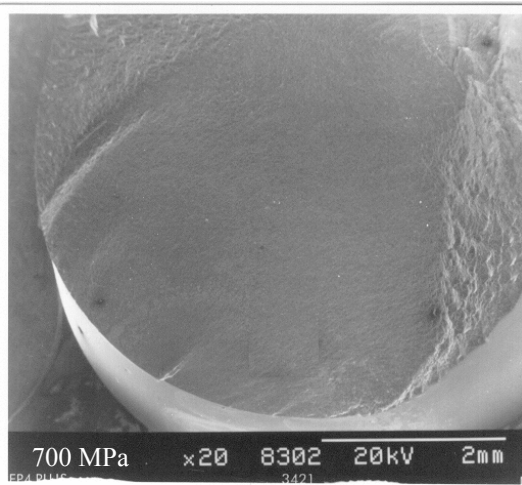


Fig. 3.12. **a)** Mosaico de la superficie de fractura de una probeta de Ti-6Al-4V. Fatigada al aire, 700 MPa (73 % del σ_f). **b)** Vistas generales tomadas a 30° de las superficies de fractura, de probetas recubiertas que fallaron en su respectivo nivel de esfuerzo a un número más cercano del promedio de ciclos de falla.

La figura 3.12 es representativa de los ensayos de fatiga al aire, tanto para las probetas sin recubrir o recubiertas; donde se puede destacar en general que para cada una de las probetas ensayadas se aprecian un mayor número de orígenes de grieta a medida que se incrementa el esfuerzo aplicado y viceversa. También se aprecia que para los niveles de esfuerzo de menor magnitud se produce una zona de crecimiento o avance de grieta de mayor tamaño, en contra posición de los niveles de esfuerzos más altos. Para cada probeta es posible identificar las distintas zonas características de la fractura por fatiga, una zona de crecimiento y avance de la grieta; seguidamente a esta zona, se aprecia una región rugosa caracterizada por la presencia de microhoyuelos, característica esta de la zona de falla por sobrecarga; también podemos observar planos de clivaje como producto de la colisión de dos frentes de crecimiento de grietas de fatiga, marcas radiales que indican la dirección de propagación de la grieta, así como también tienden a convergen en la zona de origen de grieta.

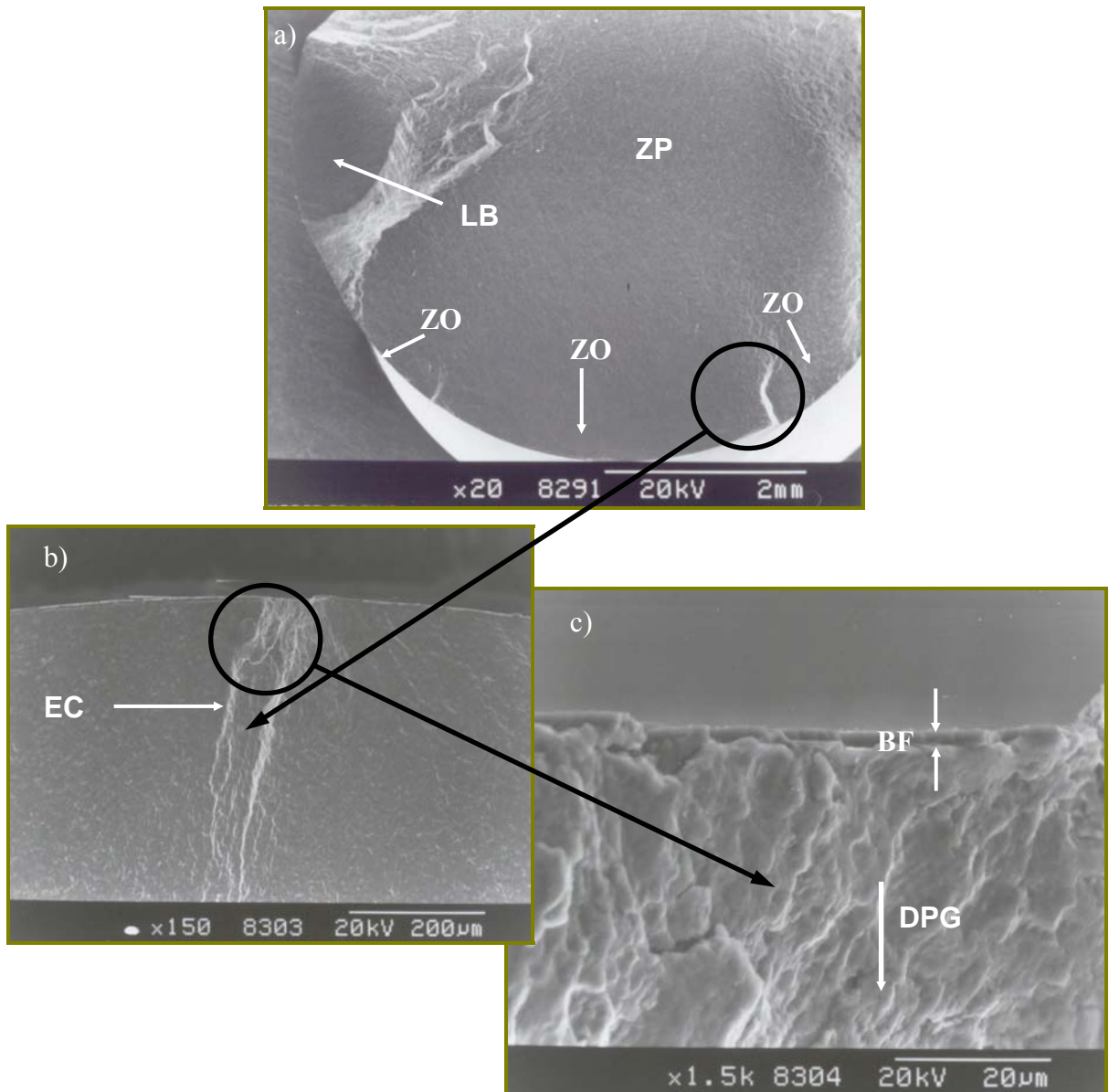


Fig. 3.13. Fotomicrografías obtenidas por MEB, Electrones Secundarios. a) Vista general representativa de las superficies de fracturas presentadas por las probetas recubiertas. b) Magnificación de un plano de clivaje de la Fig. 3.13 a), apreciándose levemente en toda la periferia de la probeta el recubrimiento. c) Detalle de la Fig. 3.13 b).

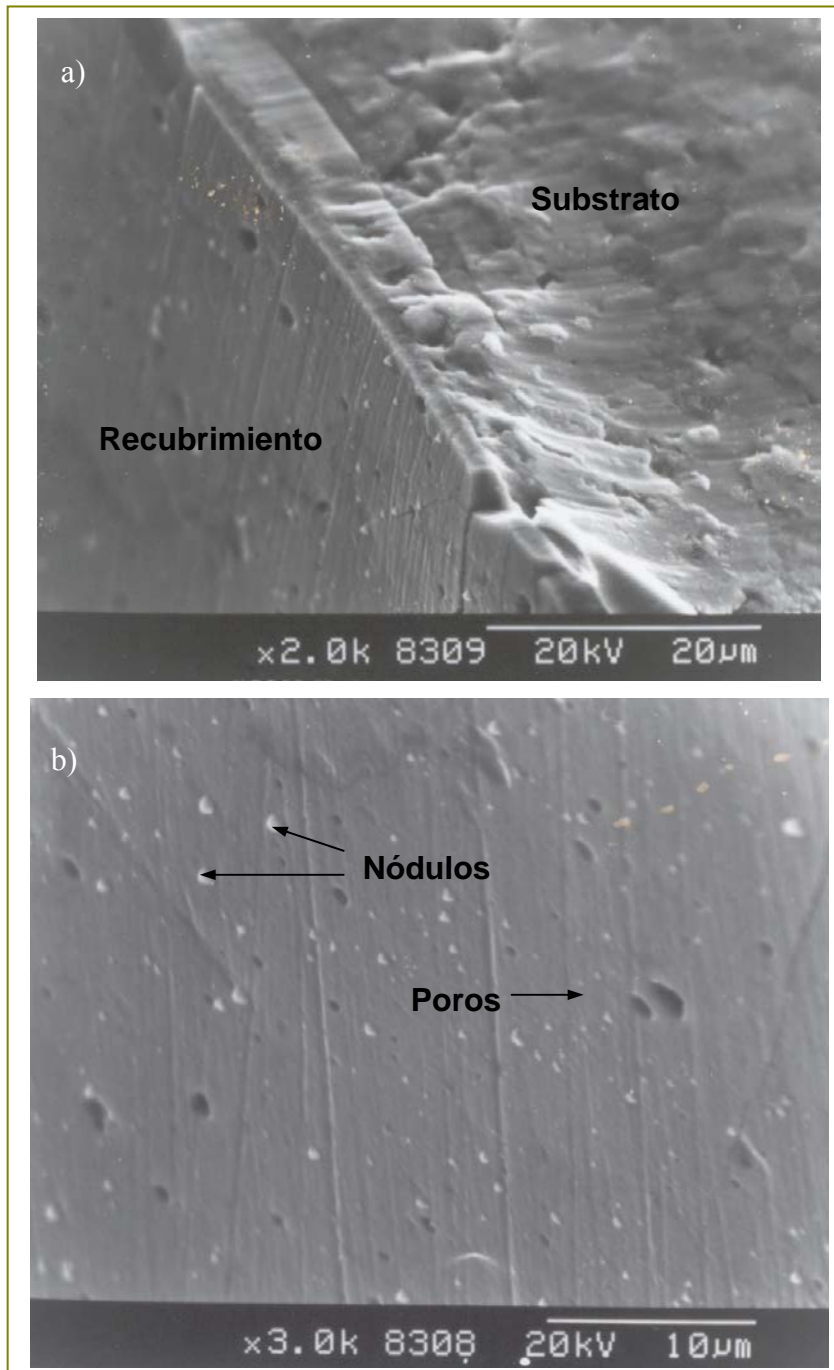


Fig. 3.14. a) Vista representativa lateral de las probetas recubiertas.
b) Detalle de la superficie del recubrimiento.

Las fotomicrografías mostradas en la figura 3.14 presentan a una probeta recubierta en un ángulo de 45 grados con respecto al haz de electrones y la superficie del espécimen, con la finalidad de observar las condiciones de la superficie del recubrimiento en esta zona. En principio se observa un importante número de poros; posiblemente se puede inferir que estos se originan del desprendimiento de los nódulos que se forman durante el proceso de deposición los cuales al estar poco adheridos al volumen del sustrato se desprenden originando dichos poros, los cuales podrían representar puntos potenciales para la nucleación de las grietas; y a su vez se aprecian una importante cantidad de nódulos en la superficie del recubrimiento. De esto podría nacer una incógnita sobre la condición conexas o no de los poros, que mediante la perspectiva de la figura 3.14 no se pudo determinar, mas se cree que no, debido a la observación posterior de los cortes longitudinales de las probetas recubiertas, donde se aprecia al recubrimiento como *una lámina homogénea y continua* que acompaña al sustrato durante toda su superficie (figuras 3.15 hasta la figura 3.18), de forma tal que el recubrimiento representa para las dislocaciones una barrera, impidiendo que las mismas abandonen el sustrato ya que no cuentan con un medio continuo que le permita el deslizamiento, de esta manera se genera un acumulamiento de dislocaciones en la intercara potenciando esta región como una zona de inicio de grieta tal como lo expone Kolkman en su trabajo.

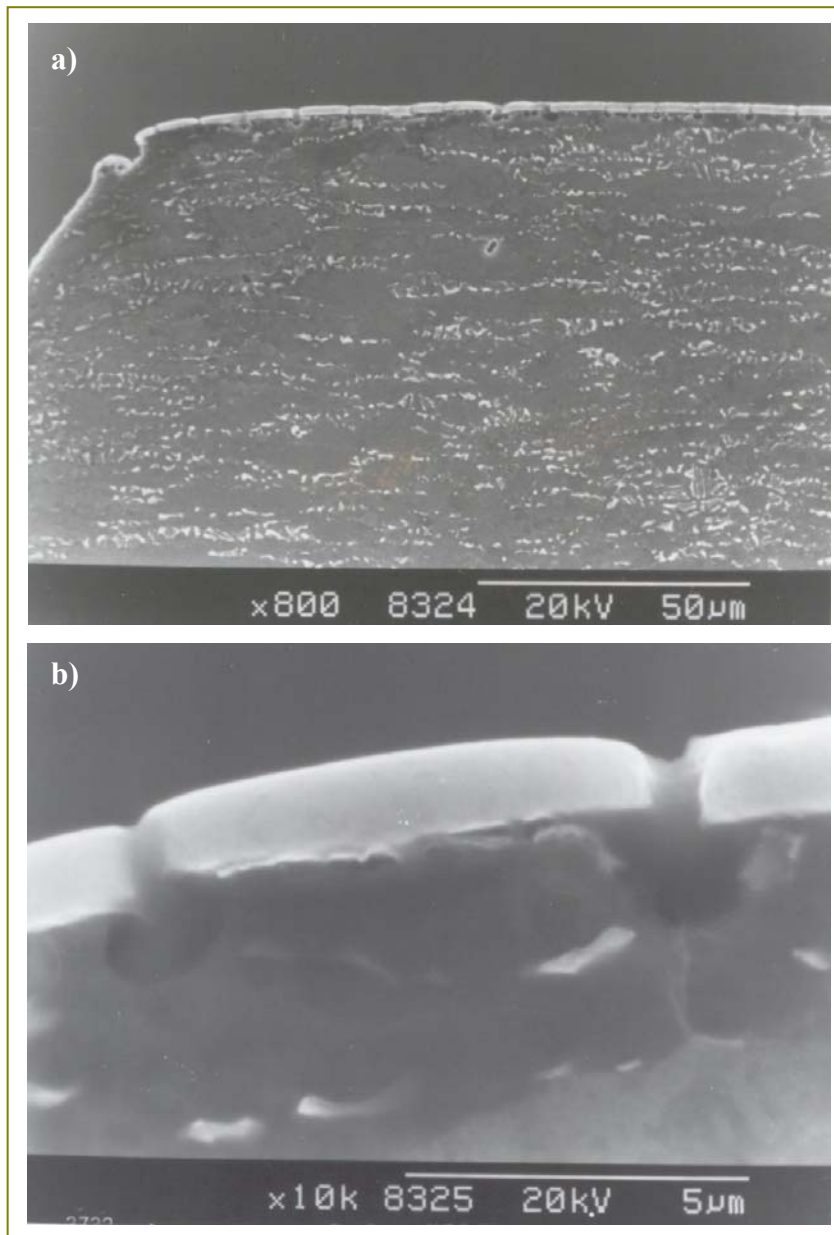


Fig. 3.15. a) Vista representativa de un corte longitudinal de las probetas recubiertas, ensayadas al mayor nivel de esfuerzos. b) Magnificación de la fotomicrografía a).

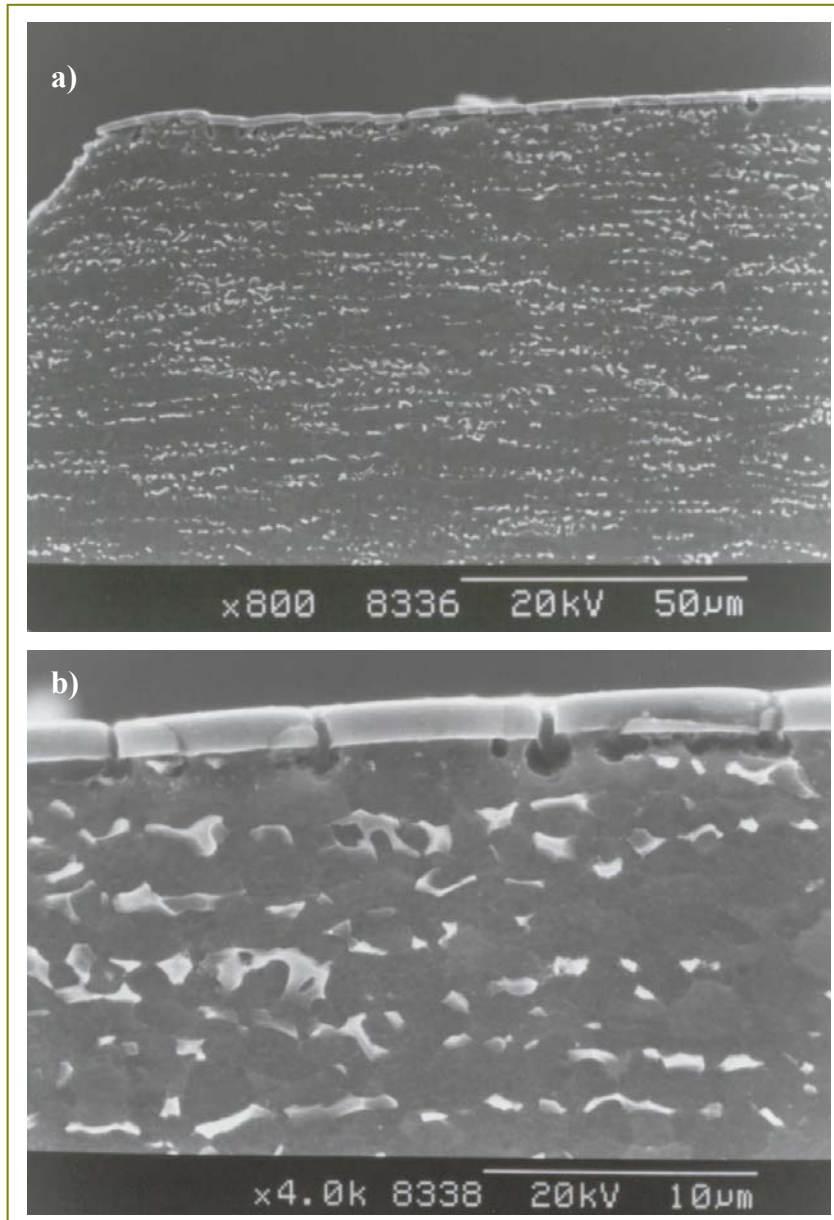


Fig. 3.16. a) Vista representativa de un corte longitudinal de las probetas recubiertas, ensayadas al menor nivel de esfuerzos. b) Magnificación de la fotomicrografía a).

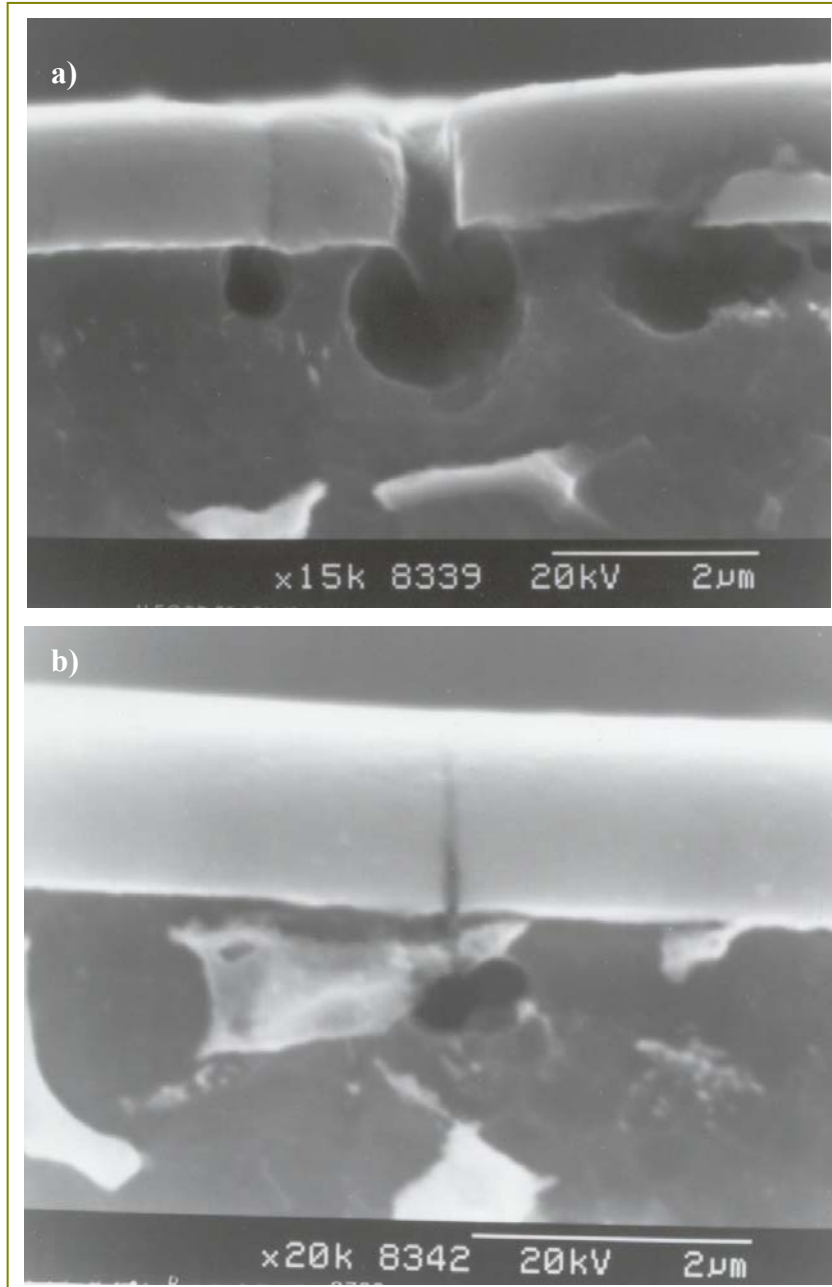


Fig. 3.17. a) Vista representativa de las probetas recubiertas, patrón que se repite desde la zona de fractura hasta aproximadamente 400 micras de de esta. b) Vista representativa de las probetas recubiertas, patrón que se repite después de aproximadamente 400 micras de la zona de fractura hasta un centenar de micras más.

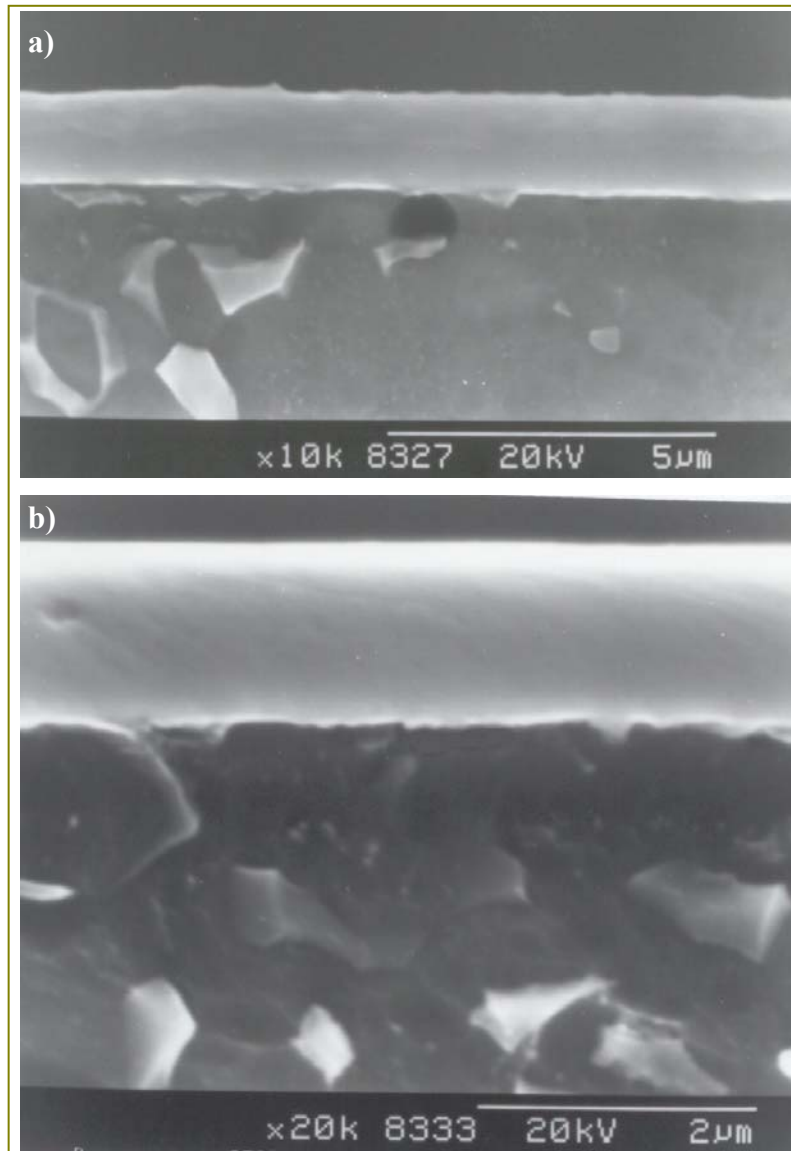


Fig. 3.18. a) Vista representativa de las probetas recubiertas, patrón que se repite después de aproximadamente 1mm de la zona de fractura hasta un centenar de micras más. b) Vista representativa de las probetas recubiertas, patrón que se repite después de aproximadamente 1 mm y un centenar de micras más.

El análisis de la secuencia de fotomicrografías desde la figura 3.15 a la 3.18, refleja un aspecto el cual está relacionado con la presencia de un gran número de grietas superficiales orientadas de forma paralela a la superficie de fractura, lo cual las define como grietas primarias que no alcanzaron un tamaño crítico que provocara la falla de la

pieza. Sin embargo esto puede sugerir que el sustrato no presenta irregularidades en la superficie que potencien esas zonas como puntos de nucleación de grietas por fatiga, mientras que el conjunto sustrato-recubrimiento si presenta dichas grietas, sugiriendo que el recubrimiento genera para el conjunto, zonas de nucleación de grietas de fatiga en la intercara.

Observando secuencialmente las figuras 3.15 a la 3.18, donde cada fotomicrografía se encuentra en una zona a la que se le asocia un esfuerzo de mayor a menor magnitud respectivamente en el orden nombrado, bien sea por el área transversal y/o por el momento flector asociado a la posición. Se deduce claramente que la grieta de fatiga se nuclea en la intercara y posteriormente avanza hacia el sustrato, por ser este un medio inmediato de menor resistencia al avance de ésta. Seguido de la propagación de la grieta de la intercara a través del recubrimiento hacia la superficie libre (ver figura 3.17 b)), donde están asociados los mayores esfuerzos; la grieta se desarrolla en el recubrimiento en sentido transversal a este, por lo que en apariencia las distintas capas del recubrimiento presentan un comportamiento similar.

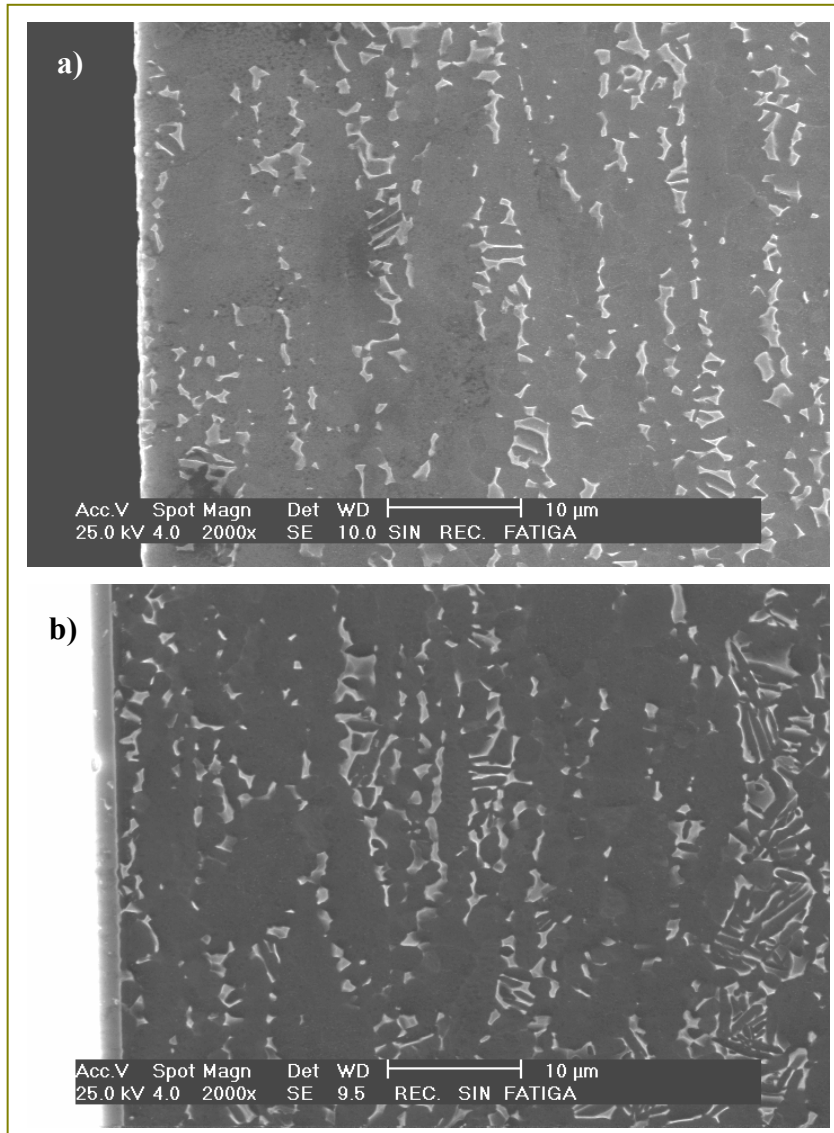


Fig. 3.19. a) Vista representativa de la interfase substrato-aire en probetas sin recubrir expuestas a condiciones de fatiga, patrón que se repite en toda la extensión de las probetas. b) Vista representativa de la interfase substrato-recubrimiento de probetas recubiertas sin fatigar, patrón que se repite en toda la extensión de las probetas.

CONCLUSIONES

En este capítulo se presentan las conclusiones más relevantes, como consecuencia del análisis y observación de los resultados del estudio en cuestión, las mismas están sustentadas en el capítulo *Resultados y Análisis*.

- La aplicación de una película de Balinit® Futura sobre probetas de una aleación de Ti-6Al-4V, produce una disminución de la resistencia a la fatiga con respecto al material base.
- De igual manera el límite de fatiga del material recubierto disminuyó con respecto al material sin recubrir.
- La disminución en la resistencia a la fatiga de las probetas recubiertas con respecto al material sin recubrir puede ser atribuida a la pérdida de propiedades mecánicas del sustrato durante el proceso de deposición y no al efecto producido por la película en el conjunto.
- Los poros y nódulos observados en la superficie de las probetas recubiertas son formas que actúan como concentradores de esfuerzos, propiciando la nucleación de grietas de fatiga (grietas primarias) en la interfase sustrato-recubrimiento en zonas cercanas a cada forma.
- Las propiedades estáticas para el conjunto sustrato-recubrimiento presentan un aumento de la resistencia a la fluencia y una disminución de la resistencia a la tracción, en relación al sustrato.
- De los resultados de dureza se evidencia claramente el cambio de propiedades que sufrió el sustrato durante el proceso de deposición, específicamente la pérdida de dureza.

RECOMENDACIONES

Establecer los parámetros necesarios, temperatura y tiempo, para someter en un horno de atmósfera controlada a probetas de fatiga de material de aleación Ti-6Al-4V, con la finalidad de reproducir las condiciones a las cuales estuvieron las probetas que fueron recubiertas en el reactor de Balzers México con un depósito de Balinit[®] Futura. Las condiciones antes mencionadas serán en un principio las más próximas a las condiciones suministradas por la empresa, las cuales no se toman como verdaderas ya que la información exacta es considerada *know-how* por ellos, a partir de esto se pueden experimentar varias condiciones hasta conseguir igualar las medidas de durezas, encontradas para el substrato que estuvo en el reactor y con éstas construir una curva S-N y compararla con la del mismo material recubierto con dicha película.

Comunicarse con representantes técnicos de Balzers, y manifestarles la inquietud de poder realizar deposición de Balinit[®] Futura en aleación de Ti-6Al-4V a temperaturas inferiores a las generalmente utilizadas por ellos, con la finalidad de no alterar la condición inicial en la cual son adquiridas comercialmente estas aleaciones y estudiar su comportamiento en fatiga.

Realizar el estudio de fatiga-corrosión de la aleación de Ti-6Al-4V recubierta con una película de Balinit[®] Futura, con la finalidad de estudiar el efecto de distintos ambientes corrosivos en los cuales son generalmente usadas las aleaciones de titanio. Así como el comportamiento en fatiga y fatiga-corrosión de la aleación de Ti-6Al-4V con la aplicación de distintos depósitos.

En cuanto a la caracterización de la película se podría sugerir algunas ideas en el sentido de ampliar los conocimientos sobre algunos aspectos de interés, que permitan explicar el desempeño en general de este tipo de recubrimiento, tal como el cálculo de los esfuerzos residuales presentes en la película.

REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- 1) DIETER., George. “Mechanical Metallurgy”. McGraw-Hill. Third Edition, 1986.
- 2) FORREST, P. G. “Fatiga de los Metales”. Ediciones Urmo. Bilbao, 1972.
- 3) ASTM Designation E606-92. “Standard Practice for Strain-Controlled Fatigue Testing”
- 4) ASTM Designation A370-97a. “Standard Test Methods and Definitions for Mechanical Testing of Steel Products”.
- 5) ASTM Designation E73 9-91. “Standard Practice for Statistical Analysis of Linear or Linearized Stress-Life (S-N) and Strain-Life (E -N) Fatigue Data”
- 6) ASM International, “ASM Handbook, Properties and Selection Nonferrous Alloys and Special-Purpose Materials”, Vol. 2, Materials Information Society, 1996.
- 7) ASM International, “ASM Handbook, Surface Engineering”, Vol. 5, Materials Information Society, 1996.
- 8) ASM International, “ASM Handbook, Mechanical Testing”, Vol. 8, Materials Information Society, 1996.
- 9) ASM International, “ASM Handbook, Materials Characterization”, Vol. 10, Materials Information Society, 1996.
- 10) ASM International, “ASM Handbook, Fatigue and Fracture”, Vol. 19, Materials Information Society, 1996.
- 11) Pablo Galeno Peña (2001). Universidad Tecnológica de Pereira (Colombia), “Foro UTP sobre materiales No ferrosos”. <http://www.utp.edu.co>.
- 12) CNEA, CAC, JICA, “Procesamiento de Materiales por Plasma”; cuarto curso Latinoamericano; 2001.
- 13) ASM, “Growth and Growth-Related Properties of Films Formed by Physical Vapor Deposition”, Lubrication, Friction and Wear Technology, V. 18.
- 14) GROOVER, Mikell, “Fundamentos de Manufactura Moderna”, Primera Edición.



- 15) ASM, "Ion Plating"; Surface Engineering, V. 5.
- 16) Tatsuya Matsue, et al; "Residual Stress in TiN film deposited by arc Ion Plating",
Thin Solid Films, Elseiver.
- 17) H.J. Kolkman, Surface and coating technology, V 72, 1995.
- 18) Larsson, et al., Surface and Coating Technology, 15, 1999
- 19) K. Nakajima, Materials Science and Engineering, A243, 1998.
- 20) Wilson, et al, Surface and Coating Technology, 62, 1993
- 21) W. Wu, et al, Plating and Finishig, April, 1995.