

**COMPORTAMIENTO A LA FATIGA Y CORROSIÓN-FATIGA DE LA
ALEACIÓN DE ALUMINIO 7075-T6 RECUBIERTA CON TiN**

Ing. Ignacio A. Irausquín C.

Trabajo de Grado presentado a la ilustre Universidad Central de Venezuela para optar al título de Magister Scientiarum en Metalurgia y Ciencias de los Materiales.

Caracas, Mayo de 2003

Trabajo de Grado aprobado en nombre de la
Universidad por el siguiente Jurado:

Coordinador

Fecha

Certifico que he leído este Trabajo de Grado y que lo encuentro apropiado en su contenido como en su formato y apariencia externa.

Dr. Eli S. Puchi C., Tutor.

Fecha

DEDICATORIA

A Dios

MI FAMILIA: Brenda, Claudia y Andrés

Mis padres: Niva y Pedro

Mis hermanas y mi sobrino Ale

...y a todo aquel que se sienta honrado con mi dedicatoria y feliz con mis éxitos

AGRADECIMIENTO

Agradezco en primer lugar al Profesor Dr. Eli Saúl Puchi por sugerir y guiar esta investigación, por su enseñanza, consejos y adoctrinamiento.

A mi gran compañera, y madre de mis hijos, Brenda. Te agradezco enormemente por apoyarme, por ayudarme a alcanzar nuevos éxitos y a superarme, por permanecer y estar...espero por mucho tiempo y hasta, una que otra vez (sólo así), por soportarme.

A los colegas Johnny Mendoza y Alberto Pertúz, por sus consejos y orientaciones durante mi permanencia como estudiante de Postgrado.

A las personas que me facilitaron su ayuda en la Escuela de Metalurgia y Ciencia de los Materiales: los Técnicos Víctor Torres y Carlos Sánchez, los Ingenieros Eduardo Ramos, Crisanto Villalobos, Manuel J. Ortiz y José G. La Barbera, y especialmente a Joslinda por su amable, desinteresada y valiosa colaboración.

A Freddy Sánchez, del IVIC, por su apoyo y valiosa colaboración.

A todos aquellos que, aunque no directamente, me han ayudado a llegar hasta este éxito.

Un agradecimiento especial al FONACIT que suministró el apoyo económico necesario para la realización de este trabajo mediante el Proyecto G-2000001591.

RESUMEN

Se ha evaluado el comportamiento a la fatiga y corrosión-fatiga de la aleación de aluminio 7075-T6 con un recubrimiento de TiN, obtenido mediante deposición física en estado de vapor (PVD). Específicamente se empleó un depósito de $\text{TiN}_{0.90}$, obtenido industrialmente mediante un sistema de bombardeo iónico por magnetrón desbalanceado de campo cerrado (CFUMS). El espesor del recubrimiento fue de $2.6 \mu\text{m}$ y sobre éste se han medido esfuerzos residuales compresivos de 1.1 GPa. La dureza absoluta de este recubrimiento ha sido estimada mediante dos modelos teóricos que separaran la contribución del mismo, resultando aproximadamente entre 30 y 31 GPa. Una caracterización morfológica del recubrimiento permitió evidenciar delaminación del mismo, así como también porosidades y aglomerados de partículas sobrepuestos en su superficie. La evaluación del sustrato antes y después de la deposición mediante microscopía electrónica de transmisión, muestra indicios de un ligero cambio en su microestructura. Los resultados obtenidos de ensayos de tracción del sustrato y del material recubierto indican una disminución aproximada del 6.5% en el esfuerzo de fluencia (σ_y) luego de la deposición. Así mismo, se obtuvieron reducciones en la vida a la fatiga entre 55 y 58% y en la vida a corrosión-fatiga entre 45 y 55%, luego de depositar el recubrimiento. Tales reducciones han sido atribuidas a una alteración de las propiedades del sustrato, como consecuencia de una elevada temperatura durante el proceso de deposición, y a la presencia de discontinuidades en el recubrimiento, que, por actuar como concentradores de esfuerzos y exponer el referido sustrato, propician la nucleación de grietas.

ÍNDICE GENERAL

DEDICATORIA.....	iv
AGRADECIMIENTO.....	v
RESUMEN.....	vi
ÍNDICE GENERAL.....	vii
ÍNDICE DE FIGURAS.....	xi
ÍNDICE DE TABLAS.....	xix
INTRODUCCIÓN.....	1
I. FUNDAMENTO TEÓRICO Y ANTECEDENTES.....	3
1.1. Aluminio y Aleaciones de Aluminio.....	3
1.1.1. Aleaciones de Aluminio.....	4
1.1.2. Tratamiento Térmico de las Aleaciones de Aluminio.....	5
1.1.3. Propiedades del Aluminio y sus Aleaciones.....	6
1.1.4. Corrosión del Aluminio y sus Aleaciones.....	8
1.1.5. Fatiga de Aleaciones de Aluminio.....	11
1.1.6. Corrosión-Fatiga de Aleaciones de Aluminio.....	12
1.2. Aleaciones de Aluminio de la Serie 7xxx (Aluminio-Zinc).....	14
1.3. Aleación de Aluminio 7075-T6.....	19
1.4. Tratamientos Superficiales y Recubrimientos.....	24
1.4.1. Deposición Física en Estado de Vapor (PVD).....	25
1.4.2. Bombardeo Iónico o “Sputtering”.....	28
1.4.3. Bombardeo Iónico por Magnetron.....	31

1.5.	Influencia de la Superficie en el Comportamiento a la Fatiga.....	33
1.5.1.	Efecto de la Rugosidad Superficial.....	34
1.5.2.	Efecto de los Tratamientos Superficiales.....	35
1.5.3.	Efecto de los Esfuerzos Residuales.....	36
1.6.	Influencia de la Microestructura en el Comportamiento a la Fatiga.....	36
1.7.	Influencia de algunos Recubrimientos en el Comportamiento a la Fatiga de Aleaciones de Aluminio.....	37
1.8.	Influencia de Recubrimientos PVD de TiN en el Comportamiento a la Fatiga de Aleaciones Metálicas.....	40
II.	DESARROLLO EXPERIMENTAL.....	46
2.1.	General.....	46
2.2.	Elaboración de Probetas para Ensayos de Tracción y para Ensayos de Fatiga y Corrosión-Fatiga.....	47
2.2.1.	Adquisición del Material Base.....	47
2.2.2.	Dimensiones de las Probetas.....	48
2.2.3.	Fabricación de las Probetas.....	49
2.2.4.	Preparación Superficial de Probetas para Ensayos Fatiga y Corrosión-Fatiga.....	51
2.3.	Deposición del Recubrimiento.....	53
2.4.	Metalografía del Substrato.....	57
2.5.	Determinación de la Composición Química del Recubrimiento.....	58
2.6.	Medición de Espesor del Recubrimiento.....	60
2.7.	Estimación de Dureza Absoluta del Recubrimiento.....	63

2.8.	Medición de Esfuerzos Residuales.....	67
2.9.	Ensayos de Tracción.....	69
2.10.	Ensayos de Fatiga y Corrosión-Fatiga.....	72
2.11.	Microscopía Electrónica de Barrido (SEM).....	77
2.11.1.	Estudio Fractográfico.....	77
2.11.2.	Caracterización Morfológica del Recubrimiento.....	84
2.12.	Microscopía Electrónica de Transmisión (TEM).....	84
III.	RESULTADOS Y DISCUSIÓN.....	88
3.1.	Metalografía del Substrato.....	88
3.2.	Composición Química del Recubrimiento.....	89
3.3.	Espesor del Recubrimiento.....	91
3.4.	Dureza Absoluta del Recubrimiento.....	92
3.5.	Esfuerzos Residuales.....	98
3.6.	Ensayos de Tracción (curvas σ - ϵ).....	99
3.7.	Ensayos de Fatiga y Corrosión-Fatiga.....	106
3.8.	Microscopía Electrónica de Barrido (SEM).....	115
3.8.1.	Caracterización Morfológica del Recubrimiento.....	115
3.8.2.	Estudio Fractográfico.....	123
3.9.	Microscopía Electrónica de Transmisión (TEM).....	146
IV.	ANÁLISIS DE LOS RESULTADOS.....	149
4.1.	Ensayos de Tracción y Estimación de Dureza.....	149
4.2.	Microscopía Electrónica de Transmisión (TEM).....	152
4.3.	Caracterización Morfológica del Recubrimiento.....	153

4.4. Ensayos de Fatiga y Corrosión-Fatiga.....	153
4.5. Estudio Fractográfico.....	155
CONCLUSIONES.....	156
RECOMENDACIONES.....	159
REFERENCIAS.....	160

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1	Comparación de la Resistencia a la Tracción, Esfuerzo de Fluencia y Resistencia a la Fatiga a 10^8 Ciclos de varias Aleaciones de Aluminio Forjadas.....	8
Figura 2	Curvas de Fatiga en Flexión Rotativa para Algunas Aleaciones de Aluminio y para un Acero de Bajo Carbono SAE 1020.....	11
Figura 3	Curvas de Resistencia a la Fatiga al Aire y en un Medio Corrosivo (sol. 3% NaCl) de una Aleación Al-Zn-Mg.....	13
Figura 4	Diagrama de Fase Aluminio-Zinc.....	15
Figura 5	Estructura de una Lámina de Aleación de Aluminio 7075-O.....	20
Figura 6	Primer Avión Patrullero P2V Construido (el XP2V-1) Volando sobre California en Mayo de 1945.....	21
Figura 7	Sección Posterior del Fuselaje de un Avión Convair.....	21
Figura 8	Miembros Estructurales de gran tamaño Fabricados de 7075-T6 para un Avión Lockheed de Transporte Militar.....	22
Figura 9	Corte Esquemático y Vista del Módulo S-IC, perteneciente al Cohete Espacial Saturno V, indicando Secciones donde se empleó 7075-T6.....	23
Figura 10	Helicóptero MD900 “Explorer” y detalle de su Tren de Aterrizaje indicando en amarillo las Partes Fabricadas de 7075-T6.....	24
Figura 11	Herramientas y Componentes Recubiertos con TiN.....	27
Figura 12	Arreglo Básico de Bombardeo Iónico.....	29

Figura 13	Esquema Básico de un Magnetron Plano.....	32
Figura 14	Configuración Magnética y Confinamiento de Plasma en Sistemas de Magnetron Convencional, Magnetron Desbalanceado y Magnetron Desbalanceado de Campo Cerrado.....	34
Figura 15	Efecto de un Anodizado Duro en la Resistencia a la Fatiga de la Aleación de Aluminio 7075-O.....	39
Figura 16	Flujograma del Desarrollo Experimental.....	46
Figura 17	Barras de Aleación de Aluminio.....	47
Figura 18	Probeta Cilíndrica para Ensayos de Tracción.....	48
Figura 19	Probeta Cilíndrica para Ensayos de Fatiga y Corrosión-Fatiga.....	49
Figura 20	Probeta Fabricada para Ensayos de Tracción.....	50
Figura 21	Distribución de Probetas Fabricadas para Ensayos de Fatiga y Corrosión-Fatiga.....	50
Figura 22	Probeta Fabricada para Ensayos de Fatiga y Corrosión-Fatiga.....	51
Figura 23	Torno Myford ML7-R.....	52
Figura 24	Perfilómetro Zygo.....	53
Figura 25	Reactor de Bombardeo Iónico por Magnetron Desbalanceado de Campo Cerrado.....	54
Figura 26	Probeta Cilíndrica para Evaluación del Recubrimiento de TiN.....	56
Figura 27	Probetas Recubiertas con TiN.....	56
Figura 28	Secciones de Probeta Cilíndrica en las que se Efectuó Metalografía del Substrato.....	57
Figura 29	Sistema Analizador de Imágenes LECO IA-3001.....	58

Figura 30	Equipo de SNMS Leybold INA 3.....	60
Figura 31	Equipo CSEM CALOTEST.....	60
Figura 32	Esquema de Uso del Equipo CALOTEST.....	61
Figura 33	Esquema de la Abrasión Producida por el Equipo CALOTEST.....	61
Figura 34	Huella Producida por el CALOTEST sobre un Material Recubierto con TiN.....	62
Figura 35	Indentador Vickers y Huella dejada por el mismo.....	63
Figura 36	Equipo para Medición de Microdureza LECO 862-100-100.....	64
Figura 37	Corrimiento de un Pico de Difracción a causa de Esfuerzos Residuales Introducidos por Deposición.....	68
Figura 38	Máquina de Ensayo Universal Instron 8502.....	69
Figura 39	Máquina para Ensayo de Fatiga por Flexión Rotativa Fatigue Dynamics RBF-200.....	73
Figura 40	Montaje de Probeta para Ensayo de Fatiga en la Máquina Fatigue Dynamics RBF-200.....	75
Figura 41	Cámara Salina para Ensayos de Corrosión-Fatiga en la Máquina Fatigue Dynamics RBF-200.....	76
Figura 42	Corte de Muestras Examinadas mediante SEM.....	79
Figura 43	Cortadora de Precisión con Disco de Diamante LECO VC-50.....	79
Figura 44	Muestras Cortadas para Evaluación Fractográfica mediante SEM.....	80
Figura 45	Equipo de Limpieza Ultrasónica BUEHLER ULTRAMET II.....	80
Figura 46	Secador de Probetas BUEHLER TORRAMET.....	81
Figura 47	Equipo para Embutido de Probetas BUEHLER SIMPLIMET 3.....	81

Figura 48	Pulidora para Preparación Metalográfica BUEHLER ECOMET 5.....	82
Figura 49	Equipo de Desbaste Fino por Vibración BUEHLER VIBROMET 2.....	82
Figura 50	Microscopio Electrónico de Barrido Hitachi S-2400.....	83
Figura 51	Microscopio Electrónico de Barrido Philips XL 30.....	83
Figura 52	Equipo de Electropulido Struers Tenupol-3.....	86
Figura 53	Muestras Preparadas para Evaluación por TEM (<i>foils</i>).....	86
Figura 54	Microscopio Electrónico de Transmisión Phillips CM 10.....	87
Figura 55	Micrografía Óptica de la Microestructura de la Aleación de Aluminio 7075-T6 (Substrato) en la Sección Transversal de una Probeta Cilíndrica.....	88
Figura 56	Micrografía Óptica de la Microestructura de la Aleación de Aluminio 7075-T6 (Substrato) en la Sección Longitudinal de una Probeta Cilíndrica.....	88
Figura 57	Perfil de Composición Química del Recubrimiento de TiN obtenido por SNMS.....	89
Figura 58	Variación de la Microdureza Vickers (H_V) del Substrato (7075-T6) y del Material Recubierto (7075-T6 + TiN) con las Diagonales Promedio (d) obtenidas para éstos.....	95
Figura 59	Variación experimental y Teórica de la Dureza Compuesta (H_C) y de la dureza del sustrato (H_S) con la profundidad relativa de Indentación (RID)	97
Figura 60	Curvas de Esfuerzo Real (σ) vs. Deformación Real (ϵ) de la Aleación de Aluminio 7075-T6 (Substrato).....	100

Figura 61	Curvas de Esfuerzo Real (σ) vs. Deformación Real (ε) de la Aleación de Aluminio 7075-T6 recubierta con TiN	101
Figura 62	Comparación de las Curvas σ - ε del Substrato y del Material Recubierto.....	103
Figura 63	Esquema de la Sección Transversal de Una Probeta de Tracción Recubierta.....	105
Figura 64	Curva $\log S$ - $\log N_f$ de Resistencia a la Fatiga del Substrato (7075-T6) Ensayado al Aire.....	107
Figura 65	Curva $\log S$ - $\log N_f$ de Resistencia a la Fatiga del Material Recubierto (7075-T6 + TiN) Ensayado al Aire.....	108
Figura 66	Curva $\log S$ - $\log N_f$ de Resistencia a la Fatiga del Substrato (7075-T6) Ensayado en una Solución de Cloruro de Sodio (NaCl) al 3%.....	109
Figura 67	Curva $\log S$ - $\log N_f$ de Resistencia a la Fatiga del Material Recubierto (7075-T6 + TiN) Ensayado en una Solución de Cloruro de Sodio (NaCl) al 3%.....	110
Figura 68	Comparación de las Curvas $\log S$ - $\log N_f$ de Resistencia a la Fatiga y a la Corrosión-Fatiga obtenidas para el Substrato y el Material Recubierto.....	112
Figura 69	Reducción de Vida a la Fatiga al Aire y en un Medio Corrosivo del Material Recubierto con respecto al Substrato.....	114
Figura 70	Falta de Recubrimiento en una Probeta de Fatiga luego de la Deposición	115

Figura 71	Detalle de la Falta de Recubrimiento en una Probeta de Fatiga luego de la Deposición.....	116
Figura 72	Pared de Recubrimiento de una Probeta de Fatiga luego de la Deposición.....	117
Figura 73	Detalle de la Pared de Recubrimiento de una Probeta de Fatiga luego de la Deposición.....	117
Figura 74	Pared de Recubrimiento de la Probeta de Tracción T1 luego de la Deposición.....	118
Figura 75	Pared de Recubrimiento de la Probeta de Tracción T2 luego de la Deposición.....	118
Figura 76	Detalle de la Pared de Recubrimiento de la Probeta de Tracción T1 luego de la Deposición.....	119
Figura 77	Detalle de la Pared de Recubrimiento de la Probeta de Tracción T2 luego de la Deposición.....	119
Figura 78	Cavidad (C) en la Intercara de una Probeta de Fatiga luego de la Deposición.....	120
Figura 79	Pequeña Grieta en el Recubrimiento de una Probeta de Fatiga y Cavidad en su Intercara luego de la Deposición	121
Figura 80	Delaminación del Recubrimiento en Probeta de Fatiga luego de la Deposición.....	121
Figura 81	Grietas en el Recubrimiento y Delaminación del mismo en una Probeta de Fatiga luego de la Deposición.....	122

Figura 82	Detalle de Delaminación del Recubrimiento en una Probeta de Fatiga luego de la Deposición.....	122
Figura 83	Superficie de Fractura de la Probeta N° 1.....	123
Figura 84	Inicio de Grieta en Superficie de Fractura de la Probeta N° 1.....	124
Figura 85	Ampliación del Inicio de Grieta en Superficie de Fractura de la Probeta N° 1.....	124
Figura 86	Detalle del Inicio de Grieta en Superficie de Fractura de la Probeta N° 1.....	125
Figura 87	Detalle del Recubrimiento Cercano al Inicio de Grieta en Superficie de Fractura de la Probeta N° 1.....	125
Figura 88	Pared de Recubrimiento Cercana a la Superficie de Fractura de la Probeta N° 1.....	126
Figura 89	Pared de Recubrimiento Cercana al Inicio de Grieta en la Probeta N° 1...	127
Figura 90	Estructura Columnar del Recubrimiento de TiN agrietado en la Probeta N° 1.....	127
Figura 91	Superficie de Fractura de la Probeta N° 2.....	128
Figura 92	Inicio de Grieta O ₁ en Superficie de Fractura de la Probeta N° 2.....	129
Figura 93	Escalón de Clivaje en Superficie de Fractura de la Probeta N° 2.....	129
Figura 94	Pared de Recubrimiento Cercana al Escalón de Clivaje de la Probeta N° 2.....	130
Figura 95	Detalle de Grieta en la Pared de Recubrimiento Cercana al Escalón de Clivaje de la Probeta N° 2.....	131
Figura 96	Superficie de Fractura de la Probeta N° 3.....	131

Figura 97	Inicio de Grieta en Superficie de Fractura de la Probeta N° 3.....	132
Figura 98	Detalle del Inicio de Grieta en Superficie de Fractura de la Probeta N° 3.....	133
Figura 99	Pared de Recubrimiento Cercana al Inicio de Grieta de la Probeta N° 3.....	133
Figura 100	Detalle de Recubrimiento Desprendido en la Pared Cercana al Inicio de Grieta de la Probeta N° 3.....	134
Figura 101	Ampliación de Pared de Recubrimiento Cercana al Inicio de Grieta de la Probeta N° 3.....	135
Figura 102	Superficie de Fractura de la Probeta N° 4.....	136
Figura 103	Escalones de Clivaje e Inicios de Grieta en Superficie de Fractura de la Probeta N° 4.....	136
Figura 104	Productos de Corrosión en Superficie de Fractura de la Probeta N° 4.....	137
Figura 105	Vista del Recubrimiento Cercano a la Superficie de Fractura de la Probeta N° 4.....	137
Figura 106	Estructura Columnar del Recubrimiento de TiN agrietado en la Probeta N° 4.....	138
Figura 107	Pared de Recubrimiento Cercana a un Inicio de Grieta de la Probeta N° 4.....	138
Figura 108	Pared de Recubrimiento Cercana a varios Inicios de Grieta de la Probeta N° 4.....	139
Figura 109	Bifurcación de Grieta Primaria en un punto de la Intercara de la Probeta N° 1.....	140

Figura 110	Grietas en el Recubrimiento y Delaminación del mismo en la Probeta N° 1.....	141
Figura 111	Grieta en el Recubrimiento de la Probeta N° 1.....	141
Figura 112	Delaminación del Recubrimiento en la Probeta N° 1.....	142
Figura 113	Grietas en el Recubrimiento y Propagación de una de éstas hacia el Substrato en la Probeta N° 1.....	142
Figura 114	Delaminación del Recubrimiento en la Probeta N° 2.....	143
Figura 115	Detalle de Grietas en el Recubrimiento de la Probeta N° 3.....	144
Figura 116	Detalle de Grieta en el Recubrimiento de la Probeta N° 4.....	144
Figura 117	Grietas en el Substrato y Delaminación del Recubrimiento en la Probeta N° 4.....	145
Figura 118	Grieta en el Conjunto Substrato-Recubrimiento de la probeta N° 4.....	145
Figura 119	Micrografía en Campo Claro (TEM) de la Aleación de Aluminio 7075-T6.....	146
Figura 120	Micrografía en Campo Claro (TEM) de la Aleación de Aluminio 7075-T6 después de la Deposición del Recubrimiento de TiN.....	147
Figura 121	Comparación de la Microdureza Vickers (H_V) obtenida para el Substrato (7075-T6) antes y después de la Deposición del Recubrimiento de TiN...	151
Figura 122	Pared de Recubrimiento Agrietada en una Probeta Ensayada por Tracción.....	154

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 1	Designación de Aleaciones de Aluminio según “ <i>The Aluminum Association</i> ”.....	5
Tabla 2	Composición Química de la Aleación de Aluminio 7075.....	19
Tabla 3	Propiedades Mecánicas de la Aleación de Aluminio 7075-T6.....	48
Tabla 4	Concentración Promedio de Nitrógeno y Titanio a través del Recubrimiento de TiN.....	90
Tabla 5	Resultados de la Prueba Efectuada con el CALOTEST y Espesor Calculado del Recubrimiento de TiN.....	91
Tabla 6	Diagonales Medidas en los Ensayos de Microdureza Vickers de la Aleación de Aluminio 7075-T6 (substrato).....	93
Tabla 7	Diagonales Promedio (d), Profundidades Relativas de Indentación (RID) y valores de Microdureza Vickers (H_V) obtenidos para la Aleación de Aluminio 7075-T6 (Substrato).....	93
Tabla 8	Diagonales Medidas en los Ensayos de Microdureza Vickers de la Aleación de Aluminio 7075-T6 Recubierta con TiN.....	94
Tabla 9	Diagonales Promedio (d), Profundidades Relativas de Indentación (RID) y valores de Microdureza Vickers (H_V) obtenidos para el Material Recubierto (7075-T6 + TiN).....	94
Tabla 10	Parámetros del Modelo de MEYER obtenidos para el Substrato (7075-T6)..	96
Tabla 11	Parámetros de los Modelos de TUCK <i>et al.</i> [2000] y PUCHI [2002] obtenidos para el Material Recubierto (7075-T6 + TiN).....	96

Tabla 12	Propiedades de Tracción obtenidas para el Substrato (7075-T6).....	100
Tabla 13	Propiedades de Tracción obtenidas para el Material Recubierto (7075-T6 + TiN).....	101
Tabla 14	Variación Relativa de las Propiedades de Tracción del Material Recubierto (7075-T6 + TiN) con respecto al Substrato (7075-T6).....	102
Tabla 15	Resultados de los Ensayos de Fatiga del Substrato (7075-T6).....	107
Tabla 16	Resultados de los Ensayos de Fatiga del Material Recubierto (7075-T6 + TiN).....	108
Tabla 17	Resultados de los Ensayos de Corrosión-Fatiga del Substrato (7075-T6)...	109
Tabla 18	Resultados de los Ensayos de Corrosión-Fatiga del Material Recubierto...	110
Tabla 19	Parámetros y Ecuaciones de BASQUIN correspondientes a los Ensayos de Fatiga y Corrosión-Fatiga del Substrato y del Material Recubierto.....	111
Tabla 20	Diagonales Promedio (d) y Valores de Microdureza Vickers (H_V) obtenidos para la Aleación de Aluminio 7075-T6 después de la Deposición del Recubrimiento de TiN.....	151
Tabla 21	Parámetros del Modelo de MEYER obtenidos para el Substrato (7075-T6) después de la Deposición del Recubrimiento de TiN.....	151

INTRODUCCIÓN

La fatiga constituye la principal causa de falla en elementos de máquinas, a tal punto, que se encuentra presente en más del 75% de los casos de fractura. Es por esto que el comportamiento a la fatiga de los materiales ha sido objeto de estudio durante mucho tiempo, más aún recientemente, que los avances tecnológicos han dado origen a una gran cantidad de maquinaria y equipos sofisticados. Diversas investigaciones han estado orientadas hacia el logro de una mejoría sustancial en el comportamiento a la fatiga, mediante el desarrollo de nuevos materiales.

Una tendencia general ha hecho que en la actualidad el mejoramiento de las propiedades mecánicas de los materiales se haya centrado en la aplicación de tratamientos superficiales sobre aleaciones conocidas y de gran aplicación. Uno de los tratamientos más ampliamente utilizados es la deposición física en estado de vapor (PVD: *Physical Vapour Deposition*) de recubrimientos delgados de alta dureza, siendo muy común el de TiN. Debido a su buen comportamiento mecánico y tribológico, ampliamente reportado en la literatura [SCHULTZ *et al.*, 1997; BIENK *et al.*, 1995; HEDENQVIST *et al.*, 1997; SU *et al.*, 1998; SU *et al.*, 1999], los recubrimientos de TiN son comúnmente empleados en herramientas, para incrementar su vida útil. Así pues, su aplicación ha estado centrada en la utilización de materiales ferrosos como material base o sustrato.

Existen muy pocos trabajos reportados sobre el efecto que tienen los recubrimientos PVD de TiN en la vida a la fatiga y corrosión-fatiga de aleaciones no ferrosas, pese al creciente uso de dichos tratamientos en la actualidad. Esta carencia de información hace necesario

evaluar la modificación que tal tratamiento introduce en el comportamiento a la fatiga, tanto al aire como en un medio corrosivo, de diversas aleaciones no ferrosas tales como las de aluminio; sobre todo, teniendo en cuenta que los resultados que se obtengan de las respectivas investigaciones permitirán optimizar el uso del material para determinadas aplicaciones específicas, lo cual redundaría en diseños más eficientes y perdurables.

Esta investigación tuvo como propósito evaluar la vida a la fatiga, al aire y en un medio corrosivo, de la aleación de aluminio 7075-T6 con un recubrimiento PVD de TiN, mediante procedimientos experimentales bien conocidos y por normativas claramente establecidas y de gran aceptación.

I. FUNDAMENTO TEÓRICO Y ANTECEDENTES

1.1. ALUMINIO Y ALEACIONES DE ALUMINIO

El aluminio es el segundo elemento metálico más abundante sobre la tierra. Este ha sido muy importante como opción económica para el desarrollo de aplicaciones ingenieriles desde finales del siglo XIX.

Cuando la reducción electrolítica de la alúmina (Al_2O_3) disuelta en criolita fundida fue desarrollada por CHARLES HALL, en Ohio, Estados Unidos, y PAUL HEROULT, en Francia [1886], aparecieron los primeros vehículos impulsados por motores de combustión interna, y el aluminio comenzó a jugar un importante papel como material automotriz con valor agregado desde el punto de vista ingenieril. Este valor también sería aprovechado por la industria eléctrica, que requería de grandes cantidades de metal conductor de bajo peso para la transmisión a larga distancia de energía eléctrica y para la construcción de una infraestructura capaz de soportar la extensa red de distribución necesaria para tal fin. En el transcurso de pocas décadas, los hermanos ORVILLE y WILLBUR WRIGHT con su exitoso primer vuelo en aeroplano en 1903, dieron origen a una novedosa industria que creció de la mano de la industria del aluminio: la industria aeronáutica.

El crecimiento de la industria del aluminio no se limitó a los desarrollos mencionados. La primera aplicación comercial del aluminio fue en artículos tales como marcos para espejos, números de casas y bandejas para servir. Los utensilios de cocina también fueron un gran mercado inicial. Con el tiempo las aplicaciones del aluminio han ido creciendo, logrando alcanzar una diversidad tan amplia, que virtualmente cada aspecto de la vida moderna está

directa o indirectamente afectada por su uso.

1.1.1. ALEACIONES DE ALUMINIO

Es conveniente dividir las aleaciones de aluminio en dos (2) grandes categorías: composiciones coladas y composiciones forjadas. Muchas aleaciones responden al tratamiento térmico basado en solubilidades de fase. Estos tratamientos incluyen el de solución, temple y endurecimiento por precipitación, o envejecido. Tanto para aleaciones forjadas como fundidas, tales aleaciones se describen como tratables térmicamente. Un gran número de otras composiciones forjadas dependen en cambio del endurecimiento por deformación, usualmente en combinación con varios procedimientos de recocido. Algunas aleaciones fundidas no son tratables térmicamente y son usadas sólo en la condición de colada o en condiciones modificadas térmicamente no relacionadas con los efectos de la precipitación o del tratamiento en solución.

Se han desarrollado nomenclaturas para aleaciones coladas y forjadas. La designación establecida por la Asociación del Aluminio estadounidense (*The Aluminum Association*) en 1954, es la más ampliamente reconocida. Su sistema de identificación emplea diferentes nomenclaturas para aleaciones fundidas y forjadas, pero agrupa las aleaciones en familias para mayor simplicidad. Para aleaciones forjadas se emplea un sistema de numeración de cuatro (4) dígitos, que encierra las nueve (9) series señaladas en la tabla 1. El primero es un número correlativo que indica el grupo de aleación, haciendo referencia al principal elemento aleante de la serie, mientras que el segundo indica cualquier cambio de la aleación original o límites de impureza; el cero se utiliza para la aleación original y los enteros del 1 al 9 indican las modificaciones de la misma. En la serie 1xxx, los dos (2)

últimos dígitos son decimales en el porcentaje de aluminio, por encima del porcentaje mínimo (99%). En las series restantes los últimos dos (2) dígitos identifican las diferentes aleaciones.

Tabla 1. Designación de aleaciones de aluminio según “*The Aluminum Association*”.

Sistema de Aleación (principales aleantes)	Serie
Aluminio 99.0% (min.)	1xxx
Aluminio-Cobre	2xxx
Aluminio-Manganeso	3xxx
Aluminio-Silicio	4xxx
Aluminio-Magnesio	5xxx
Aluminio-Magnesio-Silicio	6xxx
Aluminio-Zinc	7xxx
Aluminio-Otros Elementos	8xxx
Inutilizada	9xxx

1.1.2. TRATAMIENTO TÉRMICO DE LAS ALEACIONES DE ALUMINIO

Existen cuatro (4) tratamientos básicos para las aleaciones de aluminio, que adicionan una letra más y, en algunos casos, uno o más dígitos a su nomenclatura. Estos son:

- ❑ *F: Condición de fabricado*, aplicado a productos forjados y fundidos que adquieren algún tratamiento térmico como resultado de operaciones de manufactura. En estos no existe garantía de propiedades mecánicas.

- ❑ *O: Recocido*, es la condición de menor resistencia mecánica de los productos forjados.

- ❑ *W: Tratado térmicamente en solución*, es una condición inestable de aleaciones que envejecen espontáneamente a temperatura ambiente.

- ❑ *T: Tratado térmicamente*, para productos que alcanzan un temple estable. A continuación de la *T* se colocan números del 2 al 10, para designar una combinación específica de operaciones básicas. Las variaciones deliberadas de las condiciones, fundamentalmente debido a un alivio de esfuerzos o la extensión del envejecido, que den lugar a cambios significativos en el producto, se indican añadiendo uno (1) o más dígitos a la designación básica entre *T2* y *T10*.

1.1.3. PROPIEDADES DEL ALUMINIO Y SUS ALEACIONES

Las propiedades del aluminio que hacen de éste metal y sus aleaciones el más económico y atractivo para una amplia variedad de usos, son su apariencia, peso ligero, maquinabilidad, propiedades físicas, propiedades mecánicas y resistencia a la corrosión.

El aluminio tiene una densidad de tan sólo 2.7 gr/cm^3 , aproximadamente un tercio del acero (7.83 gr/cm^3), cobre (8.93 gr/cm^3), o bronce (8.53 gr/cm^3). Éste puede exhibir una excelente resistencia a la corrosión en la mayoría de los ambientes corrosivos.

Las superficies de aluminio pueden ser altamente reflexivas. Energía radiante, luz visible, calor radiante y ondas electromagnéticas son reflejadas eficientemente, mientras que superficies anodizadas u oscuras anodizadas pueden ser reflexivas o absorbentes. La

capacidad reflectante del aluminio pulido sobre un amplio espectro de longitudes de onda, conlleva a su selección para una variedad de usos decorativos y funcionales.

Típicamente el aluminio muestra excelente conductividad eléctrica y térmica, pero se han desarrollado aleaciones específicas con altos grados de resistencia eléctrica. Estas aleaciones son útiles, por ejemplo, en motores eléctricos de altas revoluciones. Usualmente el aluminio es seleccionado por su conductividad eléctrica, que es casi el doble de la del cobre en base a peso equivalente. La conductividad térmica de las aleaciones del aluminio, es ventajosa para la fabricación de intercambiadores de calor, evaporadores, aplicaciones calentadas eléctricamente y radiadores y cilindros automotrices.

El aluminio no es magnético, una propiedad de importancia en las industrias eléctrica y electrónica. Tampoco es tóxico, por lo que se ha utilizado ampliamente en utensilios para cocina y en recipientes para bebidas y comidas. No produce chispa, lo cual es importante en aplicaciones que encierran manejo o exposición a materiales explosivos o inflamables. Tiene una apariencia atractiva en su acabado natural, que puede ser suave y lustroso o claro y brillante.

Aunque ciertas aleaciones de aluminio superan en resistencia al acero estructural, el aluminio puro y diversas aleaciones del mismo suelen distinguirse por muy baja dureza y resistencia. Grandes incrementos en resistencia se obtienen mediante el trabajado en frío o por aleación. Algunas propiedades mecánicas de varias aleaciones de aluminio se pueden observar en la figura 1.

Gracias a su maquinabilidad y capacidad de trabajado, el aluminio y sus aleaciones se pueden fundir y conformar mediante cualquier proceso conocido. Se pueden laminar a cualquier espesor deseado, estampar, forjar y extruir. Esto permite obtener una gama de productos con diversas presentaciones, tales como láminas, varillas, barras, alambre, tubos y formas estructurales.

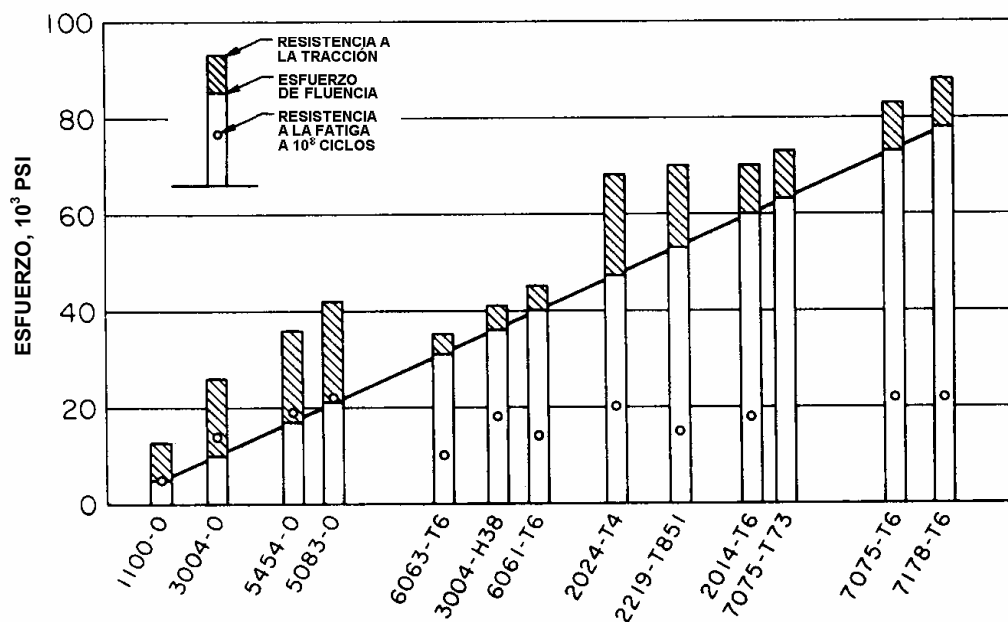


Figura 1. Comparación de la resistencia a la tracción, esfuerzo de fluencia y resistencia a la fatiga a 10^8 ciclos de varias aleaciones de aluminio forjadas [VAN HORN 1968].

1.1.4. CORROSIÓN DEL ALUMINIO Y SUS ALEACIONES

El aluminio tiene una alta resistencia a la corrosión debido a una delgada e invisible película de óxido que se forma inmediatamente al exponer su superficie a la atmósfera. Dicha película protege al metal de posterior corrosión, debido principalmente a dos factores [VAN VLACK 1971]: 1) el aluminio y el oxígeno forman un fuerte enlace que impide la difusión de los iones de aluminio a través de la capa de óxido y 2) las estructuras cristalinas

del óxido de aluminio y del aluminio se orientan de tal manera que crean coherencia entre ambas fases.

Ciertas soluciones fuertemente ácidas o alcalinas, o el contacto con materiales húmedos corrosivos, evitan el acceso de oxígeno a la superficie del aluminio, impidiendo que se forme la película protectora. Esto hace necesario una protección adecuada del mismo en tales casos. Uno de los procesos más comúnmente empleados consiste en colocar el metal dentro de una solución que contenga entre 15 y 25% de ácido sulfúrico (H_2SO_4), suministrando corriente de forma que el aluminio actúe como ánodo, a fin de producir una película de óxido relativamente gruesa sobre el aluminio. Tal proceso, denominado *anodizado*, produce una película clara y transparente que contiene poros submicroscópicos, generalmente sellados antes de usar el material para evitar la absorción. El sellado puede llevarse a cabo mediante un adecuado calentamiento en agua, que hidrate la película y permita fijar moléculas de agua para cerrar los poros.

El *anodizado* también es aplicado a las aleaciones de aluminio que poseen menor resistencia a la corrosión que el metal puro. Este tratamiento electrolítico se puede aplicar a las aleaciones de aluminio en una amplia variedad de electrolitos, utilizando corriente continua o alterna, o combinación de ambas.

Existe una forma particular de producir recubrimientos anódicos sobre aleaciones de aluminio, denominada *anodizado duro* (*hard anodizing*), que aparentemente provee una mejor protección que el anodizado normal. Estos recubrimientos tienen alta dureza y resistencia a la abrasión, y se producen bajo condiciones especiales, entre las cuales se

tienen: muy baja temperatura, alta densidad de corriente y electrolitos especiales. Usualmente no se sellan, pero pueden ser impregnados con ceras o fluidos a base de silicona para obtener propiedades superficiales particulares. Varios autores han reportado que los recubrimientos producidos bajo condiciones de *anodizado duro* tienen mejor resistencia a la corrosión que los recubrimientos “convencionales” del mismo espesor [WERNICK *et al.*, 1990].

La resistencia a la corrosión de las aleaciones aluminio-cobre y aluminio-zinc es satisfactoria para varias aplicaciones, pero suele ser menor que la de las otras aleaciones de aluminio. Para mejorar la resistencia a la corrosión de estas aleaciones en forma de láminas generalmente se emplea un proceso denominado “*Cladding*”, que consiste en colocarles un revestimiento de aluminio comercialmente puro en sus partes superior e inferior, formando una especie de “sándwich”, y unir las mecánicamente mediante laminación. La lámina de aleación obtenida mediante este proceso recibe el nombre de *Alclad*. El espesor nominal de aluminio puro colocado por lado suele ser de 1.5 a 2.5% el espesor del material base (aleación de aluminio). La combinación de alta resistencia en general y una alta resistencia a la corrosión obtenida, por supuesto, con bajo peso, ha hecho que las aleaciones *Alclad* tengan gran aplicación en la construcción de aeronaves.

Otra manera de proteger las aleaciones de aluminio contra la corrosión es recubriéndolas con una delgada capa protectora, depositada eléctricamente. Los procesos más comunes de este tipo aplicados al aluminio y sus aleaciones son el niquelado y el cromado [WERNICK *et al.*, 1990].

1.1.5. FATIGA DE ALEACIONES DE ALUMINIO

En términos generales, las aleaciones de aluminio poseen una reducida resistencia a la fatiga; aún aquellas que tienen una considerable resistencia a la tracción comparable a la de algunos aceros de medio carbono. Es el caso de las aleaciones de aluminio envejecidas que tienen baja resistencia a la fatiga en relación a su resistencia a la tracción. Al igual que la mayoría de las aleaciones no ferrosas, las aleaciones de aluminio no exhiben un límite de fatiga, tal como se muestra en la figura 2, en la cual se comparan las curvas $S-N_f$ de tres aleaciones de aluminio con la de un acero de bajo carbono SAE 1020. Esto hace que usualmente se reporte su resistencia a la fatiga en vez de su límite. Sin embargo, algunos autores erróneamente reportan como límite la resistencia a la fatiga por encima de 10^8 ciclos.

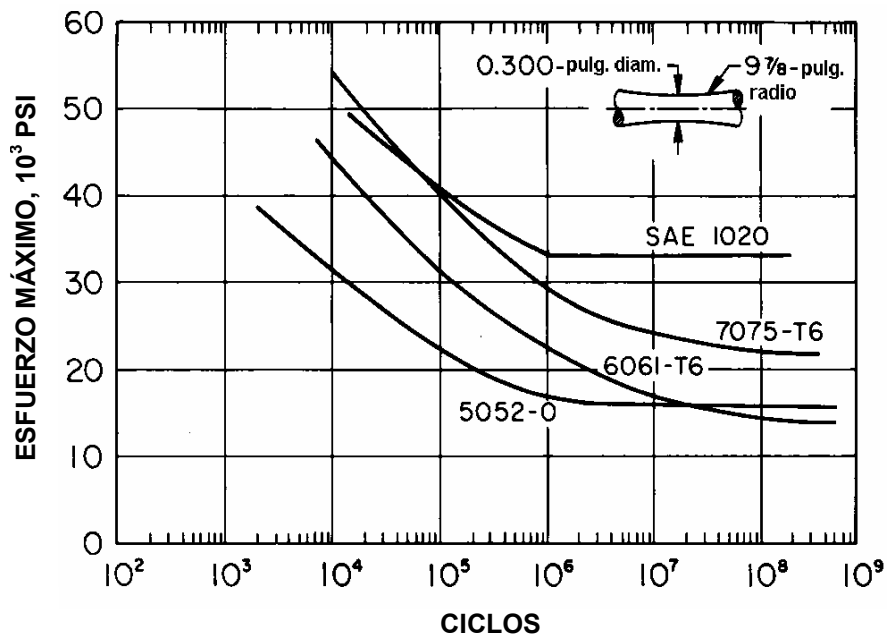


Figura 2. Curvas de fatiga en flexión rotativa para algunas aleaciones de aluminio y para un acero de bajo carbono SAE 1020 [VAN HORN 1968].

El comportamiento a la fatiga de las aleaciones de aluminio está determinado fundamentalmente por su resistencia a la fatiga y, por ende, por cualquier curva o expresión que la defina con precisión aceptable.

1.1.6. CORROSIÓN-FATIGA DE ALEACIONES DE ALUMINIO

La Corrosión-Fatiga se define como el proceso en el cual un metal fractura prematuramente bajo condiciones simultáneas de corrosión y carga cíclica repetida, a niveles de esfuerzo inferiores (menos ciclos), que los que se requerirían en ausencia del medio corrosivo. La corrosión y la fatiga actuando simultáneamente suelen causar mayores efectos sobre los materiales, puesto que aceleran tanto la nucleación como la propagación de grietas en los mismos. Esto se debe fundamentalmente a que la corrosión puede crear discontinuidades (picaduras, grietas, etc.) que originan grietas de fatiga y que posteriormente acelerarán su propagación. La combinación de un ambiente agresivo y condiciones de carga cíclica aceleran las tasas de crecimiento de grieta en aleaciones de aluminio. Varios mecanismos han sido propuestos para explicar el proceso de corrosión-fatiga [JONES 1992]. Estos son: 1) disolución de material en la punta de grieta, en un medio corrosivo; 2) fragilización por hidrógeno en la cual la difusión del mismo (producto del proceso corrosivo) dentro de la red puede debilitar los enlaces atómicos, reduciendo la energía de fractura; 3) teoría de iones adsorbidos, en la que el transporte de especies críticas a la punta de grieta conduce a una disminución de la energía de fractura; y 4) clivaje inducido por película, según la hipótesis de que la velocidad de grieta se incrementaría en la intercara substrato-película cuando ésta crece a través de una capa de óxido de baja tenacidad, llevando a la ruptura de la película protectora.

En general, los efectos de la corrosión-fatiga sobre la propagación de grieta son más pronunciados a bajas intensidades de esfuerzo, puesto que a altas intensidades de esfuerzo la grieta se propaga a una tasa tan alta que los efectos de disolución química o fragilización localizada se hacen insignificantes. Diversos parámetros afectan las tasas de propagación de grietas por corrosión-fatiga. Por ejemplo, las tasas de crecimiento de grieta incrementan cuando aumenta el intervalo de intensidad de esfuerzo (R). Así mismo, a baja frecuencia los efectos de la corrosión-fatiga serán más severos que a alta frecuencia debido a la naturaleza dependiente del tiempo que tiene el proceso. Esto se puede apreciar mediante las curvas de la figura 3, obtenidas para una aleación Al-Zn-Mg. Incrementos en el valor de R generalmente aumentan las tasas de propagación de grieta por corrosión-fatiga. Al incrementar la concentración de los agentes corrosivos, bajar el pH e incrementar el contenido de humedad y la temperatura, usualmente se obtienen efectos más severos.

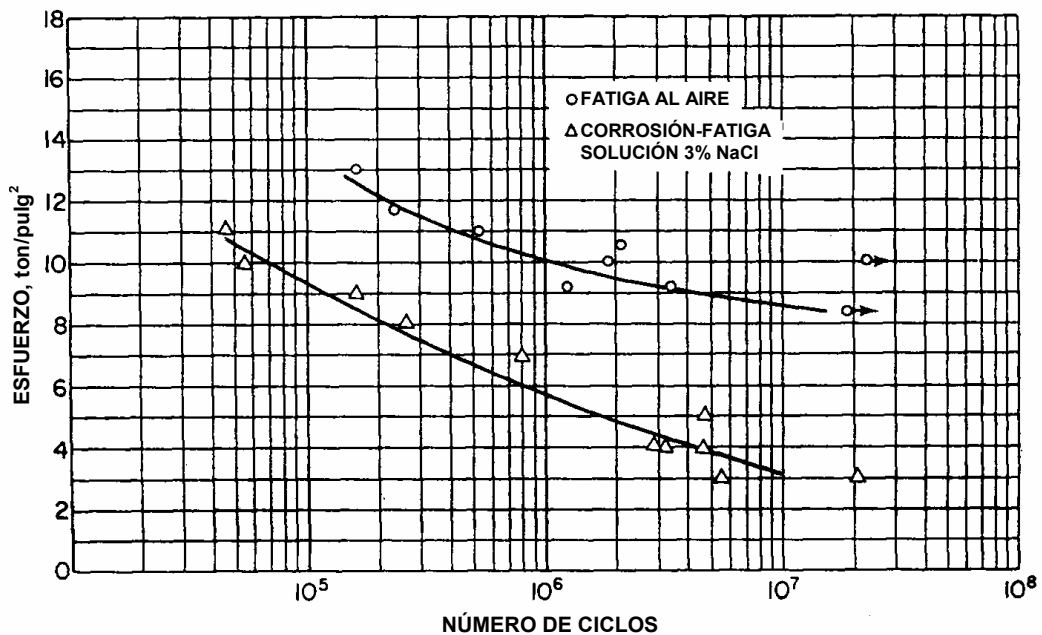


Figura 3. Curvas de resistencia a la fatiga al aire y en un medio corrosivo (sol. 3% NaCl) de una aleación Al-Zn-Mg [FORSYTH 1969].

El ambiente corrosivo más comúnmente empleado para simular corrosión-fatiga en pruebas experimentales es solución de NaCl al 3%, debido a que suele ocasionar severas tasas de corrosión general y a que representa de forma aproximada la salinidad del agua de mar. Adicionalmente, otros medios tal como aire húmedo, rociadores salinos y lluvia ácida artificial (para simular contaminación industrial) son también empleados para caracterizar el crecimiento de grietas por corrosión-fatiga en aleaciones de aluminio. A este respecto, es conveniente hacer mención al trabajo de BOGAR Y CROOKER [1983], quienes ensayaron aleaciones de aluminio en agua de mar natural, agua de mar ASTM y solución al 3% de NaCl, encontrando que la composición de las soluciones estudiadas tiene poca influencia en los resultados de corrosión-fatiga. A su vez, NEWMAN *et al.* [1994] reportaron un incremento en la vida a la fatiga de la aleación de aluminio 7075-T6 al ser expuesta a acetona y sugirieron que dicho incremento podía ser ocasionado debido a que la acetona removía cualquier vapor de agua presente en la grieta, reduciendo efectivamente el ataque ambiental.

Una baja resistencia a la corrosión de la aleación de aluminio 7075-T6 afecta directamente su vida a la fatiga en presencia de cualquier medio corrosivo. De hecho, CORSETTI Y DUQUETTE [1974] observaron una reducción en la vida a la fatiga de la 7075-T6 al ser expuesta a una solución de NaCl, debido a la generación de picaduras que facilitaron la nucleación de grietas.

1.2. ALEACIONES DE ALUMINIO DE LA SERIE 7XXX (ALUMINIO-ZINC)

De acuerdo a la denominación establecida por “*The Aluminum Association*” [1954], la serie 7xxx está constituida por aleaciones de aluminio que contienen zinc como principal

elemento aleante. Una vista al sistema de aleación aluminio-zinc en la figura 4, permite apreciar que la solubilidad del zinc en aluminio es del 31.6% a 275 °C, disminuyendo hasta 5.6% a 125 °C.

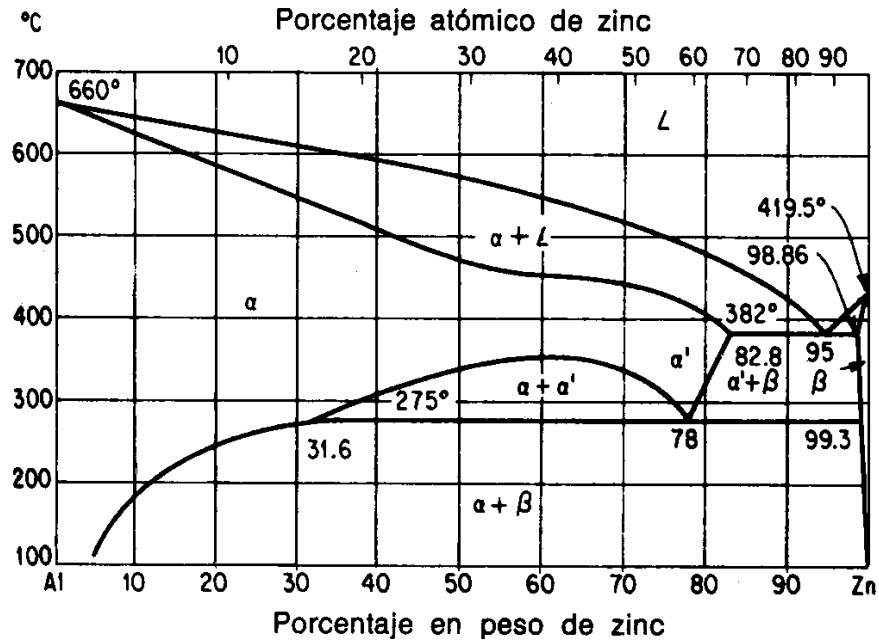


Figura 4. Diagrama de fase aluminio-zinc [AVNER 1990].

Las aleaciones de aluminio de la serie 7xxx (Al-Zn-Mg-Cu), a la cual pertenece la aleación 7075, son consideradas en una categoría especial debido a que desde hace bastante tiempo se conoce que poseen la mejor respuesta al endurecimiento por envejecimiento de todas las aleaciones de aluminio. De esta manera, los estudios pioneros de ROSENHAIN en el año 1917 permitieron desarrollar una aleación con 20% peso de Zn, 2.5% Cu, 0.5 Mg y 0.5 Mn, cuya resistencia a la tracción alcanzó un nivel de 580 MPa, cuando el Duraluminio conocido en aquel entonces sólo permitía alcanzar niveles de resistencia mecánica del orden de 420 MPa. Sin embargo, esta aleación, al igual que otras que fueron

manufacturadas en las siguientes dos décadas, demostraron ser inadecuadas para aplicaciones estructurales debido a su gran susceptibilidad al agrietamiento bajo esfuerzo. Debido a la enorme importancia de las aleaciones Al-Zn-Mg-Cu para aplicaciones aeroespaciales, este problema fue sometido a estudios rigurosos que llevaron a importantes desarrollos. La necesidad existente de aleaciones de aluminio de una alta relación entre resistencia mecánica y peso para la industria aeronáutica, llevó eventualmente a la introducción de varias aleaciones de este sistema de las cuales la 7075 es quizás la mejor conocida. Otras aleaciones, de mayor resistencia mecánica, tal como la 7178-T6, la cual alcanza los 600 MPa, fueron desarrolladas para su aplicación en piezas sometidas a esfuerzo, e igualmente la aleación 7079-T6 se desarrolló para la forja de piezas de gran tamaño, para lo cual, su baja sensibilidad al temple constituía una ventaja. Sin embargo, los problemas de corrosión bajo tensiones, particularmente en la aleación 7079-T6, así como deficiencias en otras propiedades estimuló la necesidad de otras mejoras. De hecho, algunos fabricantes de aviones revirtieron esta tendencia y regresaron al uso de aleaciones de menor resistencia mecánica basadas en el sistema Al-Cu-Mg, aún cuando se incrementase el peso de la estructura.

Dos de las prácticas más comunes que se emplearon hasta los años 60 fueron el temple en agua fría de los componentes una vez que eran sometidos a tratamiento de solución, así como darle un sólo tratamiento de envejecimiento al material a temperaturas del orden de 120-135 °C, intervalo en el cual se observaba una elevada respuesta al endurecimiento debido a la precipitación de zonas *GP* (GUINIER-PRESTON) principalmente esféricas. En cuanto a la primera, el principal problema es que esta acarrea la introducción de altos niveles de esfuerzos residuales que contribuían al agrietamiento debido a corrosión bajo

tensiones. Debido a este problema, en algunos países se optó por utilizar aleaciones libres de cromo para la fabricación de componentes forjados que no pudiesen ser sometidos a tratamientos de alivio de tensiones. Tales aleaciones podían acomodar un temple menos severo sin que se afectase su respuesta al envejecimiento. Con la segunda práctica mencionada, al encontrar que el envejecimiento a temperaturas superiores a los 160-170 °C, a la cual se forma la fase semicoherente η' (MgZn_2), incrementa significativamente la resistencia a la corrosión bajo tensiones a expensas de una reducción en las propiedades a tracción, se desarrolló un tratamiento térmico “duplex” designado como T73, con el cual se puede obtener una dispersión muy fina de precipitados η' , mediante la nucleación a partir de zonas *GP* preexistentes.

Investigaciones realizadas sobre la aleación 7075-T73 demuestran que sus propiedades a tracción son alrededor de 15% inferiores a aquellas con temple T6, aunque dicha disminución se compensa por un incremento en la resistencia al agrietamiento debido a la corrosión bajo tensiones. Sin embargo, el uso de temples tales como el T73 ha requerido el rediseño de algunos componentes, lo cual ha traído como consecuencia el incremento de peso en algunas estructuras. Esto ha conllevado a la realización de numerosos trabajos de investigación a fin de desarrollar aleaciones que combinen una alta resistencia al agrietamiento por corrosión bajo tensiones y máximas propiedades de tracción, lo cual en parte se ha logrado mediante la adición de 0.25-0.40% Ag a las aleaciones del sistema Al-Zn-Cu-Mg, ya que este elemento modifica el proceso de precipitación de tales aleaciones y permite alcanzar una excelente respuesta al endurecimiento por envejecimiento, mediante un sólo tratamiento térmico a temperaturas de 160-170 °C, tal como ocurre en la aleación

7009. Más recientemente, se ha desarrollado la aleación 7050 en la cual el nivel de Cu presente ha sido elevado a fin de aumentar el endurecimiento asociado con la segunda etapa del tratamiento T73, y aunque dicha aleación presenta algunas dificultades para su colada, ha sido introducida en la manufactura de miembros estructurales para aeronáutica.

Un método de mejoramiento de las aleaciones de la serie 7xxx ha sido la reducción en los niveles de impurezas tales como Fe y Si, por ejemplo, en las aleaciones 7075, lo cual ha reducido apreciablemente el tamaño de las partículas intermetálicas que facilitan la propagación de las grietas. La aleación refinada es designada como 7475 y este cambio también ha mejorado la tenacidad de fractura, aunque con una penalización en costos de un 10%. Otra modificación importante ha sido adición de 0.08-0.25% de Zr como un inhibidor de la recristalización en lugar del cromo o manganeso, o en combinación con cantidades más pequeñas de estos elementos, a fin de reducir la sensibilidad al temple, de tal manera que se puedan utilizar tasas de enfriamiento más lentas.

El progreso que se ha alcanzado para combatir el agrietamiento debido a la corrosión bajo tensiones en este sistema, ha sido logrado fundamentalmente mediante el desarrollo de nuevas aleaciones y cambios en los tratamientos térmicos. Los tratamientos de envejecimiento “duplex” también han contribuido al incremento en la resistencia de las aleaciones de la serie 7xxx a la corrosión por exfoliación, que tiene lugar después del temple T76, e igualmente se considera que la aplicación de tratamientos termomecánicos para el procesamiento de estos materiales permitiría alcanzar un 20% más en resistencia mecánica, sin pérdidas en tenacidad.

1.3. ALEACIÓN DE ALUMINIO 7075-T6

La aleación de aluminio 7075 tiene la siguiente composición química aproximada:

Tabla 2. Composición química de la aleación de aluminio 7075.

Elemento	Zn	Mg	Cu	Cr	Si	Fe	Mn	Ti	Otros (c/u)	Otros (total)	Al
% en peso Mínimo	5.10	2.10	1.20	0.18	-	-	-	-	-	-	Bal.
% en peso Máximo	6.10	2.90	2.00	0.28	0.40	0.50	0.30	0.20	0.05	0.15	Bal.

Algunos de los elementos aleantes secundarios que aparecen en la tabla 2, como Mn, Cr y Zn, son incluidos en la aleación para formar fases intermetálicas finamente dispersadas. Estos actúan como fuertes inhibidores de la recristalización que causan la retención de la estructura cristalina fibrosa durante el procesamiento de la aleación [DIETRICH 1998].

La figura 5 muestra la estructura de una lámina de aleación 7075-O (recocida), atacada en ácido nítrico al 25%; consta de partículas finas y gruesas (A) de $MgZn_2$ (negras) y algunas pocas partículas insolubles (B) de $FeAl_3$ (delineadas) en una matriz de solución sólida α (rica en aluminio).

Mediante un tratamiento térmico designado como T6, la aleación 7075 es calentada a 465 °C por una (1) hora, templada en agua y envejecida a 120 °C por veinticuatro (24) horas. Este tratamiento en solución y envejecido artificial le confieren propiedades mecánicas inalcanzables en el resto de las series de aluminio, comparables a las exhibidas por aceros de medio carbono.

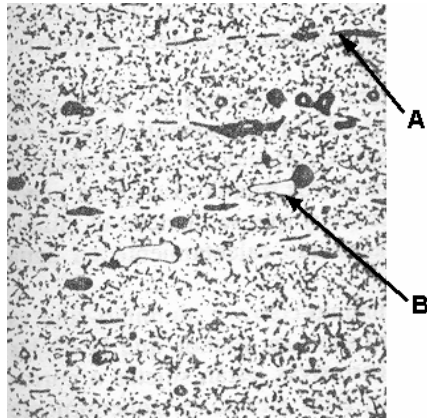


Figura 5. Estructura de una lámina de aleación de aluminio 7075-O a 500X [AVNER 1990].

El desarrollo de las propiedades mencionadas es altamente dependiente del tipo, distribución y tamaño de los precipitados presentes [LEE *et al.*, 1999]. La cinética del proceso de envejecimiento de la 7075 ha sido ampliamente estudiada mediante varios métodos experimentales y analíticos.

Por su considerable resistencia a la tracción y su reducido peso, la aleación 7075-T6 es de gran aplicación en las industrias aeronáutica y aeroespacial, específicamente, en componentes estructurales. Tal aplicación y su extensión a otras áreas de la industria suele estar limitada por la baja resistencia a la fatiga que, al igual que al resto de serie 7xxx, la caracteriza [NIU 1991] y por la susceptibilidad que tiene a la corrosión.

Desde su introducción en 1943, la aleación 7075-T6 ha sido ampliamente utilizada en estructuras aeronáuticas, en diferentes presentaciones (barras, láminas, tubos, etc.). La primera aeronave diseñada con aleación 7075-T6 fue el patrullero Lockheed P2V “Neptune”, de la Armada Estadounidense (ver figura 6). A partir de entonces, una gran

cantidad de aplicaciones fueron desarrolladas en cada segmento de las industrias aérea, misilística y espacial.



Figura 6. Primer avión patrullero P2V construido (el XP2V-1) volando sobre California en Mayo de 1945.

La aleación 7075-T6 es empleada para sujetadores de alta resistencia al corte, empleados en la sujeción de láminas en estructuras aeronáuticas, y en éstas mismas láminas para recubrir la parte superior de las alas (ver figura 7).

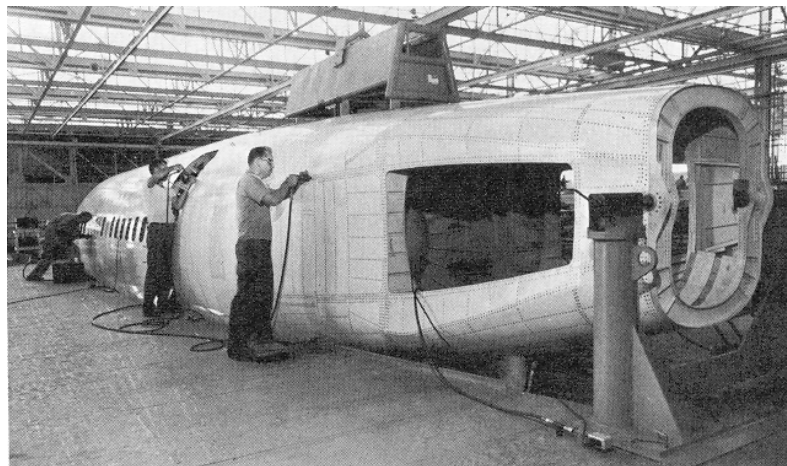


Figura 7. Sección posterior del fuselaje de un avión Convair. La piel es de Alclad 7075-T6 y la estructura interna principalmente de 7075-T6 [VAN HORN 1968].

Las vigas que sujetan las alas al resto del fuselaje o cuerpo de un avión, denominadas vigas centrales de las alas, son usualmente construidas de 7075-T6. También miembros estructurales que dan forma y rigidez a las alas y el fuselaje, tales como largueros, larguerillos, cuaderñas, mamparos de presión, costillas y otros (figura 8).

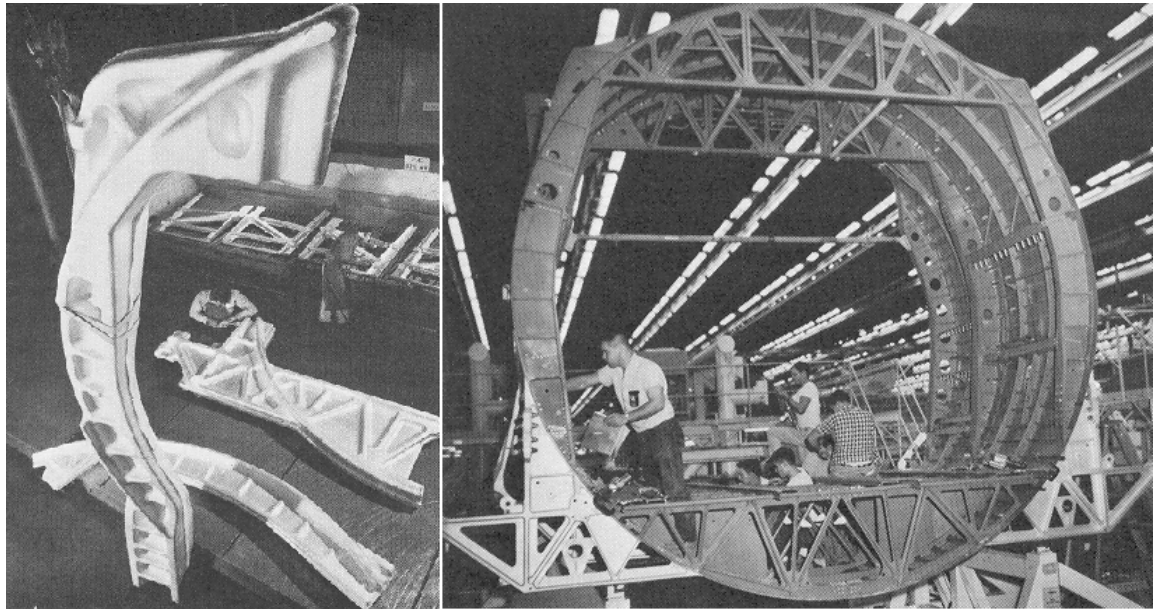


Figura 8. Miembros estructurales de gran tamaño fabricados de 7075-T6 para un avión Lockheed de transporte militar [VAN HORN 1968].

Partes no presurizadas de muchos misiles balísticos y de cohetes espaciales impulsados por combustibles líquidos y oxidantes emplean grandes cantidades de 7075-T6. Como ejemplo, en la figura 9 se puede apreciar un corte esquemático de la primera etapa (*S-IC*) del cohete espacial *Saturno V*, empleado para el transporte de las conocidas naves Apolo (primeras en llegar a la Luna), en el cual se indican con color azul las secciones donde se empleó la aleación de aluminio 7075-T6 para su construcción. En la misma figura aparece una vista del módulo *S-IC* y un pequeño esquema del *Saturno V*.

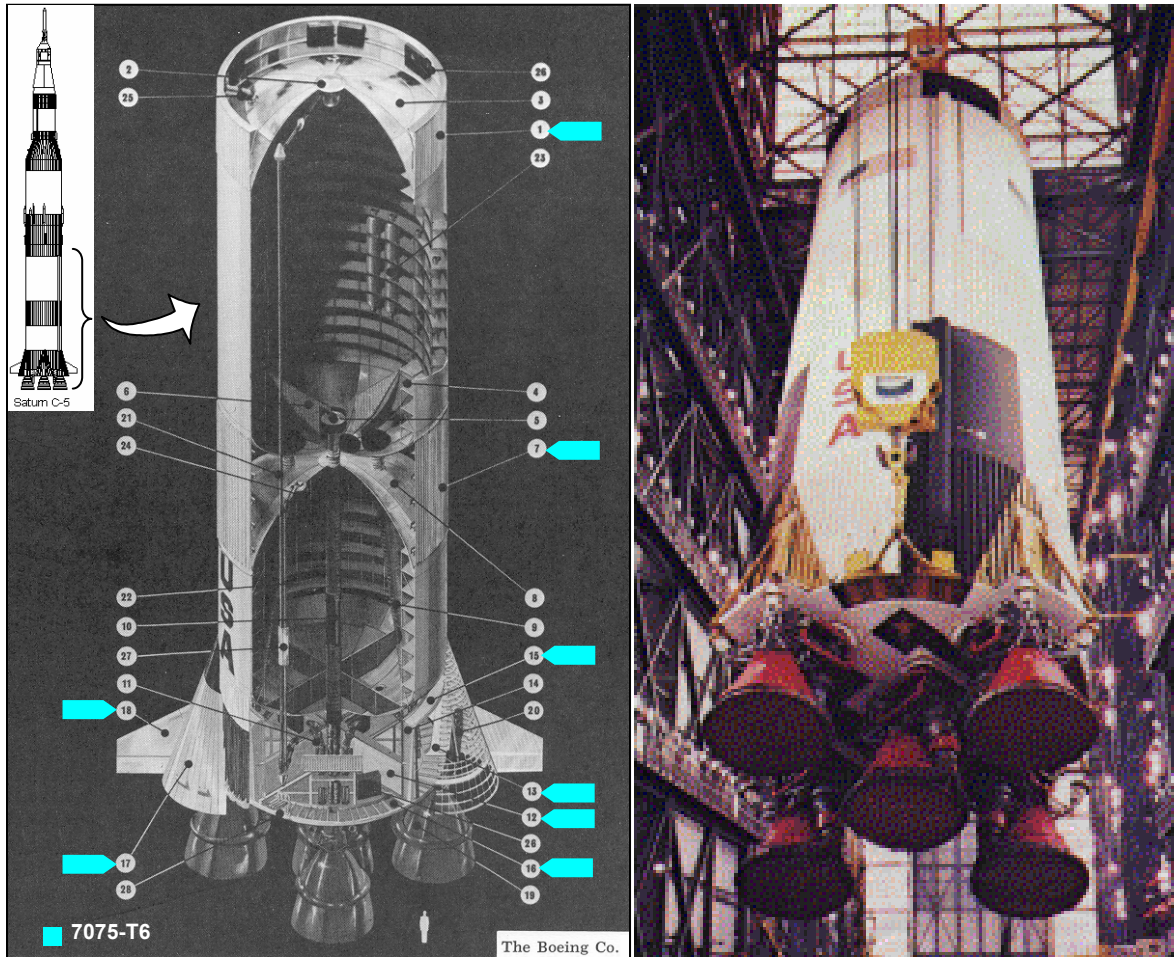


Figura 9. Corte esquemático del módulo S-IC (izquierda), perteneciente al cohete espacial Saturno V (esquina superior izquierda), indicando en azul las secciones donde se empleó 7075-T6 para su construcción, y una vista del mismo (derecha) [VAN HORN 1968].

Las hélices de gran tamaño para motores de aeronaves son construidas con la 7075-T6. Así mismo, los esquís de los trenes de aterrizaje de algunos helicópteros son construidos de tubos de 7075-T6. Un ejemplo de esta aplicación se puede apreciar en el Helicóptero *MD900 “Explorer”* que aparece en la figura 9.

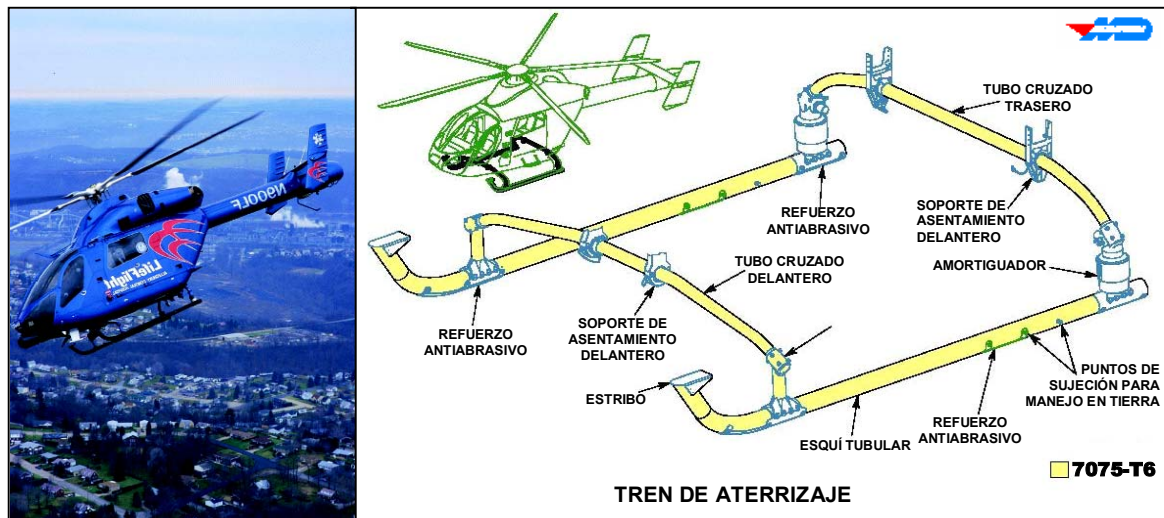


Figura 10. Helicóptero MD900 “Explorer” (izquierda) y detalle de su tren de aterrizaje indicando en amarillo las partes fabricadas de 7075-T6 (derecha) [MD HELICOPTERS, INC.].

1.4. TRATAMIENTOS SUPERFICIALES Y RECUBRIMIENTOS

Los tratamientos superficiales encierran la aplicación de tecnología, para obtener materiales compuestos con propiedades inalcanzables en sus constituyentes de manera independiente. Estos consisten fundamentalmente en la aplicación de recubrimientos sobre diversos materiales con el objeto de producir cambios en la superficie de los mismos.

Hace un tiempo atrás se empleaban industrialmente un gran número de técnicas clásicas de recubrimiento, tales como el cromado, anodizado, niquelado, etc., muchas de las cuales aún siguen siendo ampliamente usadas; apenas unas pocas están dejando de usarse, debido principalmente al daño que ocasionan al medio ambiente, como es el caso bien conocido del cromo duro. Los progresos en ciencia de materiales y en las tecnologías de vacío han permitido en las últimas décadas el desarrollo de procesos avanzados de recubrimiento cuyas características comunes son: a) capas finas o muy finas de espesor perfectamente

controlado, b) amplia gama de composición de los recubrimientos, desde metales y aleaciones hasta cerámicas, c) optimización de propiedades específicas (adherencia, dureza, inercia química, parámetros ópticos, eléctricos o magnéticos, resistencia a la tracción, a la corrosión o a la fatiga). En consecuencia, estas tecnologías de recubrimiento se han hecho indispensables en la mayoría de los sectores industriales, teniendo aplicación en componentes electrónicos, superconductores, industria aeronáutica, herramientas de corte, moldes de inyección de plástico, catalizadores, implantes e instrumental médico.

La *Deposición* es una de las técnicas de recubrimiento más empleadas. Esta consiste en la colocación de una capa metálica o no metálica sobre un sustrato. Existen numerosas técnicas de deposición englobadas fundamentalmente en dos grandes grupos:

- ❑ Deposición Física en Estado de Vapor (PVD: *Physical Vapour Deposition*)
- ❑ Deposición Química en Estado de Vapor (CVD: *Chemical Vapour Deposition*)

Los procesos de PVD implican la evaporación o ionización, dentro de una cámara de vacío, del recubrimiento desde su estado sólido; mientras que en los recubrimientos CVD ocurre la descomposición de una mezcla de gases que interactúa con la superficie del sustrato a una temperatura relativamente alta.

1.4.1. DEPOSICIÓN FÍSICA EN ESTADO DE VAPOR (PVD)

La deposición física en estado de vapor (PVD) se basa en el empleo de medios físicos para obtener el material usado como recubrimiento en estado gaseoso, o de vapor. De esta forma, los recubrimientos se realizan en cámaras de alto vacío (10^{-6} mbar), requieren

temperaturas de proceso medias (400 °C) o bajas (<100 °C) y se obtienen capas finas (10µm) o muy finas (<1µm), de composición muy controlable.

Según la naturaleza del recubrimiento se requiere la evaporación simultánea de más de un elemento y, en muchas ocasiones, se habla de *procesos reactivos* al hacer referencia a la obtención de recubrimientos cerámicos mediante la evaporación de un metal en la presencia de un gas residual reactivo (N₂, O₂, etc.).

En general, los distintos procesos de PVD son extraordinariamente sensibles al grado de limpieza de las superficies y a los distintos parámetros del proceso, tales como temperatura, presiones parciales del gas residual, grado de ionización del material evaporado y otros.

Comparados con los procesos galvánicos de recubrimiento clásicos, los procesos PVD representan una tecnología “ambientalmente limpia”, o poco contaminante, en lo referente a la producción industrial en masa [NAVINŠEK *et al.*, 1999].

Los recubrimientos por PVD más extendidos a nivel industrial son los de Nitruro de Titanio (TiN), el familiar recubrimiento dorado empleado en herramientas (figura 11), placas de corte, moldes de inyección, etc. Estos usualmente tienen espesores de 1-2 µm. El TiN supone gran parte del mercado actual de recubrimientos duros, siendo seguido por otros recubrimientos basados en el Titanio como el TiC o el TiCN. Hay sin embargo muchos otros recubrimientos duros comerciales, como el Nitruro de Cromo (CrN), ideal para problemas de desgaste-corrosión y que admite espesores de hasta 20 µm, el Carburo de Tungsteno (WC) o la Alúmina (Al₂O₃). Las durezas obtenidas oscilan en el intervalo entre

1800-3300 HV. Algunos desarrollos recientes se han centrado en la obtención de procesos más eficaces, a temperaturas más bajas y con mejor adherencia al sustrato. Por otro lado se trabaja en el desarrollo de recubrimientos multicapas y de capas de composición variable con la profundidad.

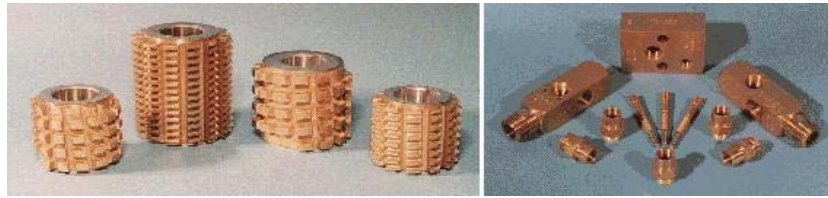


Figura 11. Herramientas y componentes recubiertos con TiN.

Las técnicas de PVD más empleadas se pueden agrupar en dos grandes grupos:

- ❑ Evaporación.
- ❑ Bombardeo Iónico o “*Sputtering*”.

Las primeras se caracterizan por la evaporación del material de partida, normalmente un metal, mediante un calentamiento muy intenso producido por resistencias eléctricas, corrientes inducidas, láseres o, con mayor frecuencia, por el bombardeo de un haz de electrones. El segundo grupo de técnicas lo constituyen los procesos de bombardeo iónico (*sputtering*), en los cuales los átomos que constituyen el recubrimiento se obtienen bombardeando unos blancos (metálicos o cerámicos) con iones de un gas inerte, típicamente Argón, a baja energía (0.5-1 keV). Estos átomos expulsados viajan hasta las superficies próximas depositándose en ellas en proporciones similares a las del blanco de partida.

Los procesos de bombardeo iónico tienen el inconveniente de ser más lentos (tasas más bajas de deposición) que los de evaporación y de requerir presiones relativamente altas para sostener el bombardeo, pero tienen la ventaja de ser más limpios, más versátiles, más controlables y de no necesitar altas temperaturas.

1.4.2. BOMBARDEO IÓNICO O “SPUTTERING”

El principio de esta técnica de PVD es el más antiguo, se remonta al año de 1842, cuando W. R. GROVE descubrió que la superficie de un sólido podía ser desgastada mediante la incidencia de un flujo de iones positivos acelerados. Posteriormente, hacia 1852 se observó el “sputtering” en un tubo catódico de descarga incandescente.

En la década de los 50's se descubrió el *RF Sputtering*, basado en el uso de frecuencias de radio para lograr descargas incandescentes, el cual contribuyó al desarrollo de componentes electrónicos y microcircuitos. Por su parte, en 1974, CHAPIN descubrió el *Magnetron Plano* y fue a partir de este momento que empezó un gran desarrollo de la técnica de bombardeo iónico o “sputtering”.

El bombardeo iónico tiene lugar en una cámara de vacío. Dentro de la cámara se coloca un bloque del material a ser depositado (recubrimiento), denominado *blanco* o “*target*”, que se desempeña como cátodo. Este se encuentra a un potencial de -2 a -5 kV con respecto a un ánodo cargado positivamente, al cual se fija el sustrato. Una vez hecho el vacío, se introduce en la cámara un gas inerte (usualmente argón). El gas inerte es ionizado y los iones son acelerados hacia el cátodo. Al ganar suficiente energía los iones impactan el blanco, produciéndose una transferencia de cantidad de movimiento que libera átomos del

mismo, los cuales se dirigen hacia el sustrato. El material proveniente del blanco se adhiere al sustrato y lo recubre. La figura 12 muestra un arreglo básico del proceso.

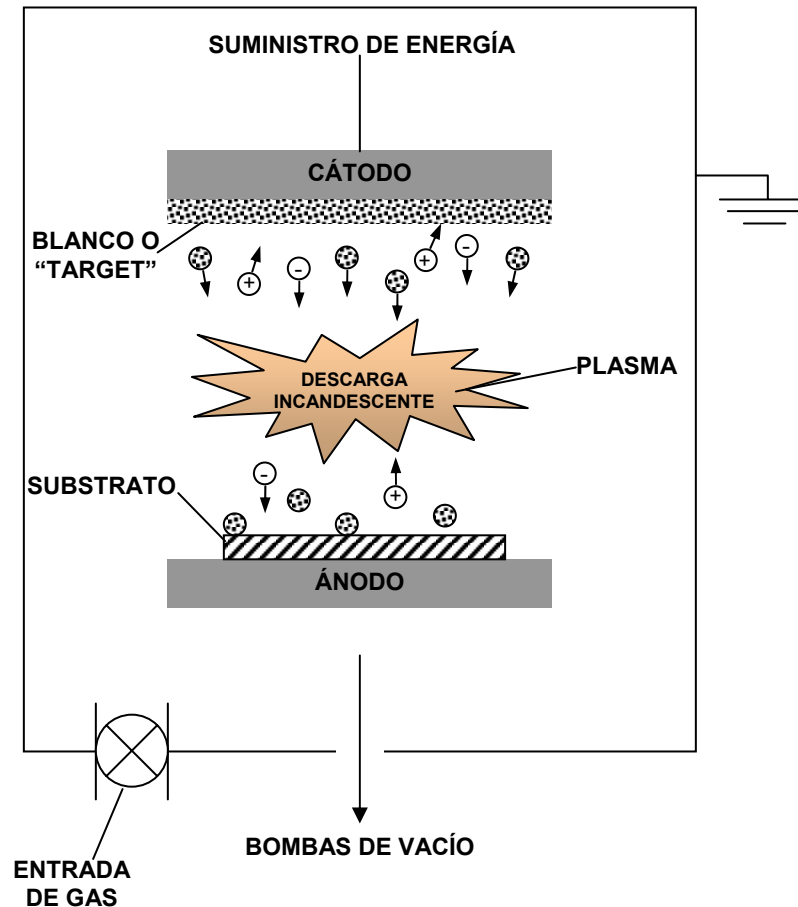


Figura 12. Arreglo básico de bombardeo iónico.

La deposición por bombardeo iónico tiene una serie de ventajas, entre las cuales se tiene que: a) permite la deposición de gran variedad de materiales, b) los recubrimientos obtenidos alcanzan valores de dureza entre 2200 y 3100 HV, c) el espesor de los recubrimientos suele ser uniforme, d) permite cubrir áreas de difícil acceso, e) los recubrimientos son delgados (1-10 μm), f) implica poco calentamiento del sustrato, d) los

recubrimientos depositados exhiben buena adhesión, especialmente con capas intermedias de metal puro, y e) es poco contaminante.

Fundamentalmente las técnicas de bombardeo iónico, o “sputtering”, pueden ser: *reactivas* o *no reactivas*. Contrario al bombardeo iónico *reactivo*, el proceso *no reactivo* se lleva a cabo usando un plasma de gas inerte, usualmente argón, el cual no participa de manera directa en la formación de compuestos sobre el substrato o sobre el blanco (*target*). La deposición por “sputtering” reactivo puede hacerse empleando distintas técnicas, entre las cuales se tienen:

- ❑ “*Diode Sputtering*” – Es la técnica más antigua, en la cual se forma un plasma diodo cuando se aplica un gran potencial entre el par ánodo/cátodo, en presencia de una concentración suficiente de gas. Puede ser usada con una amplia variedad de materiales como blanco. Su simplicidad la hace muy ventajosa; mientras que las bajas tasas de deposición y el calentamiento del substrato, la limitan.

- ❑ “*RF Sputtering*” – Emplea una fuente de poder oscilante para generar el plasma. Implica frecuencias AC superiores a 50 kHz. Permite hacer deposición sobre materiales aislantes y requiere de presiones de operación reducidas.

- ❑ “*Triode Sputtering*” – En adición al par ánodo/cátodo, utiliza un tercer electrodo para mejorar la ionización. Permite obtener tasas de deposición más altas.

- “*Magnetron Sputtering*” – Emplea campos magnéticos para confinar el plasma a una región cercana a la superficie del blanco. A partir de esto se obtienen altas tasas de deposición, poco calentamiento del sustrato, presiones de trabajo reducidas.

De todas estas técnicas, la que ha tenido mayor desarrollo es el *bombardeo iónico por magnetrón* o “*magnetron sputtering*” [MUSIL 1998, ARNELL Y KELLY 1999], al punto de ser ampliamente utilizada en la actualidad. Esto se debe a que ha permitido superar las principales limitaciones que tienen los procesos básicos de bombardeo iónico, tales como bajas tasas de deposición, calentamiento excesivo del sustrato y reducida ionización en el plasma.

1.4.3. BOMBARDEO IÓNICO POR MAGNETRÓN

Como es bien sabido, todo plasma está constituido por partículas cargadas. Tales partículas no suelen ser perturbadas por campos eléctricos, pero si pueden experimentar alguna desviación al desplazarse cerca de un campo magnético. Específicamente, cuando una partícula cargada se desplaza en dirección perpendicular a un campo magnético, experimenta un movimiento circular que describe una trayectoria en forma de orbita. De existir una componente de velocidad de la partícula que sea paralela al campo magnético, la combinación hace que la trayectoria pase a ser helicoidal; esto es, en forma de espiral. Esta trayectoria en forma de espiral puede ser aprovechada para confinar el plasma a una zona reducida de interés. Precisamente en ese principio se basa el bombardeo iónico por magnetrón.

Un magnetrón es una disposición ortogonal de un campo eléctrico y de uno o más campos

magnéticos, que permite confinar el plasma a una región cercana a la superficie del blanco, el cual se desempeña como cátodo. Esto se puede ejemplificar mediante un magnetrón plano como el que se presenta en la figura 13. Obviamente el campo eléctrico está formado por el blanco (cátodo) y por el material a recubrir o sustrato (ánodo). En cuanto al campo magnético, éste se forma mediante un arreglo conveniente de magnetos de diferente polaridad que se colocan detrás del blanco (ver figura 13). Tal arreglo hace que los electrones liberados de la superficie del blanco debido al bombardeo iónico, se muevan en forma de espiral, manteniéndose dentro de una especie de trampa magnética donde su energía es aprovechada para producir mayor ionización. Este aumento en la ionización hace que el magnetrón opere de manera continua y que se incrementen las tasas de deposición. A fin de evitar un sobrecalentamiento del blanco, el magnetrón incorpora canales de agua para refrigeración durante el proceso.

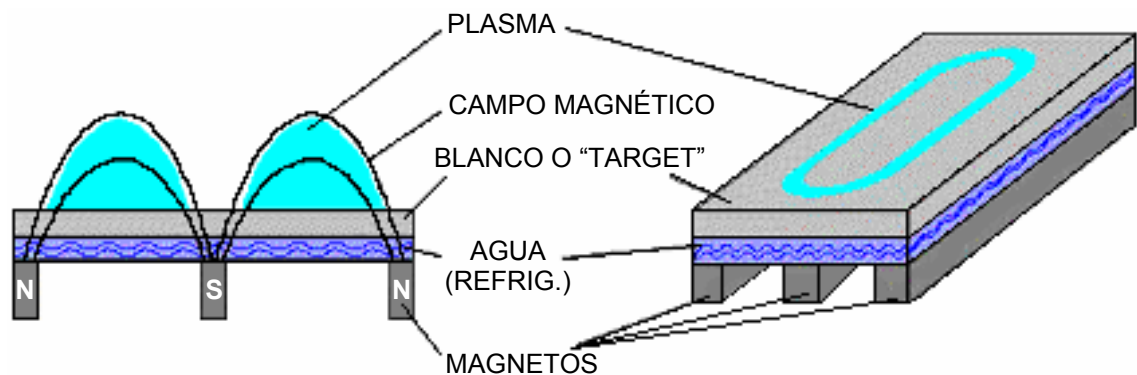


Figura 13. Esquema básico de un Magnetron Plano.

El bombardeo iónico por magnetrón ha sido ampliamente estudiado en los últimos años. Así pues, con la intención de optimizar este proceso WINDOW y SAVVIDES [1986] se dedicaron a investigar el efecto de las variaciones de configuración magnética en un

magnetron convencional, logrando introducir el concepto del *magnetron desbalanceado*. Este proceso consiste en el fortalecimiento de uno de los polos para ampliar las líneas de campo magnético, evitando que el plasma quede confinado a la superficie del blanco al permitir que el mismo llegue al sustrato. Esto último trae como resultado un incremento del bombardeo iónico en el sustrato y, consecuentemente, un mejor recubrimiento.

La explotación de la tecnología del *magnetron desbalanceado* ha llevado a la aparición de sistemas de tipo *multimagnetron*, en los cuales se genera el plasma entre dos o más magnetrones. Una variación interesante de estos sistemas es el *magnetron desbalanceado de campo cerrado*. En esta configuración se tienen dos o más magnetrones, usualmente opuestos uno a uno, y un soporte giratorio para el sustrato ubicado entre los mismos. Este arreglo hace que se produzca un plasma denso alrededor del sustrato, permitiendo recubrir áreas de difícil acceso. En la figura 14 se aprecia la comparación entre un magnetron convencional, un magnetron desbalanceado y un magnetron desbalanceado de campo cerrado.

1.5. INFLUENCIA DE LA SUPERFICIE EN EL COMPORTAMIENTO A LA FATIGA

El comportamiento a la fatiga es muy sensible a las condiciones superficiales. Esto se debe a que la mayoría de las grietas por fatiga, con la excepción de casos especiales donde se encuentran involucrados defectos internos o endurecimiento, se propagan a partir de una superficie libre. Normalmente, para diversos estados de carga los esfuerzos son mucho mayores en la superficie. Este factor y cualquier otro que altere las propiedades superficiales del material, evidentemente tendrá influencia sobre su vida a la fatiga. Los

factores superficiales que afectan la resistencia a la fatiga se pueden clasificar en tres (3) categorías: 1) rugosidad de la superficie o concentradores de esfuerzo en la misma, 2) cambios en las propiedades de la superficie o tratamientos superficiales y 3) variaciones del estado de esfuerzos residuales en la superficie.

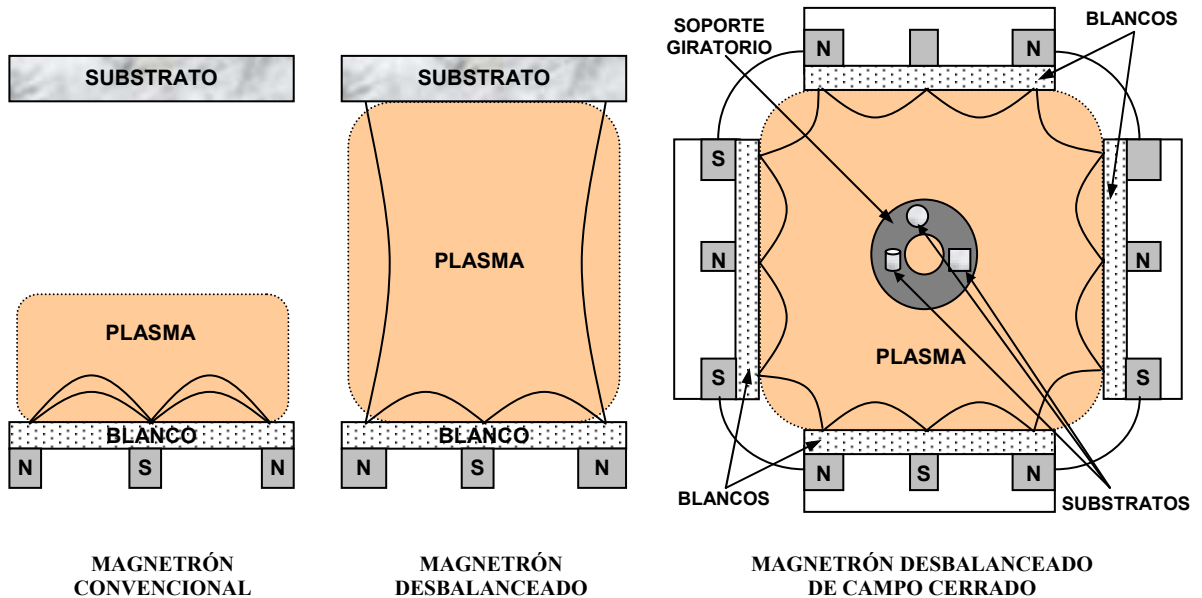


Figura 14. Configuración magnética y confinamiento de plasma en sistemas de magnetron convencional, magnetron desbalanceado y magnetron desbalanceado de campo cerrado.

1.5.1. EFECTO DE LA RUGOSIDAD SUPERFICIAL

El acabado superficial puede afectar apreciablemente el comportamiento a la fatiga de un material. Por lo general, la vida a la fatiga se incrementa a medida que decrece la magnitud de la rugosidad superficial, es decir, a medida que mejora la calidad de pulido de la superficie. Esto debido a que la reducción de la rugosidad superficial, o pulido, minimiza los concentradores de esfuerzo locales, que actúan como sitios preferenciales para la nucleación de grietas. Cuando la dirección del pulido es paralela a la dirección del esfuerzo

aplicado, el incremento de la vida a la fatiga es mayor que cuando es perpendicular al mismo.

Una forma de determinar la influencia del acabado superficial sobre la vida a fatiga es empleando gráficas, que permiten relacionar la resistencia máxima con el tipo de acabado superficial y establecer el valor de dicho acabado, que al ser multiplicado por la vida a fatiga de un elemento pulido, proporciona un valor aproximado de la vida de éste con una determinada resistencia máxima y un determinado acabado superficial [DIETER 1986].

1.5.2. EFECTO DE LOS TRATAMIENTOS SUPERFICIALES

Por ser la fatiga dependiente de la condición superficial, cualquier fenómeno que introduzca cambios en la superficie de un material alterará su resistencia a la fatiga. Algunos tratamientos superficiales tales como cementación y nitruración en los aceros y muchos tipos de recubrimientos varían las propiedades superficiales de los materiales sobre los cuales se aplican y, por ende, influyen en su vida a la fatiga.

La influencia de los tratamientos superficiales sobre la resistencia a la fatiga de los materiales se debe fundamentalmente a tres (3) factores [FORREST 1972, DIETER 1986], a saber:

- 1) Afectan la resistencia a la fatiga intrínseca del material próximo a la superficie.
- 2) Introducen o reducen esfuerzos residuales en la superficie.
- 3) Introducen o reducen discontinuidades en la superficie, que actúan como concentradores de esfuerzo.

1.5.3. EFECTO DE LOS ESFUERZOS RESIDUALES

Los esfuerzos residuales influyen sobre la resistencia a la fatiga de manera similar a los esfuerzos estáticos aplicados externamente. Esfuerzos residuales compresivos en la superficie tienden a incrementar la resistencia a la fatiga, mientras que los esfuerzos residuales a tracción tienden a disminuirla.

La introducción de esfuerzos residuales en los materiales se debe generalmente a un desajuste estructural, un cambio de volumen específico acompañando cambios de fase, un cambio de forma a causa de una deformación plástica, un tratamiento térmico o un tratamiento superficial.

En materiales sometidos a torsión, los esfuerzos residuales tienen un efecto más pequeño ya que este estado de esfuerzo es menos afectado por un momento estático. Sin embargo, es difícil determinar el efecto de los esfuerzos residuales sobre la resistencia a fatiga, en parte porque estos son difíciles de medir y pueden alterarse en magnitud como consecuencia de un esfuerzo posterior y en cierto modo porque cualquier método que se emplee para producir los esfuerzos residuales también afecta la resistencia a fatiga intrínseca del material [FORREST 1972].

1.6. INFLUENCIA DE LA MICROESTRUCTURA EN EL COMPORTAMIENTO A LA FATIGA

El fenómeno de fatiga es sensible a la microestructura puesto que suele ser afectado por el tamaño de grano.

Según estudios realizados por KARL-HEINZ los mecanismos de propagación de grieta dependen del tamaño, forma y distribución de las fases, de sus propiedades, del contenido volumétrico y de las propiedades de los bordes de grano y de los contornos de fase. Cuando la propagación de la grieta ocurre por clivaje, el esfuerzo de fluencia (σ_y) y el esfuerzo de fractura por clivaje (σ_{cl}), son las propiedades del material que mejor controlan la tenacidad de fractura del material en condiciones de deformación plana. Al disminuir la diferencia entre ambos valores disminuye la tenacidad de fractura del material al requerirse pequeñas deformaciones plásticas y pocas cargas aplicadas para aumentar el esfuerzo local cerca del extremo de la grieta, desde el esfuerzo de fluencia hasta el esfuerzo de fractura por clivaje. En este contexto el tamaño de grano es un elemento microestructural importante ya que la diferencia entre σ_y y σ_{cl} disminuye con el incremento del tamaño de grano y un refinamiento del grano resulta en un incremento de la tenacidad de fractura. Por ello para materiales de grano fino se observa un aumento de la resistencia a la fatiga con respecto a los de grano grueso.

1.7. INFLUENCIA DE ALGUNOS RECUBRIMIENTOS EN EL COMPORTAMIENTO A LA FATIGA DE ALEACIONES DE ALUMINIO

Por ser los recubrimientos anódicos los más empleados en la superficie de las aleaciones de aluminios, existe información acerca de la influencia de los mismos en la vida a la fatiga de tales aleaciones.

MURPHY [1971] señala que resultados de ensayos de fatiga de probetas con un delgado (2.5-5.0 μm) recubrimiento anódico (anodizado) obtenido en ácido sulfúrico, no tienen un

efecto significativo sobre la resistencia a la fatiga de una aleación de aluminio 7075-T6; mientras que recubrimientos de mayor espesor (10 μm), obtenidos en ácido crómico, disminuyen la resistencia a la fatiga considerablemente. Esta última reducción llega aproximadamente hasta un 35% para 10^8 ciclos. Además indica que recubrimientos obtenidos por anodizado duro en un electrolito de ácido oxálico más ácido sulfúrico, con espesores entre 25 y 50 μm , disminuyen la resistencia a la fatiga de la 7075-T6 en mayor grado que un recubrimiento del mismo espesor obtenido mediante el proceso convencional en ácido sulfúrico.

En la figura 15 se pueden apreciar los resultados de una evaluación de la resistencia a la fatiga de muestras de 7075-O recubiertas por anodizado duro [WERNICK *et al.*1990]. Tales muestras tenían un espesor de 1.27 mm y recubrimientos de 25, 75 y 125 μm . Se muestra una disminución en la resistencia a la fatiga que es similar para los tres (3) espesores de recubrimiento. Esta disminución fue atribuida a la concentración de esfuerzos en microgrietas presentes en el recubrimiento.

WERNICK *et al.* [1990] también refieren que según trabajos desarrollados por otros autores el anodizado en ácido oxálico causa una disminución en la resistencia a la fatiga del Duraluminio, pese a que no se ha encontrado cambio luego del anodizado, con ácido sulfúrico u oxálico, de aluminio y aleaciones aluminio-cobre. Con anodizado en ácido sulfúrico se ha encontrado una reducción entre 4 y 20% en la resistencia a la fatiga a 10^8 ciclos, de aleaciones aluminio-magnesio y aluminio-cobre-magnesio; mientras que sobre Duraluminio se ha obtenido una mejoría del 20% a 50 millones de ciclos.

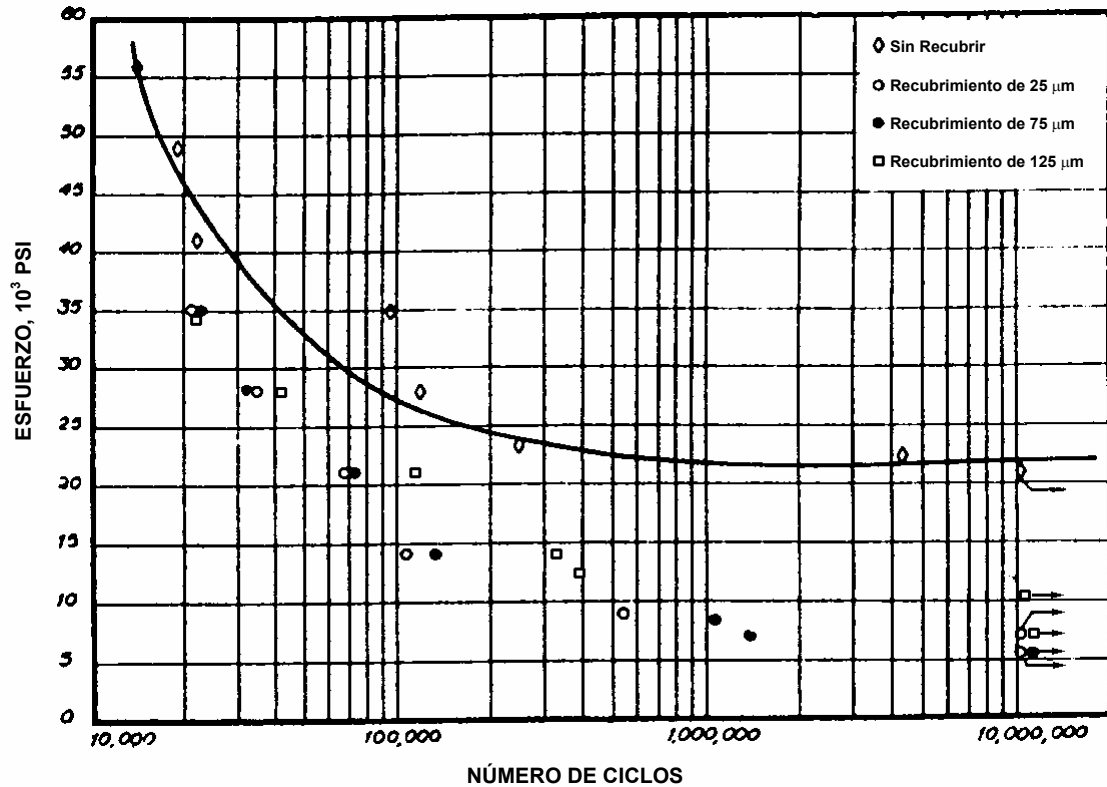


Figura 15. Efecto de un anodizado duro en la resistencia a la fatiga de la aleación de aluminio 7075-O [WERNICK *et al.* 1990].

Generalmente el “cladding” con aluminio comercialmente puro reduce la resistencia a la fatiga de las láminas de aleación de aluminio.

La electrodeposición de cromo y níquel sobre aleaciones de aluminio suele generar reducciones de la resistencia a fatiga. Tal disminución en la resistencia a la fatiga suele estar asociada a los esfuerzos residuales de tracción en las capas depositadas. Sin embargo, cambios considerables en los esfuerzos residuales, adhesión, porosidad y dureza del depósito, introducidos por el proceso, pueden tener un efecto significativo en la resistencia a la fatiga.

Recientemente PRIETO y RODRÍGUEZ [2002] desarrollaron un interesante trabajo al evaluar la influencia de un depósito “electroless” (autocatalítico) de Ni-P sobre las propiedades de fatiga y corrosión-fatiga de la aleación de aluminio 7075-T6. Para esto realizaron ensayos en condición de flexión rotativa, encontrando incrementos de hasta un 105% en la resistencia a la fatiga al aire y de hasta 71% en un medio corrosivo. El medio corrosivo empleado fue una solución acuosa al 3% de NaCl. Los incrementos en las propiedades de fatiga fueron atribuidos a una alta resistencia intrínseca del depósito y a esfuerzos residuales compresivos a través de su espesor.

1.8. INFLUENCIA DE RECUBRIMIENTOS PVD DE TiN EN EL COMPORTAMIENTO A LA FATIGA DE ALEACIONES METÁLICAS

Luego de efectuar ensayos de fatiga por flexión rotativa, SARUKI *et al.* [1989] encontraron incrementos en la resistencia a la fatiga de un acero D2, cuando éste era recubierto con TiN por PVD. Esto, pese a no experimentar cambios en su límite de fatiga. El espesor de los recubrimientos depositados fue de 2 μm . En este trabajo se reporta que la fractura se inicia en el sustrato adyacente a la intercara sustrato-recubrimiento.

SHIOZAWA y OHSHIMA [1990] realizaron ensayos de fatiga, en condiciones de flexión rotativa a una velocidad de giro de 1790 rpm, de un acero AISI 1035 recubierto con TiN, depositado por PVD, encontrando incrementos de 16-23% de la resistencia a la fatiga.

En 1992, MURAKAMI *et al.* desarrollaron experimentos de fatiga para un acero AISI 1522, específicamente mediante flexión en tres puntos a una frecuencia de 10 Hz, a fin de

investigar el efecto del espesor de un recubrimiento PVD de TiN en la resistencia a la fatiga. Encontraron que en el intervalo de 2-6 μm , la vida a la fatiga se incrementaba a medida que se incrementaba el espesor del recubrimiento.

PARAMESWARAN *et al.* [1992] llevaron cabo un estudio dentro del cual se evaluó el comportamiento a la fatiga del acero inoxidable 17-4 PH y de la aleación Ti-6Al-4V, luego de ser recubiertos con TiN mediante PVD. Este recubrimiento, de aproximadamente 10 μm de espesor, originó una leve disminución en la vida a la fatiga de la aleación Ti-6Al-4V, mientras que en el acero inoxidable 17-4 PH sucedió lo contrario, aunque de forma moderada. La técnica empleada para la deposición del recubrimiento sobre ambos sustratos fue la de implantación iónica reactiva. Durante tal deposición se obtuvo una capa intermedia de titanio de 1 μm de espesor. Los cambios encontrados en la resistencia a la fatiga fueron atribuidos a la adherencia del recubrimiento al sustrato, puesto que se encontró buena y deficiente adherencia para el acero inoxidable y la aleación Ti-6Al-4V, respectivamente.

HERR *et al.* [1993] obtuvieron hasta un 10% de incremento en la resistencia a la fatiga, luego de depositar recubrimientos PVD de TiN sobre acero SAE 52100 y fundición gris. Tales recubrimientos, obtenidos mediante bombardeo iónico por magnetrón, tenían espesores de aproximadamente 6-14 μm y para mejorar la adhesión de los mismos, se depositó una capa intermedia de titanio de 0.5 μm de espesor. Los ensayos se realizaron en flexión rotativa. El mayor incremento en la resistencia a la fatiga se presentó para el mayor espesor de recubrimiento (~14 μm). Algunas características encontradas en el

recubrimiento tales como una alta dureza, una estructura cristalina columnar, excelentes propiedades de desgaste y buena adhesión al acero, sumadas al incremento encontrado en el límite de fatiga, llevaron a concluir que los recubrimientos depositados conducían a una mejora en la vida útil de partes industriales.

Mediante ensayos en flexión rotativa a 5700 rpm WILSON *et al.* [1993] hallaron mejoras en el comportamiento a la fatiga de la aleación Ti-6Al-4V, luego de ser recubierta por PVD asistida por plasma (PAPVD) con TiN y CrN. También encontraron incrementos en el límite de fatiga luego de tales deposiciones. El TiN incrementó el límite de fatiga en un 10%, mientras que el CrN lo incrementó en un 3%.

Por su parte, KOLKMAN [1995] reportó disminución en el límite de fatiga de la aleación Ti-6Al-4V, al depositar sobre la misma recubrimientos PVD de TiN y de TiN/Ti, de distintos espesores (1-50 μm) y distintos números de capas alternadas. Estos recubrimientos fueron depositados mediante evaporación por arco. Los ensayos fueron realizados en una máquina de vibración a una frecuencia de 4905 ± 1 Hz. La menor disminución ($\sim 13.3\%$) en el límite de fatiga se obtuvo para el recubrimiento de TiN/Ti de menor espesor, específicamente de 2 μm (1 μm TiN/1 μm Ti), mientras que la mayor disminución ($\sim 19.8\%$) ocurrió para el recubrimiento de TiN con un único espesor de 50 μm . En el estudio se indicó que la fractura se inicia en el sustrato debido a que los recubrimientos depositados poseen esfuerzos residuales compresivos que mantienen al conjunto (sustrato y recubrimiento) en compresión, aún pese a la flexión impuesta por los ensayos.

Empleando un acero AISI 1045 como material base, SU *et al.* [1998] encontraron incrementos del límite de fatiga a partir de recubrimientos PVD de TiN, con espesores de 3, 5 y 7 μm . Los recubrimientos fueron producidos en un sistema de evaporación por arco, depositando una capa intermedia de titanio puro de aproximadamente 0.1 μm entre los mismos y el sustrato. Se evidenció que en la región de ciclaje inferior a $5 \cdot 10^5$, el recubrimiento de TiN disminuyó la resistencia a la fatiga, especialmente para el máximo espesor; mientras que para mayor ciclaje ($> 5 \cdot 10^5$), el recubrimiento de TiN incrementó ligeramente la resistencia a la fatiga en proporción inversa al espesor de los recubrimientos. El límite de fatiga se incrementó aproximadamente en un 10% para los recubrimientos con espesores de 5 y 7 μm y en aproximadamente un 20% para el de 3 μm . Para explicar esto último se sugirió que los esfuerzos compresivos en el recubrimiento disminuían a medida que se incrementaba su espesor. En cuanto al inicio de la fractura por fatiga, se establece que el mismo ocurre en la superficie del recubrimiento y se infiere el predominio de este último sobre el comportamiento a la fatiga del material recubierto. En base a esto, un material menos resistente tendría un límite de fatiga alto luego de la aplicación del recubrimiento en cuestión.

Con los resultados de su trabajo, SU *et al.* [1998] confirmaron un modelo propuesto por SHIOZAWA *et al.* [1994] para el comportamiento a la fatiga de componentes con recubrimientos PVD de TiN. Según el modelo, la superficie del recubrimiento actúa como un “tapón” que sella cualquier grieta que pueda iniciarse debido al esfuerzo fluctuante aplicado, de manera que la falla por fatiga de una muestra recubierta por PVD no ocurrirá hasta tanto no se deteriore la capa superficial; una vez que ésta se deteriora, se pierde la

función selladora del recubrimiento.

Para 1999, SU *et al.* evaluaron el comportamiento a la fatiga de un acero AISI 1045 recubierto con varios depósitos multicapas de TiN/Ti obtenidos mediante PVD. Así, evaluaron tres depósitos con las capas y espesores siguientes: TiN/Ti/TiN, de 2, 0.01 y 3 μm , respectivamente; TiN/Ti/TiN/Ti/TiN, de 2, 0.01, 2, 0.01 y 3 μm , respectivamente; TiN/Ti/TiN/Ti/TiN/Ti/TiN, de 2, 0.01, 2, 0.01, 2, 0.01 y 3 μm , respectivamente. Para todos los depósitos se evidenció una disminución en la resistencia a la fatiga, que se acentuaba a medida que aumenta el número de capas de TiN/Ti. Algo similar ocurrió con el límite de fatiga, el cual se incrementó en un 10% para los primeros dos (2) depósitos mencionados, mientras que para el tercero no varió.

HOTTA *et al.* [1995] extendieron la investigación desarrollada por SARUKI *et al.* [1989] al evaluar la resistencia a la fatiga, en el intervalo de 10^4 a 10^5 ciclos, de varios aceros con distintos tipos de recubrimientos, incluyendo un acero D2 recubierto con TiN por PVD. En este estudio, los experimentos se llevaron a cabo mediante flexión rotativa. Nuevamente se encontró un incremento en la resistencia a la fatiga luego de depositar el recubrimiento de TiN.

Más reciente y mucho más significativo es el estudio de BERRIOS *et al.* [2001] en el cual, mediante ensayos en flexión rotativa, se evaluó el comportamiento a la fatiga de un acero inoxidable 316L recubierto por PVD con distintas estequiometrías de TiN. Específicamente se emplearon depósitos de $\text{TiN}_{0.55}$, $\text{TiN}_{0.65}$ y $\text{TiN}_{0.75}$, obtenidos industrialmente mediante un

sistema de bombardeo iónico por magnetrón desbalanceado de campo cerrado o “*closed field unbalanced magnetron sputtering*”. Para todos los recubrimientos el espesor fue de aproximadamente 3 μm y, tanto la vida a la fatiga como el límite de la misma, incrementaron considerablemente. El incremento en la vida a la fatiga se ubicó entre 566 y 1677%, mientras que el límite de fatiga se incrementó entre 9.1 y 10.8%. Tales incrementos fueron atribuidos a las elevadas propiedades mecánicas de los recubrimientos, luego de observar que las grietas de fatiga tenían origen en la superficie del recubrimiento y se propagaban hacia el sustrato. Este planteamiento fue reforzado con un incremento en el esfuerzo de fluencia y en la resistencia a la tracción del material recubierto, y con una aparentemente buena adhesión de los recubrimientos al sustrato.

II. DESARROLLO EXPERIMENTAL

2.1. GENERAL

La experimentación se llevó a cabo de acuerdo al siguiente esquema:

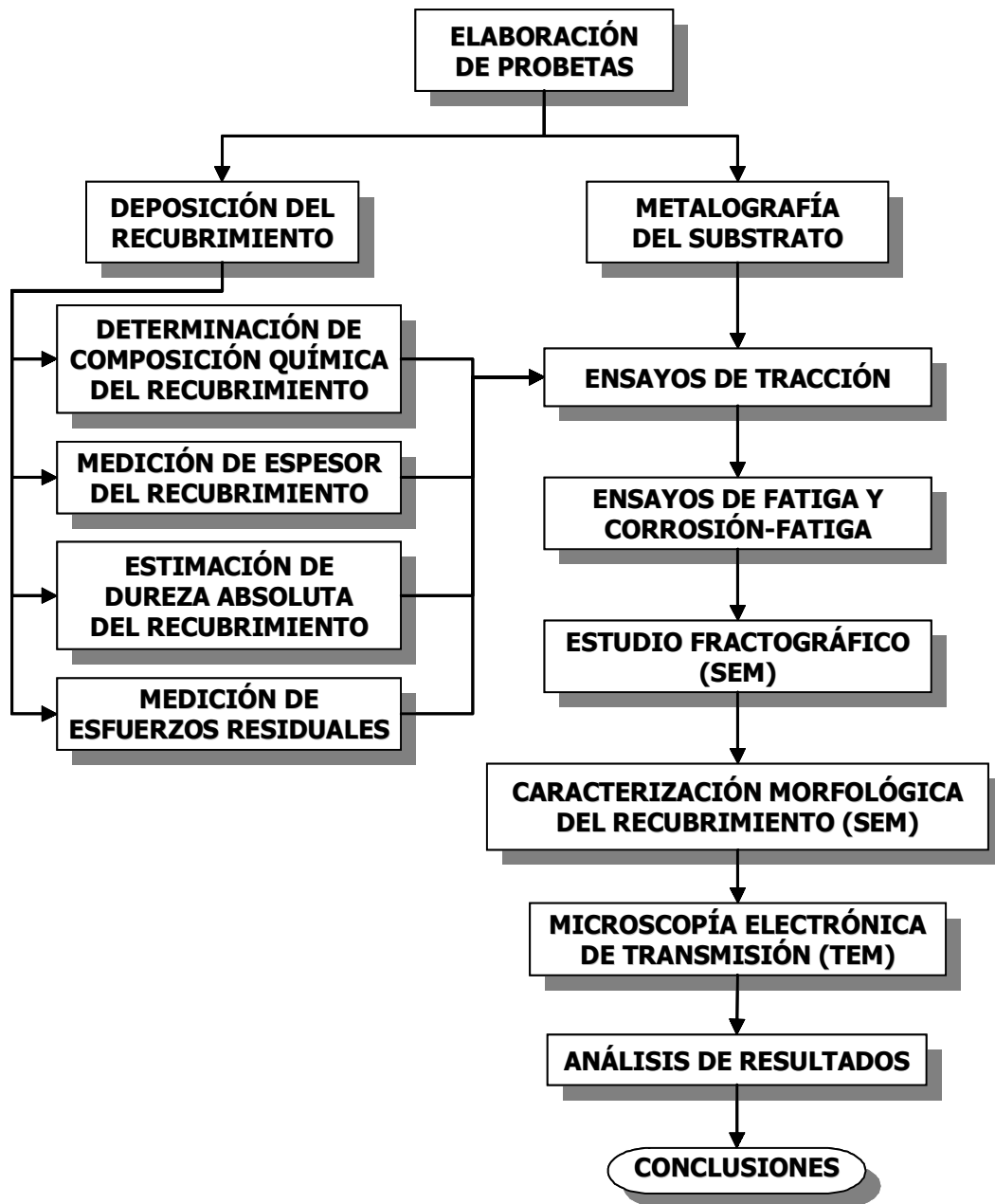


Figura 16. Flujograma del Desarrollo Experimental.

2.2. ELABORACIÓN DE PROBETAS PARA ENSAYOS DE TRACCIÓN Y PARA ENSAYOS DE FATIGA Y CORROSIÓN-FATIGA

2.2.1. ADQUISICIÓN DEL MATERIAL BASE

Debido a que el material base no es fabricado en el país, éste debió ser adquirido en el exterior. De esta manera, el material fue suministrado por la empresa *Castle Metals Ltd.*, ubicada en los Estados Unidos. Se adquirieron barras de aleación de aluminio 7075-T6 con sección transversal circular de 0.5 pulg. de diámetro y una longitud aproximada de 1.83 m, similares a las mostradas en la figura 17.

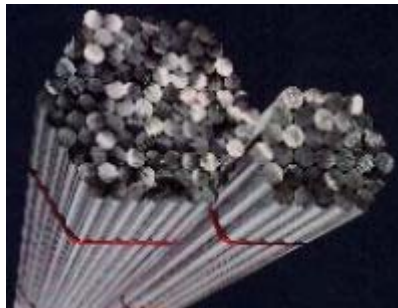


Figura 17. Barras de aleación de Aluminio.

De acuerdo a lo indicado por el proveedor, el material adquirido tuvo la composición química indicada en la tabla 2 (Capítulo I) y las propiedades mecánicas indicadas en la tabla 3.

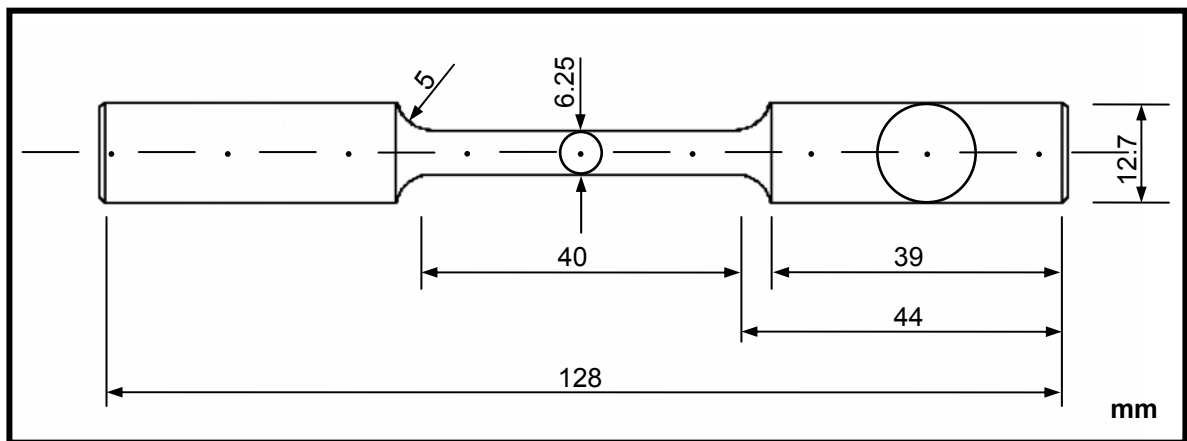
Las barras de aleación de aluminio 7075-T6 adquiridas ofrecieron una buena maquinabilidad, que facilitó tanto el corte y como el desbaste necesario para la elaboración de las probetas.

Tabla 3. Propiedades mecánicas de la aleación de aluminio 7075-T6.

σ_y (MPa)	σ_u (MPa)	Elong. (%)	BHN (500 kg, 10 mm)
503	572	11	150

2.2.2. DIMENSIONES DE LAS PROBETAS

Tomando como base las normas ASTM E8 y ASTM B557, se elaboraron probetas cilíndricas para los ensayos de tracción con las dimensiones que se ilustran en la figura 18.

**Figura 18.** Probeta cilíndrica para ensayos de tracción.

Siguiendo instrucciones del manual del fabricante de la máquina de fatiga (máquina de ensayo) y conforme a lo establecido por la norma ASTM E606, se tomaron las dimensiones mostradas en la figura 19 para la elaboración de probetas cilíndricas a ser ensayadas por fatiga y corrosión-fatiga.

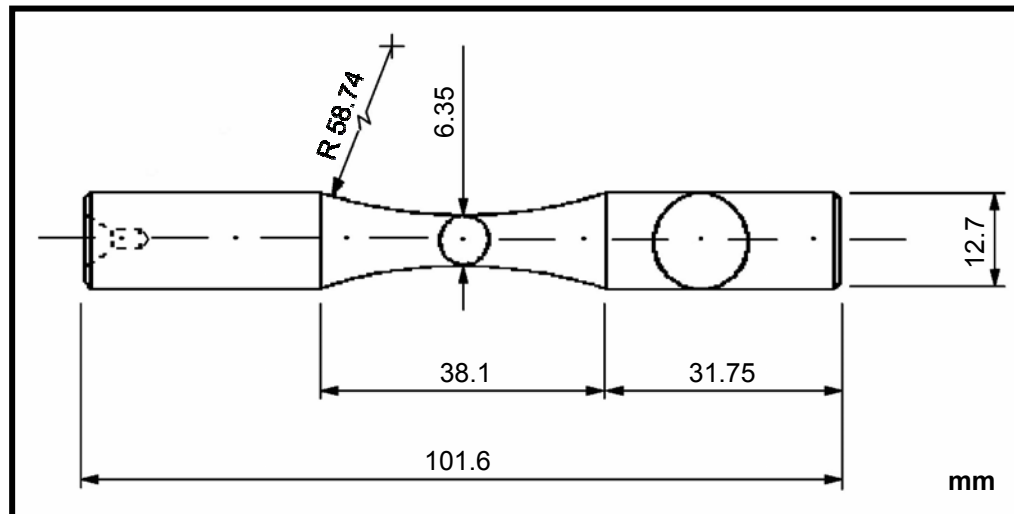


Figura 19. Probeta cilíndrica para ensayos de fatiga y corrosión-fatiga.

2.2.3. FABRICACIÓN DE LAS PROBETAS

La fabricación de las probetas se llevó a cabo en un taller mecánico de precisión y consistió en el maquinado de las barras de 7075-T6 en un torno de control numérico, según las dimensiones establecidas para cada tipo de probeta.

Con las dimensiones indicadas en la figura 18 se elaboraron seis (6) probetas cilíndricas de aleación de aluminio 7075-T6 para los ensayos de tracción. De este grupo se emplearon tres (3) probetas para evaluar el material base, o substrato, en tracción y así poder trazar su curva esfuerzo real (σ) versus deformación real (ϵ). Las tres restantes sirvieron para ensayar el material recubierto y trazar su curva σ - ϵ , a fin de determinar el cambio en las propiedades mecánicas obtenidas a tracción. En la figura 20 se puede apreciar una de las probetas de tracción fabricadas.



Figura 20. Probeta fabricada para ensayos de tracción.

Tomando en cuenta que la norma ASTM E739 establece como recomendable el ensayo de veinticuatro (24) probetas, distribuidas en cuatro (4) niveles de esfuerzo, para obtener una ecuación de BASQUIN estadísticamente confiable, se procedió a la elaboración de noventa y seis (96) probetas para ensayos de fatiga y corrosión-fatiga, en condición de flexión rotativa. Cuarenta y ocho (48) de éstas probetas fueron empleadas en partes iguales (24 y 24) para evaluar fatiga y corrosión-fatiga del sustrato, y las otras cuarenta y ocho (48) se emplearon para evaluar, también en partes iguales, el material recubierto con TiN. La figura 21 ilustra esquemáticamente la distribución de las probetas fabricadas para ensayos de fatiga y corrosión-fatiga. Todas estas probetas fueron fabricadas con las dimensiones indicadas en la figura 19. La figura 22 muestra una de las probetas fabricadas para ensayo de fatiga.

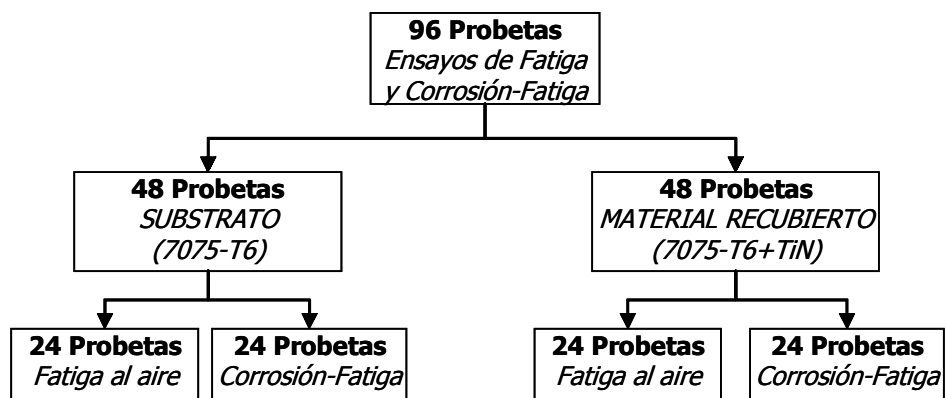


Figura 21. Distribución de probetas fabricadas para ensayos de fatiga y corrosión-fatiga.

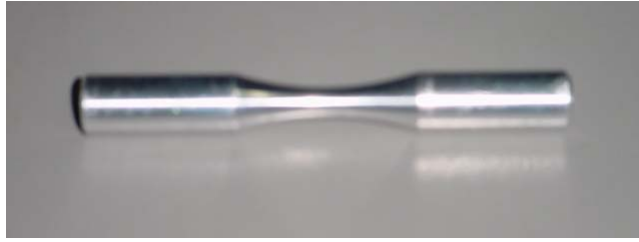


Figura 22. Probeta fabricada para Ensayos de Fatiga y Corrosión-Fatiga.

Para cada tipo de probeta (tracción y fatiga) se elaboró un excedente, es decir, probetas sobrantes, a fin de prever cualquier inconveniente que se presentara durante los ensayos.

2.2.4. PREPARACIÓN SUPERFICIAL DE PROBETAS PARA ENSAYOS FATIGA Y CORROSIÓN-FATIGA

Debido a que las discontinuidades superficiales suelen actuar como concentradores de esfuerzo que propician la nucleación de grietas por fatiga, se hizo necesario efectuar un pulido de las probetas de fatiga, específicamente de su sección calibrada, antes de ensayarlas. Más aún se hizo necesario el pulido, al tener en cuenta que luego de fabricadas las probetas presentan entallas circunferenciales generadas por el maquinado, las cuales por tener una dirección perpendicular al esfuerzo que se aplica durante los ensayos en flexión rotativa, disminuyen la resistencia a la fatiga del material [FORREST 1972]. De esta manera, cada una de las probetas fabricadas fue lijada en seco con papeles esmeril de SiC, de granulometrías entre 600 y 1200, en dirección paralela al eje longitudinal de la probeta. Durante este pulido intermedio se empleó un torno marca *Myford*, modelo *ML7-R* (ver figura 23), que permitió aprovechar su velocidad de giro para agilizar el proceso y obtener un lijado diagonal. Posteriormente, empleando el mismo torno se efectuó un pulido fino

usando paño y alúmina de 0.3 μm .



Figura 23. Torno Myford ML7-R.

Mediante el pulido de las probetas de fatiga se logró reducir el valor de la rugosidad promedio (Ra) en la superficie de su sección calibrada, aproximadamente de 0.4 μm a 0.1 μm , en las condiciones posterior a la fabricación y posterior al pulido, respectivamente. Estos valores de rugosidad fueron medidos con un microscopio de interferometría óptica, o perfilómetro, marca **Zygo** (figura 24). La medición se efectuó en tres (3) puntos diferentes sobre la superficie de la sección calibrada de cuatro (4) probetas.

La preparación superficial de las probetas fue satisfactoria, puesto que ninguno de las mediciones de rugosidad promedio (Ra) superó el valor de 0.20 μm , quedando establecido el cumpliendo con lo indicado por la norma ASTM E606.



Figura 24. Perfilómetro Zygo.

2.3. DEPOSICIÓN DEL RECUBRIMIENTO

La deposición del recubrimiento de TiN fue efectuada por la empresa *Teer Coatings Ltd.*, de Hartlebury-Worcestershire, en Inglaterra; específicamente, mediante un proceso de bombardeo iónico por magnetrón desbalanceado de campo cerrado (*closed field unbalanced magnetron sputtering*). El principio de funcionamiento de este tipo de sistema está descrito en el Capítulo I, de Fundamento Teórico y Antecedentes.

Antes de llevar a cabo la deposición se efectuó una limpieza de las probetas. Seguidamente se inició el proceso de deposición colocando las probetas en el interior de un reactor como el mostrado en la figura 25. Tal reactor está compuesto por una cámara de acero inoxidable

equipada con las bombas necesarias para producir un vacío de calidad, con un sujetador de muestras de tipo giratorio y con magnetrones y sus respectivos blancos (*targets*).

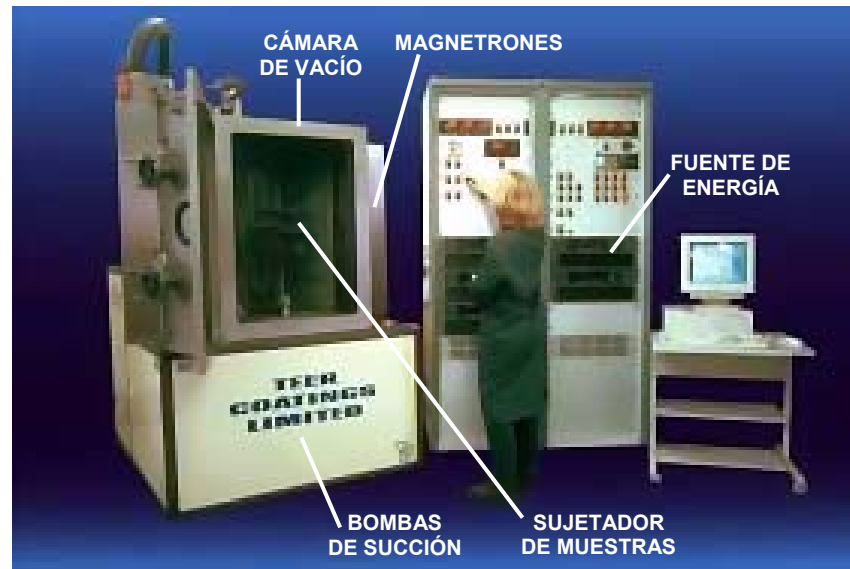


Figura 25. Reactor de bombardeo iónico por magnetrón desbalanceado de campo cerrado.

Teniendo las probetas en el reactor se comienza a realizar el vacío mediante las bombas de succión. Comúnmente toma alrededor de treinta (30) minutos alcanzar el vacío suficiente ($\sim 10^{-5}$ torr) para iniciar la deposición. A partir de este punto se introduce cuidadosamente un flujo controlado de argón, con las bombas aún funcionando. Esto eleva la presión en el reactor hasta los niveles necesarios para operar los magnetrones ($\sim 10^{-3}$ torr). Durante esta parte del proceso comienza la ionización del argón, pero, debido a la baja energía de los magnetrones, el bombardeo iónico es tan bajo que sólo ocurre una limpieza de las muestras. Luego de esta limpieza iónica se incrementa la energía de los magnetrones para iniciar el bombardeo iónico. El bombardeo es aprovechado para depositar una película de titanio puro de aproximadamente 0.1 a $1\mu\text{m}$ de espesor, como capa intermedia para mejorar la

adhesión del recubrimiento. Esta práctica es bastante aceptada [HERR *et al.* 1993, SCHULTZ *et al.* 1997, SU *et al.* 1998] y ha sido estudiada por diversos autores; de hecho, es útil destacar que ASHRAFIZADEH [2000] reportó buena adhesión de un recubrimiento PVD de TiN sobre una aleación Aluminio-Silicio y un incremento en la misma mediante la aplicación de una capa intermedia de titanio. Similarmente, CHEN y DUH [1991] encontraron mayor adhesión de un recubrimiento PVD de TiN sobre un acero AISI 1008 al existir una capa intermedia de titanio. Para completar la deposición se introduce nitrógeno en la cámara a fin de que reaccione con el titanio y se produzca TiN en la superficie de las probetas.

Siguiendo el procedimiento descrito, para el cual se emplearon tanto blancos de titanio como gases (Ar, N₂) de alta pureza, se llevó a cabo la deposición del recubrimiento de TiN sobre probetas de tracción y de fatiga y corrosión-fatiga, como las mostradas en las figuras 20 y 22, respectivamente. También se efectuó la deposición sobre un tercer tipo de probetas, que permitieron evaluar la composición química, espesor, esfuerzos residuales y dureza absoluta, del recubrimiento. Dichas probetas se obtuvieron luego de cortar trozos de 15 mm de las barras de aleación de aluminio 7075-T6 adquiridas, quedando en forma de cilindros de 12.7 mm de diámetro y 15 mm de largo. Uno de estos cilindros se puede apreciar en la figura 26; mientras que en la figura 27 se aprecian los tres tipos de probetas fabricadas, luego de haber sido recubiertas con TiN.

Para no perder las propiedades adquiridas mediante el tratamiento térmico T6 de la aleación, fue necesario hacer el bombardeo iónico a baja temperatura; en este caso, a temperaturas inferiores a los 120 °C. Este procedimiento, aunque poco común, pudiera no

tener influencia significativa sobre las propiedades del material recubierto. Al respecto, VALVODA *et al.* [1988] depositaron, mediante bombardeo iónico por magnetrón, tres recubrimientos de TiN_x sobre un acero aleado con 12% de cromo, a temperaturas de 50 y 150 °C y tasas de deposición relativamente altas ($0.1-0.5 \mu m \text{ min}^{-1}$). A su vez, HEDENQVIST *et al.* [1993] reportaron propiedades mecánicas de un recubrimiento PVD de TiN, depositado sobre un acero rápido (HSS: *High Speed Steel*) a baja temperatura (220 °C), muy similares a las obtenidas a temperatura estándar (400-500 °C).



Figura 26. Probeta cilíndrica para evaluación del recubrimiento de TiN.



Figura 27. Probetas recubiertas con TiN.

Existen algunas dificultades asociadas al proceso de deposición que impiden obtener un

recubrimiento de TiN estequiométrico. Así pues, la estequiometría del recubrimiento depende del flujo de gas reactivo, en este caso nitrógeno, y de las condiciones del blanco utilizado. Por esta razón se empleó un blanco con alta pureza de titanio. En cuanto al nitrógeno, el equipo de deposición tiene un sistema que permite regular el flujo del mismo. Este último tiene una precisión tal, que cuando el blanco tiene alta pureza la estequiometría del recubrimiento depende directamente del nivel de flujo de nitrógeno. Pese a esto, no se estableció una estequiometría específica para el recubrimiento, puesto que la empresa encargada de hacer la deposición debió hacer algunas pruebas a fin de obtener un recubrimiento con características favorables.

2.4. METALOGRAFÍA DEL SUBSTRATO

Utilizando un par de probetas cilíndricas de aleación de aluminio 7075-T6, se realizó una metalografía del material base adquirido para observar su microestructura. Ambas muestras empleadas tuvieron el mismo diámetro que el cilindro que aparece en la figura 26, pero una menor longitud, específicamente, de 12 mm. La microestructura fue observada en la sección transversal de una de las muestras y en la sección longitudinal de la otra. Tales secciones aparecen identificadas en la figura 28.

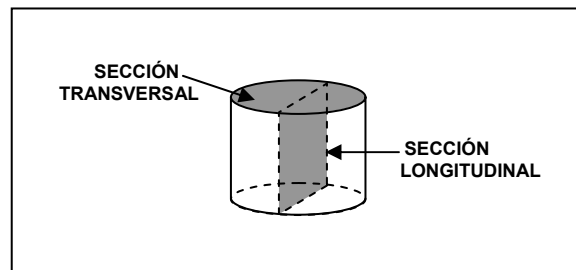


Figura 28. Secciones de probeta cilíndrica en las que se efectuó metalografía del sustrato.

Similar a la preparación superficial de las probetas para ensayos de fatiga y corrosión-fatiga, la preparación metalográfica de las dos muestras incluyó un pulido intermedio y un pulido fino. Luego de esto fueron atacadas químicamente con reactivo *Keller's*, que permite revelar la estructura general de la aleaciones de aluminio de la serie 7xxx. Este reactivo tuvo una composición de 190 ml H₂O, 5 ml de HNO₃, 3 ml de HCl y 2 ml de HF.

La observación por microscopía óptica de las muestras se hizo mediante un analizador de imágenes marca *LECO*, modelo *IA-3001* (ver figura 29).



Figura 29. Sistema analizador de imágenes LECO IA-3001.

2.5. DETERMINACIÓN DE LA COMPOSICIÓN QUÍMICA DEL RECUBRIMIENTO

Con el propósito de conocer la concentración de titanio y nitrógeno a través del recubrimiento, se determinó la composición química del mismo. Tal determinación es útil para conocer la estequiometría del recubrimiento de TiN_x depositado.

Haciendo uso de una novedosa técnica experimental conocida como Espectrometría de Masa Neutral Expulsada por Bombardeo Iónico o “*Sputtered Neutral Mass Spectrometry*”

(SNMS) se determinó la composición química del recubrimiento. Este trabajo fue llevado a cabo por la empresa *MATS*, ubicada en Warrington, Inglaterra.

La SNMS es una técnica que sirve para evaluar la composición química de casi cualquier muestra, puesto que el flujo de átomos expulsados desde la muestra es representativo de la estequiometría de la capa más externa, o superficie, de la misma. En esta técnica la muestra es bombardeada con iones de un gas noble que tienen una energía en el intervalo de 0.5 a 5.0 keV. Esto conlleva a la expulsión de átomos y moléculas de la muestra, que abandonan la superficie de la misma. El flujo de partículas expulsadas consiste de iones y de átomos neutros, o no ionizados. Los átomos neutros son detectados mediante una postionización de los átomos expulsados de la superficie. Esta postionización puede ser llevada a cabo usando láser o bombardeo de electrones, de los átomos que ingresan a un analizador de masa. La probabilidad de expulsar átomos ionizados de una superficie puede variar entre 10^{-5} y 10^{-1} y depende significativamente de la composición superficial; la mayoría de las partículas expulsadas, entre 90 y 99.9999% de las mismas, son neutras (no ionizadas). Esta pequeña sensibilidad a la composición superficial permite una mejor estimación cuantitativa de la estequiometría. Las mediciones que se efectúan con SNMS tienen una precisión aproximada de ± 1 en porcentaje atómico; mientras que el límite de detección está en el intervalo de 0.1-1 en porcentaje atómico, dependiendo del elemento.

Tomando un cilindro como el mostrado en la figura 26, pero recubierto, se determinó la composición química del recubrimiento de nitruro de titanio mediante un equipo de SNMS marca *Leybold*, modelo *INA 3*, como el que se puede apreciar en la figura 30.



Figura 30. Equipo de SNMS Leybold INA 3.

2.6. MEDICIÓN DE ESPESOR DEL RECUBRIMIENTO

La medida del espesor del recubrimiento es de suma utilidad ya que es uno de los parámetros empleados en la determinación de la dureza absoluta del mismo. Dicho espesor guarda estrecha relación con la influencia del substrato (material base) en la dureza del recubrimiento.

El espesor de los recubrimientos de TiN fue estimado mediante la técnica de “*ball-cratering*”, también denominada de calota esférica, con ayuda de un equipo **CALOTEST**, marca **CSEM** (ver figura 31).



Figura 31. Equipo CSEM CALOTEST.

El CALOTEST es un equipo de fácil uso que consiste básicamente de un eje giratorio y de una serie de esferas, o bolas, de acero, cuyo diámetro es conocido. De esta manera, para efectuar la medición se fija la muestra recubierta al equipo y se coloca una de las esferas haciendo contacto con una cara plana de la misma y con el eje giratorio, tal como se indica en la figura 32. Este último impulsa la esfera y la hace girar, ocasionando una abrasión tanto del recubrimiento como del sustrato, que deja una cavidad esférica o cráter. Para facilitar este desgaste por fricción se aplica a la esfera una pasta abrasiva. En el caso de un material recubierto con TiN, el cráter deja una marca o huella formada por dos círculos concéntricos según se muestra en la figura 33.

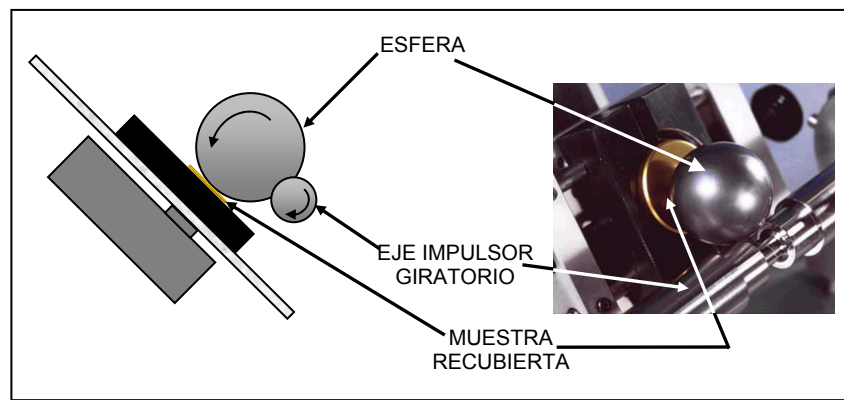


Figura 32. Esquema de uso del equipo CALOTEST.

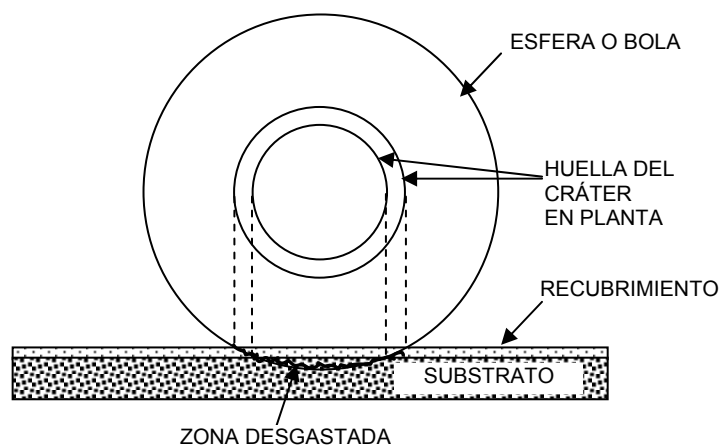


Figura 33. Esquema de la abrasión producida por el equipo CALOTEST.

Al observar con un microscopio óptico la huella del cráter producido por el CALOTEST sobre un material recubierto con TiN, se suele apreciar algo similar a lo mostrado en la figura 34, en la cual además se identifican los diámetros de los dos círculos concéntricos. Justamente, estos diámetros, tanto el del cráter en el recubrimiento (D_{cr}) como el del cráter en el substrato (D_{cs}), son los que se emplean para hacer la estimación del espesor del recubrimiento (E_r). En tal sentido, a partir de relaciones geométricas apropiadas, el espesor del recubrimiento, E_r , se obtiene mediante la expresión

$$E_r = \frac{1}{2} \left(\sqrt{4R_b^2 - D_{cs}^2} - \sqrt{4R_b^2 - D_{cr}^2} \right), \quad (1)$$

donde R_b es el radio ($D/2$) de la bola de acero utilizada en el CALOTEST.

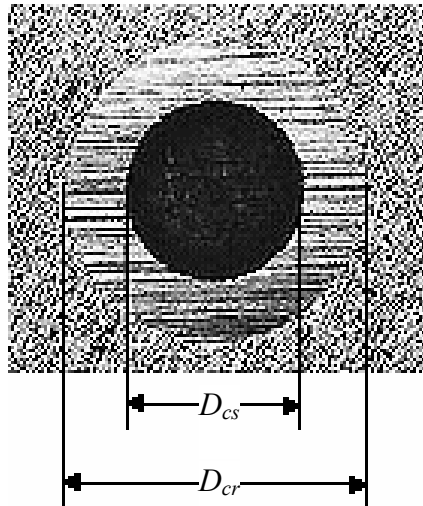


Figura 34. Huella producida por el CALOTEST sobre un material recubierto con TiN.

De manera específica, se efectuaron las mediciones sobre una muestra cilíndrica con las mismas dimensiones a la empleada para la determinación de la composición química del recubrimiento (figura 26). El radio de la bola fue de 19.05 mm y sobre ésta se aplicó pasta de diamante de 0.5 μm . Se hicieron seis (6) cráteres, para igual número de mediciones,

realizando abrasión durante 20 seg. Con el analizador de imágenes *LECO IA-3001* (figura 29) se midieron los valores de D_{cs} y D_{cr} y se introdujeron en la ecuación (1).

2.7. ESTIMACIÓN DE DUREZA ABSOLUTA DEL RECUBRIMIENTO

Siendo el TiN un recubrimiento delgado, su dureza absoluta no puede ser determinada directamente ya que las mediciones efectuadas con cualquier ensayo conocido estarán influenciadas por el sustrato y por el espesor del depósito. Para tener en cuenta estos efectos resulta conveniente aplicar pequeñas cargas de indentación y aplicar algún modelo teórico que permita separar la contribución de los mismos. Es por ello que para estimar la dureza absoluta del recubrimiento de TiN se han efectuado pruebas de microdureza con un indentador Vickers (figura 35) y se han empleado dos (2) modelos teóricos propuestos, respectivamente, por los autores: TUCK *et al.* [2000] y PUCHI [2002]. Ambos modelos han sido seleccionados en razón de su virtud de describir satisfactoriamente la variación de la dureza para diferentes sistemas recubiertos, incluyendo algunos aceros recubiertos con TiN.

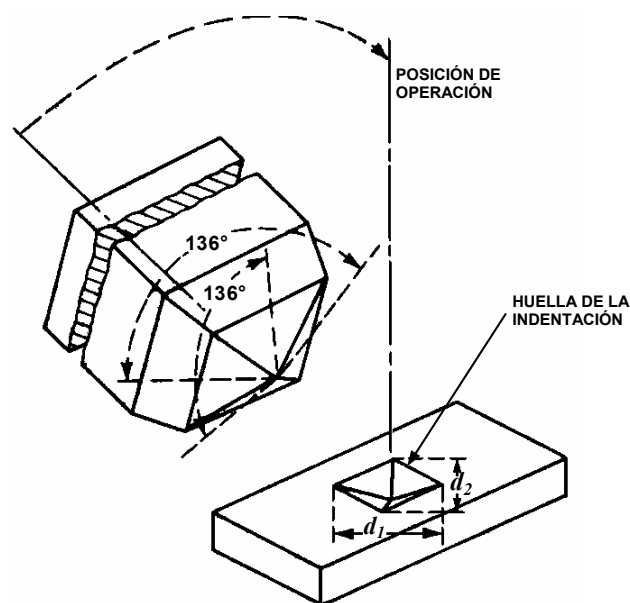


Figura 35. Indentador Vickers y huella dejada por el mismo.

Las pruebas o ensayos de microdureza se realizaron utilizando un equipo marca **LECO**, modelo **862-100-100**, mostrado en la figura 36, acoplado al sistema analizador de imágenes de la figura 29. Tal equipo cuenta con un indentador Vickers como el ilustrado en la figura 35, con el cual se producen impresiones o huellas de forma piramidal, cuya vista en planta permite apreciar las dos (2) diagonales (d_1 , d_2) de su base cuadrada.



Figura 36. Equipo para medición de microdureza LECO 862-100-100.

Para obtener la dureza del sustrato (7075-T6) y del material recubierto (7075-T6 + TiN) se efectuaron indentaciones aplicando ocho (8) cargas distintas de 10, 25, 50, 100, 200, 300, 500 y 1000 gr. Estas se efectuaron sobre la cara transversal (sección circular) de probetas cilíndricas como la mostrada en la figura 26, tanto del sustrato como del material recubierto. Conforme a las normas ASTM E384 y B578 se llevaron a cabo doce (12) indentaciones con cada una de las cargas. Para cada indentación la carga fue aplicada

durante un período de quince (15) segundos. Con ayuda del analizador de imágenes y de un programa computacional se midieron las diagonales, d_1 y d_2 de cada huella, en micras. De las doce (12) indentaciones correspondientes a cada carga, se obtuvo un valor promedio de d_1 y un valor promedio de d_2 . Con el promedio de estos últimos valores se obtuvo el valor de la diagonal d . La diagonal promedio d permitió el cálculo de la dureza Vickers (H_V), mediante la formula

$$H_V = 1.8544 \frac{P}{d^2}, \quad (2)$$

donde P es la carga aplicada en kgf y la diagonal d está en milímetros. Esta última también permitió calcular la profundidad de indentación (h), ya que para el ensayo Vickers

$$h = \frac{d}{7} \quad (3)$$

El valor de h fue de suma utilidad puesto que los modelos de TUCK *et al.* [2000] y PUCHI [2002] se expresan en función de la profundidad relativa de indentación (RID), dada por

$$RID = \frac{h}{E_r}, \quad (4)$$

siendo E_r el espesor del recubrimiento.

Dentro del intervalo de cargas aplicadas existe una significativa influencia de las mismas sobre el valor de dureza Vickers (H_V). Esto se debe al denominado Efecto del Tamaño de Indentación (ISE: *Indentation Size Effect*). Para expresar la dureza del substrato (H_S) en función de la profundidad relativa de indentación (RID), incorporando el ISE, se ha utilizado el modelo propuesto por MEYER [TABOR 1951], que tiene la forma

$$H_S = H_{0S}(RID)^{n-2}, \quad (5)$$

donde los parámetros H_{0S} y n son constantes que pueden determinarse mediante regresión lineal, para valores conocidos de H_S y RID . Cada valor de H_V medido para el sustrato corresponde a un valor de H_S .

Tomando los valores de dureza obtenidos para el sustrato (H_S) y para el material recubierto (H_C), o dureza compuesta, se procedió a utilizar los modelos mencionados anteriormente para la estimación de dureza absoluta del recubrimiento. Estos modelos se expresan mediante las siguientes formulas:

$$\text{TUCK } et \text{ al. [2000]} \rightarrow H_C = H_S + \frac{H_R - H_S}{1 + \left(\frac{\beta}{\beta_0}\right)^n}, \quad (6)$$

$$\text{PUCHI [2002]} \rightarrow H_C = H_S + \frac{(H_R - H_S)}{\exp\left[\left(\frac{\beta}{\beta_0}\right)^n\right]}, \quad (7)$$

en donde $\beta \equiv RID$ y β_0 es un parámetro del material que puede determinarse mediante regresión no lineal, para valores conocidos de H_C , H_S y RID . Ninguno de los dos modelos utilizados en la forma así expresada toma en consideración el ISE.

Todos los parámetros, tanto del sustrato como de los dos modelos aplicados al material recubierto, fueron calculados. Gracias a esto fue posible obtener H_C para muy bajas cargas, a fin de identificar con mayor precisión la influencia del sustrato.

2.8. MEDICIÓN DE ESFUERZOS RESIDUALES

Por su naturaleza física, el proceso de deposición (*closed field unbalanced magnetron sputtering*) introduce esfuerzos residuales en el recubrimiento, que pueden afectar la adhesión y, por ende, las propiedades mecánicas del material recubierto. Es por ello que se ha efectuado una medición de los esfuerzos residuales en el recubrimiento de TiN, con la intención de determinar su naturaleza (tracción o compresión) y su magnitud.

Para la medición de los esfuerzos residuales en el recubrimiento se empleó Difracción de Rayos X (XRD: *X Ray Diffraction*). La XRD es el método más utilizado en la medición no destructiva de tales esfuerzos. Esta se basa en una medición de deformación y del cálculo del esfuerzo asociado a la misma. Entrando más en detalle, los esfuerzos residuales causan un cambio del espaciamiento entre los planos del cristal (d_{hkl}), que se refleja mediante el corrimiento ($\Delta 2\theta$) de un determinado pico de difracción hasta un ángulo (2θ) mayor o menor, según la naturaleza del esfuerzo. Esto, teniendo en cuenta que la difracción ocurre a un ángulo 2θ y que θ está definido por la Ley de Bragg según

$$2d_{hkl} \sin\theta = n\lambda, \quad (8)$$

donde n denota el orden de difracción y λ es la longitud de onda. La medición del referido corrimiento, que se aprecia de forma esquemática en la figura 37, o del cambio en los parámetros de red, hace posible la medición de los esfuerzos residuales [ZHANG *et al.* 1999]. Según la geometría de reflexión y el estado de carga, se hace uso de relaciones apropiadas entre esfuerzo y deformación, para determinar los esfuerzos residuales. A tal objeto, se emplea el método de BRAGG-BRENTANO, en el cual, el esfuerzo residual plano (σ_r) es calculado cuantitativamente según:

$$\sigma_r = \frac{E}{\nu} \left(\frac{d_n - d_0}{d_0} \right), \quad (9)$$

donde E , ν , d_n y d_0 , son, respectivamente, el módulo de Young, la relación de Poisson, el espaciamiento entre los planos (hkl) paralelos a la superficie del recubrimiento bajo esfuerzo y el espaciamiento entre la misma serie de planos en ausencia de esfuerzos. Para esfuerzo biaxial, la deformación, dada por la expresión entre paréntesis en la ecuación (2), es asociada a los esfuerzos principales (σ_1 , σ_2).

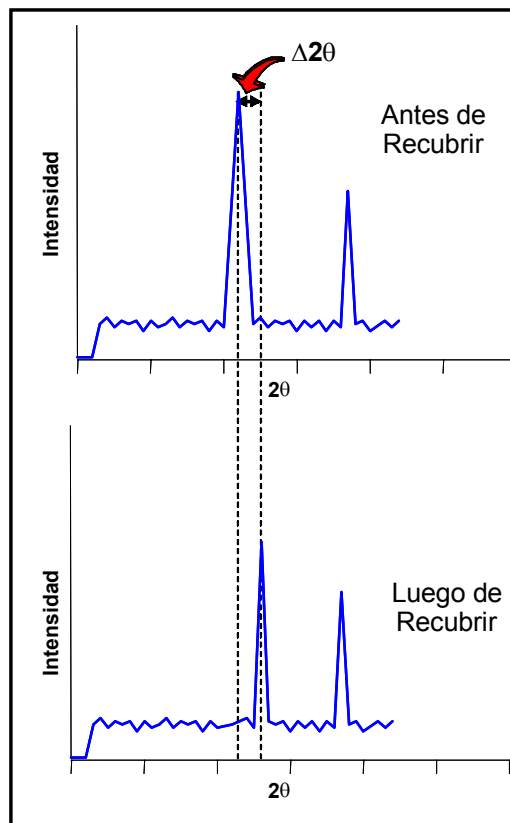


Figura 37. Corrimiento de un pico de difracción a causa de esfuerzos residuales introducidos por deposición.

El trabajo fue llevado a cabo por la empresa *Thin Film Solutions*, de Durham, en Inglaterra. Para esto se empleó un difractómetro marca **Siemens**, modelo **D500**, que posee una fuente

de radiación $Cu K\alpha$ ($\lambda = 0.15406$ nm) y un monocromador secundario. Las mediciones fueron efectuadas con un cilindro como el de la figura 26, recubierto con TiN.

2.9. ENSAYOS DE TRACCIÓN

Para evaluar las propiedades mecánicas estáticas de la aleación de aluminio 7075-T6 (substrato) y del material recubierto con TiN, se realizaron ensayos de tracción conforme a la norma ASTM B557. Dichos ensayos fueron realizados en una máquina de ensayo universal **Instron 8502**, mostrada en la figura 38. Tal equipo es controlado mediante un programa computacional que permite efectuar tres registros por minuto durante un determinado ensayo. Cada registro incluye una medición de desplazamiento, correspondiente al alargamiento instantáneo de la probeta ensayada (ΔL_i), y una medición de la carga aplicada (F_i). Con esta información se determinan los valores instantáneos de deformación real (ϵ_i) y esfuerzo real (σ_i), respectivamente, que se emplean para el trazado de las curvas σ - ϵ .



Figura 38. Máquina de Ensayo Universal Instron 8502.

En la determinación de ε_i y σ_i , es conveniente tomar en cuenta los efectos de la deformación elástica de los componentes de la máquina de ensayo, a fin de corregir los valores de alargamiento medidos. Esto se hace considerando la probeta y la máquina de ensayo como dos resortes en serie con rigideces (K) distintas, relacionados según la expresión

$$\frac{1}{K_{exp}} = \frac{1}{K_{teor}} + \frac{1}{K_{maq}}, \quad (10)$$

donde K_{exp} es la rigidez experimental del conjunto, K_{teor} es la rigidez teórica de la probeta y K_{maq} la rigidez de la máquina. De esta expresión se obtiene que,

$$\frac{1}{K_{maq}} = \frac{K_{teor} - K_{exp}}{K_{teor} * K_{exp}} \quad (11)$$

Teniendo en cuenta que la rigidez de un resorte, K , en función de la carga (F) y el alargamiento (ΔL) se expresa como

$$K = \frac{F}{\Delta L}, \quad (12)$$

y que el alargamiento instantáneo corregido ($\Delta L_{i_{corr}}$) se obtiene de la diferencia entre el alargamiento instantáneo medido experimentalmente (ΔL_i) y el alargamiento instantáneo de la máquina ($\Delta L_{i_{maq}}$), es decir, $\Delta L_{i_{corr}} = \Delta L_i - \Delta L_{i_{maq}}$, se tiene que

$$\Delta L_{i_{corr}} = \Delta L_i - F_i * \left(\frac{K_{teor} - K_{exp}}{K_{teor} * K_{exp}} \right) \quad (13)$$

En esta última expresión K_{teor} se calcula a partir de características de la probeta, mientras que K_{exp} se obtiene mediante las sumatorias de carga aplicada y de alargamiento, dentro de

la zona elástica. De este modo,

$$K_{exp} = \frac{\sum F_i}{\sum \Delta L_i}, \quad (14)$$

$$K_{teor} = \frac{A_0 * E}{L_0} \quad (15)$$

siendo, A_0 : Área inicial de la sección transversal de la probeta

L_0 : Longitud inicial de la sección de ensayo de la probeta (longitud calibrada)

E : Módulo de elasticidad del material base

Considerando que la probeta es cilíndrica, el área inicial de su sección transversal se determina con el diámetro inicial de la misma (D_0), según la siguiente expresión:

$$A_0 = \frac{\pi * D_0^2}{4} \quad (16)$$

Los datos de alargamiento instantáneo corregido ($\Delta L_{i,corr}$) y carga aplicada (F_i), sirven para calcular los valores correspondientes de deformación nominal o ingenieril (e_i) y de esfuerzo nominal o ingenieril (S_i), empleando:

$$e_i = \frac{\Delta L_{i,corr}}{L_0}, \quad (17)$$

$$S_i = \frac{F_i}{A_0} \quad (18)$$

Una vez obtenidos e_i y S_i , los valores instantáneos de deformación real (ϵ_i) y esfuerzo real (σ_i) se calculan mediante

$$\varepsilon_i = Ln(1 + e_i), \quad (19)$$

$$\sigma_i = S_i * (1 + e_i) \quad (20)$$

El trazado de las curvas esfuerzo real (σ) versus deformación real (ε), o curvas σ - ε , se hizo para tres (3) probetas de cada condición (substrato y material recubierto) hasta el punto de carga máxima. Al momento de ensayar estas probetas se midió el diámetro inicial de su sección transversal (D_0) con ayuda de un Vernier digital, marca **Mitutoyo**. En la estimación de la rigidez teórica (K_{teor}) de las probetas recubiertas con TiN se despreció el módulo elástico (E) del recubrimiento, debido a su reducido espesor ($\sim 3 \mu\text{m}$). La información obtenida de los ensayos además de conducir al trazado de las curvas σ - ε , permitió determinar el esfuerzo real de fluencia a 0.2% de la deformación total (σ_y), el esfuerzo nominal a carga máxima o resistencia a la tracción (S_u), el esfuerzo real a carga máxima (σ_u) y el porcentaje de elongación.

2.10. ENSAYOS DE FATIGA Y CORROSIÓN-FATIGA

Estos ensayos se efectuaron en una máquina de flexión rotativa marca **Fatigue Dynamics**, modelo **RBF-200** (ver figura 39). Esta máquina ha sido diseñada para la aplicación de carga cíclica en voladizo, totalmente invertida ($\sigma_m = 0$), con una velocidad de giro en el intervalo de 500 a 10000 RPM. Posee un contador digital para la medición del número de ciclos a fractura y un interruptor de contacto que la apaga automáticamente cuando falla la probeta.

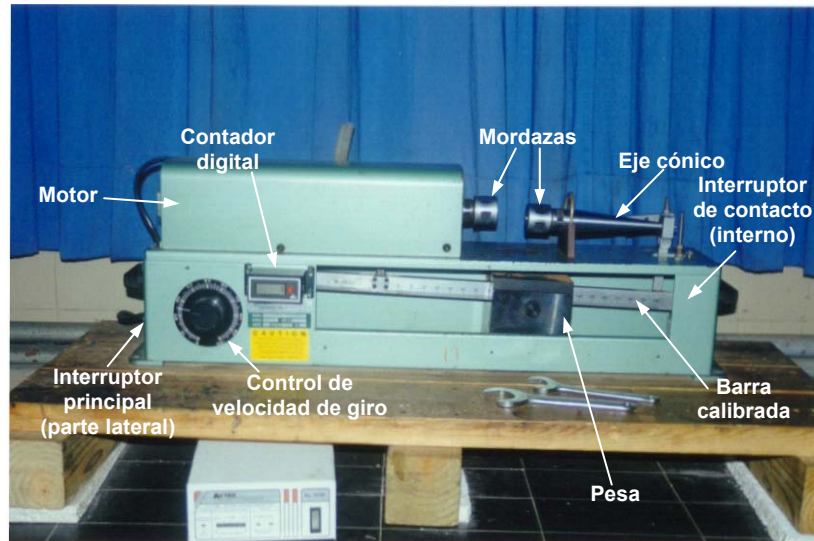


Figura 39. Máquina para ensayo de fatiga por flexión rotativa Fatigue Dynamics RBF-200.

La configuración de carga en voladizo en la máquina de ensayo, origina un momento flector (M_f), que produce un esfuerzo normal (σ_x) sobre la sección transversal de la probeta, de la forma

$$\sigma_x = \frac{M_f * r}{I}, \quad (21)$$

en donde r es el menor radio de la sección transversal de la probeta, en este caso, en el medio de su sección calibrada, e I es el momento polar de inercia, que para una barra de sección circular con diámetro D , se obtiene mediante la expresión:

$$I = \frac{\pi * D^4}{64} \quad (22)$$

Considerando que $r = D/2$, se puede sustituir la ecuación (14) en la ecuación (13) y despejar M_f , quedando

$$M_f = \frac{S * \pi * D^3}{32} \quad (23)$$

La expresión de momento flector (M_f) obtenida es de suma importancia, puesto que en la máquina de ensayo la carga está determinada en función de dicho momento. De hecho, el equipo cuenta con una barra calibrada en lbf*pulg (figura 39), sobre la cual se desplaza una pesa para producir el momento flector correspondiente a un esfuerzo dado. Por esta razón, para cada ensayo es necesario medir el menor diámetro de la sección transversal de la probeta (D) y establecer el esfuerzo S que se desea aplicar.

Al inicio de cada ensayo se midió D en mm, con ayuda de un vernier digital marca **Mitutoyo**, y se estableció el esfuerzo S en MPa. Para poder obtener M_f en lbf*pulg a partir de las unidades de D y S fue necesario emplear un factor de conversión en la ecuación (21), obteniéndose

$$M_f = 0.00087 * S * D^3 \quad (24)$$

$$\begin{array}{l} M_f \rightarrow \text{lbf*pulg} \\ S \rightarrow \text{MPa} \\ D \rightarrow \text{mm} \end{array}$$

Conociendo M_f se hace el montaje de la probeta, sujetándola con las mordazas a un eje de salida del motor y a un eje cónico (ver figura 40). Se ajusta la velocidad de giro y se coloca el contador en cero (0). Luego se desplaza la pesa para aplicar el momento flector (M_f) calculado y se libera el interruptor de contacto que apaga la máquina cuando ocurre la falla. Accionando el interruptor principal se inicia el ensayo. Una que ocurre la falla, se mide el número de ciclos a fractura (N_f).

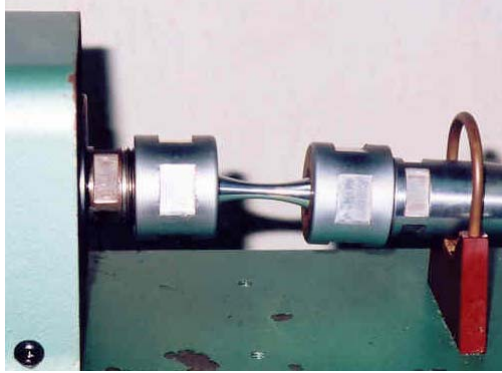


Figura 40. Montaje de probeta para ensayo de fatiga en la máquina Fatigue Dynamics RBF-200.

Empleando la metodología descrita anteriormente se ensayaron al aire veinticuatro (24) probetas de aleación de aluminio 7075-T6, distribuidas en cuatro (4) niveles de esfuerzo (S) distintos, entre el 40% y el 80% del esfuerzo de fluencia (σ_y) medido para este material. De esta misma forma se ensayaron veinticuatro (24) probetas de aleación de aluminio 7075-T6 recubierta con TiN, a similares niveles de esfuerzo según su respectivo σ_y . El número de probetas ensayadas en cada caso se estableció según la norma ASTM E739.

Haciendo uso de un accesorio de la máquina de fatiga se ensayaron otras veinticuatro (24) probetas del substrato (7075-T6) y veinticuatro (24) del material recubierto (7075-T6 + TiN) en presencia de un medio corrosivo. El medio empleado fue una solución de cloruro de sodio (NaCl) al 3%. El accesorio empleado fue una cámara salina, fabricada de acrílico, que cubre la sección calibrada de las probetas, sin impedir su rotación, y suministra la solución corrosiva mediante goteo sobre las mismas. La figura 41 permite apreciar tal accesorio.

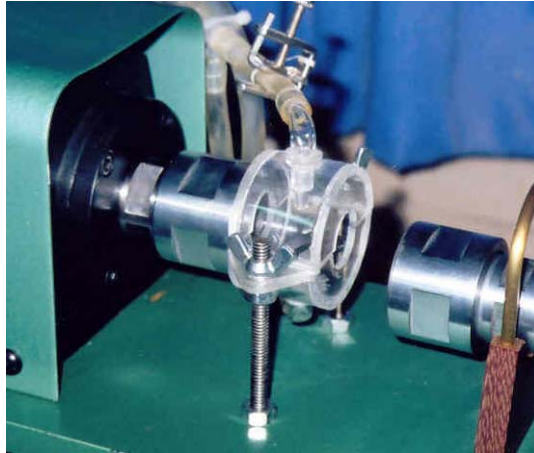


Figura 41. Cámara salina para ensayos de corrosión-fatiga en la máquina Fatigue Dynamics RBF-200.

Durante todos los ensayos se utilizó una frecuencia de 50 Hz, por lo que la velocidad de giro fue de 3000 RPM.

Con los datos obtenidos en los ensayos de fatiga y corrosión-fatiga, tanto del sustrato como del material recubierto, se trazaron las curvas logarítmicas de amplitud de esfuerzo (S) versus ciclos a la fractura (N_f), o curvas $\log S$ - $\log N_f$, de acuerdo a la norma ASTM E468. Sometiendo estas curvas a un análisis de regresión lineal por el método de mínimos cuadrados, se pudieron obtener los parámetros de las correspondientes ecuaciones de BASQUIN, conforme a lo establecido en la norma ASTM E739. Tales parámetros permitieron describir el comportamiento a la fatiga, tanto al aire como en un medio corrosivo, del sustrato y del material recubierto, mediante una expresión paramétrica simple que relaciona el número de ciclos a la fractura (N_f) con el esfuerzo alternante (S) aplicado al material, de la forma

$$S = AN_f^{-m} \quad (25)$$

Los parámetros A y m representan constantes que dependen de las propiedades del material y de las condiciones de ensayo. A está relacionado con el coeficiente de resistencia a la fatiga del material y m representa el exponente de dicha resistencia a la fatiga.

Por tratarse el sustrato de una aleación de aluminio, no se estimó un límite de fatiga para las condiciones de material evaluadas.

2.11. MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO (SEM)

2.11.1. ESTUDIO FRACTOGRÁFICO

Varias probetas del material recubierto ensayadas por fatiga fueron examinadas mediante Microscopía Electrónica de Barrido (SEM: *Scanning Electron Microscopy*), a fin de conocer las características microscópicas de sus superficies de fractura y, por ende, los mecanismos involucrados en la ocurrencia de dichas fracturas.

En el estudio fractográfico realizado por SEM se determinaron principalmente el origen y condición de la fractura de algunas probetas, para lo cual fue necesario hacer evaluaciones sobre el plano de fractura y perpendicularmente al mismo. El estudio sobre el plano de fractura permitió conocer las características del inicio y la propagación de grietas, indicando el mecanismo involucrado en ello y la condición existente durante el mismo; en tanto que el estudio sobre un corte perpendicular al plano de fractura, es decir, paralelo al plano longitudinal de la probeta, permitió identificar el origen de grietas a lo largo del conjunto formado por el sustrato y el recubrimiento de TiN.

Para llevar a cabo el estudio, en primer lugar se seleccionaron las probetas a ser examinadas. Esta selección se hizo en base a los niveles de esfuerzo más bajo y más alto, para los ensayos de fatiga y corrosión-fatiga del material recubierto. Específicamente, en cada caso se escogió la probeta con el número de ciclos a fractura más próximo al promedio obtenido para un determinado nivel de esfuerzo. Así, se seleccionaron cuatro (4) probetas del material recubierto: dos (2) para los niveles de esfuerzo más bajo y más alto, respectivamente, de los ensayos de fatiga y dos (2) para los niveles de esfuerzo más bajo y más alto, respectivamente, de los ensayos de corrosión-fatiga.

Una vez seleccionadas las probetas, se procedió a cortar dos (2) pequeños trozos de cada una, correspondientes al plano de fractura y a un corte perpendicular al mismo. Para obtener una muestra del plano de fractura se efectuó un corte perpendicular a la sección calibrada de la probeta, a una distancia de aproximadamente 3 mm desde la fractura. Esto se puede visualizar con facilidad en la figura 42, que ilustra la forma en que se realizó el corte de las muestras examinadas por SEM. En cuanto al corte perpendicular al plano de fractura, primero se identificó al menos un punto de inicio de grieta sobre el referido plano. Luego se efectuó un corte longitudinal a una distancia de aproximadamente 1 mm desde un determinado inicio de grieta. Sobre el trozo de probeta que contenía tal inicio de grieta se realizó un corte perpendicular a su sección calibrada, a una distancia aproximada de 3 mm desde la fractura. Todos los cortes se efectuaron con disco de diamante, empleando una cortadora de precisión marca *LECO*, modelo *VC-50*, como la que aparece en la figura 43. En la figura 44 se pueden apreciar los dos (2) tipos de muestra cortadas.

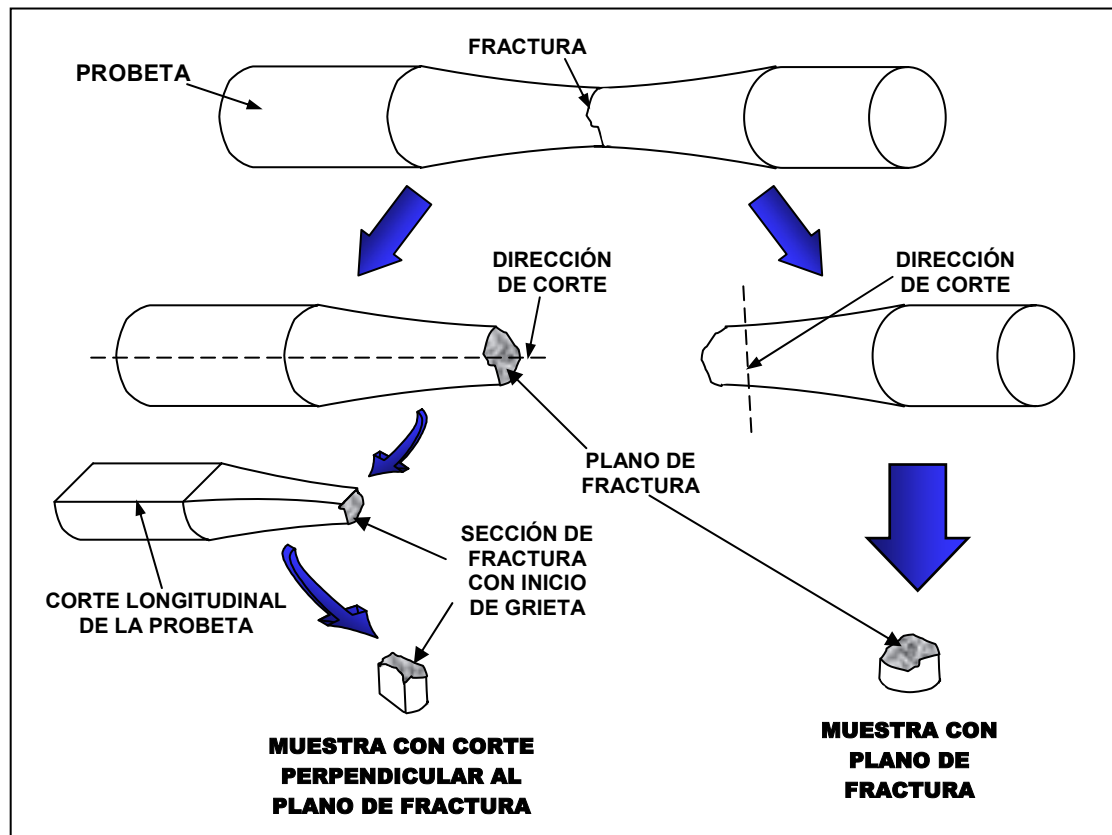


Figura 42. Corte de muestras examinadas mediante SEM.



Figura 43. Cortadora de precisión con disco de diamante LECO VC-50.



Figura 44. Muestras cortadas para evaluación fractográfica mediante SEM.

Después de haber cortado las muestras se procedió a limpiar las mismas con un equipo de limpieza ultrasónica marca **BUEHLER**, modelo **ULTRAMET II** (ver figura 45). Para hacer esto, se colocaron las muestras en un recipiente de vidrio con acetona y luego se introdujeron en el equipo referido, durante quince (15) minutos. Este procedimiento se repitió una segunda vez agregando nueva acetona al recipiente de vidrio y una tercera vez reemplazando la acetona por alcohol. Posteriormente se secaron las muestras con un equipo marca **BUEHLER**, modelo **TORRAMET**, que se puede observar en la figura 46.



Figura 45. Equipo de limpieza ultrasónica BUEHLER ULTRAMET II.



Figura 46. Secador de probetas BUEHLER TORRAMET.

Las muestras con un corte perpendicular al plano de fractura debían ser pulidas, justamente en la cara donde había sido efectuado dicho corte, con el propósito de poder examinar el conjunto formado por el sustrato y el recubrimiento de TiN, especialmente la superficie de éste último y la intercara entre ambos. Por su reducido tamaño, que dificultaba la manipulación para el proceso de pulido, las muestras debieron ser embutidas en lucita mediante un equipo marca **BUEHLER**, modelo **SIMPLIMET 3**, mostrado en la figura 47.



Figura 47. Equipo para embutido de probetas BUEHLER SIMPLIMET 3.

El pulido se hizo mediante lijado con papeles esmeril de SiC, de granulometrías entre 600 y 1200 y acabado fino con paño y alúmina de $0.3\ \mu\text{m}$. Para esto se empleó la pulidora marca **BUEHLER**, modelo **ECOMET 5**, que aparece en la figura 48. Un último desbaste fino por vibración se hizo con un equipo marca **BUEHLER**, modelo **VIBROMET 2** (ver figura 49).



Figura 48. Pulidora para preparación metalográfica BUEHLER ECOMET 5.



Figura 49. Equipo de desbaste fino por vibración BUEHLER VIBROMET 2.

Para las cuatro (4) probetas seleccionadas del material recubierto se prepararon los dos (2) tipos de muestra señalados. Estas fueron montadas sobre pequeños soportes metálicos para su observación en un microscopio electrónico de barrido marca **Hitachi**, modelo **S-2400**, mostrado en la figura 50, y en otro marca **Philips**, modelo **XL 30**, como el de la figura 51.

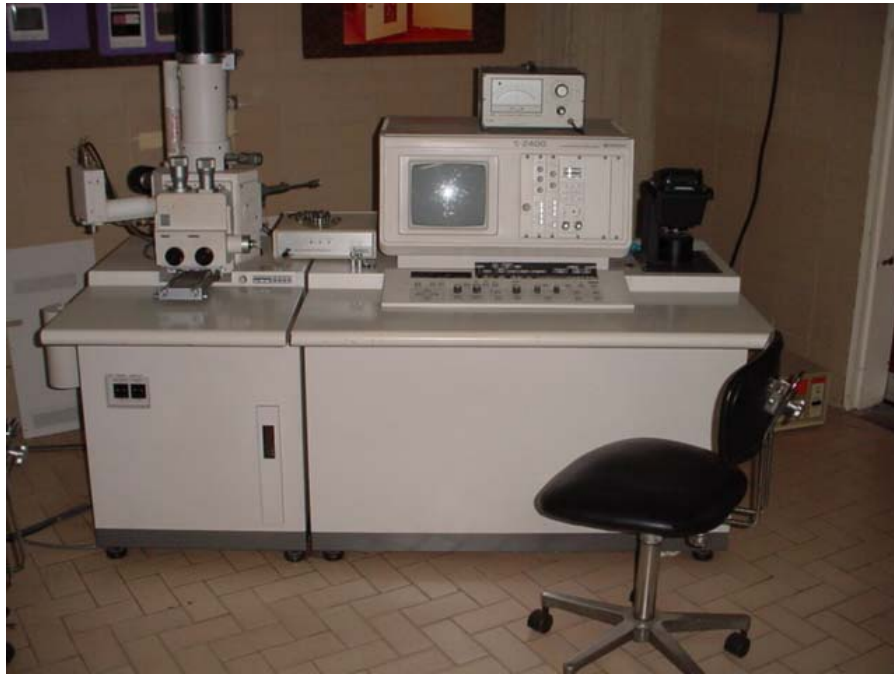


Figura 50. Microscopio Electrónico de Barrido Hitachi S-2400.



Figura 51. Microscopio Electrónico de Barrido Philips XL 30.

Se realizaron varias sesiones de SEM para examinar todas las muestras. Durante tales sesiones se tomaron fotografías de las superficies de fractura, de la intercara substrato-recubrimiento y otros detalles de interés.

2.11.2. CARACTERIZACIÓN MORFOLÓGICA DEL RECUBRIMIENTO

Haciendo uso de los dos (2) equipos de SEM indicados anteriormente (figuras 50 y 51) se llevó a cabo un estudio morfológico del recubrimiento para identificar las características del mismo luego del proceso de deposición. Dicho estudio se enfocó principalmente en la observación de la superficie externa del recubrimiento, o pared lateral del mismo, y del conjunto formado por éste y el sustrato.

Tal como fueron recibidas luego de la deposición, se utilizaron dos (2) probetas de tracción y dos (2) probetas de fatiga para estudiar las características morfológicas del recubrimiento. Efectuando un par de cortes perpendiculares a la sección calibrada de cada probeta de tracción y de fatiga se obtuvieron cuatro (4) pequeñas muestras de sección circular, para observar la pared del recubrimiento. Estos cortes se efectuaron con una cortadora de precisión *LECO VC-50* (figura 43).

Para observar el conjunto sustrato-recubrimiento se realizó un corte longitudinal (perpendicular a la sección transversal) a una de las muestras obtenidas a partir de las probetas de fatiga. Con este corte se obtuvo una muestra que fue pulida en su sección longitudinal siguiendo el procedimiento descrito para la preparación de un tipo de muestra en el estudio fractográfico.

2.12. MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE TRANSMISIÓN (TEM)

Por tener un envejecido a 120 °C, la aleación de aluminio 7075-T6 es susceptible a cambios en su microestructura ante cualquier aumento de temperatura que supere tal valor. Estos cambios afectan directamente las propiedades mecánicas del material y, por ende, las de

cualquier otro compuesto donde se utilice el mismo como sustrato. Los procesos de deposición física en estado de vapor (PVD) típicamente se realizan a temperaturas superiores a los 120 °C, aunque en algunos casos se ha logrado obtener tasas de deposición aceptables a temperaturas inferiores a los 100 °C. Pese a que la empresa encargada de la deposición del recubrimiento de TiN, ofreció hacerla a una temperatura inferior a la de envejecido del sustrato, se realizó una evaluación del sustrato antes y después de la deposición mediante Microscopía Electrónica de Transmisión (TEM: *Transmission Electron Microscopy*), con el fin de identificar cualquier cambio que pudiese haber ocurrido en su microestructura como consecuencia del proceso.

Usando la cortadora de diamante mostrada en la figura 43 se cortaron trozos longitudinales de un (1) cilindro sin recubrir como el de la figura 26, y de otro recubierto. A partir de estos trozos se obtuvieron hojas delgadas en forma de disco, o “foils”, de ambas condiciones del material, que fueron evaluados por TEM. Los “foils” fueron preparados tomando como base la metodología desarrollada en trabajos previos [PARK y ARDELL 1983, PARK 1988]. En este sentido, se hizo un desbaste de los trozos cortados con papeles esmeril de SiC de granulometrías 600 y 800, hasta que tuvieran un espesor de 0.05 mm. Sobre estos trozos se cortaron discos de 3 mm de diámetro utilizando un pequeño troquel. Con un equipo marca **Struers**, modelo **Tenupol-3** (ver figura 52), se hizo el adelgazamiento final por electropulido, empleando como electrolito una solución con 30% de ácido nítrico (HNO₃) y 70% de metanol (CH₃OH). Este electropulido se hizo con una tensión de 12 V y a una temperatura inferior a 0 °C. Las muestras en forma de disco (*foils*) fueron limpiadas con etanol, metanol y agua destilada y secadas cuidadosamente con papel de filtro. Para su adecuada protección cada “foil” fue colocado dentro de una cápsula de gelatina y guardado

en un desecador. La figura 53 muestra algunos de los “foils” preparados dentro y fuera de las cápsulas de gelatina.



Figura 52. Equipo de electropulido Struers Tenupol-3.



Figura 53. Muestras preparadas para evaluación por TEM (*foils*).

Se empleó un microscopio electrónico de transmisión marca *Phillips*, modelo *CM 10*, para examinar los “foils” obtenidos y, por lo tanto, caracterizar la microestructura del sustrato antes de la deposición y luego de la misma. En la figura 54 se puede observar el mencionado equipo.



Figura 54. Microscopio Electrónico de Transmisión Phillips CM 10.

III. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

3.1. METALOGRAFÍA DEL SUBSTRATO

Las microestructuras correspondientes a las secciones transversal y longitudinal de las probetas cilíndricas de sustrato se pueden apreciar en las figuras 55 y 56, respectivamente.

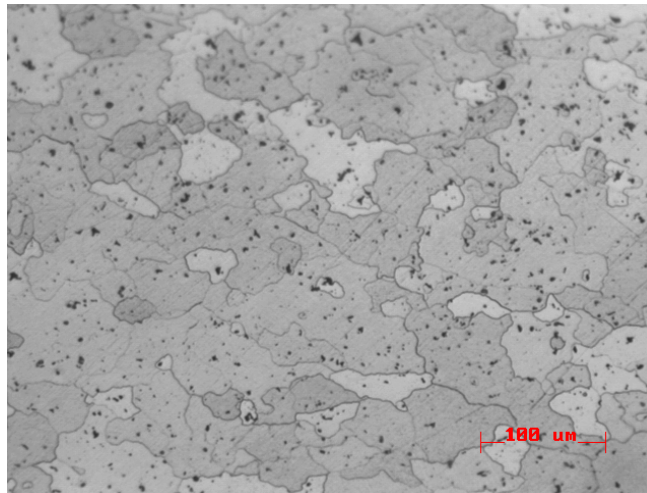


Figura 55. Micrografía óptica de la microestructura de la aleación de aluminio 7075-T6 (sustrato) en la sección transversal de una probeta cilíndrica.

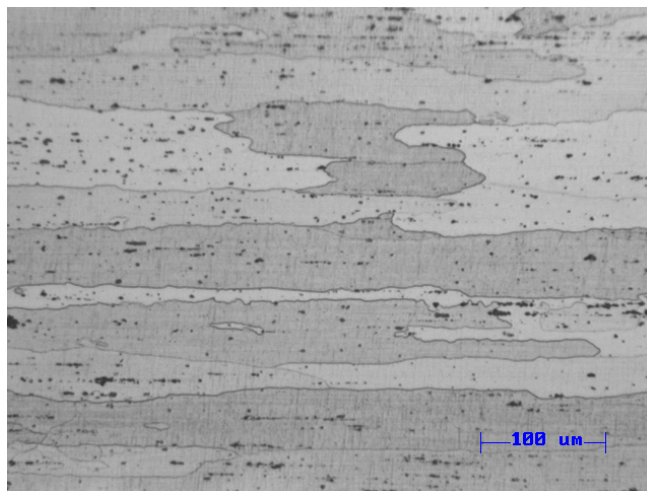


Figura 56. Micrografía óptica de la microestructura de la aleación de aluminio 7075-T6 (sustrato) en la sección longitudinal de una probeta cilíndrica.

En las figuras anteriores puede notarse que la microestructura del substrato está constituida principalmente por partículas de segunda fase distribuidas de manera aleatoria sobre la matriz de aluminio (solución sólida α). Tanto la microestructura como las partículas están orientados en la dirección de extrusión de las barras en la figura 56.

3.2. COMPOSICIÓN QUÍMICA DEL RECUBRIMIENTO

Como resultado del análisis efectuado mediante la técnica SNMS se obtuvo el perfil de composición química mostrado en la figura 57. En este se puede apreciar claramente el cambio en la concentración en porcentaje atómico de nitrógeno y titanio, desde la superficie del recubrimiento hasta el substrato, fundamentalmente aluminio.

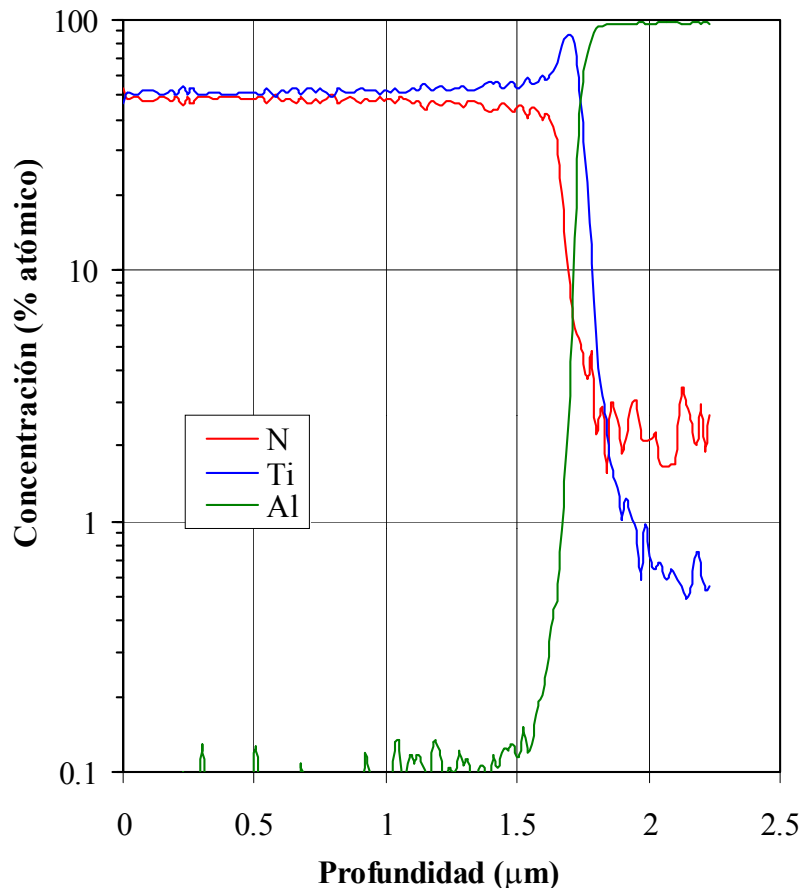


Figura 57. Perfil de composición química del recubrimiento de TiN obtenido por SNMS.

Observando detalladamente las líneas de color rojo y azul, correspondientes a las concentraciones de nitrógeno y de titanio, se puede decir que el espesor del recubrimiento es de aproximadamente $1.6 \mu\text{m}$ y que su composición es casi estequiométrica. Así mismo, se puede ver que en la intercara existe un pequeño pico en la concentración de Ti, que indica la presencia de una delgada capa intermedia del mismo de aproximadamente $0.1 \mu\text{m}$ de espesor.

Teniendo en cuenta el espesor aproximado del recubrimiento, se puede determinar con cierta precisión la concentración que tienen el nitrógeno y el titanio a través del mismo y, por ende, su estequiometría. Una revisión detallada de los datos del perfil de composición permite obtener los valores de concentración promedio que aparecen en la tabla 4. Estos valores han sido medidos para dos (2) intervalos de profundidad, uno de 0.02 a $1.6 \mu\text{m}$, abarcando la extensión estimada del recubrimiento, y otro de 0.09 a $1.5 \mu\text{m}$, siendo más conservativo y evitando desviaciones tanto en la intercara como en la superficie del recubrimiento.

Tabla 4. Concentración promedio de nitrógeno y titanio a través del recubrimiento de TiN.

Intervalo de Profundidad (μm)	Concentración de Nitrógeno (% atómico)	Concentración de Titanio (% atómico)
0.02 - 1.60	47.34	52.42
0.09 - 1.50	47.27	52.52

Resolviendo una simple regla de tres matemática con los porcentajes atómicos de nitrógeno y titanio que se indican en la tabla anterior, se obtiene la estequiometría del recubrimiento.

De esta manera, para los dos intervalos de profundidad analizados existe una relación 10 a 9 entre el titanio y el nitrógeno, respectivamente, lo que quiere decir que la estequiometría del recubrimiento es $\text{TiN}_{0.90}$.

Es conveniente señalar que el perfil de composición se obtuvo en un punto de una muestra cilíndrica (ver figura 26) recubierta, por lo que el espesor de recubrimiento medido no es confiable ni se puede establecer como definitivo.

3.3. ESPESOR DEL RECUBRIMIENTO

Los valores de los diámetros D_{cs} y D_{cr} medidos con el analizador de imágenes y el correspondiente espesor del recubrimiento (E_r) calculado se encuentran contenidos en la Tabla 5. Cada valor de D_{cs} y de D_{cr} es el promedio de diez mediciones en un mismo cráter.

Tabla 5. Resultados de la prueba efectuada con el CALOTEST y espesor calculado del recubrimiento de TiN.

Medición Nº	D_{cs} (μm)	D_{cr} (μm)	E_r (μm)
1	418.52	727.64	2.3
2	438.60	747.88	2.4
3	374.00	732.75	2.6
4	384.09	757.60	2.8
5	346.68	730.61	2.7
6	300.39	739.15	3.0
Promedio			2.6
Desviación Estándar			0.2

Según los resultados de la tabla 5, obtenidos para seis (6) mediciones distintas, el espesor promedio del recubrimiento (E_r) es de 2.6 μm , con una desviación estándar de 0.2 μm . Este espesor supera en aproximadamente 62% al valor obtenido mediante el perfil de composición de la figura 57 y su desviación estándar es de $\pm 7.7\%$. Sin embargo, por ser esta técnica más rigurosa desde el punto de vista estadístico y gracias a la reducida desviación estándar obtenida, la estimación de E_r es aceptable.

El valor de E_r encontrado para el TiN se encuentra dentro de los valores típicos de espesor (3-5 μm) para este recubrimiento. Tal parámetro es empleado en la determinación de la dureza absoluta del recubrimiento.

3.4. DUREZA ABSOLUTA DEL RECUBRIMIENTO

En las tablas 6 y 8 se presentan los doce (12) valores de las diagonales d_1 y d_2 medidos para cada carga, durante los ensayos de microdureza del sustrato (7075-T6) y del material recubierto (7075-T6 + TiN), respectivamente. Ambas tablas incluyen además el promedio y la desviación estándar de dichos valores. De forma similar en las tablas 7 y 9 se presentan los valores de la diagonal promedio (d), la profundidad relativa de indentación (RID) y la dureza Vickers (H_V) calculada para cada carga aplicada al sustrato y al material recubierto.

Una gráfica de los valores de dureza Vickers calculados para el material base y para el material recubierto versus las diagonales promedio (d) obtenidas, en la figura 58, permite apreciar la diferencia de tendencia que existe entre las mediciones para ambos materiales.

Tabla 6. Diagonales medidas en los ensayos de microdureza Vickers de la aleación de aluminio 7075-T6 (substrato).

Carga (gr)	Diagonal	Indentación N°												Promedio	Desviación Estándar
		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12		
10	d_1 (μm)	9.3	9.4	7.9	9.4	8.7	7.9	9.0	10.1	9.4	9.7	9.7	9.7	9.20	0.70
	d_2 (μm)	9.4	9.8	9.4	9.8	9.4	9.1	9.8	9.8	9.4	8.7	9.1	9.8	9.44	0.35
25	d_1 (μm)	15.5	14.4	14.8	14.8	15.2	15.2	14.4	15.5	15.2	14.4	15.2	14.8	14.95	0.39
	d_2 (μm)	15.0	15.7	15.0	15.0	15.7	15.7	15.0	15.0	14.6	14.6	15.0	15.3	15.13	0.38
50	d_1 (μm)	20.6	20.6	21.7	21.3	22.0	21.3	21.3	22.0	21.7	21.3	21.7	21.3	21.39	0.47
	d_2 (μm)	20.9	21.6	22.6	21.3	22.0	22.6	22.0	21.6	21.3	21.3	22.3	21.6	21.75	0.56
100	d_1 (μm)	30.3	31.0	30.0	30.3	30.7	29.6	31.4	31.4	31.0	31.0	30.7	31.0	30.72	0.56
	d_2 (μm)	31.4	30.7	30.3	30.3	30.3	30.7	30.7	30.7	30.3	28.2	30.7	30.0	30.34	0.75
200	d_1 (μm)	42.6	42.2	43.7	43.7	43.7	43.7	43.3	43.3	43.3	42.2	43.0	43.3	43.17	0.54
	d_2 (μm)	43.6	43.9	43.9	42.9	43.6	43.2	43.2	43.2	43.9	42.9	43.9	43.9	43.50	0.42
300	d_1 (μm)	53.8	52.7	53.1	52.3	53.1	52.7	52.7	53.1	53.1	53.4	53.1	53.1	53.01	0.37
	d_2 (μm)	54.0	53.7	53.7	53.7	53.7	53.7	53.0	51.9	53.3	53.3	53.7	53.7	53.43	0.54
500	d_1 (μm)	69.3	69.3	69.7	69.7	69.3	69.3	70.0	69.3	69.0	68.6	69.7	68.6	69.31	0.44
	d_2 (μm)	69.7	70.0	69.3	69.0	69.0	69.7	69.3	68.6	70.0	69.7	69.7	69.7	69.48	0.43
1000	d_1 (μm)	98.6	98.2	98.2	100.0	99.6	100.4	99.6	99.3	100.0	98.9	98.2	98.6	99.13	0.79
	d_2 (μm)	97.9	99.3	99.3	97.9	99.0	98.3	97.6	97.6	97.9	97.6	99.3	98.6	98.34	0.71

Tabla 7. Diagonales promedio (d), profundidades relativas de indentación (RID) y valores de microdureza Vickers (H_V) obtenidos para la aleación de aluminio 7075-T6 (substrato).

Carga (gr)	10	25	50	100	200	300	500	1000
d (μm)	9.32	15.04	21.57	30.53	43.33	53.22	69.40	98.74
RID	0.512	0.826	1.185	1.677	2.381	2.924	3.813	5.425
H_V (GPa)	2.09	2.01	1.95	1.95	1.94	1.93	1.89	1.87

Tabla 8. Diagonales medidas en los ensayos de microdureza Vickers de la aleación de aluminio 7075-T6 recubierta con TiN.

Carga (gr)	Diagonal	Indentación N°												Promedio	Desviación Estándar
		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12		
10	d_1 (μm)	6.5	6.1	6.1	5.8	6.1	6.1	6.1	6.1	5.8	6.1	5.8	6.1	6.08	0.21
	d_2 (μm)	5.6	5.9	5.9	5.6	5.9	5.9	5.9	5.9	6.3	5.9	5.9	5.9	5.89	0.18
25	d_1 (μm)	12.3	13.7	13.4	13.4	13.0	13.0	13.0	13.4	13.0	13.7	13.0	13.0	13.15	0.39
	d_2 (μm)	12.2	12.9	12.9	12.9	12.9	12.9	13.6	12.9	12.9	12.9	13.2	13.2	12.95	0.33
50	d_1 (μm)	19.5	19.5	18.4	19.5	19.5	19.1	19.5	19.5	19.5	19.1	19.1	19.9	19.34	0.36
	d_2 (μm)	19.9	19.9	19.5	19.9	19.5	19.2	19.2	19.2	18.1	19.5	19.9	19.2	19.40	0.50
100	d_1 (μm)	28.5	28.2	28.5	28.5	28.2	27.4	28.5	27.8	27.4	28.2	27.8	27.8	28.07	0.41
	d_2 (μm)	28.2	27.5	26.5	27.2	28.6	28.9	28.6	28.2	27.5	28.9	27.9	27.9	27.99	0.73
200	d_1 (μm)	39.4	41.2	40.8	40.4	38.3	39.7	40.1	40.4	41.2	40.8	41.2	41.2	40.37	0.90
	d_2 (μm)	40.4	40.4	41.1	40.8	42.2	42.2	41.5	41.5	40.8	40.4	42.2	40.8	41.17	0.69
300	d_1 (μm)	50.9	50.5	50.9	51.6	50.5	51.3	50.5	50.9	50.9	50.9	50.9	50.9	50.90	0.31
	d_2 (μm)	50.5	49.8	49.5	51.2	51.2	50.9	50.9	49.8	49.8	49.8	49.8	49.8	50.26	0.63
500	d_1 (μm)	67.5	66.1	66.1	66.1	67.9	67.5	67.5	67.5	66.4	66.4	66.8	66.8	66.88	0.67
	d_2 (μm)	67.6	66.9	66.9	66.9	66.6	66.6	67.2	67.2	67.6	67.6	66.6	66.6	67.02	0.43
1000	d_1 (μm)	96.0	95.7	96.0	96.0	96.0	96.4	96.0	96.0	96.0	96.0	96.0	96.0	96.03	0.15
	d_2 (μm)	96.5	94.8	95.8	95.5	95.5	94.1	95.8	94.4	94.4	96.2	96.2	96.2	95.44	0.82

Tabla 9. Diagonales promedio (d), profundidades relativas de indentación (RID) y valores de microdureza Vickers (H_V) obtenidos para el material recubierto (7075-T6 + TiN).

Carga (gr)	10	25	50	100	200	300	500	1000
d (μm)	5.99	13.05	19.37	28.03	40.77	50.58	66.95	95.74
RID	0.329	0.717	1.064	1.540	2.240	2.779	3.679	5.260
H_V (GPa)	5.07	2.67	2.42	2.31	2.19	2.13	2.03	1.98

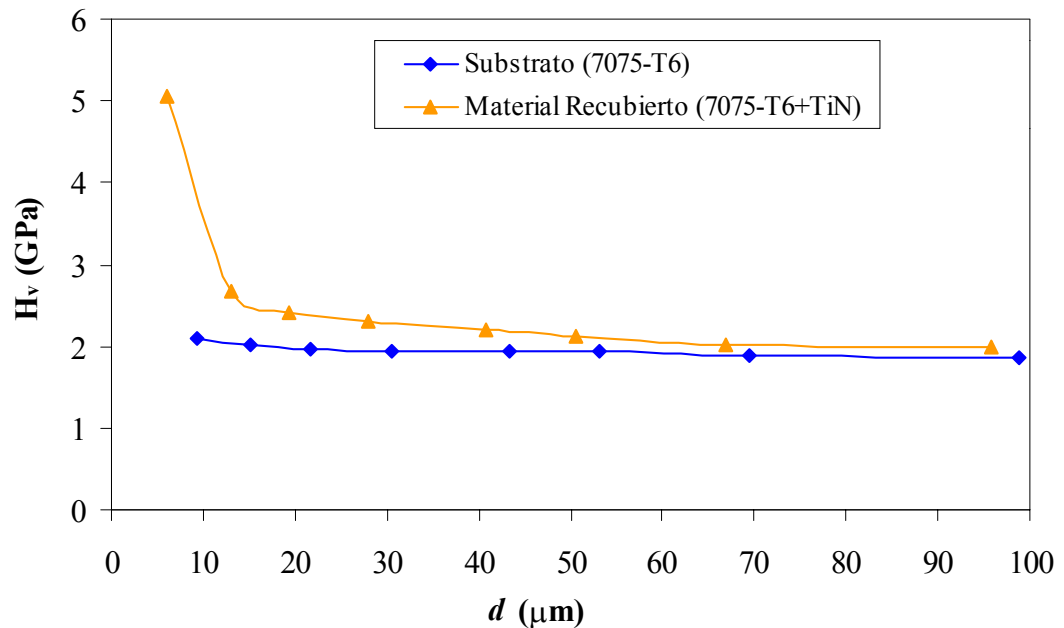


Figura 58. Variación de la microdureza Vickers (H_v) del substrato (7075-T6) y del material recubierto (7075-T6 + TiN) con las diagonales promedio (d) obtenidas para éstos.

En la figura 58 se puede apreciar que para el substrato la dureza presenta una tendencia casi insignificante a disminuir, a medida que se hace mayor la diagonal promedio (d); incluso, se puede decir que la tendencia es a estabilizarse. Para el material recubierto con TiN la dureza exhibe una tendencia más marcada, especialmente para 10 gr, a disminuir a medida que aumenta d . Esto es una clara evidencia de la influencia que tiene el substrato sobre la dureza compuesta (H_C) del material recubierto y de la influencia que tiene la carga sobre H_v . Sin embargo, para determinar con mayor precisión la influencia del substrato se requiere de una apreciación detallada del comportamiento de la dureza para muy pequeñas profundidades de indentación, lo cual es posible mediante los modelos indicados en las ecuaciones (6) y (7), de TUCK *et al.* [2000] y PUCHI [2002], respectivamente.

Efectuando regresión lineal de la ecuación (5) por el Método de Mínimos Cuadrados se

obtienen los parámetros del modelo de MEYER que se muestran en la tabla 10. Posteriormente, al efectuar regresión no lineal de las ecuaciones (6) y (7), esto es, al definir la función objetivo de la forma

$$\varphi = \sum_{i=1}^N \left\{ \hat{H}_{C_i} - H_{C_i} \right\}^2 \quad (26)$$

y resolver el siguiente sistema de ecuaciones:

$$\frac{\partial \varphi}{\partial H_R} = 0, \quad \frac{\partial \varphi}{\partial \beta_0} = 0, \quad \frac{\partial \varphi}{\partial n} = 0, \quad (27)$$

se obtienen los parámetros correspondientes a los modelos de TUCK *et al.* y PUCHI que aparecen en la tabla 11.

Tabla 10. Parámetros del modelo de MEYER obtenidos para el substrato (7075-T6).

H_{0s} (GPa)	n
2.0	1.96

Tabla 11. Parámetros de los modelos de TUCK *et al.* [2000] y PUCHI [2002] obtenidos para el material recubierto (7075-T6 + TiN).

Modelo	H_R (GPa)	β_0	n
Tuck <i>et al.</i>	30.4	0.11	1.90
Puchi	31.5	0.09	0.67

Con los datos de las tablas 10 y 11 es posible aplicar los dos modelos de dureza compuesta (H_C) y obtener valores correspondientes a pequeñas RID a fin de evaluar la influencia del sustrato. En tal sentido, en la figura 59 se han graficado las variaciones, según datos experimentales y predichos por cada modelo, de la dureza compuesta y la del sustrato con respecto a la profundidad relativa de indentación.

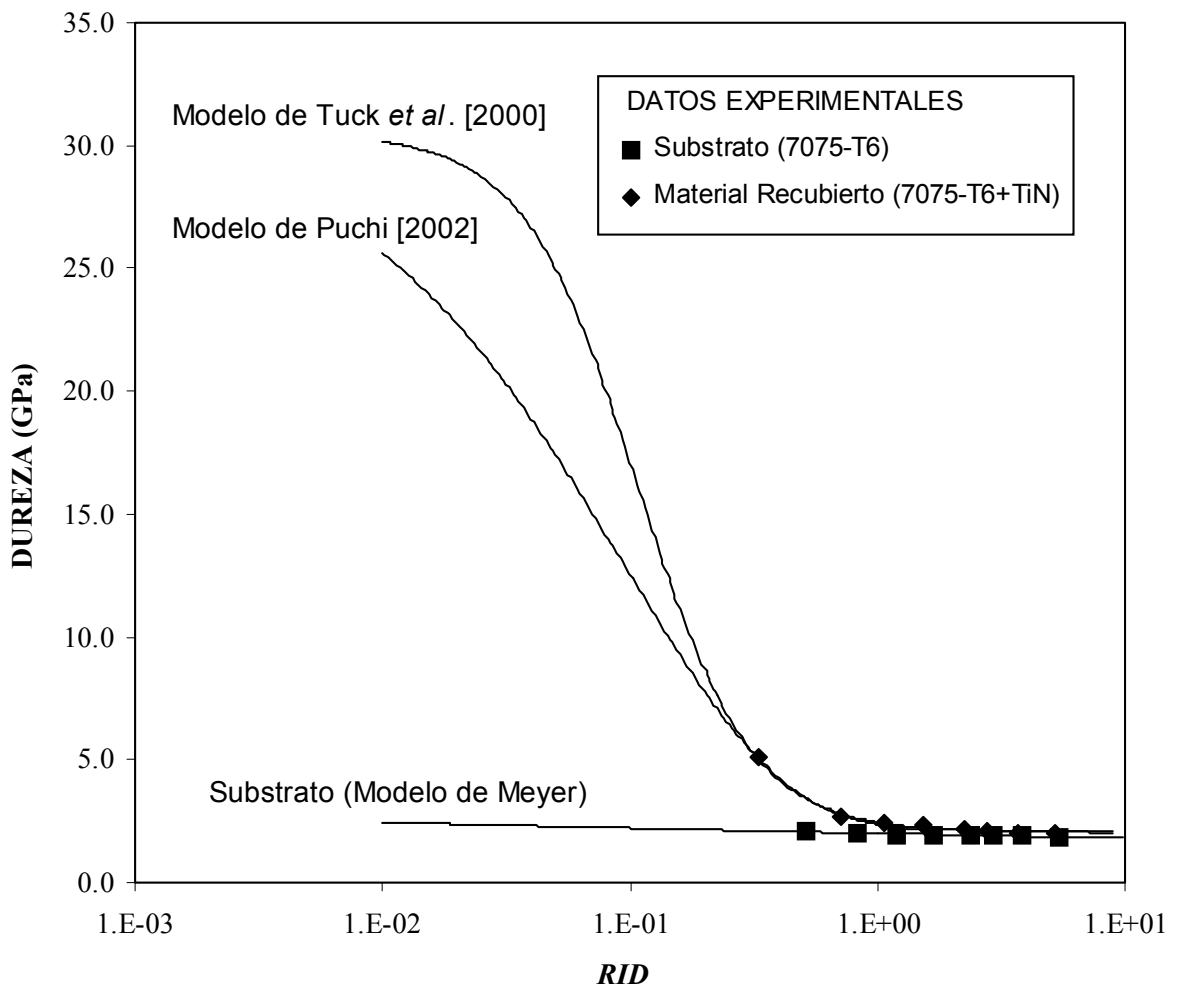


Figura 59. Variación experimental y teórica de la dureza compuesta (H_C) y de la dureza del sustrato (H_S) con la profundidad relativa de indentación (RID).

Observando la figura 59 es posible notar que tanto el modelo de TUCK *et al.* como el de PUCHI tienen una concordancia satisfactoria con los datos experimentales de H_C . También se puede notar en la figura que la influencia del sustrato predicha por cada modelo difiere de la predicha por el otro. Es así que el modelo de TUCK *et al.* predice una influencia del sustrato a partir de una RID de aproximadamente 10^{-2} , mientras que el modelo de PUCHI tiende a ubicar tal influencia por debajo de este valor. Una aplicación de este último modelo para valores de RID inferiores permite identificar la influencia del sustrato en aproximadamente 10^{-3} .

Es notoria la similitud que existe en el valor predicho de la dureza absoluta del recubrimiento de TiN, dada por H_R en la tabla 11, al ser de 30.4 y 31.5 GPa para los modelos de TUCK *et al.* y PUCHI, respectivamente. Ambos valores se aproximan a la dureza absoluta predicha por varios modelos teóricos para este recubrimiento en un trabajo previo [PUCHI 2002].

Se puede afirmar que para las cargas aplicadas H_C puede determinarse mediante los dos modelos empleados.

3.5. ESFUERZOS RESIDUALES

Con el análisis por XRD se logró hacer la medición de los esfuerzos residuales en el recubrimiento de TiN. Específicamente, el valor medido fue de -1149 ± 140 MPa. Estos esfuerzos compresivos se obtuvieron luego de un análisis en el que se utilizó la reflexión (422) del TiN, a un ángulo 2θ aproximado de 123.88° . Tal reflexión fue utilizada por

constituir el pico del mayor ángulo sin sufrir interferencia de los picos del sustrato, lo que facilita la estimación de cambios en los parámetros de red mediante la Ley de Bragg y, por ende, los esfuerzos asociados a dichos cambios (que son deformaciones) empleando relaciones esfuerzo-deformación que tienen forma similar a la ecuación (9).

Se observó un parámetro de red (a) de 0.4238 nm, que fue comparado con un valor conocido (publicado) de 0.424173 nm.

Las constantes elásticas del TiN empleadas en el cálculo de los esfuerzos residuales fueron:

$$E = 424 \text{ GPa y } \nu = 0.20.$$

Es apropiado destacar que los esfuerzos compresivos obtenidos son bajos en relación con lo que se ha reportado para el TiN en otros trabajos, tales como el de FISCHER Y OETTEL [1996], que hallaron esfuerzos residuales entre -2 y -7 GPa para este recubrimiento, o el de BERRIOS [2002] que reportó esfuerzos residuales de aproximadamente -5.7 GPa.

3.6. ENSAYOS DE TRACCIÓN (CURVAS σ - ϵ)

Las figuras 60 y 61 muestran las curvas σ - ϵ obtenidas para el sustrato y el material recubierto, respectivamente, luego de ensayar tres (3) probetas en cada una de estas condiciones. Así mismo, en las tablas 12 y 13 aparecen las propiedades estáticas o de tracción obtenidas para cada probeta del sustrato y del material recubierto y el promedio en cada una de éstas condiciones con su desviación estándar.

Tabla 12. Propiedades de tracción obtenidas para el sustrato (7075-T6).

Probeta N°	σ_y (MPa)	S_u (MPa)	σ_u (MPa)	Elongación (%)
1	545	594	651	14
2	556	601	652	13
3	541	586	640	13
Promedio	547	594	648	13
Desv. Estándar	7	8	7	1

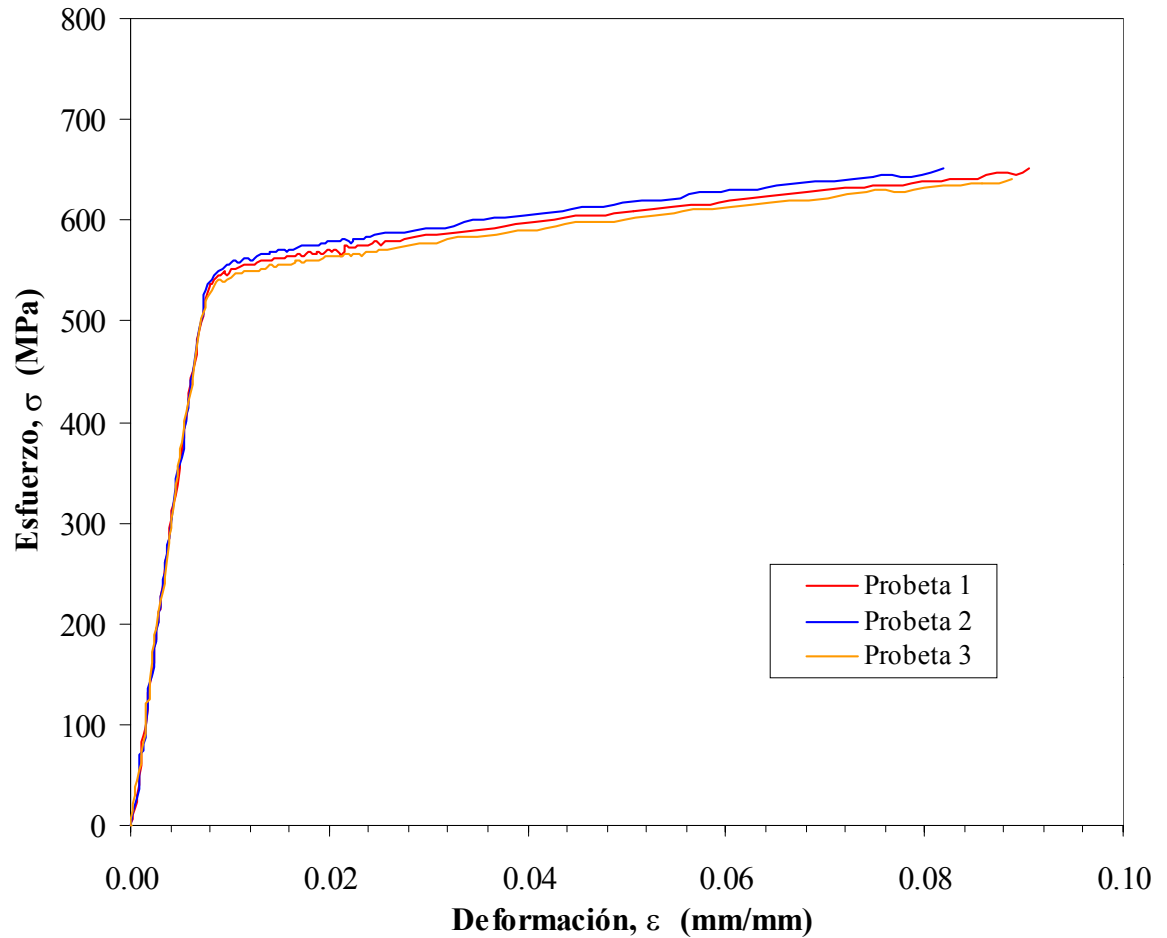
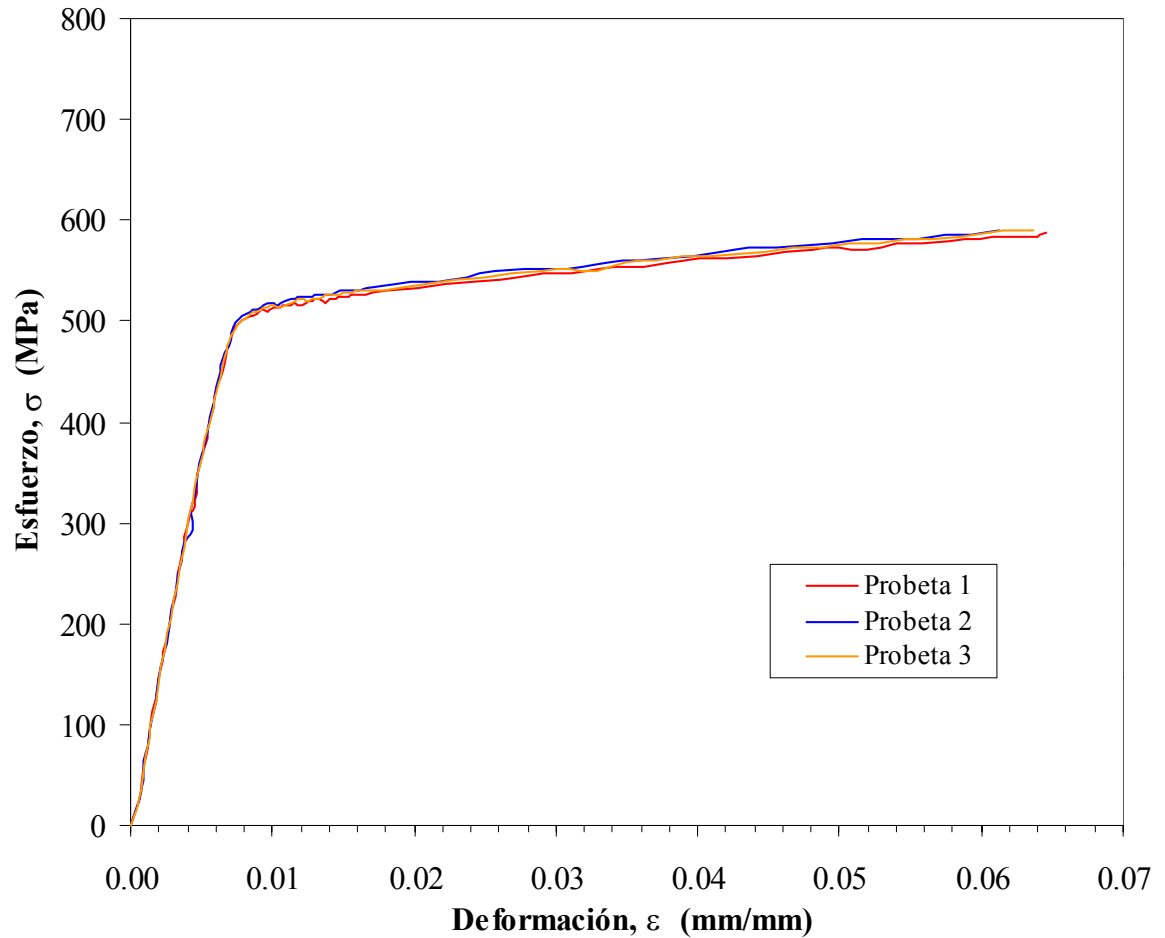


Figura 60. Curvas de esfuerzo real (σ) vs. deformación real (ϵ) de la aleación de aluminio 7075-T6 (sustrato).

Tabla 13. Propiedades de tracción obtenidas para el material recubierto (7075-T6 + TiN).

Probeta N°	σ_y (MPa)	S_u (MPa)	σ_u (MPa)	Elongación (%)
1	511	551	587	10
2	513	556	591	10
3	512	554	591	11
Promedio	512	554	590	11
Desv. Estándar	1	3	2	1

**Figura 61.** Curvas de esfuerzo real (σ) vs. deformación real (ϵ) de la aleación de aluminio 7075-T6 recubierta con TiN.

Observando las dos (2) tablas anteriores es posible notar que el esfuerzo real de fluencia a 0.2% de la deformación total (σ_y), la resistencia a la tracción (S_u), el esfuerzo real a carga máxima (σ_u) y el porcentaje de elongación del material recubierto con TiN son inferiores que en el sustrato. Estas disminuciones de las propiedades de tracción del material recubierto con relación al sustrato pueden ser estimadas mediante las siguientes expresiones:

$$\Delta' \sigma_y = \frac{\Delta \sigma_y}{\sigma_y \text{ Substrato}} = \frac{\sigma_y \text{ Material Recubierto} - \sigma_y \text{ Substrato}}{\sigma_y \text{ Substrato}} \quad (28)$$

$$\Delta' S_u = \frac{\Delta S_u}{S_u \text{ Substrato}} = \frac{S_u \text{ Material Recubierto} - S_u \text{ Substrato}}{S_u \text{ Substrato}} \quad (29)$$

$$\Delta' \sigma_u = \frac{\Delta \sigma_u}{\sigma_u \text{ Substrato}} = \frac{\sigma_u \text{ Material Recubierto} - \sigma_u \text{ Substrato}}{\sigma_u \text{ Substrato}} \quad (30)$$

$$\Delta' \text{Elongación} = \frac{\Delta \text{Elongación}}{\text{Elongación}_{\text{Substrato}}} = \frac{\text{Elongación}_{\text{Material Recubierto}} - \text{Elongación}_{\text{Substrato}}}{\text{Elongación}_{\text{Substrato}}} \quad (31)$$

donde Δ' indica variaciones relativas de los parámetros indicados. Multiplicando el resultado de estas expresiones por 100%, se obtienen los valores porcentuales que aparecen en la tabla 14.

Tabla 14. Variación relativa de las propiedades de tracción del material recubierto (7075-T6 + TiN) con respecto al sustrato (7075-T6).

$\Delta' \sigma_y$ (%)	$\Delta' S_u$ (%)	$\Delta' \sigma_u$ (%)	$\Delta' \text{Elongación}$ (%)
-6.5	-6.8	-9.0	-21.5

Las disminuciones en las propiedades de tracción señaladas en la tabla anterior también pueden apreciarse mediante una gráfica comparativa de las curvas σ - ε promedio del sustrato y del material recubierto, tal como la mostrada en la figura 62.

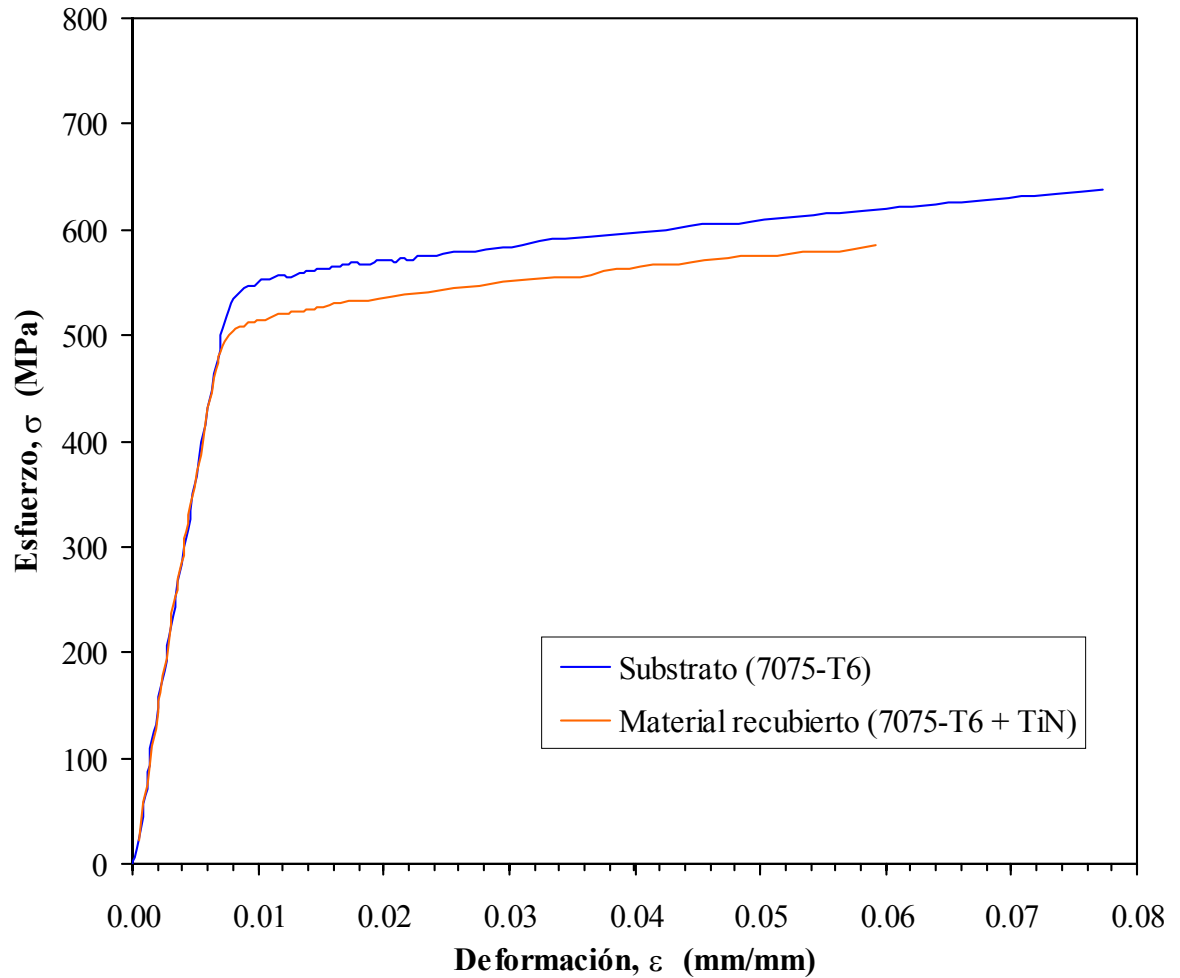


Figura 62. Comparación de las curvas σ - ε del sustrato y del material recubierto.

La figura 62 indica claramente una reducción de la zona elástica para el material recubierto, que incide directamente sobre el valor σ_y , y una reducción uniforme en su zona plástica, que indica un anticipo de la fractura y que aunada a la anterior reducción (en la zona

elástica) incide sobre los valores de S_u , σ_u y el porcentaje de elongación. Además de esto, en la figura se puede notar con facilidad la gran similitud que tienen las pendientes de las dos (2) curvas de esfuerzo-deformación. La similitud de la pendiente en la zona plástica puede interpretarse como un predominio de las propiedades del sustrato en el comportamiento mecánico del conjunto, mientras que la similitud de la pendiente en la zona elástica se podría atribuir al hecho de ignorar el módulo elástico (E) del recubrimiento por su reducido espesor.

Para verificar esto último es conveniente hacer una estimación del módulo elástico (E) del conjunto; esto es, considerando el módulo elástico del recubrimiento. Tal estimación puede hacerse mediante una expresión de la forma

$$E_{Material\ Recubierto} = (E_{Recubrimiento} * f_r) + (E_{Sustrato} * f_s), \quad (32)$$

donde f_r y f_s son, respectivamente, fracciones de área del recubrimiento y del sustrato en la sección transversal de la probeta de tracción, de manera tal que

$$f_r + f_s = 1 \quad (33)$$

Estas fracciones se obtienen mediante las siguientes expresiones:

$$f_r = \frac{A_R}{A_T} \quad (34)$$

$$f_s = \frac{A_0}{A_T} \quad (35)$$

siendo, A_0 : Área inicial de la sección transversal de la probeta (área del sustrato)

A_R : Área del recubrimiento en la sección transversal de una probeta recubierta

A_T : Área de la sección transversal de una probeta recubierta

Según la ecuación (16)

$$A_0 = \frac{\pi * D_0^2}{4},$$

en donde D_0 es el diámetro de la probeta de tracción sin recubrir (probeta de sustrato). Este diámetro se puede identificar en la figura 63, que muestra el esquema de la sección transversal de una probeta de recubierta.

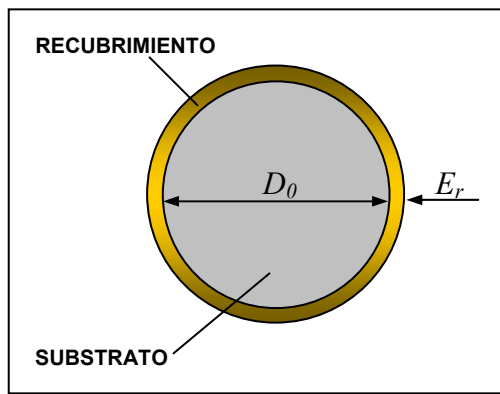


Figura 63. Esquema de la sección transversal de una probeta de tracción recubierta.

De la figura anterior se puede decir que

$$A_T = \frac{\pi * (D_0 + 2E_r)^2}{4} \quad (36)$$

$$A_R = A_T - A_S \quad (37)$$

Sabiendo que $D_0 = 6.25$ mm y $E_r = 2.6$ μ m, se tiene:

$$A_0 = 30.7307 \text{ mm}^2, \quad A_T = 30.6796 \text{ mm}^2, \quad A_R = 0.0511 \text{ mm}^2$$

Introduciendo estos valores en las ecuaciones (34) y (35), se tiene respectivamente:

$$f_r = 0.0017, \quad f_s = 0.9983$$

Sabiendo que $E_{Substrato} = 71 \text{ GPa}$ y $E_{Recubrimiento} = 424 \text{ GPa}$, de la ecuación (32) se tiene que:

$$E_{Material \text{ Re cubierto}} = 71.6 \text{ GPa}$$

Como puede notarse, el modulo elástico obtenido para el conjunto (material recubierto) es muy similar al del substrato. Esto indica que, al igual que en el comportamiento plástico, existe predominio de las propiedades del substrato en la zona elástica.

Tanto en las figuras 60 y 61 como en las tablas 12 y 13 se puede notar que para el substrato existe una desviación ligeramente mayor en la zona plástica de la curva σ - ϵ . Esto puede deberse a la influencia del recubrimiento sobre las propiedades mecánicas del conjunto.

3.7. ENSAYOS DE FATIGA Y CORROSIÓN-FATIGA

Los resultados de las mediciones efectuadas durante los ensayos de fatiga y corrosión-fatiga del substrato y del material recubierto se muestran de la tabla 15 a la 18. Estas tablas indican el esfuerzo alternante (S) aplicado a cada probeta y el número de ciclos a la fractura (N_f) medido para las mismas. Adicionalmente, para cada nivel de esfuerzo aplicado en fatiga y corrosión-fatiga se incluyen el promedio de N_f y su desviación estándar.

Aplicando logaritmo de base 10 a los datos de las tablas 15, 16, 17 y 18 se han trazado las curvas $\log S$ - $\log N_f$ correspondientes a los ensayos de fatiga y corrosión-fatiga del substrato y del material recubierto. Así pues, las figuras 64 y 65 muestran las curvas obtenidas para los ensayos realizados al aire, mientras que las figuras 66 y 67 muestran aquellas obtenidas para ensayos en NaCl al 3% (corrosión-fatiga).

Tabla 15. Resultados de los ensayos de fatiga del sustrato (7075-T6).

Probeta N°	S (MPa)	N_f (n° de ciclos)	Probeta N°	S (MPa)	N_f (n° de ciclos)
1	269	93 000	1	323	55 500
2		182 900	2		25 900
3		72 100	3		69 600
4		128 400	4		41 200
5		144 200	5		107 200
6		88 600	6		59 900
Promedio		118 200	Promedio		59 883
Desviación Estándar		41 479	Desviación Estándar		27 772
Probeta N°	S (MPa)	N_f (n° de ciclos)	Probeta N°	S (MPa)	N_f (n° de ciclos)
1	377	17 400	1	430	9 000
2		21 500	2		6 400
3		25 300	3		8 000
4		23 800	4		4 400
5		21 800	5		9 200
6		12 900	6		8 700
Promedio		20 450	Promedio		7 617
Desviación Estándar		4 560	Desviación Estándar		1 874

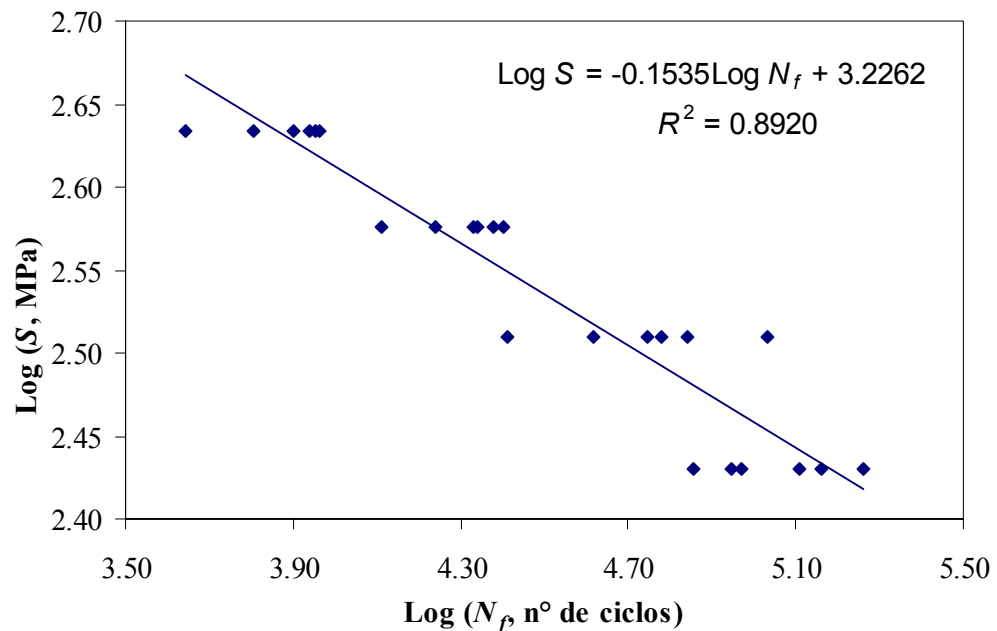


Figura 64. Curva $\log S$ - $\log N_f$ de resistencia a la fatiga del sustrato (7075-T6) ensayado al aire.

Tabla 16. Resultados de los ensayos de fatiga del material recubierto (7075-T6 + TiN).

Probeta N°	S (MPa)	N_f (n° de ciclos)	Probeta N°	S (MPa)	N_f (n° de ciclos)
1	219	590 500	1	269	136 700
2		244 400	2		87 400
3		128 900	3		106 500
4		95 000	4		92 400
5		121 000	5		47 100
6		152 200	6		133 700
Promedio		222 000	Promedio		100 633
Desviación Estándar		187 704	Desviación Estándar		33 279
Probeta N°	S (MPa)	N_f (n° de ciclos)	Probeta N°	S (MPa)	N_f (n° de ciclos)
1	323	11 900	1	377	6 300
2		25 400	2		11 000
3		16 800	3		7 900
4		22 100	4		10 900
5		21 500	5		8 200
6		19 100	6		8 700
Promedio		19 467	Promedio		8 833
Desviación Estándar		4 707	Desviación Estándar		1 826

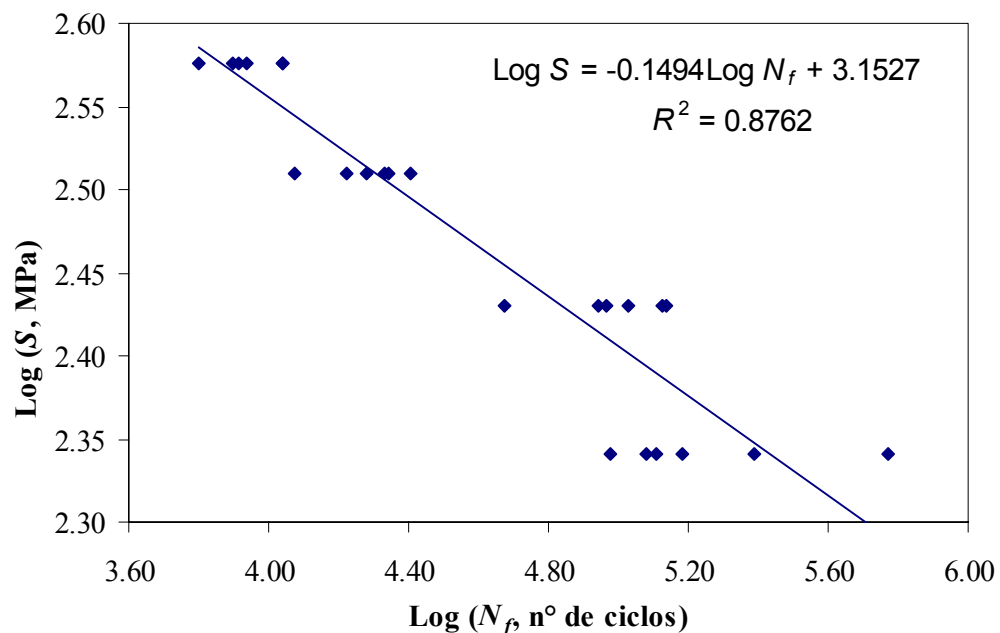
**Figura 65.** Curva $\log S$ - $\log N_f$ de resistencia a la fatiga del material recubierto (7075-T6 + TiN) ensayado al aire.

Tabla 17. Resultados de los ensayos de corrosión-fatiga del sustrato (7075-T6).

Probeta N°	S (MPa)	N_f (n° de ciclos)	Probeta N°	S (MPa)	N_f (n° de ciclos)
1	219	77 200	1	269	38 500
2		72 500	2		52 200
3		67 400	3		34 500
4		70 700	4		33 000
5		80 900	5		31 300
6		54 000	6		35 100
Promedio		70 450	Promedio		37 433
Desviación Estándar		9 369	Desviación Estándar		7 623
Probeta N°	S (MPa)	N_f (n° de ciclos)	Probeta N°	S (MPa)	N_f (n° de ciclos)
1	323	16 200	1	377	11 600
2		16 300	2		8 400
3		16 900	3		9 800
4		19 300	4		9 900
5		14 800	5		8 400
6		16 100	6		9 000
Promedio		16 600	Promedio		9 517
Desviación Estándar		1 491	Desviación Estándar		1 211

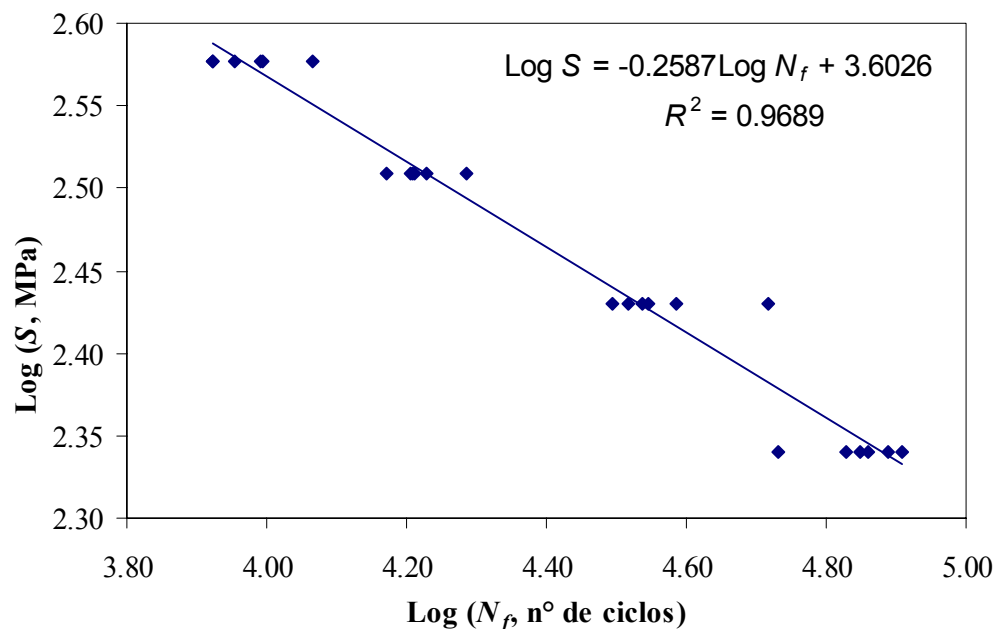


Figura 66. Curva $\log S$ - $\log N_f$ de resistencia a la fatiga del sustrato (7075-T6) ensayado en una solución de cloruro de sodio (NaCl) al 3%.

Tabla 18. Resultados de los ensayos de corrosión-fatiga del material recubierto.

Probeta N°	S (MPa)	N_f (n° de ciclos)	Probeta N°	S (MPa)	N_f (n° de ciclos)
1	166	158 900	1	219	82 200
2		131 600	2		32 200
3		90 800	3		35 300
4		104 600	4		50 700
5		120 400	5		37 200
6		128 200	6		32 600
Promedio		122 417	Promedio		45 033
Desviación Estándar		23 537	Desviación Estándar		19 436
Probeta N°	S (MPa)	N_f (n° de ciclos)	Probeta N°	S (MPa)	N_f (n° de ciclos)
1	269	17 400	1	323	6 800
2		36 700	2		7 500
3		14 400	3		7 900
4		14 600	4		10 400
5		16 500	5		6 200
6		25 100	6		7 600
Promedio		20 783	Promedio		7 733
Desviación Estándar		8 726	Desviación Estándar		1 445

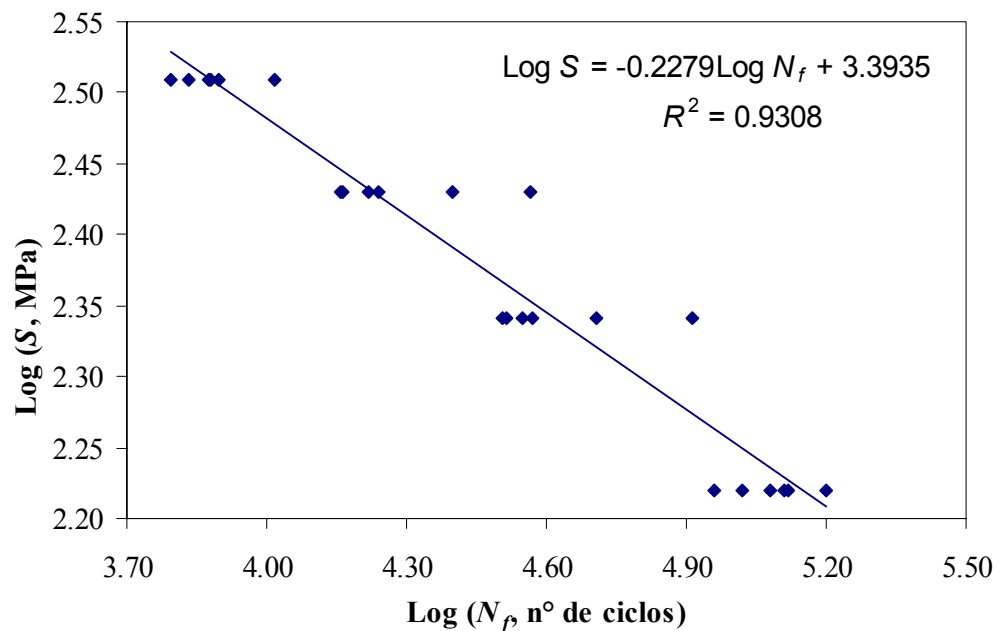


Figura 67. Curva $\log S$ - $\log N_f$ de resistencia a la fatiga del material recubierto (7075-T6 + TiN) ensayado en una solución de cloruro de sodio (NaCl) al 3%.

Las curvas mostradas desde la figura 64 hasta la 67 han sido trazadas con una tendencia lineal que facilita el análisis de regresión y, por consiguiente, la determinación de los parámetros de las ecuaciones de BASQUIN correspondientes. Cada figura incluye la ecuación de la referida línea de tendencia y el cuadrado del coeficiente de correlación (R^2) entre ésta y los datos experimentales graficados.

Mediante regresión lineal de las ecuaciones que aparecen en las figuras 64, 65, 66 y 67, cuyos valores de R^2 son aceptables, se obtienen los parámetros A y m mostrados en la tabla 19, involucrados en las correspondientes ecuaciones de BASQUIN. En esta misma tabla se muestra además la forma que tienen dichas ecuaciones.

Tabla 19. Parámetros y ecuaciones de BASQUIN correspondientes a los ensayos de fatiga y corrosión-fatiga del sustrato y del material recubierto.

Condición de Material	Medio de Ensayo	A (MPa)	m	Ecuación de BASQUIN
Substrato (7075-T6)	Aire	1683.4	0.15	$S = 1683.4 N_f^{-0.15}$
Mat. Recubierto (7075-T6 + TiN)	Aire	1421.4	0.15	$S = 1421.4 N_f^{-0.15}$
Substrato (7075-T6)	3% NaCl	4005.4	0.26	$S = 4005.4 N_f^{-0.26}$
Mat. Recubierto (7075-T6 + TiN)	3% NaCl	2474.4	0.23	$S = 2474.4 N_f^{-0.23}$

Para facilitar la descripción del comportamiento a la fatiga y corrosión-fatiga mediante los parámetros señalados en la tabla anterior, en la figura 68 se puede apreciar una gráfica comparativa de las curvas $\log S$ - $\log N_f$ obtenidas para el sustrato y el material recubierto.

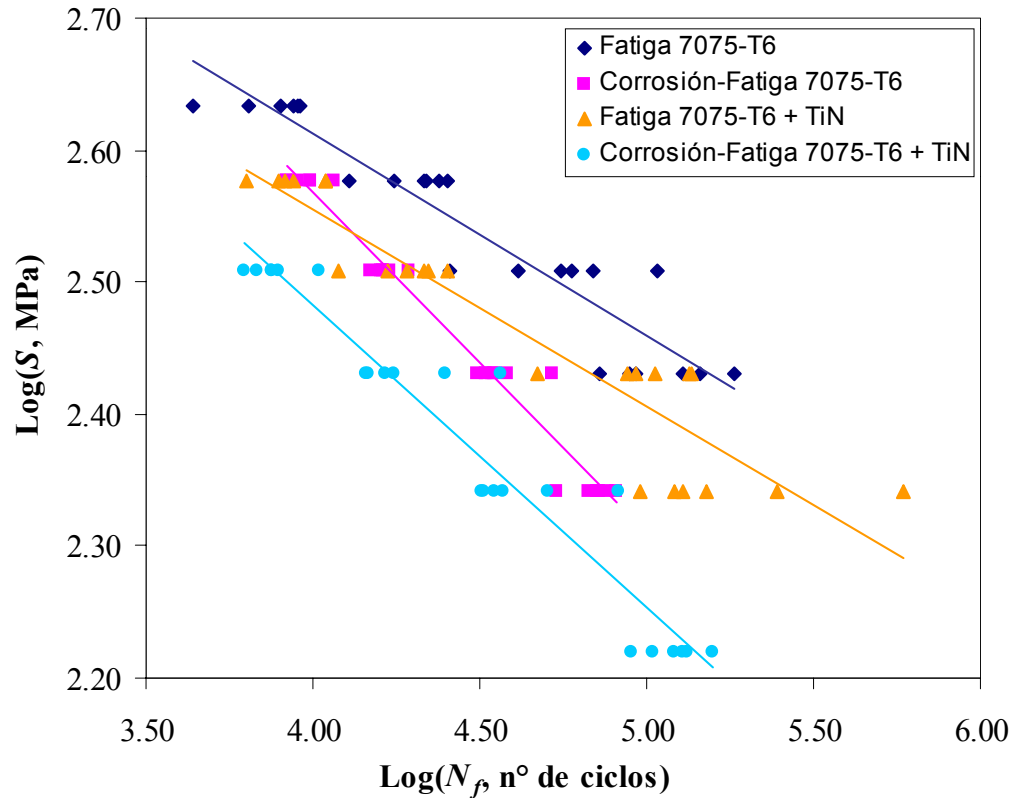


Figura 68. Comparación de las curvas $\log S$ - $\log N_f$ de resistencia a la fatiga y a la corrosión-fatiga obtenidas para el sustrato y el material recubierto.

Al observar la figura anterior se puede notar que para tres niveles de esfuerzo comunes, específicamente de 269, 323 y 377 MPa, las curvas de fatiga y corrosión-fatiga del sustrato son diferentes; de hecho, esta última indica una reducción en la vida a la fatiga del sustrato cuando es ensayado en NaCl al 3%. Adicionalmente se aprecia una disminución (algebraica) en la pendiente de la curva de corrosión-fatiga del sustrato con relación a su curva de fatiga, que se hace muy clara al revisar el parámetro m en la tabla 19, lo cual evidencia el efecto de la corrosión, que se incrementa a medida que aumenta la duración de los ensayos, como ocurre para bajos niveles de esfuerzo. Esto se puede corroborar

observando en la figura que para el esfuerzo más bajo la dispersión de los datos es menor, mientras que en los ensayos que se realizan al aire típicamente sucede lo contrario.

En cuanto a las curvas del material recubierto (7075-T6 + TiN) la figura 68 permite apreciar reducciones en la vida a la fatiga al aire y en el medio corrosivo, que pueden ser estimadas a partir de las ecuaciones de BASQUIN que aparecen en la tabla 19 y de las mediciones experimentales efectuadas. Para estimar las reducciones en la vida a la fatiga se utiliza una expresión similar a las ecuaciones (28), (29), (30) y (31), que sirvieron para estimar la variación de las propiedades de tracción del material recubierto con relación a las del sustrato. Así se tiene:

$$\text{Reducción (\%)} = \frac{N_{f_{\text{Material Recubierto}}} - N_{f_{\text{Sustrato}}}}{N_{f_{\text{Sustrato}}}} * 100\%, \quad (38)$$

donde N_f , tanto para el sustrato como para el material recubierto, se obtiene despejando de la ecuación de BASQUIN, quedando de la forma

$$N_f = \left(\frac{A}{S} \right)^{1/m} \quad (39)$$

Sustituyendo las constantes A y m para cada condición de material y los valores de S y N_f medidos experimentalmente en los ensayos de fatiga y corrosión-fatiga, se obtienen los porcentajes de reducción en la vida a la fatiga para ambos medios a varios esfuerzos aplicados en común. Una gráfica de estos porcentajes de reducción se puede apreciar en la figura 69. En esta se puede notar que para los ensayos de fatiga la reducción varió entre un 55% para 269 MPa y un 58% para 377 MPa, mientras que para los ensayos de corrosión-fatiga varió entre un 45% para 219 MPa y un 55% para 323 MPa.

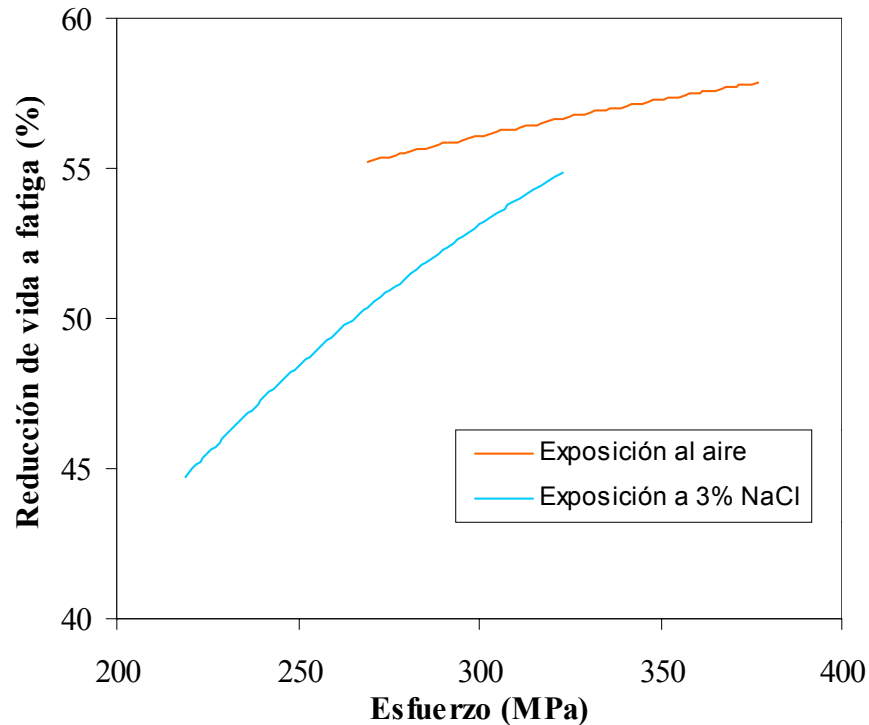


Figura 69. Reducción de vida a la fatiga al aire y en un medio corrosivo del material recubierto con respecto al sustrato.

Observando en la figura 68 la curva de fatiga al aire del material recubierto, se nota que puede distinguirse que la misma tiene igual pendiente que la curva obtenida (al aire) para el sustrato. Esto se identifica plenamente en la tabla 19 donde m es igual para ambas curvas. Tal apreciación puede interpretarse como una marcada influencia del sustrato en el comportamiento a la fatiga del conjunto.

La curva de corrosión-fatiga del material recubierto (figura 68) exhibe un comportamiento similar a la de corrosión-fatiga del sustrato, puesto que presenta una disminución (algebraica) en la pendiente con relación a su curva de fatiga al aire, evidenciando el efecto de la corrosión, que es más pronunciado a bajos niveles de esfuerzo. Sin embargo, a

diferencia de las correspondientes a los ensayos al aire, éstas no tienen igual pendiente. La pendiente de la curva de corrosión-fatiga del material recubierto es ligeramente mayor que la de corrosión-fatiga del sustrato, lo que indica un mejor comportamiento del conjunto para bajos esfuerzos en este tipo de ensayo. Teniendo en cuenta que para estos esfuerzos aumenta el efecto de la corrosión y que ésta última actúa a partir de la superficie del material, es posible atribuir la mejoría en el comportamiento a la corrosión-fatiga al recubrimiento de TiN depositado. En base a esto el recubrimiento de TiN debe ser más resistente a la corrosión que la aleación de aluminio 7075-T6.

3.8. MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO (SEM)

3.8.1. CARACTERIZACIÓN MORFOLÓGICA DEL RECUBRIMIENTO

Identificando las características morfológicas del recubrimiento (R) en la figura 70 se tiene la pared lateral del mismo vista en una probeta de fatiga. En dicha figura se nota una delaminación del recubrimiento (DLR).

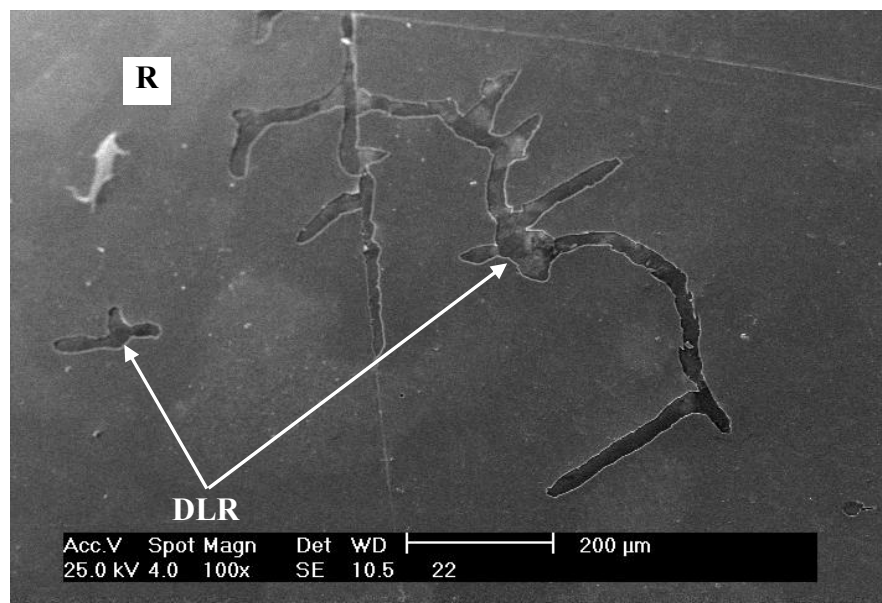


Figura 70. Falta de recubrimiento en una probeta de fatiga luego de la deposición.

Para identificar mejor la delaminación del recubrimiento la figura 71 exhibe la ampliación de un detalle de la misma. Se puede ver una región del sustrato (S) expuesta debido a la delaminación del recubrimiento. También puede verse que los bordes de la discontinuidad son agudos.

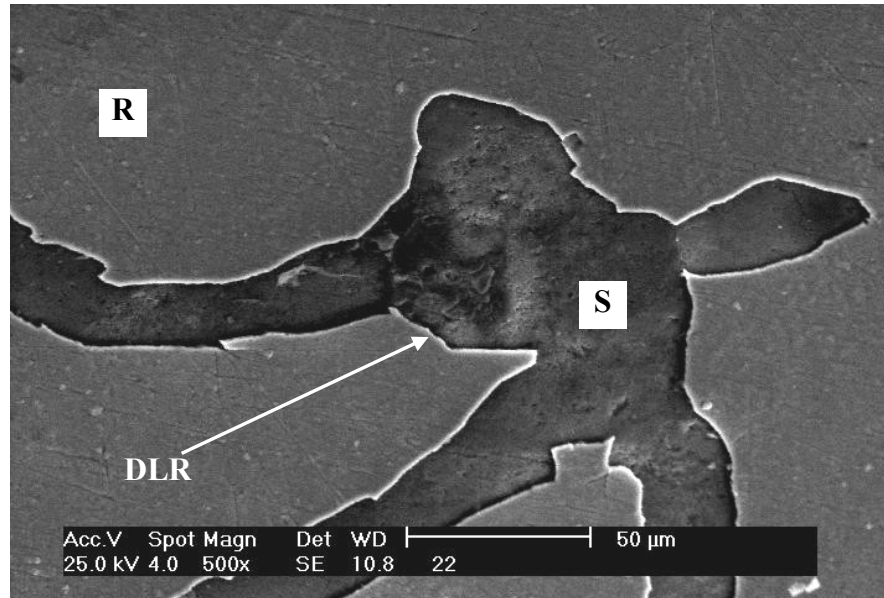


Figura 71. Detalle de la falta de recubrimiento en una probeta de fatiga luego de la deposición.

Por sus características la delaminación del recubrimiento encontrada influye en las propiedades mecánicas del conjunto (sustrato-recubrimiento).

Otra vista de la morfología del recubrimiento se puede apreciar en la figura 72 que muestra la pared lateral de otra probeta de fatiga. En ella resalta la presencia de una gran cantidad de discontinuidades. Así pues, se pueden observar una serie de porosidades (P) y pequeños aglomerados de partículas del recubrimiento (APR) sobrepuestos. La figura 73 muestra un detalle ampliado de las referidas discontinuidades. Esta observación es de suma

importancia puesto que permite dar por sentado el hecho de que las discontinuidades se presentan como consecuencia del proceso de deposición.

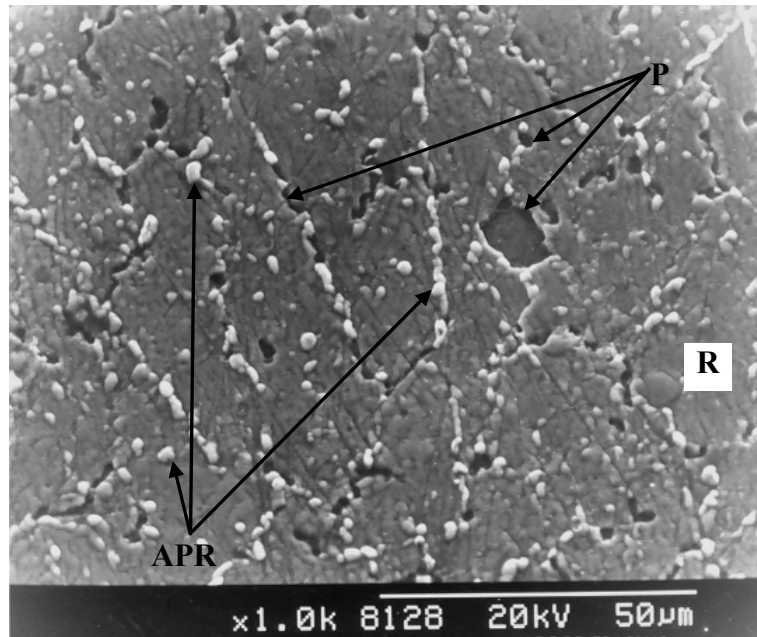


Figura 72. Pared de recubrimiento de una probeta de fatiga luego de la deposición.

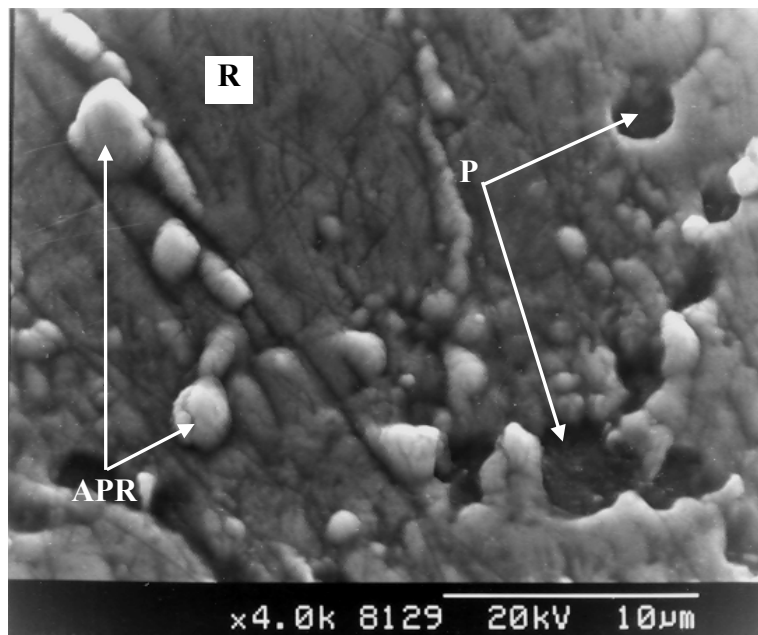


Figura 73. Detalle de la pared de recubrimiento de una probeta de fatiga luego de la deposición.

En las figuras 74 y 75 aparecen las paredes de recubrimiento de las dos probetas de tracción examinadas luego de la deposición, las cuales se han identificado como T1 y T2 para facilitar su distinción. En ambas existen una serie de discontinuidades en forma de rayas que en su mayoría tienen una orientación preferencial.

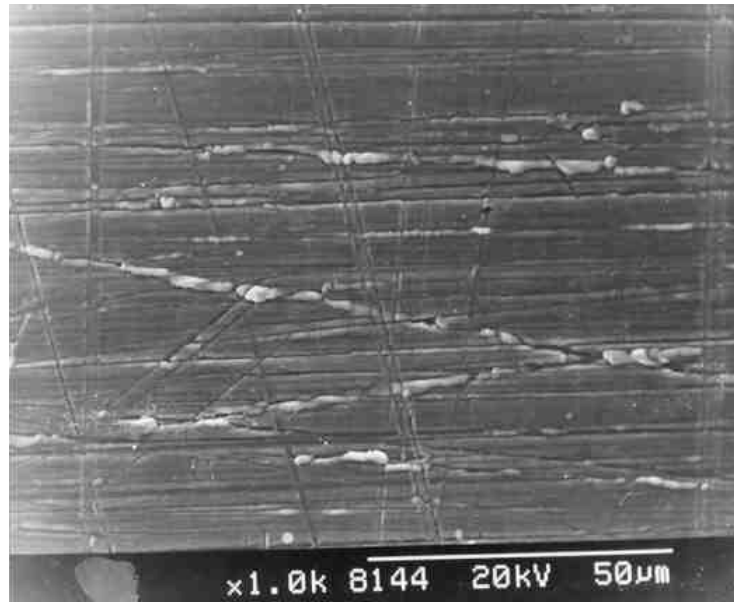


Figura 74. Pared de recubrimiento de la probeta de tracción T1 luego de la deposición.

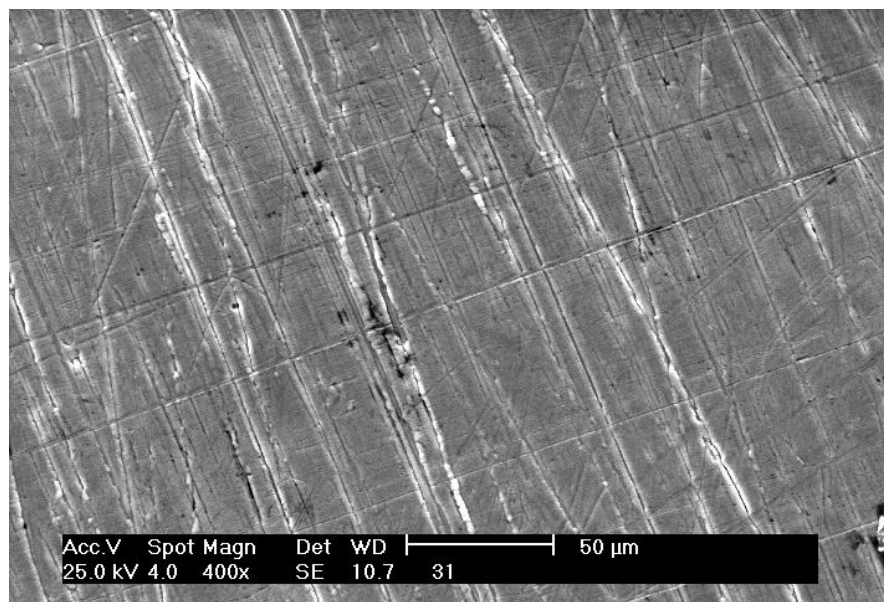


Figura 75. Pared de recubrimiento de la probeta de tracción T2 luego de la deposición.

Una mejor identificación de las discontinuidades encontradas en las probetas de tracción se puede hacer observando detalles ampliados de ambas en las figuras 76 y 77.

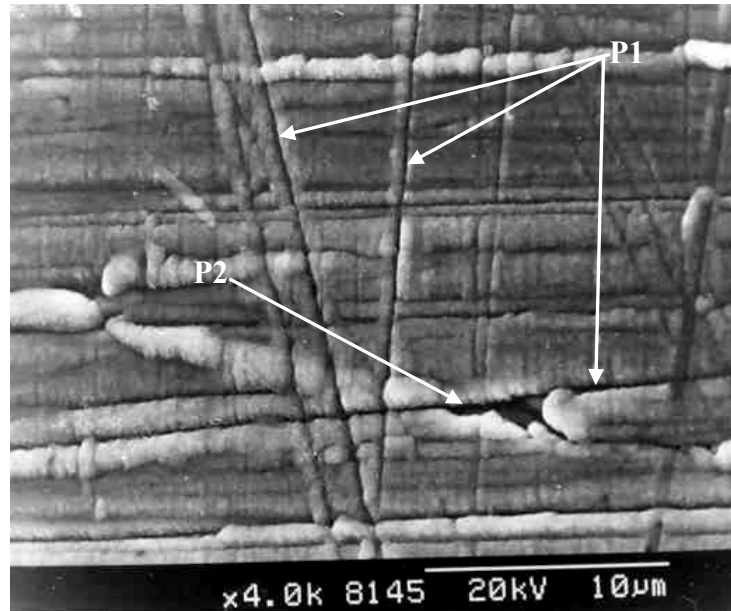


Figura 76. Detalle de la pared de recubrimiento de la probeta de tracción T1 luego de la deposición.

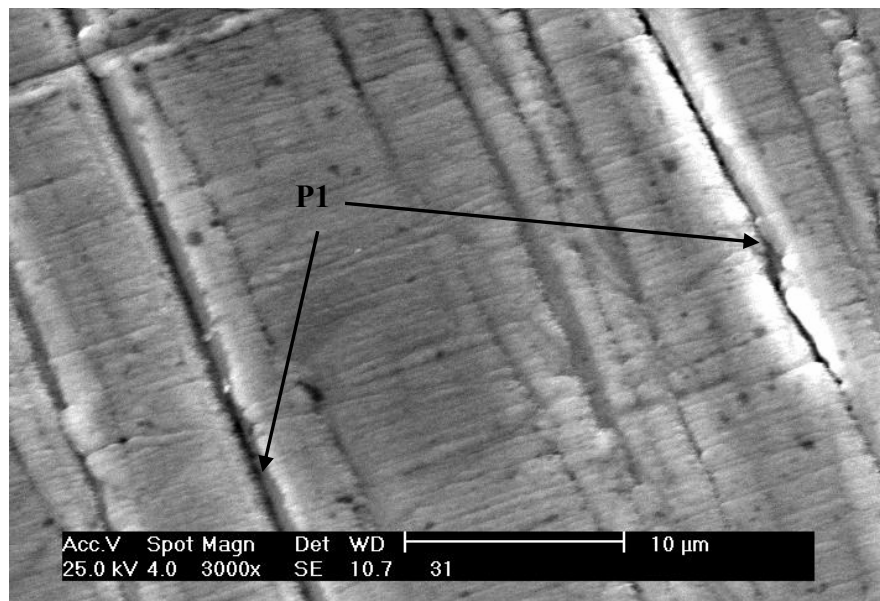


Figura 77. Detalle de la pared de recubrimiento de la probeta de tracción T2 luego de la deposición.

Mediante las figuras 76 y 77 se evidencia la presencia de porosidades (P) en el recubrimiento de las probetas de tracción, que tienen principalmente forma de canales (P1); aunque en una de las figuras se aprecia un agujero (P2).

El predominio de canales con orientación preferencial en las paredes de recubrimiento de las probetas de tracción puede atribuirse al acabado superficial de las mismas. Esto debido a que, a diferencia de las probetas de fatiga, no fueron pulidas para reducir su rugosidad promedio (*Ra*).

Las discontinuidades encontradas al estudiar las paredes laterales de recubrimiento se pueden corroborar al observar en las figuras 78 a la 82 varios detalles del corte longitudinal de una de las muestras de fatiga sin ensayar. Tales figuras indican diferentes discontinuidades halladas en el conjunto substrato-recubrimiento de la muestra referida luego de la deposición.

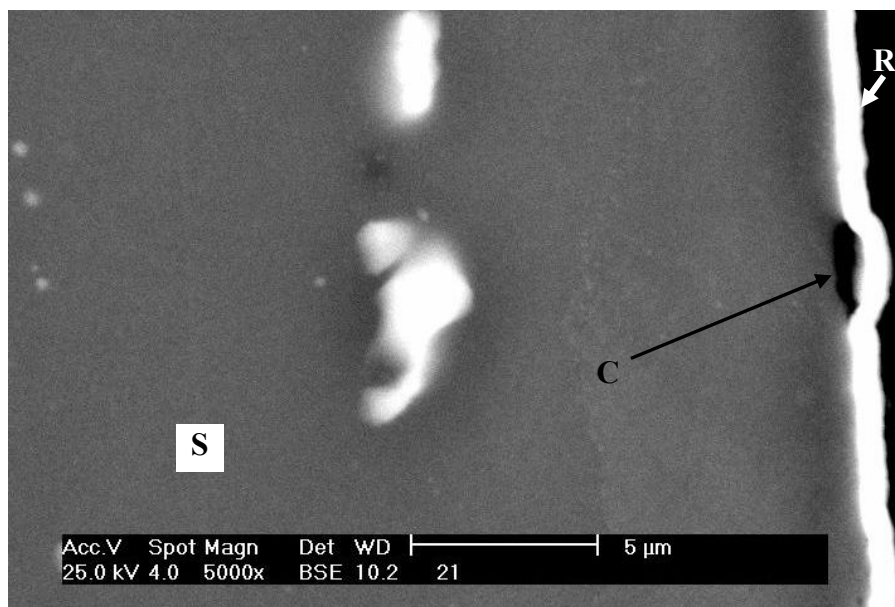


Figura 78. Cavidad (C) en la intercara de una probeta de fatiga luego de la deposición.

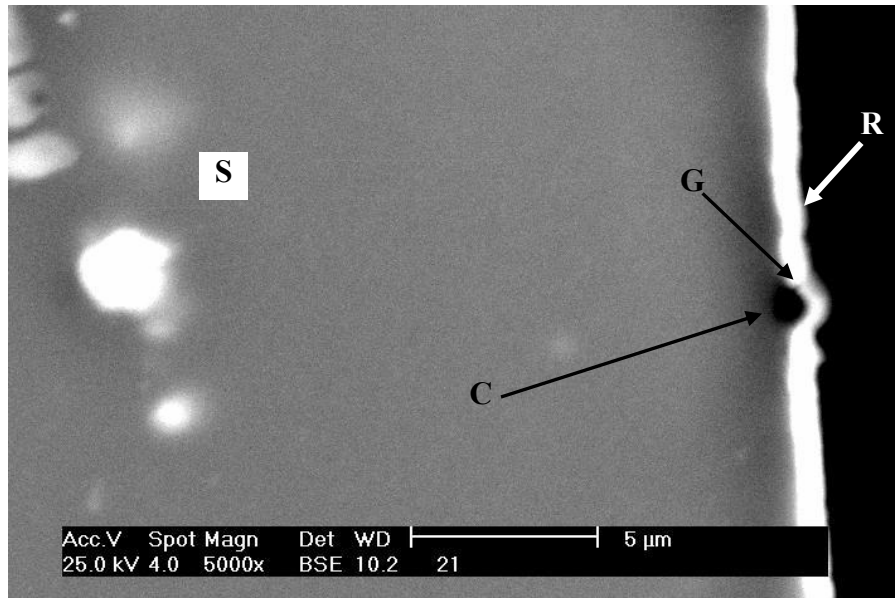


Figura 79. Pequeña grieta en el recubrimiento de una probeta de fatiga y cavidad en su intercara luego de la deposición.

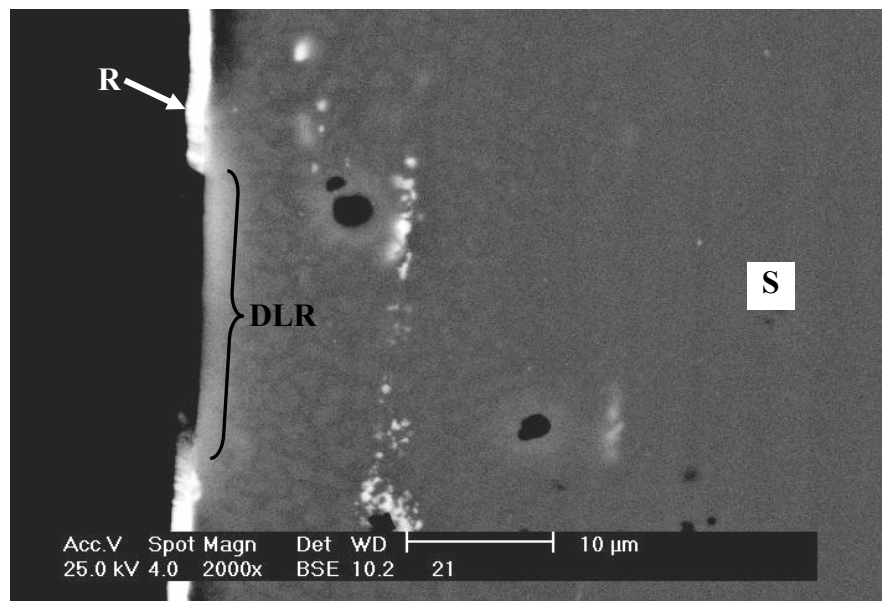


Figura 80. Delaminación del recubrimiento en una probeta de fatiga luego de la deposición.

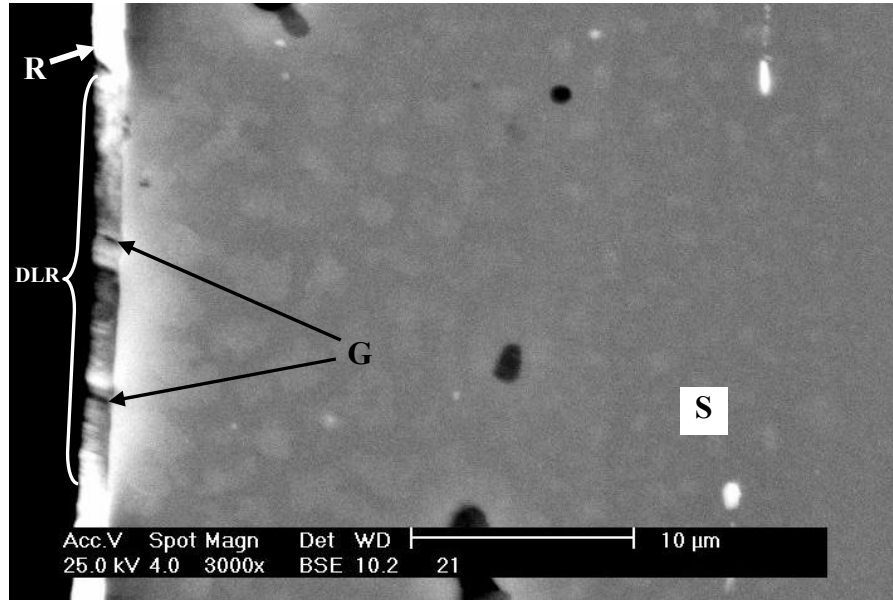


Figura 81. Grietas en el recubrimiento y delaminación del mismo en una probeta de fatiga luego de la deposición.

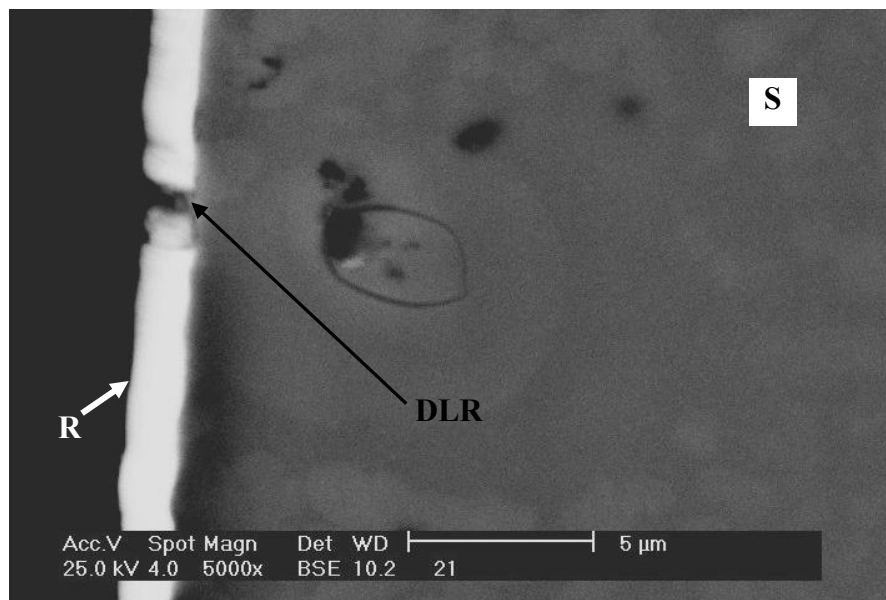


Figura 82. Detalle de delaminación del recubrimiento en una probeta de fatiga luego de la deposición.

3.8.2. ESTUDIO FRACTOGRÁFICO

Para facilitar la presentación y discusión de los resultados del estudio mediante Microscopia Electrónica de Barrido (SEM), se han identificado las cuatro (4) probetas de material recubierto (7075-T6 + TiN) examinadas de la siguiente manera:

- Probeta N° 1: Evaluada al nivel de esfuerzo más bajo de los ensayos de fatiga al aire.
- Probeta N° 2: Evaluada al nivel de esfuerzo más alto de los ensayos de fatiga al aire.
- Probeta N° 3: Evaluada al nivel de esfuerzo más bajo de los ensayos de corrosión-fatiga.
- Probeta N° 4: Evaluada al nivel de esfuerzo más alto de los ensayos de corrosión-fatiga.

En la figura 83 se puede apreciar la superficie de fractura de la probeta N° 1, observándose un único inicio de grieta (O), una gran región de propagación o avance de grieta (AG) y una región de fractura por sobrecarga (FS) que culmina en un labio de corte (LC).

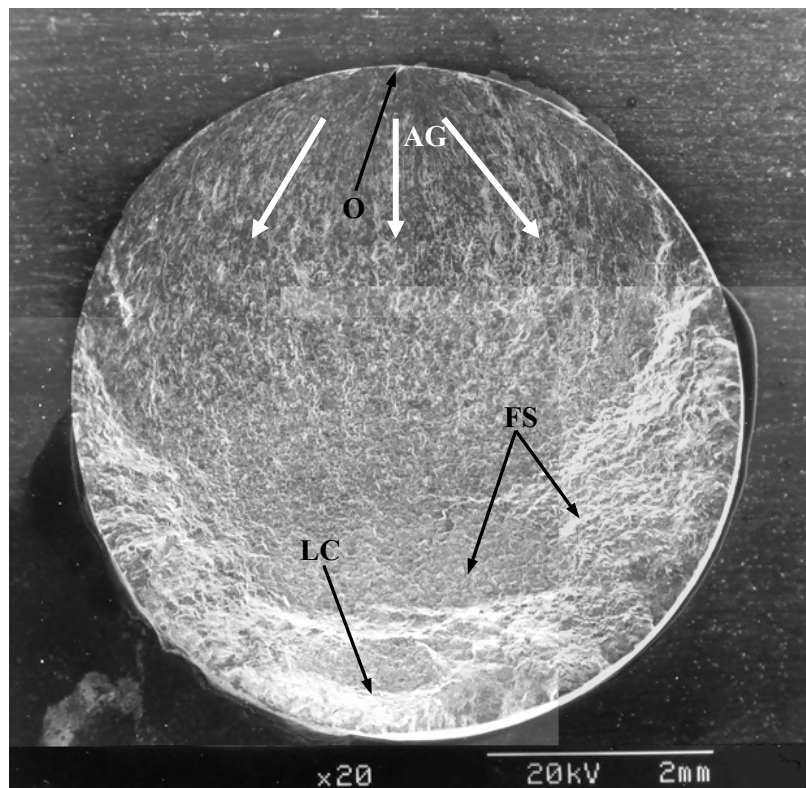


Figura 83. Superficie de fractura de la probeta N° 1 ($S = 219$ MPa, $N_f = 244400$ ciclos).

La figura 84 permite apreciar con mayor claridad el inicio (O) y la dirección del avance de grieta (AG) en la probeta N° 1.



Figura 84. Inicio de grieta en superficie de fractura de la probeta N° 1
($S = 219 \text{ MPa}$, $N_f = 244400$ ciclos).

Ampliando aún más el inicio de grieta de la probeta N° 1, en las figuras 85 y 86 se puede apreciar junto a éste (a la derecha) una parte del recubrimiento (R) de TiN agrietado.

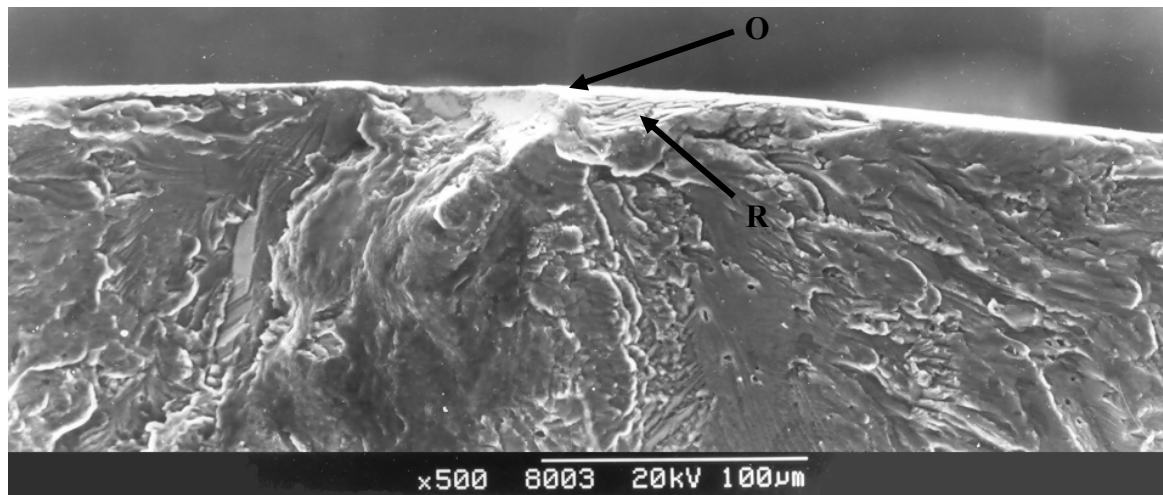


Figura 85. Ampliación del inicio de grieta en superficie de fractura de la probeta N° 1.

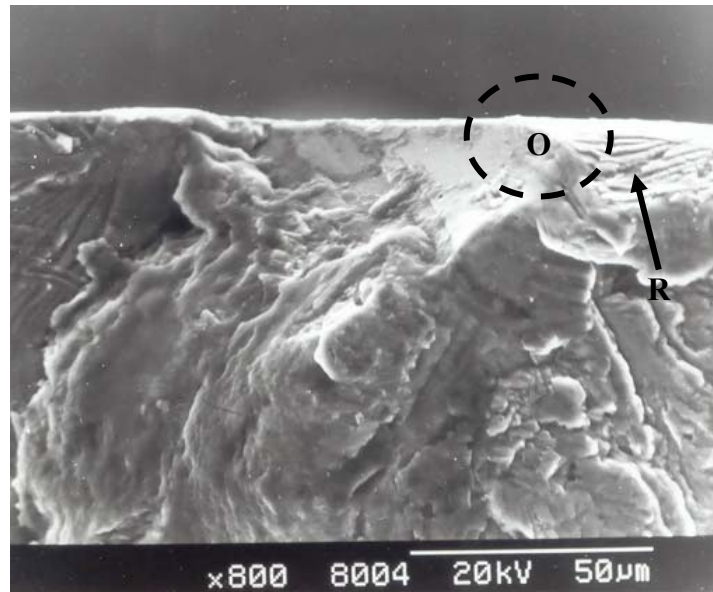


Figura 86. Detalle del inicio de grieta en superficie de fractura de la probeta N° 1

La figura 87 muestra con claridad el recubrimiento de TiN en la cercanía al inicio de grieta de la Probeta N° 1. Este se distingue del sustrato (S) y se nota bastante agrietado.

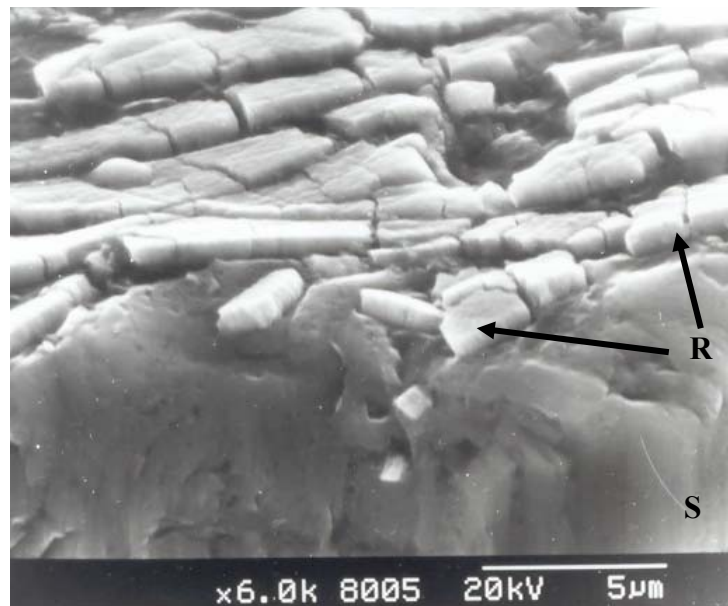


Figura 87. Detalle del recubrimiento cercano al inicio de grieta en superficie de fractura de la probeta N° 1 ($S = 219$ MPa, $N_f = 244400$ ciclos).

Otra parte del recubrimiento (R) se aprecia en la figura 88, que muestra la pared lateral cercana a la superficie de fractura (SF), que es parte de la sección calibrada de la probeta.

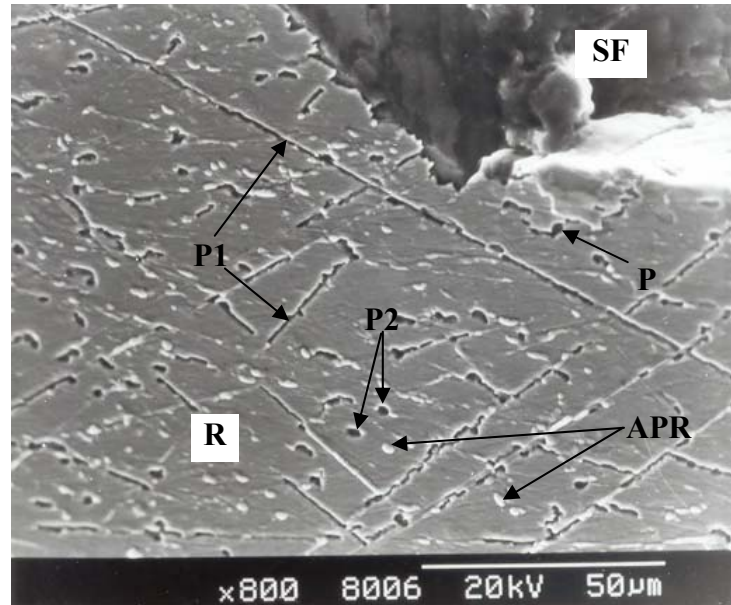


Figura 88. Pared de recubrimiento cercana a la superficie de fractura de la probeta N° 1
($S = 219$ MPa, $N_f = 244400$ ciclos).

La pared de recubrimiento mostrada en la figura 88 exhibe una serie de discontinuidades similares a las encontradas previamente al caracterizar la morfología del recubrimiento sobre una probeta de fatiga (figura 72). Pueden observarse porosidades (P), en forma de canales (P1) y agujeros (P2), y pequeños aglomerados de partículas del recubrimiento (APR) sobrepuestos. Teniendo en cuenta que estas discontinuidades se deben al proceso de deposición, la región de recubrimiento agrietado que se observó cerca del inicio (figura 87) se puede atribuir a la fractura por fatiga, que tal como se puede ver en la figura 89 está claramente diferenciada del resto del recubrimiento.

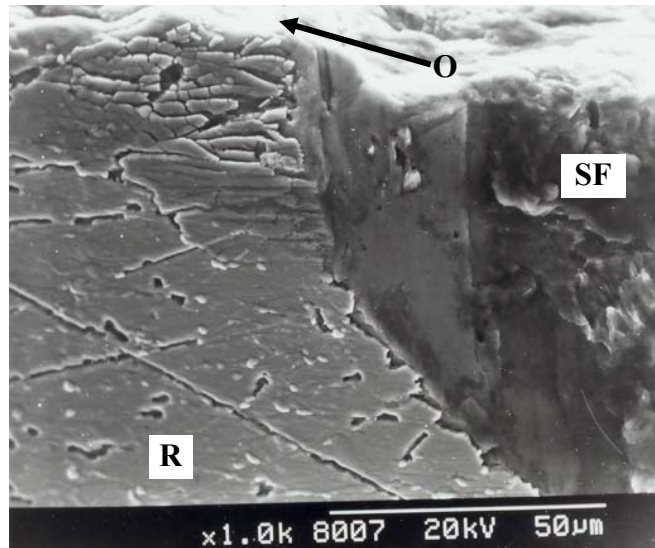


Figura 89. Pared de recubrimiento cercana al inicio de grieta en la probeta N° 1

($S = 219$ MPa, $N_f = 244400$ ciclos).

Una observación muy cercana del referido recubrimiento agrietado en la figura 90 facilita la visualización de su estructura columnar. Esta fotografía fue tomada sobre la pared de recubrimiento cercana a la superficie de fractura, con una inclinación de aproximadamente 60° . En ella se puede apreciar además la adherencia del recubrimiento (R) al substrato (S), pese a encontrarse bastante agrietado en una pequeña región circundante (ver figura 87).

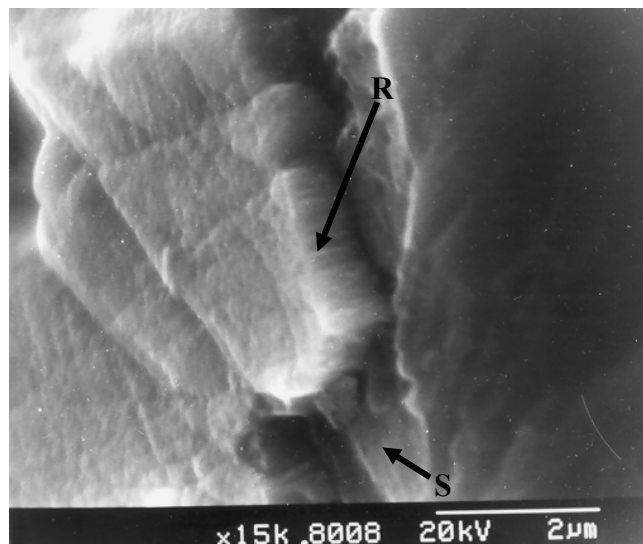


Figura 90. Estructura columnar del recubrimiento de TiN agrietado en la probeta N° 1.

La figura 91 muestra la superficie de fractura de la probeta N° 2. A diferencia de la N° 1, esta probeta presenta múltiples inicios de grietas, que pueden ser agrupados mediante dos frentes de avance (AG) principales, que son claramente visibles. De esta manera, del lado izquierdo de la superficie de fractura se puede apreciar un frente de grieta creado a partir de los inicios O_1 , O_2 , O_3 y O_4 y de la región A , en la cual existen múltiples inicios y pequeños escalones de clivaje; mientras que del lado derecho los inicios O_5 , O_6 y O_7 originaron un segundo frente. La confluencia de ambos frentes de grietas ocasionó el escalón de clivaje (EC) indicado en la figura y creó una región común de fractura por sobrecarga (FS) seguida de un labio de corte (LC).

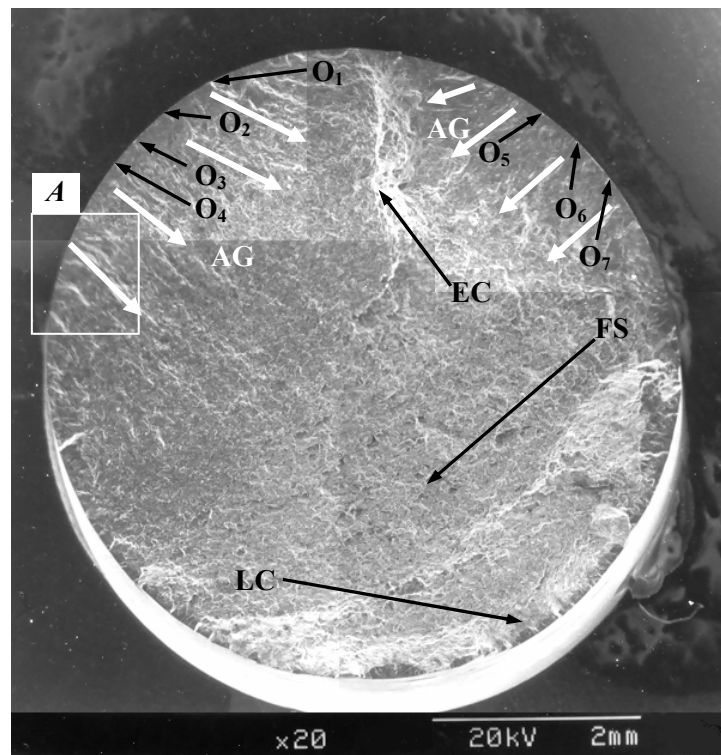


Figura 91. Superficie de fractura de la probeta N° 2 ($S = 377$ MPa, $N_f = 8700$ ciclos).

La existencia de múltiples inicios en la superficie de fractura de la probeta N° 2 es consistente con la fractura por fatiga a un alto nivel de esfuerzo.

Ampliaciones del inicio O_1 y del escalón de clivaje (EC) mostrados en la figura anterior se pueden observar en las figuras 92 y 93, respectivamente.

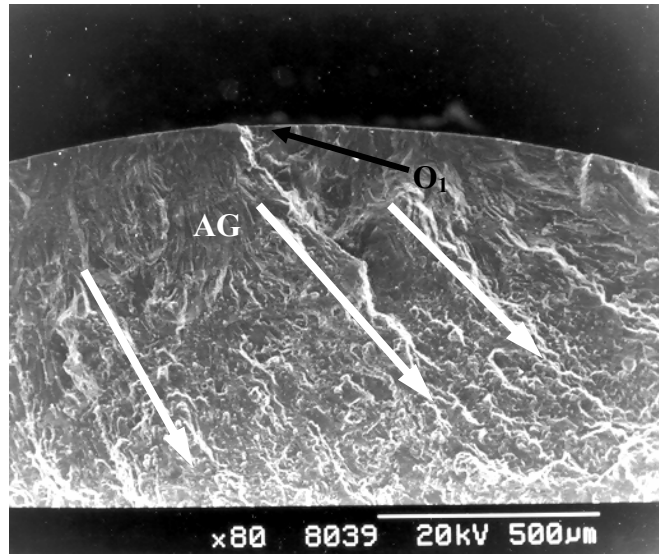


Figura 92. Inicio de grieta O_1 en superficie de fractura de la probeta N° 2
($S = 377$ MPa, $N_f = 8700$ ciclos).

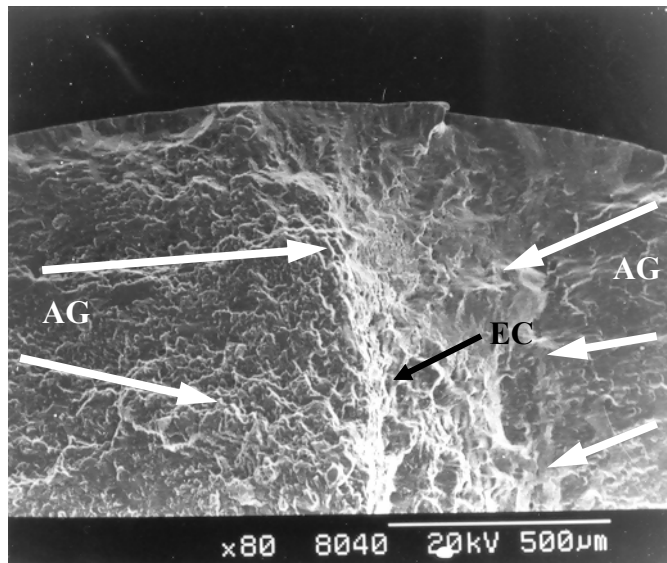


Figura 93. Escalón de clivaje en superficie de fractura de la probeta N° 2
($S = 377$ MPa, $N_f = 8700$ ciclos).

En la cercanía al escalón de clivaje de la probeta N° 2 la pared de recubrimiento presentó grietas (G) significativas de tipo primario, tal como se muestran en la figura 94. Ésta pared al igual que la observada en la probeta N° 1 no es uniforme, pues en ella se aprecian pequeñas discontinuidades.

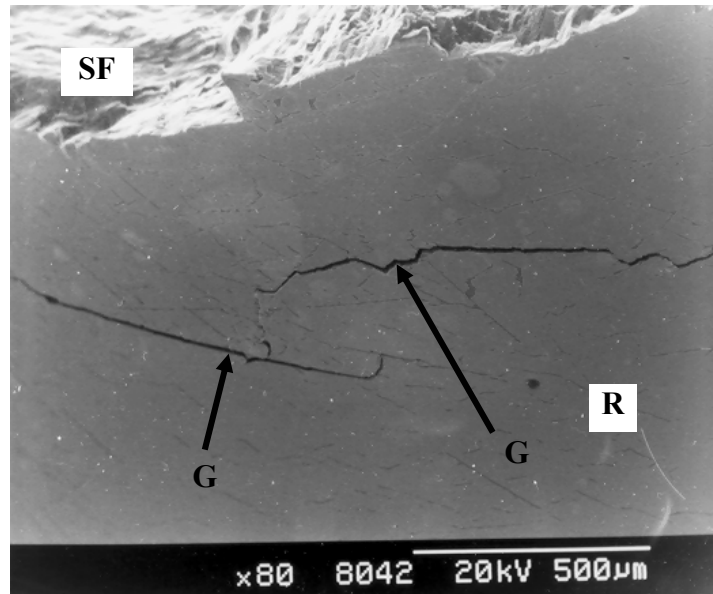


Figura 94. Pared de recubrimiento cercana al escalón de clivaje de la probeta N° 2
($S = 377$ MPa, $N_f = 8700$ ciclos).

Para poder apreciar mejor las discontinuidades mencionadas y la penetración de las grietas (G) encontradas, en la figura 95 aparece la ampliación de una pequeña región de la pared. Nuevamente se encuentran porosidades (P). La grieta atraviesa el recubrimiento, que se mantiene adherido, y penetra el sustrato.

Examinando las probetas de los ensayos de corrosión-fatiga, se tiene la superficie de fractura de la probeta N° 3 en la figura 96. En tal superficie de fractura se evidencia principalmente un único inicio de grieta (O), el avance de dicha grieta (AG), una zona de

sobrecarga y un labio de corte (LC). Además de esto se observan pequeñas zonas oscuras que indican productos de corrosión (PC).

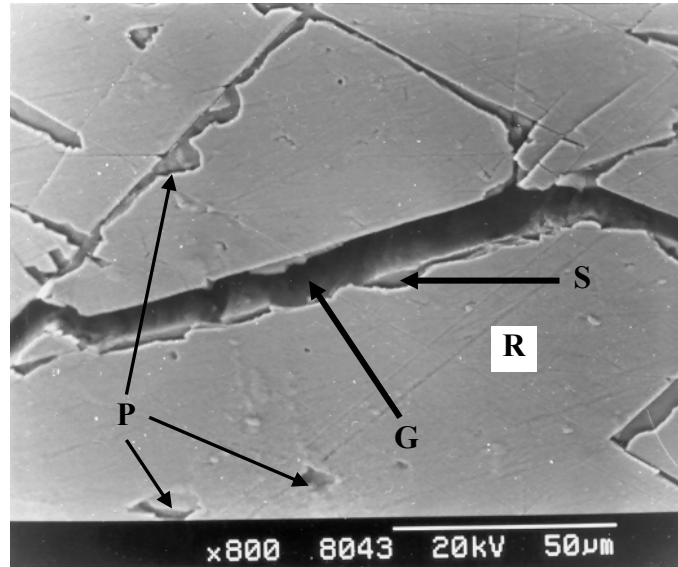


Figura 95. Detalle de grieta en la pared de recubrimiento cercana al escalón de clivaje de la probeta N° 2 ($S = 377$ MPa, $N_f = 8700$ ciclos).

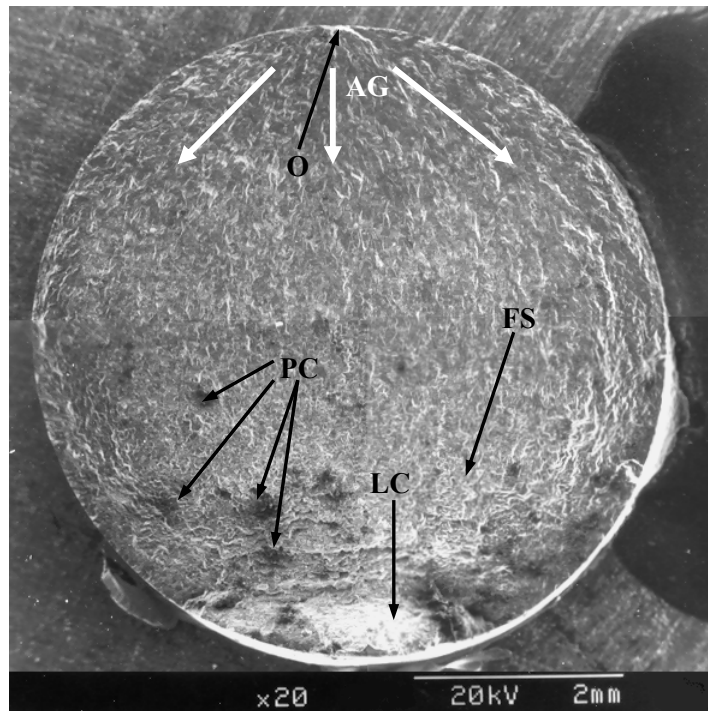


Figura 96. Superficie de fractura de la probeta N° 3 ($S = 166$ MPa, $N_f = 120400$ ciclos).

La superficie de fractura de la probeta N° 1 es muy similar a la de la probeta N° 3, de hecho, fundamentalmente se diferencian en los productos de corrosión encontrados en esta última y en la amplitud de la zona de sobrecarga en cada una. Teniendo en cuenta esto resulta probable intuir un efecto reducido de la corrosión y, por ende un comportamiento favorable del recubrimiento frente a la misma. Sin embargo, esto pierde fundamento al tener en cuenta que el esfuerzo de aplicado a la probeta N° 3 fue aproximadamente un 76% del aplicado a la probeta N° 1 y, pese a ello, falló casi a la mitad de ciclos que ésta última. Pierde aún más fundamento al observar productos de corrosión (PC) en la ampliación del inicio de grieta mostrada en la figura 97. Este inicio de grieta aparece manchado, indicando acción corrosiva por exposición.

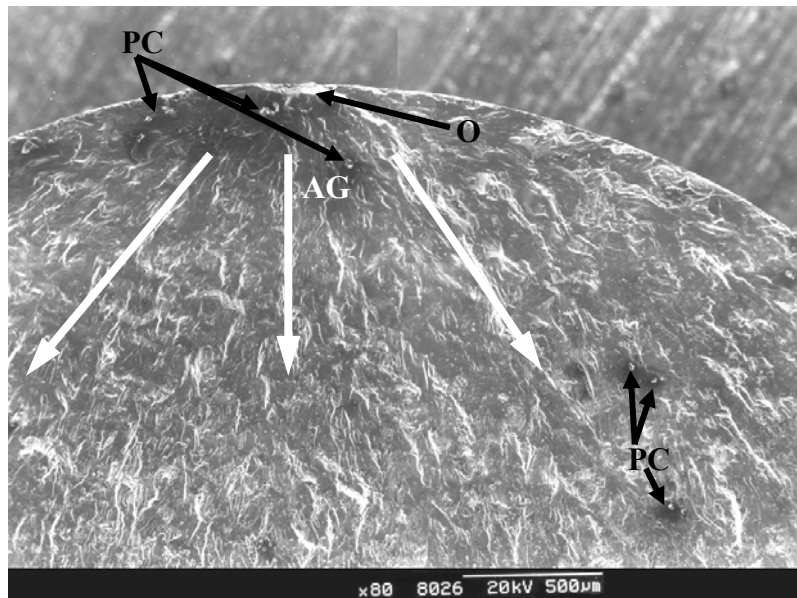


Figura 97. Inicio de grieta en superficie de fractura de la probeta N° 3

($S = 166 \text{ MPa}$, $N_f = 120400$ ciclos).

Al ampliar aún más el inicio de grieta de la probeta N° 3, como se muestra en la figura 98, se puede ver mejor la evidencia de acción corrosiva: productos de corrosión (zonas con mayor brillo), una superficie manchada y crecimiento transgranular de la grieta.

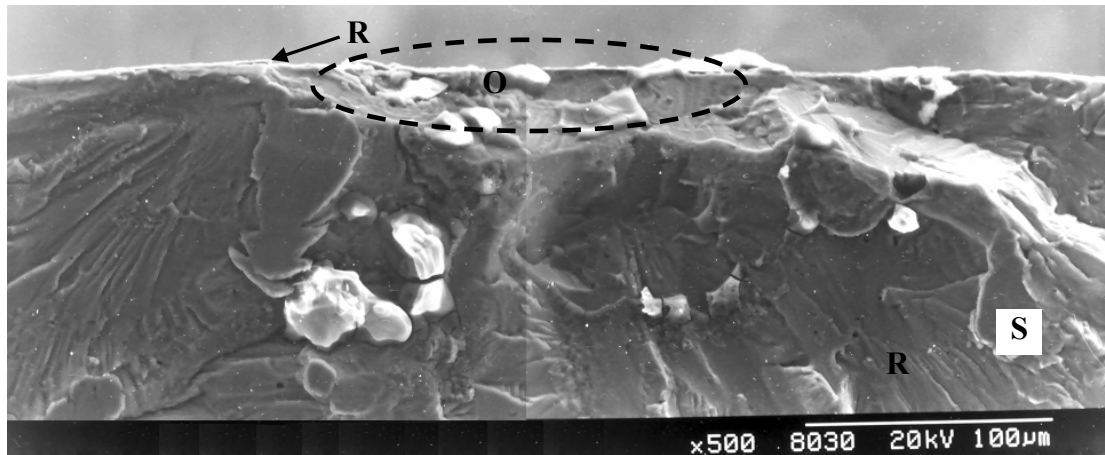


Figura 98. Detalle del inicio de grieta en superficie de fractura de la probeta N° 3
($S = 166 \text{ MPa}$, $N_f = 120400$ ciclos).

La pared de recubrimiento cercana al inicio de grieta de la probeta N° 3 se presenta en la figura 99. En esta se evidencia corrosión significativa en la región cercana al inicio y pérdida o desprendimiento del recubrimiento (DR). El desprendimiento del recubrimiento aunado a las otras evidencias notadas para esta probeta permite inferir la anticipación de la fractura por fatiga debido al medio corrosivo indicada en la curva correspondiente de la figura 68.

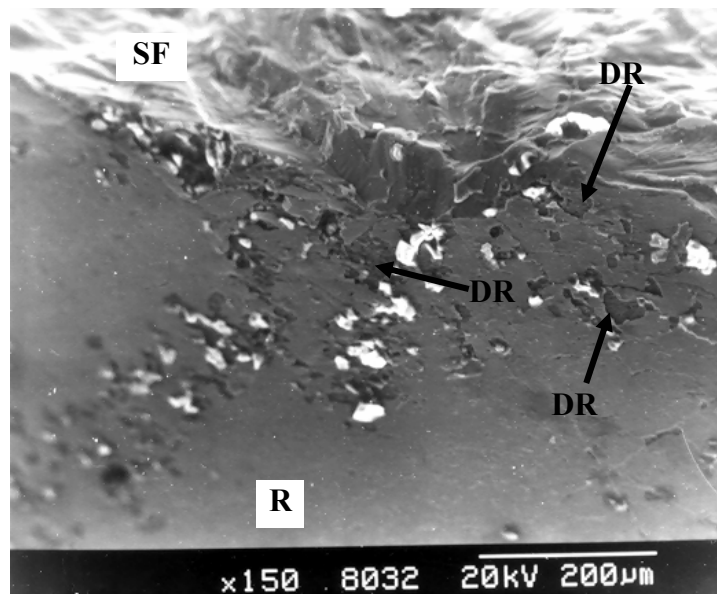


Figura 99. Pared de recubrimiento cercana al inicio de grieta de la probeta N° 3.

La pérdida de recubrimiento evidenciada en la figura 99 resulta bastante lógica si se toma en cuenta que en las probetas N° 1 y N° 2 la pared lateral del recubrimiento presentó una serie de porosidades (P) que exponen localmente al sustrato. Esta exposición facilita la acción corrosiva del NaCl al 3% sobre el sustrato, que es susceptible a este proceso. Una vez corroído el sustrato, los productos de la corrosión hacen que el mismo se ensanche, conduciendo al desprendimiento del recubrimiento; incluso, este desprendimiento ocurriría preferencialmente a través de las porosidades. Para corroborar este planteamiento la figura 100 presenta un detalle ampliado de la pared observada en la figura 99. Se observa en este detalle un trozo de recubrimiento desprendido (DR) que tiene dos bordes uniformes. Estos bordes coinciden con las porosidades en forma de canales encontradas en el recubrimiento. Esto último se puede ver a menor ampliación sobre la misma pared en la figura 101.

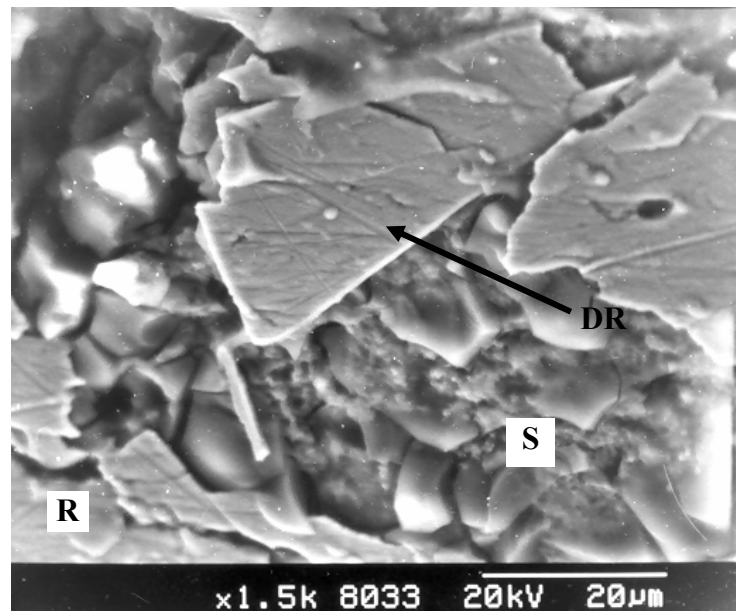


Figura 100. Detalle de recubrimiento desprendido en la pared cercana al inicio de grieta de la probeta N° 3 ($S = 166$ MPa, $N_f = 120400$ ciclos).

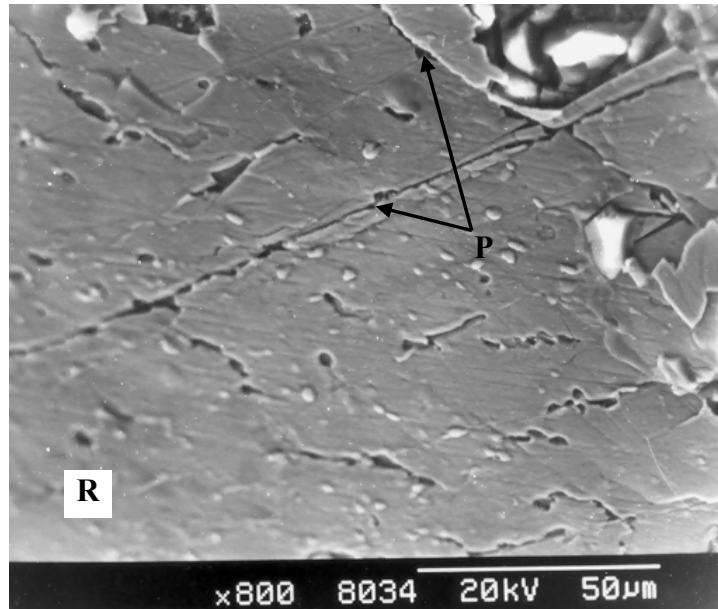


Figura 101. Ampliación de pared de recubrimiento cercana al inicio de grieta de la probeta N° 3 ($S = 166$ MPa, $N_f = 120400$ ciclos).

Como sucedió en la probeta N° 2, que también fue ensayada para alto esfuerzo, la superficie de fractura de la probeta N° 4 presentó múltiples inicios de grietas. El número de inicios (O) fue superior. Algunos están indicados en la figura 102. También se encontraron múltiples escalones de clivaje (EC) de tamaño reducido, debido a la cantidad de inicios. Se siguió encontrando un labio de corte (LC) y una zona de sobrecarga, que ocupó gran parte de la muestra. Evidentemente el número de inicios se incrementó debido a la presencia del medio corrosivo.

En la figura 103 se puede notar que no existe evidencia de corrosión en la cercanía a varios inicios de grietas, ni en la cercanía a los escalones de clivaje que ocasionan.

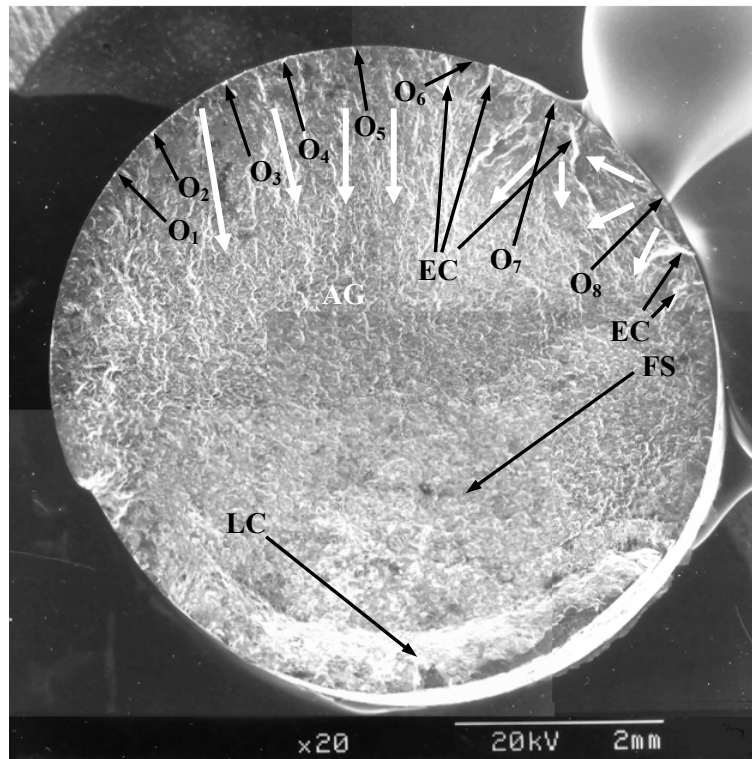


Figura 102. Superficie de fractura de la probeta N° 4 ($S = 323$ MPa, $N_f = 7600$ ciclos).

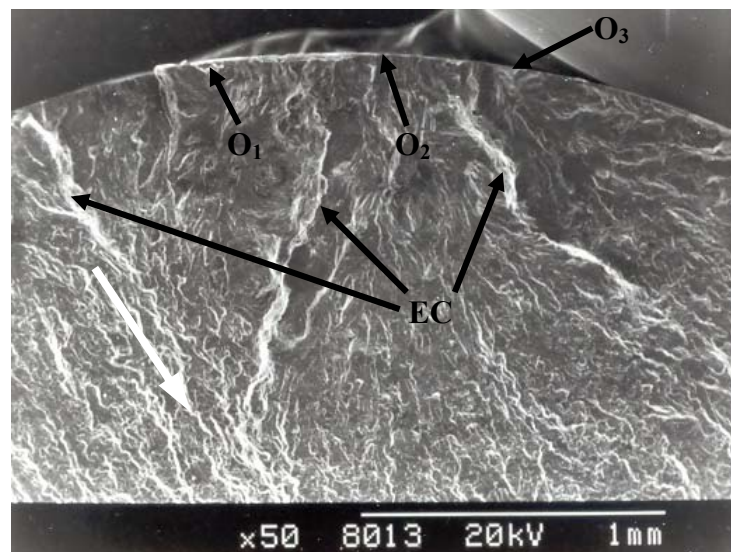


Figura 103. Escalones de clivaje e inicios de grieta en superficie de fractura de la probeta N° 4 ($S = 323$ MPa, $N_f = 7600$ ciclos).

Otra ampliación de la superficie de fractura en la figura 104 si exhibe zonas manchadas, indicando productos de corrosión.

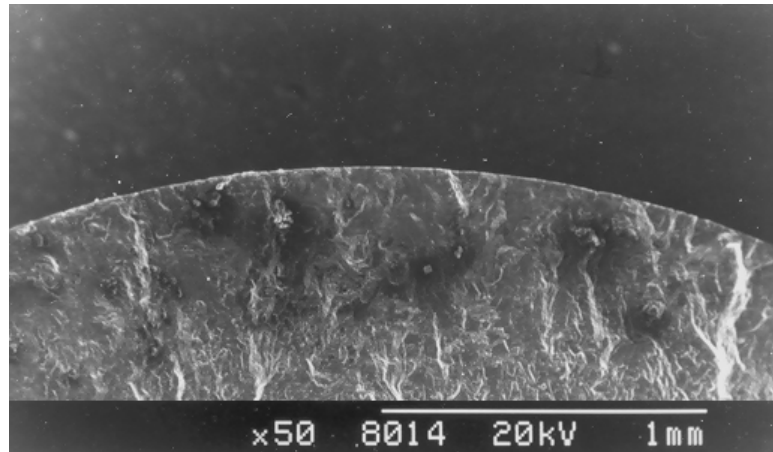


Figura 104. Productos de corrosión en superficie de fractura de la probeta N° 4
($S = 323$ MPa, $N_f = 7600$ ciclos).

La figura 105 muestra parte del recubrimiento (R) de TiN en la cercanía a la superficie de fractura (SF) de la probeta N° 4. El mismo se observa bastante agrietado, pero adherido. Esto se traduce como una ausencia de acción corrosiva en esa región.

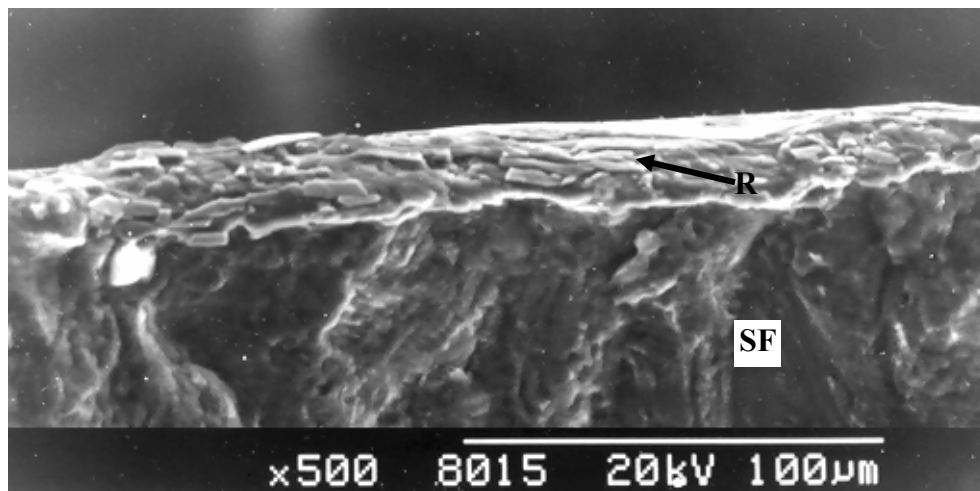


Figura 105. Vista del recubrimiento cercano a la superficie de fractura de la probeta N° 4
($S = 323$ MPa, $N_f = 7600$ ciclos).

Un detalle del recubrimiento agrietado en la figura 106, permite apreciar levemente su estructura columnar.

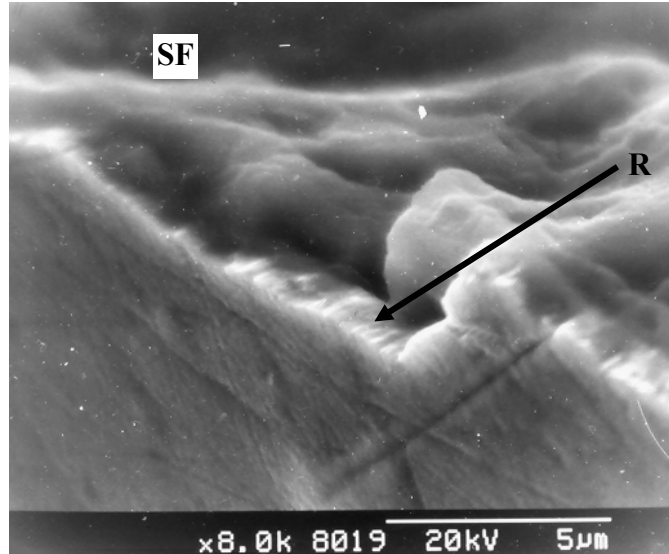


Figura 106. Estructura columnar del recubrimiento de TiN agrietado en la probeta N° 4 ($S = 323$ MPa, $N_f = 7600$ ciclos).

La pared de recubrimiento cercana a un inicio de grieta de la probeta N° 4 presentada en la figura 107 evidencia corrosión leve y pérdida o desprendimiento del recubrimiento (DR).

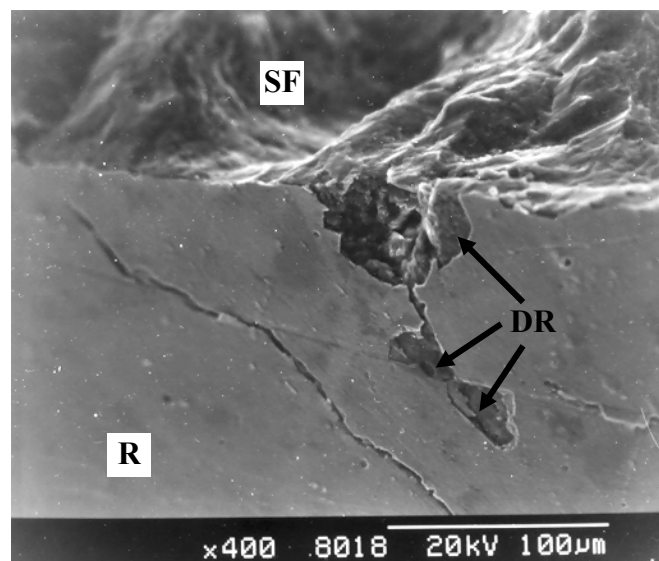


Figura 107. Pared de recubrimiento cercana a un inicio de grieta de la probeta N° 4.

En la figura 108 se muestra la pared cercana a otros inicios de grietas, que presentan mayor corrosión y productos de la misma y, a consecuencia de esto, mayor pérdida del recubrimiento (DR).

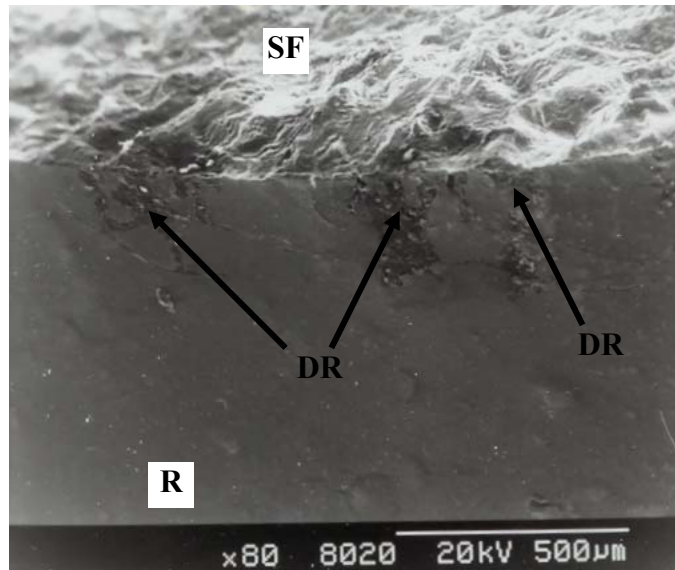


Figura 108. Pared de recubrimiento cercana a varios inicios de grieta de la probeta N° 4 ($S = 323$ MPa, $N_f = 7600$ ciclos).

Observando ahora los cortes perpendiculares al plano de fractura de las probetas se puede notar en la figura 109 la bifurcación de una grieta primaria (G) formada a partir de la intercara de la probeta N° 1. Así mismo se puede apreciar que sobre dicho punto común existe una delaminación del recubrimiento (DLR), posiblemente debida a las porosidades encontradas en la pared lateral de recubrimiento de esta probeta (ver figura 72) o a la fractura del mismo como consecuencia del ensayo. Ambas grietas se propagaron hacia el substrato (S).

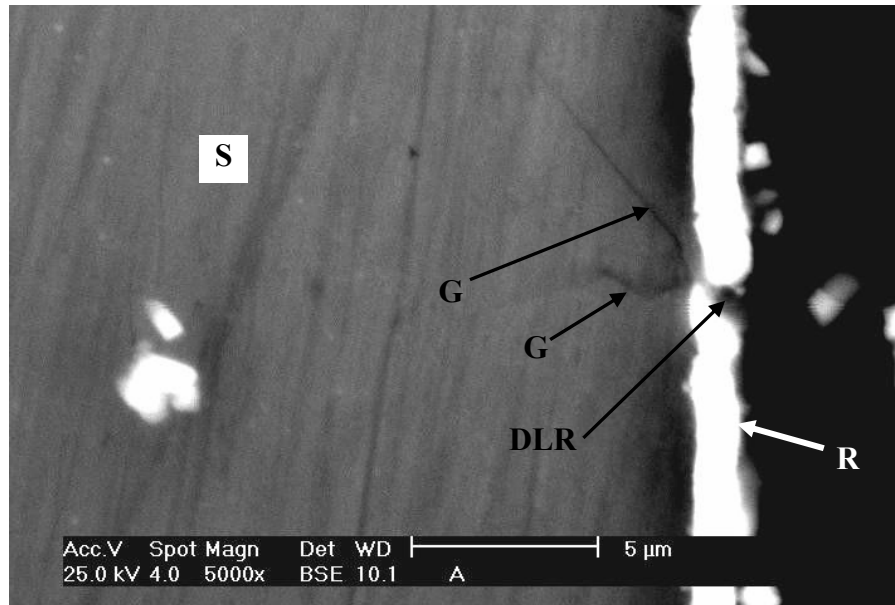


Figura 109. Bifurcación de grieta primaria en un punto de la intercara de la probeta N° 1
($S = 219$ MPa, $N_f = 244400$ ciclos).

A diferencia de la figura anterior, la figura 110 permite ver un par de grietas en el recubrimiento (R) de la probeta N° 1 que no entran al sustrato. Esto constituye una posible evidencia del inicio de las grietas a partir de la superficie del recubrimiento. Tal apreciación puede reforzarse teniendo en cuenta que a pesar de la delaminación del recubrimiento (DLR) en un punto no se observan grietas formadas a partir del mismo.

De manera similar a la figura 110, las figuras 111 y 112 muestran, respectivamente, una grieta en el recubrimiento que no se propaga hacia el sustrato y una delaminación del recubrimiento a partir de la cual no ocurre formación de grietas.

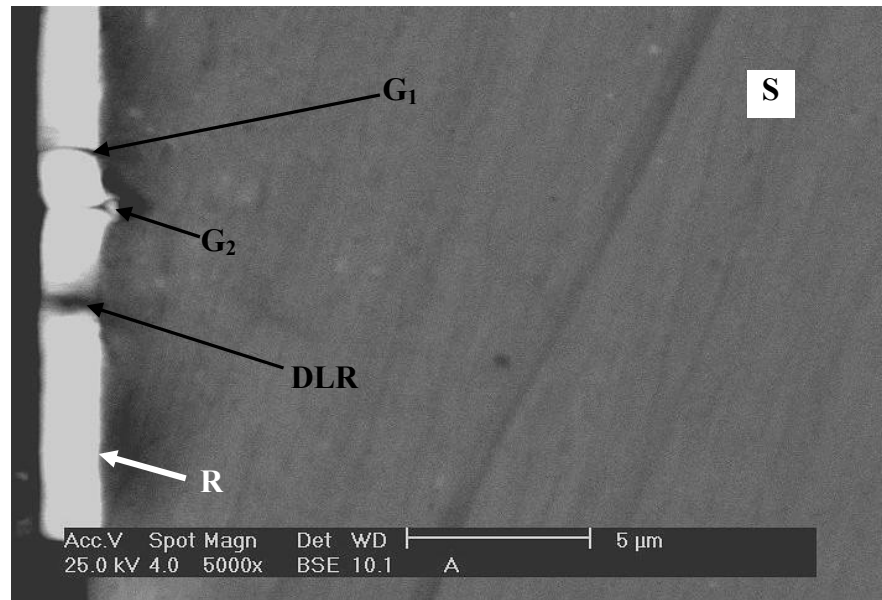


Figura 110. Grietas en el recubrimiento y delaminación del mismo en la probeta N° 1
($S = 219$ MPa, $N_f = 244400$ ciclos).

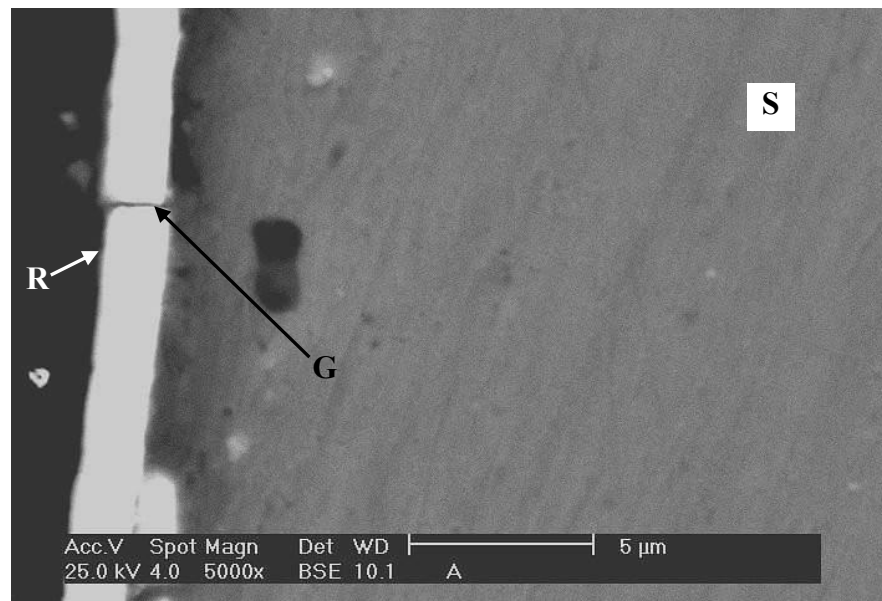


Figura 111. Grieta en el recubrimiento de la probeta N° 1
($S = 219$ MPa, $N_f = 244400$ ciclos).

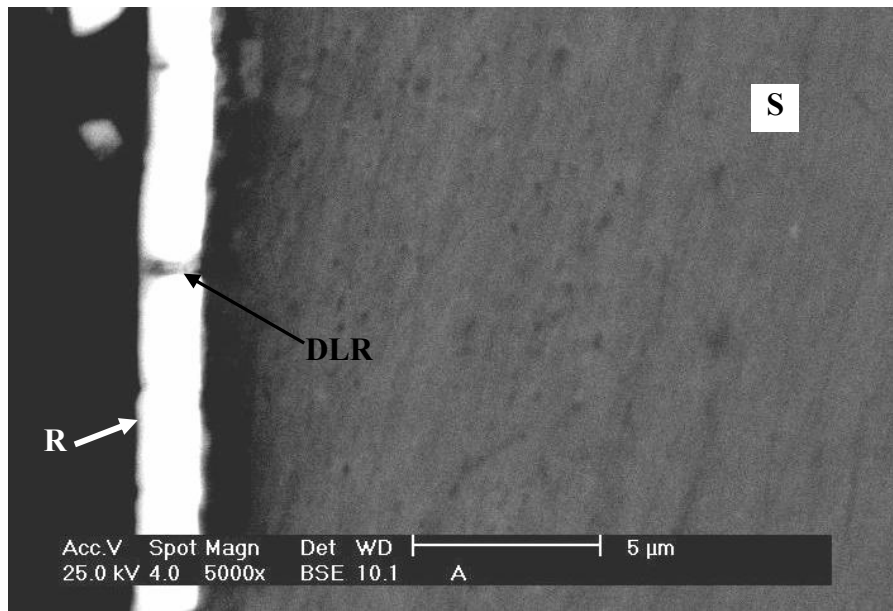


Figura 112. Delaminación del recubrimiento en la probeta N° 1.

La figura 113 muestra una grieta (G) que atraviesa el recubrimiento y penetra el sustrato de la probeta N° 1. También muestra delaminación del recubrimiento (DLR) y grietas en el mismo que no llegan a propagarse hacia el sustrato.

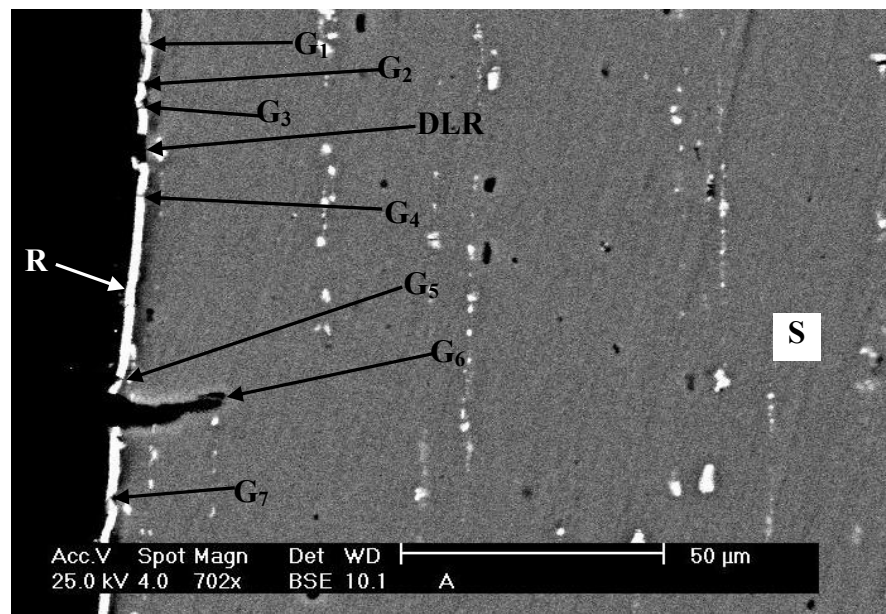


Figura 113. Grietas en el recubrimiento y propagación de una de éstas hacia el sustrato en la probeta N° 1 ($S = 219$ MPa, $N_f = 244400$ ciclos).

En la figura 114 aparece un desnivel en el recubrimiento de la probeta N° 2, que evidencia delaminación del mismo (DLR). Esta delaminación puede coincidir con las porosidades halladas en la pared lateral del recubrimiento de esta probeta (figura 95).

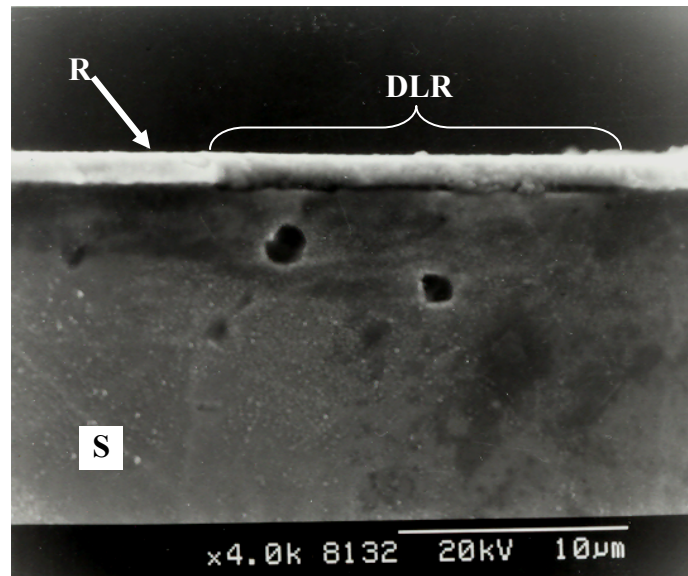


Figura 114. Delaminación del recubrimiento en la probeta N° 2

($S = 377 \text{ MPa}$, $N_f = 8700$ ciclos).

Al detallar mediante la figura 115 un par de grietas en el recubrimiento de la probeta N° 3, se puede observar que éstas lo atraviesan y hacen incipiente su propagación hacia el sustrato. Algo muy parecido a esto se observa en la figura 116, que detalla una grieta en el recubrimiento de la probeta N° 4.

La figura 117 permite apreciar dos grietas (G) en el sustrato de la probeta N° 4; una de ellas (G_1) atraviesa el recubrimiento, que permanece adherido, y la otra (G_2) no lo hace, puesto que se propaga hacia el sustrato desde una región donde hay delaminación del recubrimiento (DLR). Se distinguen varias zonas en las cuales existe delaminación del

recubrimiento. Esto se corresponde con la pérdida o desprendimiento del recubrimiento (DR) encontrada en la pared lateral de esta probeta como consecuencia del ataque corrosivo (figuras 107 y 108).

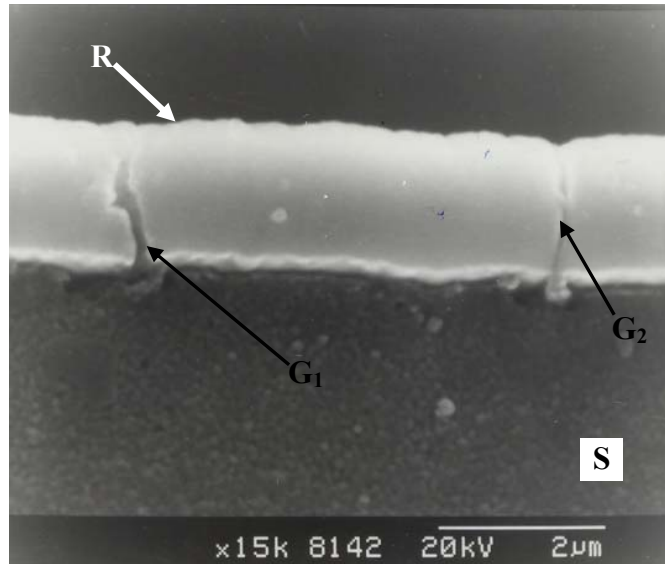


Figura 115. Detalle de grietas en el recubrimiento de la probeta N° 3
($S = 166$ MPa, $N_f = 120400$ ciclos).

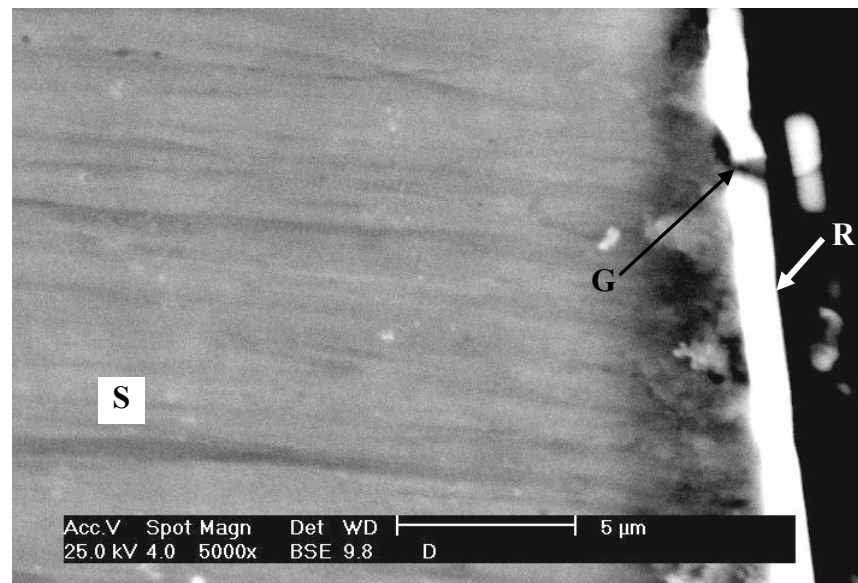


Figura 116. Detalle de grieta en el recubrimiento de la probeta N° 4
($S = 323$ MPa, $N_f = 7600$ ciclos).

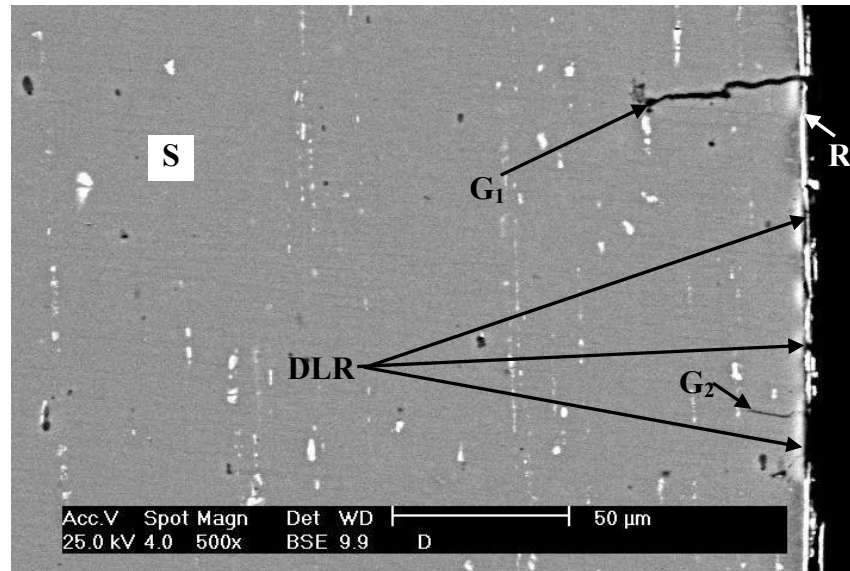


Figura 117. Grietas en el sustrato y delaminación del recubrimiento en la probeta N° 4

($S = 323 \text{ MPa}$, $N_f = 7600$ ciclos).

Otra grieta (G) en el conjunto sustrato-recubrimiento (atravesando éste último) de la probeta N° 4 se puede evidenciar en la figura 118. En ella puede notarse que el recubrimiento permanece adherido al sustrato ya que la grieta no tiende a propagarse a través de la intercara.

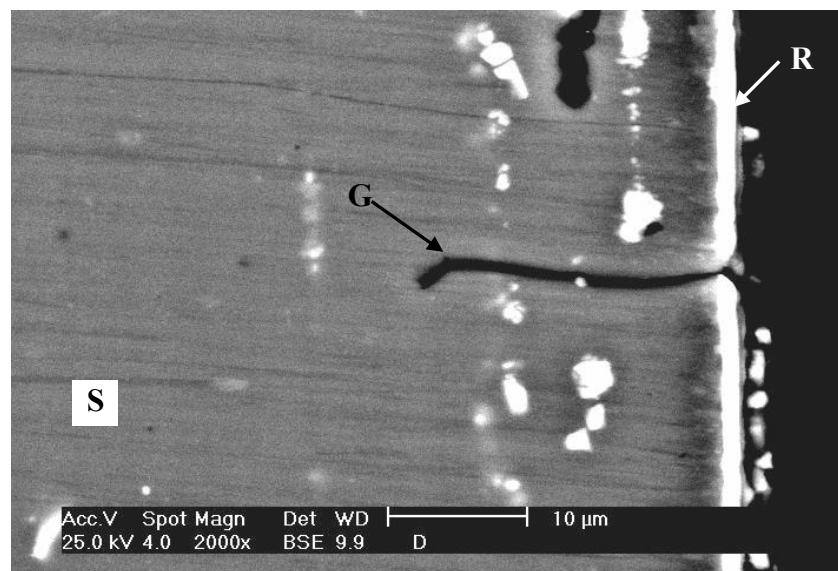


Figura 118. Grieta en el conjunto sustrato-recubrimiento de la probeta N° 4.

3.9. MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE TRANSMISIÓN (TEM)

De la evaluación mediante TEM de muestras (*foils*) de la aleación de aluminio 7075-T6 antes y después de la deposición se obtuvieron las micrografías que aparecen en las figuras 119 y 120, respectivamente. En ambas se puede apreciar la microestructura del sustrato para las dos (2) condiciones indicadas.

En la figura 119 se puede ver una concentración moderada de precipitados (color negro) que se distribuyen en la matriz y en los límites de grano. Debido a esta ubicación, a su concentración y a su tamaño, estos precipitados concuerdan con la fase η encontrada previamente en la aleación de aluminio 7075-T6 [DANH *et al.*, 1983; PARK 1988]. Tales precipitados también se observan en el sustrato después de la deposición del recubrimiento de TiN (ver figura 120).

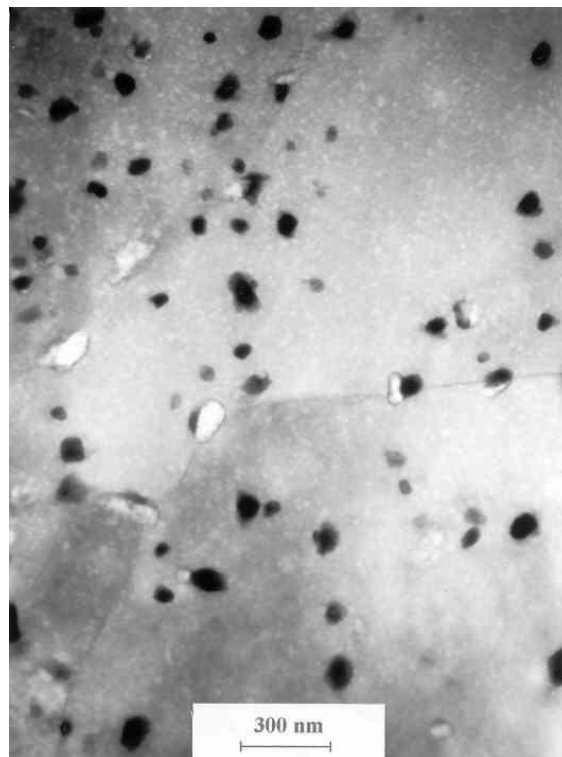


Figura 119. Micrografía en campo claro (TEM) de la aleación de aluminio 7075-T6.

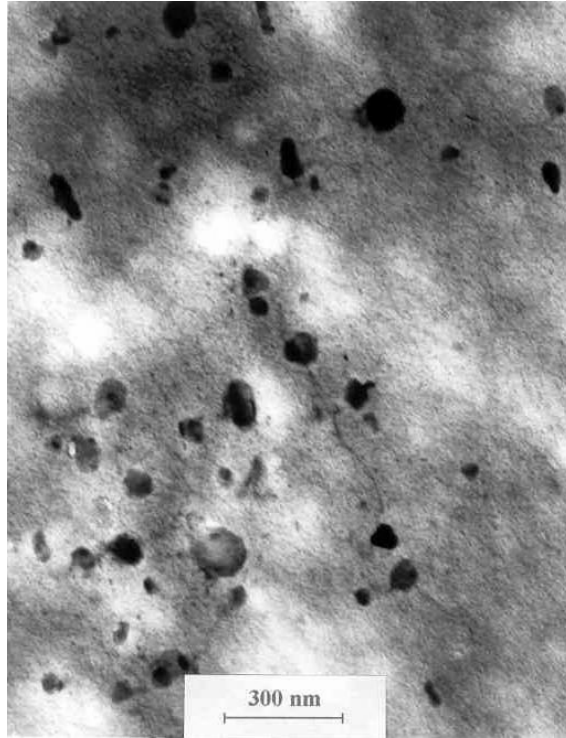


Figura 120. Micrografía en campo claro (TEM) de la aleación de aluminio 7075-T6 después de la deposición del recubrimiento de TiN.

Aunque a simple vista las micrografías anteriores se ven similares, es posible tratar de identificar cualquier cambio que pudiese haber ocurrido en la microestructura mediante la estimación de dos parámetros propuestos en trabajos previos [PARK Y ARDELL 1984; PARK 1988]: el tamaño de precipitado y el número de precipitados por unidad de área. Teniendo en cuenta la micromarca señalada en cada figura, el precipitado de mayor tamaño que aparece en la figura 120 es aproximadamente un 16% más grande que el de mayor tamaño de la figura 119. Así mismo, el número de precipitados por unidad de área en el sustrato (figura 119) se incrementa en aproximadamente 5 % luego de la deposición (figura 120). No obstante, considerando el procedimiento realizado por otros investigadores [DANH *et*

al., 1983; PARK Y ARDELL 1984; PARK 1988] para efectuar la medición de los parámetros indicados se puede inferir que las variaciones mencionadas resultan estadísticamente poco confiables. No por esto deben ignorarse en el análisis general de los resultados.

IV. ANÁLISIS DE LOS RESULTADOS

4.1. ENSAYOS DE TRACCIÓN Y ESTIMACIÓN DE DUREZA

En base a los resultados obtenidos en los ensayos de tracción del sustrato y del material recubierto, se puede evidenciar la considerable influencia que tiene el sustrato en el comportamiento tanto elástico como plástico del conjunto (material recubierto). Esto mediante la observación de la similitud que tienen las pendientes de las curvas σ - ϵ obtenidas para el sustrato y el material recubierto en cada una de las zonas indicadas. Incluso se hizo una estimación de la influencia del recubrimiento en el módulo elástico (E) del conjunto, obviamente asociado con el comportamiento en esta zona, encontrando que la misma es insignificante.

Como resultado de los ensayos de tracción se encontró una disminución en las propiedades estáticas o a tracción del material recubierto con respecto a las del sustrato (ver tabla 14). Tal disminución, ligeramente superior al 6% para el esfuerzo real de fluencia (σ_y) y para la resistencia a la tracción (S_u), no puede ser atribuida al recubrimiento de TiN puesto que el mismo no influye sobre las propiedades intrínsecas del sustrato; de manera que, aunque sus propiedades sean inferiores, el conjunto debe tener al menos las mismas propiedades que el sustrato. Aunado a esto, el recubrimiento de TiN tiene una mayor dureza absoluta que el sustrato, lo que puede ser indicativo de propiedades mecánicas superiores, y presenta esfuerzos residuales compresivos de 1.1 GPa que contribuyen a mejorar su comportamiento a la tracción. Por estas razones y teniendo en consideración la mencionada influencia del sustrato en las propiedades a tracción del material recubierto, se puede intuir

un cambio en las propiedades del mismo (del sustrato) durante la deposición del recubrimiento. Este cambio puede haber ocurrido en caso de haberse superado durante dicho proceso la temperatura de envejecimiento de la aleación de aluminio 7075-T6, que específicamente es de 120 °C.

Para verificar cualquier cambio en las propiedades del sustrato como consecuencia de la deposición del recubrimiento de TiN, se han realizado mediciones de dureza del mismo luego de haber sido recubierto. En la tabla 20 se presentan los valores de las diagonales promedio (d) obtenidos para las mismas doce (12) cargas aplicadas al sustrato original y la dureza Vickers (H_V) correspondiente. Así mismo, en la tabla 21 aparecen los parámetros de la ley de MEYER obtenidos para el sustrato luego de la deposición del recubrimiento. Estos últimos pueden ser comparados con los obtenidos para el sustrato original en la tabla 10, mientras que los valores de dureza Vickers se pueden comparar mediante la figura 121, que muestra una gráfica de los mismos versus las diagonales promedio (d), para cada caso.

En la figura 121 se puede apreciar que existe una ligera disminución en la dureza del sustrato luego de la deposición del recubrimiento. Esta disminución se acentúa un poco más a bajas cargas (y reducidas d), para las cuales se ubica entre un 2% y un 4%. Puede notarse que únicamente para dos (2) de las cargas aplicadas no existe disminución en la dureza (ver tabla 20), sino incrementos inferiores al 1% que se pueden considerar dentro de la desviación en las mediciones.

Los valores de dureza obtenidos para sustrato después de la deposición ratifican la posibilidad de un pequeño cambio en sus propiedades.

Tabla 20. Diagonales promedio (d) y valores de microdureza Vickers (H_V) obtenidos para la aleación de aluminio 7075-T6 después de la deposición del recubrimiento de TiN.

Carga (gr)	10	25	50	100	200	300	500	1000
d (μm)	9.53	15.28	21.66	30.96	43.44	53.24	68.95	98.48
H_V , GPa	2.00	1.95	1.94	1.90	1.93	1.92	1.91	1.88

Tabla 21. Parámetros del modelo de MEYER obtenidos para el sustrato (7075-T6) después de la deposición del recubrimiento de TiN.

H_{0s} (GPa)	n
1.95	1.98

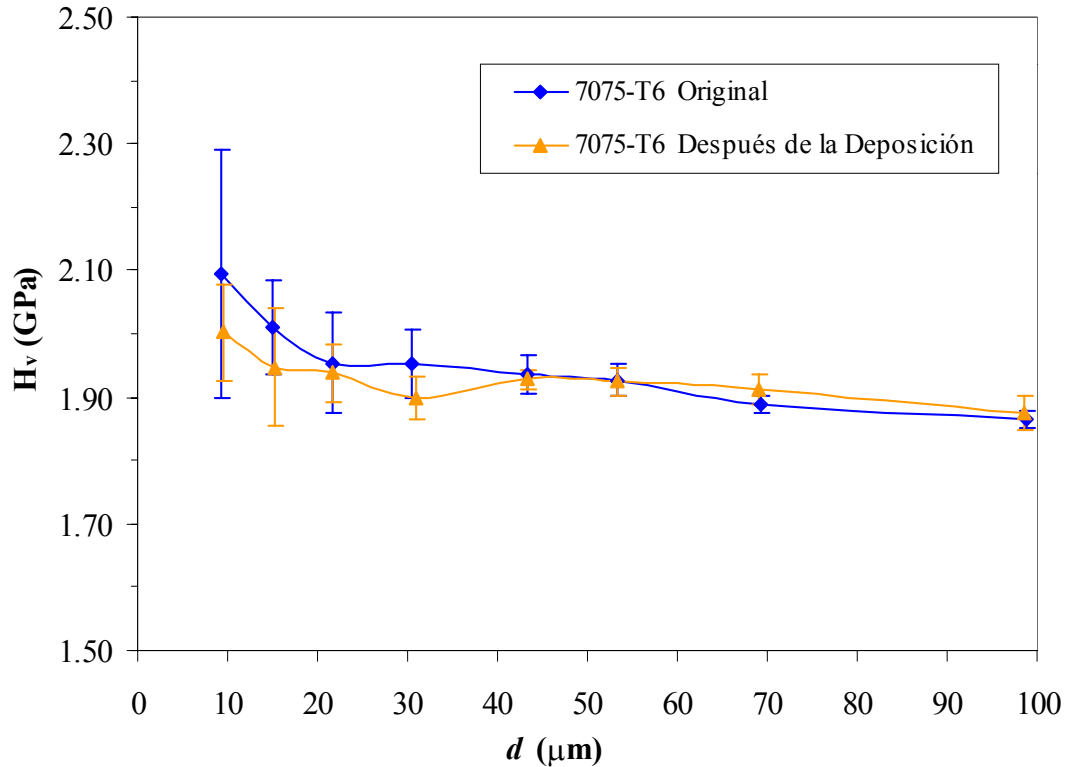


Figura 121. Comparación de la microdureza Vickers (H_V) obtenida para el sustrato (7075-T6) antes y después de la deposición del recubrimiento de TiN.

4.2. MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE TRANSMISIÓN (TEM)

La diferencia encontrada mediante TEM en la microestructura del sustrato luego de la deposición corrobora la hipótesis del cambio en sus propiedades. La diferencia más resaltante en este caso fue el incremento de aproximadamente 16% en el tamaño del precipitado más grande. Esto es muy importante puesto que las propiedades del sustrato dependen, entre otros factores, del tamaño que tienen sus precipitados y, en general, en la medida en que este sea mayor sus propiedades mecánicas serán inferiores [DANH *et al.*, 1983; PARK Y ARDELL 1983; PARK 1988; LEE *et al.*, 1999]. DANH *et al.* [1983] y PARK [1988] reportaron un crecimiento de los precipitados de la aleación de aluminio 7075-T6 luego de someterla a un tratamiento denominado Retrogresión (*Retrogression*), mediante el cual el material es expuesto a temperaturas superiores a la de envejecido durante intervalos de tiempo determinados. En su investigación PARK [1988] estimó la variación de dureza del material en función de la temperatura y el tiempo de retrogresión, encontrando que la misma disminuía en todos los casos y que dicha disminución se hacía menor a medida que se incrementaba el tiempo de exposición y que la temperatura disminuía aproximándose a la de envejecido. Como detalle interesante de este trabajo se reporta que la dureza disminuye en 1.8% luego de treinta (30) minutos de exposición a 200 °C y en 0.6% luego de una exposición a 180 °C durante el mismo intervalo de tiempo. Si se tiene en cuenta que la deposición del recubrimiento tarda más de treinta (30) minutos y se considera lo antes mencionado, se puede inferir que durante la misma se alcanzó una temperatura ligeramente superior a la de envejecido del sustrato que ocasionó un cambio en sus propiedades mecánicas.

4.3. CARACTERIZACIÓN MORFOLÓGICA DEL RECUBRIMIENTO

Mediante la caracterización morfológica del recubrimiento después de su deposición se encontraron fundamentalmente dos tipos de discontinuidades en su superficie o pared lateral: porosidades y aglomerados de partículas sobrepuestos. Estas discontinuidades, ocasionadas por el proceso de deposición, originaron una delaminación del recubrimiento en gran cantidad de zonas, en las cuales quedó expuesto el sustrato. Adicionalmente, las referidas discontinuidades vistas en cortes longitudinales en los que se aprecia el conjunto sustrato-recubrimiento, constituyen grietas y cavidades en este último. Tales grietas y cavidades actúan como concentradores de esfuerzo a partir de los cuales se propicia la nucleación de grietas por fatiga.

Pese a las discontinuidades encontradas, aparentemente el recubrimiento tiene buena adherencia al sustrato. Un claro ejemplo de ello se tiene en la figura 122 en la que se tiene la pared lateral de recubrimiento de una probeta ensayada (y fracturada) en tracción. Se nota en ella el recubrimiento bastante agrietado, pero adherido al sustrato. Las zonas donde no existe recubrimiento coinciden con las porosidades observadas en el mismo.

4.4. ENSAYOS DE FATIGA Y CORROSIÓN-FATIGA

En lo que respecta a los ensayos de fatiga y corrosión-fatiga en primer lugar es conveniente señalar que la similitud en la pendiente (m en la tabla 19) de las curvas del sustrato y del material recubierto, tanto al aire como en el medio corrosivo, evidencia una vez más la influencia del sustrato en el comportamiento del conjunto. Observando con detalle estas pendientes y las curvas $\log S$ - $\log N_f$ mostradas en la figura 68, es posible distinguir el efecto de la corrosión, que se hace más notorio a bajos niveles de esfuerzo.

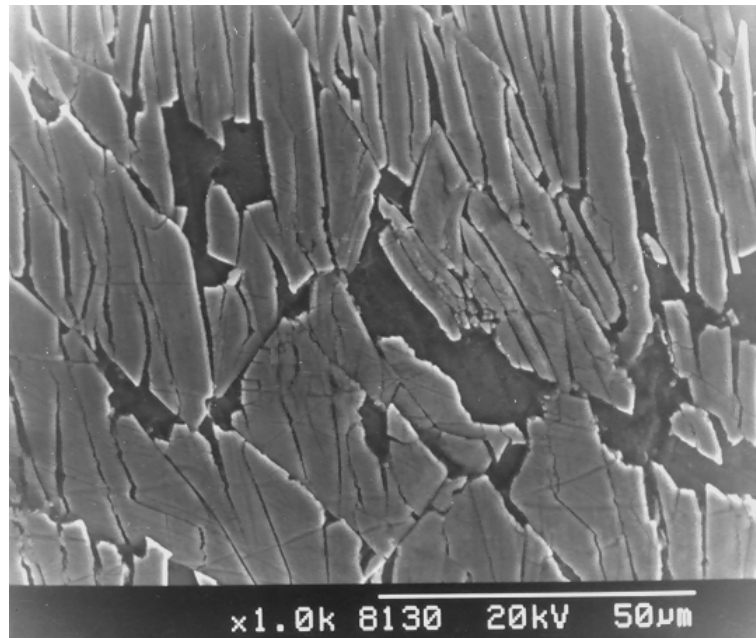


Figura 122. Pared de recubrimiento agrietada en una probeta ensayada por tracción.

Al observar en la figura 68 las curvas de resistencia a la fatiga obtenidas para el sustrato y el material recubierto se puede notar la reducción en la vida que exhibe este último. Esta reducción, que oscila entre un 55% para 269 MPa y un 58% para 377 MPa, se puede atribuir de forma directa a las discontinuidades encontradas en el recubrimiento y en forma indirecta al cambio en la microestructura del sustrato.

Sabiendo que en los ensayos de corrosión-fatiga el efecto de la corrosión se acentúa a bajos esfuerzos y que la misma actúa a partir de la superficie, pudiera parecer un tanto paradójico el hecho de que la respectiva curva $\log S - \log N_f$ del material recubierto tenga (algebraicamente) mayor pendiente que la del sustrato, teniendo en cuenta que el recubrimiento tiene porosidades que dejan expuesto este último. Sin embargo, considerando que el material recubierto se comportaría mejor frente a la corrosión en comparación con el sustrato sin recubrir y asumiendo un cambio en la microestructura del sustrato como

consecuencia de la deposición del recubrimiento de TiN, es posible esperar una mejoría en el comportamiento a la corrosión. Para el cambio específico observado, de incremento en el tamaño de los precipitados, este razonamiento adquiere mayor sustento puesto que en una investigación previa PARK [1988] reportó una mejor respuesta de la aleación de aluminio 7075-T6 a la corrosión bajo tensión luego de un tratamiento que incrementa el tamaño de los precipitados.

4.5. ESTUDIO FRACTOGRÁFICO

Según la evidencia fractográfica, en las zonas donde existe recubrimiento las grietas se propagan desde el mismo hacia el sustrato; mientras que en las zonas donde hay delaminación del recubrimiento las grietas se propagan hacia el sustrato desde su superficie. Siendo así, la reducción en la vida a la fatiga del material recubierto resulta lógica, ya que la nucleación de grietas en ambos casos estará propiciada de forma respectiva por la existencia de concentradores de esfuerzo y por la exposición del sustrato con inferiores propiedades mecánicas.

Debido a las dos razones mencionadas anteriormente también se propicia la nucleación de grietas por fatiga en presencia del medio corrosivo. Es por esto que la vida a corrosión-fatiga del material recubierto disminuyó entre 45% y 55% con relación a la del sustrato.

CONCLUSIONES

En este estudio se ha encontrado que al depositar $\text{TiN}_{0.90}$, mediante un proceso de bombardeo iónico por magnetrón desbalanceado de campo cerrado (*closed field unbalanced magnetron sputtering*), sobre la aleación de aluminio 7075-T6 se obtiene un recubrimiento de bajo espesor ($2.6 \mu\text{m}$), con buena adherencia al sustrato, propiedades mecánicas superiores y esfuerzos residuales compresivos del orden de 1.1 GPa, pero con una cantidad significativa discontinuidades en su superficie, principalmente porosidades y aglomerados de partículas sobrepuestos. Además de esto, los resultados evidencian que la deposición del referido recubrimiento ha sido efectuada a una temperatura un poco más elevada que los $120 \text{ }^\circ\text{C}$ a los cuales se realiza el envejecimiento de la aleación de aluminio 7075-T6. Esto ha traído como consecuencia un ligero crecimiento de los precipitados existentes en el sustrato y, por ende, una reducción en sus propiedades mecánicas.

Por otra parte, el recubrimiento de $\text{TiN}_{0.90}$ depositado tiene una dureza absoluta de aproximadamente 30 GPa que supera significativamente a la del sustrato. Dicha dureza puede determinarse de manera aceptable mediante los (2) modelos teóricos propuestos por TUCK *et al.* [2000] y PUCHI [2002], que permiten separar la contribución del sustrato.

El cambio ocurrido en la microestructura (crecimiento de precipitados) ocasionó una disminución ligeramente superior al 6% en el esfuerzo real de fluencia (σ_y) y en la resistencia a la tracción del material recubierto, con respecto a las propiedades del sustrato.

En cuanto a los ensayos de fatiga y corrosión-fatiga, las curvas logarítmicas de amplitud de esfuerzo (S) versus ciclos a la fractura (N_f) trazadas y las ecuaciones de BASQUIN determinadas señalan que en ambos casos hubo reducción en la vida del material recubierto con relación al sustrato. Tales reducciones en la vida a la fatiga, tanto al aire como en presencia de un medio constituido por una solución de cloruro de sodio (NaCl) al 3%, son atribuidas a las discontinuidades observadas en la pared lateral del recubrimiento, que propiciaron la nucleación de grietas por fatiga debido fundamentalmente a dos (2) razones, a saber:

- ❑ Actuaron como concentradores de esfuerzo.
- ❑ Expusieron la superficie del sustrato cuyas propiedades mecánicas se habían reducido debido a un cambio en su microestructura ocasionado por la deposición del recubrimiento.

La reducción de la vida a la fatiga para el material recubierto estuvo en un intervalo entre 55 y 58%, mientras que en presencia del medio corrosivo (corrosión-fatiga) se ubicó entre un 45% y un 55%.

Como característica peculiar, pese a la exposición local del sustrato debido a las porosidades notadas en el recubrimiento, el comportamiento a la corrosión-fatiga del material recubierto para bajos niveles de esfuerzo es ligeramente superior al del sustrato, lo que indica una mejor respuesta a la corrosión del conjunto (sustrato-recubrimiento) para los referidos niveles de esfuerzo. Esto puede explicarse en virtud de la presencia del recubrimiento, aunque defectuoso, y del crecimiento de los precipitados existentes en la

aleación de aluminio 7075-T6, que previamente ha demostrado mejorar la respuesta a la corrosión bajo tensión.

Mediante un estudio fractográfico se evidenció que en el material recubierto las grietas se propagan principalmente desde el recubrimiento hacia el substrato. También se pudo apreciar que en pequeñas zonas donde hay delaminación del recubrimiento las grietas se propagan hacia el substrato desde su superficie. Ambas formas de propagación ocurren, respectivamente, luego de la nucleación propiciada por las dos (2) razones mencionadas anteriormente.

RECOMENDACIONES

Es conveniente sugerir algunas recomendaciones que pudieran contribuir a entender mejor los mecanismos involucrados en el comportamiento a la fatiga y corrosión-fatiga del material recubierto estudiado y que permitan optimizar este comportamiento.

En primer lugar, sería interesante aplicar tratamientos térmicos mediante los cuales se exponga la aleación de aluminio 7075-T6 a temperaturas ligeramente superiores a los 120 °C antes de ser recubiertas, con el propósito de confirmar las conclusiones establecidas. También sería interesante depositar otras estequiometrías del recubrimiento de TiN sobre el mismo sustrato a fin de determinar la influencia que tiene ésta en el comportamiento mecánico del conjunto.

Para optimizar la deposición y, por ende, las propiedades del material recubierto sería adecuado mantener un control más estricto y preciso de la temperatura durante el proceso.

REFERENCIAS

1. ARNELL R., KELLY P. 1999. *Surface & Coatings Technology*, 112; 170-176.
2. ASHRAFIZADEH F. 2000. *Surface & Coatings Technology*, 130; 186-194.
3. AVNER S. 1990. *Introducción a la Metalurgia Física*. Segunda edición, McGraw-Hill, México.
4. ASM International 1994. *ASM Specialty Handbook: Aluminum and Aluminum Alloys*. J. R. Davies (Ed.), The Materials Information Society, Metals Park, USA.
5. ASM International 1987. *ASM Specialty Handbook: Corrosion*. Ninth edition, Metals Park, USA.
6. ASM International 1997. *ASM Specialty Handbook: Fatigue and Fracture*, USA.
7. BERRIOS J., TEER D., PUCHI E. 2001. *Surface & Coatings Technology*, 148; 179-190.
8. BIENK E., REITZ H., MIKKELSEN N. 1995. *Surface & Coatings Technology*, 76-77; 475-480.
9. BOGAR F., CROOKER T. 1983. *Materials Performance*, 37.
10. CHEN Y., DUH J. 1991. *Surface & Coatings Technology*, 46; 371-384.
11. CHICOT D., LESAGE J. 1995. *Thin Solid Films*, 254; 123-130.
12. DANH N., RAJAN K., WALLACE W. 1983. *Metallurgical Transactions A*, 14; 1843.
13. CORSETTI L., DUQUETTE D. 1974. *Metallurgical Transactions*, 5; 1087-1093.

14. CULLITY B. 1978. *Elements of X-ray Diffraction*, Second edition, Addison-Wesley, Massachusetts.
15. DIETER G. 1986. *Mechanical Metallurgy*. Third edition, McGraw-Hill, New York.
16. DIETRICH G. 1998. *Aluminum: Technology, Applications, and Environment*. Sixth edition, The Aluminum Association, Washington.
17. FISCHER K., OETTEL H. 1996. *Mater. Sci. Forum*, 228-231; 301-306.
18. FORREST P. 1972. *Fatiga de los Metales*. Urmo, Bilbao.
19. FORSYTH P. 1969. *The Physical Basis of Metal Fatigue*. American Elsevier Publishing Company, New York.
20. HEDENQVIST P., BROMARK M., OLSSON M., HOGMARK S. 1994. *Surface & Coatings Technology*, 63; 115-122.
21. HEDENQVIST P., JACOBSON S., HOGMARK S. 1997. *Surface & Coatings Technology*, 97; 212-217.
22. HERR W., MATTHES B., BROSZEIT E., KLOOS K. 1993. *Surface & Coatings Technology*, 57; 43-46.
23. HOEPPNER D. & CHANDRASEKARAN V. 1998. *Corrosion and Corrosion Fatigue Predictive Modeling. State of the Art Review*. FASIDE International Inc., Salt Lake City.
24. HOTTA S., ITOU Y., SARUKI K., ARAI T. 1995. *Surface & Coatings Technology*, 73; 5-13.

25. JONES D. 1992. *Principles and Prevention of Corrosion*. Macmillan Publishing Co., New York.
26. KLESNIL M. & LUKAS P. 1980. *Fatigue of Metallic Material*. Elsevier Scientific Publishing Company.
27. KOLKMAN H. 1995. *Surface & Coatings Technology*, 72; 30-36.
28. LEE W., SUE W. LIN C., WU C. 1999. *Materials Science and Technology*, 15; 1379.
29. MURPHY J. 1971. *Surface Preparation and Finishes for Metals*. McGraw-Hill, USA.
30. MUSIL J. 1998. *Surface & Coatings Technology*, 100-101; 280-286.
31. NAVINŠEK B., PANJAN P., MILOŠEV I. 1999. *Surface & Coatings Technology*, 116-119; 476-487.
32. NIU M. 1991. *Airframe Structural Design*. Conmilit Press LTD.
33. NEWMAN J., WU X., VENNERI S., LI C. 1994. *Small-Crack Effects in High Strength Aluminum Alloys*, NASA/Chinese Aeronautical Establishment Ref. Pub., 1309.
34. OÑATE E. 1991. *Las Aeronaves y sus Materiales*. Editorial Paraninfo, Madrid.
35. PARAMESWARAN V., IMMARIGEON J., NAGY D. 1992. *Surface & Coatings Technology*, 52; 251.
36. PARK J., ARDELL A. 1983. *Metallurgical Transactions A*, 14; 1957-1965.
37. PARK J., ARDELL A. 1984. *Metallurgical Transactions A*, 15; 1531.
38. PARK J. 1988. *Materials Science and Engineering*, A103; 223-231.

39. PRIETO A., RODRÍGUEZ A. 2002. *Influencia de un Depósito de Electroless Ni-P sobre el Comportamiento a Fatiga y Corrosión-Fatiga de la Aleación de Aluminio 7075-T6*. Trabajo de grado, Escuela de Metalurgia y Ciencia de Materiales, Facultad de Ingeniería, Universidad Central de Venezuela (UCV). Tutor: Prof. E. Puchi.
40. PUCHI E. 2002. *Surface & Coatings Technology*, 160; 177-186.
41. SARUKI K., HOTTA S., FUJITA H., ARAI T. 1989. *Thin Solid Films*, 181; 383-395.
42. SCHULTZ A., STOCK H., MAYR P., STAEVES J., SCHMOECKEL D. 1997. *Surface & Coatings Technology*, 94-95; 446-450.
43. SHIOZAWA K., NISHINO S., HAN L. 1994. *Trans. Jpn. Soc. Mech. Eng.*, 60A; 9.
44. SHIOZAWA K., OHSHIMA S. 1990. *J. Soc. Mater. Sci. Jpn*, 39; 927.
45. SU Y., YAO S., WEI C., KAO W., WU C. 1999. *Materials Science and Technology*, 15; 73-77.
46. SU Y., YAO S., WEI C., KAO W., WU C. 1999. *Thin Solid Films*, 338; 177-184.
47. SU Y., YAO S., WEI C., WU C. 1998. *Thin Solid Films*, 315; 153-158.
48. TABOR D. 1951. *The Hardness of Metals*. Clarendon Press, Oxford.
49. TUCK J., KORSUNSKY A., BULL S. 2000. *Surface & Coatings Technology*, 127; 1.
50. VALVODA B., KUŽEL R., ČERNÝ R., MUSIL J. 1988. *Thin Solid Films*, 156; 53-63.
51. VAN HORN K. 1968. *Aluminum, Vol. II, Design and Application*. American Society for Metals (ASM), Metals Park, USA.

52. VAN HORN K. 1968. *Aluminum, Vol. III, Fabrication and Finishing*. American Society for Metals (ASM), Metals Park, USA.
53. VAN VLACK L. 1971. *Materiales para Ingeniería*. Segunda edición, Compañía Editorial Continental, México.
54. WERNICK S., PINNER R., SHEASBY P. 1990. *The Surface Treatment and Finishing of Aluminium and its Alloys, Vol. II*. Fifth edition, American Society for Metals (ASM), Metals Park, USA.
55. WILSON A., MATTHEWS A., HOUSDEN J., TURNER R., GARSIDE B. 1993. *Surface & Coatings Technology*, 62; 600-607.
56. ZHANG S., XIE H., ZENG X., HING P. 1999. *Surface & Coatings Technology*, 122; 219-224.