

**TRABAJO ESPECIAL DE GRADO**

**ESTUDIO DEL COMPORTAMIENTO A LA FATIGA A  
CORROSIÓN DE UN ACERO ESTRUCTURAL  
RECUBIERTO POR UNA PELICULA PSEUDO CERAMICA  
OBTENIDA POR UN PROCESO DE DEPOSICIÓN FÍSICA  
EN FASE VAPOR ASISTIDO POR PLASMA**

Presentado Ante La Ilustre  
Universidad Central De Venezuela

Por los Bachilleres:

**García M., Fabian A.**

**Pérez F., Eduardo O.**

Para optar al título de

Ingeniero Mecánico

Caracas, 2009

## **TRABAJO ESPECIAL DE GRADO**

# **ESTUDIO DEL COMPORTAMIENTO A LA FATIGA A CORROSIÓN DE UN ACERO ESTRUCTURAL RECUBIERTO POR UNA PELICULA PSEUDO CERAMICA OBTENIDA POR UN PROCESO DE DEPOSICIÓN FÍSICA EN FASE VAPOR ASISTIDO POR PLASMA**

TUTOR ACADÉMICO: Prof. Eli Saúl Puchi Cabrera

Presentado Ante La Ilustre  
Universidad Central De Venezuela

Por los Bachilleres:

**García M., Fabian A.**

**Pérez F., Eduardo O.**

Para optar al título de  
Ingeniero Mecánico

Caracas, 2009



UNIVERSIDAD CENTRAL DE VENEZUELA  
FACULTAD DE INGENIERIA  
ESCUELA DE INGENIERIA MECANICA  
**DEPARTAMENTO DE TECNOLOGÍA DE PRODUCCIÓN**

Caracas, 06 de noviembre de 2.009

**ACTA**

Los abajo firmantes, Miembros del Jurado Examinador designado por el Consejo de Escuela de Ingeniería Mecánica para evaluar el Trabajo Especial de Grado presentado por los bachilleres:

**FABIAN GARCÍA y EDUARDO PÉREZ**

**Titulado:**

**“ESTUDIO DEL COMPORTAMIENTO A LA FATIGA A  
CORROSIÓN DE UN ACERO ESTRUCTURAL RECUBIERTO POR  
UNA PELÍCULA PSEUDO CERÁMICA OBTENIDA POR UN  
PROCESO DE DEPOSICIÓN FÍSICA EN FASE VAPOR ASISTIDO  
POR PLASMA”**

Consideran que el mismo cumple con los requisitos exigidos por el Plan de Estudios conducente al Título de Ingeniero Mecánico

  
Prof. José Chitty  
Jurado



  
Prof. Crisanto Villalobos  
Tutor

  
Prof. María de los A. Rodríguez  
Jurado



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



Caracas, 06 de noviembre de 2.009

**Prof. GERARDO RAMÍREZ**  
Jefe de la División de Control de Estudios  
Facultad de Ingeniería

Presente.-

Quienes suscriben, Miembros del Jurado Examinador designado por el Consejo de la Escuela de Ingeniería Mecánica, nos dirigimos a usted con la finalidad de informarle que hemos decidido otorgarle a los Bachilleres:

**FABIAN GARCÍA C.I.V. 17.268.771 y EDUARDO PEREZ C.I.V.- 14.203.705.**

## **MENCIÓN HONORÍFICA**

Por la excelencia demostrada en la realización del Trabajo Especial de Grado titulado:

**“ESTUDIO DEL COMPORTAMIENTO A LA FATIGA A CORROSIÓN DE UN ACERO ESTRUCTURAL RECUBIERTO POR UNA PELÍCULA PSEUDO CERÁMICA OBTENIDA POR UN PROCESO DE DEPOSICIÓN FÍSICA EN FASE VAPOR ASISTIDO POR PLASMA”**

Sin otro particular a que hacer referencia, quedamos de usted,

**Prof. José Chitty**  
Jurado



**Prof. Crisanto Villalobos**  
Tutor

**Prof. María de los A. Rodríguez**  
Jurado

**“Hacia el 50º Aniversario del 21 de noviembre de 1957, Día del Estudiante”**

## **DEDICATORIA**

*A Dios, por ser el guía en el camino de la vida.*

*A mis Padres, por todo el apoyo recibido  
a lo largo de esta y todas las etapas de mi vida.*

*A mi Hermano por estar siempre  
presente en cada momento.*

*A mi sobrinito por ser simplemente como es.*

*A todos mis verdaderos amigos por estar siempre  
en el momento y lugar correcto.*

**Eduardo O. Pérez F**

## **DEDICATORIA**

*A Dios, por iluminarme el camino.*

*A mis Padres, por los valores inculcados que  
me han permitido ser quien soy ahora.*

*A mis hermanos, por ser mi compañía y  
brindarme su apoyo y comprensión.*

*A todas aquellas personas especiales en  
mi vida, que de una manera u otra  
contribuyeron para culminar esta etapa de mi vida.*

***Fabian A., García, M.***

## **AGRADECIMIENTOS**

A la Universidad Central de Venezuela, por brindarnos la oportunidad de ser parte de ella, sintiéndonos orgullosos de ser ahora y siempre UCEVISTAS.

A nuestros padres por servirnos de guía en todo momento, aconsejándonos y orientándonos para evitar que eligiéramos un rumbo equivocado.

A nuestros hermanos que de una o u otra manera sin importar su edad nos han servido de guía y ejemplo para superar los obstáculos que se nos presentaron.

A nuestro tutor, Profesor Elí Saúl Puchi Cabrera, por su cordialidad y su gran vocación para ayudarnos en todo momento a la realización de este trabajo especial de grado.

A Crisanto Villalobos nuestro profesor y amigo por su gran disposición para ayudarnos en momentos claves del desarrollo de esta investigación.

A la Profa. Sonia Camero, directora de la Escuela de Ingeniería Metalúrgica y Ciencia de los Materiales, así como también a los profesores Edwain Carrasquero, José Gregorio La Barbera, Engels Ochoa y a la Ing Ángela Castro, por su buen trato cada momento que necesitábamos alguna ayuda de su parte. Así como también a los integrantes del Laboratorio de

Microscopia Electrónica a la Ing Gelym Mejias y al Microscopista Samuel García. A todos ellos, Muchas Gracias.

Al Prof. Edoardo Bemporad y a todos los integrantes del equipo del Laboratorio Interdepartamental de Microscopía Electrónica de la Univesitá Degli Studi Roma TRE, por la asistencia técnica brindada, aportando resultados de manera conjunta a este trabajo de investigación.

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

A todos nuestros compañeros y amigos que siempre estuvieron presentes apoyándonos y ayudándonos a lo largo de nuestra vida universitaria y que aun culminado este capítulo, lo seguirán haciendo.



García M., Fabian A. y Pérez F., Eduardo O.

**ESTUDIO DEL COMPORTAMIENTO A LA FATIGA CORROSIÓN DE UN ACERO ESTRUCTURAL RECUBIERTO POR UNA PELÍCULA PSEUDO CERÁMICA OBTENIDA POR UN PROCESO DE DEPOSICIÓN FÍSICA EN FASE VAPOR ASISTIDO POR PLASMA.**

**Tutor Académico: Prof. Eli Saúl Puchi-Cabrera. Caracas, U. C. V. Facultad de Ingeniería, Escuela de Ingeniería Mecánica. 2009.**

Palabras claves: FATIGA CORROSIÓN, RECUBRIMIENTO, PAPVD, BALINIT® HELICA.

**Resumen:** En el presente trabajo se evaluó el comportamiento a la fatiga corrosión de un acero AISI 4340 recubierto por una película pseudo cerámica de nombre comercial Balinit® Helica (AlCrN), depositada por medio de la técnica de deposición física en fase vapor asistida por plasma (PAPVD). La dureza del recubrimiento se determinó a partir de ensayos de microindentación realizados en la superficie de las muestras recubiertas, empleando discos de acero de herramienta AISI H13. Para la evaluación de las propiedades mecánicas estáticas del material se mecanizaron muestras de acuerdo a la norma ASTM A-370. A través de ensayos de tracción se determinó el esfuerzo de fluencia, esfuerzo real a carga máxima y porcentaje de reducción de área. Los ensayos de fatiga se llevaron a cabo en condiciones de flexión rotativa, empleando muestras del sustrato recubierto y sin recubrir. Para lograr este propósito, se mecanizaron 37 probetas según la norma E-606. El medio corrosivo empleado fue una solución acuosa de NaCl al 3% y los ensayos se realizaron a esfuerzos alternantes máximos en el intervalo de 180 a 574 MPa, dependiendo de la condición del material. La variación del máximo esfuerzo alternante con el número de ciclos a falla se describió por medio de la ecuación de Basquin. Finalmente se realizó un análisis mediante técnicas de microscopía electrónica de barrido (MEB) a algunas muestras selectas, ensayadas a los esfuerzos alternantes extremos. El estudio ha podido corroborar que las grietas de fatiga se forman en la superficie libre del recubrimiento y posteriormente se transfieren al sustrato. La presencia de la película da lugar a un incremento en la vida a la fatiga corrosión del sustrato, del orden de 64 a 84%, siendo el mayor incremento porcentual para el menor nivel de esfuerzo. Estos resultados sugieren que la película depositada posee una elevada resistencia frente a la corrosión.

García M., Fabian A. y Pérez F., Eduardo O.

**A STUDY ON THE CORROSION FATIGUE BEHAVIOR OF A  
STRUCTURAL STEEL COATED WITH A PSEUDO CERAMIC FILM  
DEPOSITED BY PLASMA ASSISTED PHYSICAL VAPOR  
DEPOSITION.**

**Tutor Acad: Prof. Eli Saúl Puchi-Cabrera. Caracas, Universidad Central  
de Venezuela Faculty of Engineering, School of Mechanical Engineering.  
2009.**

**Keywords:** CORROSION FATIGUE, COATINGS, PAPVD, BALINIT®  
HELICA.

**Abstract:** The present work has been carried out in order to study the corrosion fatigue behavior of an AISI 4340 steel substrate coated with a pseudo ceramic film known commercially as Balinit® Helica (AlCrN). Such a film has been deposited by means of plasma assisted physical vapor deposition (PAPVD). The coating hardness has been determined by means of microindentation tests conducted on the surface of coated AISI H13 specimen discs. For the evaluation of the static mechanical properties of the material, a number of tensile samples were machined according to the ASTM A-370 standard. Tensile tests allowed the determination of the flow stress, ultimate tensile flow stress and ductility. Fatigue tests were carried out under rotating bending conditions employing samples of the uncoated and coated substrate. For this purpose, 37 fatigue specimens were machined according to the E-606 standard. The tests were conducted in a 3 wt% NaCl solution at maximum alternating stresses in the range of 180-574 MPa, depending on the material condition. The change in the maximum alternating stress with the number of cycles to fracture has been described by means of the relationship earlier advanced by Basquin. Finally, an analysis of the fracture surface of some selected samples tested at the maximum and minimum stresses was carried out, employing scanning electron microscopy (SEM) techniques. Such a study allowed the corroboration that fatigue cracks initiate at the free surface of the coating, which subsequently propagate to the substrate. It has been shown that the presence of the coating gives rise to an increase in the corrosion-fatigue resistance of the substrate, in the range of 64-84%, more pronounced at lower alternating stresses, which suggests that the coating has a high corrosion resistance.

## INDICE GENERAL

INTRODUCCIÓN	1
OBJETIVOS	4
CAPÍTULO I	
1 Marco Teórico	5
1.1 Acero	5
1.1.1 Introducción al Acero	5
1.1.2 Clasificación del Acero	5
1.1.3 Acero AISI 4340	6
1.2 Tratamientos Térmicos	8
1.3 Técnicas de Deposición	10
1.3.1 Procesamiento por Plasma	11
1.3.2 Ventajas del Procesamiento por Plasma	12
1.3.3 Técnicas de Procesamiento por Plasma	13
1.3.4 Deposición Física en Fase Vapor Asistida por Plasma	13
1.4 Balinit® Helica	14
1.4.1 Aplicaciones del Balinit® Helica	17
1.5 Fatiga	18
1.5.1 Fatiga de los Metales	18
1.5.2 Tipos de Esfuerzo de Fatiga	19
1.5.3 Etapas en el Proceso de Fatiga	21
1.5.4 Teorías sobre la Fatiga	21
1.5.5 Fatiga-Corrosión	23
1.5.6 Vida a la Fatiga	24
1.5.7 Resistencia a la Fatiga	26

1.6 Curva de Wöhler.....	26
1.7 Investigaciones Realizadas Anteriormente.....	28

## CAPÍTULO II.

2 Metodología Experimental.....	32
2.1 Diagrama de Flujo Descriptivo del Procedimiento Experimental.....	33
2.2 Ensayos Realizados en la Universidad Central de Venezuela.....	34
2.2.1 Preparación de las Probetas.....	34
2.2.2 Deposición del Recubrimiento.....	38
2.2.3 Ensayo de Tracción.....	40
2.2.4 Ensayo de Dureza.....	43
2.2.5 Análisis de la Rugosidad.....	47
2.2.6 Ensayo de Fatiga-Corrosión.....	49
2.2.7 Ensayo de Calota Esférica.....	54
2.2.8 Estudio Fractográfico.....	57
2.2.9 Microscopia Electrónica de Barrido (MEB).....	60
2.3 Ensayos Realizados en el Instituto de Ciencia y Tecnología de Materiales de la Universitá Degli Studi de Roma Tre.....	61
2.3.1 Preparación de las Muestras.....	62
2.3.2 Análisis de Defectos a Través de la Microscopía Óptica.....	62
2.3.3 Ensayo de Microidentación.....	63
2.3.4 Ensayos de Nanoindentación.....	63
2.3.5 Observación FIB/SEM.....	63
2.3.6 Composición Química.....	64

2.3.7 Cálculo de los Esfuerzos Residuales por medio de la Técnica de Fresado Iónico.....	65
--	----

### CAPÍTULO III

3 Resultados y Análisis de Resultados.....	66
3.1 Ensayos Realizados en la Universidad Central de Venezuela.....	66
3.1.2 Análisis de Rugosidad.....	66
3.1.3 Ensayos de Dureza.....	68
3.1.3.1 Prueba de Calotest.....	68
3.1.3.2 Ensayo de Microindentación.....	70
3.1.4 Ensayo de Tracción.....	73
3.1.5 Ensayo de Fatiga-Corrosión.....	75
3.2 Ensayos Realizados en el Instituto de Ciencia y Tecnología de Materiales de la Universitá Degli Studi Roma TRE.....	82
3.2.1 Analisis de Defectos a través de la Microscopía Óptica.....	82
3.2.2 Observación FIB/SEM.....	86
3.2.2.1 Medición del Espesor y Analisis Microestructural.....	86
3.2.2.2 Observación FIB de las Muestras de Fatiga.....	88
3.2.3 Observación SEM-EDS.....	89
3.2.4 Observación Tem.....	91
3.2.5 Cálculo de los Esfuerzos Residuales por medio de la Técnica del Horadación (“Hole Drilling”).....	92
3.2.6 Ensayos de Dureza.....	95
3.2.6.1 Ensayo de Nanoindentación.....	95
3.2.6.2 Ensayo de Microindentación.....	98

CAPÍTULO IV

4 Análisis Fractografico .....103

CONCLUSIONES .....118

RECOMENDACIONES .....120

BIBLIOGRAFIA .....121

## INDICE DE FIGURAS

### CAPITULO I

Figura 1.1. Diagrama de Procesamiento por la Técnica PAPVD.....	14
Figura 1.2. Desgaste del Filo de Corte. (a) TiAlN, (b) Balinit® Helica....	18
Figura 1.3. Tipos de Esfuerzos de Fatiga.....	19
Figura 1.4. Curva S-N Típica de Algunos Materiales.....	27

### CAPITULO II

Figura 2.1. Diagrama de las Probetas para Ensayos de Tracción según la Norma ASTM A 370.....	34
Figura 2.2. Diagrama de las Probetas para Ensayos de Fatiga en Flexión Rotativa según la Norma ASTM E 606.....	35
Figura 2.3. Probeta para Ensayos de Fatiga en Flexión Rotativa según la Norma ASTM E 606.....	35
Figura 2.4. Torno marca Myford con plato de mordaza Graduable.....	36
Figura 2.5. Dimensiones de Probeta para Ensayos de Dureza.....	37
Figura 2.6. Pulidora-Lijadora de Velocidad variable Metaserv 3000 Marca Buehler.....	38
Figura 2.7. Probeta de Acero AISI 4340 recubierta con Balinit Helica.....	39
Figura 2.8. Dos Probetas de Acero AISI 4340 recubiertas con Balinit Helica y una (inferior) sin recubrir. Se puede ver la Diferencia de Color una vez Depositado el Recubrimiento.....	39
Figura 2.9. Máquina para Ensayos Mecánicos marca Shimadzu, modelo AG-IS.....	40

Figura 2.10. Panel de Control Digital de la Máquina de Ensayos marca Shimadzu, modelo AG-IS.....	41
Figura 2.11. Máquina de Ensayos de Dureza, marca Testwell, modelo FLC 50V.....	43
Figura 2.12. Indentador de Dureza Vickers.....	44
Figura 2.13. Diagrama de Celdas de Huella dejadas por el Indentador Durante la aplicación de las Cargas.....	45
Figura 2.14. Equipo de Perfilometría, marca Zygo, modelo New View 200.....	49
Figura 2.15. Máquina de Flexión Rotativa marca Fatigue Dynamins modelo RBF-200.....	49
Figura 2.16. Máquina de Flexión Rotativa con dispositivo para Ensayos en Ambiente Corrosivo.....	52
Figura 2.17. Cápsula para Ensayos en Ambiente Corrosivo acoplada a Máquina de Flexión Rotativa.....	53
Figura 2.18. Máquina para Ensayos de Calotest.....	55
Figura 2.19. Se observan las 3 Huellas realizadas en el Ensayo de Calota Esférica.....	56
Figura 2.20. Esquema del Ensayo de Calota Esferica.....	56
Figura 2.21. Cortadora de Disco Abrasivo marca Buehler modelo Samplmet 2.....	58
Figura 2.22. Tipos de Corte realizados en las Probetas de Fatiga.....	58
Figura 2.23. Cortadora de Baja Velocidad, marca Buehler, modelo Isomet Low Speed Saw.....	59
Figura 2.24. Embutidora Prestospress, marca Struers con Sistema de Refrigeración.....	59
Figura 2.25. Equipo de Microscopía Electrónica de Barrido, marca Hitachi, modelo S-24000.....	61



### CAPITULO III

Figura 3.1. Representación Grafica de un Area de Medición de Rugosidad del Acero AISI 4340 sin recubrir.....	67
Figura 3.2. Representación Grafica de un Area de Medición de Rugosidad del Acero AISI 4340 recubierto con Balinit® Helica .....	68
Figura 3.3. Espesor del Recubrimiento Balinit® Helica observada en el MEB .....	69
Figura 3.4. Modelo de Koursunsky et al. <sup>[19]</sup> y Puchi Cabrera <sup>[20]</sup> para la determinación de la Dureza Compuesta.....	72
Figura 3.5. Curva Esfuerzo Real vs Deformación Real de un Acero AISI 4340 recubierto con Balinit® Helica.....	74
Figura 3.6. Densidad de Probabilidad para una Distribución Normal de los Ensayos de Fatiga-Corrosión un Acero AISI 4340 recubierto con Balinit® Helica.....	78
Figura 3.7. Resistencia a la Fatiga del Acero AISI 4340 y AISI 4340 recubierto con Balinit® Helica, Ensayos Fatiga Corrosión.....	79
Figura 3.8. Porcentaje de Incremento en la Vida a la Fatiga Corrosión del Acero AISI 4340 recubierto con Balinit® Helica, con respecto al Acero AISI 4340.....	81
Figura 3.9. Ilustra gráficamente la Cantidad de Defectos vs. Clase de Defecto .....	84
Figura 3.10. Ilustra gráficamente el Area Media de Defecto por Clase vs. Clase de Defecto.....	84
Figura 3.11. Ilustra gráficamente el Factor de Forma Medio vs. Clase de Defecto .....	85
Figura 3.12. Observación de los Defectos Superficiales a través de la Microscopía Óptica de Barrido.....	86

Figura 3.13. Observación después de realizar el Microcorte por medio de FIB.....	87
Figura 3.14. Partículas sin reaccionar presentes en el Recubrimiento.....	88
Figura 3.15. Medición del Espesor de Recubrimiento en el Borde y en el Centro de la Muestra.....	88
Figura 3.16. Medición del Espesor en el Borde y en el Centro de la Muestra.....	89
Figura 3.17. Perfil de la Composición Obtenida en la Sección.....	90
Figura 3.18. Observación TEM del Recubrimiento.....	92
Figura 3.19. Análisis de la Curva de relajación de Deformación en Función de la Profundidad de Fresado.....	93
Figura 3.20. Vista del Patrón de Fresado para el Cálculo del Esfuerzo Residual.....	94
Figura 3.21. Módulo Elástico vs Desplazamiento dentro de la Superficie, después de la Evaluación Estadística de los Datos.....	96
Figura 3.22. Dureza vs Carga en la Muestra.....	96
Figura 3.23. Dureza vs Desplazamiento dentro de la Superficie después de la Evaluación Estadística de los Datos.....	97
Figura 3.24. Modelo de Thomas para el Cálculo de la Dureza Absoluta del Sustrato.....	99
Figura 3.25. Curva de Dureza vs RID. Modelo de Koursunsky et al <sup>[11]</sup> .....	100
Figura 3.26. Curva de Dureza vs RID. Modelo de Puchi – Cabrera <sup>[26]</sup> .....	101

#### CAPITULO IV

Figura 4.1. Tracción AISI 4340 + Balinit® Helica.....	104
Figura 4.2. Tracción AISI 4340 + Balinit® Helica.....	104

Figura 4.3. Fatiga-Corrosión AISI 4340 + Balinit® Helica S=574 MPa, nf= 97300 .....	105
Figura 4.4. Fatiga-Corrosión AISI 4340 + Balinit® Helica S=574 MPa, nf= 97300 .....	106
Figura 4.5. Fatiga-Corrosión AISI 4340 + Balinit® Helica S=574 MPa, nf= 97300 .....	107
Figura 4.6. Fatiga-Corrosión AISI 4340 + Balinit® Helica S=574 MPa, nf= 97300 .....	108
Figura 4.7. Fatiga-Corrosión AISI 4340 + Balinit® Helica S=574 MPa, nf= 97300 .....	109
Figura 4.8. Fatiga-Corrosión AISI 4340 + Balinit® Helica S=240 MPa, nf= 1280000 .....	110
Figura 4.9. Fatiga-Corrosión AISI 4340 + Balinit® Helica S=240 MPa, nf= 1280000 .....	111
Figura 4.10 Fatiga-Corrosión AISI 4340 + Balinit® Helica S=240 MPa, nf= 1280000 .....	112
Figura 4.11. Fatiga-Corrosión AISI 4340 + Balinit® Helica S=240 MPa, nf= 1280000 .....	113
Figura 4.12. Fatiga-Corrosión AISI 4340 + Balinit® Helica S=240 MPa, nf= 1280000 .....	114
Figura 4.13. Fatiga-Corrosión AISI 4340, S=465 MPa, nf= 102800 .....	115
Figura 4.14. Fatiga-Corrosión AISI 4340, S=180 MPa, nf= 1249400 .....	116

## INDICE DE TABLAS

### CAPITULO I

Tabla 1.1. Composición química del acero AISI 4340 % en peso.....	7
Tabla 1.2. Propiedades mecánicas del acero AISI 4340.....	8
Tabla1.3. Temperatura de aplicación de los tratamientos térmicos para un acero AISI 4340.....	10
Tabla 1.4. Características del recubrimiento Balinit® Helica.....	15
Tabla 1.5. Tabla comparativa de recubrimientos duros.....	16

### CAPITULO II

Tabla 2.1. Composición química del acero AISI 4340 en % en peso.....	34
Tabla 2.2. Composición química del acero AISI H13 en % en peso.....	37
Tabla 2.3. Modelos Korsunsky et al. <sup>[11]</sup> y de Puchi-Cabrera <sup>[26]</sup> para la determinación de la dureza compuesta.....	45
Tabla 2.4. Modelo de Thomas <sup>[29]</sup> para el cálculo de la dureza absoluta del sustrato.....	46

### CAPITULO III

Tabla 3.1. Análisis de rugosidad de probetas de acero AISI 4340 sin recubrir y recubiertas.....	67
Tabla 3.2. Espesores de recubrimiento obtenidos del ensayo de calotest.....	70
Tabla 3.3. Valores de dureza obtenidos luego del barrido de cargas.....	71
Tabla 3.4. Resultados de los modelos de Koursunsky <sup>[11]</sup> y Puchi-Cabrera <sup>[26]</sup> para el cálculo de la dureza absoluta del recubrimiento.....	73
Tabla 3.5. Valores de esfuerzo de fluencia, esfuerzo máximo reales y % de reducción de área obtenidos del ensayo de tracción.....	75
Tabla 3.6. Resultados ensayos fatiga corrosión del acero AISI 4340.....	76

Tabla 3.7. Resultados ensayos fatiga corrosión del acero AISI 4340 recubierto con Balinit® Helica.....	77
Tabla 3.8. Parámetros de basquin AISI 4340 .....	80
Tabla 3.9. Parámetros de basquin AISI 4340 + Balinit ® Helica.....	80
Tabla 3.10. Clasificación del análisis de defectos a través de la microscopía óptica.....	83
Tabla 3.11. Resultados de la técnica de nanoindentación.....	95
Tabla 3.12. Barrido de carga de un acero AISI 4340 recubierto con Balinit® Helica.....	98
Tabla 3.13. Dureza absoluta del recubrimiento.....	101

## INTRODUCCIÓN

Un área de gran importancia en el campo de la ingeniería mecánica es el diseño de piezas o componentes los cuales deben poseer una serie de características para su buen desempeño en las diversas operaciones para las que han sido fabricados, a fin de evitar que los esfuerzos a que se encuentran sometidos causen deformaciones, fisuras o desgaste superficial. Con el propósito de mejorar este desempeño, se ha optado por diseñar piezas con materiales como el acero aleado, el cual al contener elementos agregados tales como Cr, Mn, Mo y Ni, cambian las propiedades mecánicas, físicas y químicas del metal, adecuándolo así a las características específicas que el diseño requiera. Asimismo, se ha optado más recientemente por el diseño y elaboración de piezas en materiales compuestos como la fibra de carbono, material no metálico, termoestable y con una gran resistencia mecánica, pero su elevado valor de producción lo hace poco rentable si se trata de fabricar elementos mecánicos en grandes cantidades. Otra técnica, con la cual se han mejorado las propiedades superficiales de las piezas es el uso de recubrimientos, los cuales aportan a la superficie de dichas piezas otras propiedades difícilmente alcanzables de otra forma.

La filosofía de los recubrimientos es aprovechar eficientemente el material base de fabricación de la pieza, incorporando a la superficie una mayor resistencia al desgaste, menor coeficiente de fricción y mayor estabilidad química, implicando ello mayor resistencia a la corrosión y menos reactividad. Debido a esto, la ingeniería está en una constante búsqueda de nuevas tecnologías para mejorar dichas características y una de estas es el proceso así denominado “plasma assisted physical vapor deposition” (PAPVD) o deposición física en fase vapor asistida por plasma, el cual ha comenzado a ser

un método importante para depositar recubrimientos funcionales. Esto se debe a que recientemente se han introducido las modificaciones necesarias en el proceso para proveer beneficios tales como: buena adhesión, control de la estructura y posibilidad de depositar a bajas temperaturas. Entre las ventajas que posee este proceso está la posibilidad de depositar compuestos de aleaciones, estructuras multicapas y de variar las características del recubrimiento continuamente a través de la película, dando el concepto de un recubrimiento graduado funcionalmente.

Las películas pueden ser metálicas o cerámicas y el sustrato es generalmente un material duro y rígido. El intervalo de espesores de los recubrimientos es muy amplio y va desde 100 nm a varias micras.

Lo que ha motivado la realización de este Trabajo Especial de Grado es el interés de innovar y utilizar mejores materiales, sin que esto signifique un elevado costo en la producción de piezas y por consiguiente un aumento en los costos de producción.

La idea de recubrir ciertos materiales con una película tiene numerosas aplicaciones tecnológicas (herramientas de corte, ejes y árboles, barreras de protección térmica, restauraciones dentales, discos duros, etc.). En éstas y en otras aplicaciones las estructuras están sometidas a tensiones de contacto elevadas, generalmente limitadas a pequeñas regiones.

El presente Trabajo fue realizado en conjunto con investigadores de la Università Degli Studi Roma TRE y consistió en el estudio del comportamiento a la fatiga corrosión de un acero estructural de tipo AISI 4340 recubierto con una película pseudo cerámica obtenida por un proceso PAPVD que lleva por nombre comercial BALINIT® HELICA, el cual es un compuesto basado en AlCrN.

Para llevar a cabo dicho estudio, se realizaron ensayos de fatiga bajo ambiente corrosivo en una solución acuosa de NaCl al 3%. Los mismos fueron llevados a cabo tanto para el material recubierto como para el sustrato sin recubrir, para así tener un patrón de comparación.

Finalmente se realizó un estudio fractográfico para examinar con detalle la superficie de fractura de algunas muestras, microestructura, sitios de formación de grietas y estructura multicapa del recubrimiento.



## **OBJETIVOS**

### **OBJETIVO GENERAL**

Estudio del comportamiento a la fatiga a corrosión de un acero estructural de tipo AISI 4340 templado y revenido recubierto por una película nano estructural de denominación comercial Balinit® Helica, obtenida por un proceso de Deposición Física en Fase Vapor Asistido por Plasma (PAPVD).

### **OBJETIVOS ESPECÍFICOS**

- Caracterización preliminar del conjunto y el material base con respecto a su superficie.
- Evaluación del conjunto sustrato recubrimiento bajo condiciones de cargas monotónicas.
- Evaluación del comportamiento del conjunto sustrato-recubrimiento en fatiga corrosión tomando en cuenta la aplicación del modelo propuesto por Basquin.
- Análisis fractográfico de la superficie de fractura del conjunto y evaluar el efecto de la película en los mecanismos de fractura.

## CAPITULO I

### MARCO TEÓRICO

#### 1.1. ACERO

##### 1.1.1. INTRODUCCIÓN AL ACERO

Se entiende por acero a una aleación de hierro-carbono donde el carbono no supera el 2,1% del peso de la composición de la aleación, alcanzando normalmente porcentajes entre el 0,2% y 0,3%. Se caracteriza por su gran resistencia, contrariamente a lo que ocurre con el hierro. Un 92% de todo el acero es simple acero al carbono; el resto es acero aleado: aleaciones de hierro con carbono y otros elementos tales como, níquel, cromo, molibdeno y vanadio, etc.

El carbono es el material que tiene mayor efecto en las propiedades del acero. La dureza y resistencia aumentan a medida que el porcentaje de carbono se eleva, pero lamentablemente el acero resultante es más frágil y su soldabilidad disminuye considerablemente. Una menor cantidad de carbono hace al acero más suave y dúctil, pero también menos resistente mecánicamente. La adición de elementos tales como cromo, níquel, molibdeno, etc., produce aceros considerablemente más resistentes.

##### 1.1.2. CLASIFICACIÓN DEL ACERO

Los diferentes tipos de aceros se agrupan en cinco clases principales: aceros al carbono, aleados, de baja aleación, alta resistencia e inoxidables.

- **Aceros al carbono:** más del 90% de todos los aceros corresponden a esta clasificación. Estos aceros contienen diversas cantidades de carbono y menos de 1,65% de manganeso, 0,60% de silicio y 0,60% de cobre.

- **Aceros Aleados:** Estos aceros contienen una proporción determinada de vanadio, molibdeno y otros elementos, además de cantidades mayores de manganeso, silicio y cobre que los aceros al carbono normales.
- **Aceros de baja aleación de alta resistencia:** Los aceros de baja aleación, contienen cantidades menores de los costosos elementos de aleación.
- **Aceros Inoxidables:** Los aceros inoxidables contienen cromo, níquel y otros elementos de aleación, que aumentan su resistencia a la oxidación a pesar de la acción de la humedad o de ácidos y gases corrosivos. Algunos aceros inoxidables son muy duros; otros son muy resistentes y mantienen esa resistencia durante largos períodos a temperaturas extremas.

### 1.1.3. ACERO AISI 4340

Según el American Iron and Steel Institute (AISI) la primera cifra de la designación AISI 4340 indica el tipo de acero (elemento de la aleación principal), el segundo dígito indica el porcentaje (%) en peso aproximado del elemento de aleación principal y los dos últimos dígitos proporcionan el contenido medio en carbono en porcentaje en peso (%)<sup>[8]</sup>.

El acero AISI 4340 es de baja aleación; estos aceros son aleaciones hierro-carbono con elementos aleantes adicionales en cantidades totales menores al 5% en peso, con el fin de mejorar las propiedades mecánicas y además compararlas con respecto a otros aceros no aleados para una tarea en específico. Entre estas propiedades se encuentran la resistencia, dureza en frío y en caliente, resistencia al desgaste y tenacidad.

Los elementos más comunes presentes en el acero AISI 4340 son el Níquel, el Cromo y El Molibdeno. Algunos de los efectos principales que ejerce cada uno de estos elementos se describen a continuación:

- **Níquel (Ni):** La adición de este elemento, mejora la resistencia y tenacidad, incrementa la templabilidad pero no tanto como los otros elementos de aleación.
- **Cromo (Cr):** Su presencia mejora la resistencia, dureza en frío y en caliente y resistencia al desgaste. Tiene gran importancia en el incremento de la templabilidad. Mejora significativamente la resistencia a la corrosión.
- **Molibdeno (Mo):** Elemento que aumenta la tenacidad, dureza en caliente y la resistencia a la fluencia lenta (“creep”). También mejora la templabilidad y junto al carbono forma carburos que proporcionan mayor resistencia al desgaste.

En la tabla 1.1, se muestra la composición química del acero AISI 4340, en porcentaje en peso, teniendo en cuenta que los porcentajes de los elementos, Fosforo (P), Silicio (S) y Cobre (Cu), se encuentran presentes como impurezas del acero.

Tabla 1.1. Composición química del acero AISI 4340 % en peso.

COMPOSICIÓN QUÍMICA ACERO AISI 4340 % EN PESO								
C	Cr	Ni	Mn	Mo	Si	P	S	Cu
0.38-0.43	0.7-0.9	1.65-2.0	0.6-0.8	0.2-0.3	0.15-0.35	0.009	0.002	0.093

El acero AISI 4340 combina la capacidad de resistencia a la penetración, con alta ductilidad, tenacidad y resistencia. Este material posee alta resistencia a la fatiga, es comúnmente empleado en condiciones severas de servicio y donde se requieren secciones de alta resistencia mecánica [15].

Tabla 1.2. Propiedades mecánicas del acero AISI 4340.

PROPIEDADES MECÁNICAS DEL ACERO AISI 4340.					
Estado de Suministro	Resistencia a la tracción [Kg/mm <sup>2</sup> ]	Límite Elástico [Kg/mm <sup>2</sup> ]	Porcentaje Alargamiento [%]	Reducción de área. [%]	Dureza Brinell [HB]
Laminado	65/75	45	20	50	210/240
Calibrado	75/85	65	10	30	240/260
Temple y revenido	90/110	80	16	45	260/320

En la tabla 1.2 se observan las propiedades mecánicas del acero AISI 4340, dependiendo del estado de suministro; en ella encontramos la resistencia a la tracción, límite elástico, porcentaje de alargamiento, porcentaje de reducción de área y la dureza Brinell característica de cada estado.

## 1.2. TRATAMIENTOS TÉRMICOS

Se entiende como tratamiento térmico al proceso en el cual se alcanza una adecuación de las propiedades mecánicas en los metales, especialmente la dureza, resistencia y tenacidad.

El acero AISI 4340 se suministra en estado “bonificado” es decir, templado y revenido; se entiende por temple un tratamiento térmico en el que se produce un calentamiento y enfriamiento brusco del acero, desde una temperatura mayor a la temperatura crítica superior, con el objetivo de producir una dureza superior a la obtenida cuando la aleación no se enfría bruscamente. En general se restringe el término a la formación de martensita.

Las características generales del temple son:

- Aumenta la dureza y la resistencia del acero, pero lo hace más frágil.
- La temperatura de calentamiento puede variar con respecto a las características de la pieza y resistencia que se desea obtener.
- El enfriamiento es rápido.
- Si el temple es muy brusco la pieza se puede agrietar.

El revenido es un tratamiento térmico que se aplica en la mayoría de los casos posteriormente al temple; consiste en calentar el acero a una temperatura inferior a la crítica, seguido de un enfriamiento controlado que puede ser rápido cuando se pretenden resultados altos en tenacidad, o lento, para reducir al máximo las tensiones térmicas que pueden generar deformaciones.

Las características generales del revenido son:

- Mejorar los efectos del temple, llevando al acero a un estado de mínima fragilidad.
- Disminuir las tensiones internas de transformación, que se originan en el temple.
- La temperatura se encuentra alrededor de los 500°C.
- El enfriamiento puede ser al aire o en aceite.

La tabla 1.3 presenta la temperatura de aplicación de los tratamientos térmicos para un acero AISI 4340.

Tabla 1.3. Temperatura de aplicación de los tratamientos térmicos para un acero AISI 4340.

TEMPERATURA DE APLICACIÓN DE LOS TRATAMIENTOS TERMICOS		
Normalizado [°C]	Austenización[°C]	Revenido [°C]
870	840	540

### 1.3. TÉCNICAS DE DEPOSICIÓN

Con el fin de mejorar las propiedades mecánicas de los materiales, usualmente se emplean recubrimientos, los cuales pueden ser de naturaleza metálica, cerámica o polimérica. Un recubrimiento puede ser definido como una región superficial de un material con propiedades diferentes a las del material base (sustrato).

La necesidad de mejorar las propiedades mecánicas de los materiales ha conducido al desarrollo de nuevos recubrimientos con durezas superiores a 40 GPa, lo cual los hace materiales bastante duros, comparados el diamante el cual posee una dureza de aproximadamente 96 GPa<sup>[13]</sup>. Los recubrimientos duros que en su mayoría son resistentes al desgaste y a la corrosión han sido utilizados comercialmente para incrementar la vida útil de algunos elementos industriales, como por ejemplo, herramientas de corte, piñones, rodamientos y componentes de maquinaria industrial<sup>[12]</sup>. Las aplicaciones incluyen recubrimientos para protección, barreras térmicas, aplicaciones ópticas, biomedicina, semiconductores y usos decorativos. Con los recubrimientos duros es posible mejorar propiedades superficiales de los materiales o propiedades que dependen de la superficie, tales como la dureza, resistencia a la corrosión, a la fatiga y al desgaste<sup>[28]</sup>.

### **1.3.1. PROCESAMIENTO POR PLASMA**

Se define como plasma una clase particular de gas ionizado. El requisito para que el gas pueda definirse como un plasma, es que sus especies con carga eléctrica tengan un "comportamiento colectivo", en cuyo caso la concentración de cargas positivas es prácticamente igual a la de cargas negativas y el gas es, por tanto, eléctricamente neutro. Se entiende por comportamiento colectivo a la capacidad de las cargas libres de distribuirse espacialmente en caso de producirse una perturbación electrostática en el gas, de modo de aislar al plasma de dicha perturbación y preservar su condición de gas neutro un gas parcialmente ionizado en el cual aparecen partículas cargadas eléctricamente a partir de que se le proporciona una cantidad importante de energía a un gas formado por átomos y moléculas neutras.

Se denomina procesamiento por plasma a un conjunto de técnicas de tratamientos que utilizan plasma, para modificación superficial o volumétrica de materiales. En el caso de procesos superficiales, los mismos incluyen tanto la deposición de un recubrimiento delgado sobre un substrato de un material diferente, como la modificación de las capas superficiales de un material, alterando su morfología, estructura o composición química. En ambos casos, el objetivo de la modificación es adaptar de la manera más efectiva posible las propiedades superficiales del material tratado, a sus requerimientos durante el servicio<sup>[1]</sup>.

En particular, los métodos de procesamiento por plasma permiten alcanzar resultados difíciles de obtener en muchos casos por las técnicas convencionales, ya que permiten variar las capas superficiales de un material cambiando su morfología y composición química. Asimismo, es posible mejorar la resistencia al desgaste y/o corrosión de un material dado, su



compatibilidad físico-química con determinados medios y su apariencia estética.

### **1.3.2. VENTAJAS DEL PROCESAMIENTO POR PLASMA**

Entre las principales ventajas del procesamiento de materiales por plasma podemos mencionar las siguientes:

- Posibilidad de obtener recubrimientos con composición química y estructura controlada (morfología, estequiometría, tensiones residuales, dureza, etc.) como resultado del control de las condiciones de deposición durante el proceso.
- Menores tiempos necesarios para el procesamiento de endurecimiento superficial asistido por plasma.
- Posibilidad de alcanzar un elevado control de los parámetros del proceso y propiedades del recubrimiento <sup>[18]</sup>.
- Posibilidad de utilizar temperaturas de deposición más bajas que en los métodos convencionales y en particular, en relación con CVD térmico, tiempos de proceso significativamente menores en el caso del endurecimiento superficial asistido por plasma.
- Posibilidad de obtener recubrimientos de adherencia superior, como resultados de procesos de limpieza por bombardeo iónico antes y durante la deposición; alto grado de reproducibilidad y control de los parámetros del proceso y de las propiedades del recubrimiento.
- Posibilidad de depositar una amplia variedad de materiales inorgánicos tales como metales, aleaciones y compuestos.

### **1.3.3. TÉCNICAS DE PROCESAMIENTO POR PLASMA**

Dependiendo del plasma a utilizar se puede realizar una primera clasificación, bien sea plasma de alta densidad ó plasma térmico, en el cual todas las especies involucradas se encuentran a igual temperatura ó un plasma de baja densidad denominado plasma fuera de equilibrio, en el cual sus electrones libres no están en equilibrio con las especies pesadas<sup>[5]</sup>. Todos los procesos de deposición en vacío utilizan este último tipo de plasma.

Al referirnos a los plasmas de baja densidad, nuevamente se puede establecer otra clasificación dependiendo del tipo de técnica de deposición a utilizar, bien sea PVD (“physical vapor deposition”) o CVD (“chemical vapor deposition”), las cuales solo difieren en la forma de introducción de las distintas especies de la mezcla gaseosa en el reactor de plasma. Si alguna de estas especies se produce por evaporación a partir de un material sólido ubicado dentro del reactor, o bien como resultado del bombardeo del mismo con iones positivos (“sputtering”), se habla de técnicas PAPVD.

### **1.3.4. DEPOSICIÓN FÍSICA EN FASE VAPOR ASISTIDA POR PLASMA**

Las técnicas que involucran plasma han suplantado en gran parte a las técnicas convencionales de recubrimiento y modificación superficial; se prevé que su campo de aplicación industrial crecerá y se diversificará significativamente en el futuro.

Una variación de los métodos PVD comentados anteriormente es el proceso que se conoce como deposición física en fase vapor asistida por plasma (PAPVD); para este caso las especies se producen como consecuencia de la evaporación del material sólido que se encuentra dentro del reactor de plasma o

por el bombardeo del material con iones positivos (“sputtering”)<sup>[18]</sup>, tal como se ilustra en la figura 1.1.

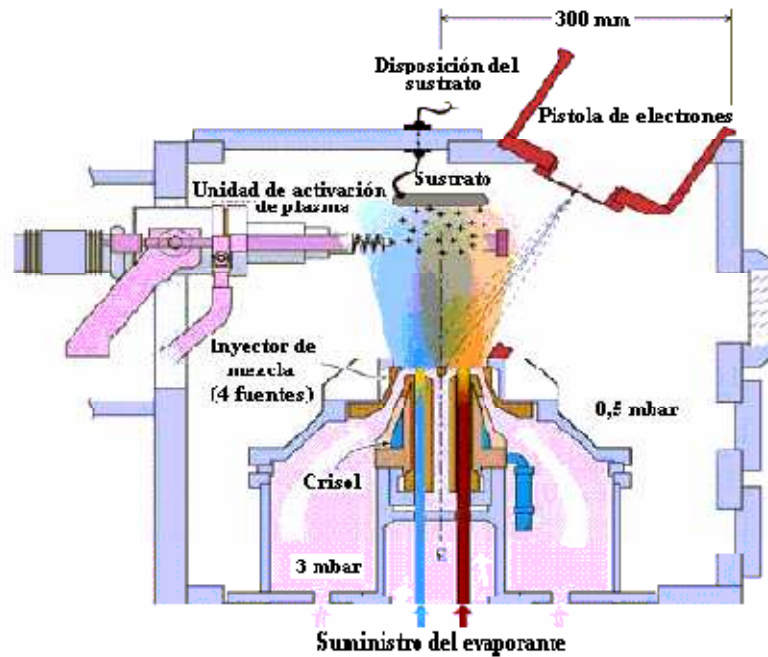


Figura 1.1. Diagrama de procesamiento por la técnica PAPVD.

Un mecanismo importante en la formación de los recubrimientos es el bombardeo iónico de la muestra durante la deposición. Este mecanismo involucra un proceso de transferencia de momento en el cual, los átomos que bombardean desplazan otros átomos de la superficie y estos salen desprendidos (pulverización)<sup>[9]</sup>.

#### 1.4. BALINIT® HELICA

El recubrimiento Balinit® Helica es un compuesto desarrollado por Balzers en los últimos años; el mismo es un compuesto basado en Aluminio (Al) y Cromo (Cr). Este recubrimiento, depositado por PVD, es más duro y

tenaz que el CrN y se puede usar sobre herramientas de carburo y de acero rápido. Esta nueva capa presenta un coeficiente de fricción y dureza similares que el TiAlN, pero nos brinda una temperatura de oxidación mucho mayor que cualquier otro recubrimiento de capa delgada <sup>[9]</sup>.

La tabla 1.4 presenta las principales características del recubrimiento Balinit® Helica.

Tabla 1.4. Características del recubrimiento Balinit® Helica

Nombre del Producto	Balinit® Helica
Material del recubrimiento	AlCrN
Microdureza [HV]*	3000
Coefficiente de Fricción contra acero (en seco)	0,25
Tensiones internas [GPa]*	-3
Temperatura máxima[°C]	1100
Color del Recubrimiento	Cobre
Estructura del Recubrimiento	Multicapa

\*Depende de la aplicación y condiciones de la prueba.

Tabla 1.5 Tabla comparativa de recubrimientos duros<sup>[9]</sup>.

Tipo	Dureza (HV)	Espesor (micras)	Coef. de fricción <sup>1)</sup>	T <sup>o</sup> de Oxidación	Principales aplicaciones
TiN (PVD y CVD)	2300	1-4 (PVD)	0,4	600	Recubrimiento estándar. Mecanizado de aceros. Procesado de plásticos. Matrices de corte y conformado.
TiCN (PVD y CVD)	3000	1-4 (PVD)	0,4	400	Dureza, tenacidad. Idóneo para herramientas que sufren altos esfuerzos mecánicos; fresado, conformado de latón, inoxidable y chapas de alta resistencia.
TiAlN (PVD) (Multi o monocapa)	3200-3500	2-5/15	0,3-0,4	900	Recubrimiento estándar. Dureza en caliente, resistencia a la oxidación. Para altos esfuerzos mecánicos y térmicos; mecanizado en seco y de materiales templados, inyección a presión de metales, estampación en caliente. Matrices de corte y conformado de inoxidable y chapas de alta resistencia..
AlTiN (PVD)	3300	2-5	0,4	900	Para mecanizar materiales con dureza superior a 52 HRC con herramienta de metal duro.
AlCrN (PVD)	3200	1-5	0,4	1100	Resistencia al desgaste y a la oxidación superiores al TiAlN. Mecanizar materiales templados hasta 52 HRc. Procesos que requieran una muy alta T <sup>o</sup> de oxidación de la capa.
CrN (PVD)	1750	1-5/10	0,5	700	Resistencia a la oxidación y corrosión. Conformado en semicaliente, inyección a presión de aluminio, procesado de plástico y mecanizado de aleaciones de titanio o no ferrosas. Matrices de corte y conformado de aleaciones con cobre.
WC/C (PVD)	1000-1500	1-4	0,1-0,2	300	Coefficiente de fricción, propiedades de deslizamiento. Componentes deslizantes y de rodadura. Para partes móviles de moldes y matrices. Para troqueles con problemas originados por chapas muy adhesivas.
TiCrN (PVD)	2100	8-10	0,5	700	Similar al TiAlN se aplica por su alto espesor en matrices de embutición. Puede sustituirse por los actuales TiAlN de 8 a 15 micras.
DLC (Diamond like Carbon) (PVD)	2000-4000	0,5-0,3	0,1-0,2	350	Coefficiente de fricción, propiedades de deslizamiento, mayor dureza que el WC/C. Componentes deslizantes y de rodadura. Para mecanizar plásticos reforzados, fresado de aleaciones de cobre. Taladrado y fresado de materiales no ferrosos forjados o fundidos (aluminio con contenido en silicio<12%), fresado de metales nobles (Pt, Au...). En Matrices se puede sustituir por una combinación de TiN o TiAlN y WC/C.
C Diamante (PACVD <sup>2)</sup> )	8000	6-30	0,1 <sup>3)</sup>	-	Para mecanizar grafito, plásticos reforzados, composites y materiales no ferrosos (aluminio con alto contenido en silicio<12%) con herramienta de metal duro con Co inferior a 10% , tamaño de grano de 0,5 a 3 micras y Carburos mixtos <1% hasta Ø 16 mm x 200mm de longitud.
CrC (PVD)	1850	2-5/10	0,5	700	Resistencia a la oxidación. Inyección a presión de aluminio, Similares propiedades al CrN con algo más de dureza.

La tabla 1.5 permite comparar las características de varios tipos de recubrimientos duros; en ella se encuentran características tales como, dureza, espesor del recubrimiento, coeficiente de fricción y temperatura de oxidación. Se observa que la temperatura de oxidación del Balinit® Helica (AlCrN), es la mayor de todas las presentes, así como su dureza también está entre las más altas.

#### **1.4.1. APLICACIONES DEL BALINIT® HELICA**

Entre las aplicaciones más importantes que podemos mencionar acerca del recubrimiento Balinit® Helica, es que es ideal para perforar ya sea aceros de diversa clase, proporciona una ganancia en la eficiencia del maquinado húmedo o en seco, el recubrimiento tipo multicapa permite alcanzar una gran productividad y confiabilidad. Tiene solo unas milésimas de milímetros de espesor, pero son más duros que el acero y químicamente inertes. Por esta razón, reducen el desgaste de las herramientas y la fricción.

El recubrimiento Balinit® Helica proporciona una vida más larga de la herramienta, velocidades de corte y avance mayores, evacuación magnífica de la viruta y una calidad mejorada del agujero.

El desgaste del filo y del margen principal de la herramienta es reducido ampliamente en comparación con otros recubrimientos convencionales. La resistencia de oxidación excepcional y la dureza en caliente de la capa contribuyen en gran forma a la estabilidad de los filos de corte, mientras que la dureza mejorada de la estructura multicapa reduce considerablemente la tendencia al agrietamiento<sup>[9]</sup>.

En la figura 1.2 se compara el desgaste del filo de corte de una herramienta recubierta con Balinit® Helica y otra recubierta con TiAlN. Se observa que la herramienta recubierta con Balinit® Helica presenta un menor desgaste.

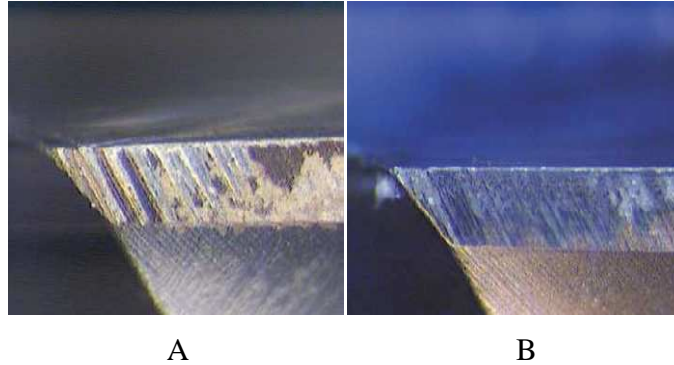


Figura 1.2. Desgaste del filo de corte. A TiAlN, B Balinit® Helica<sup>[9]</sup>.

## 1.5. FATIGA

### 1.5.1. FATIGA DE LOS METALES

Se define fatiga como el cambio estructural progresivo, localizado y permanente que ocurre en un material sometido a cargas repetidas o fluctuantes para un esfuerzo nominal que en la mayoría de los casos puede ser menor (o mucho menor) al esfuerzo de fluencia. La fatiga puede causar grietas y culminar en fractura después de un determinado número de fluctuaciones<sup>[3]</sup>.

Es un fenómeno común en componentes sujetos a cargas dinámicas que están sometidos en forma constante a cargas repetitivas en forma de tensión, compresión, flexión, vibración, dilatación térmica y contracción, u otros. Esos esfuerzos con frecuencia son menores que la resistencia a la fluencia del material. Sin embargo, cuando el esfuerzo se aplica una cantidad suficiente de veces causa fallas por fatiga<sup>[10]</sup>. La fatiga produce principalmente tres efectos: pérdida de resistencia, pérdida de ductilidad y aumento de la incertidumbre en cuanto a la resistencia y a la vida útil del material.

### 1.5.2. TIPOS DE ESFUERZO DE FATIGA

Los material de manera general pueden estar sometidos a sistemas de cargas complejas; estos pueden generar esfuerzos de naturaleza axial (tensión-compresión), flexión o torsión.

Ahora bien, la figura 1.3, representa los posibles sistemas o ciclos de carga para los cuales se definen una serie de variables a partir de las cuales podemos tipificar estos sistemas de carga; por ejemplo;

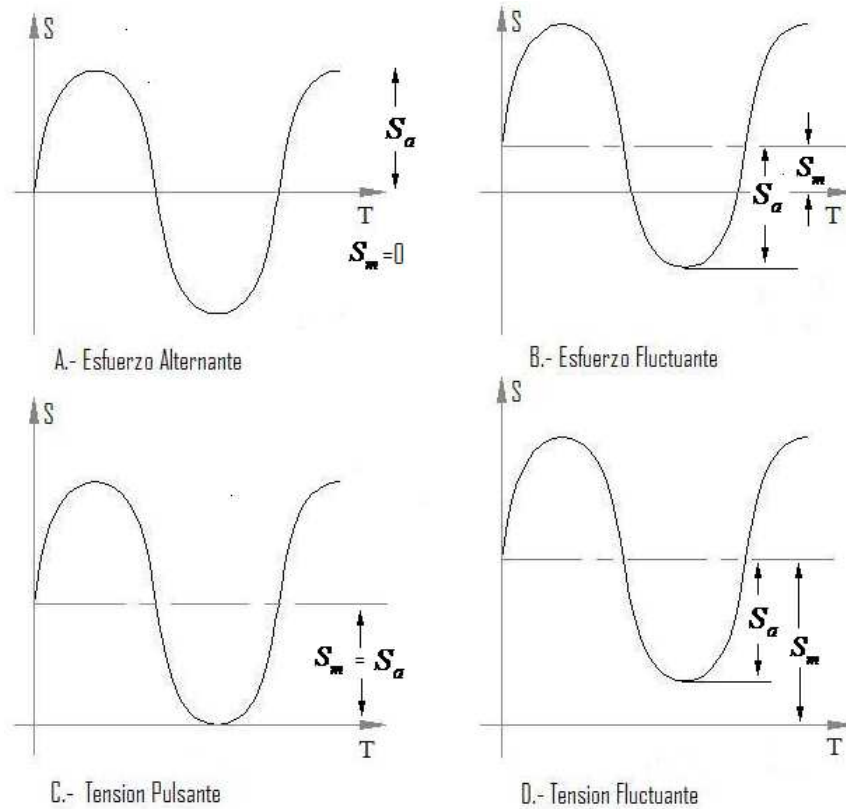


Figura 1.3. Tipos de Esfuerzos de Fatiga.



Si  $S_m$  es igual a  $S_a$ , el esfuerzo mínimo del ciclo es cero debido a que  $S_{\min} = (S_m - S_a)$  y se denomina esfuerzo de tracción (o compresión) repetido o pulsante (fig1.3C); de igual forma podríamos describir cualquiera de los sistemas de carga representados en la figura 1.3.

La relación de esfuerzos puede definirse como:  $R = \frac{S_{\min}}{S_{\max}}$  (Ec 1.1).

Donde:

$S_{\min}$  : Es el esfuerzo mínimo.

$S_{\max}$  : El esfuerzo máximo.

Nomenclatura de esfuerzos presentes en la fatiga:

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

Esfuerzo medio:  $S_m = \frac{(S_{\max} + S_{\min})}{2}$  (Ec 1.3).

Esfuerzo máximo:  $S_{\max} = (S_m + S_a)$  (Ec 1.4).

Esfuerzo mínimo:  $S_{\min} = (S_m - S_a)$  (Ec 1.5).

$$\text{Intervalo de esfuerzo: } \Delta S = (S_{\max} - S_{\min}) \quad (\text{Ec 1.6}).$$

### **1.5.3. ETAPAS EN EL PROCESO DE FATIGA.**

Las fallas por fatiga suelen presentarse siguiendo una serie de hechos los cuales presentamos a continuación.

Primeramente, se inicia o nuclea una grieta diminuta, comúnmente en la superficie, con frecuencia mucho después de que comienza la carga. Normalmente, los sitios de nucleación están en o cerca de la superficie, donde el esfuerzo es máximo, e incluyen defectos superficiales como rayaduras o picaduras, cantos vivos debido a un diseño o manufactura deficiente, inclusiones, límites de grano, etc. Seguidamente, la grieta se propaga en forma gradual, a medida que la carga continua cíclicamente. Por último, sucede una fractura repentina del material cuando su sección transversal restante es demasiado pequeña para soportar la carga aplicada así; los componentes fallan por fatiga debido a que, aún cuando el esfuerzo general aplicado pueda permanecer debajo de la resistencia de cedencia, a una escala de longitudes local, la intensidad del esfuerzo supera al esfuerzo de cedencia. Para que haya fatiga, al menos parte del esfuerzo en el material debe ser de tensión<sup>[10]</sup>.

### **1.5.4. TEORÍAS SOBRE LA FATIGA**

Una de las primeras teorías que tuvo mayor aceptación para explicar el fenómeno de fatiga fue la propuesta por Orowan. Dicha teoría predice la forma general de las curvas de Wöhler, pero no se basa en ningún mecanismo específico de deformación, sino en el concepto general que la deformación por fatiga es heterogénea. Supuso que en el metal existen pequeñas regiones débiles, las cuales podían ser favorables para el deslizamiento o zonas de

elevada concentración de tensiones. A estas regiones las consideró como zonas plásticas en una matriz elástica.

Con su teoría demostró que para ciclos repetidos de amplitud a tensión constante las regiones plásticas experimentarían un aumento de tensión y una disminución de la deformación, producto del fenómeno de endurecimiento por deformación localizada. Además, indico que la suma de deformaciones (negativas y positivas) tendía a un valor finito cuando el número de ciclos crecía indefinidamente. Este valor límite de la deformación plástica total aumenta con el incremento de la tensión aplicada a la probeta. Entonces el límite de fatiga está basado en que por debajo de cierto nivel de esfuerzo, no se puede alcanzar un valor crítico de deformaciones plásticas que originen la fractura de la probeta y es por esto que la misma no llega a romperse. Por el contrario, si el nivel de tensión al cual está sometido el material se hace mayor, entonces la deformación plástica total excede el valor crítico y se forma una grieta. Esta grieta crea una concentración de tensiones y a su vez crea también una nueva región plástica localizada donde se repite el proceso y así sucesivamente. De esta forma la grieta se va abriendo paso haciéndose cada vez más grande hasta que se produce la rotura al alcanzarse la máxima tensión de tracción del ciclo. Esta teoría supone que el endurecimiento por deformación de ciertas regiones localizadas va disminuyendo las zonas plásticas del metal lo cual lo hace más frágil hasta que ocurra la fractura<sup>[23]</sup>. Otros autores han tratado de interpretar el fenómeno, bien sea a través de los mecanismos de deformación operantes o en términos del rol que juegan las dislocaciones en la formación de intrusiones y extrusiones de bandas de deslizamiento entre los cuales se pueden destacar el propuesto por Cottrell y Hull<sup>[6]</sup> basado en la interacción de dislocaciones de arista en dos sistemas de deslizamiento, mientras Mott<sup>[19]</sup>

sugiere la intervención de deslizamiento cruzado de dislocaciones de tornillo; de estas dos teorías al parecer al menos en lo que respecta a evidencia experimental en cristales iónicos, la propuesta por Mott<sup>[19]</sup> ha tenido mayor aceptación. Finalmente, se podría hacer referencia a la teoría propuesta por Wood<sup>[31]</sup>, quien desarrolló una teoría basada en observaciones microscópicas que indicaban la aparición de los planos de deslizamiento en magnitudes de  $10^{-7}$  cm, producto de una acumulación sistemática de deslizamientos fino. Se piensa que este mecanismo permite la acomodación de deformaciones totales grandes que son la suma de microdeformaciones en cada ciclo, sin que esto produzca un endurecimiento por deformación apreciable.

#### **1.5.5. FATIGA-CORROSIÓN**

La fatiga corrosión ocurre por acción de una tensión cíclica asistida por un fenómeno de degradación electroquímica. La presencia de un medio corrosivo acelera el proceso de agrietamiento.

Durante el proceso de fatiga se produce deslizamiento a lo largo de los planos atómicos más densos, en los que pudiera haber nucleación de grietas después de transcurrido tan solo el 5% de su vida total. Es posible que los escalones formados cuando la región cizallada emerge a la superficie, expongan nuevo metal desnudo el cual se oxidará rápidamente; al invertirse el ciclo, la capa de óxido será arrastrada hacia el interior del metal, donde interferirá con el proceso de deformación, disminuyendo el tiempo para la rotura y ayudando al proceso natural de fatiga. Aunque la corrosión, antes de someter las muestras a condiciones de fatiga, reduce la tensión alternativa que las muestras puedan resistir, la acción simultánea de corrosión y fatiga tienen frecuentemente un efecto marcadamente mayor. Por ello, lo mismo que en la corrosión bajo tensiones, el término fatiga corrosión implica un deterioro mayor en las

propiedades mecánicas del metal a través de la acción simultánea de la tensión alternativa y la exposición al medio ambiente corrosivo, que la que tenía lugar por medio de la acción separada, pero aditiva de esos agentes. Cuando existe un esfuerzo de tensión o compresión muy marcado, el mismo puede influir también en la rotura y con algunos metales esta puede deberse a la combinación de la corrosión bajo tensiones y fatiga por corrosión, especialmente si la tensión media es de tracción.

### 1.5.6. VIDA A LA FATIGA

La vida a la fatiga está definida como un parámetro que indica el número de ciclos ( $N_f$ ), que son necesarios para ocasionar la falla en un material sometido a esfuerzo<sup>[30]</sup>. La vida a la fatiga se puede establecer de acuerdo al número de ciclos que pueda resistir el material por medio de la siguiente ecuación:

$$N_f = N_i + N_p. \text{ (Ec 1.7).}$$

Donde:

$N_i$ : Número de ciclos requeridos para iniciar la grieta discernible, influenciado principalmente por el nivel de esfuerzo al que se encuentra sometido el material y además por los concentradores de esfuerzos, imperfecciones cristalinas y condiciones del medio ambiente presentes.

$N_p$ : Número de ciclos requeridos para hacer crecer la grieta en forma estable hasta el tamaño crítico, justo hasta el instante antes que se presente la fractura súbita del material.

Dicha propagación estable o crecimiento de grietas ( $da/dN$ ) se relaciona con el nivel de esfuerzo aplicado ( $S$ ), longitud de la grieta inicial y algunas propiedades del material en la mayor parte de su etapa de propagación; una forma clásica de relacionar estas variables es la propuesta por Paris-Edrogon en donde se define la velocidad de propagación de acuerdo a la siguiente expresión:

$$\frac{da}{dN} = C(\Delta K)^m \quad (\text{Ec.1.8}).$$

Donde:

$\Delta K$ : Intervalo del factor de intensidad de esfuerzo ( $K_{\max} - K_{\min}$ ).

$C$ ,  $m$ : Constantes que dependen del material, medio ambiente, temperatura, frecuencia, etc. Esta ecuación, conocida como la ecuación de Paris-Edrogon<sup>[14]</sup>, relaciona la velocidad de crecimiento de grietas con el factor intensidad de esfuerzos. Otros autores, como por ejemplo Forman<sup>[14]</sup>, introducen para la representación de la variación de  $da/dN$  el coeficiente de carga  $R$  y por supuesto los valores de  $K$  y  $K_c$

$$\frac{da}{dN} = \frac{C(\Delta K)^m}{(1-R)(K_c - \Delta K)} \quad (\text{Ec. 1.9}).$$

Esta ecuación puede describir el comportamiento acelerado de  $da/dN$  observado para altos valores de  $\Delta K$ ; además, describe el incremento de  $da/dN$  asociado con el incremento de  $R$ , desde 0 a 1.

Por lo tanto, se puede decir que cuando es necesario describir el efecto de  $K$  cercano a  $K_C$ , o el efecto de  $R$  en  $da/dN$ , la ecuación de Forman puede ser utilizada para representar el comportamiento de  $da/dN$ .

### **1.5.7. RESISTENCIA A LA FATIGA**

La resistencia a la fatiga se define como el valor máximo del esfuerzo alternante (o fluctuante) que resistirá sin fallos un material para un número dado de ciclos.

La resistencia a la fatiga se ve muy afectada en gran parte por las siguientes variables:

- Concentraciones de esfuerzo, debido a los radios de filetes en posibles muescas o melladuras.
- Rugosidad superficial, lo cual indica que los resultados dependen del tipo de maquinado utilizado.
- Esfuerzo residual en la superficie.
- Condiciones ambientales, tales como la corrosión.

### **1.6. CURVA S-N Ó CURVA DE WÖHLER**

La principal forma de representación de las características de la degradación a fatiga es la curva tensión-vida o curva S-N. En ella se representa simplemente la tensión cíclica de amplitud constante, normalmente en función de la tensión máxima, que causa el fallo en un número de ciclos dado ( $N_f$ ). Usualmente representa los valores medios de vida de una misma geometría (probeta) sometida a varias pruebas al mismo nivel de tensión cíclica. Este

límite para las curvas S-N es el conocido *límite de fatiga* e indica a que nivel de tensión inferior, el material no falla por fatiga. En materiales compuestos el número de ciclos para llegar a esta zona es muchas veces tan elevado que prácticamente no existe experimentación en estas condiciones; por lo tanto, se desconoce muchas veces si existe un límite a la fatiga.

La curva S-N muestra la percepción natural de la fatiga en términos de resultados experimentales, pero, en cambio, no proporciona indicaciones sobre disminución de la rigidez, mecanismos de daño, presencia de grietas o cambio en las características de los materiales debido al proceso de degradación por fatiga<sup>[16]</sup>.

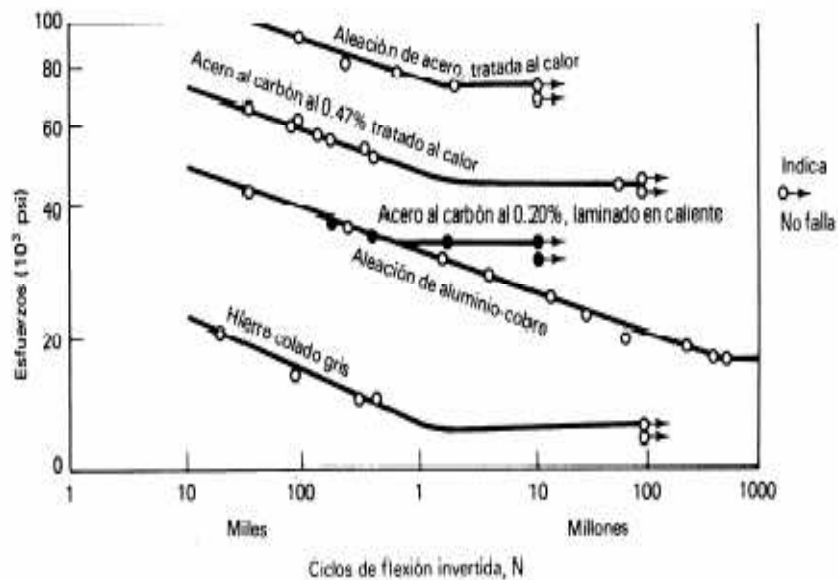


Figura 1.4. Curva S-N típica de algunos materiales.



## 1.7. INVESTIGACIONES REALIZADAS ANTERIORMENTE

Entre las investigaciones anteriores relacionadas al tema de este Trabajo Especial de Grado podemos hacer referencia a las que a continuación se exponen:

- **Moreno-Cabezas (2004)**,<sup>[17]</sup> inicialmente plantearon realizar el estudio de la fatiga del acero AISI 4340 en condición de temple y revenido, bajo condiciones de sollicitación cíclica al aire y ambiente corrosivo (solución de 3% de NaCl); asimismo el estudio se realizó con el mismo acero, pero recubierto con una película de Carbonitruro de Titanio (TiCN) empleando la técnica PVD. Mediante la comparación de estos ensayos llegaron a la conclusión que las propiedades mecánicas del acero se vieron notablemente modificadas con el proceso de deposición del recubrimiento ya que se pudo determinar un aumento de 10,5% en el esfuerzo de fluencia y una disminución de 12% en esfuerzo real a carga máxima. El estudio indicó un incremento en la vida a la fatiga de 135-175%, además de un incremento en el límite de fatiga en 6%. En lo que respecta a fatiga-corrosión el acero recubierto presentó un incremento en la vida a la fatiga corrosión de hasta 25%, para esfuerzos alternantes del orden de 696-539 MPa. Estos resultados indican que el recubrimiento da lugar a una leve mejora de la resistencia a fatiga corrosión del material base.
- **Rivas (2004)**,<sup>[27]</sup> evaluó el comportamiento a la corrosión-fatiga del acero SAE 4340 recubierto con WC-Co por termorociado, empleando el método HVOF. Los ensayos de fatiga se realizaron en condición de flexión rotativa tanto al material base como al sustrato recubierto, empleando un ambiente corrosivo de NaCl al 3%. El intervalo de esfuerzos bajo el cual se

realizaron los ensayos fue del orden de 704 a 599 MPa para el material base y 699 a 564 MPa para el sustrato recubierto. La vida a la fatiga-corrosión se describió por medio de la ecuación de Basquin. Dichos resultados indican que el material base sufre una disminución de la resistencia a la fatiga-corrosión de entre 38 y 73% cuando se recubre con dicho depósito. Finalmente, mediante técnicas de microscopía electrónica de barrido se pudo constatar la presencia de múltiples inicios de grieta, lo que hace presumir que el recubrimiento actuó como un concentrador de esfuerzos sobre la superficie de la probeta, probablemente debido al granallado de alúmina que se aplica previamente al proceso de terrorociado, lo que se traduce en una disminución de la vida útil y una reducción en la resistencia a la fatiga corrosión del material.

- **Paiva-Corsi (2003)**,<sup>[24]</sup> evaluaron el comportamiento a la fatiga-corrosión en condiciones de flexión rotativa de un acero AISI 4340 templado y revenido recubierto con películas delgadas de tipo multicapa denominadas comercialmente Balinit Futura (TiAlN/TiN) y del tipo bicapa denominada Balinit Hardlube (TiAlN/WC C), depositadas mediante la técnica PAPVD. Los valores de esfuerzo alternante para la evaluación de propiedades de fatiga variaron entre 612 y 726 MPa para ambos casos. Se evaluaron superficialmente muestras cilíndricas para determinar la dureza compuesta del conjunto recubrimiento-sustrato, así como también del sustrato tanto en estado de entrega (templado y revenido) como a la salida del reactor de deposición. Las cargas utilizadas en los ensayos de microindentación fueron 1000, 500, 300, 200, 100, 50 y 25 g. A partir de los resultados del análisis de dureza se determinó que el proceso de deposición no provoca ningún efecto sobre la microestructura del material base. Los resultados de

los ensayos de tracción muestran aumento de las propiedades mecánicas en un 5% en el esfuerzo de fluencia y un 4% en la resistencia a la tracción para el conjunto substrato-Balinit Futura, mientras que para el conjunto substrato-Balinit Hardlube, los aumentos estuvieron en el orden de 5% tanto para el esfuerzo de fluencia como para la resistencia a la tracción, en comparación con el material sin recubrimiento. En los ensayos de fatiga se encontró un aumento en la resistencia a la fatiga-corrosión del acero recubierto en comparación con el acero sin recubrimiento. Finalmente, mediante las observaciones en microscopia electrónica de barrido sugirieron que en ambos casos las películas depositadas actuaron de manera efectiva como aislantes del medio corrosivo, evitando su acción sobre el substrato. Un aspecto de sumo interés derivado de este análisis es el hecho de verificar el mecanismo de nucleación y crecimiento de las grietas de fatiga. En este sentido, se observó que para el Balinit Futura, la nucleación de las grietas se originaba en los poros, mientras que para el Balinit Hardlube la nucleación se iniciaba en la intercara WC/C-TiAlN.

- **Puchi et al. (2007)**,<sup>[25]</sup> estudiaron el comportamiento a la fatiga de un acero AISI 4340 en condiciones de temple y revenido recubierto con una película cerámica de TiCN depositada mediante la técnica PAPVD. Realizaron ensayos de fatiga en flexión rotativa tanto al aire como en ambiente corrosivo, utilizando para ello una solución al 3% de NaCl. Comparando los ensayos de fatiga al aire, observaron un incremento en el orden de los 140-180% para valores de esfuerzos alternantes de 500–700 MPa. Asimismo, para los ensayos en ambiente corrosivo el incremento observado fue alrededor del 25%, asociado a un esfuerzo alternante de 570 MPa. Estos resultados sugieren que la película afecta positivamente el

número de ciclos a falla por fatiga, impidiendo que la iniciación de la grieta. Sin embargo, en condiciones de ambiente corrosivo este recubrimiento no provee un incremento significativo de la resistencia a la fatiga. Finalmente, mediante la observación por medio de la microscopía electrónica de barrido observaron que las grietas se nuclean en la superficie libre del recubrimiento y una vez propagadas se transfieren al sustrato. Además de ello, encontraron la presencia de poros superficiales que podrían estar actuando como concentradores de esfuerzos generando la multiplicidad en los eventos de nucleación.

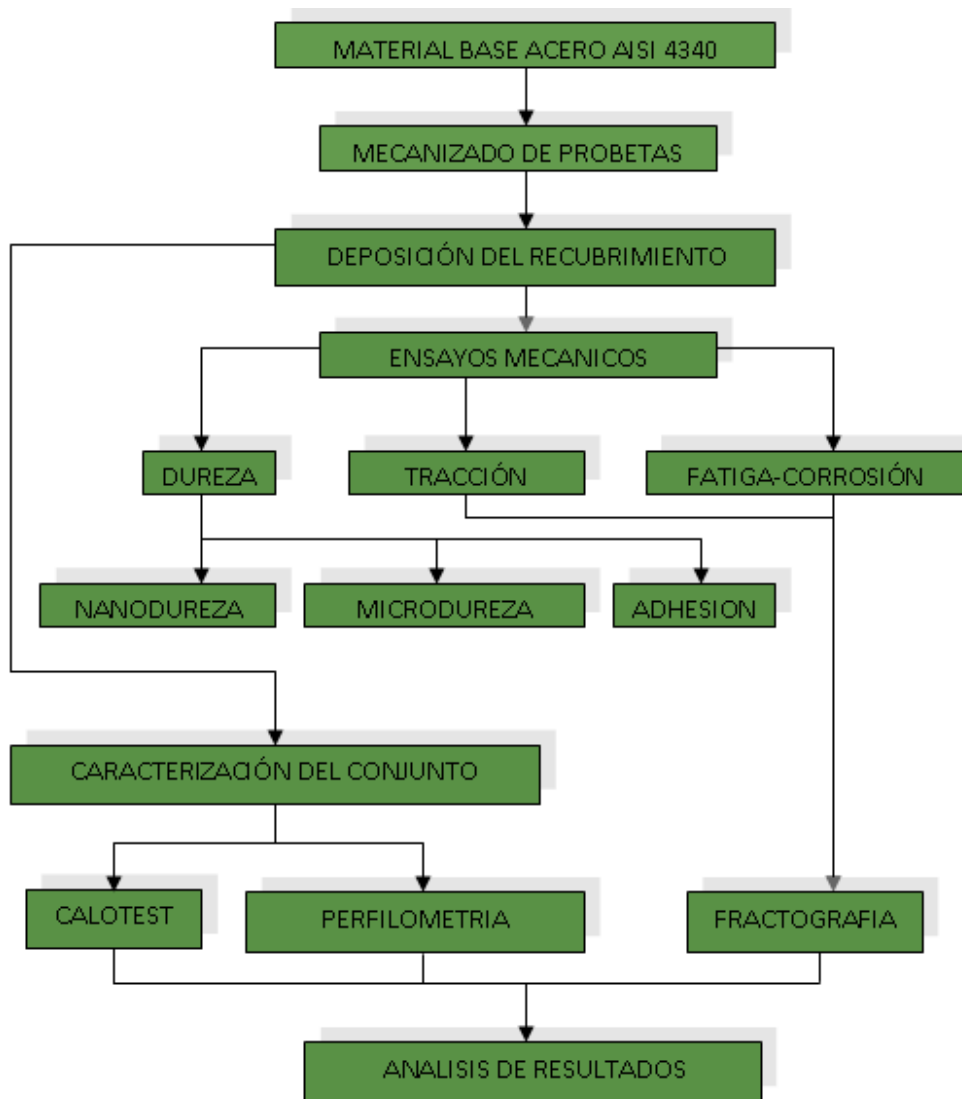
## **CAPÍTULO II**

### **2. METODOLOGÍA EXPERIMENTAL**

En este Capítulo se presenta la metodología experimental concerniente a nuestro trabajo. En el mismo, se verán reflejadas todas las técnicas, procesos y modelos con los cuales se logró realizar todos los distintos tipos de ensayos necesarios para analizar el comportamiento a la fatiga-corrosión del acero AISI 4340 recubierto con la película de Balinit® Helica.

Ya que este trabajo fue realizado en conjunto con el grupo de investigación del Profesor Edoardo Bemporad, coordinador del Instituto de Ciencia y Tecnología de Materiales de la Università Degli Studi de Roma TRE (URT), en este capítulo se encontrarán tanto nuestros ensayos, realizados en la Universidad Central de Venezuela, como los realizados por los investigadores en la URT. Seguidamente, se presentará la estructura como se llevó a cabo el proceso de ejecución de los mencionados ensayos.

## 2.1 DIAGRAMA DE FLUJO DESCRIPTIVO DEL PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL



## 2.2. ENSAYOS REALIZADOS EN LA UNIVERSIDAD CENTRAL DE VENEZUELA

### 2.2.1. PREPARACIÓN DE LAS PROBETAS

Para la realización del presente trabajo fue necesaria la preparación de probetas de tracción, fatiga y dureza. Para ello fue primordial obtener una barra de acero AISI 4340 templado y revenido cuya composición química, en porcentaje en peso, se describe en la tabla 2.1.

Tabla 2.1. Composición química del acero AISI 4340 en % en peso.

COMPOSICION QUIMICA ACERO AISI 4340 % EN PESO								
C	Cr	Ni	Mn	Mo	Si	P	S	Cu
0.38-0.43	0.7-0.9	1.65-2.0	0.6-0.8	0.2-0.3	0.15-0.35	0.009	0.002	0.093

Una vez obtenido el material se procedió al mecanizado siguiendo la Norma ASTM A-370<sup>[20]</sup>, la cual especifica las dimensiones de las probetas para los ensayos de tracción. La Figura 2.1 ilustra un esquema de las probetas de tracción empleadas en esta investigación.

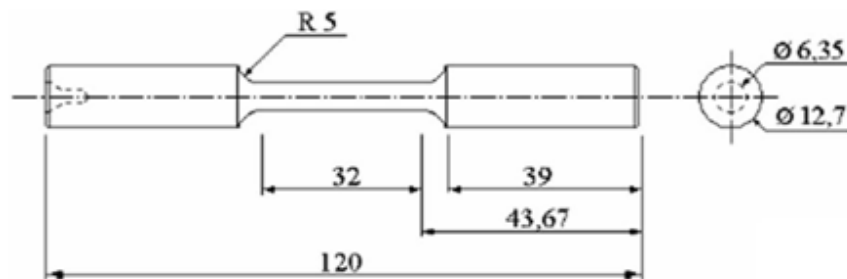


Figura 2.1. Diagrama de las probetas para ensayos de tracción según la norma ASTM-A-370<sup>[20]</sup>

En la zona de ensayo, el diámetro es igual a 6,35 mm, la longitud de ensayo de 32 mm y radio de filete entre la sección de ensayo y el hombro de la probeta R igual a 5 mm.

Asimismo, por medio de la norma ASTM E-606<sup>[22]</sup>, la cual especifica las dimensiones necesarias para el mecanizado de las probetas de fatiga, se determinaron las medidas correspondientes, tal como se ilustra en la Figura 2.2.

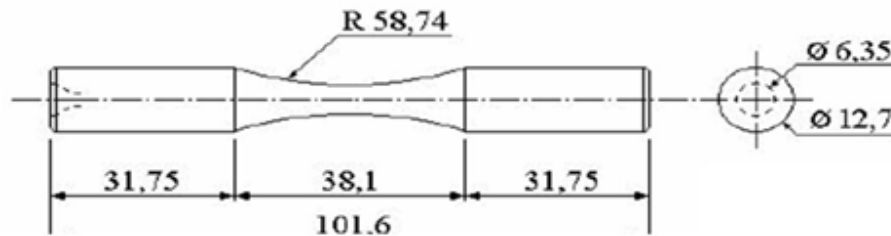


Figura 2.2. Diagrama de las probetas para ensayos de fatiga en flexión rotativa según la norma ASTM E 606<sup>[22]</sup>.



Figura 2.3. Probeta para ensayos de fatiga en flexión rotativa según la norma ASTM E 606<sup>[22]</sup>.

Se procedió a mecanizar 37 probetas, de las cuales 22 se utilizaron para ensayos de fatiga corrosión con el material recubierto y las 15 restantes para ensayos de fatiga corrosión con el material base.



Después del mecanizado de las probetas tanto de fatiga como de tracción, se procedió a realizarle un desbaste fino, puliendo cada una de ellas con el fin de eliminar las marcas circunferenciales obtenidas en el proceso de mecanizado previo que podrían modificar el comportamiento a la fatiga del material. Además, es necesario mejorar el acabado superficial lo cual brinda una mejor adherencia del recubrimiento sobre el sustrato. Esto se realizó empleando un torno marca MYFORD, el cual posee un plato de mordaza graduable en el que se fija un lado de la probeta mientras que el lado opuesto se apoya al centro punto. El proceso de pulido consistió en un movimiento longitudinal del papel de lija en la sección de ensayo mientras que la probeta rota a baja velocidad. Este proceso fue realizado empleando la siguiente secuencia de lijas: 240, 320, 400, 600, 1200, 1500 y 2000, respectivamente.



Figura 2.4. Torno marca Myford con plato de mordaza graduable.

Para el mecanizado de las probetas de dureza se utilizó una geometría cilíndrica con un diámetro de 29 mm y una altura de 8 mm. Para ello se empleó un acero de herramienta tipo AISI H13, el cual posee una dureza relativamente

elevada y cuya composición química se muestra en la tabla 2.2. La selección de este acero como sustrato facilita la determinación de la dureza absoluta del recubrimiento.

Tabla 2.2. Composición química del acero AISI H13 en % en peso.

C	Si	Mn	Cr	Mo	V
0,35	1,00	0.30	5,10	1,50	1,00

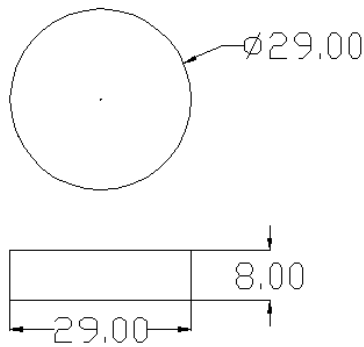


Figura 2.5. Dimensiones de probeta para ensayos de Dureza.

Para promover una mejor adherencia del recubrimiento al sustrato, las probetas de dureza fueron sometidas a un desbaste fino en una pulidora de velocidad variable marca BUEHLER, modelo METASERV 3000, la cual posee un disco donde se colocan los distintos papeles de lijas, desde el gramaje mayor al menor según la siguiente secuencia: 240, 320, 400, 600, 1200 y 2000.



Figura 2.6. Pulidora-lijadora de velocidad variable Metaserv 3000, marca Buehler.

### **2.2.2. DEPOSICIÓN DEL RECUBRIMIENTO**

Un grupo de 22 probetas de fatiga, 1 probeta de tracción y 10 probetas de dureza, fueron enviadas a la empresa, Oerlikon Balzers Coating en Italia, con el fin de realizar el proceso de deposición del recubrimiento Balinit® Helica. Dicha empresa es una de las más renombradas a nivel mundial en el proceso de deposición de recubrimientos duros mediante técnicas de PVD (Physical Vapor Deposition ó Deposición Física en Fase Vapor). El proceso se efectúa en alto vacío y a temperaturas de 200°-500°C. Para el proceso no reactivo, se emplean gases inertes como el argón para la formación del plasma y bombardeo de electrones. Para el proceso reactivo, se utilizan oxígeno y nitrógeno. Tanto los gases del proceso inerte como los del proceso reactivo deben estar libres de contaminantes.

La técnica consiste en un arranque de partículas provenientes del crisol, por evaporación al vacío, que proporciona parte del material de recubrimiento. Este proceso se efectúa por un calentamiento, logrando desprender los átomos y moléculas que luego pasarán a formar parte del recubrimiento en el sustrato. Las partículas energizadas pueden provenir de un haz de electrones. Se

suministra gas argón, se energizan las partículas positivamente mediante un campo eléctrico y luego ocurre un bombardeo de partículas atómicas en el substrato.

La pieza es rotada en todo momento en distintas direcciones manteniendo una velocidad constante con el fin de garantizar un recubrimiento homogéneo a lo largo de toda su superficie. Este tipo de técnicas han tenido un gran crecimiento ya que se realizan a temperaturas relativamente bajas y no producen residuos propios de las reacciones químicas.



Figura 2.7. Probeta de acero AISI 4340 recubierta con Balinit Helica.

La técnica PAPVD (Plasma Assisted Physical Vapor Deposition ó Deposición Física en Fase de Vapor asistida por Plasma) es una de las variantes de las técnicas PVD, ya que utiliza los mismos principios de operación pero con la incorporación de un plasma como agente ionizante para favorecer el proceso.



Figura 2.8. Dos probetas de acero AISI 4340 recubiertas con Balinit Helica y una (inferior) sin recubrir. Se puede ver la diferencia de color una vez depositado el recubrimiento.

### 2.2.3. ENSAYO DE TRACCIÓN

El ensayo de tracción fue realizado en el Departamento de Mecánica de la Fundación Instituto de Ingeniería, mediante el uso de una máquina de ensayos mecánicos marca SHIMADZU modelo AG-IS de 250 kN de capacidad, controlada por medio de una computadora a través del software TRAPEZIUM II, el cual recolecta los datos correspondientes tanto de alargamiento generado como de carga aplicada, para su posterior análisis. Entre los elementos que la componen, posee un cabezal fijo en su parte superior mientras en la parte inferior encontramos un cabezal móvil con un amplio intervalo de velocidades. En nuestro caso la velocidad de desplazamiento del cabezal móvil fue fijada en 3 mm/min.



Figura 2.9. Máquina para Ensayos Mecánicos marca Shimadzu, modelo AG-IS.



Figura 2.10. Panel de Control Digital de La Máquina de Ensayos, marca Shimadzu, modelo AG-IS.

El ensayo de tracción para este trabajo se inició midiendo la sección a ensayar con la ayuda de un vernier electrónico. Luego se fijó verticalmente la probeta a la máquina asegurándola con las mordazas hidráulicas y con los cabezales cilíndricos. A medida que se lleva a cabo el ensayo, la máquina, mediante el uso del software, va arrojando la información para construir la gráfica carga-alargamiento. Una vez ocurrida la fractura de la probeta, a ésta se le mide el diámetro final de la zona de falla, nuevamente con la ayuda del vernier electrónico. Una vez obtenidos los datos concernientes al ensayo de tracción, estos se deben corregir debido a que a lo largo del ensayo existe una deformación elástica de los elementos de máquina. La corrección se realiza por medio de la ecuación:

$$(\Delta L_i)_{corr} = \Delta L_i - \Delta F_i \left( \frac{1}{K_{exp}} - \frac{1}{K_{prob}} \right) \quad (\text{Ec 2.1})$$

Donde:

$K_{exp}$  : Rigidez experimental.

$K_{prob}$  : Rigidez de la probeta.

Los cuales se obtienen por medio de las siguientes ecuaciones:

$$K_{exp} = \frac{\sum F_i}{\sum \Delta L_i} \quad (\text{Ec 2.2})$$

$$K_{prob} = \frac{A_0 E}{L_0} \quad (\text{E 2.3})$$

Donde:

$A_0$  : Área transversal inicial de la sección de ensayo de la probeta

$E$  : Módulo de elasticidad del material ensayado.

$L_0$  : Longitud inicial de la sección de ensayo de la probeta.

Finalmente, se debe medir el diámetro final en el punto de fractura con el fin de calcular el área transversal final y así obtener el porcentaje de reducción de área, por medio de la ecuación (2.4).

$$\% Ra = \frac{A_0 - A_F}{A_0} \times 100 \quad (\text{Ec 2.4})$$

En donde:

$A_0$  : Área transversal de la sección inicial de la probeta.

$A_F$  : Área final de la sección transversal de la probeta.

#### 2.2.4. ENSAYO DE DUREZA

El ensayo de dureza se realizó bajo la norma ASTM E-384. Se empleó un microdurómetro marca TESTWELL, modelo FLC 50V. Este equipo posee un cabezal a través del cual se puede seleccionar el tipo de prueba a realizar simplemente rotando el indentador de acuerdo al tipo de ensayo adoptado (Vickers , Knoop ó Brinell). En nuestro caso, adoptaremos el ensayo de dureza Vickers. El mencionado equipo posee un intervalo de carga de 50 g a 50 kg, razón por la cual se pueden realizar ensayos de micro y macroindentación Vickers. La lectura de la huella es por medio de un microscopio digital y el valor de la dureza se lee en una pantalla de cristal líquido.



Figura 2.11. Máquina de ensayos de Dureza marca TESTWELL, modelo FLC 50V.



Para la determinación de la dureza Vickers se utilizó un indentador piramidal de base cuadrada y ángulo entre caras  $\alpha=136^\circ$ , el cual se muestra en la figura 2.12.

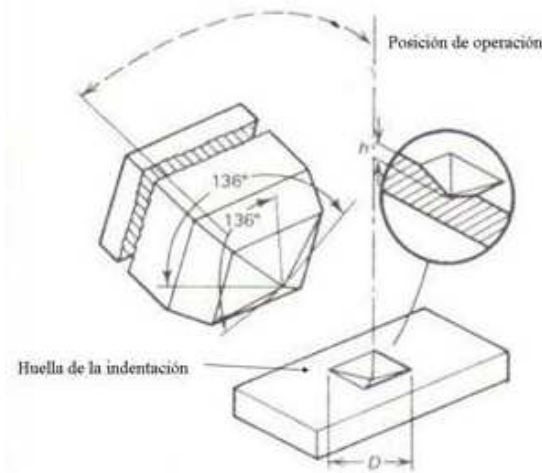


Figura 2.12. Indentador de dureza Vickers.

Se procedió a la realización del ensayo tanto por el lado recubierto como para el lado no recubierto de la probeta, con el fin de obtener la dureza del sustrato y la dureza del recubrimiento respectivamente. Las cargas aplicadas al sustrato fueron de: 100, 200, 300, 500 y 1000 g, mientras que en la cara recubierta fue de 50, 60, 70, 80, 90, 100, 200, 300, 500 y 1000 g, respectivamente. Para llevar a cabo estos ensayos se construye una matriz de 5 filas y 2 columnas con lo cual se realizan un total de 10 mediciones por cada carga. La distancia entre cada punto de indentación en la probeta es igual a 3 veces la distancia de la diagonal mayor de la indentación anterior, tal como se muestra en la figura 2.13, esto con el fin de evitar el endurecimiento por deformación de los ensayos anteriores.

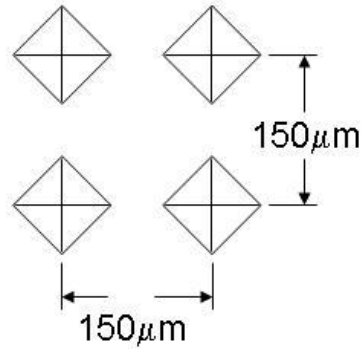


Figura 2.13. Diagrama de celdas de huella dejadas por el indentador durante la aplicación de las cargas.

Luego, para calcular la dureza compuesta, se aplicaron los modelos de Korsunsky et al.<sup>[11]</sup> y Puchi-Cabrera<sup>[26]</sup>, los cuales se presentan en la tabla 2.4.

Tabla 2.3. Modelos Korsunsky<sup>[11]</sup> et al. y de Puchi-Cabrera<sup>[26]</sup> para la determinación de la dureza compuesta.

MODELO DE KORSUNSKY
$H = H_s + \frac{(H_F - H_s)}{1 + \left(\frac{\beta}{\beta_0}\right)^n}$
MODELO DE PUCHI-CABRERA
$H = H_s + (H_F - H_s) * \exp \left[ - \left( \frac{\beta}{\beta_0} \right)^n \right]$

Donde:

$H$  : Dureza del sistema substrato-recubrimiento.

$H_S$  : Dureza del substrato.

$H_F$  : Dureza de la película.

$\beta$  : Profundidad relativa de indentación relativa.

$\beta_0$  : Constante propia del sistema recubierto.

$n$  : Constante propia del sistema recubierto.

Para el cálculo de la dureza absoluta del sustrato se utilizó el modelo de Thomas<sup>[29]</sup> cuya ecuación se presenta a continuación en la tabla 2.5.

Tabla 2.4. Modelo de Thomas<sup>[29]</sup> para el cálculo de la dureza absoluta del sustrato.

MODELO DE THOMAS
$H = H_0 + \frac{k}{d}$

Donde:

$H_0$  : Dureza absoluta del material.

$k$  : Constante propia del material.

$d$  : Tamaño de la huella producida por la indentación.

#### 2.2.4. ANÁLISIS DE LA RUGOSIDAD

Para conocer la rugosidad de las muestras recubiertas, se midió este parámetro utilizando un perfilómetro marca ZYGO modelo NEW VIEW 200 el cual utiliza la técnica de interferometría óptica. Este perfilómetro es capaz de evaluar una cierta área de la muestra y representar los datos de rugosidad en forma numérica y gráfica. El equipo posee un mecanismo que permite aislarlo de las vibraciones externas utilizando una suspensión de aire, evitando así que dichas vibraciones afecten los resultados del ensayo.

El estudio proporciona los siguientes resultados:

- **Rz**: Distancia promedio entre los 5 picos más altos y los 5 valles más profundos medidos desde una línea paralela a la línea central.

$$R_z = \frac{(P_1 + P_2 + P_3 + P_4 + P_5) - (V_1 + V_2 + V_3 + V_4 + V_5)}{5} \quad (\text{Ec 2.5})$$

Donde:

$P_i$  : Distancia de pico.

$V_i$  : Distancia de valle.

Para una serie de datos de contorno, un pico está definido como la porción de una superficie por encima de la línea media y entre las líneas de cruce con la línea central. Para una serie de datos de mapa, un pico está definido como un conjunto de datos protuberantes a través del plano de los datos promedio.

- **R<sub>a</sub>**: Desviación promedio aritmética de la línea central.

$$R_a = \frac{(Y_1 + Y_2 + Y_3 + \dots + Y_n)}{N} \quad (\text{Ec 2.6})$$

Donde:

$Y_i$  : Valor absoluto de cada punto.

$N$  : Número de elementos discretos.

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

$$rms = \left( \frac{Y_1^2 + Y_2^2 + Y_3^2 + \dots + Y_n^2}{N} \right)^{1/2} \quad (\text{Ec 2.7})$$



Figura 2.14. Equipo de perfilometría, marca ZYGO, modelo NEW VIEW 200

### 2.2.5. ENSAYO DE FATIGA-CORROSIÓN

Los ensayos de fatiga-corrosión se realizaron en una máquina de flexión rotativa marca FATIGUE DYNAMINS, modelo RBF-200, la cual se puede observar en la figura 2.12.



Figura 2.15. Máquina de flexión rotativa marca FATIGUE DYNAMINS, modelo RBF-200.

Dicha máquina está diseñada para aplicar ciclos de carga de inversión completa, en condiciones de flexión en voladizo, empleando probetas de forma cilíndrica. El equipo dispone de un contador de revoluciones para determinar los ciclos a falla y una barra calibrada con un contrapeso, la cual se utiliza para aplicar el momento flector responsable de generar el esfuerzo al cual están sometidas las probetas durante el ensayo, por este motivo se debe calcular el valor de dicho momento, por medio de la siguiente ecuación:

$$S = \frac{M \times C}{I} \quad (\text{Ec 2.8})$$

$$M = \frac{S \times I}{C} \quad (\text{Ec 2.9})$$

Donde:

$M$  : Momento flector [Nm].

$S$  : Esfuerzo aplicado [MPa].

$I$  : Momento polar de inercia [ $\text{mm}^4$ ].

$C$  : Distancia desde el eje neutro de la carga hasta la superficie de la probeta [mm].

Para una barra circular se tiene que:

$$I = \frac{\pi \times D^4}{64} \quad (\text{Ec 2.10})$$

$$C = \frac{D}{2} \quad (\text{Ec 2.11})$$

Donde:

$D$  : Diámetro de la probeta [mm].

Sustituyendo la ecuación 2.10 y la ecuación 2.11 en la ecuación 2.9, se tiene como resultado la siguiente ecuación:

$$M = \left( \frac{S \times \left( \frac{\pi \times D^4}{64} \right)}{\frac{D}{2}} \right) = \frac{S \times \pi \times D^3}{32} \quad (\text{Ec 2.12})$$

Es por ello que la ecuación para el momento flector será:

$$M = 11,0955 \times S \times D^3 [MPa \times mm^3] \quad (\text{Ec 2.13})$$





Figura 2.16. Máquina de flexión rotativa con dispositivo para ensayos en ambiente corrosivo.

Para crear el ambiente corrosivo durante el momento del ensayo, la máquina está provista de una cámara independiente. En este caso, el medio corrosivo utilizado fue una solución salina de NaCl al 3%. El rociado de dicha solución sobre la superficie de la probeta se realiza por medio de una boquilla en la parte superior de la cámara de corrosión, cuya ubicación coincide aproximadamente con el diámetro mínimo de la probeta a ensayar, obteniéndose de esta forma una humedad uniforme en la misma. Todos los ensayos fueron realizados con un caudal de aproximadamente 5 cc/s. El flujo continuo de la solución se garantizó mediante el uso de una bomba eléctrica rotativa, inmersa en un depósito para la succión del líquido.



Figura 2.17 Cápsula para ensayos en ambiente corrosivo acoplada a máquina de flexión rotativa.

El montaje de las muestras se realizó sujetando sus extremos mediante mordazas acopladas al eje del motor y a un eje cónico, a través del cual se aplica la carga respectiva, ya que dicho eje está unido a una barra graduada en función del momento flector ( $M$ ) producido por un contrapeso móvil.

Todos los ensayos de fatiga al aire y fatiga corrosión se realizaron a una frecuencia de 50 Hz, es decir, a una velocidad de rotación promedio de 3000 rpm. Los datos obtenidos de estos ensayos fueron el número de ciclos de falla para cada nivel de esfuerzo alternante aplicado.

#### ➤ Ecuación de Basquin

Para la correcta representación de la curva de Wöhler, es necesario graficar en escala semi-logarítmica los valores obtenidos de los ensayos de fatiga. Los esfuerzos alternantes ( $S$ ) se grafican en la ordenada, contra el logaritmo decimal del número de ciclos de falla ( $\log N$ ) el cual se grafica en las abscisas. La

descripción analítica de los datos se lleva a cabo a través de la ecuación paramétrica simple propuesta por Basquin:

$$S_a = S_f (N)^b \quad (\text{Ec 2.14})$$

Donde:

$S_a$  : Máximo esfuerzo alternante aplicado al material

$S_f$  : Coeficiente de resistencia a la fatiga.

$N$  : Número de ciclos a falla.

$b$  : Exponente de Basquin.

Para este trabajo, los parámetros involucrados en la ecuación de Basquin fueron obtenidos utilizando el método de regresión lineal recomendada por la norma ASTM E739, aplicada a la forma lineal de la ecuación anterior.

#### **2.2.6. ENSAYO DE CALOTA ESFÉRICA**

Para determinar el espesor del recubrimiento se utilizó la técnica de la calota esférica, la cual permite obtener resultados de alta precisión en un tiempo de análisis relativamente corto. Este procedimiento es recomendado por la norma VDI 3198 de evaluación de indentaciones, para el control de espesores de recubrimientos obtenidos por PVD y CVD.



Figura 2.18. Máquina para ensayos de calotest.

El principio de este ensayo es utilizar una esfera rotatoria en combinación con una suspensión de diamante como material abrasivo sobre una probeta plana para así dejar una huella sobre la misma.

La huella dejada sobre el material es producida por la fricción generada por la rotación de una esfera de metal de alta dureza y radio  $R$  contra la superficie. Posteriormente se realiza la medición de la huella tomando una foto mediante técnicas de microscopía electrónica de barrido, para así medir los diámetros de la huella dejada en la muestra.

Se realizaron tres huellas para poder realizar un promedio de las tres y obtener así una mayor precisión en el espesor del recubrimiento.

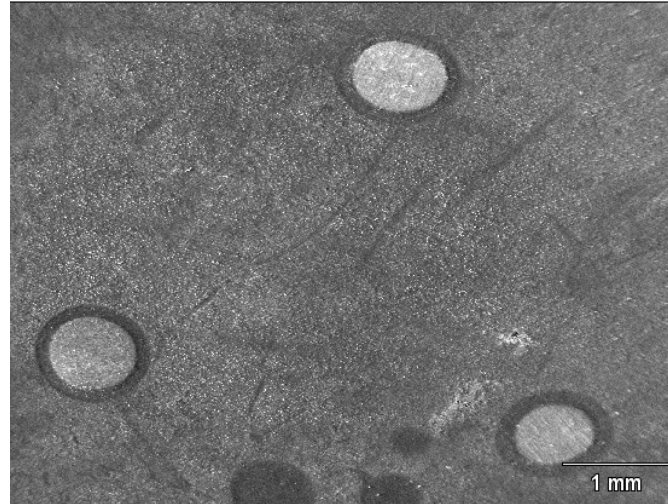


Figura 2.19. Se observan las 3 huellas realizadas en el ensayo de calota esférica.

La ecuación utilizada para el cálculo del espesor del recubrimiento fue:

$$E = \frac{1}{2} \left( \sqrt{4R_b^2 + d^2} - \sqrt{4R_b^2 + D^2} \right) \quad (\text{Ec 2.15})$$

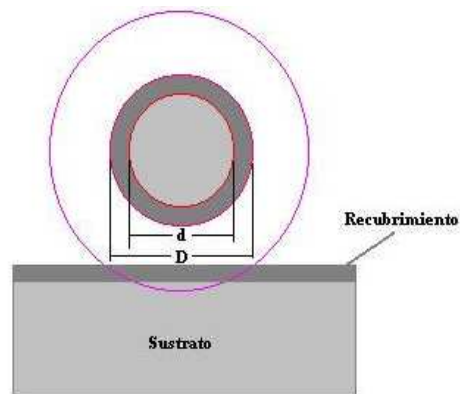


Figura 2.20 Esquema del ensayo de Calota Esférica.

Donde:

$E$  : Espesor del recubrimiento ( $\mu\text{m}$ ).

$R_b$  : Radio de la bola ( $\mu\text{m}$ ).

$D$  : Diámetro de la huella del recubrimiento ( $\mu\text{m}$ ).

$d$  : Diámetro de la huella del sustrato ( $\mu\text{m}$ ).

### **2.2.7. ESTUDIO FRACTOGRÁFICO**

#### **➤ Preparación de las Muestras**

Se realizó el estudio fractográfico de las muestras recubiertas ensayadas tomando para ello cuatro probetas procedentes de los ensayos de fatiga (dos probetas recubiertas y dos probetas sin recubrimiento), seleccionando aquellas cuyos ciclos de falla se acercan más al promedio de ciclos de falla para el mayor y el menor nivel de esfuerzo correspondiente a cada ensayo.

#### **➤ Corte de las Probetas**

Una vez seleccionadas las cuatro probetas, se procedió a realizar los cortes transversales y longitudinales necesarios para el estudio. El corte transversal se realizó a una distancia aproximada de 5 mm de la zona de fractura. Para realizar este corte se utilizó una cortadora de disco abrasivo marca BUEHLER modelo SAMPLMET 2.



Figura 2.21. Cortadora de disco abrasivo marca BUEHLER modelo SAMPLMET 2.

Se procedió a realizar el mismo corte transversal en la otra parte de la probeta, para luego proceder a cortarla longitudinalmente.

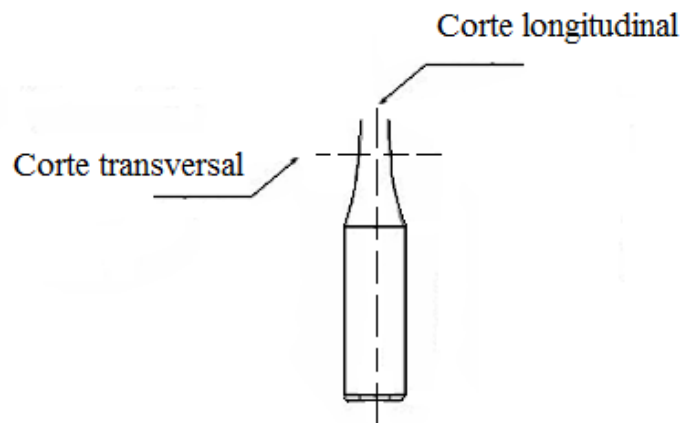


Figura 2.22. Tipos de corte realizados en las probetas de fatiga.

Para este último corte se utilizó una cortadora de baja velocidad de disco de diamante marca BUEHLER modelo ISOMET LOW SPEED SAW, teniendo en cuenta que el corte fuese realizado aproximadamente en la mitad circular de la probeta para poder obtener información acerca de la formación de las grietas.



Figura 2.23. Cortadora de baja velocidad marca BUEHLER modelo ISOMET LOW SPEED SAW.

➤ **Embutido de las Muestras Longitudinales**

Después de realizar el corte longitudinal, se procedió a embutir las muestras en una embutidora marca STRUES modelo PRESTOSPRESS, la cual emplea una resina en polvo y actúa bajo una presión constante de 2 toneladas y altas temperaturas. Una vez finalizado el proceso se refrigeran las muestras mediante un sistema acoplado a la embutidora, dejando la muestra lista para su manipulación.



Figura 2.24. Embutidora PRESTOSPRESS marca STRUERS con sistema de refrigeración.



### ➤ Pulido de las Muestras

Una vez embutidas las muestras, se procedió a realizar un desbaste fino utilizando papel de lija de tamaño de grano 1200, 1500 y 2000, siguiendo una secuencia de papel con tamaño de grano más grande a tamaño de grano más fino. Este proceso se realizó en una pulidora marca BUEHLER modelo METASERV 3000 variable “speed grinder-polisher” perteneciente al laboratorio de metalografía de la Escuela de Ingeniería Mecánica de la Universidad Central de Venezuela (UCV), cuidando que el ataque fuese siempre en la misma dirección, para evitar así las fallas de borde. Posterior a este desbaste fino se procedió a pulir utilizando un paño Micro Cloth y alúmina de 0,3 y 0,05  $\mu\text{m}$ , siendo primero el pase por el paño con alúmina de 0,3  $\mu\text{m}$  y luego por el paño de 0,05  $\mu\text{m}$ .

#### 2.2.8. MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO (MEB).

Luego del pulido de las muestras, cada una de ellas se sumergieron en acetona ( $\text{CH}_3(\text{CO})\text{CH}_3$ ) y se introdujeron en un equipo de limpieza ultrasónica marca BUEHLER modelo ULTRAMET II durante un lapso de quince minutos (15 min.) aproximadamente. Esto se realizó antes del estudio fractográfico, con el fin de eliminar todos los residuos generados en el proceso de pulido anterior.

El estudio fractográfico se llevó a cabo con la ayuda de un microscopio electrónico de barrido, marca HITACHI modelo S-24000, perteneciente a la Escuela de Ingeniería Metalúrgica y Ciencia de los Materiales de la Universidad Central de Venezuela (UCV), empleando un voltaje de aceleración de 25 kV.



Figura 2.25. Equipo de Microscopía Electrónica de Barrido, marca HITACHI, modelo S-24000

### **2.3. ENSAYOS REALIZADOS EN EL INSTITUTO DE CIENCIA Y TECNOLOGÍA DE MATERIALES DE LA UNIVERSITÀ DEGLI STUDI DE ROMA TRE**

Con la ayuda del Profesor Edoardo Bemporad (coordinador del Instituto de Ciencia y Tecnología de Materiales de la URT) y de todo su equipo de investigadores, se llevaron a cabo una serie de ensayos con el objetivo de estudiar la morfología de la superficie, medir el espesor del recubrimiento y realizar su análisis microestructural, así como determinar la distribución de los defectos en la superficie, modulo de dureza y el esfuerzos residuales.

Con el fin de realizar todos los ensayos pertinentes se utilizaron dos discos de sustrato acero AISI H13 y AISI 4340 respectivamente; y dos probetas de fatiga, todos recubiertos con Balinit® Helica.

### **2.3.1. PREPARACIÓN DE LAS MUESTRAS**

En el caso de presencia de impurezas superficiales, se procedió a realizar una limpieza por ultrasonido con alcohol y nitrógeno seco a través de una lámpara de infrarrojos como es común en este tipo de técnicas de análisis.

### **2.3.2. ANÁLISIS DE DEFECTOS A TRAVÉS DE LA MICROSCOPIA ÓPTICA**

Para las referidas muestras de dureza, se realizaron 10 fotomicrografías con la ayuda de un microscopio óptico con un aumento de 50X. Considerando el número de defectos visibles, se adoptaron los mismos parámetros de adquisición (iluminación, nivel de contraste, tiempo de exposición) para todas las fotomicrografías realizadas.

Todas las fotomicrografías obtenidas fueron analizadas mediante el software de análisis ANALYSIS 3.0, siguiendo el procedimiento estándar el cual consiste en:

- Reducción de la imagen en escala de grises.
- Binarización de la imagen.
- Corrección manual de defectos no identificados o identificados de forma incorrecta.
- Clasificación de los defectos de acuerdo a 20 clases según su dimensión característica creciente en escala logarítmica.
- Análisis estadístico de la distribución de defectos utilizando el software DEFECTSIS desarrollado en el laboratorio LIME.

### **2.3.3. ENSAYO DE MICROIDENTACIÓN**

Las cargas aplicadas para la realización de este ensayo fueron las siguientes: 25, 50, 100, 200, 300, 500 y 1000 g. Luego se aplicaron los modelos de Korsunsky et al.<sup>[11]</sup> y de Puchi-Cabrera<sup>[26]</sup>, los se presentaron anteriormente en la tabla 2.4.

Para la aplicación es estos modelos se utilizó el software MATHCAD (una hoja de cálculo desarrollada por el Prof. Puchi-Cabrera empleando dicho software) con el fin de calcular la dureza absoluta del recubrimiento.

### **2.3.4. ENSAYOS DE NANOIDENTACIÓN**

Los ensayos de nanoindentación se realizaron bajo la norma ISO 14577-1-2-3, utilizando un indentador BERKOVICH, en un nanoindentador marca MTS G200, caracterizado por una modalidad CSM (“Continuous Stiffness Measurement” ó Medición Continua de la Rigidez), con una velocidad de deformación constante de  $0,05 \text{ s}^{-1}$ , profundidad máxima de indentación de 500 nm, coeficiente de poisson 0,25. Se prestó la debida atención a la calibración del instrumento, así como a la evaluación detallada de la función del área de contacto de la muestra/indentador. La calibración se efectúa antes y después de cada ensayo a través de una muestra estándar de Silica fundida, a fin de verificar la calibración del propio instrumento y sus posibles variaciones durante el ensayo.

### **2.3.5 OBSERVACIÓN FIB/SEM**

La observación FIB/SEM, fue realizada a través de un Microcorte por Haz Iónico focalizado (Focused Ion Beam). Después de haber posicionado la

superficie de la muestra en un plano ortogonal a la columna iónica (con inclinación de  $52^\circ$  con respecto a la columna electrónica), se efectuó una deposición preliminar de una capa de Platino (Pt) de espesor de  $1\ \mu\text{m}$ , con el fin de proteger a la superficie y dejarla inalterada durante la remoción de material.

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

El corte se realizó en uno de los discos, al igual que al borde y al centro de las probetas de fatiga. Con el fin de poder medir el espesor del recubrimiento y establecer su estructura por medio de la microscopía electrónica de barrido (MEB).

### **2.3.6 COMPOSICIÓN QUÍMICA**

Por medio de la técnica FIB (similar al mencionado en el punto anterior), se obtuvo una lámina de aproximadamente  $150\ \text{nm}$  de espesor, con el fin de aumentar la resolución, disminuyendo el volumen de interacción entre la muestra y la sonda iónica.

La probeta se colocó inclinada  $52^\circ$  con respecto a la columna iónica y en un plano ortogonal al cañón de electrones, ya que de esta forma se tiene el máximo de resolución y exactitud en la medición del perfil de composición, realizado por medio de la técnica de Espectroscopía por Dispersión en Energía de Rayos X (“Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy”).

El perfil de los elementos se obtiene mediante medición de los rayos X emitidos por la muestra, por efecto de su interacción con el haz de electrones, empleando para ello un voltaje de aceleración de electrones en el orden de los

10 kV, valor considerado óptimo (después de una serie preliminar de medidas) entre la dimensión del punto (que debe ser mínima para aumentar la resolución) y el conteo realizados por el detector de rayos X (que debe ser máximo).

La presencia de la película de Pt se utiliza como elemento de control para verificar la resolución espacial de la técnica y de este modo optimizar los parámetros de adquisición y la geometría del corte a realizar.

### **2.3.7 CÁLCULO DE LOS ESFUERZOS RESIDUALES POR MEDIO DE LA TÉCNICA DE FRESADO IÓNICO**

Por medio de la técnica FIB se realizó un fresado de zanjas en forma de anillo, (anillo de perforación) el cual induce una deformación gradualmente controlada en la superficie de la muestra dejando la parte interior en un estado libre de esfuerzos. El cambio en la deformación se mide por medio de una correlación de imágenes digitales realizada por medio de la técnica SEM comparándolas con un patrón regular de puntos depositado sobre la superficie de la muestra antes de realizar el fresado. Utilizando el método de elementos finitos FEM se va modelando la evolución de la deformación a medida que la perforación se lleva a cabo de acuerdo con las observaciones experimentales.

Esta técnica representa una mejora sustancial con respecto a las técnicas anteriores de medición del esfuerzo residual, ya que representa un método no destructivo para la evaluación de los esfuerzos residuales a escalas micrométrica.

## **CAPITULO III**

### **3. RESULTADOS Y ANALISIS DE RESULTADOS**

Este capítulo contiene los resultados y el análisis de los resultados de los ensayos realizados para el presente trabajo de investigación, los mismos están divididos en dos partes, la primera será la correspondiente al trabajo realizado en la Universidad Central de Venezuela y la segunda será la correspondiente al trabajo realizados en el Instituto de Ciencia y Tecnología de Materiales de la Università Degli Studi Roma TRE.

#### **3.1. ENSAYOS REALIZADOS EN LA UNIVERSIDAD CENTRAL DE VENEZUELA**

A continuación se presentan los resultados y el respectivo análisis de los ensayos realizados en la Universidad Central de Venezuela. En este se presentarán tablas, gráficas y microfotografías, con el fin de brindar una mejor comprensión al lector, con respecto a los resultados descritos.

##### **3.1.2. ANALISIS DE RUGOSIDAD**

Con la finalidad de conocer el estado final de la superficie después de depositada la película y compararla con los datos de rugosidad superficial del substrato obtenidos de trabajos anteriores, se realizó un estudio de perfilometría de una muestra recubierta.

La tabla 3.1 presenta los resultados obtenidos por Moreno y Cabeza<sup>[17]</sup>, quienes en su trabajo especial de grado emplearon un acero AISI 4340 tanto sin recubrir como recubierto con TiCN. Asimismo, se presentan los resultados del análisis obtenido para el mismo acero, recubierto con Balinit Helica.

Tabla 3.1. Análisis de rugosidad de probetas de acero AISI 4340 sin recubrir y recubiertas.

	Distancia promedio entre picos y valles Rz ( $\mu\text{m}$ )	Desviación promedio aritmética Ra ( $\mu\text{m}$ )	Raíz cuadrada media rms ( $\mu\text{m}$ )
SUSTRATO	0,888	0,037	0,057
RECUBRIMIENTO	1,031	0,018	0,025

Es evidente la variación existente entre los tres valores promedio medidos antes y después del recubrimiento; el aumento en el valor de Rz fue de un 13%; por el contrario, los valores de Ra y rms disminuyeron en un 51 y 56%, respectivamente. Esta variación se debe a que el proceso de deposición tiene como principio reproducir la topografía del sustrato; siendo esto así, los picos son reproducidos pero los valles son llenados por la película, modificando así la línea central de la superficie.

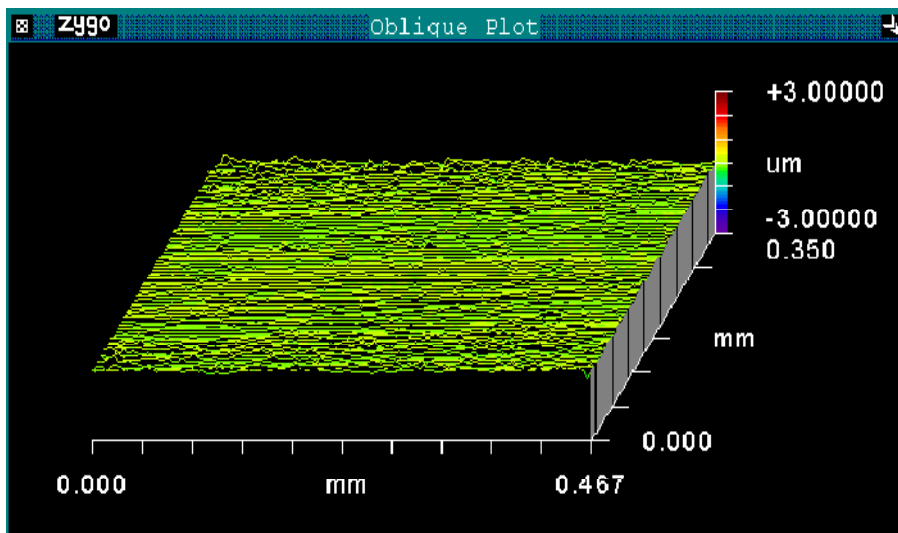


Figura 3.1. Representación grafica de un área de medición de rugosidad del Acero AISI 4340 sin recubrir.



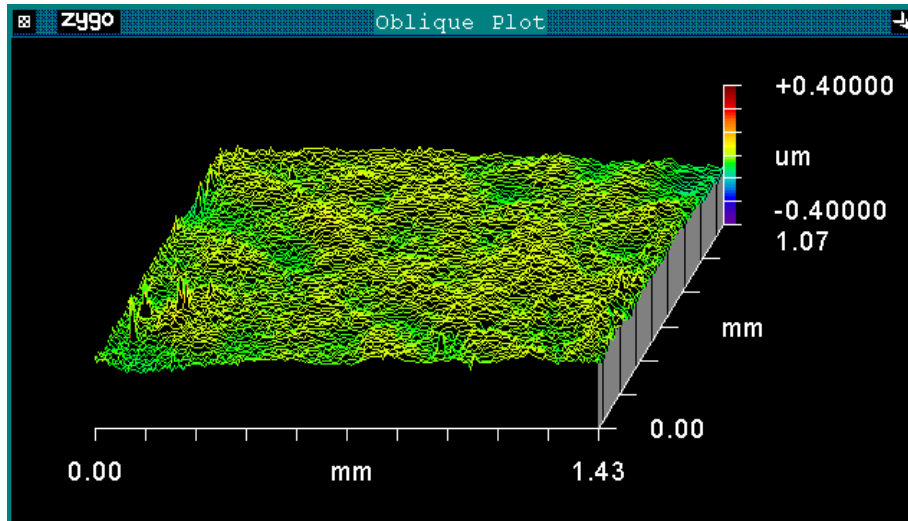


Figura 3.2. Representación grafica de un área de medición de rugosidad del acero AISI 4340 recubierto con Balinit® Helica.

Las figuras 3.1 y 3.2 nos muestran gráficamente la topografía del acero AISI 4340 sin recubrir y recubierto con Balinit® Helica respectivamente. En estas podemos evidenciar que la superficie no presenta alteraciones considerables ya que la escala de medición es del orden micrométrico y no se aprecian grandes depresiones o cambios de color.

### 3.1.3 ENSAYOS DE DUREZA

#### 3.1.3.1. PRUEBA DE CALOTEST

Se utilizó la prueba de Calotest para determinar el espesor del recubrimiento. Para realizar la medición de las huellas dejadas en el ensayo se tomó una fotomicrografía con el microscopio electrónico de barrido (MEB) de la Escuela de Ingeniería Metalúrgica y Ciencia de los Materiales. Se utilizó un vernier de tipo digital para determinar el radio de la bola ( $R_b$ ), de la medición se obtuvo un valor de  $R_b=15870 \mu\text{m}$ .

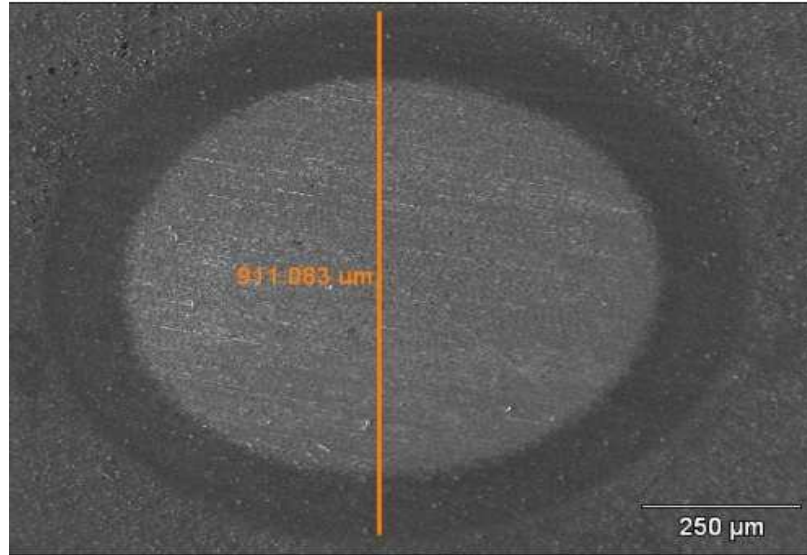


Figura 3.3. Espesor del recubrimiento Balinit® Helica observada en el MEB.

En la figura 3.3, se observa la huella dejada por el ensayo de calotest sobre la cual se realizaron las mediciones de los diámetros internos y externos. Se aprecia claramente la diferencia de colores entre el sustrato y el recubrimiento, siendo este último el anillo de color oscuro que observamos en la fotomicrografía.

Con los diámetros promedio de las huellas, tanto externo como interno y el valor medido del radio de la esfera de acero para herramientas, se obtuvieron los valores del espesor, utilizando la fórmula correspondiente para ensayo de calotest. A continuación la tabla 3.2, nos muestra los valores de espesor calculados para cada huella y el valor promedio final.

Tabla 3.2. Espesores de recubrimiento obtenidos del ensayo de Calotest.

Huella	Espesor Recubrimiento [micras]	Espesor Promedio Total [micras]
1	3,51	3,41
2	3,31	

De la tabla 3.2 se observa que el valor promedio de espesor total es 3,41  $\mu\text{m}$ ; dicho valor es típico de este tipo de proceso de deposición, ya que al aumentar considerablemente el espesor de película surgen problemas de adhesión entre el sustrato y el recubrimiento, siendo esto un factor limitante en la técnica deposición de recubrimiento de capa delgada. También se aprecia la uniformidad en el espesor del recubrimiento, lo cual es debido a la técnica utilizada en el proceso de deposición, que consiste en girar la muestra a velocidad constante a medida que se deposita el recubrimiento.

### 3.1.3.2. ENSAYO DE MICROINDENTACIÓN

Se llevaron a cabo ensayos a varias cargas con el fin de obtener la dureza compuesta del sistema sustrato-recubrimiento, el cual está constituido de un disco de acero AISI H13 recubierto con Balinit® Helica. El sustrato posee una dureza aproximada de 6,2 GPa. En la tabla 3.3 observamos los valores obtenidos a diversas cargas.

Tabla 3.3. Valores de Dureza Obtenidos luego del Barrido de Cargas.

CARGA [g]	DUREZA [GPa]	
	COMPUESTA	SUBSTRATO
1000	7,86	6,25
500	7,16	6,36
300	6,95	6,02
200	10,3	6,54
100	10,1	5,92
90	12,2	
80	15,4	
70	19,7	
60	24,4	
50	30,4	

Por medio de los modelos de Koursunsky et al. <sup>[11]</sup> y de Puchi-Cabrera<sup>[26]</sup> se realizó el modelaje de la dureza compuesta de los discos recubiertos. En la figura 3.4 observamos las gráficas correspondientes a ambos modelos, identificados como K y PC respectivamente. Igualmente, observamos la gráfica de la dureza absoluta del sustrato.

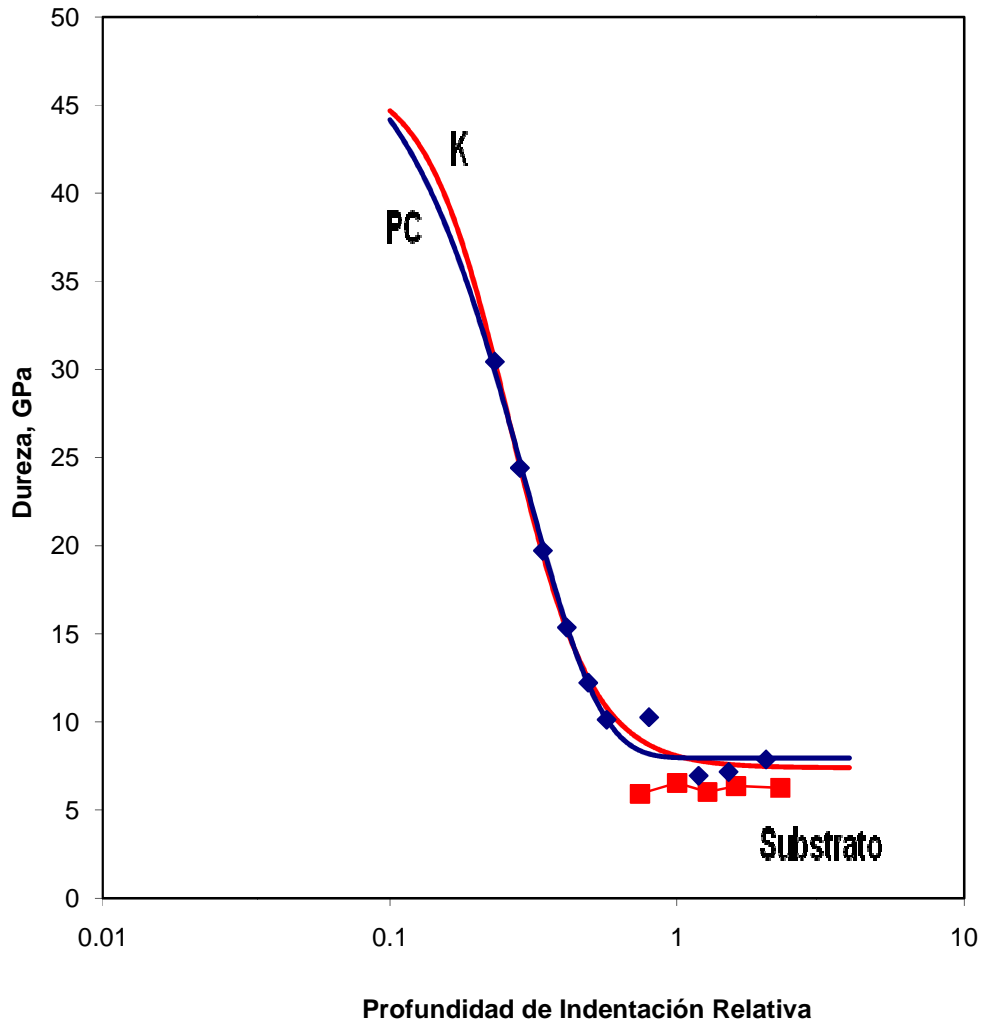


Figura 3.4. Modelo de Koursunsky et al.<sup>[11]</sup> y Puchi Cabrera<sup>[26]</sup> para la determinación de la Dureza Compuesta.

Observando la figura 3.4 podemos mencionar que en ambos modelos es característico que el valor de la dureza va disminuyendo a medida que la profundidad de indentación relativa aumenta, hasta llegar a valores cercanos al valor de la dureza del sustrato; esto es debido a la influencia que ejerce el

sustrato a medida que la indentación aumenta su profundidad. En la tabla 3.4 podemos apreciar los valores de la dureza absoluta del recubrimiento luego de extrapolar las gráficas mencionadas anteriormente.

Tabla 3.4. Resultados de los modelos de Koursunsky y Puchi Cabrera, para el cálculo de la dureza absoluta del recubrimiento.

Modelo	DUREZA ABSOLUTA DEL RECUBRIMIENTO [GPa]
Koursunsky	46,8
Puchi Cabrera	50,6

Cabe destacar que los modelos aplicados se ajustan de muy buena manera a los valores de dureza obtenidos aplicando diversas cargas.

### 3.1.4. ENSAYO DE TRACCIÓN

Para la realización de los ensayos de fatiga, fue necesario evaluar primero el comportamiento mecánico del material en tracción uniaxial, esto con el objeto de diseñar posteriormente los ensayos de fatiga a partir del valor del esfuerzo de fluencia determinado los ensayos de tracción uniaxial. Debido a esto se realizó un único ensayo de tracción al material recubierto, posteriormente se corrigieron los valores de alargamiento por efecto de la deformación elástica de los elementos de máquina del equipo de ensayos mecánicos, lo que permitió obtener el valor medio de esfuerzo de fluencia, esfuerzo real a carga máxima y porcentaje de reducción de área.

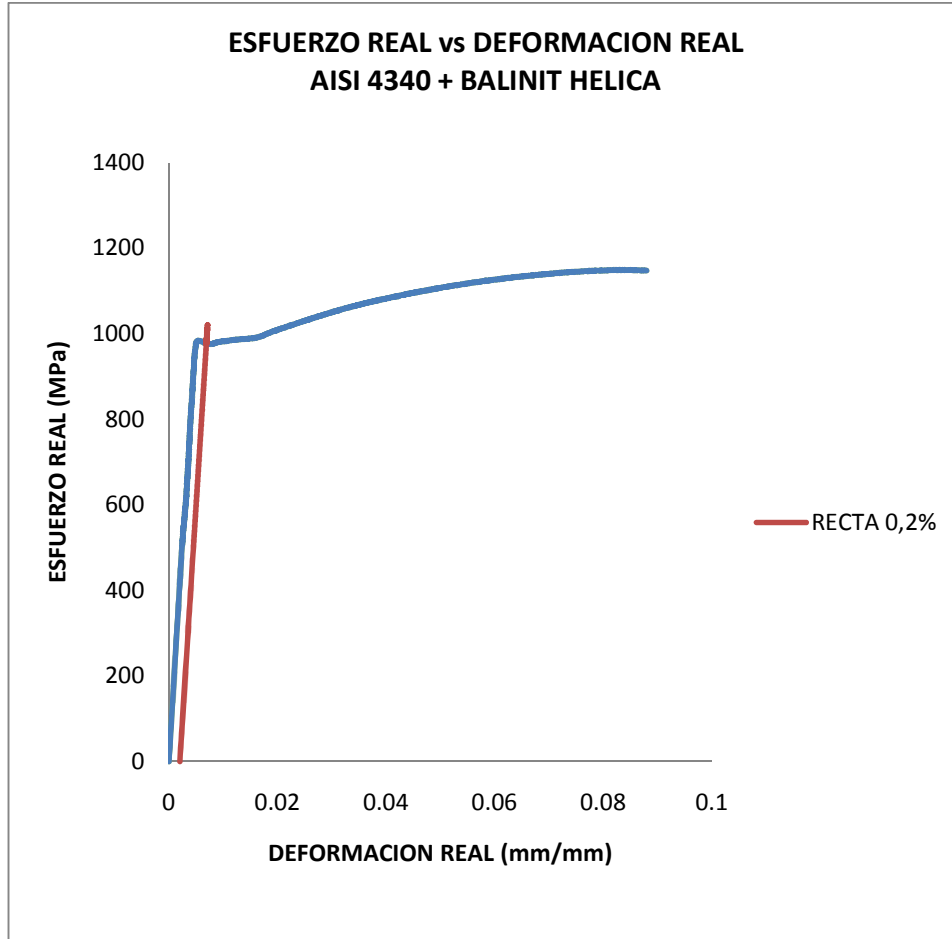


Figura 3.5. Curva esfuerzo real vs Deformación real de un acero AISI 4340 recubierto con Balinit® Helica.

La figura 3.5 ilustra la curva esfuerzo-deformación de un acero AISI 4340 recubierto con Balinit® Helica. La recta paralela a la porción inicial de la curva desplazada a una distancia de 0,002 (mm/mm) del origen, permite determinar el valor del esfuerzo de fluencia ( $S_y$ ) del material, de acuerdo a la regla del 0,2% de la deformación, el cual observamos en la tabla 3.5, en donde

además se encuentran, el esfuerzo real a carga máxima ( $\sigma_{uts}$ ) y el porcentaje de reducción de área.

Tabla 3.5. Valores de esfuerzo de fluencia, esfuerzo máximo reales y % de reducción de Área obtenidos del ensayo de tracción.

Ensayo	Esfuerzo de fluencia (Sy)	Esfuerzo real a carga máxima ( $\sigma_{uts}$ )	% de reducción de Área
1	881 MPa	1148 MPa	31.2

Comparando los resultados de la tabla 3.5 con los valores de referencia según la norma ASTM, de esfuerzo de fluencia y esfuerzo real a carga máxima de un acero AISI 4340 en condición de temple y revenido, los cuales son 876 MPa y 1476 MPa respectivamente, podemos darnos cuenta que la película depositada no modifica las propiedades estáticas del sustrato.

### 3.1.5. ENSAYOS FATIGA-CORROSIÓN

Los resultados concernientes al ensayo de fatiga-corrosión realizado al acero AISI 4340 se presentan en la tabla 3.6. Se procedió a ensayar a cuatro niveles de esfuerzo para así obtener una serie de valores con los cuales elaborar la curva S-N del referido ensayo. Se inició con un esfuerzo de 465 MPa (52,80% del esfuerzo de fluencia), esto con el fin de establecer un intervalo de fatiga de alto ciclaje, el cual se encuentra entre 100.000 a 1.000.000 de ciclos. Los esfuerzos intermedios estuvieron en el orden de 275 MPa y 370 MPa (31,3% al 42% del esfuerzo de fluencia), respectivamente.



Tabla 3.6. Resultados ensayos fatiga corrosión del acero AISI 4340.

Ciclos [Nf]	Esfuerzo [MPa]
1249400	180
1063600	180
930300	190
893200	210
730200	230
817700	240
406200	275
420300	275
344400	350
216400	370
195700	370
183900	370
111600	460
102800	465
102700	465

Se puede notar claramente que a medida que el esfuerzo es mayor, el número de ciclos de vida a la fatiga corrosión disminuye, comportamiento que era de esperarse debido a que en presencia de un esfuerzo alternante alto, la velocidad de propagación de las grietas de fatiga será mayor, reduciendo así los ciclos de vida a la fatiga.

La tabla 3.7 muestra los resultados del substrato recubierto con Balnit® Helica, obtenidos igualmente del ensayo de fatiga-corrosión. Igual que para el ensayo del substrato sin recubrir, se decidió establecer un intervalo de vida entre 100000 y 1000000 de ciclos para así tener una mejor distribución de datos para la curva. Se dispuso de 22 probetas; se utilizaron 5 probetas para definir los niveles de esfuerzo a los cuales se alcanzaban los 100000 y 1000000 de ciclos y una vez determinados estos niveles, los cuales fueron 574 MPa y 240

MPa, se eligieron los esfuerzos intermedios, siendo estos de 350 MPa y 460 MPa, distribuyéndose las probetas restantes entre estos 4 niveles de esfuerzo.

Tabla 3.7. Resultados ensayos fatiga corrosión del acero AISI 4340 recubierto con Balinit® Helica.

Ciclos [Nf]	Esfuerzo [MPa]
953800	240
1162900	240
1104000	240
1280000	240
569000	270
632700	300
430500	334
453300	344
363400	350
426300	350
453900	350
492400	350
160400	460
191400	460
246800	460
216900	460
112300	574
96700	574
94800	574
111800	574
97300	574
47400	584

Igual que para el acero sin recubrir podemos ver el mismo comportamiento, aunque podemos notar que los niveles de esfuerzo son superiores para los mismos intervalos de vida a la fatiga.

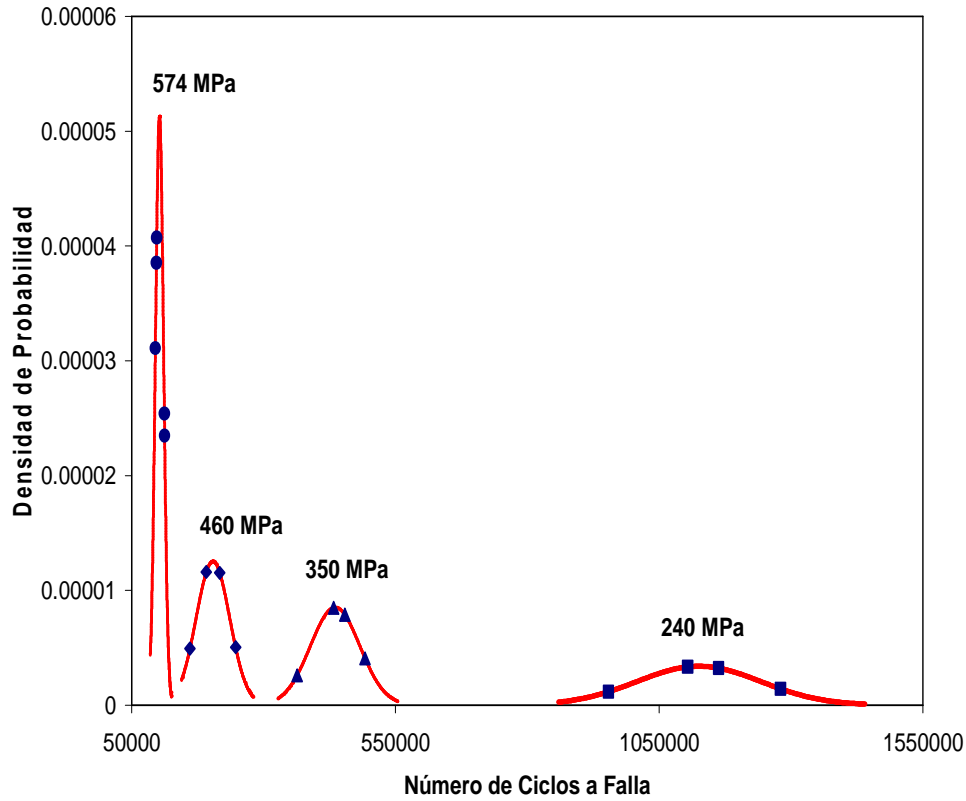


Figura 3.6. Densidad de Probabilidad para una distribución normal de los ensayos de Fatiga-Corrosión un Acero AISI 4340 recubierto con Balinit® Helica.

En la figura 3.6, se muestra el gráfico de densidad de probabilidad para una distribución normal de los resultados de los ensayos de fatiga-corrosión de un acero AISI 4340 recubierto con Balinit® Helica, para cada nivel de esfuerzo. En ella se aprecia que para un esfuerzo de 574 MPa el evento de falla sucederá alrededor de un valor ciclos de vida, existiendo poca dispersión en torno al valor de falla, mientras que para un esfuerzo de 240 MPa existe una gran dispersión entorno al valor de ciclos en el cual la falla se presentará.

Para un mejor análisis comparativo de los ensayos de fatiga corrosión en el sustrato recubierto y el sustrato sin recubrir, en la figura 3.7 se reflejan gráficamente los resultados de los ensayos de fatiga corrosión para el sustrato recubierto comparándose con el sustrato no recubierto para los diferentes niveles de esfuerzo ensayados.

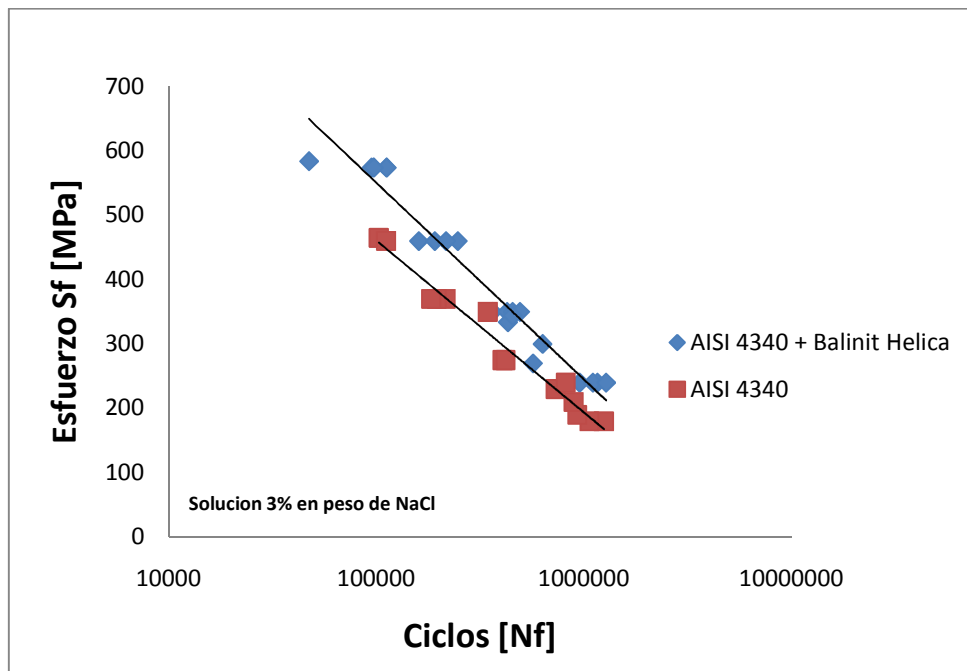


Figura 3.7. Resistencia a la fatiga del acero AISI 4340 y AISI 4340 recubierto con Balinit® Helica, ensayos fatiga corrosión.

Se puede observar en la figura 3.7 un incremento en la vida a la fatiga en el sustrato recubierto, aumentando esta a medida que el nivel de esfuerzo es mayor. Podemos ver que la presencia de la película afecta positivamente al conjunto otorgando una mayor vida a la fatiga; esto se debe, entre otros factores, a que la película depositada es inerte a la corrosión, evitando así las picaduras en la superficie y retardando la nucleación de las grietas.

Por medio de las rectas obtenidas anteriormente para los ensayos de fatiga corrosión de las probetas recubiertas y las no recubiertas, se pueden determinar los parámetros de las ecuaciones de Basquin. Dichos valores se encuentran reflejados en las tablas 3.8 y 3.9 respectivamente.

Tabla 3.8. Parámetros de Basquin AISI 4340.

AISI 4340	
Parametros Ec. de Basquin	
Sf=	39847, MPa
b=	0,38
R <sup>2</sup> =	0,969
Ec. Basquin	
$S = 39847 \times (Nf)^{-0,383}$ , MPa	

Tabla 3.9. Parámetros de Basquin AISI 4340 +BALINIT ® HELICA.

AISI 4340 + BALINIT HELICA	
Parametros Ec. de Basquin	
Sf=	27206, MPa
b=	0,34
R <sup>2</sup> =	0,951
Ec. Basquin	
$S = 27206 \times (Nf)^{-0,337}$ , MPa	

Para un análisis más detallado, la figura 3.8 presenta una representación gráfica del porcentaje de incremento en la vida a la fatiga corrosión del acero AISI 4340 recubierto con Balinit® Helica, con respecto al acero AISI 4340 a distintos niveles de esfuerzo.

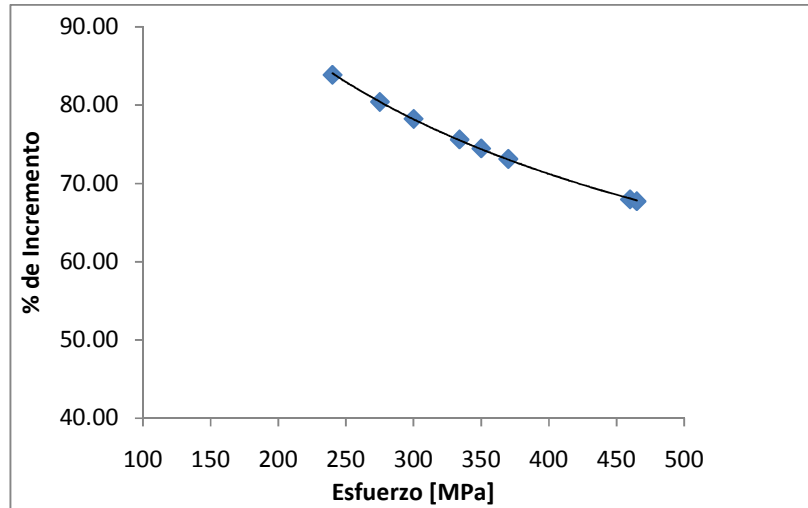


Figura 3.8. Porcentaje de incremento en la vida a la fatiga corrosión del acero AISI 4340 recubierto con Balinit Helica, con respecto al acero AISI 4340.

Se ensayó a tres niveles de esfuerzo iguales el sustrato recubierto y el sustrato sin recubrir, obteniendo para cada uno los siguientes incrementos porcentuales:

- Para un esfuerzo de 240 MPa existe un 84% de mejoría en la vida a la fatiga corrosión del material recubierto sobre el material base.
- Para un esfuerzo de 350 MPa existe un 74,5% de mejoría en la vida a la fatiga corrosión del material recubierto sobre el material base.
- Para un esfuerzo de 460 MPa existe un 68% de mejoría en la vida a la fatiga corrosión del material recubierto sobre el material base.

Se observa claramente que a mayor nivel de esfuerzo, menor será el incremento porcentual; esto es debido a que a un mayor nivel de esfuerzo la velocidad de propagación de la grieta de fatiga aumenta, disminuyendo así la vida a la fatiga.

### **3.2. ENSAYOS REALIZADOS EN EL INSTITUTO DE CIENCIA Y TECNOLOGÍA DE MATERIALES DE LA UNIVERSITÀ DEGLI STUDI ROMA TRE.**

Debido a que parte de este trabajo especial de grado se llevó a cabo en conjunto con el Instituto de Ciencia y Tecnología de Materiales de la Università Degli Studi de Roma TRE, Roma, Italia, a continuación se muestran los resultados y el análisis de los ensayos realizados por el equipo de investigadores pertenecientes al mencionado instituto.

Con el fin de realizar todos los ensayos pertinentes se utilizaron dos discos de substrato acero AISI 4340 y AISI H13, recubiertos con Balinit® Helica (denominadas A y B, respectivamente) y dos probetas de fatiga igualmente recubiertas (denominadas C y D, respectivamente).

#### **3.2.1. ANÁLISIS DE DEFECTOS A TRAVÉS DE LA MICROSCOPIA ÓPTICA**

Utilizando el disco (B) compuesto por acero AISI H13 recubierto con Balinit® Helica, se realizaron un total de 10 fotomicrografías tomadas al azar en la superficie de la muestra, por medio del software ANALYSIS 3.0, mediante el cual se analizaron los defectos presentes para así clasificarlos en función de:

- Cantidad.
- Área.
- Factor de forma.

La superficie analizada fue de  $0,22 \text{ mm}^2$ , en la cual se encontró un 17,3% de defectos. En la tabla 3.10 se ilustra la clasificación del análisis de

defectos a través de la microscopía óptica, encontrándose un total de 20 clases, en cada una de las cuales podemos observar el intervalo de medición, la cantidad de defectos presentes, el área media de defecto por clase y el factor de forma medio.

Tabla 3.10. Clasificación del análisis de defectos a través de la microscopía óptica.

CLASE	INTERVALO [ $\mu\text{m}^2$ ]	CANTIDAD DE DEFECTOS	ÁREA MEDIA [ $\mu\text{m}^2$ ]	FACTOR DE FORMA MEDIO
1	0,100 - 0,160	5707	36,751	0,993
2	0,160 - 0,250	5556	55,684	0,942
3	0,250 - 0,400	5330	84,346	0,881
4	0,400 - 0,630	4336	109,120	0,827
5	0,630 - 1,000	3737	148,064	0,781
6	1,000 - 1,580	3117	196,461	0,737
7	1,580 - 2,510	2365	236,492	0,693
8	2,510 - 3,980	1842	289,974	0,648
9	3,980 - 6,310	1427	356,026	0,582
10	6,310 - 10,00	1025	404,988	0,539
11	10,00 - 15,85	662	411,626	0,481
12	15,85 - 25,12	402	397,103	70,427
13	25,12 - 39,81	232	360,554	0,371
14	39,81 - 63,10	110	367,417	0,331
15	63,10 - 100,0	57	222,553	0,267
16	100,0 - 158,49	13	80,263	0,180
17	158,49 - 251,19	6	62,716	0,122
18	251,19 - 398,11	3	40,479	0,047
19	398,11 - 630,96	3	71,608	0,074
20	630,96 - 1000	0	0,000	0,000



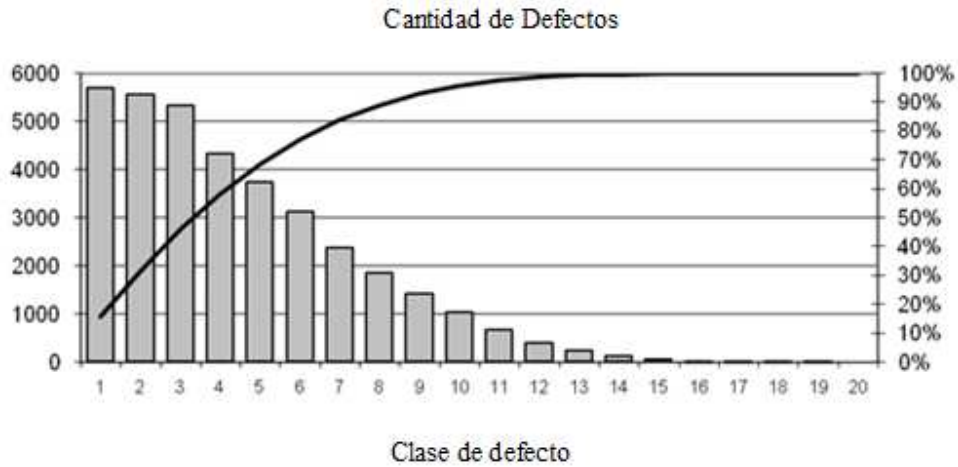


Figura 3.9. Ilustra gráficamente la Cantidad de Defectos vs. Clase de Defecto.

En la figura 3.9, se observa una mayor concentración de defectos en las clases bajas, ya que aproximadamente el 85% de los defectos presentes en el área evaluada se encuentran dentro de las primeras 7 clases, notándose que a medida que aumenta la superficie de defectos, menor es el número de defectos presentes.

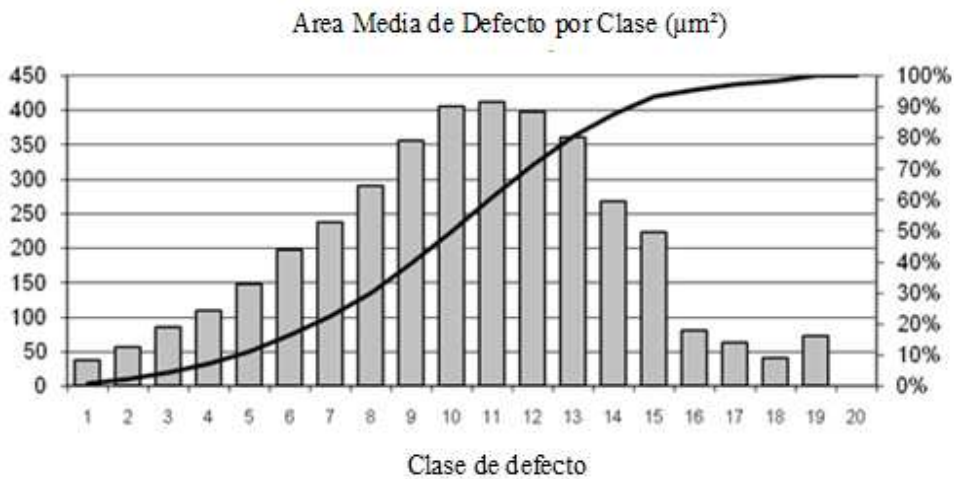


Figura 3.10. Ilustra gráficamente el Área media de Defecto por clase vs. Clase de Defecto.

En la figura 3.10 se observa una distribución Gaussiana en la que la clase más deficiente al evaluar el área media de defecto es la número 11. Si bien es cierto que en el gráfico anterior la referida clase era menor en cuanto a número de defectos, podemos observar que posee una gran área media de defectos llegando al valor de  $412 \mu\text{m}^2$ . Es de notar que los defectos de la clase 11 cubren aproximadamente el 70% de la superficie analizada.

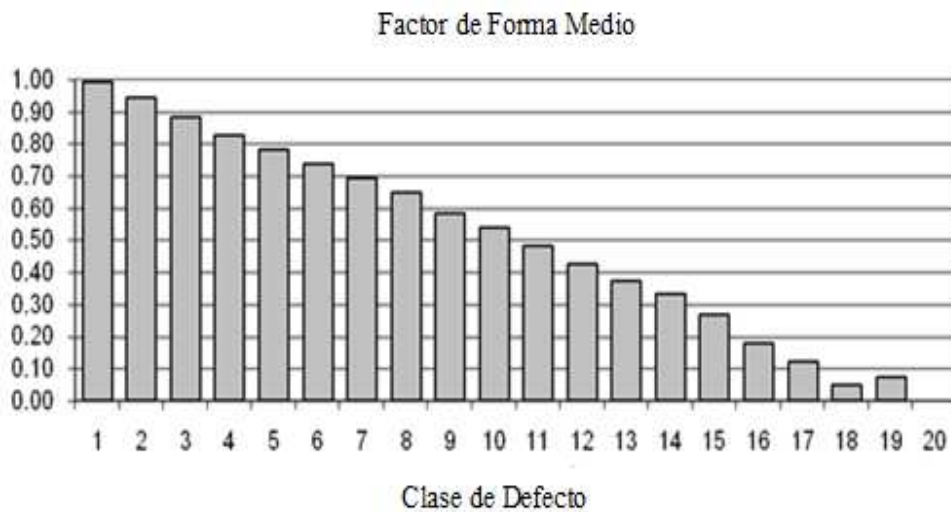


Figura 3.11. Ilustra gráficamente el Factor de Forma Medio vs. Clase de Defecto.

En la figura 3.11 se observa la linealidad del factor de forma a medida que aumenta la clase de defectos, en el cual las primeras clases son esféricas, (factor de forma igual a 1) y a medida que las clases crecen estos defectos tienden a la agrupación formando en las últimas clases de defectos lineales.

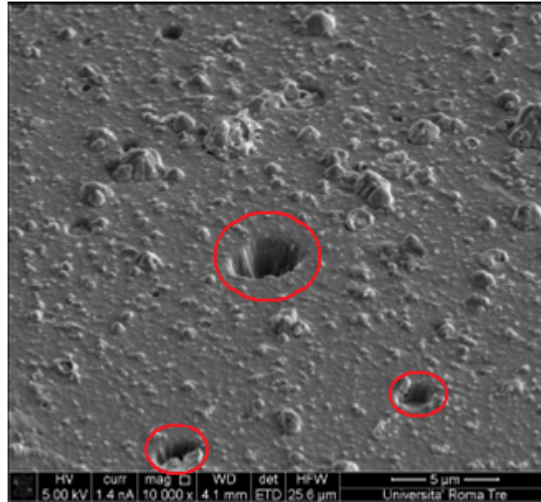


Figura 3.12. Observación de los defectos superficiales a través de la microscopía óptica de barrido.

En la figura 3.12 es posible observar la presencia de numerosos defectos en la superficie entre los cuales existen partículas sin reaccionar y poros. Estos defectos son típicos cuando el material se deposita por medio de un proceso de PAPVD. La presencia de poros es debida al desprendimiento de partículas sin reaccionar en el momento de tensión compresión generada durante el crecimiento de la capa. También se puede notar, como veremos a continuación, por medio del análisis FIB que la superficie irregular se debe además a la presencia de minúsculas partículas sin reaccionar presentes en el mismo recubrimiento .

### **3.2.2. OBSERVACIÓN FIB/SEM**

#### **3.2.2.1. MEDICIÓN DEL ESPESOR Y ANALISIS MICROESTRUCTURAL**

Utilizando el disco (B) compuesto por acero AISI H13 recubierto con Banilit® Helica se procedió a realizarle un microcorte con la ayuda de un Haz

Iónico Focalizado (“Focused Ion Beam”) dejándonos como resultados las figuras que a continuación se detallan.

En la figura 3.13, se observa que el recubrimiento está compuesto de multicapas, cada una de ellas muy finas en el orden de los 98 nm para la capa más delgada y 503 nm para la capa mas externa del recubrimiento, además de ello se evidencia que el espesor total del recubrimiento en ese punto es de 3,47  $\mu\text{m}$ .

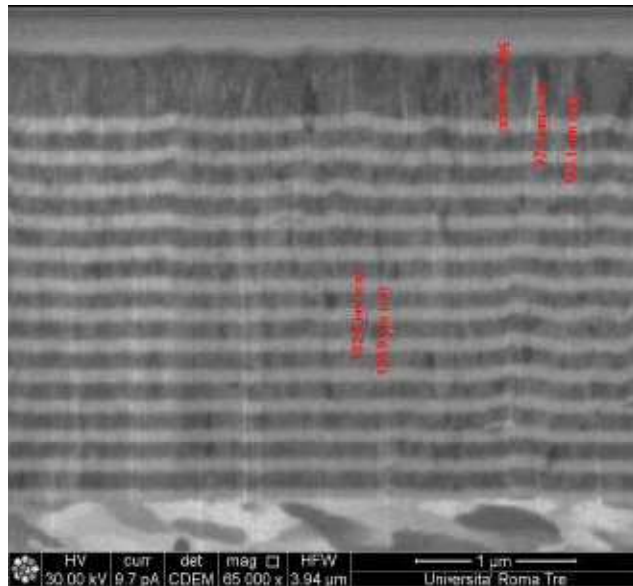


Figura 3.13. Observación después de realizar el microcorte por medio de FIB.

En la figura 3.14 se puede observar como una partícula sin reaccionar presente durante el momento de la deposición del recubrimiento, distorsiona el arreglo lineal de la película.

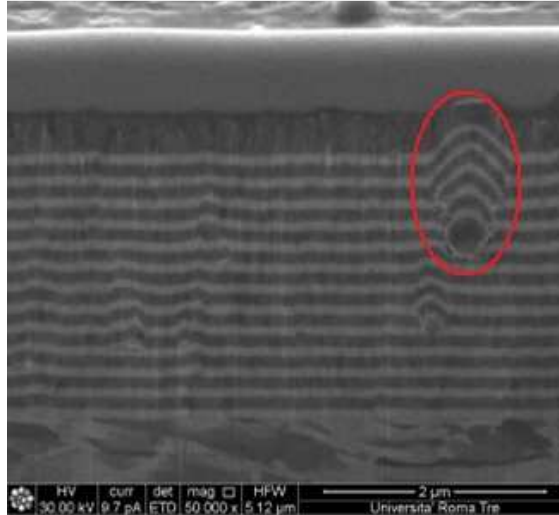


Figura 3.14. Partículas sin reaccionar presentes en el recubrimiento.

### 3.2.2.2. OBSERVACION FIB/SEM DE LAS MUESTRAS DE FATIGA.

En la Figura 3.15 fueron medidos los espesores del recubrimiento en la sección del borde y del centro de la probeta respectivamente. La comparación dio como resultado una diferencia mínima.

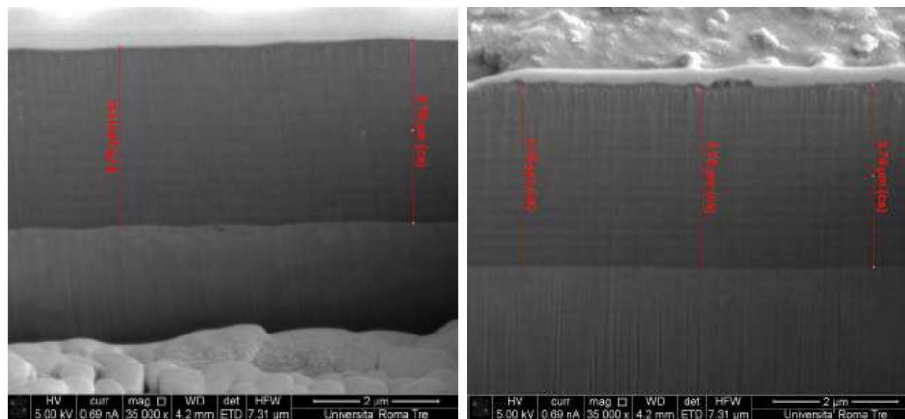


Figura 3.15. Medición del espesor de recubrimiento en el borde y en el centro de la muestra.

Igualmente, en la figura 3.16 se procedió a realizar la medición del recubrimiento en el borde y en el centro de la probeta (D) de fatiga compuesta por acero AISI 4340 recubierto con Balinit® Helica, con el fin de comparar los resultados, en cuyo caso se obtuvo una diferencia  $0,28 \mu\text{m}$ .

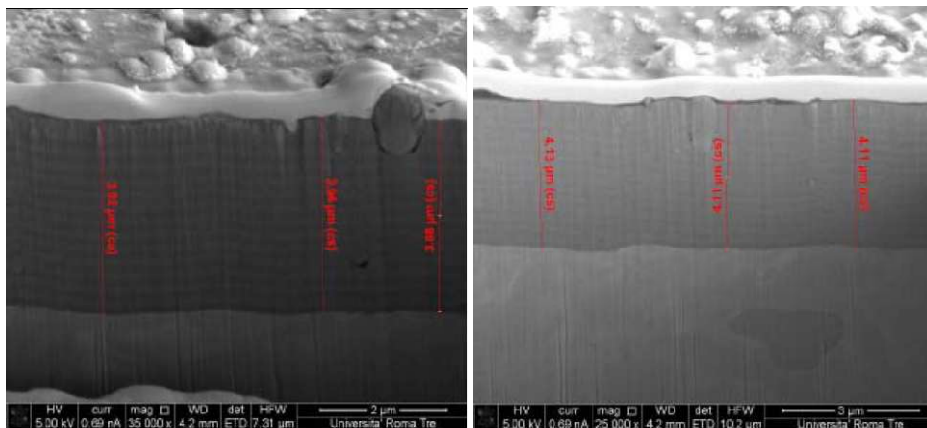


Figura 3.16. Medición del espesor en el borde y en el centro de la muestra.

Esta mínima diferencia de espesor entre la probeta (C) y (D) pudiera ser debida a la posición en la cual se colocaron las muestras en el reactor, en el momento de la deposición del recubrimiento.

### 3.2.3. OBSERVACIÓN SEM-EDS

A través de un procedimiento FIB se realizó un microcorte al disco (B) compuesto de acero AISI H13 recubierto con Banilit® Helica, del cual se obtuvieron los perfiles de composición de las capas las cuales constituyen el recubrimiento. En el análisis de los resultados obtenidos se confirmó la presencia de de una estructura multicapa.

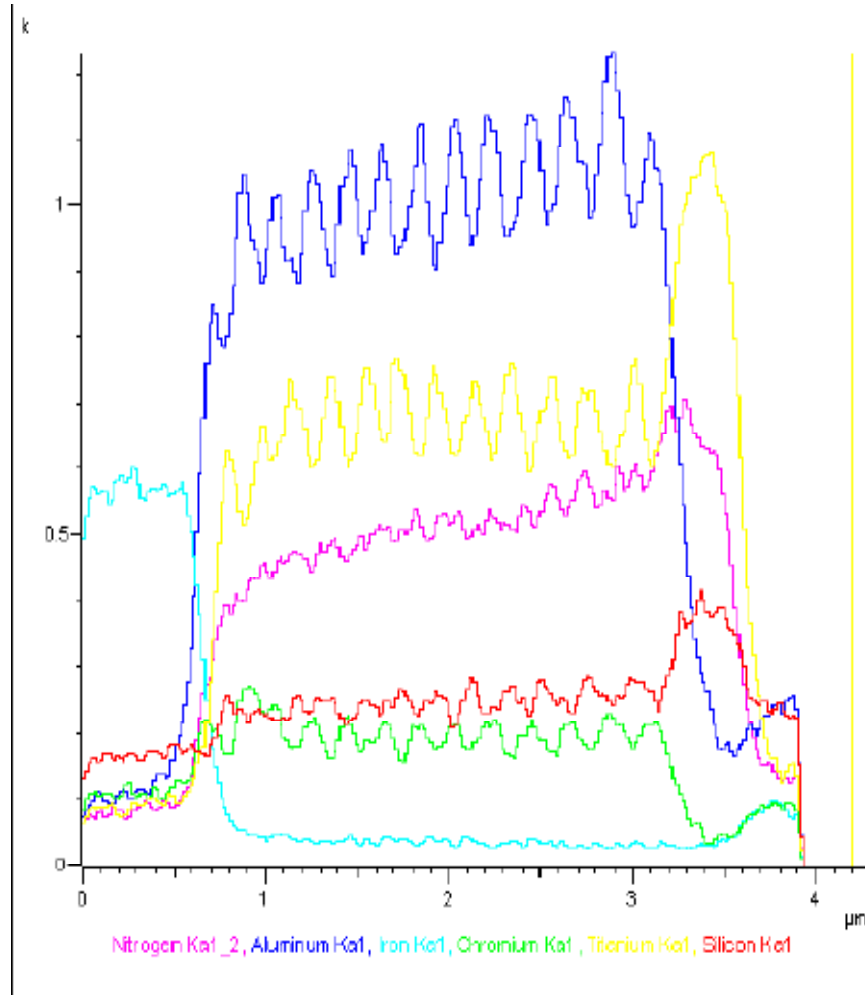


Figura 3.17. Perfil de la composición obtenida en la sección.

Se observa un predominio del Fe, como es de esperarse. Procediendo a observar la figura 3.17, en la superficie nos damos cuenta de la presencia de estratos alternantes ya que en los perfiles de composición el aluminio (Al) se encuentra en fase con el cromo (Cr) y fuera de fase con el silicio (Si) y el titanio (Ti); el nitrógeno (N), por su parte, se encuentra en una concentración siempre constante. Las capas alternas están compuestas por aluminio (Al) y

cromo (Cr) y compuestos de titanio (Ti) y nitrógeno (N), nitrógeno (N) y silicio (Si), los cuales confirman la estructura multicapa del recubrimiento. Las capas oscuras están compuestas por titanio (Ti), nitrógeno (N) y silicio (Si), mientras que las capas brillantes están compuestas por aluminio (Al), cromo (Cr) y nitrógeno (N).

Es de notar que observamos una capa más gruesa compuesta por titanio (Ti), nitrógeno (N) y silicio (Si), la cual confiere una mayor dureza superficial al recubrimiento y por lo tanto una mayor resistencia al desgaste.

En las capas oscuras mencionadas anteriormente se puede suponer la presencia de una mezcla de Nitruro de Titanio y Silicio (TiSiN) ó un nanocompuesto de Nitruro de Titanio (TiN) y de Nitruro de Silicio (Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>). Mientras que en las capas brillantes, podemos afirmar la presencia de Nitruro de Cromo y Aluminio (AlCrN), el cual es uno de los componentes principales que reportó el fabricante.

#### **3.2.4. OBSERVACIONES TEM**

A través de un procedimiento FIB se realizó un microcorte al disco (B) compuesto de acero AISI H13 recubierto con Banilit® Helica, con el cual se llevó a cabo un estudio de Microscopía Electrónica de Transmisión (TEM, abreviatura de “Transmission Electron Microscopy), para así reconocer la estructura de cada capa del recubrimiento.

Como podemos observar en la figura 3.18, cada una de las capas es en realidad un sistema de múltiples microcapas con un período de alrededor 5-10 nm.



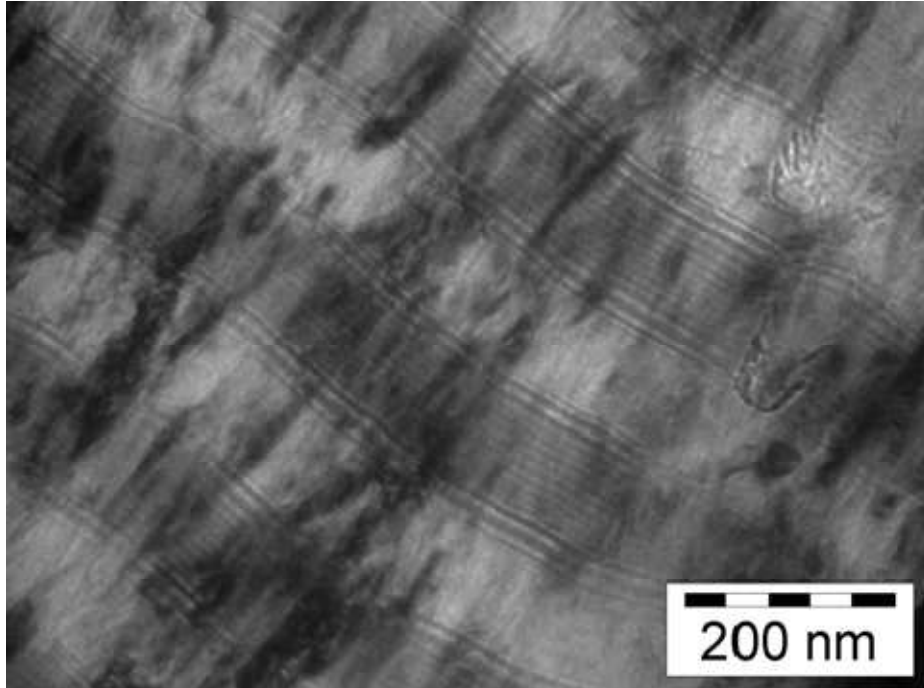


Figura 3.18. Observación TEM del recubrimiento.

### **3.2.5. CÁLCULO DE LOS ESFUERZOS RESIDUALES POR MEDIO DE LA TECNICA DEL HORADACIÓN (“HOLE DRILLING”).**

El cálculo de los esfuerzos residuales se realizó empleando el disco (B) de acero AISI H13 recubierto con Banilit® Helica, a través de un procedimiento FIB, con el cual, se realizó un microcorte al disco, para luego realizarle el referido análisis, a través de una correlación digital de imágenes y simulaciones por medio del método de elementos finitos (FEM, abreviatura de “Finite Element Method”).

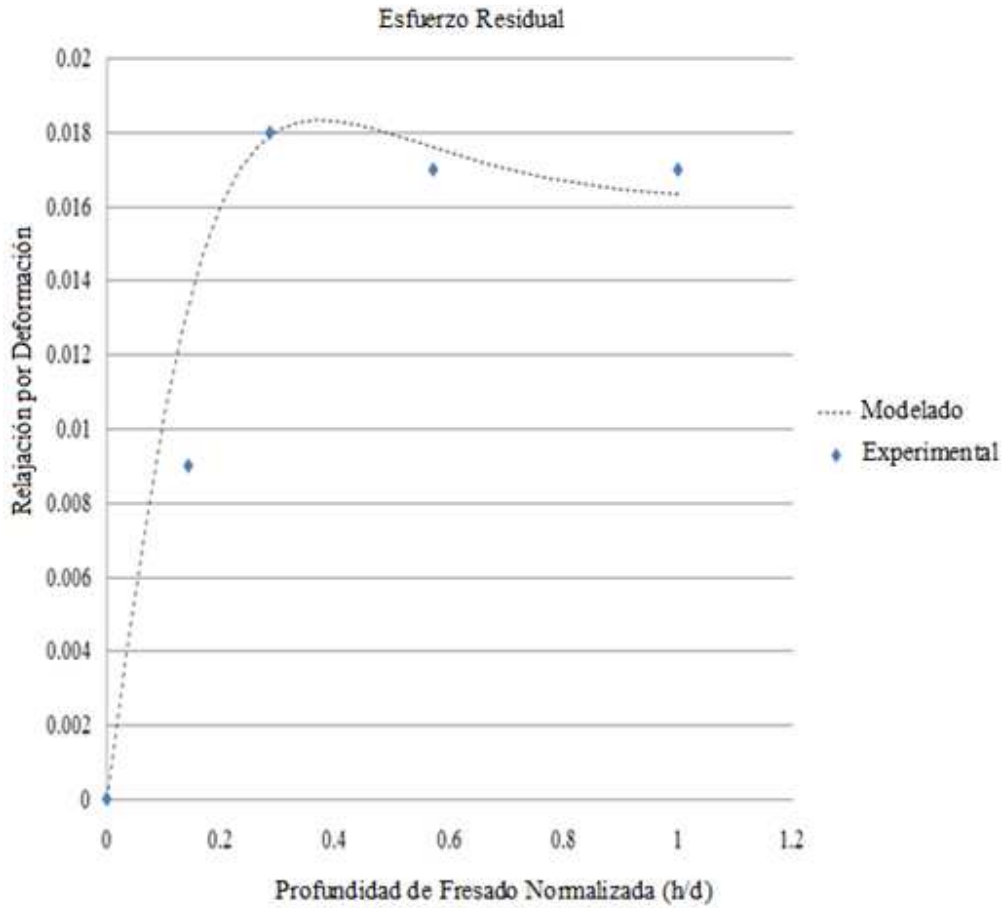


Figura 3.19. Análisis de la curva de relajación de deformación en función de la profundidad de fresado.

En la figura 3.19 podemos observar que usando la ley de Hooke generalizada <sup>[7]</sup>, en primera aproximación, el valor de la relajación por deformación es proporcional a los esfuerzos residuales. En este caso, notamos una marcada relajación por deformación (0,018) la cual indica un intenso estado de compresión superficial. Sin embargo para el cálculo del esfuerzo es necesario el valor del modulo elástico del recubrimiento, el cual, por ser un

recubrimiento multicapa, solo se podría medir por medio de técnicas de nanoindentación.

Este estado de alta compresión reporta las siguientes características:

- Muy alta dureza.
- El gran número de defectos superficiales presentes, los cuales se pudieron haber originado por una alta tensión aplicada (voltaje que se utiliza para acelerar los iones en el sustrato). Esto, a su vez, podría justificar la alta tensión de compresión residual.

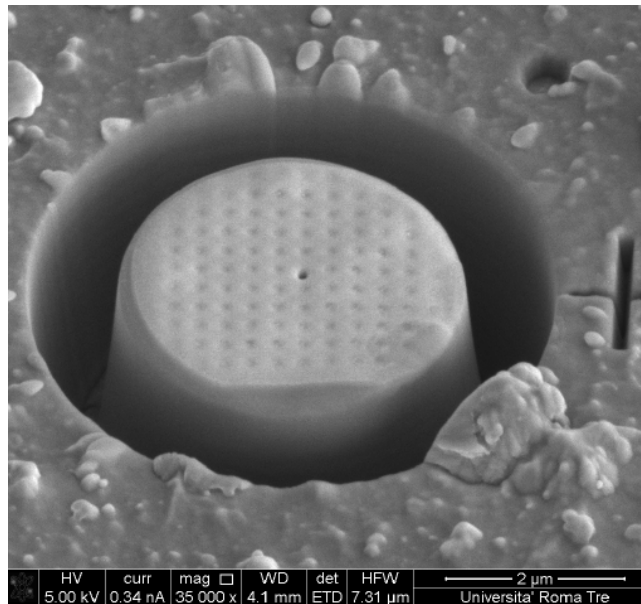


Figura 3.20. Vista del patrón de fresado para el cálculo del esfuerzo residual.

En la figura 3.20 se detalla el patrón realizado en el recubrimiento después de la micro horadación. En el mismo, se observa que el material ha experimentado una expansión radial lo cual demuestra como anteriormente se mencionó, la existencia de un estado de compresión en el material. Además de

ello, este esfuerzo residual de compresión es también la causa del desprendimiento de partículas sin reaccionar del recubrimiento que causan la presencia de los poros en la superficie.

### **3.2.6. ENSAYOS DE DUREZA**

#### **3.2.6.1. ENSAYO DE NANOINDENTACIÓN**

El ensayo de nanoindentación realizado al disco (B) de acero AISI H13 recubierto con Balinit® Helica, se ejecutó por medio de la técnica de rigidez de medición continua (CSM, abreviatura de “Continuous Stiffness Measurement”), la cual permite la evaluación dinámica (dependiendo de la profundidad de penetración) de la dureza y del modulo de elasticidad.

Se llevaron a cabo 10 pruebas de los cuales se descartaron algunas debido a que es muy difícil encontrar en la superficie lugares libres de defectos (partículas sin reaccionar o porosidades) las cuales podrían afectar los resultados de dureza obtenidos.

Seguidamente en la tabla 3.10 podemos observar los resultados obtenidos de Dureza Promedio, Módulo de Elasticidad Promedio e Intervalo de Profundidad Promedio, por medio de la técnica de nanoindentación.

Tabla 3.11. Resultados de la técnica de nanoindentación.

Dureza Promedio [GPa]	Modulo de Elasticidad Promedio [GPa]	Intervalo de Profundidad Promedio [nm]
46,10 ± 2,42	639 ± 57	80 - 130

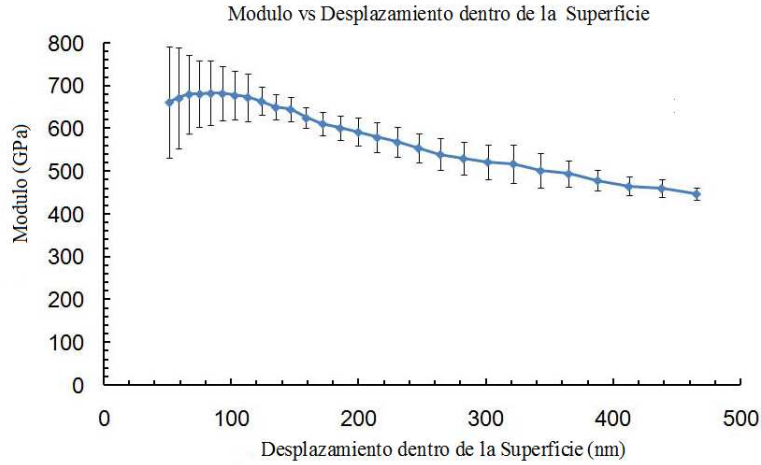


Figura 3.21. Módulo Elástico vs Desplazamiento dentro de la Superficie, después de la evaluación estadística de los datos.

En la figura 3.21 notamos que el valor del modulo de Elasticidad se encuentra alrededor de los 650 GPa en el recubrimiento y que a medida que se desplaza dentro de la superficie el valor del modulo de Young disminuye, observando la influencia del sustrato en ese sentido.

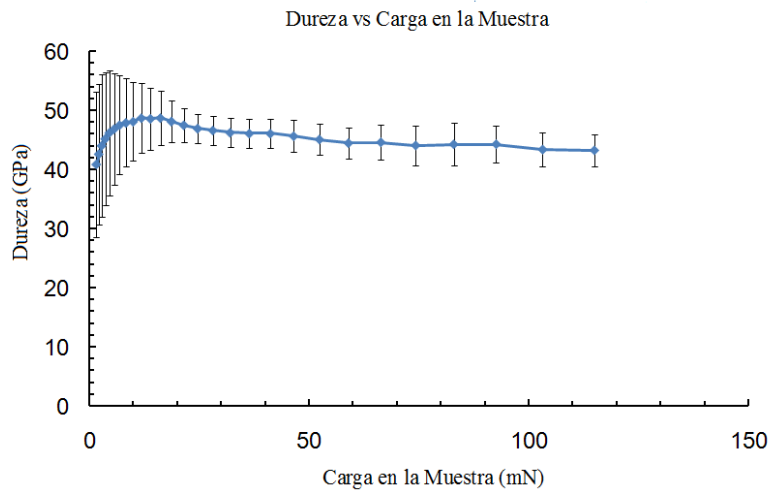


Figura 3.22. Dureza vs Carga en la muestra.

En la figura 3.22 observamos que la carga máxima aplicada en la muestra fue 100 mN (10 g). Los resultados acá obtenidos se pueden considerar como una continuación de los resultados obtenidos por medio de la microindentación, cuya carga menor fue de 25 g. La dureza Vickers debe ser corregida ya que se debe de tomar en consideración el área de contacto real.

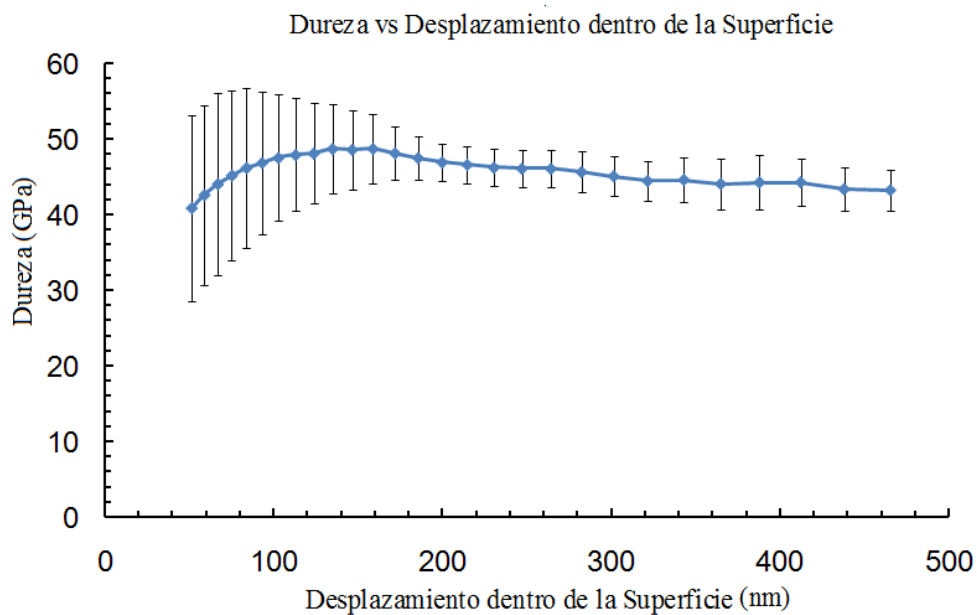


Figura 3.23. Dureza vs Desplazamiento dentro de la superficie después de la evaluación estadística de los datos.

En la figura 3.23 se muestra como la capa más externa del recubrimiento posee una menor dureza que la que encontramos una vez desplazamos dentro de la superficie.

En los primeros 50 nm existe cierta incertidumbre con respecto al modulo de elasticidad, lo cual puede ser debido a que:

- El contacto no es perfectamente plástico al momento de la indentación.

- Un error generado debido a una geometría imperfecta en la punta del indentador.

Para obtener una estimación más correcta de los valores del módulo elástico se debe utilizar una extrapolación de los valores a profundidad de indentación lo más cercano a cero posible. Sin embargo, el valor de la dureza en la medida que se considera, será una estimación fiable de la dureza real del recubrimiento.

### 3.2.6.2. ENSAYOS DE MICROINDENTACIÓN

Los ensayos de microindentación fueron realizados en el disco (A) de acero 4340 recubierto con Balinit® Helica. Se llevaron aplicando diversas cargas: 1000, 500, 300, 200, 100, 50 y 25 g, cuyos valores se presentan a continuación en la tabla 3.11

Tabla 3.12. Barrido de carga de un acero AISI 4340 recubierto con Balinit® Helica.

CARGA [g]	DUREZA [GPa]	
	SUSTRATO	COMPUESTA
1000	1,97	3,32
500	1,95	3,67
300	2,03	4,05
200	2,17	5,51
100	2,21	10,02
50	2,35	22,62
25	2,45	34,62

En la figura numero 3.24 podemos apreciar el modelo de Thomas<sup>[29]</sup> para el cálculo de la dureza absoluta del sustrato, en donde el eje de las abcisas representa el inverso del tamaño de la indentacion en  $\text{mm}^{-1}$  y el eje de las ordenadas representa la dureza en GPa. Al extrapolar para valores de carga que tienden a cero observamos efectivamente que la dureza absoluta del sustrato es 1,9 GPa.

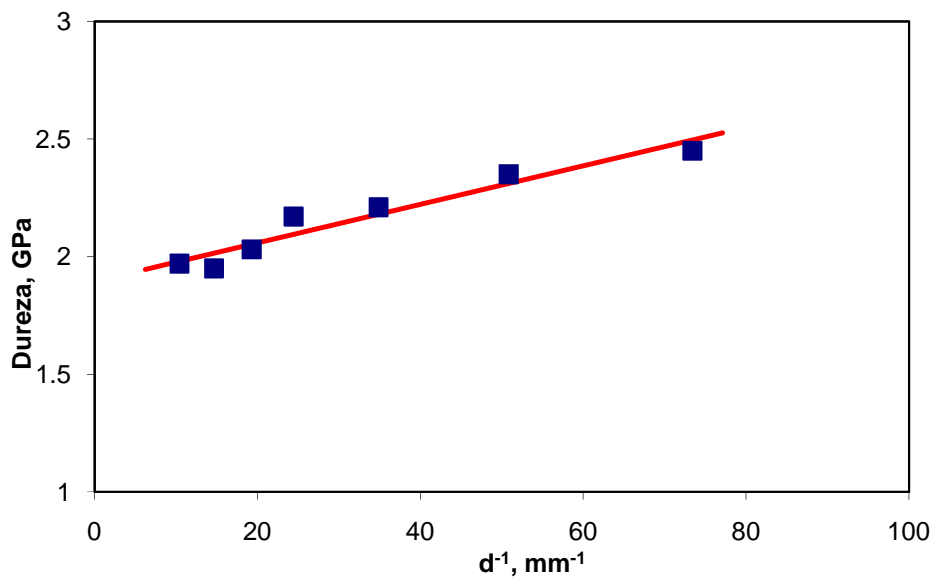


Figura 3.24. Modelo de Thomas para el cálculo de la dureza absoluta del sustrato.

Por medio de los resultados de los obtenidos a través del software MATHCAD, se realizaron las gráficas de los modelos antes mencionados, las cuales observamos en las figuras 3.25 y 3.26 respectivamente. En cada una de ellas, el eje de las ordenadas representa la dureza compuesta en GPa mientras que el eje de las abcisas representa la profundidad relativa de indentación (RID,



abreviatura de “Relative Indentation Depth”), la cual es igual a la relación entre la profundidad de indentación y el espesor de la capa.

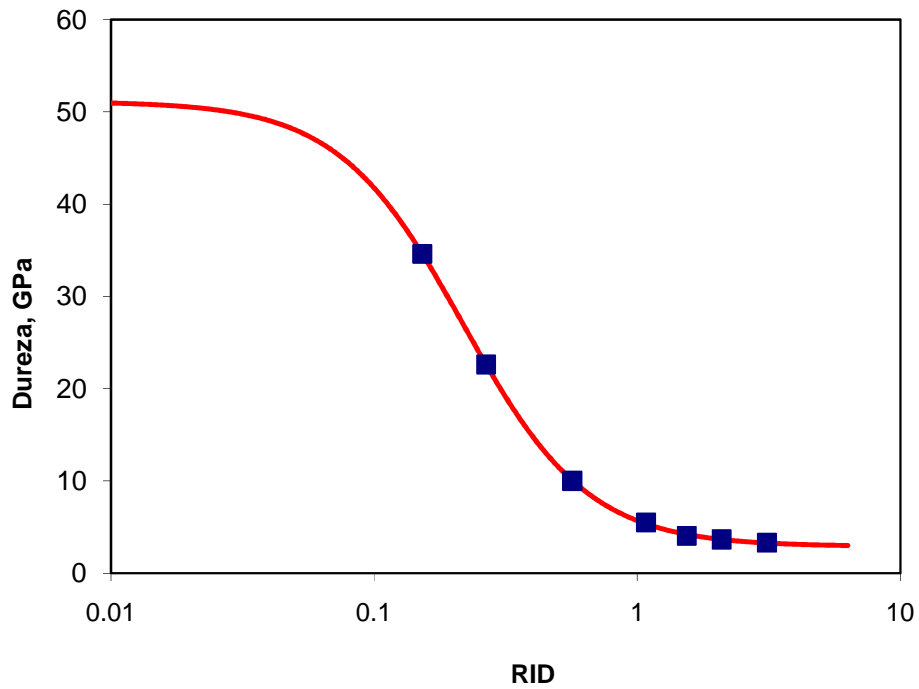


Figura 3.25. Curva de Dureza vs RID . Modelo de Koursunsky et al.

En la figura 3.25 se observa la grafica del modelo de Koursunsky<sup>[11]</sup>, en la cual, inicialmente un valor de dureza compuesta elevado y a medida que la RID aumenta la dureza va disminuyendo, lo cual es debido a que la influencia del sustrato se encuentra presente en mayor proporción.

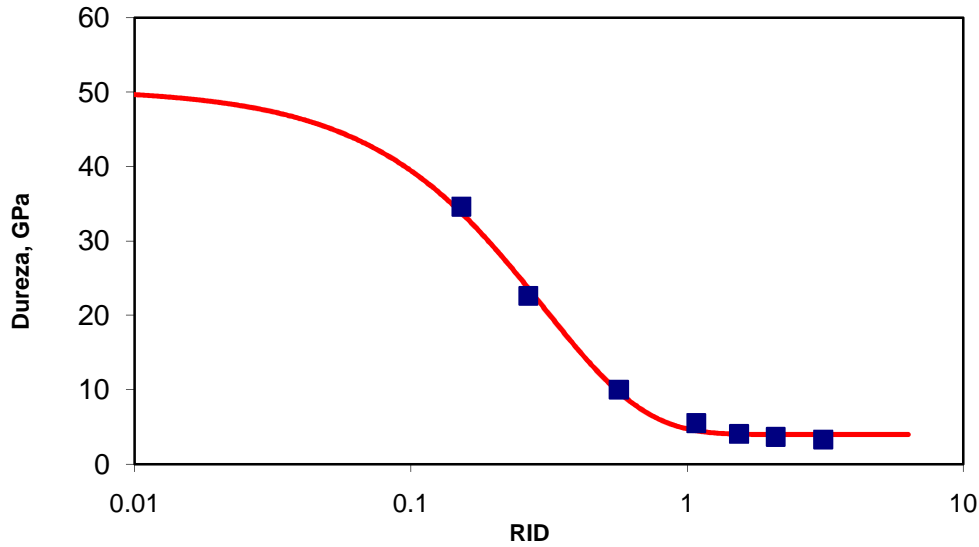


Figura 3.26. Curva de Dureza vs RID. Modelo de Puchi – Cabrera.

Igualmente en la gráfica del modelo de Puchi-Cabrera<sup>[26]</sup>, observado en la figura 3.26, notamos que la dureza va disminuyendo a medida que la RID va aumentando, lo cual también es debido a que la influencia del sustrato se encuentra presente cada vez en mayor proporción.

En la tabla 3.12 podemos observar los resultados de dureza absoluta del recubrimiento por medio de los modelos de Koursunsky<sup>[11]</sup> y de Puchi-Cabrera<sup>[26]</sup>, cuando la carga es extrapolada tendiendo a cero.

Tabla 3.13. Dureza absoluta del recubrimiento.

MODELO	DUREZA ABSOLUTA DEL RECUBRIMIENTO
	[GPa]
KOURSUNSKY et al.	51,10
PUCHI-CABRERA	50,50

Haciendo un análisis entre los resultados de microdureza obtenidos en la Universidad Central de Venezuela y en la Università Degli Studi Roma TRE, se encontró que estos difieren en un 3% aproximadamente, por lo cual el valor de la dureza absoluta del recubrimiento estará en el orden de los 50 GPa. Vale la pena acotar que la literatura revisada sugiere que estos métodos utilizados para la determinación de la dureza absoluta del recubrimiento, son más precisos en la medida que se utiliza un sustrato con mayor dureza; sin embargo, el análisis experimental realizado sugiere que no existen diferencias apreciables al utilizar sustratos de distintas durezas.

## CAPITULO IV

### 4. ANALISIS FRACTOGRÁFICO

Con la finalidad de realizar un análisis general de las superficies de fractura y particularmente determinar los posibles puntos de inicio de grietas, así como el comportamiento del recubrimiento durante los ensayo, se tomaron una serie de fotomicrografías a distintos aumentos, dichas fotomicrografías fueron tomadas en el microscopio electrónico de barrido (MEB) de la Escuela de Ingeniería Metalúrgica y Ciencia de los Materiales. A continuación se presenta el análisis de las superficies de fractura realizado. El estudio fue llevado a cabo en las superficies de fractura de probetas ensayadas a fatiga corrosión, así como también en cortes longitudinales perpendiculares a esta superficie de fractura. Se emplearon cuatro muestras de las probetas ensayadas, dos correspondientes a las probetas recubiertas y dos correspondientes a las probetas no recubiertas que serian utilizadas como patrón de comparación. Las muestras escogidas fueron las que se acercaban más al promedio de ciclos de falla por nivel de esfuerzo. También se realizo un estudio a la probeta ensayada a tracción uniaxial para conocer el comportamiento del recubrimiento al ser sometido a cargas de tracción.

Sobre las superficies de fractura se realizo el estudio clásico en donde a bajos aumentos se obtuvo una visión general de dicha superficie a objeto de establecer los aspectos morfológicos que pudiesen sugerir los puntos de interés como lo son el inicio o nucleación de la grieta, la presencia de otras grietas que avanzaron de forma conjunta, así como también se les observo a mayores aumentos para identificar aspectos estructurales y discontinuidades geométricas que pudiesen estar propiciando o condicionando esa zona como potencial punto de inicio, dejando también evidencia de la presencia de las mesetas de clivaje y

en términos generales todo lo relacionado con la zona de propagación estable de la grieta y zona de fractura por sobrecarga identificada por la clásica presencia de dimples. En las muestras longitudinales se pudo observar la presencia de grietas paralelas a la grieta principal que dio lugar a la superficie de fractura así como también la estructura multicapa del recubrimiento y la forma en que la grieta se propago a través de este.

Figura 4.1.a

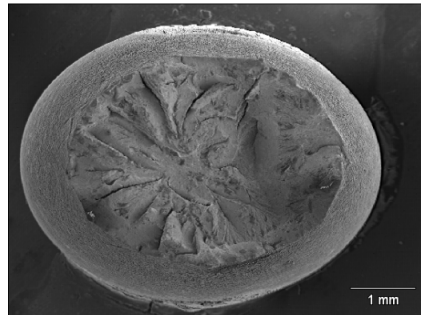


Figura 4.1.b

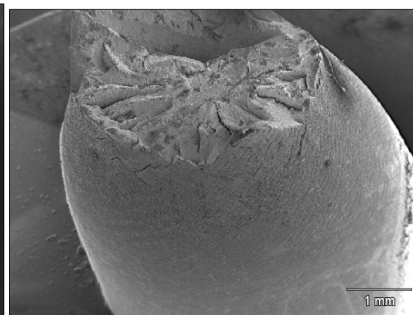
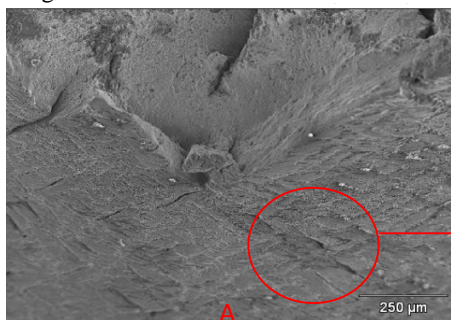


Figura 4.1 Tracción AISI 4340 + Balinit Helica

En la figura 4.1 podemos observar la superficie de fractura de una probeta de acero AISI 4340 recubierta con Balinit® Helica, ensayada a tracción uniaxial. Aquí podemos apreciar la típica zona de fractura copa como presente en un ensayo de tracción.

Figura 4.2



Detalle A.

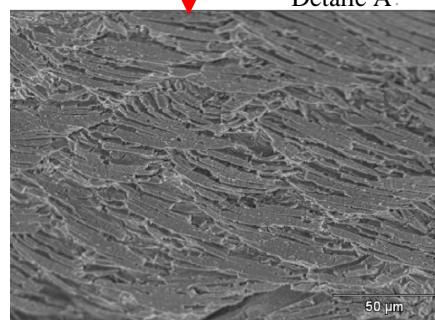


Figura 4.2 Tracción AISI 4340 + Balinit Helica

En la figura 4.2, se observa el desprendimiento del recubrimiento del sustrato dejando al descubierto ciertas partes del mismo, esto es debido a la diferencia de ductilidad entre el sustrato y el recubrimiento. En el detalle (A) de la figura 4.2 podemos apreciar el mecanismo utilizado por el recubrimiento al ser sometido a los esfuerzos durante el ensayo de tracción uniaxial. Este mecanismo es la fractura del mismo para poder liberar la energía, esto es debido a la diferencia de ductilidad entre el sustrato y el recubrimiento, al ser menos dúctil el recubrimiento este se fracturara dando así libertad al sustrato para que continúe su deformación plástica que como sabemos ya cercana a la zona de fractura es severa.



Figura 4.3 Fatiga corrosión AISI 4340 + Balinit Helica S=574 MPa Nf= 97300

La figura 4.3 muestra la superficie de fractura de una probeta de acero AISI 4340 recubierta con Balinit® Helica ensayada a fatiga corrosión a un esfuerzo alternante de 574 MPa, el cual es el nivel de más alto esfuerzo al que se realizaron los ensayos, siendo esta probeta la que se acercó más al promedio de vida a la fatiga de este nivel.

En la figura anterior podemos ver la vista general de la superficie de fractura donde se pueden observar diferentes zonas de inicio de grieta sin llegar a ser ninguna la predominante, además de notarse varias mesetas de clivaje producto del choque de los frentes de crecimiento de dos o más grietas. También podemos notar en el detalle (A) de la figura 4.3, que la superficie de despegue está localizada hacia el centro de la probeta como era de esperarse en un ensayo de fatiga corrosión, al evidenciarse por supuesto un gran número de grietas activadas simultáneamente.

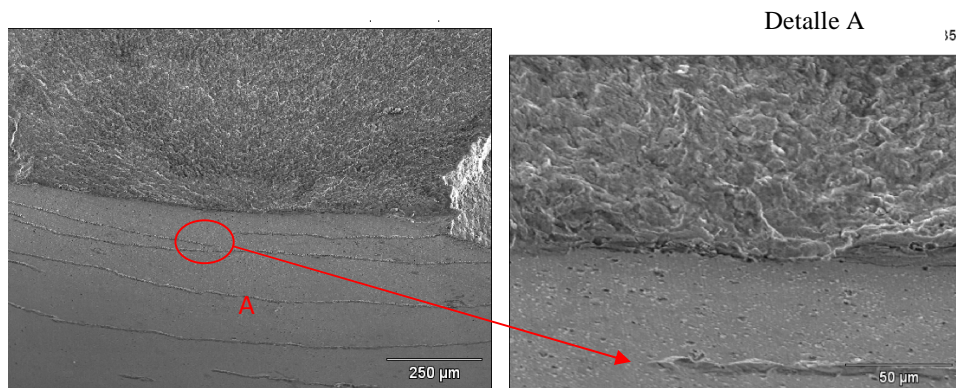


Figura 4.4 Fatiga corrosión AISI 4340 + Balinit Helica S=574 MPa Nf= 97300

En la figura 4.4, podemos ver parte de la superficie de fractura así como también la pared lateral de la probeta, en esta zona podemos ver la presencia de una gran cantidad de grietas principales paralelas a la zona de

fractura lo cual es común en una falla por fatiga corrosión. El detalle (A) de la figura 4.4, nos muestra en con una mejor resolución una de las grietas principales, así como una cantidad de poros presentes en la superficie.

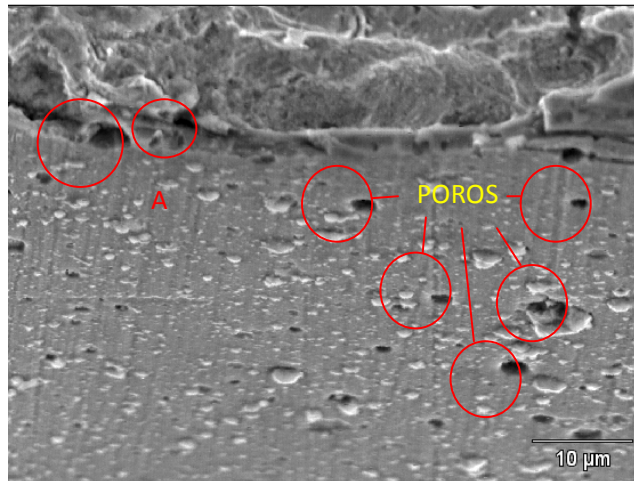


Figura 4.5 Fatiga corrosión AISI 4340 + Balinit Helica S=574 MPa Nf= 97300

En la figura 4.5 se observa la zona de fractura y la superficie libre del recubrimiento de la probeta, en esta, se ve claramente la gran cantidad de poros en la película, lo cual es típico de estos procesos de deposición, los poros son generados durante el barrido continuo al separar de la película las partículas débilmente adheridas, así como también, pueden no ser captados durante la deposición en los filtros, partículas no reactivas como átomos y moléculas que luego al no estar consolidadas en la película se desprende dejando poros expuestos. En el detalle A de la figura 4.5, se puede observar que el inicio de la grieta es producto de la presencia de un poro conexo, este poro se comporta como una discontinuidad geométrica originando en torno a ella un campo de concentración de esfuerzos, propiciando así la iniciación de la grieta en torno a este.





Figura 4.6 Fatiga corrosión AISI 4340 + Balinit Helica S=574 MPa Nf= 97300

En la figura 4.6 podemos apreciar claramente y en mayor detalle que en la figura 4.5 que el inicio de grieta se da en un poro conexas, este poro se comporta como un concentrador de esfuerzos, facilitando así el inicio de la grieta y en conjunto con el ambiente corrosivo acelera la velocidad de propagación de la grieta. Se aprecia que la presencia de poros conexas es un factor crítico en la fatiga corrosión ya que facilitara el proceso de nucleación de la grieta y acelerara la velocidad de propagación de la misma.

Figura 4.7

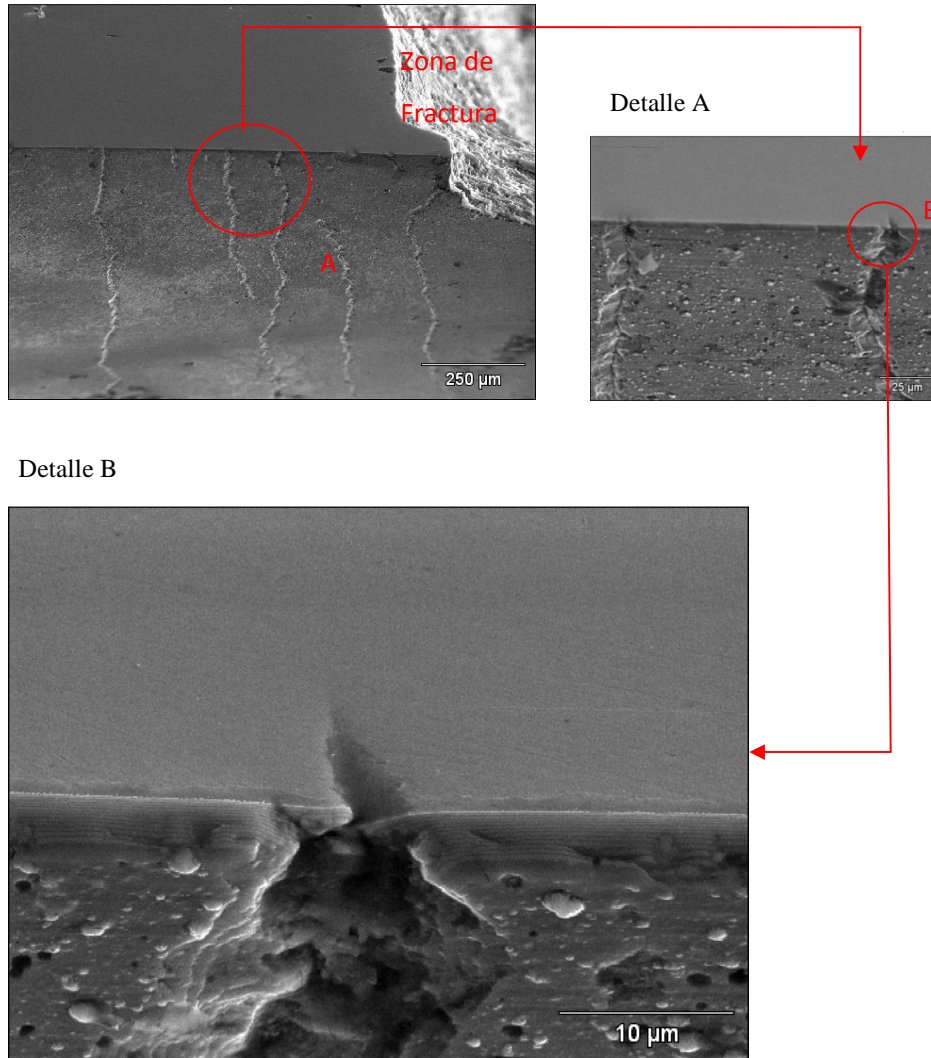


Figura 4.7 Fatiga corrosión AISI 4340 + Balinit Helica S=574 MPa Nf= 97300

En la figura 4.7 se describe la superficie longitudinal de una probeta de acero AISI 4340 recubierta con Balinit® Helica ensayada en un ambiente corrosivo a 574 MPa. La probeta fue rotada 30 grados para poder apreciar la zona de fractura, así como la cara lateral de la probeta, se aprecia la aparición

de grietas que se nuclean en la superficie lateral libre y se propagan hacia el sustrato. El detalle (A) de la figura 4.7 es una ampliación de una zona cercana a la zona de fractura, allí vemos dos grietas principales paralelas a la zona de fractura. En el detalle (B) de la figura 4.7 vemos en mayor magnificación una grieta, en esta podemos percibir el crecimiento de las grietas, con el mismo comportamiento señalado anteriormente, el sentido de su crecimiento es desde la superficie lateral de la probeta hacia el interior del sustrato.

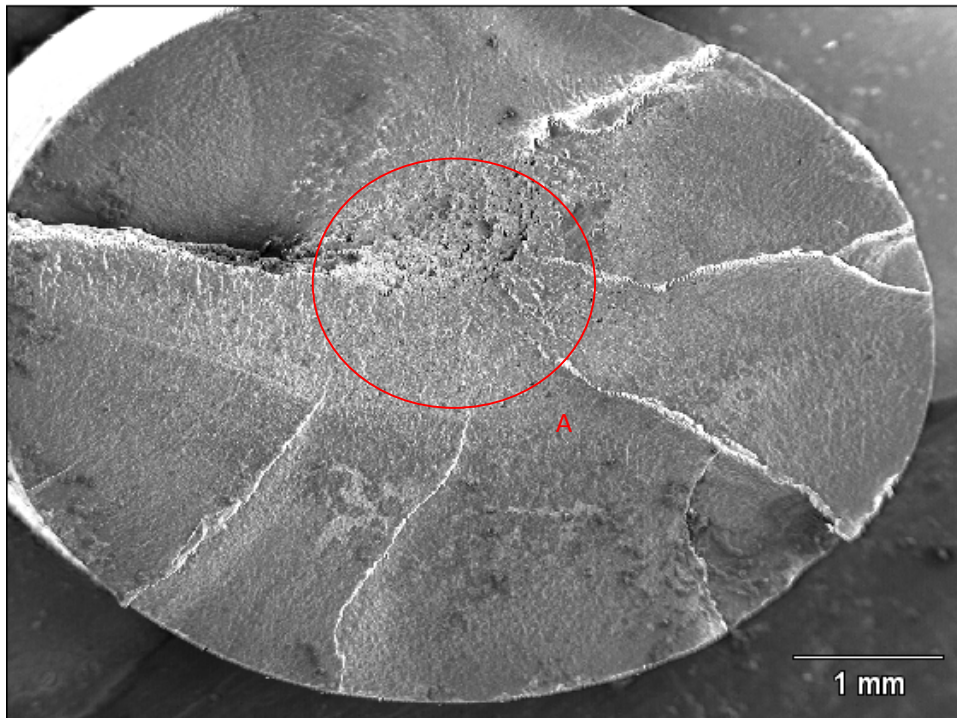


Figura 4.8 Fatiga corrosión AISI 4340 + Balinit Helica S=240 MPa Nf= 1280000

La figura 4.8 muestra la superficie de fractura de una probeta de acero AISI 4340 recubierta con Balinit® Helica ensayada a fatiga corrosión a un esfuerzo alternante de 240 MPa, el cual es el nivel más bajo de esfuerzo al que

se realizaron los ensayos, siendo esta probeta la que se acercó más al promedio de vida a la fatiga de este nivel. En esta figura se observa claramente la influencia del ambiente corrosivo en la superficie de fractura, en esta se pueden notar las características siguientes: presencia de diferentes inicios de grieta, formación de planos de clivaje ocasionados por los diferentes frentes de grietas que se originan, aumento en proporción de la zona de despegue final o labio de corte.

A diferencia que en la figura 4.3, aquí vemos menos inicios de grietas y la zona de despegue más centrada en la zona de fractura, esto es debido a que la probeta fue ensayada a un nivel de esfuerzo mucho menor.

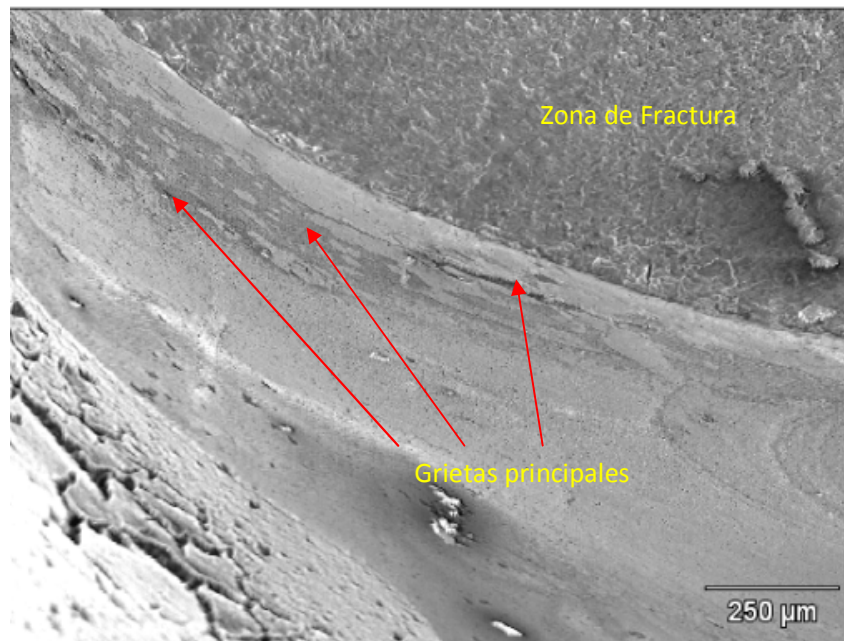


Figura 4.9 Fatiga corrosión AISI 4340 + Balinit Helica S=240 MPa Nf= 1280000

Se aprecia en la figura 4.9, la zona de fractura de la probeta de acero AISI 4340 recubierta con Balinit® Helica ensayada a fatiga corrosión, así como también se ven claramente las grietas principales paralelas a la zona de fractura.

La figura 4.10, nos permite ver claramente la acción del medio corrosivo en el ensayo, en el detalle (A) de la figura 4.10 se aprecian acumulaciones de cloruro de sodio, el cual fue utilizado en forma de solución al 3% para simular el ambiente corrosivo, también podemos ver en el detalle (B) de la figura 4.10 el escalón producto del choque de dos frentes de grietas, característica representativa de un ensayo bajo ambiente corrosivo.

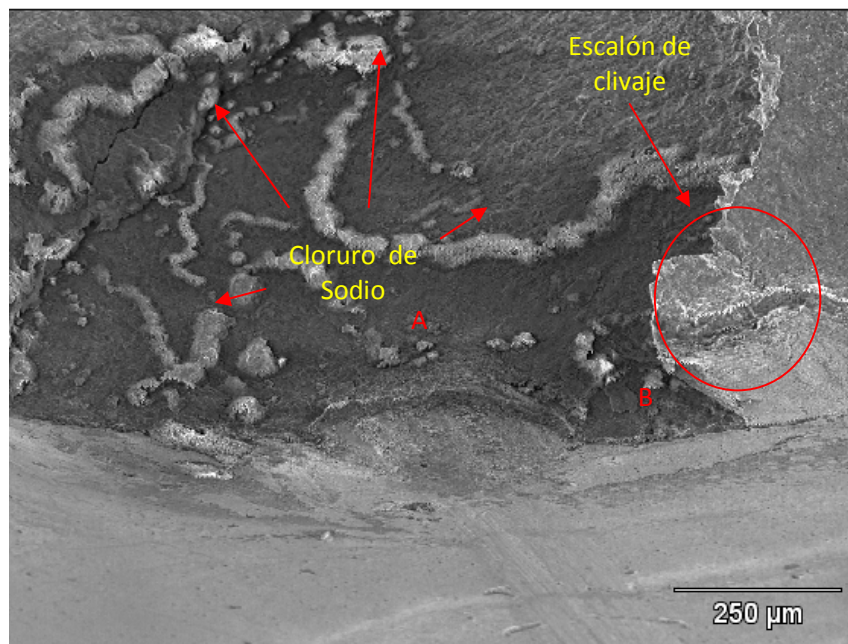


Figura 4.10 Fatiga corrosión AISI 4340 + Balinit Helica S=240 MPa Nf= 1280000

Figura 4.11

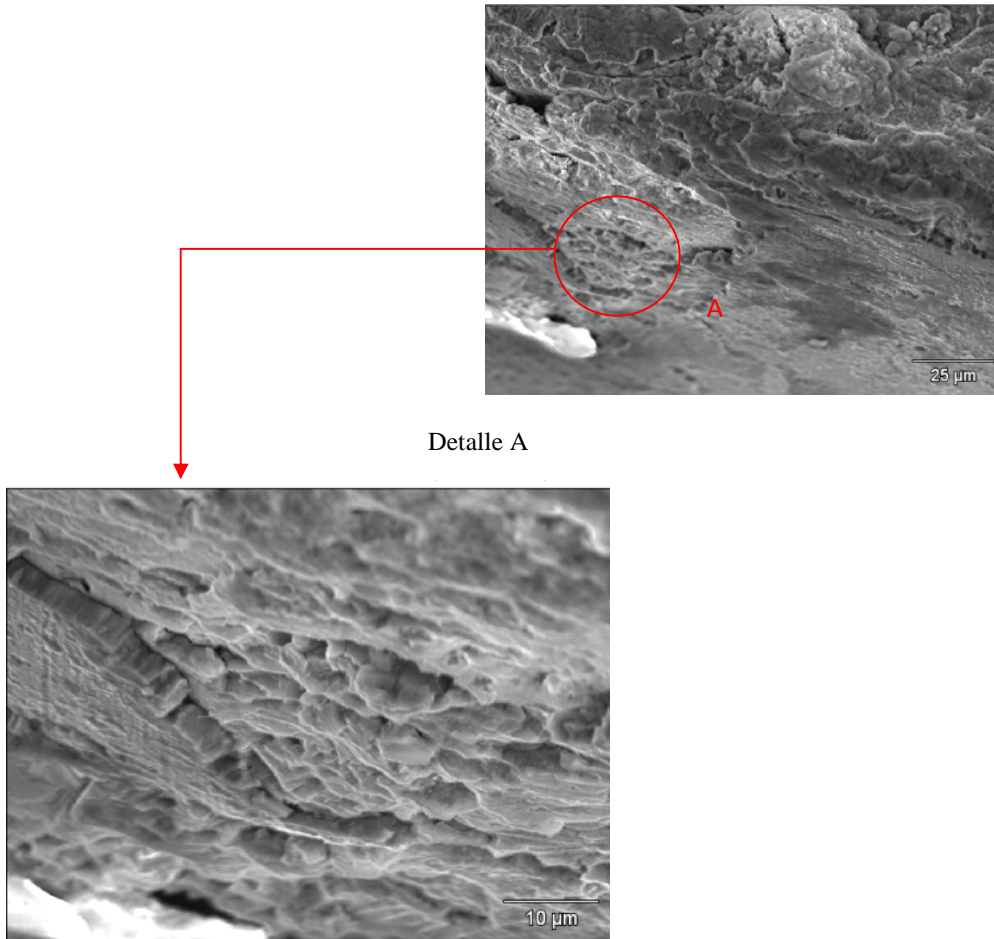


Figura 4.11 Fatiga corrosión AISI 4340 + Balinit Helica S=240 MPa Nf= 1280000

En la figura 4.11, podemos apreciar la pared lateral de una probeta de acero AISI 4340 recubierto con Balinit® Helica ensayado a fatiga corrosión, en una zona cercana a la zona de fractura, allí podemos ver el desprendimiento del recubrimiento, dejando expuesto el sustrato. En el detalle (A) de la figura 4.11 se observa la sección transversal del recubrimiento, dejando en evidencia la estructural columnar del mismo

Figura 4.12

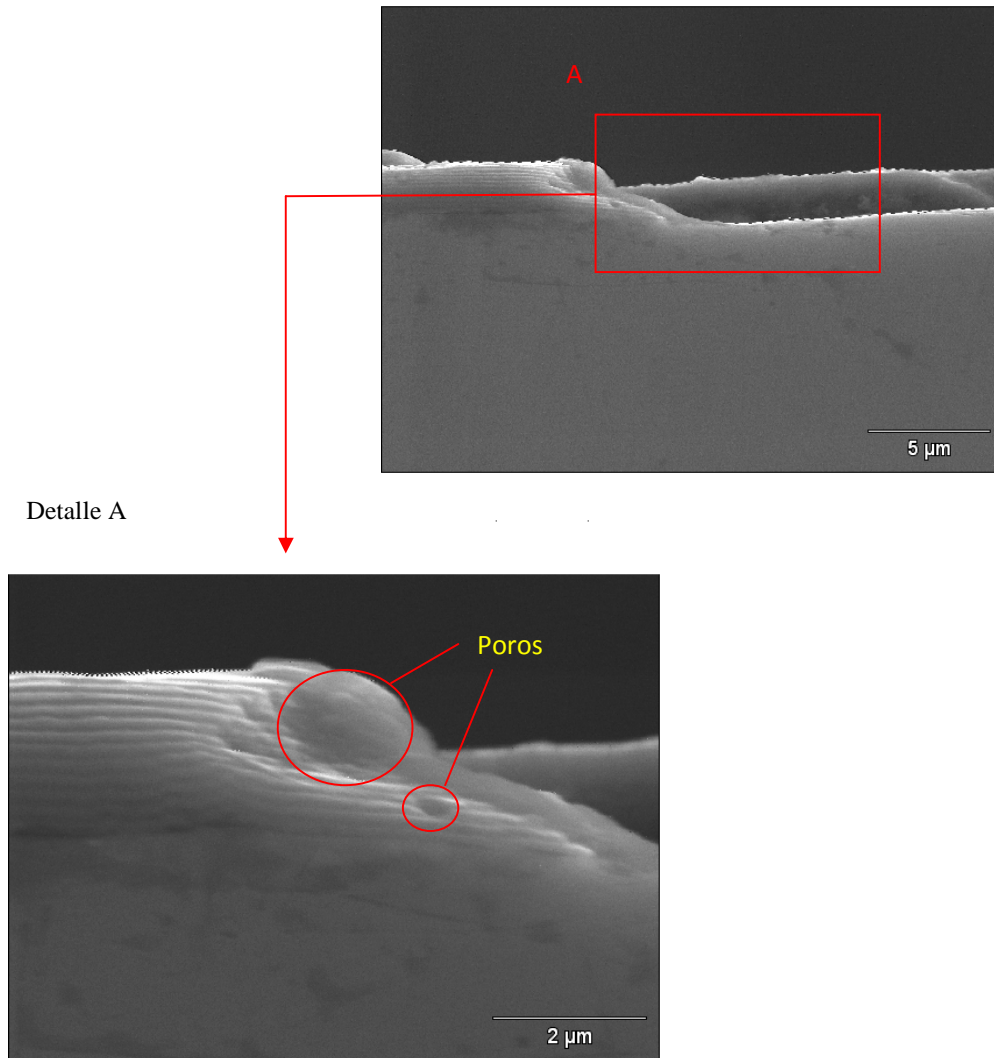


Figura 4.12 Fatiga corrosión AISI 4340 + Balinit Helica S=240 MPa Nf= 1280000

En la figura 4.12 se describe la superficie longitudinal de una probeta de acero AISI 4340 recubierta con Balinit® Helica ensayada en un ambiente corrosivo a 240 MPa. La fotomicrografía fue tomada en una zona cercana a la zona de fractura, podemos ver que hubo un desprendimiento del recubrimiento,

dejando al descubierto el sustrato. El detalle (A) de la figura 4.12 nos muestra a una mayor magnificación, la zona donde ocurrió el desprendimiento del recubrimiento, en esta foto se aprecia la característica multicapa del recubrimiento, este proceso o estructura multicapa es utilizado para mejorar la tenacidad del sistema. Podemos ver también como el desprendimiento del recubrimiento se produjo debido a un poro el cual debilito mecánicamente esa región, lo cual sugiere y esto ha sido consistente en todo el estudio, que la formación de las grietas en todo momento ha estado asociada a la presencia de estos poros en la superficie.

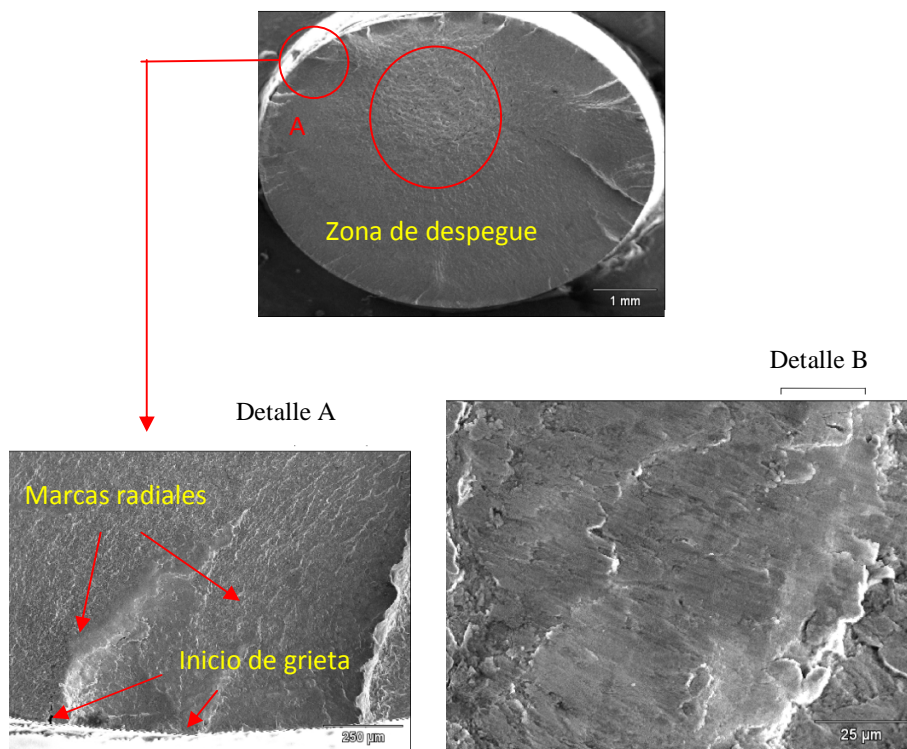


Figura 4.13 Fatiga corrosión AISI 4340 S=465 MPa Nf= 102800



La figura 4.13 muestra la superficie de fractura de una probeta de acero AISI 4340 ensayada a fatiga corrosión a un esfuerzo alternante de 465 MPa, siendo esta probeta la que se acerca más al promedio de vida a la fatiga de este nivel.

En esta figura se aprecia la típica zona de fractura de una falla por fatiga corrosión, con varios inicios de grieta y mesetas de clivaje producto del choque de dos frentes de propagación, a diferencia de las probetas recubiertas con Balinit® Helica, estas presentan mayor numero de inicios de grietas. En el detalle (A) de la figura 4.13 podemos ver con mayor claridad dos inicios de grietas así como también las marcas radiales correspondientes a cada uno. En el detalle (B) de la figura 4.13 se aprecia a mayor magnificación un inicio de grietas, sus marcas radiales y también se alcanzan a ver las estriaciones de fatiga, siendo estas líneas oscuras perpendiculares a las marcas radiales.

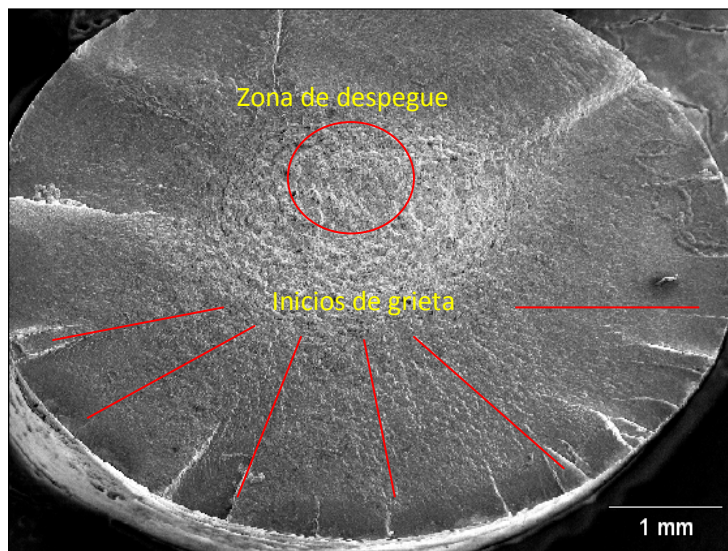
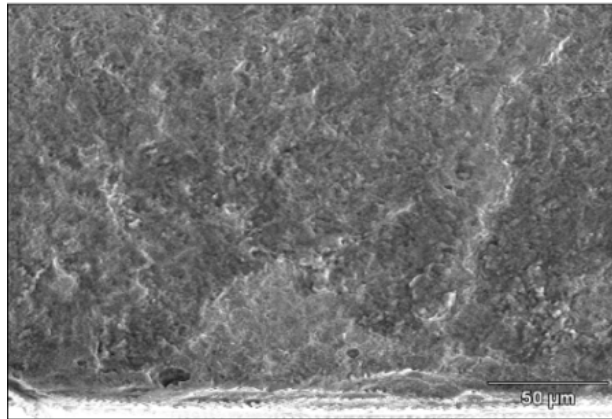


Figura 4.14 Fatiga corrosión AISI 4340 S=180 MPa Nf= 1249400

Detalle A



Detalle A de la figura 4.14 Fatiga corrosión AISI 4340 S=180 MPa Nf= 1249400

La figura 4.14 muestra la superficie de fractura de una probeta de acero AISI 4340 ensayada a fatiga corrosión a un esfuerzo alternante de 180 MPa, siendo esta probeta la que se acercó más al promedio de vida a la fatiga de este nivel. Allí podemos apreciar la presencia de varios inicios de grieta y la formación de varias mesetas de clivaje producto del choque de dos frentes de grietas. En el detalle (A) de la figura 4.14 se muestra a mayor magnificación la zona de fractura pudiéndose apreciar claramente un inicio de grieta junto con sus respectivas marcas radiales. Se aprecia también la zona de despegue la cual está ubicada en el centro de la probeta.

## CONCLUSIONES

1. Se determinó que la presencia de la película da lugar a un incremento en la vida a la fatiga corrosión del sustrato, del orden de 64 a 84%, siendo el mayor incremento porcentual para el menor nivel de esfuerzo.
2. Los resultados obtenidos en este trabajo de investigación, sugieren que la película depositada posee una elevada resistencia frente a la corrosión.
3. Se determinó que el valor de dureza absoluta del recubrimiento se encuentra alrededor de 50 GPa.
4. Se observó que la superficie no presenta alteraciones considerables, presentando una baja rugosidad. ( $R_a=0,018 \mu\text{m}$ ).
5. Se determinó el valor medio de espesor total mediante la probeta de Calotest, siendo este constante y presentando un valor de 3,41  $\mu\text{m}$ .
6. Se analizó una superficie de 0,22  $\text{mm}^2$  en la cual se encontró un 17% de defectos en dicha área analizada
7. El módulo de Elasticidad presenta un valor alrededor de los 650 GPa.
8. La observación FIB/SEM confirmó la presencia de una estructura multicapa, cada una de ellas en el orden de los 98 nm y una más externa de 503 nm. Además por medio de la técnica TEM, se observó que cada una de las capas es en realidad un sistema de múltiples microcapas de alrededor de 5 a 10 nm de espesor.

9. La observación EDS reveló que la composición química del recubrimiento varía entre capas alternándose las compuestas por Al, Cr y N con las compuestas por Ti, Si y N.
10. Mediante Microscopía Electrónica de Barrido MEB, se evidenció que las grietas se nuclean en la superficie libre y posteriormente se transfieren hacia el sustrato.
11. Mediante el estudio Fractográfico de la muestra ensayada a tracción uniaxial se observó que el recubrimiento se mantiene adherido al sustrato y tiende a agrietarse para que el sustrato continúe con su deformación plástica.
12. Se observó que la nucleación o iniciación de las grietas, correspondió a poros ó imperfecciones en la superficie libre.

## **RECOMENDACIONES**

1. Realizar un estudio de las propiedades tribológicas del conjunto sustrato-recubrimiento, para así evaluar su comportamiento mecánico bajo condiciones de desgaste.
2. Realizar un estudio de resistencia a la fatiga al aire del conjunto sustrato-recubrimiento, para así evaluar el comportamiento del conjunto bajo estas condiciones y comparar como afecta la película depositada.
3. Realizar un estudio de adhesión para así evaluar el estado de la adhesión de la película en el sustrato.

## BIBLIOGRAFIA

1. Alvarez, P., Hernandez, R. (2007). “Estudio del Comportamiento a la Fatiga y a la Fatiga Corrosión de un Acero Estructural AISI 4340 Recubierto por una Película de Diamante Policristalino Sintético”. Facultad de Ingeniería. Escuela de Ingeniería Mecánica. Universidad Central de Venezuela, Caracas. pp 18-19.
2. Askeland, Donald R; Phulé, Pradeep P. “Ciencia e Ingeniería de los Materiales”, Cuarta edición, Editorial Thomson, México.
3. ASM Handbook “Fatigue and Fracture”, volumen 19, 1997, Estados Unidos de América.
4. Avallone, Eugene, A; Baumeister, Theodore. “Manual del Ingeniero Mecánico” Novena edición. Editorial Mc Graw-Hill, México.
5. CNEA, CAC, JICA, “Procesamiento de Materiales por Plasma”; Cuarto curso Latinoamericano; pp 105-119, Argentina 2001.
6. Cottrell, A.H; Hull. D. (1957) “Proc.Roy.Soc”, vol.242A, Londres. pp 211-213.
7. Egor P. Popov(1983), “Introducción a la Mecánica de Sólidos”, Editorial Limusa, Mexico, Cap. 4-5.
8. Flinn, Trojan. “Materiales de Ingeniería y sus aplicaciones”. Tercera edición. Editorial Mc Graw-Hill, Mexico. pp 85-86.
9. [http://www.oerlikon.com/ecomaXL/index.php?site=BALZERS\\_EN\\_balinit\\_helica](http://www.oerlikon.com/ecomaXL/index.php?site=BALZERS_EN_balinit_helica). [consultado: 2009, Julio 15.
10. Kalpakjian, Schmid. “Manufactura Ingeniería y Tecnología. Cuarta Edición. Editorial Prentice Hall”, Mexico. pp 283-284.
11. Korsunsky. M.A (1998) “Surface and Coatings Technology 99”, pp 171-183.

12. Kreider, K., et al (1995). “Applications of diamond films and related materials”. Third International Conference San Diego California. Ed. A. Feldman. pp 865.
13. Liu, A.Y. y Cohen, M. (1990) Physics Rev. (41); pp. 10-27.
14. Metal Handbook, “Fatigue Testing”; Mechanical Testing, vol 8, pp 363-378.
15. Metals Handbook. American Society for Metals. “Carbon and Low-Alloy Steels”. Tomo 1, pp. 432-434.
16. Miravete. A. (2003) “Materiales Compuestos”, Vol. II, Reverte, España. pp 523-24.
17. Moreno, Cabezas. (2004) “Estudio de Fatiga y Fatiga Corrosión del Acero AISI 4340 con recubrimiento de TiCN empleando la técnica de PVD”. Facultad de Ingeniería. Escuela de Ingeniería Mecánica. Universidad Central de Venezuela, Caracas.
18. Moreno, M; Cabeza, L. (2004). “Estudio de Fatiga y Fatiga Corrosión de un Acero AISI 4340 con Recubrimiento de Carbonitruto de Titanio TiCN empleando la Técnica de PVD”. Facultad de Ingeniería. Escuela de Ingeniería Mecánica. Universidad Central de Venezuela, Caracas. pp 37.
19. Mott, N.F. (1958) “Acta Met”, vol, Londres. pp 195-97.
20. Norma ASTM designación A-370 “Standard Test Methods and Definitions for Mechanical Testing of Steel Products”, 2003. Estados Unidos de America.
21. Norma ASTM designación E-384 “Standard Test Method for Microindentation Hardness of Materials”, 2008. Estados Unidos de America.

22. Norma ASTM designación E-606 “Standard Practice for Strain-Controlled Fatigue Testing”, 2004. Estados Unidos de America.
23. Orowan, E. (1939) “Proc. Roy. Soc”. Londres. vol.171A. pp 79-106.
24. Paiva, Corsi (2003) “Influencia sobre el Comportamiento a la Fatiga-Corrosion en Depósitos del Tipo Multicapa sobre Aceros Estructurales del Tipo AISI 4340”. Facultad de Ingeniería. Escuela de Ingeniería Mecánica. Universidad Central de Venezuela, Caracas.
25. Puchi, E.S; Staia, M.; Ochoa, E. (2007) “Fatigue Properties of a SAE 4340 Steel Coated with TiCN by PAPVD”. International Journal Fatigue (29). Facultad de Ingeniería. Escuela de Ingeniería Metalurgica y Ciencia de los Materiales. Universidad Central de Venezuela. pp 471-480.
26. Puchi-Cabrera, E.S (2002) “Surface and Coatings Technology 160”, Escuela de Ingeniería Metalurgica y Ciencia de los Materiales. Universidad Central de Venezuela. pp 177-186.
27. Rivas. (2004) “Comportamiento a la Corrosión-Fatiga del Acero SAE 4340, recubierto con WC-Co por Termorociado”. Facultad de Ingeniería. Escuela de Ingeniería Mecánica. Universidad Central de Venezuela, Caracas.
28. Sarwar, M. (1995) “Applications of diamond films and related materials”. Third International Conference San Diego California, Ed. A. Feldman. Estados Unidos de America. pp 219.
29. Thomas, A. (1987) “Microhardness Measurement as a Quality Control Tecnique for Thin, Hard Coating”; Surface Engineering Vol 3, Londres. pp 117-122.



30. Thornton, P; Colangelo, V. (1987) “Ciencia de Materiales para Ingeniería” Editorial Prentice Hall Iberoamericana. Mexico.
31. Wood, W. (1955) “ Bull. Inst. Metals”. Vol.3. Londres. pp 5-6.