

**UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN**  
**FACULTAD DE INGENIERÍA MECÁNICA Y ELÉCTRICA**



**TESIS**

**FATIGA TÉRMICA EN ACEROS GRADO HERRAMIENTA  
CON MODIFICACIÓN SUPERFICIAL**

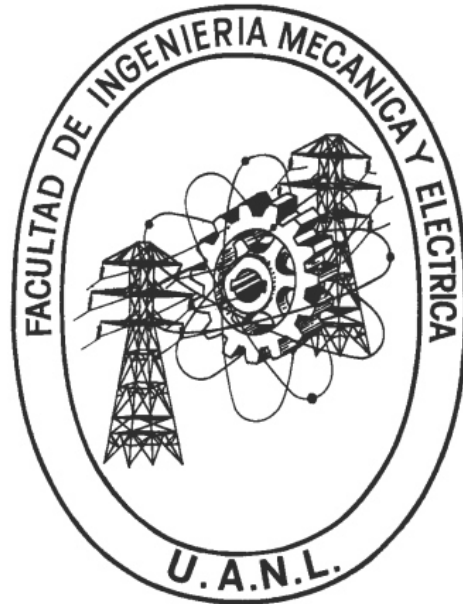
**PRESENTA**

**MIGUEL ÁNGEL QUIÑONES SALINAS**

**COMO REQUISITO PARCIAL PARA OBTENER EL GRADO  
DOCTOR EN INGENIERÍA DE MATERIALES**

**OCTUBRE, 2018**

**UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN**  
**FACULTAD DE INGENIERÍA MECÁNICA Y ELÉCTRICA**  
**SUBDIRECCIÓN DE ESTUDIOS DE POSGRADO**



**TESIS**

**FATIGA TÉRMICA EN ACEROS GRADO HERRAMIENTA  
CON MODIFICACIÓN SUPERFICIAL**

**PRESENTA**

**MIGUEL ÁNGEL QUIÑONES SALINAS**

**COMO REQUISITO PARCIAL PARA OBTENER EL GRADO  
DOCTOR EN INGENIERÍA DE MATERIALES**

**SAN NICOLÁS DE LOS GARZA, NUEVO LEÓN, MÉXICO**

**OCTUBRE DE 2018**


**UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN**  
**FACULTAD DE INGENIERÍA MECÁNICA Y ELÉCTRICA**  
**SUBDIRECCIÓN DE ESTUDIOS DE POSGRADO**

Los miembros del comité de tesis recomendamos que la tesis "Fatiga térmica en aceros grado herramienta con modificación superficial", realizada por el alumno Miguel Ángel Quiñones Salinas, matrícula 932876 sea aceptada para su defensa como opción al grado de Doctor en Ingeniería de Materiales.

El Comité de Tesis



Dr. Rafael David Mercado Solís  
Asesor



Dr. Rafael Colás Ortiz  
Revisor



Dr. Demófilo Maldonado Cortés  
Revisor

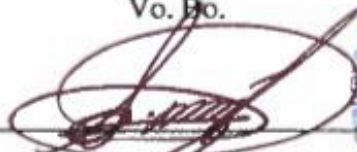


Dr. Marco Antonio Hernández Rdz.  
Revisor



Dr. Javier Alonso Ortega Saenz  
Revisor

Vo. Bo.



Dr. Simón Martínez Martínez  
Subdirector de Estudios de Posgrado



# ÍNDICE

	Página
DEDICATORIA.....	i
AGRADECIMIENTOS.....	ii
SÍNTESIS.....	1
<b>Capítulo 1.</b>	
INTRODUCCION.	
1.1 Introducción.....	2
1.2 Objetivo general.....	3
1.3 Hipótesis.....	4
1.4 Generalidades del proyecto.....	4
1.5 Trabajo presente en cada capítulo.....	8
1.6 Referencias.....	9
<b>Capítulo 2.</b>	
INGENIERIA DE SUPERFICIE.	
2.1 Introducción.....	10
2.2 Métodos ingenieriles para tratamiento superficial de aceros.....	11
2.3 Método de difusión termoquímica.....	12
2.3.1 Nitrurado.....	13
2.3.1.1 Nitrurado por gas.....	13
2.3.1.2 Nitrurado por líquido.....	14
2.3.1.3 Nitrurado por plasma.....	14
2.4 Métodos de energía aplicada.....	14
2.5 Método con recubrimientos y modificación superficial.....	14
2.5.1 Recubrimientos a alta temperatura.....	16
2.5.2 Recubrimientos a baja temperatura.....	16
2.5.3 Recubrimientos a media temperatura.....	16
2.5.3.1 Tecnología de deposición física en fase vapor (PVD).....	18
2.5.3.2 Sistemas de evaporación.....	18
2.5.3.2.1 Evaporación térmica.....	19
2.5.3.2.2 Magnetron o “Sputtering”.....	20
2.5.3.2.3 Evaporación por arco.....	21
2.5.3.2.4 Dispositivos y sistemas para evaporación por arco.....	23
2.5.3.2.5 Inconvenientes.....	26

2.5.3.2.6 Características de las capas.....	27
2.5.3.2.7 Controles de calidad de las capas obtenidas.....	28
2.5.3.2.8 Consideraciones previas al recubrimiento.....	29
2.5.3.2.9 Proceso de limpieza.....	31
2.5.3.2.10 Recubrimientos complejos.....	32
2.5.3.2.11 Recubrimientos funcionales.....	33
2.6 Tecnología híbrida o dúplex.....	33
2.6.1 Tecnología dúplex usando procesos de difusión en aceros aleados.....	34
2.6.2 Tecnología dúplex para componentes hechos de aceros de bajo carbono o ligeramente aleados.....	35
2.6.3 Tecnología dúplex de múltiples fuentes empleando varios métodos PVD para la aplicación de los recubrimientos.....	35
2.7 Referencias.....	37

### **Capítulo 3**

#### **FATIGA TERMICA EN ACEROS CON INGENIERIA DE SUPERFICIE.**

3.1 Introducción.....	42
3.2 Fatiga térmica en aceros con tratamientos superficiales.....	44
3.2.1 Fatiga térmica en aceros con superficie nitrurada.....	44
3.2.2 Fatiga térmica en aceros recubiertos.....	45
3.2.3 Fatiga térmica en aceros con estructuras dúplex.....	46
3.3 Referencias.....	52

### **Capítulo 4.**

#### **METODOLOGÍA PARA EL DISEÑO Y PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL.**

4.1 Introducción.....	55
4.2 Preparación de las muestras testigo designadas para material de investigación.....	57
4.2.1 Obtención de muestras testigo.....	57
4.2.2 Tratamiento térmico.....	58
4.2.3 Primer etapa de limpieza de muestras.....	58
4.2.4 Pulido de superficie.....	60
4.2.5 Segunda etapa de limpieza de muestras.....	61
4.2.6 Preparación del dado de sujeción.....	61
4.2.6.1 Tratamiento mecánico.....	61
4.2.6.2 Proceso de limpieza del dado.....	63
4.2.7 Análisis de macrodureza.....	64
4.2.8 Análisis de rugosidad y morfología.....	64
4.2.9 Análisis microestructural.....	65

4.3 Optimización y ajuste de los parámetros del procesos de nitrurado por plasma y análisis en material de investigación.....	66
4.3.1 Procesos de nitrurado.....	66
4.3.2 Análisis de microestructura.....	69
4.3.3 Análisis de microdureza.....	70
4.3.4 Análisis de nanodureza.....	73
4.3.5 Análisis químico.....	74
4.3.6 Análisis de rugosidad.....	74
4.4 Aplicación de recubrimientos sobre sustratos nitrurados (creación de sistemas dúplex mediante la técnica PVD) y análisis en material de investigación.....	75
4.4.1 Tratamiento superficial tipo dúplex.....	75
4.4.2 Análisis de microestructura.....	77
4.4.3 Análisis de microdureza.....	78
4.4.4 Análisis de nanodureza.....	78
4.4.5 Análisis químico y de espesor.....	79
4.4.5.1 Técnica GDOES.....	79
4.4.5.2 Técnica SEM.....	80
4.4.5.3 Método Calotest.....	80
4.4.6 Análisis de rugosidad y morfología.....	82
4.4.7 Análisis de adhesión.....	82
4.4.8. Evaluación de resultados de material de investigación.....	83
4.5 Preparación de sustratos designados para análisis de intensidad de fatiga térmica.....	84
4.6 Creación de sistemas dúplex en muestras experimentales designados para evaluación de intensidad de fatiga térmica.....	85
4.7 Ejecución de pruebas de fatiga térmica en muestras experimentales.....	88
4.7.1 Equipo para el estudio de fatiga térmica.....	88
4.7.2 Condiciones de prueba para ensayos de fatiga térmica.....	93
4.7.3 Pruebas previas a ensayos de fatiga térmica.....	94
4.8 Evaluación de la intensidad de fatiga térmica en los diferentes sistemas dúplex creados en muestras experimentales.....	94
4.8.1 Análisis no destructivo.....	94
4.8.2 Análisis destructivo.....	97
4.8.2.1 Preparación de muestras.....	97
4.8.2.2 Análisis de falla de perfil de recubrimiento-sustrato.....	98
4.8.2.3 Análisis de dureza.....	98
4.8.3 Categorización de intensidad de daño.....	99
4.9 Referencias.....	100

## Capítulo 5.

### RESULTADOS Y DISCUSION.

5.1	Introducción.....	102
5.2	Resultados de análisis en muestras testigo designadas para material de investigación.....	103
5.2.1	Tratamiento térmico y ensayos de dureza.....	103
5.2.2	Preparación de superficie y análisis de rugosidad y morfología.....	103
5.2.3	Análisis de microestructura.....	104
5.3	Resultados en optimización y ajuste de los parámetros del procesos de nitrurado por plasma y análisis en material de investigación.....	105
5.3.1	Procesos de nitrurado.....	105
5.3.2	Análisis de microestructura.....	105
5.3.3	Análisis de microdureza.....	107
5.3.4	Análisis de nanodureza.....	108
5.3.5	Análisis químico.....	108
5.3.6	Análisis de rugosidad.....	110
5.3.7	Relación de resultados en superficie nitrurada.....	113
5.4	Resultados de aplicación de recubrimientos sobre sustratos nitrurados y análisis en material de investigación.....	114
5.4.1	Tratamiento superficial tipo dúplex.....	114
5.4.2	Análisis de microestructura en sistemas dúplex.....	114
5.4.3	Análisis microdureza.....	116
5.4.4	Análisis nanodureza.....	117
5.4.5	Análisis químico y de espesor.....	118
5.4.5.1	Método GDOES.....	118
5.4.5.2	Método Microscopia Electrónica de Barrido (SEM).....	120
5.4.5.3	Método Calotester.....	129
5.4.6	Análisis de rugosidad y morfología.....	131
5.4.7	Análisis de adhesión.....	132
5.4.8	Evaluación de resultados de material de investigación.....	138
5.5	Resultados de preparación de sustratos designados para análisis de intensidad de fatiga térmica.....	139
5.6	Resultados en creación de sistemas dúplex en muestras experimentales designados para evaluación de intensidad de fatiga térmica.....	140
5.7	Resultados de ejecución de pruebas de fatiga térmica en muestras experimentales..	141
5.7.1	Pruebas previas a ensayos de fatiga térmica.....	141
5.8	Resultados de evaluación de la intensidad de fatiga térmica en los diferentes sistemas dúplex creados en muestras experimentales.....	142
5.8.1	Análisis no destructivo.....	142
5.8.2	Análisis destructivo.....	144

5.8.2.1 Preparación de muestras.....	144
5.8.2.2 Análisis de falla de perfil de recubrimiento-substrato.....	145
5.8.2.2.1 Cantidad de grietas totales.....	155
5.8.2.2.2 Densidad y longitud de grietas.....	157
5.8.2.2.3 Profundidad máxima de grieta.....	162
5.8.2.3 Análisis de dureza.....	164
5.8.2.3.1 Durezas después de 500 ciclos.....	166
5.8.2.3.2 Durezas después de 1000 ciclos.....	168
5.8.2.3.3 Durezas después de 2000 ciclos.....	169
5.8.2.4 Agrietamiento.....	170
5.8.2.4.1 Origen de agrietamiento.....	170
5.8.2.4.2 Propagación de grieta.....	172
5.8.2.4.3 Coalescencia de grietas.....	174
5.8.3 Categorización de intensidad de daño.....	175
5.9 Referencias.....	177

## **Capítulo 6.**

CONCLUSIONES.....	179
-------------------	-----

## **Capítulo 7.**

TRABAJO FUTURO.....	183
---------------------	-----

LISTA DE FIGURAS.....	185
-----------------------	-----

LISTA DE TABLAS.....	191
----------------------	-----

RESUMEN AUTOBIOGRAFICO.....	192
-----------------------------	-----



# DEDICATORIA

## **A Dios**

### **A mis Hijas**

*Victoria Avril Quiñones Contreras*  
*Ivanna Sofia Quiñones Contreras*

### **A mi Esposa**

*Rocío Gemma Contreras Duarte*

### **A mis Padres**

*Miguel Quiñones Fuentes*  
*Sandra Neida Salinas González*

### **A mis Hermanos**

*Jullie Guadalupe Quiñones Salinas*  
*Douglas Iván Quiñones Salinas*

## AGRADECIMIENTOS

A Dios por permitirme completar esta etapa de mi vida.

Al Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología por la beca otorgada durante mis estudios de posgrado y por el apoyo económico brindado para realizar la presente tesis.

Al Programa Doctoral en Ingeniería de Materiales de la FIME-UANL por permitirme realizar mis estudios de posgrado.

A mi asesor el Dr. Rafael Mercado le agradezco todo su apoyo y por ser el guía en este importante proyecto de mi vida profesional.

Al Dr. Rafael Colás por su valiosa participación y por estar siempre ahí para aconsejarme.

Al Dr. Demófilo Maldonado, al Dr. Javier Ortega y al Dr. Marco Hernández por su apreciada amistad y por apoyarme en la revisión de esta tesis, le agradezco de antemano los consejos tan útiles que me otorgaron.

Al Dr. Zygmunt Haduch, que en paz descanse, quien nos abrió las puertas en las colaboraciones realizadas con el Instituto de Tecnología Sustentables en Radom, Polonia. Así mismo a todo el personal de este centro de investigación que nos apoyó en parte del desarrollo de este proyecto.

Les agradezco eternamente a mis padres por darme la vida, por ser mis guías y mi ejemplo a seguir, por brindarme su amor, su apoyo incondicional en todos los aspectos, por sus consejos y por ser como son...“Gracias mis viejos”.

A mis hermanos por su cariño y su apoyo.

A mis hermosas hijas Avril e Ivanna quienes son el motor que me impulsa a seguir adelante y ser mejor.

A mi querida esposa Gemma, gracias por estar a mi lado y acompañarme en cualquier situación, por ayudarme a levantarme en mis tropiezos y poder continuar, gracias por ser tú y por compartir tu vida conmigo.

## SÍNTESIS

Fatiga térmica es una de las fallas más notorias en herramientas para trabajo en calientes. Adicionalmente a las altas cargas mecánicas y tribológicas, los herramientas también están sometidos a cargas térmicas repetitivas acompañadas de gradientes de temperatura localizados entre la superficie libre y su núcleo. Fluctuaciones de carga térmica resultan en nucleación y posterior propagación de grietas por fatiga térmica. La aplicación de tratamientos de modificación superficial como nitrurado, recubrimientos duros y su combinación como tratamientos dúplex (ej. nitrurado más recubrimiento) ha sido efectivo para reducir la oxidación, corrosión, erosión y el desgaste del herramental. Sin embargo, todavía es incierto si esta tecnología (tratamiento superficial o dúplex) tienen algún efecto real de mitigación (y si es así, hasta qué punto) en la nucleación y crecimiento de grietas de fatiga térmica en la superficie de las herramientas. Este trabajo presenta una investigación experimental sobre la fatiga térmica en acero grado herramienta para trabajo en caliente H13 bajo seis diferentes condiciones de modificación superficial. Una condición sólo con nitrurado y cinco con tratamiento dúplex (tratamiento superficial de nitrurado acompañado en cada caso de los siguientes recubrimientos: TiN, TiAlN,  $(\text{CrN/TiN})_{x3}$ , CrN,  $(\text{Cr/CrN})_{x8}$ , aplicados por el método de deposición física en fase vapor). Los sistemas analizados se clasificaron en base a la intensidad de agrietamiento observada después de las pruebas de fatiga térmica. Para reproducir el mecanismo de falla se utilizó un banco de pruebas basado en calentamiento por inducción a alta frecuencia y enfriamiento por aspersion de agua bajo las siguientes condiciones: temperatura máxima en la superficie de la muestra 600°C, temperatura mínima en la superficie de la muestra 80°C, tiempo de calentamiento por ciclo: 15 segundos, tiempo de enfriamiento por ciclo: 10 segundos y el número total de ciclos térmicos para la terminación de la prueba: 500, 1000 y 2000. El comportamiento de la capa de difusión (nitrurado), los recubrimientos aplicados y cada sistema, sobre la intensidad de la fatiga térmica se discute de acuerdo a la densidad de grietas superficiales y a la profundidad de propagación de grieta en diferentes intervalos de prueba. Finalmente, basado en los resultados de la investigación, se discute la aplicabilidad de los tratamientos de modificación superficial en herramientas para trabajo en caliente sometidos a la fatiga térmica.

# CAPÍTULO 1

## INTRODUCCIÓN

### **1.1 Introducción.**

En los procesos de trabajo en caliente, como la fundición, forja en caliente y extrusión, los herramientas son propensos a fallar al sufrir esfuerzos cíclicos por alternados choques térmico, a la vez de experimentar gradientes de temperatura localizados entre su superficie libre y su núcleo [1, 2]. Los costos de producción de herramientas de trabajo en caliente son altamente dependientes de la selección del material, tratamiento térmico, los parámetros del proceso y el tiempo de vida, que está limitado por la destrucción gradual de la superficie durante el servicio [3, 4, 5]. La fluctuación de carga térmica resulta en la nucleación y subsecuente propagación de grietas por fatiga térmica en la superficie del herramental [6, 7]. Para aumentar la vida útil, se han desarrollado tecnologías modernas híbridas de modificación superficial, en la que se producen materiales compuestos, los cuales consisten en una capa de difusión en el sustrato y un recubrimiento aplicado sobre esta superficie [8, 9].

El tratamiento dúplex combina, por ejemplo, las ventajas de nitrurado por plasma con las del proceso de deposición física en fase vapor (PVD, por sus siglas en inglés). La alta dureza de los recubrimientos no es suficiente para la protección de las herramientas de trabajo en caliente. Un sustrato de acero con una capa de difusión ofrece un mejor soporte mecánico y significativamente determina la adhesión de los recubrimientos duros, así mismo presenta un estado de compresión residual en combinación con una resistencia a la pérdida de dureza [8, 9, 10, 11]. El uso de esta tecnología ha sido calificada para disminuir el mecanismo de falla como corrosión y desgaste, sin embargo, todavía no está bien entendido si afecta en la reducción de la nucleación y crecimiento de grietas superficiales producidas por fatiga térmica. En este trabajo se presenta un análisis y evaluación del comportamiento de una serie de sistemas dúplex en aceros grado herramienta para trabajo en caliente, expuestos a ciclos térmicos repetitivos (fatiga térmica). Se utilizaron seis sistemas, bajo diferentes condiciones de modificación superficial, con el fin de caracterizar y evaluar el comportamiento de cada uno en el crecimiento y propagación de grietas. De acuerdo a la densidad de superficie de la grieta, la propagación de grietas y perfil de dureza en la superficie, se discute la aplicabilidad de los tratamientos dúplex en aceros para trabajo en caliente.

## **1.2 Objetivo general**

Por lo tanto, el objetivo principal del presente proyecto de investigación es el estudio y evaluación de la intensidad de fatiga térmica en aceros grado herramienta para trabajo en caliente AISI H13 con modificación superficial tipo dúplex (nitrurado + recubrimientos PVD).

### **1.2.1 Objetivos específicos**

- Preparación de las muestras testigo designadas para material de investigación.
- Optimización y ajuste de los parámetros del procesos de nitrurado por plasma y análisis en material de investigación (muestras testigo).
- Aplicación de recubrimientos sobre sustratos nitrurados (creación de sistemas dúplex) y análisis en material de investigación (muestras testigo).

- Preparación de substratos designados para análisis de intensidad de fatiga térmica.
- De acuerdo a los resultados en muestras testigo, creación de sistemas dúplex en muestras experimentales diseñadas para la evaluación de intensidad de fatiga térmica.
- Ejecución de pruebas de fatiga térmica en los diferentes sistemas dúplex creados en muestras experimentales.
- Evaluación de la intensidad de fatiga térmica en los diferentes sistemas dúplex creados en muestras experimentales.

### **1.3 Hipótesis**

La hipótesis que fundamenta este trabajo es la siguiente: Los recubrimientos depositados mediante el método de deposición física en fase vapor PVD, en combinación con un tratamiento de nitrurado superficial (sistema dúplex) incrementa la resistencia a la fatiga térmica en aceros grado herramienta para trabajo en caliente AISI H13.

### **1.4 Generalidades del proyecto**

El proyecto de tesis abarca fundamentalmente las siguientes etapas:

#### **1.4.1 Preparación de las muestras testigo designadas para material de investigación.**

En la primera etapa de experimentación se obtuvieron los especímenes de acero grado herramienta H13 que serían utilizados para la optimización de los parámetros del proceso de nitrurado por plasma y estudio de deposición de los recubrimientos. Se analizaron los parámetros del tratamiento térmico (temperatura, tiempo y velocidad de enfriamiento) para obtener determinadas propiedades mecánicas (dureza y tenacidad) en el acero seleccionado y se llevó a cabo el tratamiento térmico. Varias mediciones de dureza fueron realizadas para determinar el promedio general de todos los especímenes experimentales. Posteriormente, se observó la microestructura para seleccionar las zonas a ser analizada a detalle por microscopía óptica. Así mismo con el propósito de comparar y obtener los valores de rugosidad y la morfología de la superficie antes y

después del proceso de nitrurado, se realizaron dos diferentes técnicas de ensayos, la primera fue mediante un perfilómetro y la segunda utilizando un microscopio de Fuerza Atómica (Q-Scope 250). En el paso final de esta etapa, se realizó el proceso de limpieza a profundidad en los especímenes.

#### **1.4.2 Optimización y ajuste de los parámetros del procesos de nitrurado por plasma y análisis en material de investigación (muestras testigo).**

La segunda etapa comprendió la optimización y el ajuste de los parámetros del proceso de nitrurado por plasma del acero grado herramienta para trabajo en caliente H13. Para la ejecución de estos procesos se utilizó el método de deposición física en fase vapor asistida por plasma PVD (por sus siglas en ingles). Para obtener la relación de gases  $N_2/H_2$  (potencial de nitrurado) requerida, se llevó a cabo el proceso de nitrurado bajo diferentes relaciones de gas, a fin de obtener diferentes modificaciones superficiales y seleccionar la óptima. Después de dicho proceso, los especímenes fueron preparados (metalografías) y analizadas por microscopía óptica. Se tomaron micrografías de cada espécimen en la zona nitrurada y se estudió la profundidad de difusión, la capa compuesta (capa blanca) y la concentración de nitruros de hierro. Una vez obtenidos estos resultados, se realizó un perfil de micro durezas. Se realizaron indentaciones a diferentes profundidades de la superficie y se repitieron en cada punto de profundidad para obtener los valores promedio. Se graficaron los valores de micro dureza contra profundidad con la intención de comparar los resultados obtenidos en los especímenes a diferentes potenciales de nitrurado. Con el objetivo de confirmar la profundidad de difusión y el perfil de dureza de forma más detallada se realizaron prueba de nano dureza en la misma zona y mediante los mismos ensayos se obtuvieron los valores de módulo de Young. Mediante espectrometría de emisión óptica se obtuvo la composición química y se determinó el contenido de nitrógeno en la capa de difusión. Después de cada proceso de nitrurado se analizaron los cambios en la rugosidad y la morfología de la superficie. Finalmente de acuerdo a estos análisis, se determinó que el potencial de nitrurado optimo fue  $P=2.0$  con una relación de gases  $N_2/H_2$  de 10/90% respectivamente.

### **1.4.3 Aplicación de recubrimientos sobre sustratos nitrurados (creación de sistemas dúplex) y análisis en material de investigación (muestras testigo).**

En la tercera etapa se ejecutaron los procesos de tratamiento dúplex (nitrurado por plasma + recubrimiento PVD) y se realizó el análisis en los especímenes experimentales utilizados para investigación. Cinco diferentes recubrimientos (CrN, (Cr/CrN)<sub>x8</sub>, (CrN/TiN)<sub>x3</sub>, TiN, TiAlN) fueron depositados sobre superficies nitruradas con el potencial seleccionado anteriormente (P=2.0). Los recubrimientos seleccionados fueron creados por el método de evaporación por arco (AE) en proceso discontinuo. Posteriormente al proceso de deposición se observaron los sistemas obtenidos mediante microscopía óptica. Se procedió a realizar las mediciones del espesor de las capas individuales, la rugosidad de la superficie, la morfología superficial y la micro dureza. Prueba de nano dureza en la superficie del recubrimiento fue tomada con el objetivo de obtener los valores de módulo de Young y la dureza. Mediante espectrometría de emisión óptica se obtuvo la composición química y se determinó el contenido de titanio, cromo, aluminio y de nitrógeno en cada sistema de recubrimiento. Se midió la adhesión de cada tipo de recubrimiento utilizando el método de ralladura. Los cambios en la emisión acústica (AE) y la fuerza tangencial (Ft) fueron registrados durante las mediciones. Una vez realizadas las ralladuras, se analizaron detalladamente mediante microscopía óptica y se detectaron los valores críticos de acuerdo a tres zonas características en la ralladura: agrietamiento del recubrimiento como daño inicial, posteriormente la remoción parcial y finalmente la remoción total del recubrimiento del sustrato siendo esta última la más importante y la que indica el valor de adhesión de un determinado recubrimiento.

### **1.4.4 Preparación de sustratos designados para análisis de intensidad de fatiga térmica. Creación de sistemas dúplex en muestras experimentales designados para evaluación de intensidad de fatiga térmica.**

La preparación, modificación y análisis de los especímenes utilizados para la investigación de los ensayos de fatiga térmica fue la principal actividad de la cuarta etapa de este trabajo. Como parte de la preparación de los especímenes se inició con el proceso de maquinado y subsecuentemente se realizó el tratamiento térmico en un horno



al vacío. Se tomaron mediciones de dureza con la finalidad de identificar y corroborar los valores promedio después del tratamiento térmico. Posteriormente, se llevó a cabo el complejo proceso de limpieza y se ejecutaron los procesos de tratamiento dúplex (nitrurado por plasma + recubrimiento PVD) para estos substratos. El mismo tipo de recubrimientos (CrN, (Cr/CrN)<sub>x8</sub>, (CrN/TiN)<sub>x3</sub>, TiN, TiAlN) fueron depositados después del proceso de nitrurado por plasma y fueron creados por el método de evaporación por arco (AE). Los procesos se realizaron de forma discontinua es decir que se ejecutaba la parte de nitrurado y después se interrumpía para limpiar químicamente las muestras y finalmente continuar con el proceso de deposición de recubrimientos. Por último después de los procesos de modificación superficial, con el objetivo de analizar y evaluar los diferentes sistemas obtenidos, se llevó a cabo un estudio superficial por microscopia óptica, se obtuvo el espesor de las capas individuales de los componentes, la rugosidad y la micro dureza en la superficie.

#### **1.4.5 Ejecución de pruebas de fatiga térmica y evaluación de la intensidad de dicho mecanismo en los diferentes sistemas dúplex creados en muestras experimentales.**

En la quinta etapa se llevaron a cabo las pruebas de fatiga térmica y evaluación de la intensidad de dicho mecanismo en los diferentes sistemas dúplex creados en muestras experimentales. Los ensayos fueron realizados mediante un banco de pruebas bajo las siguientes condiciones: temperatura máxima 600°C, temperatura mínima 80°C, tiempo de calentamiento: 15 segundos, tiempo de enfriamiento: 10 segundos y el número total de ciclos térmicos para la terminación de la prueba: 500, 1000 y 2000. Posterior a las pruebas, se realizó la preparación metalográfica de las muestras. Una vez listas, se realizaron observaciones por microscopia óptica y se tomaron micrografías de cada superficie de las secciones transversales (sin y con ataque) a diferentes magnificaciones. Se obtuvo un perfil de microdureza a diferentes profundidades de la superficie y se graficaron en función de la distancia para comparar los resultados entre los diferentes sistemas después de cada set de ciclos térmicos. Mediante microscopia óptica se realiza un análisis sobre la densidad de grietas y la profundidad de la grieta a diferentes magnificaciones. El comportamiento, de la capa de difusión (nitrurado), los recubrimientos aplicados y cada sistema, sobre la intensidad de la fatiga térmica se

discute de acuerdo a la densidad de grietas superficiales y a la profundidad de propagación de grieta en diferentes intervalos de prueba. Finalmente, basado en los resultados de la investigación, se discute la aplicabilidad de los tratamientos de modificación superficial en herramientas para trabajo en caliente sometidos a la fatiga térmica.

### **1.5 El trabajo presente en cada capítulo.**

En el Capítulo 1 se justifica la necesidad del estudio de la influencia de las tecnologías de modificación superficial sobre el grado de intensidad del mecanismo de falla en aceros tratados.

En el Capítulo 2 se presenta una revisión de literatura sobre los métodos ingenieriles existentes de modificación superficial en metales.

En el Capítulo 3 se presenta una búsqueda bibliográfica con la finalidad de conocer el estado del arte en relación al estudio del fenómeno de fatiga térmica en aceros con ingeniería de superficie.

En el Capítulo 4 se dan a conocer las condiciones y pasos que se siguieron en el desarrollo experimental del presente trabajo. Se describen las diferentes pruebas realizadas.

En el Capítulo 5 se analizan y discuten los resultados obtenidos después de las pruebas de fatiga térmica.

En el Capítulo 6 se presentan las conclusiones del presente trabajo de investigación.

En el Capítulo 7 se presentan algunas recomendaciones para trabajo futuro en relación a experimentos realizados.

## 1.6 Referencias

1. A. Weronski, T. Hejwowski, Thermal Fatigue of Metals, Marcel Dekker, Inc., New York, (1991) 108.
2. C. Starling, J. Branco, Thin Solid Films 308-309 (1997) 436, 441.
3. P. Panjan, M. Cekada, R. Kirn, M. Sokovic, Surface and Coatings Technology, 180-181 (2004) 561.
4. P. Panjan, I. Urankar, B. Navinsek, M. Tercelj, R. Turk, M. Cekada, V. Leskovsek, 151-152 (2002) 505.
5. D. Klobcar, J. Tusek, B. Taljat, Materials Science and Engineering, A 427 (2008) 198.
6. A. Srivastava, V. Joshi, R. Shivpuri, R. Bhattacharya, S. Dixit, Surface and Coatings Technology, 163 -164 (2003) 631.
7. Y. Wang, Surface and Coatings Technology, 94-95 (1997) 60.
8. J. Walkowicz, J. Smolik, K. Miernik, J. Bujak, Surface and Coating Technology, 97 (1997) 453.
9. J. Smolik, M. Gulde, J. Walkowicz, J. Suchanek, Surface and Coatings Technology, 180-181 (2004) 506.
10. M. Pellizzari, A. Molinari, G. Straffelini, Surface and Coatings Technology 142-144 (2001) 1109, 1113.
11. K. Klimek, H. Ahn, I. Seebach, M. Wang, K.-T. Rie, Surface and Coatings Technology, 174 -175 (2003) 677, 678.

# CAPÍTULO 2

## INGENIERIA DE SUPERFICIE

### **2.1 Introducción.**

Las tecnologías avanzadas en ingeniería de superficie son cruciales para el desarrollo intensivo de materiales ingenieriles. Esto es debido al hecho de que, para muchos materiales, resulta prácticamente imposible nuevas mejoras en sus propiedades mecánicas a través de la modificación de su microestructura o composición química. Debido a las limitaciones de las tecnologías clásicas, como tratamientos térmicos, la forma más efectiva de mejorar las propiedades de componentes ingenieriles es la modificación de las propiedades superficiales. Así, el desarrollo rápido de numerosas ramas modernas de la industria, observado en las últimas décadas, ha sido en gran medida, determinado por el potencial de la ingeniería de superficie. Debido a los nuevos materiales y técnicas que han hecho posible la modificación de propiedades superficiales, componentes y herramientas, pueden resistir condiciones severas tales como desgaste, corrosión, cargas mecánicas y térmicas [1, 2, 3].

La ingeniería de superficie involucra cambios de una forma deseada en las propiedades de la superficie y en la región cerca de la superficie del sustrato. La ingeniería de superficie como tratamiento superficial, puede implicar un proceso de revestimiento o un proceso de modificación superficial. En el proceso de revestimiento, se agrega material a la superficie, donde el material subyacente (sustrato) es cubierto y no es detectable en la superficie. El proceso de modificación superficial, cambia las propiedades de la superficie, donde el material del sustrato sigue presente en la superficie [4].

## 2.2 Métodos ingenieriles para tratamiento superficial de aceros.

Los tratamientos superficiales son procesos que incluye una amplia variedad de técnicas utilizadas para mejorar las propiedades superficiales de componentes y herramientas, Tabla 2.1 [5].

<b>Tabla 2.1 Métodos ingenieriles para tratamientos superficiales de aceros.</b>	
<b>Difusión termoquímica</b>	
	Carburizado
	Nitrurado
	Carbonitrurado
	Nitrocarburizado
	Borizado
	Difusión térmica
<b>Energía aplicada</b>	
	Proceso por flama
	Proceso por inducción
	Proceso por láser
	Proceso por haz de electrones
<b>Proceso de revestimiento</b>	
	Deposición química en fase vapor
	Deposición física en fase vapor
	Implantación de iones
	Tratamiento superficial con láser
	Cromado duro
	Niquelado electrolítico
	Pulverización térmica
	Revestimiento con soldadura

Cada uno de estos enfoques para tratamiento superficial se revisan brevemente en este capítulo, se da especial énfasis a los métodos utilizados en el presente trabajo de investigación.

Se distinguen tres enfoques claros para los diversos métodos de tratamiento superficial: método de difusión termoquímica, métodos de energía aplicada y método con recubrimientos o modificación superficial.

### **2.3 Método de difusión termoquímica.**

Este tratamiento involucra la modificación química superficial. El proceso básico usado es termo-químico, debido a que se requiere calor para mejorar la difusión de elementos a través de a una cierta profundidad de la superficie. La profundidad de difusión exhibe una dependencia tiempo-temperatura, tal como: profundidad de capa  $\alpha$   $K \sqrt{\text{Tiempo}}$ , donde el coeficiente de difusión “K” depende de la temperatura, la composición química de acero y del gradiente de concentración del elemento utilizado dependiendo del caso. El coeficiente de difusión se incrementa exponencialmente en función de la temperatura absoluta. El gradiente de concentración depende de la cinética de la superficie y la reacción de cada proceso en particular [5].

Los métodos de modificación mediante difusión incluyen varios elementos tales como carbono, nitrógeno o boro y utiliza diferentes procesos (en forma de gas, líquido o iones) mediante los cuales manipulan y transporta, los elementos mencionados, a la superficie a modificar. Estas variaciones de proceso naturalmente producen diferencias en la profundidad y propiedades (dureza) de la superficie. Factores que influyen la idoneidad de un método de difusión incluye el tipo de acero, la dureza deseada y la profundidad requerida. Así mismo, es importante distinguir entre la profundidad de difusión total y la profundidad efectiva. La profundidad efectiva es aproximadamente de 2/3 a 3/4 de la profundidad de difusión total. Por esto, debe ser especificada la profundidad efectiva requerida, de esta forma el proceso será realizado bajo los parámetros correctos [6].

### **2.3.1 Nitruado.**

En este proceso, el nitrógeno difunde a través de la superficie del producto ferroso a una temperatura de entre 500 a 575°C, valor que está por debajo de la temperatura de formación de austenita (A<sub>c1</sub>) para aceros ferríticos y en donde un templado posterior no es requerido. Como resultado de la no austenización y templado que forma martensita, el nitruado resulta con distorsiones mínimas y con excelente control. El nitruado se puede realizar bajos los procesos de gas, líquido o plasma (ionizado). Antes del nitruado, el acero es templado y revenido, este último tratamiento se realiza en un rango de temperaturas (540 y 750°C) por arriba de los valores de nitruado, esto provee una estructura del núcleo más estable durante el proceso de nitruado [5, 7].

La estructura de un acero nitruado, puede incluir una zona de difusión con o sin capa compuesta, esto depende del tipo y concentración de elementos de aleación y del tiempo y temperatura de exposición al tratamiento de nitruado. Además, la zona de difusión y/o la formación de la capa compuesta dependen de la concentración de nitrógeno, así como el mecanismo usado para aplicar el nitrógeno en la superficie. La zona de difusión de un nitruado puede ser descrito como la microestructura del núcleo original, con algo de fortalecimiento de solución solididad y precipitación [8, 9].

#### **2.3.1.1 Nitruado por gas.**

Este proceso se realiza en presencia de gas amoníaco, ya sea en una sola etapa o doble etapa. El proceso de etapa simple, en el cual se requieren temperaturas de entre 495 a 525°C, produce un compuesto frágil rico en nitrógeno, llamado capa blanca, en la superficie nitruada. El proceso de etapa doble, tiene la ventaja de reducir el espesor de la capa blanca nitruada. Después de la primer etapa, la segunda, se continua con la misma temperatura o incrementando los valores a 550-565°C. Este incremento en temperatura reduce la dureza y aumenta la profundidad de difusión [5, 10].

### **2.3.1.2 Nitruado por líquido.**

Este proceso se realiza en un baño de sales que contiene ya sea cianuros o cianatos, usando temperaturas similares a las del nitruado por gas. Este proceso tiene la ventaja de procesar piezas ya terminadas debido a que la estabilidad dimensional puede mantenerse debido a las temperaturas subcríticas usadas. Además, a bajas temperaturas, el nitrógeno líquido añade más nitrógeno y menos carbono a materiales ferríticos, que los obtenidos con tratamientos de alta temperatura debido a que la ferrita tiene mejor solubilidad para el nitrógeno (máx. 0.4%) que para el carbono (máx. 0.02%) [5, 11].

### **2.3.1.3 Nitruado por plasma.**

Este método utiliza la tecnología de descarga luminiscente para introducir el nitrógeno en la superficie del metal. En este proceso se forma un plasma en vacío usando alto voltaje, donde los iones de nitrógeno son acelerados hacia la superficie de la pieza. El bombardeo de iones genera calentamiento en la superficie, la limpia y proporciona nitrógeno activo. Este proceso tiene como ventajas: mejor control químico, uniformidad y menor distorsión dimensional comparado con el nitruado por gas [5, 9, 12].

## **2.4 Métodos de energía aplicada.**

Estos métodos incluyen tratamientos térmicos convencionales, tales como, flama, inducción, tecnologías que incorporan láser de alta energía y haz de electrones. Todos estos métodos pueden ser clasificados como simples tratamientos térmicos, en los cuales, no se modifica la composición química, sino que se mejoran las propiedades alterando la metalurgia superficial. Se produce una modificación superficial sin elementos de aleación adicional. Estos pueden ser usados para modificar la superficie completa o áreas localizadas. Cuando se realiza de forma localizada, el término tratamiento superficial selectivo, es usado para describir estos métodos [13].

## **2.5 Método de revestimiento.**

Mediante estos procesos se crea una nueva capa de otro material de naturaleza distinta, denominado recubrimiento, (diferente composición química, estructura y



propiedades mecánicas) sobre el sustrato del acero (al cual se le puede alterar la composición química) a fin de obtener propiedades superficiales distintas y mejoradas. [14]. Dentro de los recubrimientos duros, se mejora la resistencia al desgaste en matrices, herramientas y útiles para mecanizar, cortar y en definitiva dar forma a otros materiales. Ha evolucionado de tal forma en los últimos años, que actualmente constituye una de las tecnologías de punta en el campo de los tratamientos térmicos. Un recubrimiento tiene la finalidad de mejorar ciertas propiedades superficiales, por lo tanto la productividad de manera extraordinaria del instrumental. Se obtiene a la vez una reducción de los costes de fabricación y da una mejor calidad final de las piezas producidas. Esto se consigue mediante recubrimientos específicos en las zonas de trabajo de las herramientas y útiles [15]. Los recubrimientos se aplican mediante tecnologías tales como, electrodeposición, electrólisis, pulverización térmica y revestimiento con soldadura. En años más recientes, los métodos de modificación superficial utilizados en la industria electrónica han sido usados para tratar aceros. Esto incluye técnicas de deposición en fase vapor e implantación iónica. Además procesos superficiales con láser para aleaciones y revestimientos superficiales se han llevado a cabo en aceros. Esta variedad de tratamientos ingenieriles de superficie pueden generar capas muy delgadas (ej. de 1 a 10 $\mu$ m mediante deposición física en fase vapor) o recubrimientos gruesos (ej. de 3 a 10mm en el caso de revestimiento por soldadura) [16].

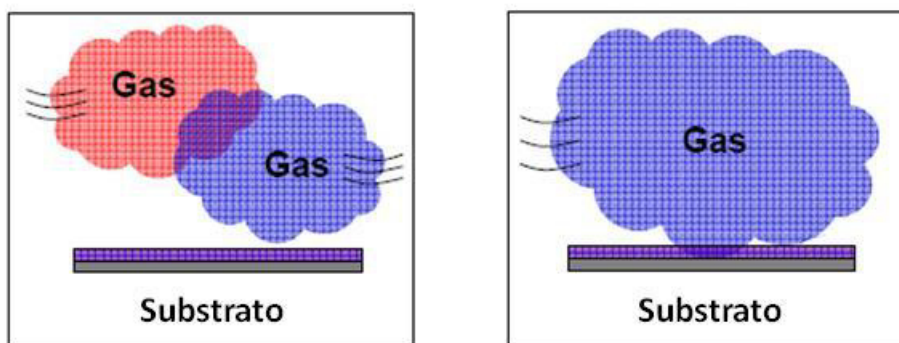
En la actualidad existen tres grandes grupos utilizados en el ámbito industrial para la aplicación de recubrimientos, donde la característica principal que los diferencia es la temperatura del proceso: Alta temperatura (aprox. 1000°C), media temperatura (aprox. 500°C) y temperatura ambiente [17].

Métodos utilizados de acuerdo a temperatura de aplicación de recubrimiento.

- Recubrimientos a alta temperatura (aprox. 1000°C),
- Recubrimientos a media temperatura (aprox. 500°C).
- Recubrimientos a baja temperatura (temperatura ambiente).

### 2.5.1 Recubrimientos a alta temperatura.

El proceso de deposición química en fase vapor o CVD (por sus siglas en inglés), utiliza la descomposición a alta temperatura de un halogenuro del metal a implantar y la combinación del mismo con un gas reactivo, para formar los compuestos característicos buscados, Figura 2.1. Ej. nitruros de titanio (TiN), carburos de titanio (TiC), óxidos de aluminio ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) o combinaciones de los mismos [18].



**Figura 2.1.** Descripción simple de proceso de deposición química en fase vapor, CVD[19].

Su principal limitación reside en que la alta temperatura necesaria para efectuar el proceso (900 a 1000°C) y las condicionantes técnicas del mismo, exigen para la mayor parte de los aceros un tratamiento térmico posterior, generalmente en horno a alto vacío. También pueden producirse deformaciones en las piezas debido a las altas temperaturas del proceso [20].

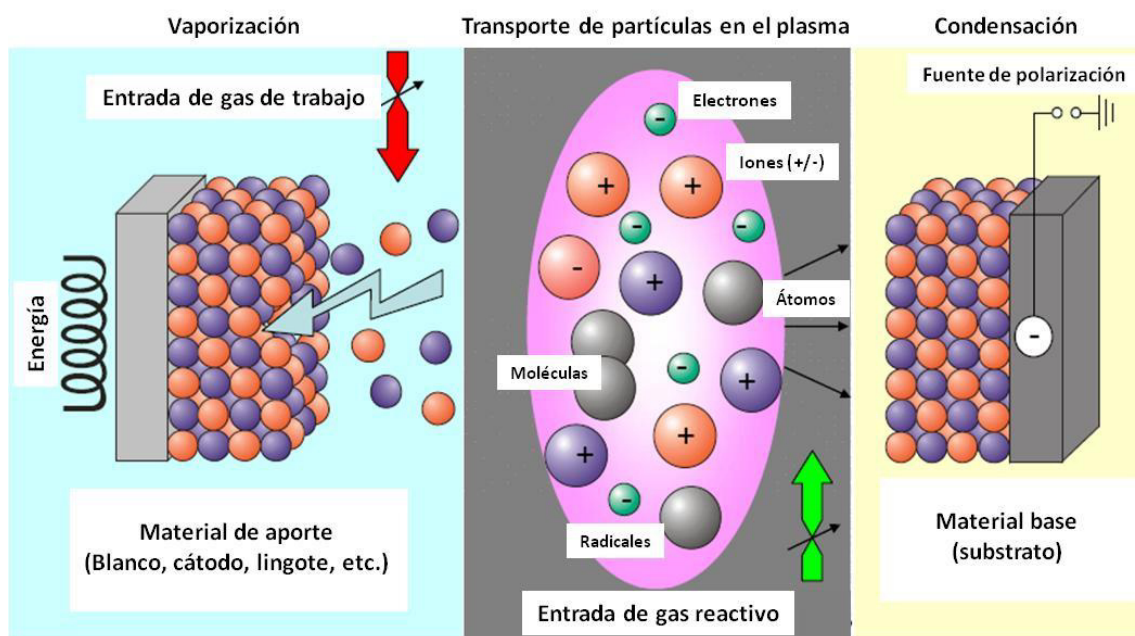
### 2.5.2 Recubrimientos a baja temperatura.

Dentro de esta gama de recubrimientos encontramos: electrodeposición, electrólisis, implantación iónica, pulverización térmica y revestimiento con soldadura [16, 21].

### 2.5.3 Recubrimientos a media temperatura.

El proceso de deposición física en fase vapor o PVD (por sus siglas en inglés), consiste en fundir, evaporar e ionizar el metal (material de aportación) del que se obtiene

el recubrimiento, para reaccionar con un gas reactivo de aportación (generalmente  $N_2$ ) y depositar el producto en forma de átomos, iones o moléculas sobre el sustrato, Figura 2.2. De esta manera, pueden conseguirse capas muy duras y de espesores muy finos: ej. nitruro de titanio (TiN), carbonitruro de titanio (TiCN), nitruros de titanio-aluminio (TiAlN), carburo de molibdeno (MoC), nitruro de cromo (CrN), nitruro de circonio (ZrN) [22,23].



**Figura 2.2.** Descripción de las tres fases del proceso de deposición física en fase vapor, (PVD) [19].

El gran interés tecnológico del sistema PVD reside en el hecho de poder trabajar a temperaturas de entre 200 a 500°C, lo cual hace posible aplicar el recubrimiento en piezas totalmente terminadas y sin necesidad de posteriores tratamientos térmicos o rectificadas ya que no se producen distorsiones ni cambios en la microestructura del material. Las piezas deben poder mantener su dureza original a estas temperaturas. En esta ventaja radica la gran aceptación y divulgación de las capas de PVD [24].

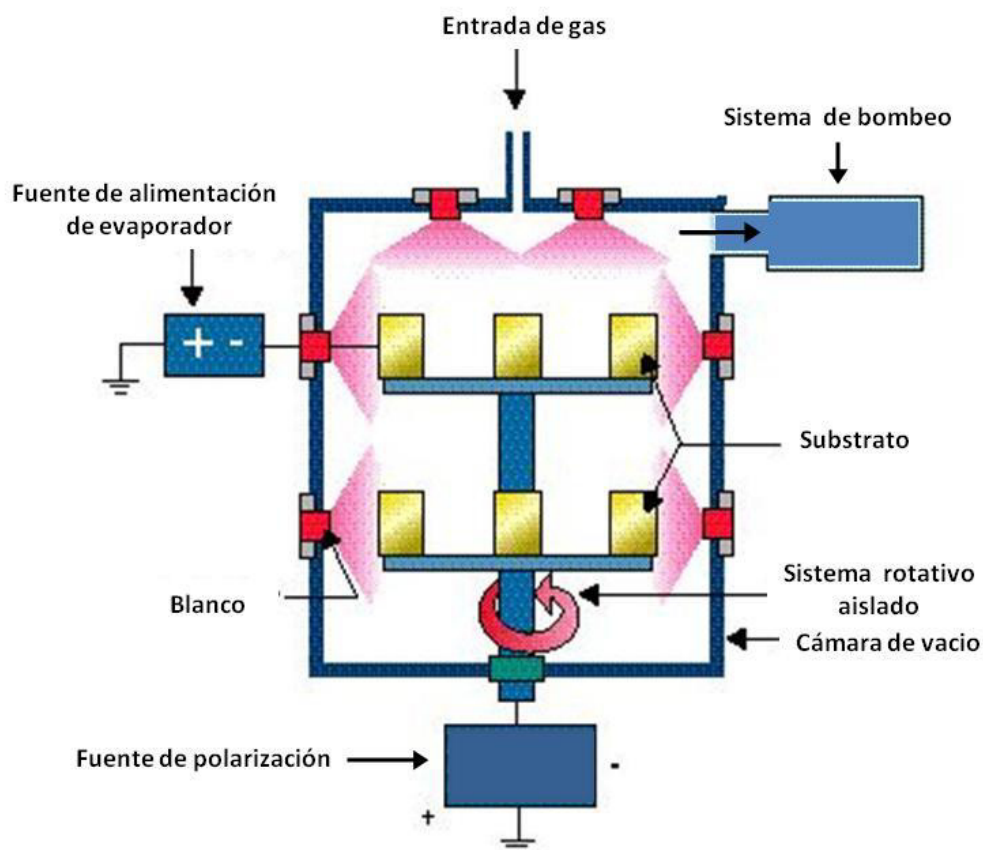
### **2.5.3.1 Tecnología de deposición física en fase vapor (PVD).**

Los recubrimientos obtenidos por este proceso, pueden conseguirse con distintos sistemas de evaporación. Los cuales consisten en evaporar un metal puro o aleación por medios físicos en una cámara, donde previamente se obtiene un grado de vacío muy elevado (aproximadamente  $10^{-4}$  a  $10^{-5}$  mbar). Una vez evaporado el metal o aleación al entrar en contacto con un gas reactivo en medio plasmático, forma el compuesto que se desea implantar sobre la superficie a recubrir. Este compuesto es proyectado contra las piezas por acción de la diferencia de potencial (200 a 400V) que existe entre las piezas o herramientas a recubrir y la cámara. Al entrar en contacto con el sustrato, el producto gaseoso formado se condensa sobre él. Las reacciones entre el vapor del metal y el gas reactivo se llevan a cabo en una cámara (reactor), introduciendo dicho gas con una presión muy reducida del orden de 5 a  $10^{-3}$  mbar, donde existe una atmósfera de iones y electrones en igual proporción (plasma) con carga eléctrica global nula. El metal evaporado (ej. titanio) y la introducción del gas reactivo (ej. nitrógeno), originan un flujo de partículas activadas (ej. nitruro de titanio, TiN+), de gases ionizados (ej. N+, Ar+) y de átomos neutros que se aceleran hacia el sustrato por la aplicación de una polarización negativa al mismo. Al encontrarse esta corriente gaseosa (vapor) con el sustrato polarizado, se produce la condensación de los átomos del compuesto (ej. TiN) formándose las primeras capas del compuesto, los cuales crecen después por coalescencia y por la aportación de nuevos átomos e iones que llegan continuamente. La Figura 2.3 muestra un diagrama esquemático de este proceso con sus componentes básicos. Las capas finas y duras de nitruro de titanio (TiN) depositadas por la tecnología PVD, son las que tienen una aplicación comercial mucho más amplia, gracias a la gran resistencia al desgaste que proporcionan y que actúan como barreras de difusión del calor [4, 25].

### **2.5.3.2 Sistemas de evaporación.**

Existen diversas variantes de la técnica PVD basadas principalmente en los medios utilizados para producir la evaporación del metal a aportar para realizar un recubrimiento [25, 26]:

1. Evaporación térmica.
2. Sistema pulverización catódica con magnetrón (“Sputtering”).
3. Evaporación por arco.



**Figura 2.3.** Diagrama esquemático del proceso de deposición física en fase vapor (PVD) con sus componentes básicos.

### 2.5.3.2.1 Evaporación térmica.

Este sistema consiste en aumentar la temperatura de metal de aportación contenido en un crisol situado debajo del sustrato, hasta lograr que éste se vaporice y quede suspendido en el vacío como vapor del metal que formará el recubrimiento. Existen diversos tipos de evaporación térmica y se diferencian básicamente en la forma de conseguir que el metal aumente de temperatura, para ello tenemos tres tipos diferentes de sistemas.

**Por inducción o resistencias.**

Hacemos circular una corriente eléctrica a través de unas bobinas o unas resistencias que provocan el calentamiento del crisol hasta superar la temperatura de fusión del metal y conseguir que este se vaporice (fase gaseosa).

**Por cañón de electrones.**

La evaporación del metal está producida por el calentamiento generado por un haz de electrones (cañón electrónico), donde la energía cinética se convierte en calor al chocar estos contra el metal. La función del haz de electrones es calentar y fundir el metal vaporizándolo. La activación se consigue mediante un electrodo polarizado colocado dentro del plasma, entre el substrato y la fuente.

**Por láser.**

Tiene un funcionamiento similar al anterior con la particularidad que se proyecta un rayo láser sobre la superficie del metal, provocando que este se caliente y aumente la temperatura hasta llegar a vaporizar el metal o aleación que formará parte del compuesto del recubrimiento.

**2.5.3.2.2 Magnetron o “Sputtering”.**

La vaporización del metal a implantar se produce por la expulsión de los átomos superficiales de una placa del citado metal (cátodo) que se proyectan sobre el substrato colocado bajo la fuente. La expulsión superficial del metal evaporado se debe la aceleración de iones no reactivos (ej. Ar<sup>+</sup>) para extraer el metal a implantar de la fuente suministradora la cual está sometida a un fuerte potencial negativo para crear el régimen de descarga luminiscente necesario para las reacciones en fase gaseosa. Para aumentar el rendimiento de la pulverización se emplean campos magnéticos aplicados transversalmente a la dirección del campo eléctrico en la superficie de la placa que constituye la fuente (cátodo). Un sistema de estas características recibe el nombre de pulverización catódica con magnetron. Este sistema crea un campo magnético, el cual hace que los electrones que se desprenden del metal de aportación para el recubrimiento

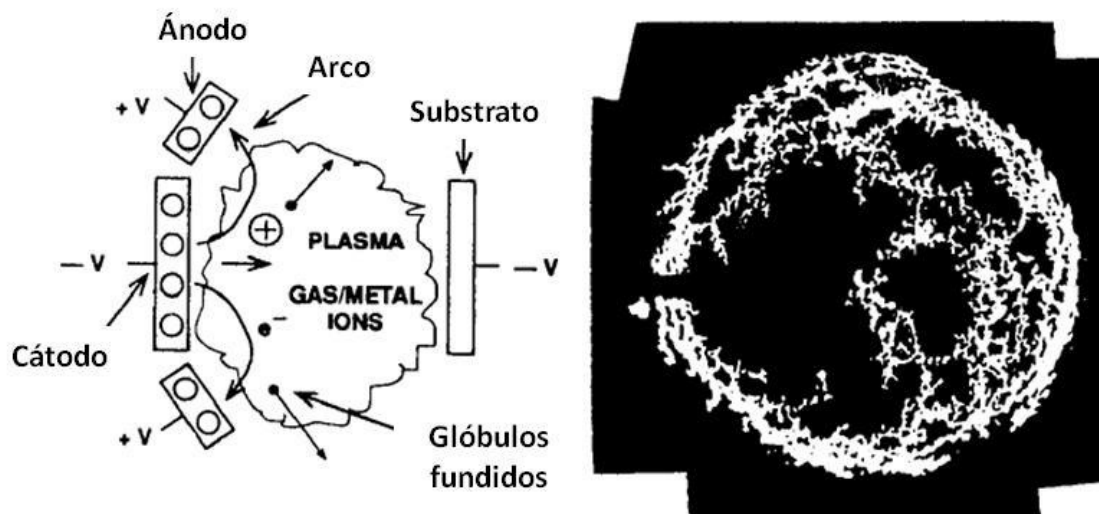
circulen de norte (N) a sur (S), de manera que choquen con el metal y se consigue que erosionen aún más el metal de aportación [27].

### **2.5.3.2.3 Evaporación por arco.**

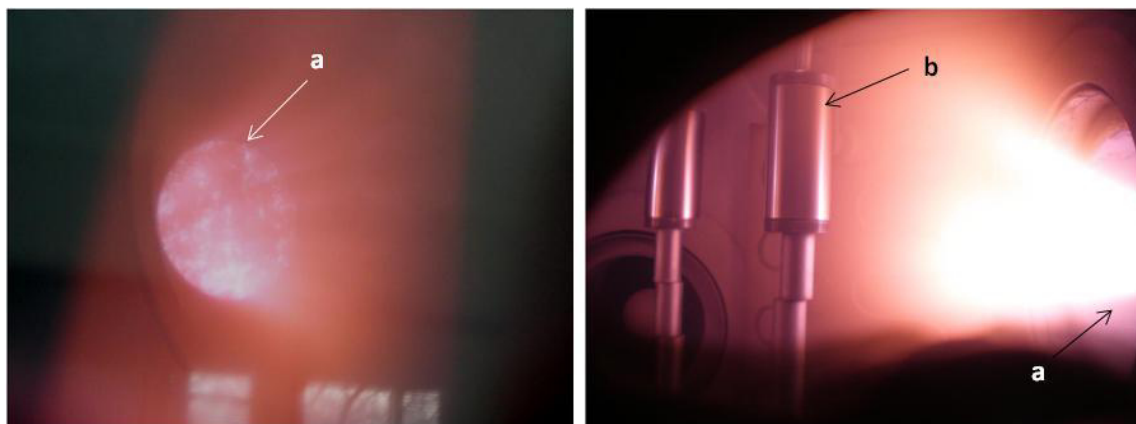
El uso de arco en vacío para generación de recubrimientos fue sugerido por primera vez por Thomas Edison, quien fue galardonado con una patente sobre la deposición de plasma por arco en 1892. Esta tecnología fue desarrollada después en el Centro Tecnológico de Recubrimientos de Metales (CMTM) de Moscú y adaptado posteriormente por la compañía americana MULTIARC-ION BOND, el cual basa la evaporación y obtención de los iones del metal a implantar (material de aportación) en el efecto que produce un arco voltaico sobre el cátodo de este material, donde el arco se desplaza sobre la superficie del cátodo, Figura 2.4. Como la temperatura del arco eléctrico es muy elevada y es muy superior a la temperatura de fusión del metal o aleación, este instantáneamente se funde y seguidamente se evapora, quedando suspendido en el vacío en forma de iones [28]. Durante el proceso, se evapora una cantidad de metal proporcional a la intensidad de la corriente del arco. El metal evaporado ionizado es acelerado en la dirección de las piezas a recubrir (polarizadas negativamente) y reacciona con los gases reactivos introducidos dentro de la cámara (ej. N, H) para formar los depósitos duros. Los iones, una vez generados son proyectados sobre las piezas a recubrir por acción de una diferencia de potencial entre estas y el cátodo. La energía cinética de los iones se transforma en calorífica durante el choque con la pieza, hecho que mantiene la temperatura adecuada durante la fase de recubrimiento. La naturaleza de la atmósfera del gas reactivo introducida en el reactor, a muy baja presión (del orden de 5 a  $10^{-3}$  mbar), permite obtener distintos tipo de compuestos [29]. La Figura 2.5 muestra imágenes del proceso de evaporización por arco realizada en el presente trabajo de investigación.

La versatilidad de cambio de cátodos y gases reactivos facilita la obtención de capas dopadas y multicapas. Con ello se puede mejorar las propiedades de las capas simples convencionales. La posibilidad de obtener recubrimientos PVD multicapas, es muy importante para combatir mejor las diferentes causas del desgaste y de la corrosión,

aumentando al mismo tiempo el efecto de la “barrera térmica” del recubrimiento y las propiedades mecánicas del material compuesto por sustrato/recubrimiento [30].



**Figura 2.4.** La imagen derecha muestra el esquema de la evaporación por arco eléctrico con fuente de arco catódico aleatorio y la imagen izquierda, una vista del movimiento del arco sobre la superficie del cátodo [32].



**Figura 2.5.** La imagen (tomada al interior de la cámara) de la izquierda muestra el cátodo, blanco o “target” (a) en el momento del arco eléctrico, la imagen derecha muestra el material removido de la superficie del cátodo, moviéndose hacia la superficie de la muestra a recubrir (b). Imágenes tomadas del presente trabajo de investigación.



Mediante la tecnología PVD de evaporación por arco se pueden recubrir una gran variedad de materias con una buena uniformidad y una adherencia al sustrato muy elevada. Como se ha explicado en apartados anteriores, esta tecnología posee un potencial de expansión industrial muy importante dentro de diferentes sectores de la industria de herramientas y de matrices, debido a la simplicidad del procedimiento. Este sistema de evaporación por arco tiene dos variantes significativas [31].

#### **Con acelerador magnético.**

El sistema está proveído de una bobina que crea un campo magnético que provoca que los iones que circulan perpendicularmente a él, cambien su trayectoria y tomen la dirección del campo magnético. Así se consigue que una mayor cantidad de iones circulen en la dirección deseada, concentrándolos en una zona determinada.

#### **Directo o por aislamiento del cátodo.**

El sistema contiene un aislamiento que mantiene el arco eléctrico en la superficie frontal del cátodo y evitando que pueda retroceder. Se consigue así, que la proyección de los iones sea directa hacia donde se desee.

#### **2.5.3.2.4 Dispositivos y sistemas para evaporación por arco.**

Durante el proceso de recubrimiento de piezas, en el interior de la cámara del reactor tiene que existir una generación, ionización y transporte del plasma del metal hasta la superficie de las piezas, donde se condensa formando el compuesto deseado según el tipo de gas reactivo utilizado y material del cátodo. Se establece que para la evaporación por arco en el vacío existe una corriente crítica por sobre la cual la descarga es estable. La fuerza de esta corriente descansa en grandes límites y depende del material del cátodo y los parámetros del circuito eléctrico. La velocidad de erosión del cátodo es proporcional a la fuerza de la corriente [33].

Los métodos de tratamiento superficial generalmente son desarrollados bajo parámetros variantes (presión, temperatura), los cuales emplean distintas formas de composición de atmósfera de proceso (gases, líquidos) que con frecuencia requieren

diferentes sistema de fuente de alimentación y control. Por lo tanto, la ejecución de estas tecnologías y su efectiva implementación requiere de sistemas tecnológicos multifuncionales que realice métodos altamente especializados de tratamiento de superficie, manteniendo los parámetros deseados, en una cámara de proceso. En tal dispositivo multifuncional se pueden identificar cuatro grupos de unidades responsables de la ejecución de los procesos complejos de tratamientos de superficie:

- Cámara de vacío equipada con sistema de posicionamiento, calentamiento por radiación y control de temperatura pirométrico del material sustrato,
- Conjunto de bombas conectadas a un sistema para dosificación, control de presión y la composición de la atmósfera del proceso,
- Fuente de plasma equipada con un sistema de fuente de alimentación y un sistema para la polarización de voltaje en el sustrato,
- Sistema capaz de realizar procesos adicionales de tratamiento de superficies (ej. nitrurado iónico, ataque iónico, evaporación por haz de electrones) [34].

### **Transporte de plasma.**

La interacción de los iones con la superficie del metal a recubrir se caracteriza por una gran cantidad de fenómenos físicos diferentes cuyos estudios cuentan con abundante literatura y publicaciones. El análisis de la influencia de diferentes factores sobre la interacción de las partículas con la superficie indica que el resultado de tal acción se determina por el estado energético y de carga de la partícula, su composición química, densidad y ángulo de incidencia del flujo plasmático, al igual que la composición química del sustrato, su estructura cristalográfica, la forma de las caras superficiales, la composición y estructura de la capa absorbida, la rugosidad superficial, su temperatura, potencial y la posibilidad de ejecución en ella de reacciones químicas. El flujo de plasma del metal, acelerado e ionizado obtiene una aceleración adicional cerca de la base, producto de la corriente negativa a la que está sujeta, incidiendo sobre ella. Teniendo en cuenta la energía del ion se puede establecer la energía cinética de este en el momento del choque con la superficie. El calentamiento del sustrato en este caso se produce debido a la liberación de la energía cinética y potencial de las partículas. La

incidencia inicial que se relaciona con el intercambio energético puede traer consigo la incrustación de la partícula, el pulverizado de la superficie y la reflexión o captación de esta partícula por la superficie. Al incrustarse en la superficie del substrato las partículas apartan los átomos del material, los cuales, a su vez, provocan el desplazamiento de los átomos vecinos. Como resultado, a lo largo de la trayectoria de los átomos incrustados se forman cadenas de defectos. El ion que choca, sufre una sucesión de choques elásticos con los átomos del material perdiendo en el acto de choque una cierta energía. El mecanismo de pulverización posee un carácter de impulsos y juega un papel importante en la preparación de la superficie para el recubrimiento. La pulverización de la superficie, llamada igualmente activación iónica, se efectúa con iones del mismo material que se utilizará para formar el recubrimiento. Para la obtención de recubrimientos de metales puros o aleaciones se utilizan cátodos con las correspondientes composiciones de fases o cátodos de diferentes metales puros. El aumento de la velocidad de crecimiento de la capa con el aumento de la corriente de descarga se relaciona con el crecimiento de la cantidad de metal que se desprende de la superficie del cátodo [25, 35].

### **Formación de la capa.**

Durante el proceso en vacío, los nitruros se obtienen inyectando nitrógeno en la cámara a través del dosificador, con el cual se regula la presión de gas en la cámara. La regulación por separado de la cantidad de metal y de nitrógeno al igual que la posibilidad de regular las condiciones energéticas hace insustituible este método para la obtención de nitruros de la composición que se desee. Los nitruros, se generan de una reacción del metal con el nitrógeno en el plasma formado en la cámara de vacío del reactor. Se conoce que el ion del metal reacciona con el nitrógeno como resultado de los choques con otras partículas. La molécula de nitrógeno que es absorbida en la superficie de condensación provoca la formación de nitruros producto de la quimio-adsorción mediante la aparición de dos enlaces covalentes metal- nitrógeno. De esta manera el contenido de gas en el nitruro se determina por la presión de nitrógeno en la cámara, por la energía de los iones del metal y por la temperatura de la base. Sabiendo la temperatura de la base y escogiendo la presión de nitrógeno en la cámara, se puede encontrar la

energía de los iones del metal necesaria para la formación del nitruro de composición estequiométrica [25, 36].

#### **2.5.3.2.5 Inconvenientes.**

El hecho de que existan diferentes firmas comerciales que realizan recubrimientos PVD bajo distintos métodos, trae como consecuencia que la adherencia de la capa del recubrimiento con el sustrato sea diferente, aunque las capas finas del recubrimiento tengan microestructuras relativamente similares. Parte de esto se pueden atribuir a las diferencias en los procedimientos anteriores o durante el mismo proceso PVD, ejemplos como la limpieza realizada de las piezas, tipo de superficies a recubrir o el precalentamiento de las piezas. Los efectos de las variaciones de temperatura del sustrato también afectan la estequiometría de los recubrimientos. Otro aspecto esencial del proceso PVD es la asistencia de un plasma controlado por un voltaje. Este parámetro juega un papel importante para determinar el grado de tensión residual interna y por lo tanto la dureza del recubrimiento [37]. Las propiedades del recubrimiento PVD dependen de la naturaleza del proceso de deposición pero más evidentemente de los parámetros utilizados según el método de recubrimiento. Entre los diferentes sistemas de evaporación del metal, la evaporación por arco da origen a una aspereza (rugosidad) más alta en la superficie del recubrimiento debido a la emisión de gotas [38]. En un estudio realizado en el “National Centre of Tribology” sobre el rendimiento del método PVD en el recubrimiento de herramientas de corte con TiN, se encontró que varía significativamente, entre otras cosas, de la firma comercial del recubrimiento y por lo tanto del sistema utilizado. Los otros parámetros que pueden afectar al rendimiento son, la variabilidad de los tipos de herramientas, desde el punto de vista de la geometría así como su microestructura [39].

Así mismo, esta tecnología sufre una serie de inconvenientes o dificultades que limitan su aplicación [40, 41]:

- Insuficiente control del arco.
- Mala estructura del recubrimiento (formación de pequeñas gotas).
- Heterogeneidad entre cargas.

- Automatización insuficiente del control de los parámetros del proceso.
- Necesidad de una limpieza y pulido excepcional en las piezas a recubrir.

Las superficies de pequeñas dimensiones presentan una serie de desventajas:

- Una carga térmica localizada muy elevada.
- Una variación más grande de los parámetros del proceso.

#### **2.5.3.2.6 Características de las capas.**

Para comprender mejor las causas por las que una capa fina y dura depositada sobre la superficie de un herramienta, aumenta de manera considerable su duración durante la operación, es conveniente primero estudiar cuales son los principales generadores de desgaste en dicha herramienta. Un ejemplo podría ser una herramienta de corte donde las velocidades de corte son elevadas, el filo está sometido a una serie de parámetros que desgastan la superficie, tales como, alta temperatura, esfuerzos de compresión, fricción intensa, reacciones químicas de oxidación [42, 43].

En superficies sometidas a alta temperatura, el desgaste se produce por difusión del calor, mientras que en las que el calentamiento es menor y mayor el rozamiento, el desgaste se produce por abrasión. Además de la difusión, la abrasión y la combinación de ambas, otro problema de desgaste son las reacciones químicas de algunos constituyentes del material de la herramienta con los de la pieza que se mecaniza (con las impurezas de ésta y con el oxígeno del aire). Por lo tanto, la herramienta se deteriora progresivamente perdiendo su capacidad de corte y termina por inutilizarse. Los recubrimientos con capas finas y duras sobre las herramientas disminuyen su desgaste a través de los siguientes medios [44, 45]:

- Actuando como una barrera de difusión,
- Disminuyendo la intensidad de fricción (menor coeficiente de fricción) y con ello, disminuyendo los esfuerzos de corte,
- Reduciendo la abrasión por las sustancias duras,
- Creando una barrera contra la interacción química,

- Suprimiendo la adherencia entre la herramienta y la viruta que se desprende (micro soldaduras).

Para obtener un buen recubrimiento, las exigencias básicas de calidad tienen que establecerse tanto para el material de la herramienta como para el del recubrimiento, por lo tanto este último debe poseer [46, 47]:

- Buena adherencia a las superficies de la herramienta,
- Estructura compacta, densa y libre de porosidad,
- Coeficiente de fricción bajo con respecto al del material que se somete a las operaciones,
- Dureza elevada a las temperaturas más altas de trabajo,
- Estabilidad química,
- De producción rápida y económica.

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

- Composición química compatible con el recubrimiento,
- Buena tenacidad,
- Dureza elevada tanto en caliente como en frío,
- Coeficiente de dilatación similar al de la capa,
- Buena conductividad térmica,
- Estabilidad dimensional a las temperaturas del recubrimiento.

#### **2.5.3.2.7 Controles de calidad de las capas obtenidas.**

La garantía de una mejor calidad de capas PVD es función de la severidad de su control. A este fin, se requiere el control directamente sobre las piezas recubiertas, dos tipos de controles básicos son esencialmente útiles después de la aplicación: ensayo Calotest y el ensayo de dureza. Con el ensayo Calotest-microscopía óptica es posible revisar y medir el espesor y la calidad de la capa, mientras que con el ensayo de dureza se obtiene el valor de ésta sobre el recubrimiento [48].

Sin embargo existen otras técnicas utilizadas para la evaluación de recubrimientos como son [48]:

- Adherencia de la capa,
- Composición y estructura,
- Espesor de la capa y su uniformidad,
- Color,
- Dureza del material base o substrato,

#### **2.5.3.2.8 Consideraciones previas al recubrimiento.**

A principios de los años 80 se obtuvieron las primeras capas industriales, creciendo en beneficio de esta nueva tecnología dentro de la industria, aunque muchos fabricantes de herramientas de corte hayan sido reacios en principio, ya que vieron disminuidos sus volúmenes de producción debido a la mayor capacidad de vida útil que adquieren las herramientas con los recubrimientos. La aceptación ha sido conducida por la utilización de nuevos materiales basado en exigencias de una productividad mayor para las herramientas de coste elevado de máquinas de alto rendimiento [49]. El proceso de recubrimiento necesita una cuidadosa preparación de las superficies de las piezas a recubrir, por lo tanto hay que limpiar escrupulosamente y acondicionar minuciosamente las superficies antes de comenzar el proceso. A causa del vacío intenso exigido, existe un gran peligro de introducción de oxígeno a través del aire o contaminación del material, alterado mediante gasificaciones o desgasificaciones de la superficie o paredes del reactor, que puede provocar una disminución fuerte de la adherencia de la capa, provocado por la oxidación de la superficie de la pieza a recubrir. Las superficies de fundición brutas o superficies ásperas, presentan un efecto negativo, así como, si existen micro grietas, por lo general, invisibles o poros de fusión entreabiertos. La capa PVD queda alterada a menudo por desgasificaciones locales con el correspondiente problema de adherencia del recubrimiento. Por ello, el requisito fundamental para la técnica del recubrimiento PVD es el que las herramientas o superficies de piezas a recubrir lleguen a este proceso sin defectos superficiales. Cuanto más pulida está la superficie a recubrir, siempre existirá una mayor adherencia [50].

Para poder realizar un recubrimiento en condiciones óptimas, al recibir una herramienta hay que tener en cuenta ciertas consideraciones previas al proceso. Esto implica conocer ciertos datos propios del sustrato a recubrir como el tipo de acero, estado superficial y las características geométricas [51, 52].

### **Tipo de acero.**

La temperatura de obtención del recubrimiento es uno de los factores condicionantes de la clase del acero para una herramienta o componente recubierto, por lo tanto es imprescindible conocer ciertos datos importantes sobre la clase de acero a recubrir. La característica principal que debe presentar el material a recubrir es la dureza o posibilidad de ser endurecido. Toda capa dura debe poder transmitir los esfuerzos que recibe al material base sin que en él se produzcan deformaciones. Los aceros recomendados para soportar grandes esfuerzos son: aceros rápidos; aceros ledeburíticos, 12% Cr y equivalentes, aceros en general con doble curva de revenido [53]. Toda pieza antes del recubrimiento PVD se debe haber tratado térmicamente, por ej. con un temple y doble revenido como mínimo a temperatura superior a la del recubrimiento [54].

### **Estado superficial.**

La pieza a recubrir tiene que estar completamente acabada, rectificada y pulida. Debido al pequeño espesor de las capas duras, éstas tienden a copiar la rugosidad superficial. Cuanto más fino sea el acabado, mejores coeficientes de fricción se conseguirán en la superficie recubierta, además el aspecto, color y brillo serán más atractivos. Si el acabado superficial no es bueno se dificulta la adherencia y el rendimiento de la herramienta no será el esperado. El acabado de una herramienta suele ser por rectificado o por electroerosión y en ambos casos pueden aparecer deterioros superficiales.

Los defectos debidos al rectificado pueden ser zonas oxidadas por efecto de un calentamiento excesivo producido por un abrasivo inadecuado o zonas reblandecidas por efecto de insuficiente refrigeración y lubricación durante la fase de rectificado.



Por otro lado el proceso de electroerosión provoca una zona de metal fundido en la superficie, inmediatamente después una zona de material retemplado y progresivamente una zona afectada por el gradiente de calor que provoca hacia el interior de la pieza revenidos locales y por tanto durezas heterogéneas. Antes de recubrir con PVD se recomienda un tratamiento de doble revenido a temperatura superior a 500°C para eliminar la zona retemplada, así como un mecanizado tipo pulido del área superficial afectada por el calor [50, 55, 56].

#### **Características geométricas.**

Las dimensiones de las piezas, desigualdades de espesores, agujeros, muescas, etc. son muy importantes, ya que pueden existir diferencias de temperatura considerables si los tamaños de las piezas no son similares [57].

#### **2.5.3.2.9 Proceso de limpieza.**

La limpieza superficial de las piezas es una etapa muy importante en el proceso, especialmente en los recubrimientos que se realizan en condiciones de alto vacío y a baja temperatura como es el caso del PVD. Esta se realiza con detergentes y solventes específicos en instalaciones equipadas con ultrasonidos y secado rápido. Sin embargo, aceites y grasas difíciles de disolverse, crean residuos sólidos adheridos sobre la pieza o con posibilidad de desgasificar con el aumento de la temperatura, dificultando los procedimientos habituales de limpieza e imposibilitando la obtención de un recubrimiento uniforme y con garantía. Los aceites con bases siliconadas producen este tipo de efectos. La presencia de corrosión u oxidación no permite la adherencia de los compuestos recién formados. Las zonas de corrosión deben ser eliminadas por medios mecánicos. La manipulación de una herramienta acabada y en algunos casos con zonas de trabajo muy afiladas, es siempre muy compleja y pese a los cuidados minuciosos del operador, sufre un cierto riesgo de provocar cortes. La presencia de oxidación especialmente en piezas afiladas o rectificadas deficientemente se observa en los tonos azulados u oscuros de algunas herramientas de corte (ej. machuelos para roscar). El mismo efecto se produce en herramientas pavonadas o tratadas con recubrimientos antifricción. Cabe destacar que una pieza que presente un recubrimiento homogéneo sin

manchas ni defectos (aunque éstos se produzcan en zonas que no afectan al trabajo de la herramienta) ofrece visualmente mejor garantía de un correcto recubrimiento. Es por ello que se recomienda un acabado superficial óptimo en toda pieza a recubrir y no solo en la superficie o zona de solicitud del recubrimiento [58, 59].

#### **2.5.3.2.10 Recubrimientos complejos.**

Las herramientas exigen en muchos casos tolerancias centesimales y por lo tanto no se pueden obtener deformaciones, esto exige un recubrimiento a baja temperatura como el PVD. Las capas obtenidas en este tipo de recubrimiento suelen ser del orden de entre 2 a 3µm de espesor. El desarrollo en la ingeniería de superficie, ha permitido además, aplicación de recubrimientos en forma de monocapas, multicapas, de gradientes, así como capas compuestas mediante tecnologías híbridas de tratamientos superficiales. Estas nuevas aplicaciones han hecho posible extender gradualmente el alcance de la ingeniería de superficie mejorado la calidad y durabilidad de componentes y herramientas en la industria. Un análisis exhaustivo de esta área en el campo de la ingeniería de superficies, así como un análisis de la dirección de su desarrollo, indican que se mantendrán estas tendencias. La ingeniería de superficies seguirá siendo un factor vital en el desarrollo de técnicas modernas [60, 61].

En el grupo de recubrimientos complejos, están los de tipo gradiente, multicapas y multicomponentes. La característica distintiva de este grupo, es cómo sus propiedades dependen de su estructura (recubrimiento tipo gradiente), número de capas, espesor, orden de las capas o combinación de materiales (recubrimientos multicapa). Mediante los recubrimientos multicapas se combinan propiedades que como monocapa no podría ser posible alcanzar, tales como, alta dureza con bajos esfuerzos, alta dureza con resistencia térmica o alta dureza acompañada de baja fricción (ej. recubrimientos multicapas base CrN). El recubrimiento multicapas CrN/TiAlN combina las propiedades del CrN (bajo coeficiente de fricción, autolubricación, alta resistencia a la corrosión y alta resistencia térmica) con las propiedades del TiAlN (alta dureza, alta resistencia al desgaste abrasivo y alta resistencia a la erosión) [62, 63].

### **2.5.3.2.11 Recubrimientos funcionales.**

Los recubrimientos funcionales son diseñados para propósitos especiales donde hay una acumulación de varios factores destructivos como cargas mecánicas, choques térmicos, fricción, erosión y corrosión. La solución descrita en la literatura, es la creación de compuestos binarios o ternarios, tales como TiN, CrN, TiAlN. Opción como TiN con CrN o combinaciones como Cr-Al-N, Ti-Al-N, Ti-Si-N, Cr-Si-N o Cr-V-N ofrecen alta resistencia térmica y alta dureza. Caso como el del recubrimiento TiCrAlN que puede resistir temperaturas de hasta 1000°C [64, 65]. La combinación de estas propiedades hacen que estos recubrimientos sean adecuados para aplicaciones en dados utilizados en el proceso de formado de metales [66, 67].

## **2.6 Tecnología híbrida o dúplex.**

Las expectativas de la industria hacia nuevos productos de ingeniería de superficies, requiere una multifuncionalidad que cubra aspectos tales como:

- Buena resistencia mecánica acompañada de resistencia a la corrosión a altas temperaturas (componentes usados en la industria química),
- Buena resistencia a la erosión y a la deformación a altas temperaturas (componentes de motores en aeroespacial),
- Buena resistencia mecánica acompañada de resistencia al desgaste abrasivo (herramientales con altas cargas y componentes de maquinaria).

Basado en estos requerimientos, el proceso llamado híbrido o dúplex, es la tecnología más avanzada y efectiva en el desarrollo de la ingeniería de superficie [68, 69]. La tecnología dúplex es la implementación de un innovador enfoque basada en la idea de alcanzar la efectividad deseada de varios procesos de tratamiento superficial, considerando además las propiedades del material sustrato. En esta tecnología, la designación de propiedades mecánicas no envuelve solo al material del recubrimiento, sino también al sustrato, considerando ambos “sustrato-recubrimiento” como un todo. Para alcanzar una acción sinérgica mutua entre el sustrato y el recubrimiento, se necesita seleccionar apropiadamente sus características, tales como, la estructura,

composición química y morfología del sistema en conjunto. Como resultado, este enfoque ofrece varias posibilidades de modificación de propiedades superficiales, que usando las técnicas clásicas de tratamiento superficial, serían imposibles alcanzar [70, 71].

El desarrollo de la tecnología híbrida o dúplex, ha sido enfocada principalmente en los siguientes tres direcciones:

- Tecnología dúplex usando procesos de difusión en aceros aleados [72];
- Tecnología dúplex para componentes hechos de aceros de bajo carbono o ligeramente aleados [73];
- Tecnología dúplex de múltiples fuentes empleando varios métodos para la aplicación de los recubrimientos [74].

### **2.6.1 Tecnología dúplex usando procesos de difusión en aceros aleados.**

La tecnología tipo dúplex mejor conocida y empleada, usando proceso de difusión, es la combinación de un nitrurado (por gas o iónico) en el sustrato (aceros aleados) y la aplicación de un recubrimiento duro sobre este, mediante el método de deposición física en fase vapor (PVD). Una influencia decisiva en las propiedades mecánicas es ejercida por la acción sinérgica de la capa de difusión y el recubrimiento PVD [68, 69, 75]. La capa nitrurada incrementa la dureza superficial y la resistencia a la deformación plástica del sustrato en la zona cerca de la superficie. Esto da rigidez al sistema sustrato-recubrimiento, de esta forma, se protege al recubrimiento PVD de la pérdida de cohesión o adhesión hacia el sustrato [76, 77]. El recubrimiento constituye una barrera que aísla la superficie del sustrato nitrurado y limita la influencia de impactos externos a su destrucción. Con una modificación adecuada de las propiedades del recubrimiento PVD, se alcanza una reducción en el coeficiente de fricción, se incrementa la resistencia a desgaste abrasivo y se mejora la resistencia térmica [78, 79]. Un ejemplo de este tipo puede ser el sistema nitrurado + Cr/CrN, el cual se ha implementado en dados de forja y fundición con la finalidad de mejorar su durabilidad.

### **2.6.2 Tecnología dúplex para componentes hechos de aceros de bajo carbono o ligeramente aleados.**

En el caso de aceros de bajo carbono, el objetivo de la tecnología híbrida o dúplex es mejorar la resistencia al desgaste, tal es el caso de los herramientas de estampado que producen grandes lotes de piezas, o componentes que requieren un núcleo suave y elástico. Para ambos casos, el objetivo es producir capas compuestas complejas del tipo nitrurado + recubrimiento PVD. Con los constituyentes de este sistema se pretende incrementar la resistencia al desgaste abrasivo (recubrimiento PVD), incrementar el punto de cedencia del material sustrato en la zona superficial (capa nitrurada) y generar un gradiente de durezas continuo entre la capa de difusión y el núcleo suave (capa de carburizado) [80, 81].

En el caso de aleaciones de titanio (Ti) y de níquel (Ni) (ej. Ti6Al4V e inconel 625), el objetivo es obtener capas de difusión intermetálicas entre el Ti y el aluminio (Al) en aleaciones de Ti, y entre el Ni y el Al en aleaciones de Ni, estas seguidas de aplicación de recubrimientos PVD. Las capas compuestas obtenidas de esta forma, hacen posible combinar su buena resistencia mecánica (plasticidad y larga vida en fatiga) con la resistencia por corrosión a altas temperaturas del Ti-Al y Ni-Al, mientras que con el recubrimiento PVD se obtiene una alta resistencia al desgaste [82].

### **2.6.3 Tecnología dúplex de múltiples fuentes empleando varios métodos PVD para la aplicación de los recubrimientos.**

La esencia de la tecnología dúplex multifuente es la posibilidad de combinaciones ilimitadas en composición química y estructuras multicapas de recubrimientos a través del uso de varios procesos de deposición, tales como evaporación por arco, pulverización catódica con magnetrón, evaporación por haz de electrones, etc. Un ejemplo de recubrimiento avanzado usando la tecnología multifuente, son los recubrimientos de barrera térmica (TBC, por sus siglas en inglés), dirigidos a desarrollar la resistencia térmica de los elementos expuestos a altas temperaturas (ej. componentes de turbinas). Un ejemplo de un sistema sería un recubrimiento multicapas

de  $ZrO_2+Y_2O_3$ , con capa de transición  $Al_2O_3+ZrO_2$ , una capa barrera de  $Al_2O_3$  y una capa unión de  $Ni_3Al$  [83].

Las propiedades específicas de las capas compuestas producidas utilizando tecnologías híbridas, ofrecen una alta aplicabilidad como resultado de la interacción de las capas integrantes. Es necesario conocer cómo los constituyentes particulares afectan las propiedades de la capa compuesta como un todo, así como el conocimiento tecnológico y la identificación de los medios técnicos para la deposición práctica de las capas diseñadas para una superficie de herramental o componente en particular.

A través del efecto directo del tratamiento superficial sobre la durabilidad de los componentes y herramientas y por lo tanto ahorro de la energía y los recursos naturales, recubrimientos y capas han sido un producto del desarrollo de tecnologías avanzadas de tratamiento de superficies que pertenecer a un grupo de ingeniería ecológica de materiales (Ecomateriales). El desarrollo de estas tecnologías corresponde plenamente a la actual estrategia (que recomienda el desarrollo de métodos para la fabricación de materiales) promovida en todo el mundo en el campo de la ingeniería de materiales [84].

Una vez hecha la revisión en cuanto a las tecnologías avanzadas en ingeniería de superficie, a continuación en el Capítulo 3, se realizará un análisis del estado del arte de técnicas como el nitrurado y la tecnología dúplex han frente al mecanismo de falla de fatiga térmica.

## 2.7 Referencias

1. J. Smolik, Z. Slomka, D. Packo, P. Hermanowicz, Maintenance problems, 4 (2006) 92.
2. M. Stueber, H. Holleck, H. Leiste, K. Seemann, S. Ulrich, C. Ziebert, Journal of Alloys and Compounds 483 (2009) 321–333.
3. R. Bayón, A. Igartua, X. Fernández, R. Martínez, R. Rodríguez, J. García, A. de Frutos, M Arenas, J. de Damborenea, Tribology International, 142 (2009) 591-599.
4. D. M., Mattox Handbook of Physical Vapor Deposition (PVD) Processing, Society of Vacuum Coaters, ISBN: 0-8155-1422-0 (1998) 31.
5. J.R. Davis, Surface hardening of steel, ASM international, (2002) 1.
6. F. Díaz del Castillo Rodríguez, Endurecimiento superficial del acero, Cuautitlán Izcalli, (2007) 20.
7. P. Mangonon, Ciencia de materiales, Prentice hall, ISBN 0-13-242595-9, México (2001) 223.
8. D. Ugues, M. Rosso, M. Albertinazzi, F. Raimondi, A. Silipigni, Politecnico di Torino -Sede di Alessandria (I), Metallurgical Science and Technology, 23.
9. P. Jurci, P. Panjan, metal-powder.net, June 2006 MPR 31.
10. H. Michalek, G. Walter, J. Heat Treating Vol. 4, No. 4 (1986) 326-337.
11. [www.hefusa.net/liquid-nitriding](http://www.hefusa.net/liquid-nitriding).
12. [www.bodycote.com/tratamientotermico/nitruradorporplasma](http://www.bodycote.com/tratamientotermico/nitruradorporplasma).
13. Facultad de Ingeniería-UNLP, Estructura y Propiedades de las Aleaciones, Capítulo 13: Tratamientos térmicos superficiales, 1-3.
14. R. Bunshah, Handbook of hard coating, Deposition technologies, properties and application, Universidad de California, LA, 2001, 108.
15. M. Okumiya, M. Griepentrog, Surface and Coatings Technology 112 (1999) 123–128.
16. J. Albella, Preparación y caracterización de recubrimientos y láminas delgadas, 9.
17. D. Fumas, Evaporador para reactor de recubrimientos, Tractements termics.

18. K. Choy, *Progress in Materials Science* 48 (2003) 57–170.
19. W. Yu, *The data storage system center*, Carnegie Mellon.
20. V. Lieberman, *Int. J. of refractory metals and hard materials* 14 (1996) 161-165.
21. C. Riba, *Selección de materiales en el diseño de máquinas*, ISBN 978-84-9880-406-5, 2010, 55-56.
22. P. K. Vencovskya, R. Sanchez, J.R.T. Brancob, M. Galvanoc, *Surface and Coatings Technology* 108–109 (1998) 599–603.
23. B. Navinsek, P. Panjan, I. Milosev, *Surface and Coatings Technology* 97 (1997) 182–191.
24. A. PanckowU, J. Steffenhagen, B. Wegener, L. Dubner, F. Lierath, *Surface and Coatings Technology* 138 (2001) 71-76.
25. M. Ohring, *The materials science of thin films*, Hoboken, New Jersey, San Diego, 1992 49, 96.
26. W. Sproul, *Surface and Coating Technology*, 81 (1996) 1-7.
27. H. Feng, C. Hsu, J. Lu, Y. Shy, *Materials Science and Engineering*, A347 (2003) 123-129.
28. O. Zimmer, *Surface & Coatings Technology*, 200 (2005) 440 -443.
29. D. Sanders, A. Anders, *Surface and Coatings Technology* 133-134 (2000) 78-90. N. Vershinin, K. Filonov, B. Straumal, W. Gust, I. Wiener, E. Rabkin, A. Kazakevich, *Surface and Coatings Technology* 125 (2000) 229–232.
30. E. Spain, J. Avelar-Batista, M. Letch, J. Housden, B. Lerga, *Surface & Coatings Technology* 200 (2005) 1507-1513.
31. T. Schuelke, T. Witke, H. Scheibe, P. Siemroth, B. Schultrich, O. Zimmer, J. Vetter, *Surface and Coatings Technology* 120–121 (1999) 226–232.
32. D. M., *Mattox Handbook of Physical Vapor Deposition (PVD) Processing*, Society of Vacuum Coaters, ISBN: 0-8155-1422-0 (1998) 414.
33. T. Schuelke, T. Witke, H. Scheibe, P. Siemroth, B. Schultrich, O. Zimmer, J. Vetter, *Surface and Coatings Technology* 120–121 (1999) 226–232.
34. A. Mazurkiewicz, *Technological innovations for sustainable development*, ITeE-PIB, Radom (2009) 133.



35. A. Anders, *Surface and Coatings Technology* 120–121 (1999) 319-330.
37. B. Engersa, H. Fuchs, U. J. Schultze, E. Hettkamp, H. Mecke, *Surface and Coatings Technology* 133-134 (2000) 121-125.
38. K. Shimpi, K. Ravindranath, A. Jani, D. Kothari, C. Harindranath, *Surface and Coating Technology* 90 (1997) 115-122.
39. A. Panckow, J. Steffenhagen, F. Lierath, *Surface and Coatings Technology* 163-164 (2003) 128-134.
40. A. Mubarak, E. Hamzah, M. Toff, *Jurnal Mekanikal*, December 2005, No. 20, 42 - 51.
41. R. Aharonov, M. Chhowalla, S. Dhar, R. Fontana, *Surface and Coatings Technology* 82 (1996) 334-343.
42. G. Fox-Rabinovich, S. Veldhuis, G. Weatherly, A. Kovalev, S. Korshunov, V. Scvortsov, G. Dosbaeva, L. Shustere, D. Wainstein, *Surface & Coatings Technology* 187 (2004) 230– 237.
43. G. Fontalvo, R. Daniel, C. Mitterer, *Tribology International* 43(2010)108–112.
44. H. Willmann, P. Mayrhofer, P. Persson, A. Reiter, L. Hultman, C. Mitterer, *Scripta Materialia* 54 (2006) 1847–1851.
45. G. Fox-Rabinovich, K. Yamamoto, C. Veldhuis, A. Kovalev, G. Dosbaeva, *Surface & Coatings Technology* 200 (2005) 1804 – 1813.
46. L. Ward, K. Strafford, C. Subramanian, T. Wilks, *Materials Processing Technology*, 56 (1996) 375-384.
47. J. Vetter, *Surface and Coatings Technology* 76-77 (1995) 719-724.
48. E. Lugscheider, K. Bobzin, *Surface and Coatings Technology* 165 (2003) 51–57.
49. X. Ding, X. Zeng, Y. Liu, F. Fang, G. Lim, *Thin Solid Films* 516 (2008) 1710–1715.
50. S. Poveda, *Acabados Superficiales* (2001) 1-3,5, 19-22.
51. L. Carreras, S. Bueno, F. Montala, *Recubrimientos duros obtenidos por procesos CVD, TRDD, PVD*. Departamento de Ingeniería Mecánica, EUETIT, Terrassa. Barcelona.
52. J. Smolik, *Conversación personal*, Departamento de Ingeniería de Superficie, Instituto de Tecnologías Sustentables, Polonia 2008.

53. National Research Council. Committee on Coatings for High-Temperature Structural Materials (1996) 2-3.
54. P. Mayrhofer, C. Mitterer, L. Hultman, H. Clemens, *Progress in Materials Science* 51 (2006) 1032–1114.
55. P. Panjan, M. Cekada, M. Panjan, D. Kek-Merl, *Vacuum* 84 (2010) 209-214.
56. D. M., *Mattox Handbook of Physical Vapor Deposition (PVD) Processing*, Society of Vacuum Coaters, ISBN: 0-8155-1422-0 (1998) 80.
57. J. Bujak, Z. Slomka, *Reporte de resultados*, Departamento de Ingeniería de Superficie, Instituto de Tecnologías Sustentables, Polonia 2009.
58. D. M., *Mattox Handbook of Physical Vapor Deposition (PVD) Processing*, Society of Vacuum Coaters, ISBN: 0-8155-1422-0 (1998), 664.
59. Oerlikon Blazers Coating, *Pre-Requisites for PVD-Coating*.
60. C. Donneta, A. Erdemirb, *Surface and Coatings Technology* 180 –181 (2004) 76–84.
61. B. Engers, H. Bauer, *Surface and Coatings Technology* 116–119 (1999) 705-710.
62. T. Polcar, R. Martinez, T. Vítu, L. Kopecký, R. Rodriguez, A. Cavaleiro, *Surface & Coatings Technology* 203 (2009) 3254–3259.
63. H. Jehn, B. Rother, *Surface and Coatings Technology*, 112 (1999) 103–107.
64. M. Sokovic, P. Panjan, R. Kirn, *Materials Processing Technology*, 157-158 (2004) 613.
65. L. Bai, X. Zhu, T. Ciao, J. He, *Surface and Coating Technology*, 201 (2007) 52-57.
66. E. Lugscheider, K. Bobzin, Th. Hornig, M. Maes, *Thin Solid Films* 420-421 (2002) 318-323.
67. O. Banakh1, P. Schmid, R. Sanjines, F. Levy, *Surface and Coatings Technology* 163 -164 (2003) 57-61.
68. A. Matthews, a Leyland, *Surface and Coating Technology*, 71 (1995) 88.
69. T. Sato, K. Sugai, S. Ueda, K. Matsunami, M. Yasuoka, *Surface and Coating Technology*, 160-170 (2003) 45.
70. J. He, K. Chen, A. Davison, *Surface & Coatings Technology* 200 (2005) 1464-1471.

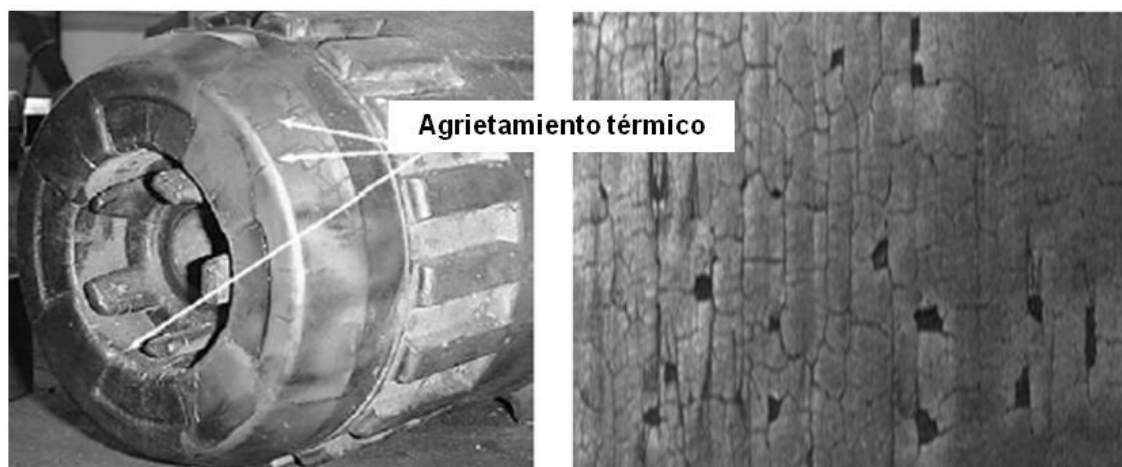
71. P. Panjan, P. Cvahte, M. Cekada, B. Navinsek, I Urankar, *Vacuum* 61 (2001) 241-244.
72. J. Walkowicz, J. Smolik, J. Tacikowski, *Surface and Coating Technology*, 116-119 (1999) 370.
73. T. Wierzchon, *Surface and Coating Technology*, 180-181 (2009) 370.
74. A. Ryabchikoc, I. Stepanov, *Surface and Coating Technology*, 203, (2009) 2748.
75. J. Smolik, The role of hybrid layers “nitride layer / PVD coating” in improvement of the durability of forging dies, ISBN 978-83-7204-647, ITeE-PIB Radom (2007) 5.
76. J Walkowicz, J. Smolik, K. Miernik, J. Bujak, *Surface and Coatings Technology* 97 (1997) 453-464.
77. K.S. Klimek, H. Ahn, I. Seebach, M. Wang, K.-T. Rie, *Surface and Coatings Technology* 174 –175 (2003) 677–680.
78. J. Walkowicz, J. Smolik, J. Tacikowski, *Surface and Coatings Technology* 116–119 (1999) 370–379.
79. J. Batista, C. Godoy, V. Buono, A. Matthews, *Materials Science and Engineering*, A336 (2002) 39-51.
80. R. Hoy, J. Kamminga, G. Janssen, *Surface & Coatings Technology* 200 (2006) 3856– 3860
81. C. Labidi, R. Collet, C. Nouveau, P. Beerb, S. Nicosia, M. Djouadi, *Surface & Coatings Technology* 200 (2005) 118 – 122.
82. M. Tacikowski, J. Slomka, M. Wozniak, T. Wierzchon, *Intermetallics*, 14 (2006) 123.
83. W. Jung, H. Lee, K. Nam, J. Han, *Surface and Coatings Technology* 200 (2005) 721.
84. K. Klimek, H. Ahn, I. Seebach, M. Wang, K.-T. Rie, *Surface and Coatings Technology* 174-175 (2003) 677-680.

## CAPÍTULO 3

# FATIGA TÉRMICA EN ACEROS CON INGENIERÍA DE SUPERFICIE

### 3.1 Introducción.

Hoy en día, la calidad superficial de los productos es un factor de gran importancia para las industrias. Existe un incremento en los requerimientos de las herramientas de proceso para alcanzar propiedades que normalmente no son posibles de obtener por sí mismas. Se lucha por alcanzar productos con mejores propiedades mecánicas, alta precisión dimensional y buena calidad superficial. Es posible cumplir esto cuando los componentes y herramientas cuentan con características tales como alta tenacidad, alta resistencia al temple, soporte a la erosión, resistencia al desgaste, corrosión y resistencia al agrietamiento térmico. Sin embargo este último fenómeno representa uno de los más importantes problemas en procesos de trabajo en caliente que involucran herramientas y componentes como moldes de fundición, dados de forja y extrusión, Figura 3.0 [1, 2, 3, 4].



**Figura 3.0.** Patrón de agrietamiento típico en superficie de herramientas de trabajo en caliente [5].

En la manufactura de herramientas para procesos de trabajo en caliente, comúnmente son utilizados aceros aleados, ej. H11 ó H13 entre otros, (con un apropiado tratamiento térmico, templado-revenido 360-520 HV, dependiendo de la aplicación), los cuales combinan propiedades mecánicas como alta dureza en caliente, tenacidad a la fractura y ductilidad. Estas condiciones son necesarias para ofrecer una alta resistencia al desgaste abrasivo (en el amplio rango de temperaturas de trabajo) y alta resistencia a la fatiga térmica [6, 7]. Sin embargo el impacto económico termina siendo alto en estas aplicaciones debido a la contante falla de herramientas.

Para reducir el punto de cedencia de materiales formados en caliente, se necesita elevar la temperatura alrededor de entre 1000 a 1200°C. Durante estos procesos, se han realizado mediciones que muestran que la superficie de los herramientas puede alcanzar temperaturas de entre 600 a 900°C [8]. Esto aunado a cargas térmicas cíclicas, debido al calentamiento por contacto con el material a formar y enfriamiento al retirar el material terminado y/o por refrigerantes para evitar distorsiones geométricas [9]. Los cambios cíclicos de temperatura superficiales conducen a una alternada expansión y contracción (restringidas por factores internos o externos) durante el proceso de formado. Esto resulta en la aparición de esfuerzos térmicos que dependen de las fluctuaciones de

temperatura. Todas las formas de desorden estructural tales como, precipitación de carburos, defectos puntuales y marcas, son ubicaciones preferenciales de concentración de esfuerzos. El daño resultante es un fenómeno caracterizado por la nucleación de una red de grietas finas manifestadas en la superficie de los componentes. Esta forma de destrucción (como resultado en más del 80%) de componentes y herramientas de trabajo en caliente es llamada fatiga térmica [10, 11].

Una solución económica, es limitar el impacto de los factores responsables del desgaste mediante lubricantes especiales, los cuales pueden reducir la fricción entre el herramental y el material a formar, además de separarlos de un contacto directo. Como resultado, se reduce la temperatura de la superficie de los herramientas, que conduce a una reducción de la oxidación, erosión y daño debido al agrietamiento térmico [12].

### **3.2 Fatiga térmica en aceros con tratamientos superficiales.**

Sin embargo en muchos casos, los altos esfuerzos mecánicos, presentes durante el servicio del herramental, en conjunto con esfuerzos térmicos, erosión y corrosión, causan una rápida y excesiva degradación y en algunos casos falla catastrófica. Este hecho ha llevado a buscar mejorar la durabilidad de los herramientas mediante tratamientos superficiales (proceso de difusión superficial o aplicación de recubrimientos) que brinden adecuadas propiedades de acuerdo a la aplicación. Este enfoque es justificado por el hecho de que los procesos de deterioro, mencionados anteriormente, están localizados en la superficie de los herramientas. Por lo tanto la modificación superficial parece ser la forma más efectiva de mejorar su durabilidad. Tal modificación combina dos acciones, la primera, al mejorar las propiedades superficiales y la segunda, creando una barrera que limita los impactos destructivos externos [13].

#### **3.2.1 Fatiga térmica en aceros con superficie nitrurada.**

El tratamiento de nitrurado ofrece endurecimiento superficial acompañado por un estado de esfuerzos de compresión creados por la difusión del nitrógeno, lo cual ha sido un factor fundamental observado en la mejora de la resistencia a la fatiga térmica. Ugues

y coautores, realizaron pruebas de fatiga térmica en aceros H11 con un tratamiento superficial de nitrurado, como resultados reportan, además del agrietamiento superficial típico de este fenómeno, una pérdida de dureza claramente visible a través del aumento en el número de ciclos. Sin embargo la pérdida de dureza fue definitivamente limitada por el tratamiento de modificación superficial. Así mismo su análisis demostró que la generación de grietas por fatiga térmica fue el mecanismo de desgaste más intenso seguido de deformación plástica y desgaste por abrasión [14].

### **3.2.2 Fatiga térmica en aceros recubiertos.**

El deterioro en la superficie de los herramientas de trabajo en caliente tiene una influencia en la calidad superficial de los productos formados. También se ve comprometida la tolerancia dimensional del perfil del herramental. Durante muchos años, tratamientos como nitrurado o carburizado, había sido uno de los métodos más exitosos en la mejora de la resistencia al deterioro superficial de aceros (Ej. H13) utilizados en herramientas y componentes de procesos de trabajo en caliente. En los últimos años la ingeniería de superficie ha propuesto la modificación mediante la aplicación de recubrimientos, los cuales han mostrado reducción significativa en los mecanismos de falla ya mencionados. La deposición de recubrimientos con espesor de pocas micras se volvió una tecnología de mejora en el desempeño de este tipo de herramientas [15]. Panjan y coautores, en su análisis hacen una comparación entre una superficie nitrurada y una superficie con recubrimiento (ej. CrN) en un herramental de extrusión. Como resultados encuentran que la herramienta con recubrimiento mantiene la tolerancia dimensional en el producto, por lo tanto se reduce el tiempo de corrección del herramental, así mismo se encontró un notable incremento en el tiempo de vida mucho mayor respecto al del herramental solo con nitrurado, impactando considerable en la reducción del costo de operación [16]. Entre sus otras ventajas está su función de protección en la superficie contra el ataque químico y el retardo en la formación y propagación de grietas [17]. Por otro lado, el espesor del recubrimiento es un factor decisivo que limita su desgaste. Un recubrimiento más grueso, reduce la influencia de la temperatura del material a formar sobre el herramental. Así mismo, evita reducción en la

dureza durante el proceso, lo cual favorece en la disminución de la deformación plástica del sustrato. Además, otro factor importante del recubrimiento son sus esfuerzos de tensión o compresión ya que en procesos de trabajo en caliente, esfuerzos compresivos mejoran la durabilidad por fatiga [18].

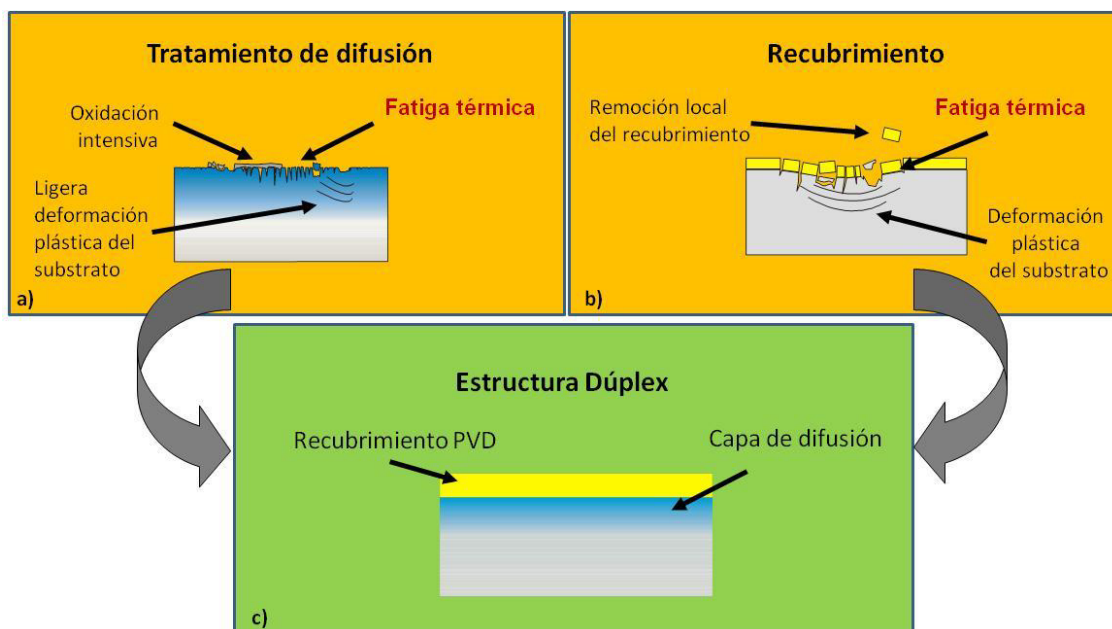
Una dirección efectiva de optimizar el desempeño del recubrimiento es mediante una expansión a multicapas [14]. Navinsek reporta una mejora en la resistencia al agrietamiento en recubrimientos multicapas. Los bordes entre las capas constituyentes subsecuentes en un sistema multicapa, son lugares en los cuales las microgrietas cambian su dirección de propagación o se desvanecen. Este fenómeno decrece la posibilidad de la propagación profunda de micro-grietas a través del recubrimiento extendiendo la trayectoria de una grieta en particular y reduciendo al mismo tiempo su energía [19]. Sin embargo, finalmente, la influencia del recubrimiento en la resistencia a la fatiga térmica es determinada principalmente por el sustrato del material y las variables del recubrimiento [10, 20].

### **3.2.3 Fatiga térmica en aceros con estructura dúplex.**

En los procesos de trabajo en caliente, durante los ciclos térmicos, la interfaz de sustrato-recubrimiento resulta ser un punto débil, debido a la diferencia en las propiedades termoelásticas entre el recubrimiento y el sustrato. Comúnmente el recubrimiento es perdido por deformaciones plásticas en el sustrato, además de presentar una superficie suave respecto a la alcanzada por el recubrimiento [21]. Por otro lado, la diferencia del coeficiente de expansión térmica y el módulo de Young entre el recubrimiento y el sustrato son unas de las principales causas del agrietamiento térmico. El proceso de nitrurado ha sido un adecuado pretratamiento en producir un apropiado gradiente de propiedades superficiales. La capa de difusión promueve un mejoramiento en la capacidad de carga, debido a que el recubrimiento es bien soportado por una capa dura en el sustrato [22].



De esta forma, desarrollos recientes en la ingeniería de superficie han sugerido la combinación de tratamientos de endurecimiento superficiales y aplicación de recubrimientos duros como una solución tecnológica para mejorar el desempeño de herramientas para trabajo en caliente [23, 24, 25]. El tratamiento superficial tipo dúplex se forma por la combinación de un proceso de nitrurado por plasma en el sustrato con la aplicación de un recubrimiento (ej. CrN, TiN) sobre este, generados mediante la técnica de deposición física en fase vapor (PVD, por sus siglas en inglés). La interacción sinérgica de esta combinación se da debido a que la capa nitrurada incrementa la dureza superficial y resistencia a la deformación plástica del sustrato, protegiendo de esta forma al recubrimiento de la pérdida interna de cohesión y adhesión al sustrato, Figura 3.1 [26]. Por otro lado, el recubrimiento juega un rol importante en la mejora de las propiedades del sistema híbrido o dúplex ya que este constituye una barrera aislante para el sustrato modificado y limita la influencia de impactos externos en su proceso de destrucción.



**Figura 3.1.** Esquema de tratamientos superficiales, a) Tratamiento de difusión, b) Recubrimiento, c) Estructura dúplex formada por la combinación de los dos procesos anteriores.

Esta solución tecnológica ha encontrado amplias aplicaciones con efectos benéficos gracias a sus propiedades tribológicas y químicas, sin embargo, actualmente pocos estudios se han llevado a cabo en cuanto al comportamiento de la fatiga térmica de recubrimientos duros y la influencia del sustrato modificado de aleaciones metálicas en dicho comportamiento [27]. Por lo tanto, resulta indispensable aportar nuevos conocimientos para entender y evaluar dicho fenómeno, sin embargo esto es difícil debido que algunas investigaciones están limitadas debido a la restricción en el alcance de las condiciones de prueba, o la falta de información acerca de las variables gobernantes, como las involucradas en la medición del número de ciclos a falla. A pesar de estas limitaciones, muchos estudios han contribuido a incrementar el entendimiento del problema, sin llegar en la mayoría de los casos a una respuesta específica [28, 29].

Comúnmente en las investigaciones realizadas sobre fatiga térmica en aleaciones con y sin modificación superficial, los criterios de falla son cuantificados por un juego de parámetros que incluyen densidad de grietas (número de grietas por unidad de longitud), profundidad promedio de grieta y profundidad máxima de grieta [30]. Además el daño también es cuantificado generalmente con la aparición de la primera grieta (observada macroscópicamente) o después de un cierto número de ciclos térmicos. Sin embargo es importante mencionar que en algunos casos, el grado de distorsión debido a la deformación producida que antecede o acompaña el agrietamiento es determinado cuantitativamente y puede no ser aceptable aún antes de que las grietas sean observadas [31].

La resistencia a la fatiga térmica en aleaciones metálicas es considerablemente influenciada por las propiedades físicas y mecánicas del material. Las más importantes de estas son el coeficiente de expansión térmica ( $\alpha$ ), la conductividad térmica ( $k$ ) y la resistencia del material a una deformación alternada ( $\pm \varepsilon = \alpha \Delta T$ ). Cuando la deformación térmica es resultado de un material con restricción volumétrica, la conductividad térmica ( $k$ ) no presenta dominio en esta deformación; por otro lado, cuando la deformación térmica es una consecuencia de gradientes térmicos resultados de calentamientos o enfriamientos rápidos, una baja conductividad puede reducir los

gradientes y por lo tanto la deformación térmica. Esta condición existe cuando la razón de calentamiento no es tan alta que las capas superficiales del espécimen alcanzan su máxima temperatura antes de que algún cambio significativo de temperatura pueda ocurrir en el cuerpo del material. Así, dependiendo de las condiciones, cualquiera de los parámetros  $\varepsilon/\alpha$  o  $k\varepsilon/\alpha$  pueden ser usados como un indicador de la resistencia a la fatiga térmica [32]. Para el caso del segundo parámetro definido como K, se tiene:

$$K = k\varepsilon / \alpha \quad (1)$$

Considerando que  $\varepsilon$  está dada por el módulo de elasticidad  $E$  y la resistencia a la fatiga a temperaturas promedio  $\sigma_f$ :

$$\varepsilon = \sigma_f / E \quad (2)$$

Por lo tanto es posible obtener la resistencia a la fatiga térmica mediante:

$$K = \frac{\sigma_f k}{\alpha E} \quad (3)$$

En donde valores altos de K indica buena resistencia a la fatiga térmica [32].

De acuerdo a lo anterior es importante mencionar que de entre las diferentes y múltiples aplicaciones de los recubrimientos duros se consigue, como características más importantes, una mayor barrera térmica, la cual es requerida para guardar la estabilidad química a altas temperaturas y mantener una baja conductividad térmica [33]. Por lo tanto en aleaciones recubiertas la deformación térmica involucrada en el recubrimiento puede ser calculada por la Expresión 4, asumiendo que la divergencia térmica toma lugar completa y totalmente en el recubrimiento [10].

$$\varepsilon_{th} = \int_{T_{\max}}^{T_{\min}} [\alpha_{sust.}(T) - \alpha_{rec.}(T)] \cdot dT \quad (4)$$

En esta ecuación es evidente como la deformación depende directamente de la diferencia del coeficiente de expansión térmica entre el recubrimiento y el sustrato del material. Así mismo, pueden obtenerse los esfuerzos térmicos correspondientes multiplicando la deformación por el módulo de elasticidad ( $E$ ). Por lo tanto es recomendable utilizar recubrimientos con valores de coeficiente de expansión térmica aproximados a los del acero a recubrir [10].

Otro factor importante que influye en la deformación del material y por lo tanto en la resistencia a la fatiga térmica es la temperatura ya que las propiedades mecánicas como esfuerzo de cedencia, módulo de elasticidad y el coeficiente de expansión térmica están en función de sus valores [34]. Stephens, Hayashi y coautores señalan que la resistencia de una aleación metálica a temperaturas elevadas se reduce debido a que el esfuerzo de cedencia y la resistencia a la tensión tiende a decrecer con el incremento de temperatura, esta razón de reducción se incrementa después de exceder una cierta temperatura de acuerdo al material [35, 36]. Como resultado, bajos niveles de esfuerzo son suficientes para que ocurra deformación plástica. Así mismo a bajos valores del módulo de elasticidad y del coeficiente de expansión térmica producen menores esfuerzos. Un bajo módulo de elasticidad resulta en bajos esfuerzos con un nivel de deformación dado por la Ecuación 2. Cuando las capas superficiales están a temperaturas variables, resultan diferencias en la expansión entre las capas y las subcapas, y por lo tanto se incrementa la tendencia al agrietamiento. Valores bajos del coeficiente de expansión térmica reducen la cantidad de expansión entre la superficie y las subcapas [32].

Así mismo, la dureza es otra propiedad importante que está en función de la temperatura. A altas temperaturas es también deseable poseer alta dureza debido a que ésta previene que se suavice la superficie del material. Comúnmente después de los ciclos térmicos la superficie muestra disminución en la dureza y alto impacto en la tenacidad, lo cual disminuye la resistencia a la fatiga térmica [32, 33, 20]. Los aceros tienen diferente resistencia a su pérdida de dureza lo cual puede ser influenciado por los recubrimientos. Wang realiza en su investigación, una comparación después de los

ciclos térmicos aplicados en aceros H19 grado herramienta con y sin recubiertos y encuentra más bajo cambio en la tenacidad y en la dureza en aquellos recubiertos, lo cual significa una baja tendencia de suavamiento [37]. Sin embargo, por el otro lado, cabe mencionar que una muy alta dureza reduce la tenacidad del material y esto puede de igual forma propiciar agrietamiento [32]. Con respecto a la temperatura se han encontrado además, a distintos valores, cambios en la profundidad y densidad de grietas. En la experimentación realizada por Pellizzari y coautores, en la cual se realizaron dos pruebas a diferente temperatura máxima (700 y 900 °C) en aceros H11 grado herramienta recubiertos, se encontró que los valores más altos de longitud promedio de grietas fueron observados a la temperatura más alta (900 °C), mientras que valores más altos de densidad de grieta son observados a la temperatura más baja (700 °C) [10].

Por lo tanto, de manera general, es importante reiterar que la eficacia de los sistemas dúplex, difiere dependiendo de las propiedades de la capa nitrurada y del recubrimiento aplicado. El fenómeno de fatiga térmica requiere de mayor esfuerzo de investigación, por lo tanto el objetivo de la presente trabajo es evaluar la intensidad de la fatiga térmica en aceros grado herramienta para trabajo en caliente con estructuras dúplex. El rol de los diferentes recubrimientos y capas nitruradas serán discutidas con la finalidad de determinar que combinación y factores, de acuerdo a sus propiedades, permiten una mejora en la resistencia a la fatiga térmica.

### 3.3 Referencias

1. C. Starling and J. Branco, *Thin Solid Films*, 308-309 (1997) 436-442.
2. R. Zuchowski, *Journal of Materials Processing Technology*, 106 (2000) 167-172.
3. O. Barrau, C. Boher, R. Gras, F. Rezai-Aria, *Wear*, 255 (2003) 1444.
4. D. Jeong, D. Kim, J. Kim, B. Kim, T. Dean, *Materials Processing Technology* 113 (2001) 544.
5. A. Srivastava, V. Joshi, R. Shivpuri, *Wear* 256 (2004) 38-43.
6. A. Persson, S. Hogmarkb, J. Bergström, *Journal of Materials Processing Technology* 148 (2004) 108-118.
7. L. Dobrzanski, J. Mazurkiewicz, E. Hajduczek, J. Madejski, *Materials Processing Technology* 113 (2001) 527-538.
8. M. Tercej, P. Panjan, I. Urankar, P. Fajfar, R. Turk, *Surface and Coating Technology* 200 (2006) 3594.
9. C. Mitterer, F. Holler, F. Ustel, D. Heim, *Surface and Coatings Technology* 125 (2000) 233–239.
10. M. Pellizzari, A. Molinari, G. Straffelini, *Surface and Coating Technology* 142-144 (2001) 1109-1115.
11. X. Hu, L. Li, X. Wu, M. Zhang, *International Journal of Fatigue* (2005) 1-8.
12. E. Summerville, K. Venkatesan, C. Subramanian, *Materials and Design* Vol. 16 No 5 (1995) 289.
13. B. Navinsek, P. Panjan, F. Gorenjak, *Surface and Coatings Technology* 137 (2001) 255-264
14. D. Ugues, M. Rosso, M. Albertinazzi, F. Raimondi, A. Silipigni, *Metallurgical Science and Technology* 22-32.
15. P. Mayrhofer, C. Mitterer, L. Hultman, H. Clemens, *Progress in Materials Science* 51 (2006) 1032–1114.
16. P. Panjan, P. Cvahte, M. Cekada, B. Navinsek, I. Urankar, *Vacuum* 61 (2001) 241-244.

17. D. Heim, F. Holler, C. Mitterer, *Surface and Coatings Technology* 116–119 (1999) 530–536.
18. M. He, D. Mumm, A. Evans, *Surface & Coatings Technology* 185 (2004) 184–193.
19. B. Navinsek, P. Panjan, I. Milosev, *Surface and Coating Technology*, 97 (1997) 182.
20. Y. Wang, “A study of PVD coatings and die materials for extended die-casting die life”, *Surface and Coatings Technology*, 94-95 (1997) 60-63.
21. N. Mesrati, Q. Saif, D. Treheux, A. Moughil, G. Fantozzi, A. Vincent, *Surface & Coatings Technology* 187 (2004) 185-193.
22. M. Pellizzari, A. Molinari, and G. StraVelini, *Surface Engineering* 2002 Vol. 18 No. 4 289.
23. P. Panjan, I. Urankar, B. Navinsek, M. Tercej, R. Turk, M. Cekada, V. Leskovsek, *Surface and Coatings Technology* 151-152 (2002) 505-509.
24. K. Klimek, H. Ahn, I. Seebach, M. Wang, K. Rie, *Surface and Coatings Technology* 174 –175 (2003) 677–680.
25. B. Navinsek, P. Panjan, I. Urankar, P. Cvahte, F. Gorenjak, *Surface and Coatings Technology*. 142-144 (2001) 1148-1154.
26. J. Smolik, J. Walkowicz, J Tacikowski, *Surface and Coating Technology*, 125 (2000) 134-140.
27. P. Panjan, M. Cekada, R. Kirn, M. Sokovic, *Surface and Coatings Technology* 180-181 (2004) 561-565.
28. E. Glenny, B. Sc., F.I.M., *Thermal Fatigue*, “*Metallurgical Reviews*”, Institute of Metals, London, 1961, Vol. 6, No. 24, 387-399.
29. A. Weronki and T. Hejwowski, “*Thermal Fatigue of Metals*”, Technical University of New York, N.Y., Mercel Dekker, Inc., (1991) *iii, iv*.
30. L. Dobrazanski, J. Mazurkiewicz, E. Hajduczek and J. Madejski, *Materials Processing Technology* 113 (2001) 527-538.
31. T. Beck, K. Lang, D. Lohe, *Materials and Product Technology*, Vol. 18, Nos 1/2/3 (2003) 160-177.

32. J. Wallace, Y. Wang, D. Schwan, "Effect of composition and processing on the thermal fatigue and toughness of high performance die steels", Final Report, Case Western Reserve University, USA, (1997) 38-41.
33. A. Srivastava, V. Joshi, R. Shivpuri, R. Bhattacharya, S. Dixit, Surface and Coatings Technology 163-164 (2003) 631-636.
34. Y. Kudo, K. Kikuchi and M. Saito, Journal of Nuclear Materials, 307-311 (2002) 471-474.
35. R. Stephens, A. Fatemi, R. Stephens and H. Fuchs, "Metal Fatigue in Engineering", Wiley-Interscience, 2<sup>nd</sup> Ed., New York, N.Y. (2001) 96-97.
36. M. Hayashi, K. Enomoto, Y. Saito and T. Miyagawa, Nuclear Engineering and Design, 184 (1998) 113-12

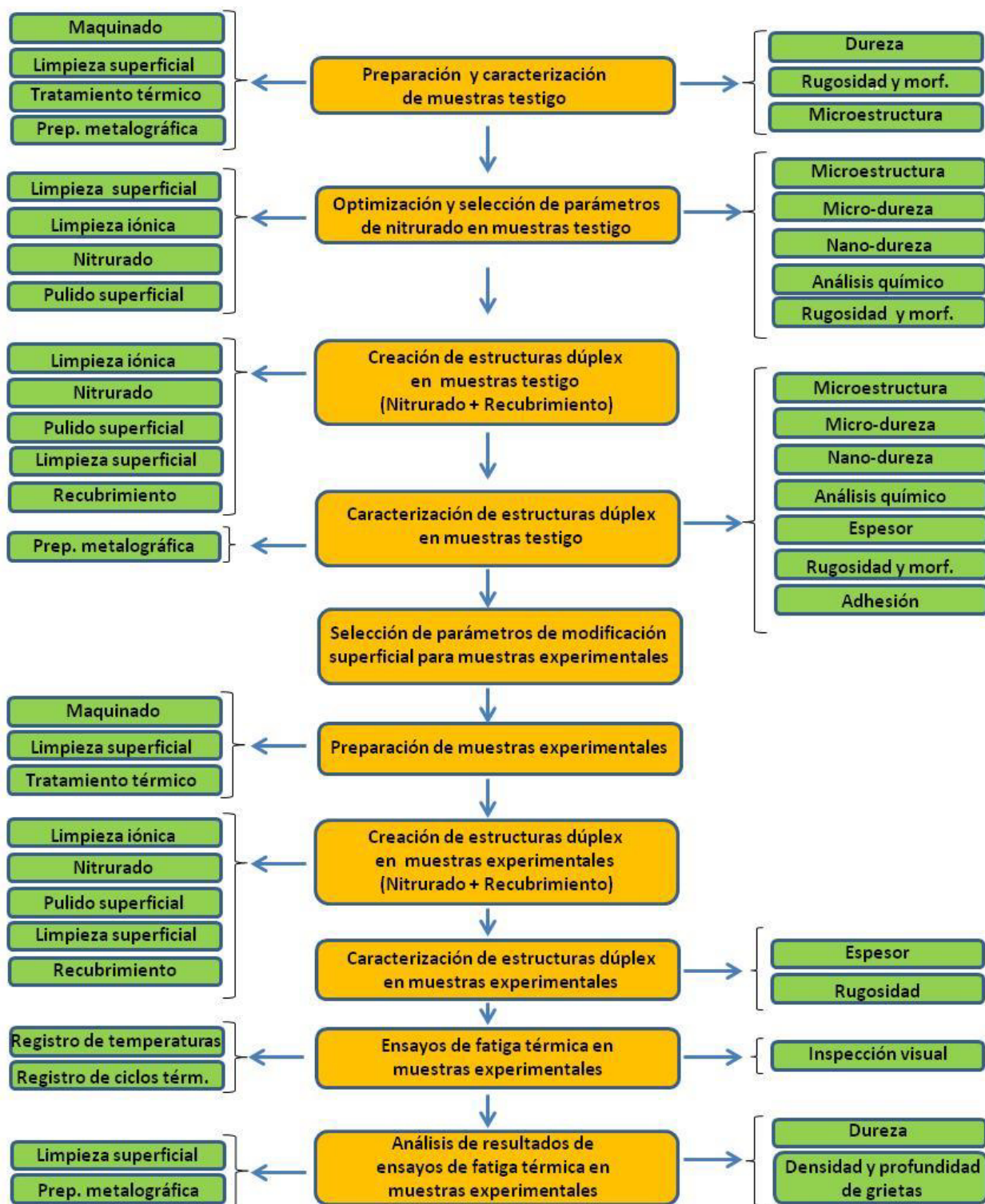


## CAPÍTULO 4

# METODOLOGÍA PARA EL DISEÑO Y PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

### **4.1 Introducción.**

El presente capítulo se basa principalmente en los siguientes dos objetivos: el primero, descripción de la secuencia del procedimiento experimental utilizado para desarrollar y optimizar el tratamiento de modificación superficial y caracterización de sustratos de acero para trabajo en caliente AISI H13 con modificación superficial. El segundo objetivo, describir las pruebas de fatiga térmica realizadas sobre los sustratos con modificación superficial y como se evalúa la intensidad del mecanismo de fatiga térmica. En este trabajo se utilizaron seis diferentes sistemas, de los cuales cinco fueron mediante una combinación de tratamiento superficial + recubrimiento (sistemas dúplex) y uno solo con tratamiento superficial.



**Figura 4.0.** Diagrama de la metodología experimental del presente trabajo.

La experimentación se desarrolló principalmente en las siguientes etapas, Figura 4.0:

- Preparación de las muestras testigo designadas para material de investigación.
- Optimización y ajuste de los parámetros del procesos de nitrurado por plasma y análisis en material de investigación (muestras testigo).
- Aplicación de recubrimientos sobre sustratos nitrurados (creación de sistemas dúplex mediante la técnica PVD) y análisis en material de investigación (muestras testigo).
- Preparación de sustratos designados para análisis de intensidad de fatiga térmica.
- De acuerdo a los resultados en muestras testigo, creación de sistemas dúplex en muestras experimentales designados para evaluación de intensidad de fatiga térmica.
- Ejecución de pruebas de fatiga térmica y evaluación de la intensidad de dicho mecanismo en los diferentes sistemas dúplex creados en muestras experimentales.

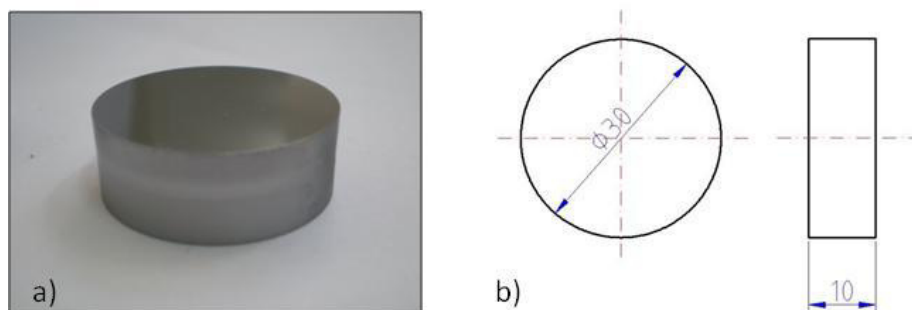
## **4.2 Preparación de las muestras testigo designadas para material de investigación.**

En esta sección se describen las características, tratamiento térmico así como el proceso de limpieza de las muestras testigo utilizadas para la optimización de los parámetros del proceso de nitrurado y estudio de aplicación de recubrimientos.

### **4.2.1 Obtención de muestras testigo.**

Se inició con el maquinado de 32 muestras testigo a partir de acero para trabajo en caliente grado herramienta H13, composición química Tabla 4.1. Para propósitos de estudio, las muestras tienen dimensiones de 10 mm de altura por 30 mm de diámetro, Figura 4.1. Dichas muestras en forma de pastillas, cuentan con estas dimensiones con la finalidad de permitir el estudio y manipulación en distintos equipos, tales como: sujeción en pulidora, en los dados de sujeción de las cámaras de los quipos de modificación superficial, montaje en la platina de equipos de análisis de composición química como espectrometría de emisión óptica por descarga luminiscente o GDOES (por sus siglas en inglés), entre otros.

%	Cr	Mo	V	C	Si	Mn
	5.3	1.3	0.9	0.39	1.0	0.4



**Figura 4.1.** a) Muestra testigo, b) esquema del mismo con sus dimensiones en milímetros.

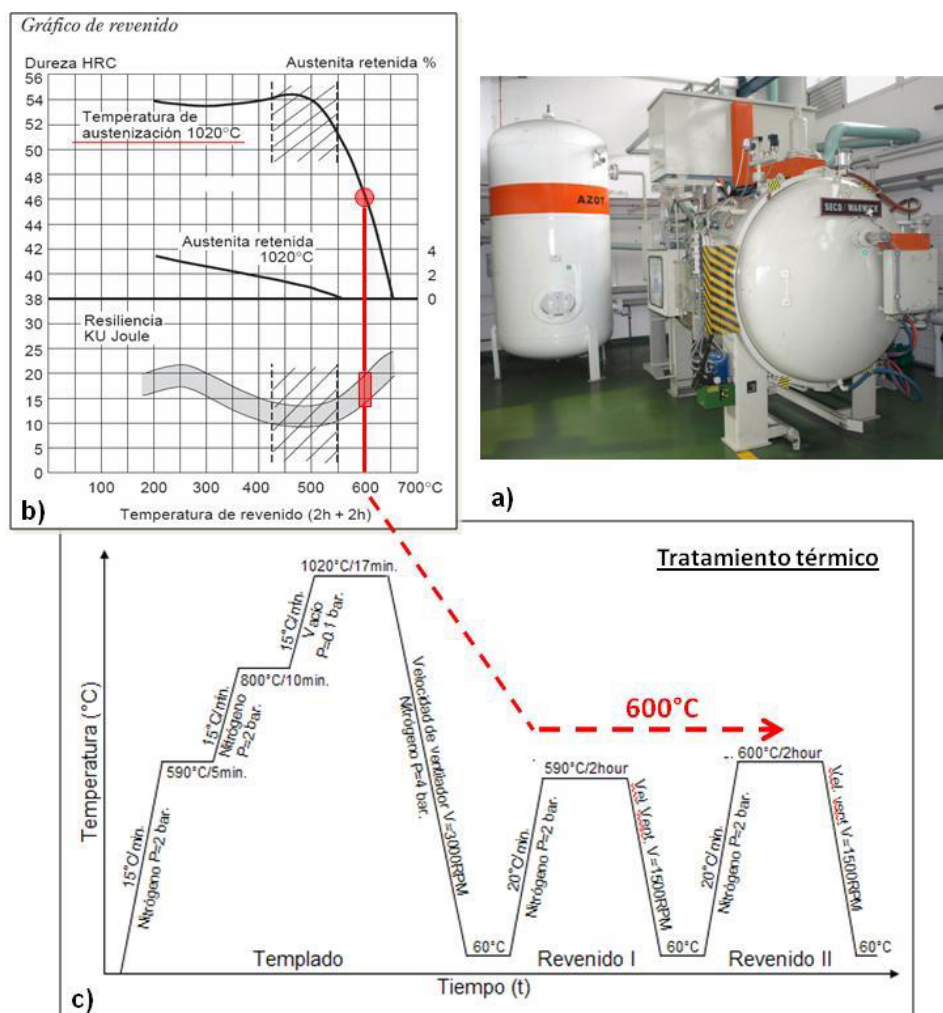
#### 4.2.2 Tratamiento térmico.

Una vez maquinadas las muestras se realizó el tratamiento térmico en un horno al vacío (Seco Warwick), Figura 4.2a. Para este estudio, los parámetros del tratamiento térmico fueron establecidos a partir de los resultados obtenidos del proyecto de tesis de maestría de Israel Barragán [1]. En dicho proyecto se estudió la intensidad del agrietamiento térmico superficial de acuerdo a distintos valores de tenacidad obtenidos bajo tres diferentes temperaturas de revenido (550, 600 y 650°C) seleccionadas de acuerdo a valores reportados por Uddeholm [2], Figura 4.2b. En dicho proyecto se encontró menor intensidad de agrietamiento en aquellas probetas que fueron revenidas a temperaturas de 600°C. La Figura 4.2c muestra un esquema con los parámetros del proceso de tratamiento térmico, el cual se realizó con un austenizado a 1020°C durante 1 hora seguido por un doble revenido, uno a 590 y 600°C durante 2 hrs.

#### 4.2.3 Primera etapa de limpieza de muestras.

Después del tratamiento térmico se procedió a realizar la limpieza mediante arena a presión (sand-blast) para eliminar impurezas que se hayan generado durante el tratamiento térmico, Figura 4.3a. Posteriormente los especímenes se desbastaron

mediante fresadora con la finalidad de facilitar el pulido en etapas posteriores, Figura 4.3b. Finalmente para esta etapa, se rebajaron los bordes afilados de forma manual con la ayuda de una lima, como se muestra en la Figura 4.3c, esto con el objetivo de ajustar, lo mejor posible, las muestras en el dado de sujeción de los equipos de modificación superficial (ver punto 4.2.5).



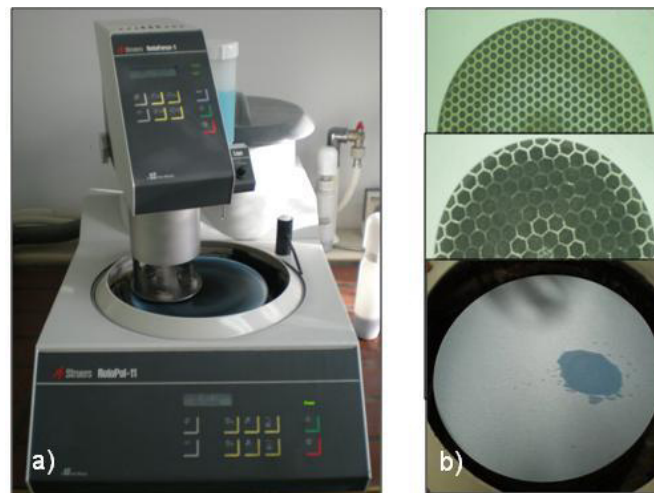
**Figura 4.2.** a) Horno al vacío marca Seco Warwick, b) grafica de tratamiento de revenido de acuerdo a Uddeholm [2], c) diagrama de parámetros del tratamiento térmico de austenizado y doble revenido realizado en las muestras testigo.



**Figura 4.3.** a) Proceso de limpieza mediante arena a presión, b) desbaste de superficie mediante fresadora y c) desbaste manual de bordes.

#### 4.2.4 Pulido de superficie.

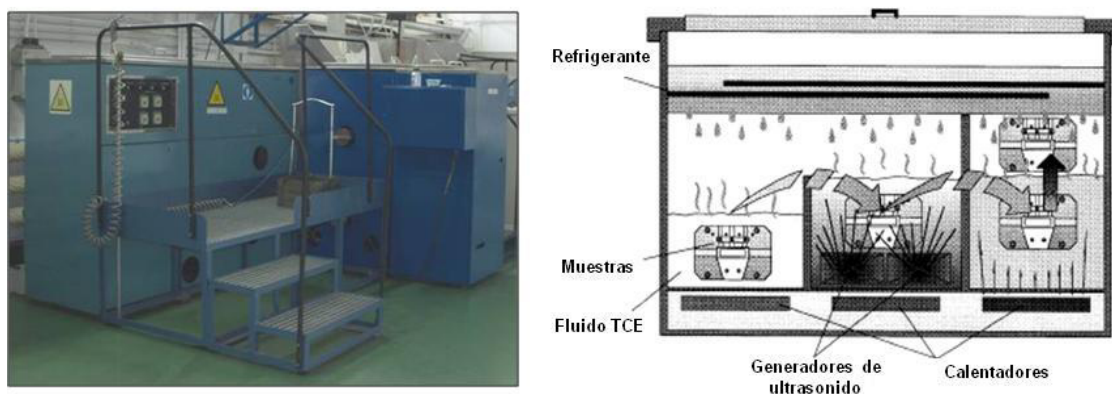
Condiciones importantes que influyen en la adhesión del recubrimiento son el pulido y la limpieza superficial del sustrato a recubrir. Por lo tanto se realizó un proceso de pulido en tres pasos mediante un equipo Struers RotoPol-11 automática, Figura 4.4a. En el primer paso se utilizó lija 120 con agua. En el segundo paso se utilizó lija de  $9\mu\text{m}$  con suspensión de diamante de  $9\mu\text{m}$  y lubricante. En el último paso se utilizó lija de  $3\mu\text{m}$  con suspensión de diamante de  $3\mu\text{m}$  y lubricante. Durante el pulido se les aplicó una carga de 30kN durante aproximadamente 10 minutos a una velocidad de rotación de 150RPM.



**Figura 4.4.** a) Pulidora modelo Struers RotoPol-11 con cabezal de sujeción automático modelo Struers RotoForce-1, b) platos utilizados en el proceso de pulido superficial.

#### 4.2.5 Segunda etapa de limpieza de muestras.

Como etapa final de preparación de las muestras testigo se realizó un minucioso proceso de limpieza mediante el equipo UMO-50-1000, Figura 4.5. Dicho proceso se llevó a cabo en cuatro pasos: en los primeros tres pasos los especímenes se sumergieron en un baño de solución de tricloroetileno (TCE) variando la temperatura a 85°C, 50°C y 85°C respectivamente. A diferencia de los pasos 1 y 3 en el paso 2 se incluye ultrasonido. En el paso 4 las piezas se retiraron de la solución a una altura de 15cm dentro del tercer contenedor y se dejaron expuestas al vapor de la solución, con la finalidad de obtener una limpieza a mayor temperatura. Para cada paso se mantuvo un tiempo de 5 minutos.



**Figura 4.5.** Se muestra una imagen y diagrama del equipo de limpieza por ultrasonido modelo UMO-50-1000, el cual consta de tres contenedores con solución tricloroetileno.

#### 4.2.6 Preparación del dado de sujeción.

##### 4.2.6.1 Tratamiento mecánico.

Para alojar las muestras testigo dentro de la cámara de recubrimiento, se maquinó un dado de sujeción con el objetivo de simular la dimensión de una herramienta de uso industrial a la que comúnmente se le aplicaría un proceso de modificación superficial. Para este caso las muestras testigo serán un espécimen representativo de la superficie del dado.

La modificación superficial solo se realiza en unas de las caras de las muestras, debido a que el dado solo deja expuesta una de las superficies (Figura 4.6), facilitando de esta forma análisis como el perfil de dureza y profundidad de nitrurado, obteniéndose valores de mayor confiabilidad.

Los procesos de modificación superficial, tal como el nitrurado, son controlados por la intensidad del plasma presente en la superficie de las muestras. Los cambios en la intensidad de dicho fenómeno se miden por un dispositivo óptico el cual a su vez controla la relación de gases utilizados [3]. Otro parámetro que también juega un papel importante en el proceso es la temperatura de la pieza a modificar, la cual es medida por un pirómetro [4]. Si el proceso se hiciera solo con las muestras (pastillas), sería complicado controlar los parámetros mencionados, por lo que al agregar el dado se tiene más certeza en el control de los valores debido al aumento en las dimensiones.



**Figura 4.6.** Dado de sujeción utilizado en las cámaras de modificación superficial, en el cual se señala una muestra colocada en uno de los orificio.



#### 4.2.6.2 Proceso de limpieza del dado.

Al igual que las muestras, la limpieza en el dado de sujeción es una parte muy importante del proceso debido a que una superficie sucia podría llegar a producir inestabilidades del plasma durante el proceso de modificación superficial. A continuación se mencionan los pasos a seguir en el proceso de limpieza de dicha herramienta.

1. Se sumerge en un baño de solución A300 (detergente especial) dentro de un contenedor de limpieza por ultrasonido UM-30-1000. Se talla con brocha y carda.
2. Se retira de este contenedor y se enjuaga en dos diferentes botes de agua tratada (desionizada) para retirar el detergente.
3. Se seca mediante aire a presión y posteriormente se introduce en un secador de resistencias aproximadamente 5 minutos.
4. Ya seco se introduce en un baño de tricloroetileno (TCE) y se limpia mediante brocha-carda.
5. Se seca de nuevo mediante aire a presión.
6. Se analizan rastros de corrosión y se procede a eliminarlas con una goma tipo lija.
7. Se rectifica que las muestras testigo puedan entrar en los espacios maquinados dentro del dado, en algunos casos se desbasta manualmente con lima para facilitar el acomodo de los especímenes.
8. Se limpia con etanol y algodón.
9. Se realiza una limpieza en solución de TCE con la ayuda del equipo UMO-50 1000, de la misma forma que las muestras experimentales (ver punto 4.2.5).
10. Al inicio del proceso de modificación superficial, se introducen los dados a la cámara de PVD y como primer etapa se aplica un ataque mediante gas argón. La finalidad de este paso es limpiar detalladamente la superficie del dado evitando de esta forma afectar a las muestras con descargas que pueden dañar (fracturar) algún componente de la cámara durante la aplicación de corriente-voltaje en el proceso.

#### 4.2.7 Análisis de macrodureza.

Después de la etapa de tratamiento térmico se realizaron mediciones de dureza en todas las muestras testigo obtenidas, con la finalidad de conocer el valor promedio. Los ensayos se realizaron a una escala Rockwell C con una carga de 150kg en el equipo Emco Test M4R 075, Figura 4.7.



**Figura 4.7.** Equipo Emco Test M4R utilizado para el análisis de dureza Rockwell.

#### 4.2.8 Análisis de rugosidad y morfología.

Una vez obtenidos los ensayos de dureza se realizaron análisis de rugosidad en las muestras después de la etapa de tratamiento térmico y pulido superficial. Estas pruebas fueron conducidas de dos formas, la primera usando un perfilómetro (Hommel Werke LV50E) y la segunda mediante un microscopio de fuerza atómica (Q-Scope 250) en modo de contacto, Figura 4.8a y 4.8b respectivamente. Ambas pruebas se realizaron con el propósito de obtener y comparar los valores de rugosidad superficial antes y después del proceso de nitrurado. Para las pruebas con el perfilómetro, el estudio se realizó en una longitud transversal de 5mm, mientras que el análisis con el microscópico de la fuerza atómica se llevó a cabo en un área de  $50 \times 50 \mu\text{m}$  ( $250 \mu\text{m}^2$ ).



a)

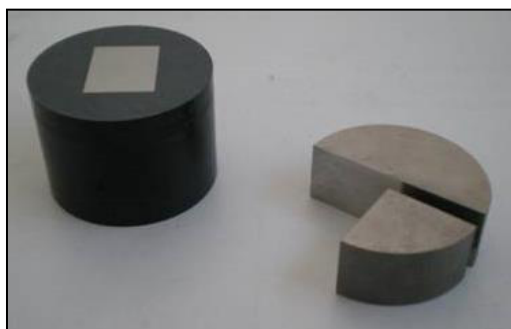


b)

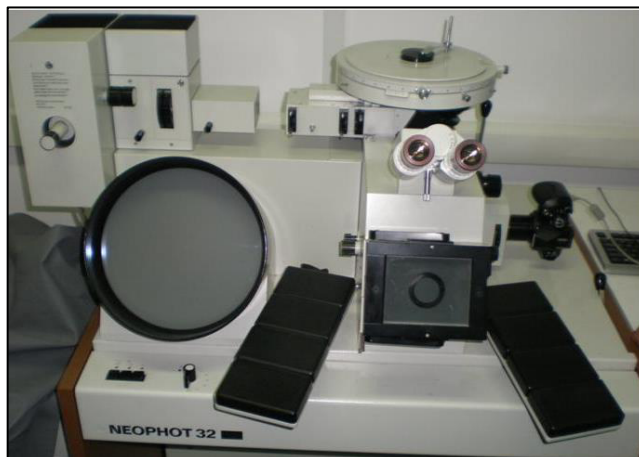
**Figura 4.8.** Equipos utilizados para realizar las mediciones de rugosidad. a)Perfilómetro (Hommel Werke LV50E), b)Microscopio de fuerza atómica (Q-Scope 250).

#### 4.2.9 Análisis microestructural.

Se seleccionó una muestra testigo solo con tratamiento térmico con la finalidad de analizar la microestructura antes del proceso de nitrurado. Se cortó y extrajo un cuarto del cuerpo de la muestra (Figura 4.9) para ser montado y pulido (Struers RotoPol-11) bajo los pasos ya explicados en el Punto 4.2.4. Posteriormente se atacó mediante solución Nital al 4%, se observó la microestructura y seleccionaron áreas para tomar las micrografías correspondientes mediante el microscopio óptico (Neophot32), Figura 4.10.



**Figura 4.9.** A la derecha de la imagen se muestra el espécimen seccionado mientras que a la izquierda, una de sus partes montada en baquelita para la preparación metalográfica.



**Figura 4.10.** Microscopio óptico (Neophot32) utilizado para el análisis microestructural.

### **4.3 Optimización y ajuste de los parámetros del proceso de nitrurado por plasma y análisis en material de investigación.**

#### **4.3.1 Proceso de nitrurado.**

La segunda etapa de la presente experimentación inició con la optimización y el ajuste de los parámetros del proceso de nitrurado para el acero H13 (Orvar 2M). Para la implementación de estos procesos se utilizó el equipo de depósito físico en fase vapor asistido por plasma (Standard 1) o PAPVD por sus siglas en inglés, disponible en el Instituto de Tecnologías Sustentables - Instituto Nacional de Investigación en Polonia (ITeE-PIB) [5-7]. La Figura 4.11 muestra detalles del equipo indicando algunos de sus componentes principales dentro de los cuales figuran: la cámara de alto vacío con arreglo de 5 cátodos (Figura 4.11a); sistema de bombeo de alto vacío (Figura 4.11b), con capacidad de presiones de vacío del orden de  $1 \times 10^{-6}$  mbar; sistema de control óptico (Figura 4.11c), mediante el cual se ajusta y estabiliza la intensidad del plasma permitiendo un control preciso de los parámetros de proceso llevados a cabo en una atmósfera de hidrógeno y nitrógeno [8]. Dicho equipo es capaz de ejecutar tratamientos superficiales (nitrurado), aplicación de recubrimientos (PVD) y combinación de ambos procesos para formar estructuras dúplex. Así mismo, el proceso puede desarrollarse de manera continua o discontinua según sea el caso de estudio.

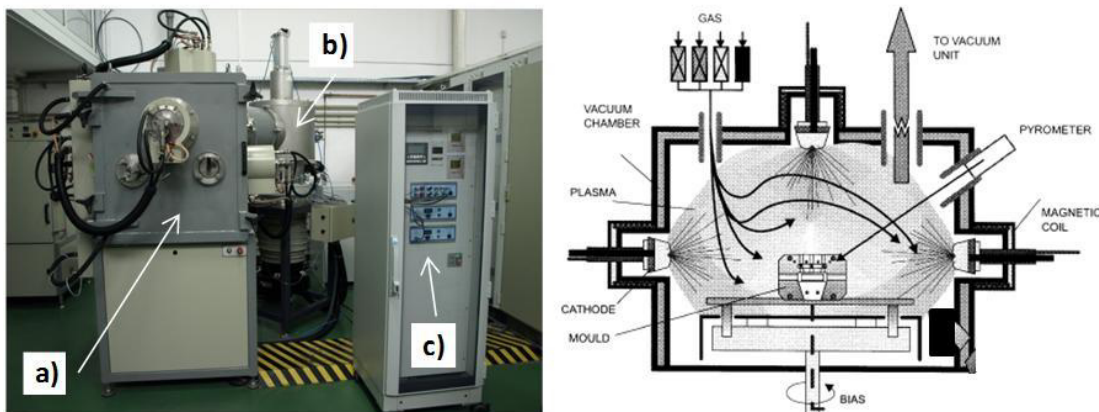
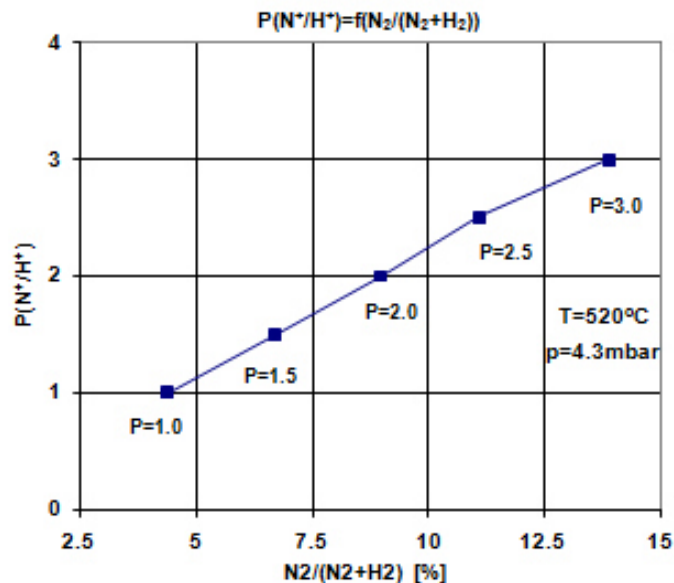


Figura 4.11. Imagen y diagrama de equipo de depósito físico en fase vapor asistido por plasma (Standard 1) con equipo periférico: (a) cámara de vacío con arreglo de cinco cátodos, (b) sistema de bombeo, (c) sistema de control óptico.

Para obtener la proporción óptima de gases nitrógeno-hidrógeno ( $N_2/H_2$ ) llamado potencial de nitrurado (P), se realizaron una serie de procesos bajo cinco diferentes potenciales de nitrurado  $P= 1.0, 1.5, 2.0, 2.5, 3.0$ , en donde el porcentaje de nitrógeno varió del 4 al 15% y el hidrógeno del 96 al 85% respectivamente. Esto se realizó con el fin de obtener un equilibrio entre las condiciones requeridas de dureza, profundidad de difusión, presencia de capa compuesta (capa blanca) y concentración de nitruros de hierro en la zona de difusión. La Figura 4.12 muestra la composición de la atmósfera de nitruración  $N_2 + H_2$  en relación con el valor del parámetro  $p(N+/H+)$ , utilizado para controlar la intensidad de nitruración por plasma para procesos que se ejecutan a una presión de 4.3 mbar y una temperatura de 520°C.

Antes del proceso de nitrurado, las muestras son pulidas en la superficie con abrasivos de diamante para obtener una rugosidad promedio ( $R_a$ ) de 0.01m, después se limpia y desengrasa mediante el proceso descrito en el punto 4.2.5. A fin de asegurar un calentamiento uniforme durante el proceso, las muestras se montan sobre un dado, Figura 13.

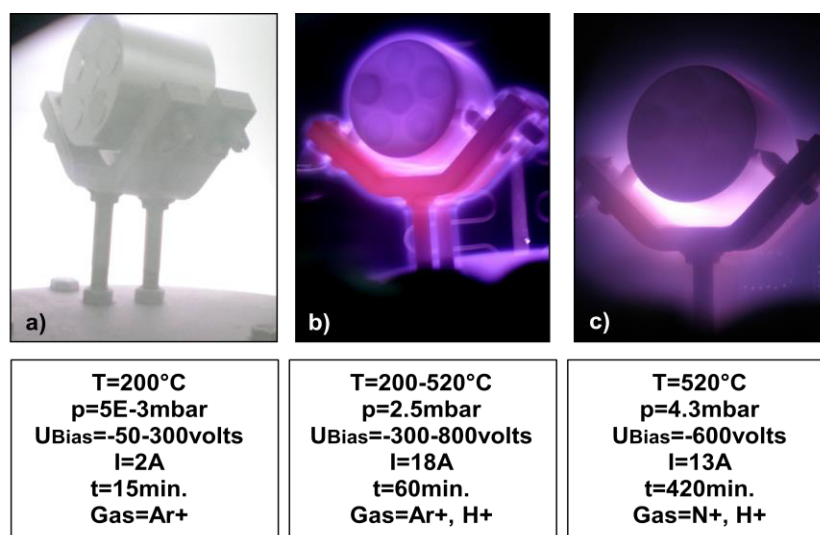


**Figura 4.12.** Relación del potencial de nitrado (P) en función del porcentaje de nitrógeno a una temperatura de 520° y una presión de 4.3mbar, usados como parámetros de optimización en el proceso de nitrurado.

Se introdujo el sistema de dado-muestras (Figura 4.13) en la cámara “Standard 1” y se inició con el proceso de nitrurado, el cual se llevó a cabo en 3 fases. La Figura 4.14 muestra imágenes de dichas fases con sus respectivos parámetros de proceso. En la primer fase se aplica un ataque superficial (Figura 4.14a) y precalentamiento por bombardeo iónico (AEGD por sus siglas en ingles). Durante la segunda fase (Figura 4.14b) se incrementa la temperatura y presión para alcanzar las condiciones de la tercer fase en la cual se realiza propiamente el nitrurado, (Figura 4.14c). El proceso se desarrolla en un tiempo aproximado de 13 horas, incluye 90 min de bombeo para alcanzar la presión de trabajo, 15 min de ataque y precalentamiento, 60 min de calentamiento, 420 min de difusión superficial y 180 min de enfriamiento del equipo antes de apagarlo. Durante cada proceso se realizó un monitoreo de los parámetros de temperatura, voltaje, corriente, presión, flujo, relación de gases y tiempo de prueba. Así mismo se inspeccionaba que el sistema permaneciera libre de fugas. En cada proceso de nitrurado, el dado de sujeción de las muestras experimentales, se rectificó, se ajustó a las dimensiones y se le aplicó el proceso de limpieza ya mencionado.



**Figura 4.13.** Se muestra el dado de sujeción dentro de la cámara “Standard 1” antes del proceso de nitrurado.



**Figura 4.14.** Imágenes de las fases presentes durante el proceso de nitrurado y parámetros usados en cada fase: a) ataque y precalentamiento, b) calentamiento y c) difusión superficial.

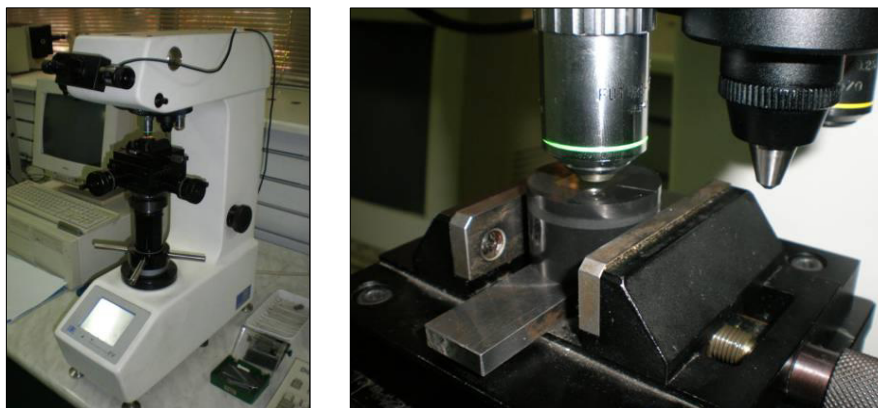
#### 4.3.2 Análisis de microestructura.

Después del proceso de nitrurado, las muestras fueron preparadas (metalografía) para su análisis mediante microscopía óptica con el equipo Neophot32, Figura 4.10. Se tomaron micrografías de cada muestra a magnificaciones de 250x, 500x y 1000x y se

analizó la profundidad de difusión, concentración de nitruros de hierro y presencia de la capa compuesta (capa blanca) en la zona de difusión. Para observar los detalles en la capa de difusión fue necesario realizar un ataque con solución Nital al 4% durante un tiempo de 5 segundos.

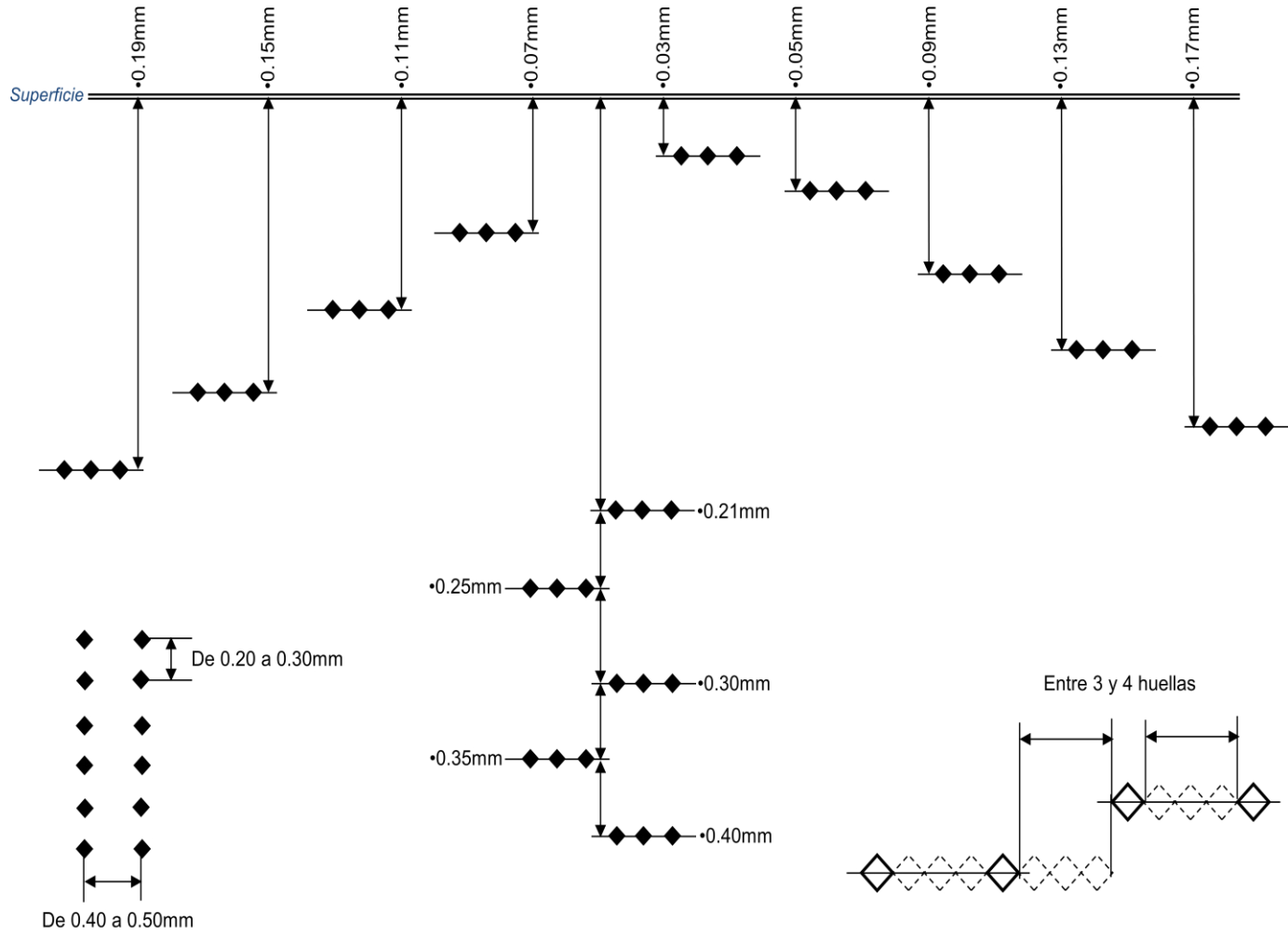
### 4.3.3 Análisis de microdureza

Se realizó un análisis de microdurezas superficial con el durómetro Vickers modelo FV-7 FUTURE-TECH, Figura 4.15. Las pruebas se realizaron a diferentes distancias de la superficie de acuerdo a la Norma: PN-H-04550:1982 [9] (Figura 4.16a), así mismo tres mediciones fueron tomadas en cada punto de profundidad para obtener el valor promedio del perfil de durezas. Las distancias tomadas van desde 0.03mm (30 $\mu$ m) hasta 0.4mm (400 $\mu$ m) de la superficie. La Figura 4.16b muestra una serie de micrografías enlazadas de la superficie nitrurada con las indentaciones de los ensayos de dureza, la Figura 4.16c muestra la misma imagen señalando las distancias a la superficie. Para todos los ensayos se utilizó una carga de 0.5Kg (4.9N).

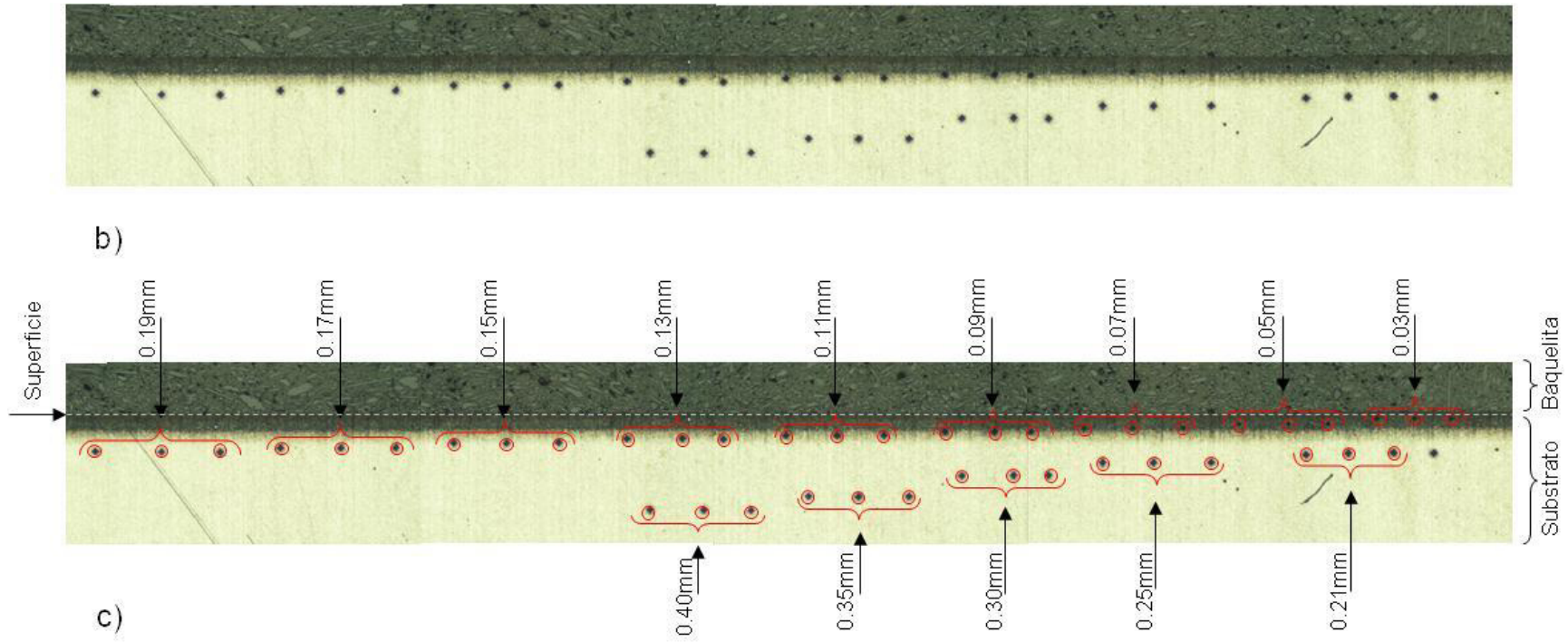


**Figura 4.15.** Durómetro Vickers modelo FV-7 FUTURE-TECH utilizado para el análisis de microdureza. En la imagen del lado derecho se muestra un acercamiento de la muestra montada en el equipo.





a)



**Figura 4.16.** a) Esquema con valores de distancias de indentaciones con respecto a la superficie de acuerdo a la Norma: PN-H-04550:1982. b) Huellas de indentaciones de los ensayos de dureza Vickers en el área superficial de la muestra; c) La misma superficie con los valores de distancias, magnificación a 63x.

Los análisis realizados hasta esta etapa de investigación arrojan que el potencial de nitrurado  $P=2.0$  (relación de gases 10%N<sub>2</sub> y 90%H<sub>2</sub>) fue el óptimo, mostrando los mejores resultados en las condiciones antes mencionadas: dureza superficial, profundidad de difusión, formación de capa compuesta y concentración de nitruros de hierro en superficie. Dichos resultados y condiciones de selección se discuten a detalle en el Capítulo 5. Los análisis (nanodureza, químico, rugosidad y morfología) que se presentan a continuación sólo se realizaron en muestras con el potencial de nitrurado seleccionado.

#### 4.3.4 Análisis de nanodureza.

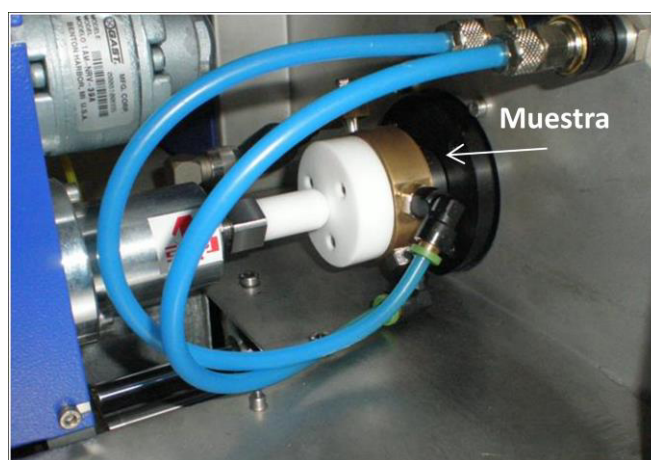
Con el objetivo de confirmar la profundidad de difusión y el perfil de dureza de una forma definida, se tomaron ensayos de nanodureza sobre la zona de difusión. Los análisis se realizaron con un durómetro modelo NHT CSEM CH 2007, Figura 4.17. Para estos ensayos se manejó el siguiente esquema de mediciones, considerando la superficie como cero: la distancia aproximada entre indentaciones fue de 5 $\mu$ m hasta una profundidad de 100 $\mu$ m (capa de difusión) y una distancia 25 $\mu$ m en la sección de 100 a 200 $\mu$ m (substrato). La carga utilizada en estas pruebas fue de 50mN. A través de este equipo, fue posible obtener los valores del módulo de Young en los mismos puntos de lectura.



**Figura 4.17.** Durómetro modelo NHT CSEM CH 2007 y equipo periférico utilizado para el análisis de nanodureza.

#### 4.3.5 Análisis químico.

Se realizaron estudios de composición química mediante la técnica de espectroscopia (espectrometría) de emisión óptica por descarga luminiscente o GDOES (por sus siglas en inglés) con el equipo JY 10000 RF, Figura 4.18. Se obtuvo un análisis cualitativo y cuantitativo de los elementos presentes en la superficie y se determinó el contenido de nitrógeno en la capa de difusión. La profundidad de análisis fue de  $120\mu\text{m}$  y el tiempo de la prueba tomó alrededor de 60 minutos.



**Figura 4.18.** Se muestra el área de análisis del espectrómetro modelo JY 10000 RF.

#### 4.3.6 Análisis de rugosidad.

Como parte de los análisis considerados en esta investigación, se estudiaron los cambios en la rugosidad y morfología superficial de las muestras después del proceso de nitrurado. De la misma forma que en las pruebas de rugosidad hechas previamente (punto 4.2.7), se llevaron a cabo los análisis mediante dos técnicas, la primera utilizando un perfilómetro (Hommel Werke LV50E) y la segunda utilizando un microscopio de fuerza atómica (Q-Scope 250). Para la primera técnica la longitud transversal de estudio fue de 5mm, mientras que en la segunda se llevó a cabo en un área de  $250\mu\text{m}^2$ .

En el desarrollo de sistemas dúplex (superficie nitrurada + recubrimiento) para mejorar la adhesión del recubrimiento es de suma importancia mantener una superficie con una rugosidad baja [10]. Después del proceso de nitrurado la rugosidad se

incrementa debido al ataque que se le genera durante la primer etapa de este proceso. Por lo tanto para reducir la rugosidad producida, se realiza un pulido superficial. Para dicho proceso se utilizó el plato tipo paño, lubricante y solución de diamantes de  $3\mu\text{m}$  aplicada cada minuto. Con la finalidad de no afectar el espesor de la capa de difusión, el tiempo de pulido fue de 5 minutos, con una carga de 30N y 150 rpm. Posteriormente, las muestras pasaron al proceso de limpieza de cuatro etapas ya explicado en el punto 4.2.5. Finalmente se midió de nuevo la rugosidad y morfología superficial de la muestra y se realizó la comparación.

#### **4.4 Aplicación de recubrimientos sobre sustratos nitrurados (creación de sistemas dúplex mediante la técnica PVD) y análisis en material de investigación.**

##### **4.4.1 Tratamiento superficial tipo dúplex.**

La tercer etapa de la presente investigación se realizó con el proceso de modificación superficial tipo dúplex (nitrurado + recubrimiento PVD) y el análisis del material de investigación. Se contemplaron cinco diferentes sistemas de recubrimientos, tres monocapa (TiN, TiAlN, CrN) y dos-multicapa ( $(\text{Cr}/\text{CrN})_{x8}$ ,  $(\text{CrN}/\text{TiN})_{x3}$ ), los cuales se aplicaron por separado en los sustratos nitrurados ( $P = 2.0$ ) de acero H13 (ORVAR 2M). Los materiales de recubrimientos seleccionados fueron creados por el método de evaporación por arco (EA) utilizando el quipo Standard 1, que gracias a la cámara de alto vacío con arreglo de 5 cátodos (Figura 4.11a), permite combinar dos tipos de blancos para crear recubrimientos en mono y multicapas. Todos los tratamientos se llevaron a cabo en un proceso tecnológico de forma discontinua que consta de tres etapas principales: 1) proceso de nitrurado superficial; 2) pulido y limpieza de superficie de especímenes; 3) depósito de recubrimientos. Los parámetros más importantes del proceso se resumen en la Tabla 4.2.

Tabla 4.2. Parámetros utilizados en la creación de los sistemas dúplex (proceso discontinuo)

No.	Etapa de proceso	Temperatura	Presión	Voltaje de substrato	Corriente de substrato	Corriente de blancos	Tiempo	Atmósfera
		T [°C]	p[mbar]	U <sub>BIAS</sub> [V]	I <sub>BIAS</sub> [A]	I <sub>z</sub> [A]	t [min.]	
1	Ataque y precalentamiento	200	$5 \times 10^{-3}$	-350	2	1x80	15	Ar
	Calentamiento	200-520	2.5	300-800	18	X	60	Ar + H2
	Nitrurado (P=2.0)	520	4.3	-600	13	X	420	N2 + H2
2	Pulido superficial						5	
3	Limpieza química							
4	Ataque y precalentamiento	450	$2 \times 10^{-5}$	-900	-	-	-	-
	Deposición CrN	250	$3.5 \times 10^{-2}$	-200	3	4x80	150	N <sub>2</sub>
	Ataque y precalentamiento	450	$2 \times 10^{-5}$	-900	-	-	-	-
	Deposición TiN	350	$1.2 \times 10^{-2}$	-200	7	4x80	150	N <sub>2</sub>
	Ataque y precalentamiento	450	$2 \times 10^{-5}$	-900	-	-	-	-
	Deposición TiAlN	400	$4 \times 10^{-2}$	-300	1	6x60	45	N <sub>2</sub>
	Ataque y precalentamiento	450	$2 \times 10^{-5}$	-900	-	-	-	-
	Deposición Cr-CrN) <sub>x8</sub>	Cr =300	$5 \times 10^{-3}$	-50	13.5	5x80	10x8	Ar
		CrN =330	$3.5 \times 10^{-2}$	-200	3	5x80	15x8	N <sub>2</sub>
	Ataque y precalentamiento	450	$2 \times 10^{-5}$	-900	-	-	-	-
	Deposición (CrN-TiN) <sub>x3</sub>	TiN = 250	$1.2 \times 10^{-2}$	-200	4.5	2x80	22x3	N <sub>2</sub>
		CrN = 300	$3.5 \times 10^{-2}$	-200	3	3x80	22x3	N <sub>2</sub>

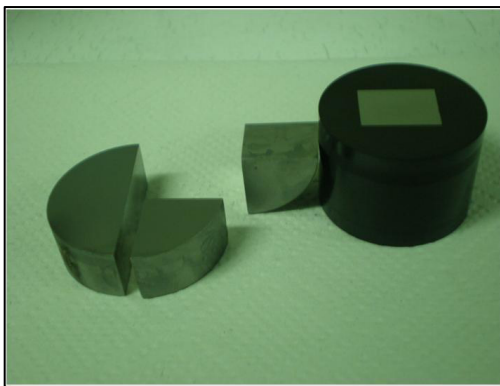
Una vez creados las estructuras dúplex (Figura 4.19), se procedió a caracterizar los recubrimientos bajo los siguientes métodos.



**Figura 4.19.** Muestras con sistema dúplex (nitruado + recubrimiento), las cuales por su posición en la imagen de izquierda a derecha tienen:  $(\text{Cr}/\text{CrN})_{x8}$ ,  $(\text{CrN}/\text{TiN})_{x3}$ , CrN, TiN y TiAlN.

#### 4.4.2 Análisis de microestructura.

Después del proceso de modificación superficial, las muestras fueron seccionadas mediante electroerosión con la finalidad de realizar un corte fino para obtener el perfil de recubrimiento y sustrato nitruado. Posteriormente las secciones fueron preparadas metalográficamente, Figura 4.20, se montaron en baquelita de retención de bordes ya que el análisis se realiza en el borde donde se requiere obtener una vista completamente limpia del recubrimiento-sustrato. Con el equipo Struers RotoPol-11 se realizó el desbaste y pulido bajo los pasos ya explicados en el Punto 4.2.4. Mediante microscopía óptica con el equipo Neophot32, Figura 4.10, se tomaron micrografías de cada muestra en sección transversal a magnificaciones de 500x, 1000x y 2000x y se analizaron los distintos recubrimientos mono y multicapas aplicados. Para observar la capa de difusión y el recubrimiento, se realizó un ataque con solución Nital al 4% durante un tiempo de 5 segundos.



**Figura 4.20.** Se muestra el espécimen seccionado con una de sus partes montada en baquelita para la preparación metalográfica.

#### **4.4.3 Análisis de microdureza**

Con la finalidad de confirmar los valores de durezas requeridos en los substratos de los sistemas dúplex (entre 900 y 950V a una profundidad mínima uniforme de 80-100 $\mu$ m desde la superficie) se realizó un análisis de perfil de microdurezas. Se utilizó el equipo Vickers modelo FV-7 FUTURE-TECH, Figura 4.15. Las pruebas se realizaron a diferentes distancias de la superficie de acuerdo a la Norma: PN-H-04550:1982 (Figura 4.16a), así mismo tres mediciones fueron tomadas en cada punto de profundidad para obtener el valor promedio del perfil de durezas. Las distancias tomadas van desde 0.03mm (30 $\mu$ m) hasta 0.4mm (400 $\mu$ m) del borde del substrato nitrurado. Se graficaron los valores de dureza en función de la distancia a la superficie con la finalidad de comparar los resultados obtenidos en cada substrato de los sistema dúplex. Para todos los ensayos se utilizó una carga de 0.5Kg (4.9N).

#### **4.4.4 Análisis de nanodureza.**

Para obtener los valores de dureza de los diferentes recubrimientos aplicados, se utilizó la técnica de nanodureza. Las pruebas se realizan de tal forma que la profundidad del indentador no exceda el 10% (100÷500nm) del espesor del recubrimiento asegurando con esto que el valor encontrado no sea interferido por la dureza del substrato. A través de este equipo es posible obtener los valores del módulo de Young en los mismos puntos de medición. Los análisis se realizaron sobre la superficie del recubrimiento mediante un durómetro modelo NHT CSEM CH 2007, Figura 4.17. La



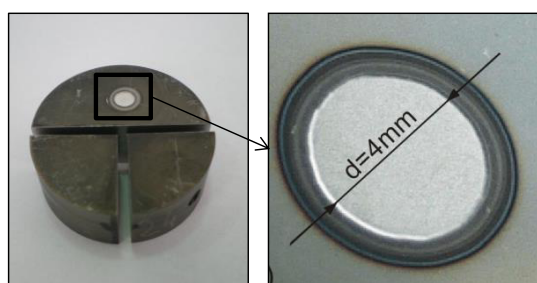
carga utilizada en estas pruebas fue de 50mN. Tres mediciones fueron tomadas en cada punto para obtener el valor promedio. Se graficaron los valores de dureza y módulo de Young de cada recubrimiento con la finalidad de comparar los resultados obtenidos entre los diferentes sistemas dúplex.

#### 4.4.5 Análisis químico y de espesor.

Se realizaron estudios de composición química mediante la técnica de espectroscopia (espectrometría) de emisión óptica por descarga luminiscente y por microscopia electrónica de barrido, nombrados GDOES y SEM respectivamente por sus siglas en inglés.

##### 4.4.5.1 Técnica GDOES.

Se determinó la concentración de elementos a través del perfil del recubrimiento mediante el equipo JY 10000 RF, Figura 4.18. En dicho método se obtiene la composición química mediante el análisis espectral producto del bombardeo de iones sobre la superficie del recubrimiento. Esta técnica, además de realizar análisis elementales de materiales sólidos, pueden proporcionar perfiles de concentración en profundidad que van desde los pocos nanómetros hasta decenas de micrómetros [11]. Gracias a esto, la medición del espesor del recubrimiento se obtiene con el cambio de la composición química en función de la distancia desde la superficie (profundidad) [12]. En la prueba se realizó un bombardeo iónico superficial de 4mm en diámetro con una profundidad de análisis de 10 $\mu$ m y un tiempo de 15 minutos, Figura 4.21. Se obtuvo un análisis cualitativo y cuantitativo en la superficie y se determinó el contenido de titanio, cromo, aluminio y nitrógeno según el recubrimiento a analizar.



**Figura 4.21.** La imagen izquierda muestra el espécimen después del análisis por el método de Espectroscopia de Emisión Óptica por Descarga Luminiscente (GDOES). En la imagen derecha se muestra acercamiento de la erosión producida por el bombardeo de iones.

#### 4.4.5.2 Técnica SEM.

Los recubrimientos fueron analizados con Microscopía Electrónica de Barrido (JEOL JSM6510-LV, Figura 4.22) en combinación con Espectrometría por Dispersión de Rayos X, (EDS, marca EDAX modelo génesis versión 5.21). Para este estudio, la calidad de análisis del recubrimiento está en función de una adecuada preparación metalográfica del espécimen, para este fin, además de la minuciosa preparación de montaje y pulido, los especímenes fueron recubiertos con oro. Se observaron las superficies en sección transversal para seleccionar las zonas de análisis en detalle para obtener la composición química (EDS) y la estructura de los recubrimientos. Mediante esta técnica también es posible medir el espesor de capa o capas en sistemas mono o multicapas respectivamente según sea el caso. A diferencia de la técnica GDOES que lo hace en profundidad, el SEM lo lleva a cabo sobre el perfil del recubrimiento en la sección transversal de la muestra. En este equipo se trabajó bajo el modo de electrones retro dispersados realizando un análisis lineal semicuantitativo contra longitudinal.



**Figura 4.22.** Microscopio Electrónico de Barrido modelo JEOL JSM6510-LV.

#### 4.4.5.3 Método Calotest.

Mediante el método Calotester (Figura 4.23 a)) en combinación con microscopía óptica, equipo PZO OE4, (Figura 4.23b)) se determinó el espesor y la configuración estructural de los recubrimientos mono- y multicapa obtenidos en cada sistema dúplex. Este método

consiste en producir un cráter en la superficie del recubrimiento-substrato mediante la fricción de una esfera de diámetro conocido ( $\varnothing_{\text{esfera}}=20 \text{ mm}$ ). Se analiza dicho cráter con microscopía óptica para obtener los valores “X” y “Y” (Figura 4.24) y mediante la Ecuación (1) se obtiene el espesor de capa (g) [13]. Ya obtenidos los valores se observó la superficie de análisis y se tomaron micrografías (Neophot32) de cada cráter así como de la morfología de la superficie del recubrimiento creado sobre los substratos nitrurados.

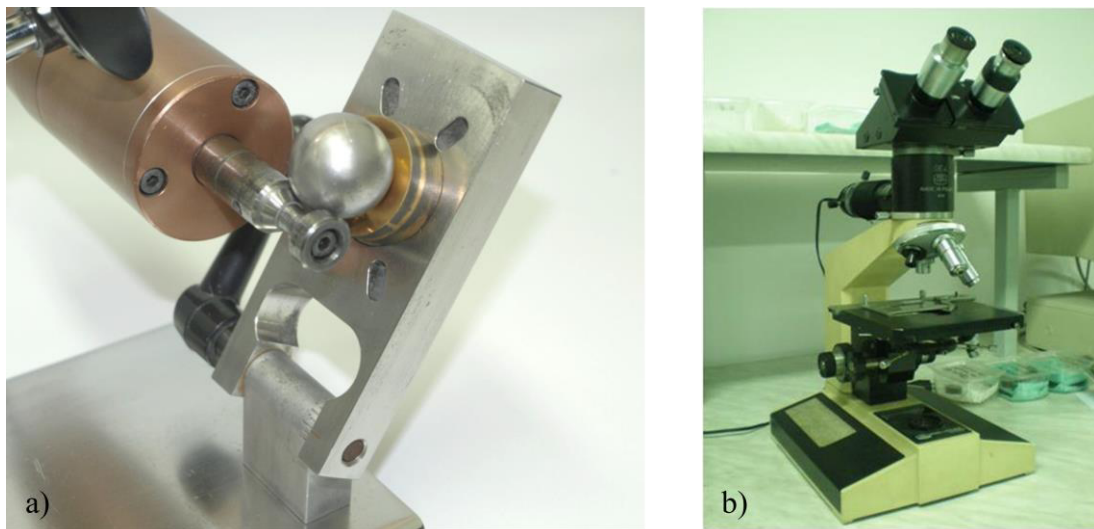
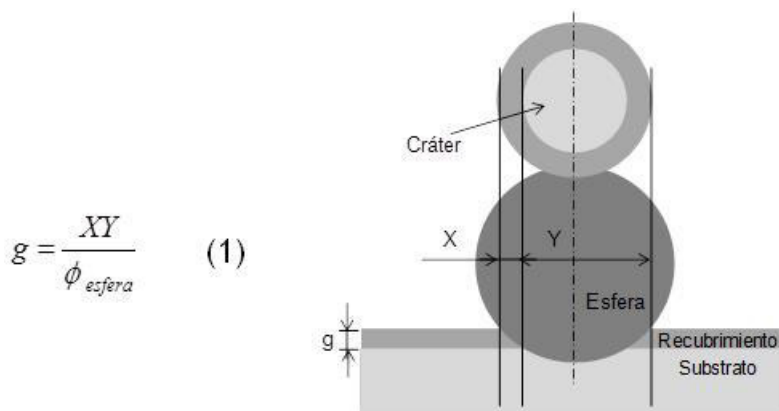


Figura 4.23. Equipos utilizados para la medición de espesores de recubrimientos, a) Equipo Calotester, b) Microscopio óptico PZO OE4.

A continuación se mencionan los parámetros utilizados en esta prueba:

- $\varnothing_{\text{Esfera}} = 20\text{mm}$
- Esfera a 1000 RPM
- Suspensión de diamante  $3\mu\text{m}$
- Tiempo de prueba: 15 minutos
- Magnificación 63 y 250x
- Cráter de 1mm aprox.
- Análisis en superficie



**Figura 4.24.** Esquema ilustrativo del método Calotester con las relaciones geométricas consideradas para la obtención del espesor del recubrimiento [13].

#### 4.4.6 Análisis de rugosidad y morfología.

Se realizaron estudios de la rugosidad de la superficie de los recubrimientos depositados mediante un perfilómetro modelo Hommel Tester T2000, Hommel Werke LV50E, Figura 4.8. La distancia determinada de medición fue de 4.8mm. Los perfiles obtenidos de la superficie y el valor del parámetro de rugosidad Ra en cada caso, se muestra en el Capítulo 5.

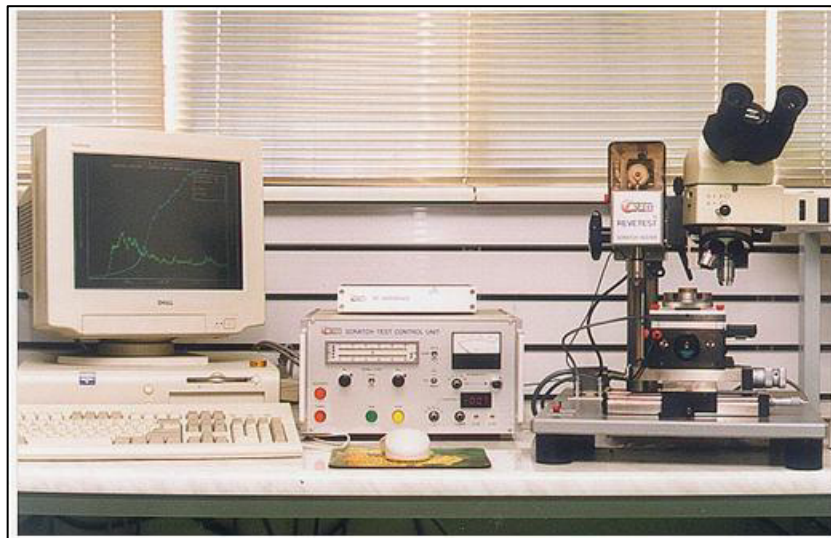
#### 4.4.7 Análisis de adhesión

Se realizaron pruebas de adhesión mediante el rayado superficial de los recubrimientos por medio del equipo Revetest CSEM, Figura 4.25. Dicho equipo posee un transductor sobre el brazo que produce la rayadura, el cual registra los cambios en la señal acústica y fuerza de fricción dependiendo del daño sobre el recubrimiento. El análisis de los cambios gráficos en la señal acústica AE y la fuerza de fricción Ft (fuerza tangencial), combinada con las observaciones (Neophot32, Figura 4.10) de los rastros microscópicos de la topografía del rayado ayudó a determinar los valores de las fuerzas normales que causan la destrucción de los recubrimientos (desgaste cohesivo y adhesivo). En esta prueba se analizan principalmente 3 etapas que son: Etapa 1 agrietamiento, Etapa 2 desprendimiento parcial y Etapa 3 remoción total del recubrimiento. La carga con la cual termina la tercer etapa es la que indica la resistencia

del recubrimiento. Estado de cambios en las formas de onda de la señal AE y la fuerza de fricción  $F_t$  junto con los valores designados de las cargas requeridas en cada etapa se muestran en el Capítulo 5.

A continuación se mencionan los parámetros utilizados en dicha prueba:

- Tipo de carga: Progresiva
- Carga inicial: 0.015N
- Carga final: 100- 150N
- AE nivel sensibilidad: 3
- Velocidad: 9.7mm/min
- Longitud de rayadura: 9.7-14.5mm



**Figura 4.25.** Equipo Revetest CSEM utilizado para realizaron pruebas de adhesión de los recubrimientos.

#### **4.4.8 Evaluación de resultados de material de investigación.**

Una vez optimizados los parametros de proceso, así como desarrollados y caracterizados los diferentes sistemas dúplex creados en muestras testigo (resultados mostrados en Capítulo 5 punto 5.4.7), se procedió a reproducir los mismos sistemas

sobre muestras con características dimensionales designadas para la evaluación de intensidad de fatiga térmica.

#### 4.5 Preparación de substratos designados para análisis de intensidad de fatiga térmica.

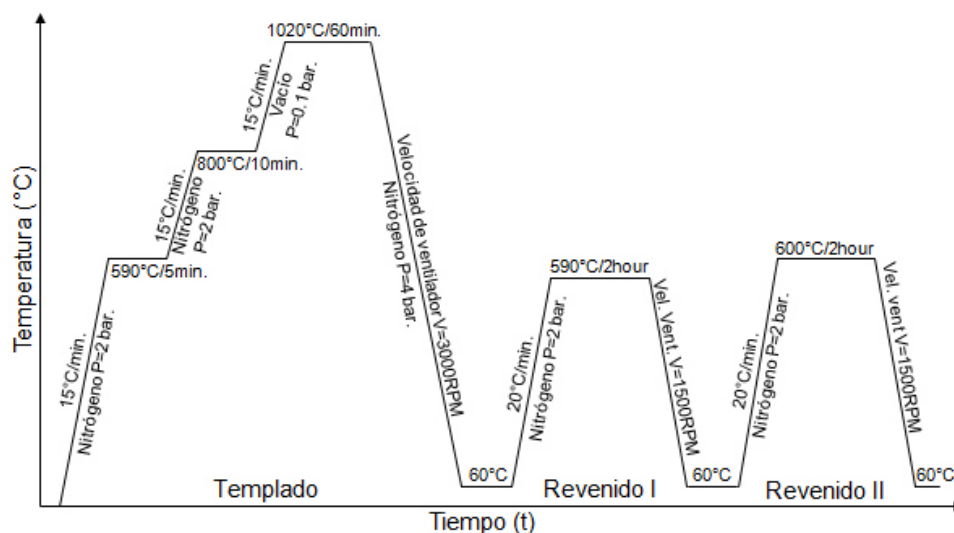
La preparación de las muestras designadas para la evaluación de la intensidad a la fatiga térmica fue la principal actividad de la cuarta etapa de este trabajo y se realizó bajo los mismos pasos descritos en la primer parte de este capítulo. El primer paso fue realizar el maquinado de las muestras de acuerdo al dibujo mostrado en la Figura 4.26. El material se recibió en barra redonda con un diámetro exterior de 50.8mm. Posteriormente la barra se seccionó en tramos de 120mm de largo, se rectificaron las caras de las muestras, se produjo un barreno central de 13mm de diámetro y se roscaron los extremos de acuerdo a las especificaciones de la MEFT (Máquina de Ensayos de Fatiga Térmica). Dichas muestras cuentan con estas dimensiones con la finalidad de facilitar, por su volumen, un gradiente de temperaturas a través de su sección transversal durante el calentamiento por inducción magnética.



**Figura 4.26.** Geometría y dimensiones en milímetros de muestras experimentales para fatiga térmica.

Una vez maquinadas las muestras se realizó el tratamiento térmico en un horno al vacío (Seco Warwick), Figura 4.2a, siguiendo los parámetros descritos en el diagrama de la Figura 4.27. Posteriormente se tomaron mediciones de dureza (Emco Test M4R 075), Figura 4.7, para identificar los valores medios después del tratamiento térmico. En el siguiente paso, se realizó un pulido superficial con el objetivo de lograr una rugosidad entre 1 y 2  $\mu\text{m}$ , la cual fue medida mediante el equipo perfilómetro (Hommel Werke

LV50E), Figura 4.8a, el estudio se realizó en una longitud transversal de 5mm. Como etapa final de preparación del sustrato se realizó un minucioso proceso de limpieza mediante el equipo UMO-50-1000, Figura 4.5. Dicho proceso se describe en el punto 4.2.5.



**Figure 4.27** Diagrama de parámetros del tratamiento térmico de austenizado y doble revenido realizado en las muestras para ensayos de fatiga térmica.

#### 4.6. Creación de sistemas dúplex en muestras experimentales designados para evaluación de intensidad de fatiga térmica.

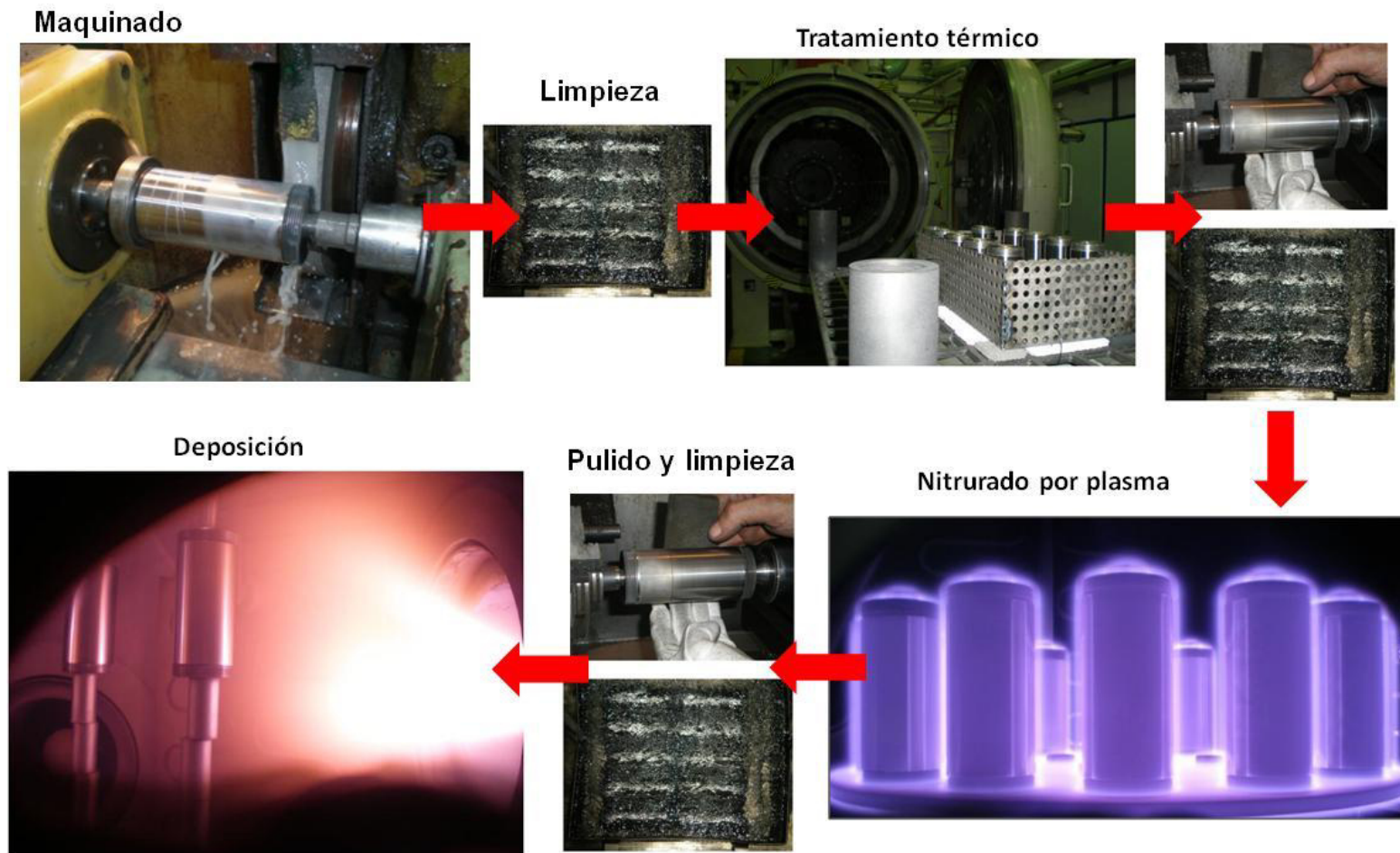
El proceso de tratamiento para creación de sistemas dúplex (nitruado + recubrimiento) fueron ejecutados para estos sustratos. Se depositaron los mismos tipos de recubrimientos después del proceso de nitruación y se crearon por el método de evaporación por arco (AE) en proceso discontinuo, se utilizó el equipo Standar 1, Figura 4.11. La Tabla 4.3 muestra los parámetros utilizados en cada proceso y el diagrama de fotografías de la Figura 4.28 muestra los pasos seguidos en el proceso desde el maquinado hasta la creación de los sistemas dúplex.

Una vez desarrollados los sistemas (Figura 4.29), se realizó una caracterización cubriendo básicamente los siguientes puntos: medición de espesores de capas individuales mediante el equipo Calotester y rugosidad superficial mediante el equipo Hommel Werke LV50E. Los resultados se muestran en el Capítulo 5, punto 5.5.

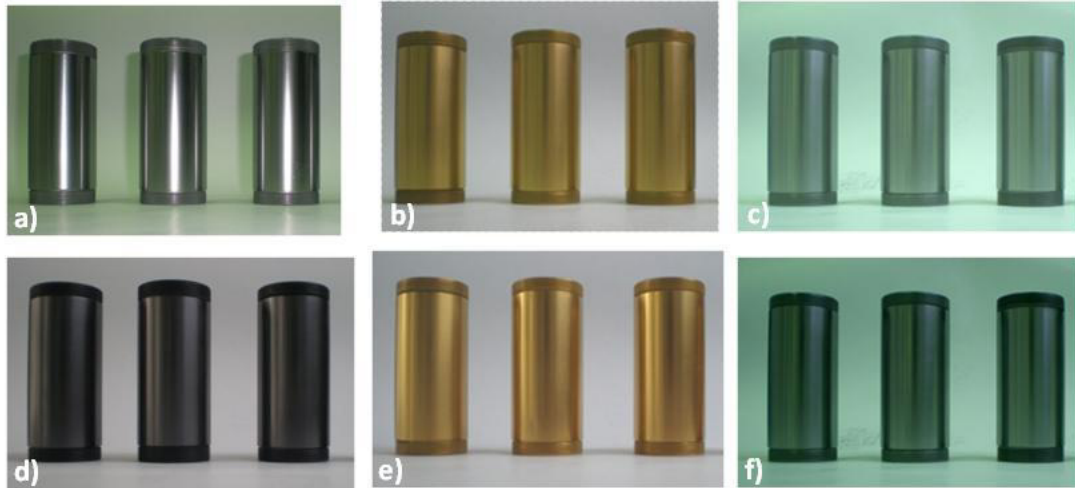
Tabla 4.3. Parámetros utilizados en la creación de los sistemas dúplex (proceso discontinuo)

No.	Etapas de proceso	Temperatura	Presión	Voltaje de sustrato	Corriente de sustrato	Corriente de blancos	Tiempo	Atmósfera
		T [°C]	p[mbar]	U <sub>BIAS</sub> [V]	I <sub>BIAS</sub> [A]	I <sub>z</sub> [A]	t [min.]	
1	Ataque y precalentamiento	200	5x10 <sup>-3</sup>	-350	2	1x80	15	Ar
	Calentamiento	200-520	2.5	300-800	18	X	60	Ar + H2
	Nitrurado (P=2.0)	520	4.3	-600	13	X	420	N2 + H2
2	Pulido superficial						5	
3	Limpieza química							
4	Ataque y precalentamiento	450	2x10 <sup>-5</sup>	-900	-	-	-	-
	Deposición CrN	250	3.5x10 <sup>-2</sup>	-200	3	4x80	150	N <sub>2</sub>
	Ataque y precalentamiento	450	2x10 <sup>-5</sup>	-900	-	-	-	-
	Deposición TiN	350	1.2x10 <sup>-2</sup>	-200	7	4x80	150	N <sub>2</sub>
	Ataque y precalentamiento	450	2x10 <sup>-5</sup>	-900	-	-	-	-
	Deposición TiAlN	400	4x10 <sup>-2</sup>	-300	1	6x60	45	N <sub>2</sub>
	Ataque y precalentamiento	450	2x10 <sup>-5</sup>	-900	-	-	-	-
	Deposición (Cr/CrN)x8	Cr =300	5x10 <sup>-3</sup>	-50	13.5	5x80	10x8	Ar
		CrN =330	3.5x10 <sup>-2</sup>	-200	3	5x80	15x8	N <sub>2</sub>
	Ataque y precalentamiento	450	2x10 <sup>-5</sup>	-900	-	-	-	-
	Deposición (CrN/TiN)x3	TiN = 250	1.2x10 <sup>-2</sup>	-200	4.5	2x80	22x3	N <sub>2</sub>
		CrN = 300	3.5x10 <sup>-2</sup>	-200	3	3x80	22x3	N <sub>2</sub>





**Figura 4.28.** Proceso de preparación de muestras con sistemas dúplex para evaluación de intensidad de fatiga térmica. El proceso inicia desde el maquinado de las muestras hasta la deposición del recubrimiento para formar las estructuras dúplex.



**Figura 4.29.** Fotografía de las muestras experimentales utilizadas: a)  $(\text{Cr}/\text{CrN})_{x8}$ , b)  $(\text{CrN}/\text{TiN})_{x3}$ , c) CrN, d) TiAlN, e) TiN, f) Nitrurada.

#### 4.7. Ejecución de pruebas de fatiga térmica en muestras experimentales.

##### 4.7.1. Equipo para el estudio de fatiga térmica.

Para esta etapa de investigación, se utilizó un banco de pruebas, diseñado y contruido para realizar ensayos de fatiga térmica a nivel laboratorio, dicho equipo se ubica en el area de investigación del Posgrado en Ingeniería de Materiales de la Facultad de Ingeniería Mecánica y Eléctrica, Universidad Autónoma de Nuevo León, Figura 4.30.



**Figura 4.30.** Vista periférica de Máquina para Ensayos de Fatiga Térmica.

A través de este banco de pruebas es posible simular el mecanismo de fatiga térmica gracias a que presenta los siguientes lineamientos básicos:

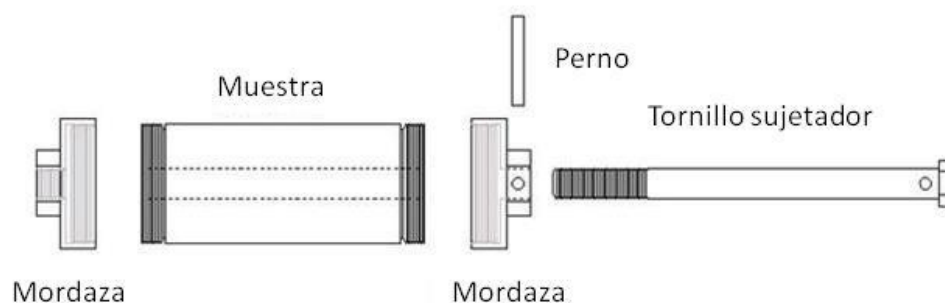
- Calentamiento rápido, controlado y superficial.
- Enfriamiento rápido, controlado y uniforme.
- Generación de gradientes de temperatura a través del cuerpo de la muestra de ensayo, principalmente en dirección radial.
- Aplicación de un marco de esfuerzos externo de tensión-compresión.
- Desplazamiento efectivo de la probeta.
- Dimensiones adecuadas para la probeta.
- Monitoreo de las variables experimentales.

Mediante estos lineamientos se producen las dos formas principales de generación de esfuerzos térmicos: por desplazamiento, donde la expansión o contracción del material es restringida por un marco de esfuerzos externo; y por deformación, la expansión o contracción del material es prevenida por el propio material circundante [14].

Los subsistemas que conforman a la Máquina de Ensayos de Fatiga Térmica (MEFT), se enlistan a continuación.

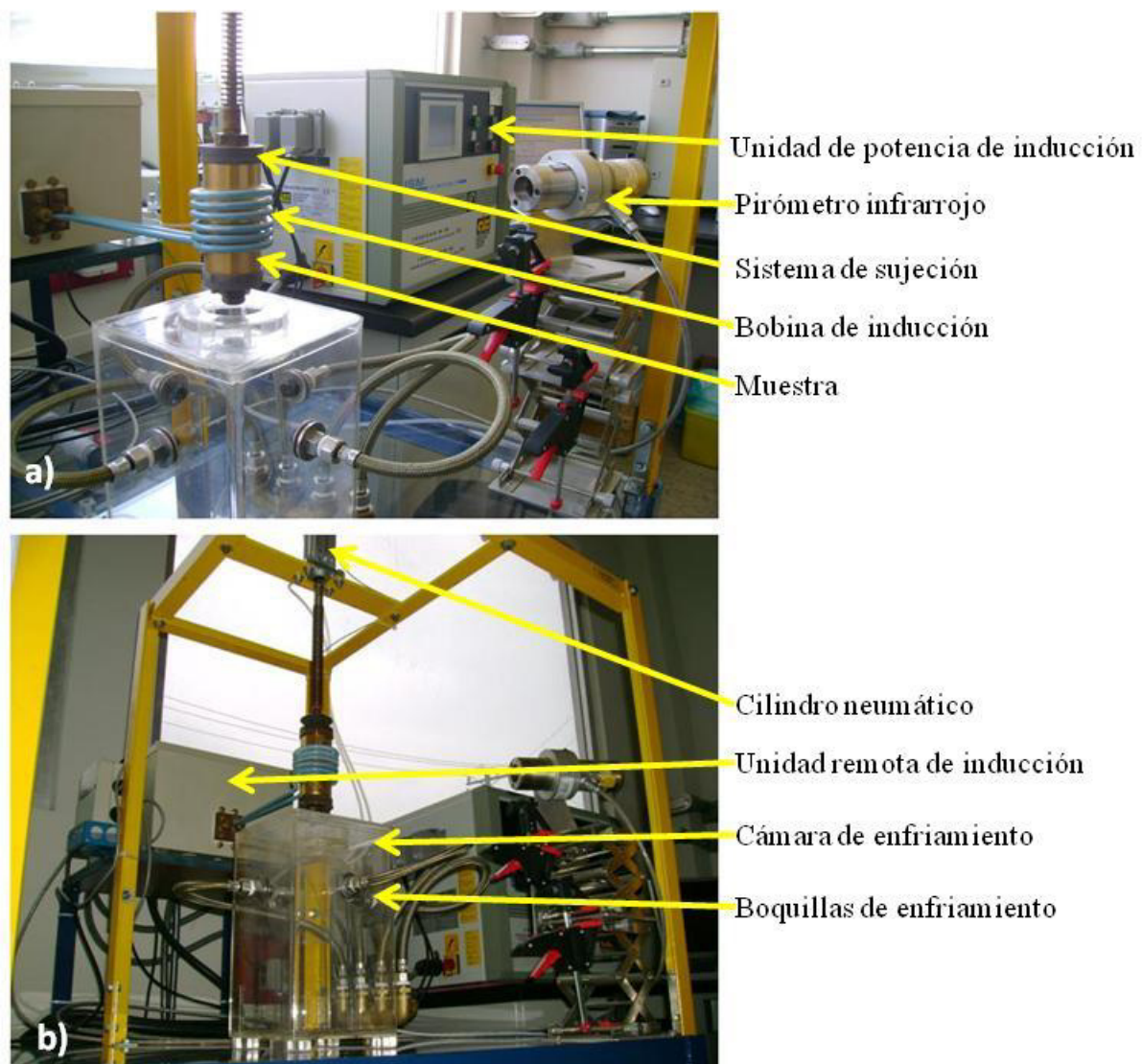
- Subsistema de sujeción.
- Subsistema de calentamiento.
- Subsistema de enfriamiento.
- Subsistema de desplazamiento neumático.
- Subsistema de medición de temperaturas.
- Subsistema de control y automatización.
- Subsistema de adquisición de datos.

En la Figura 4.31, se observa un esquema de la muestra con el sistema de sujeción o amordazamiento el cual tiene como objetivo generar esfuerzos inducidos por desplazamiento mediante la prevención de la expansión y contracción libres en la dirección longitudinal durante los ciclos térmicos. El sistema consiste de dos mordazas enroscadas en cada extremo de la muestra, un tornillo pasado por el centro el cual se enrosca a la tapa inferior y un perno para asegurar el apriete.

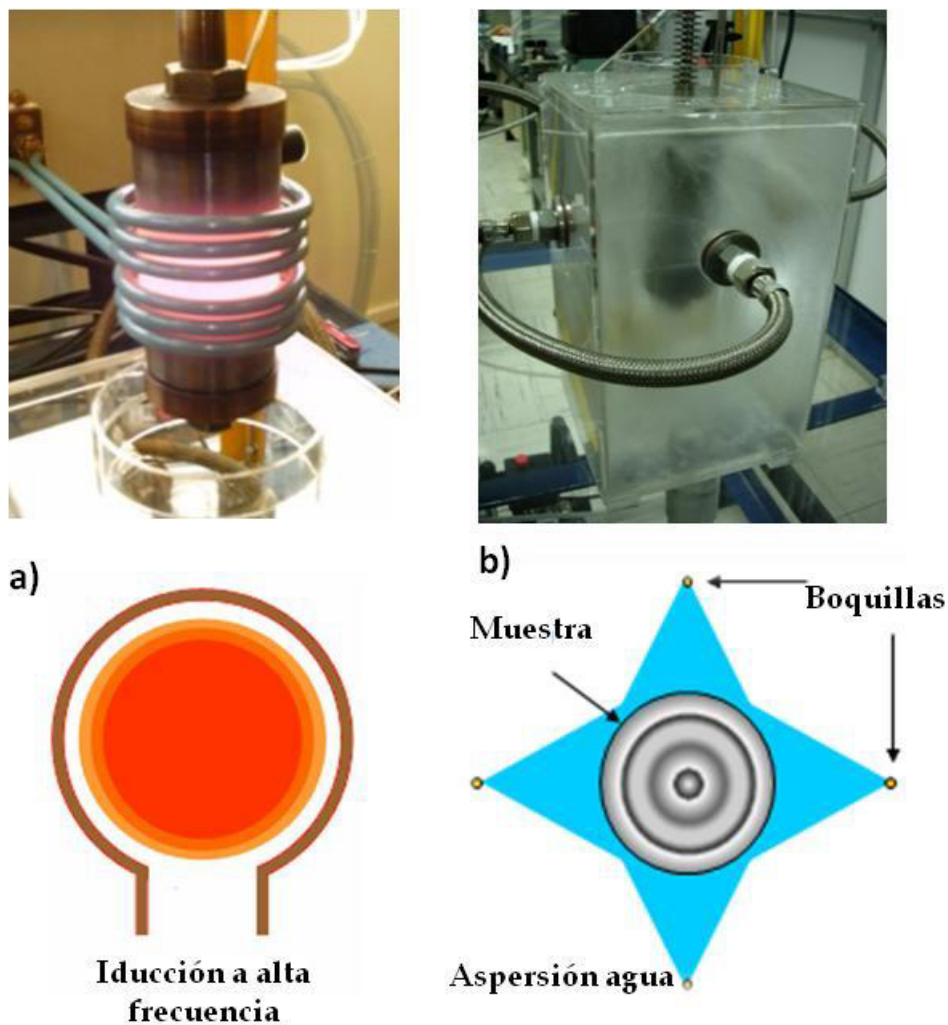


**Figura 4.31.** Esquema de muestra y subsistema de sujeción.

En la Figura 4.32 se observa la muestra con subsistema de sujeción montada en el banco de pruebas de fatiga térmica. La muestra amordazada se acopla al extremo del vástago de un pistón neumático. Cuando el pistón está retraído, el espécimen se encuentra en el interior de la bobina en donde se realiza la etapa de calentamiento (Figura 4.33a). En esta etapa el calentamiento se genera aplicando corriente alterna mediante alta frecuencia a través de una bobina para producir un campo magnético cubriendo solo áreas superficiales (“efecto piel”), Figura 4.33a. Al llegar a la temperatura de calentamiento designada, el pistón neumático se extiende y desplaza al espécimen hacia dentro de una cámara de enfriamiento en donde 4 boquillas aspersoras dispuestas simétricamente en cada una de las paredes de la cámara suministran agua a presión (temperatura ambiente) para enfriar súbitamente al espécimen de ensayo durante la etapa de enfriamiento (Figura 4.33b). Las condiciones de prueba (temperatura, tiempo y número de ciclos) se controlan a través de un subsistema de automatización, por lo que todas las operaciones durante los ensayos se realizan de forma automática. Los parámetros del equipo se muestran en la Tabla 4.4.



**Figura 4.32.** En las imágenes a) y b) se muestran los diferentes componentes del sistema de calentamiento y enfriamiento del banco de pruebas, así mismo se observa la muestra ubicada en el sistema de calentamiento.



**Figura 4.33** a) Etapa de calentamiento mostrando en la parte inferior su esquema de calentamiento superficial por acción de inducción a alta frecuencia. b) Etapa de enfriamiento mostrando su esquema de enfriamiento en vista superior.

**Tabla 4.4.** Parámetros de banco de pruebas para los ensayos de fatiga térmica.

Parámetros	Valor
Sistema de calentamiento por inducción	11-13.5 Kw, 120V, 75-80 KHz, 21- 24 Amperes.
Sistema de enfriamiento por flujo de agua	Temperatura ambiente, 4 boquillas, 60 litro/min, 3bars.
Medición de temperatura mediante pirómetro infrarrojo emisividad	0.85

#### 4.7.2 Condiciones de prueba para ensayos de fatiga térmica.

Los ensayos de fatiga térmica se llevaron a cabo a bajo las siguientes condiciones.

- Temperatura de calentamiento: 600°C.
- Tiempo para alcanzar temperatura de calentamiento: 13 segundos.
- Temperatura de enfriamiento: 100°C.
- Tiempo para alcanzar temperatura de enfriamiento: 10 segundos.
- Tiempo total de ciclo incluyendo movimiento de muestra: 30 segundos.
- Modalidad de prueba en restricción volumétrica (restricción de expansión y contracción).
- Número de ciclos: 500, 1000 y 2000.

La matriz experimental incluyó 5 sistemas dúplex (de los cuales 3 son monocapa y 2 son multicapa) y uno solo con superficie nitrurada para un total de 6 sistemas, para cada caso se realizaron pruebas en 3 etapas donde la etapa 1 fue a 500 ciclos, la etapa 2 a 1000 ciclos y etapa 3 a 2000 ciclos. Se consideró una muestra por etapa, dando un resultado de 18 muestras en total para esta parte de la investigación, la matriz experimental se resume en la Tabla 4.5.

<b>Tabla 4.5</b> Matriz experimental			
Muestra	Substrato	Recubrimiento	No. ciclos
1	Nitrurado	CrN	500
2	Nitrurado	Cr-CrN <sub>x8</sub>	
3	Nitrurado	CrN-TiN <sub>x3</sub>	
4	Nitrurado	TiN	
5	Nitrurado	TiAlN	
6	Nitrurado	S/R	
7	Nitrurado	CrN	1000
8	Nitrurado	Cr-CrN <sub>x8</sub>	
9	Nitrurado	CrN-TiN <sub>x3</sub>	
10	Nitrurado	TiN	
11	Nitrurado	TiAlN	
12	Nitrurado	S/R	
13	Nitrurado	CrN	2000
14	Nitrurado	Cr-CrN <sub>x8</sub>	
15	Nitrurado	CrN-TiN <sub>x3</sub>	
16	Nitrurado	TiN	
17	Nitrurado	TiAlN	
18	Nitrurado	S/R	

Los ensayos se realizaron de 500 a 1000 ciclos por día según la etapa de prueba, la Tabla 4.6 muestra el programa de pruebas por etapa y el total de días requeridos para ejecutar el total de los ensayos.

Tabla 4.6 Programa de ensayos por etapas				
Etapa	Ciclos/etapa	Ciclos/día	Días/etapa	Días para completar 6 sistemas por etapa
1	500	500	1	6
2	1000	500	1	12
		500	1	
3	2000	500	1	18
		500	1	
		1000	1	
Total de días por 6 sistemas en 3 etapas				36

#### 4.7.3 Pruebas previas a ensayos de fatiga térmica.

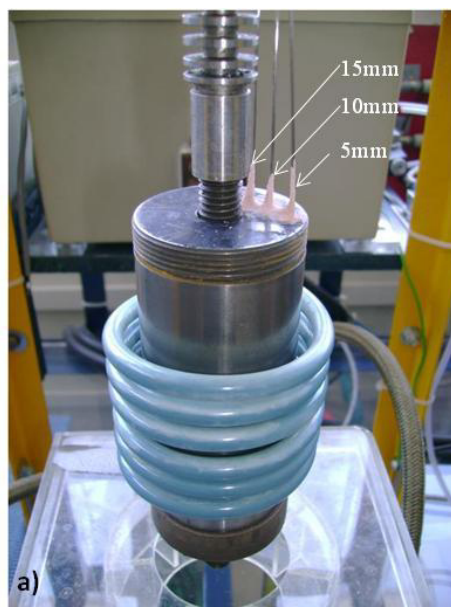
Previo a los ensayos, se corrieron pruebas para obtener historiales térmicos con la finalidad de conocer el perfil de temperaturas presente en la muestra. Se insertaron termopares en la parte superior de la muestra a través de unos barrenos que alcanzan una profundidad hasta centro de la muestra a una distancia de 5, 10 y 15 mm de la superficie de la misma, Figura 4.34. Para registrar la temperatura máxima en la superficie, se utilizó un pirómetro infrarrojo de dos colores tipo Modeline 5 - IRCON.

### 4.8 Evaluación de la intensidad de fatiga térmica en los diferentes sistemas dúplex creados en muestras experimentales.

#### 4.8.1 Análisis no destructivo.

Se realizó una inspección visual en cada sistema durante los primero 500 ciclos para identificar aproximadamente en que número de ciclo se manifestaban las primeras grietas y en que forma, Figura 4.35.





**Figura 4.34.** Muestra con termopares insertados.



**Figura 4.35.** a) Inspección visual de superficie de muestra durante los primeros ciclos térmicos. En las dos imágenes inferiores se observan, entre las espiras de la bobina, los indicios de las primeras grietas.

Al final de cada etapa (500, 1000 y 2000 ciclos según el caso) se realizó una limpieza superficial mediante el equipo de ultrasonido (Aquasonic 75T marca VWR Scientific Products). Se sumergió el espécimen en un vaso de precipitado de 800 ml con acetona y se colocó en el equipo de ultrasonido por un período de 15 minutos (Figura 4.36). Ya realizada la limpieza en cada etapa se realizó inspección superficial y se tomaron fotografías del desarrollo de la periferia.



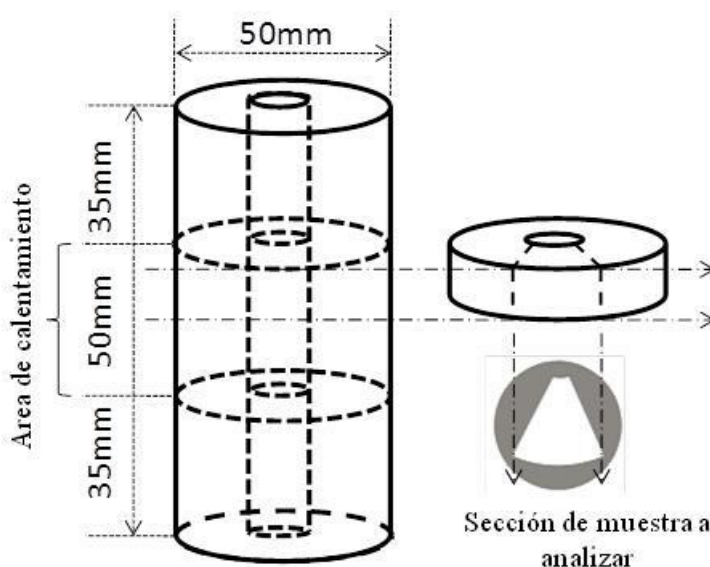
**Figura 4.36.** Equipo Aquasonic 75T marca VWR Scientific Products utilizado para limpieza superficial de muestras.

La etapa de ensayos de fatiga térmica y análisis no destructivo se realizó en el area de investigación del Posgrado en Ingeniería de Materiales de la Facultad de Ingeniería Mecánica y Eléctrica, Universidad Autónoma de Nuevo León. La siguiente etapa, análisis destructivo de las muestras de fatiga térmica, se realizó en el departamento de Ingeniería de Superficie del Instituto de Tecnologías Sostenibles en Radom Polonia.

## 4.8.2 Análisis destructivo

### 4.8.2.1 Preparación de muestras.

Una vez desarrollado el análisis no destructivo se procedió a seccionar las muestras mediante el método de corte con hilo o electroerosión, realizado de acuerdo al esquema que se muestra en la Figura 4.37. Dichas secciones de muestras se tomaron del área central expuesta a los ciclos térmicos con la finalidad de observar su sección transversal y analizar las grietas generadas por los ensayos de fatiga térmica.



**Figura 4.37.** Esquema de la preparación de las muestras para análisis de los sistemas zona nitrurada-recubrimiento PVD.

La preparación de las piezas cortadas consistió en montarlas en baquelita de retención de borde con el objetivo de evitar que el recubrimiento fuera cubierto al momento del montaje y dificultar el análisis. Posteriormente se realizó un proceso de pulido en tres pasos mediante un equipo Struers RotoPol-11 con cabezal de sujeción automático modelo Struers RotoForce-1 automática, Figura 4.4a. En el primer paso se utilizó lija 120 con agua. En el segundo paso se utilizó lija de  $9\mu\text{m}$  con suspensión de diamante de  $9\mu\text{m}$  y lubricante. En el último paso se utilizó lija de  $3\mu\text{m}$  con suspensión

de diamante de  $3\mu\text{m}$  y muy poco lubricante con la finalidad de incrementar la fricción de limpieza y retirar cualquier residuo de baquelita que se haya sobrepuesto al perfil del recubrimiento. Durante el pulido se les aplicó una carga de  $30\text{kN}$  durante aproximadamente 10 minutos a una velocidad de rotación de  $150\text{RPM}$ .

#### **4.8.2.2 Análisis de falla de perfil de recubrimiento-substrato.**

La longitud de arco superficial de análisis fue de  $20\text{mm}$  de acuerdo a la Figura 4.37 (sección de muestra a analizar) y se evaluó lo siguiente [15, 16]:

- Cantidad de grietas por tamaño,
- Cantidad total de grietas en una sección de la superficie,
- Profundidad promedio de grieta,
- Máxima profundidad de grieta.

Para este análisis, se observó la microestructura y seleccionaron áreas para tomar las micrografías correspondientes mediante el microscopio óptico (Neophot32), Figura 4.10.

#### **4.8.2.3 Análisis de micro-dureza.**

Se realizó un análisis de micro-durezas superficial con el durómetro Vickers modelo FV-7 FUTURE-TECH, Figura 4.15. Las pruebas se realizaron a diferentes distancias de la superficie de acuerdo a la Norma: PN-H-04550:1982 [9], así mismo tres mediciones fueron tomadas en cada punto de profundidad para obtener el valor promedio del perfil de durezas. Las distancias tomadas van desde  $0.03\text{mm}$  ( $30\mu\text{m}$ ) hasta  $0.4\text{mm}$  ( $400\mu\text{m}$ ) de la superficie. Para todos los ensayos se utilizó una carga de  $0.5\text{Kg}$  ( $4.9\text{N}$ ).

Como conclusión del presente Capítulo se mostró la descripción de la secuencia del procedimiento experimental utilizado para desarrollar, optimizar y caracterizar los diferentes sistemas tipo dúplex en sustratos de acero para trabajo en caliente AISI H13.

Así mismo se describieron los parámetros de las pruebas de fatiga térmica a realizar sobre los substratos con modificación superficial y como se evaluará la intensidad de dicho mecanismo presente en cada caso. Se desarrollaron seis diferentes sistemas (cinco mediante una combinación de tratamiento superficial de nitrurado + recubrimiento (sistemas dúplex) y uno solo con tratamiento superficial de nitrurado).

#### 4.9 Referencias

1. I. Barragán, Tesis de maestría, 2012, 50.
2. Uddeholm, Información técnica sobre aceros para utillajes, ORVAR® 2 Microdized Acero para herramientas de trabajo en caliente, 5
3. J. Smolik, Z. Słomka, D. Paćko, Report (2009), 5.
4. B. Navinsek, P. Panjan, I. Milosev, Industrial applications of CrN (PVD) coatings, deposited at high and low temperatures, Surface and Coatings Technology, 97 (1997), 182.
5. J. Smolik, M. Gulde, J. Walkowicz, J. Suchanek, Surface and Coatings Technology, 180-181 (2004) 506.
6. J. Smolik, Z. Słomka, D. Paćko, Maintenance Problems, 4 (2006) 91.
7. A. Mazurkiewicz: International Heat Treatment and Surface Engineering, Vol. 1, No. 3, (2007) 108-113.
8. J. Walkowicz, Surface and Coatings Technology, 174-175 (2003) 1211.
- 9 Norma PN-H-04550:1982, Polski Komitet Normalizacyjny, System Cyfrowej Cprezedazy Produktow I Usług
10. M. Cekada, P. Panjan, D. Kek-Merl, M. Panjan, G. Kapun, SEM study of defects in PVD hard coatings, Surface Engineering, Surface Instrumentation & Vacuum Techonolgy, 82 (2008), 252.
11. J. A. García, R. J. Rodríguez, R. Martínez, L. Carreras, F. Montalá y S. Bueno, Caracterización de tratamientos superficiales mediante espectrometría GDS. Centro de Ingeniería Avanzada de Superficies AIN, 31191 Cordovilla-Pamplona
12. R. Escobar, P. Chapon, C. Chmielinski, J. M. Albella, X Congreso Nacional de Materiales, Donostia - San Sebastián, (2008) 1.
13. [www.tribotechnic.com](http://www.tribotechnic.com)
14. Glenny E., B. Sc., F.I.M., "Thermal Fatigue", Metallurgical Reviews, Institute of Metals, London, 1961, Vol. 6, No. 24, pp 387-399.
15. D. Ugues, M. Rosso, M. Albertinazzi, F. Raimondi, A. Silipigni, Metallurgical Science and Technology 22-32.

16. M. Pellizzari, A. Molinari and G. Straffelini, *Surface and Coating Technology*, 142-144 (2001) 1109-1115.

## CAPÍTULO 5

# RESULTADOS Y DISCUSIÓN

### 5.1 Introducción.

El primer objetivo de este Capítulo tiene como finalidad presentar los resultados de la secuencia del procedimiento experimental utilizado para desarrollar, optimizar y caracterizar el tratamiento de modificación superficial tipo dúplex en substratos de acero para trabajo en caliente AISI H13. Como segundo objetivo se muestran los resultados y evaluación a la intensidad del mecanismo de fatiga térmica sobre las estructuras modificadas. Seis diferentes sistemas (cinco mediante una combinación de tratamiento superficial de nitrurado + recubrimiento (sistemas dúplex) y uno solo con tratamiento superficial de nitrurado) se analizaron en base a la intensidad de grietas observados después de estar sometidos a ciclos térmicos. El comportamiento de la capa de difusión (nitrurado), recubrimiento mono- y multicapas sobre la intensidad de agrietamiento térmico se discutieron de acuerdo a la densidad de grietas y propagación de grietas en profundidad después de tres etapas de prueba (500, 1000 y 2000 ciclos).



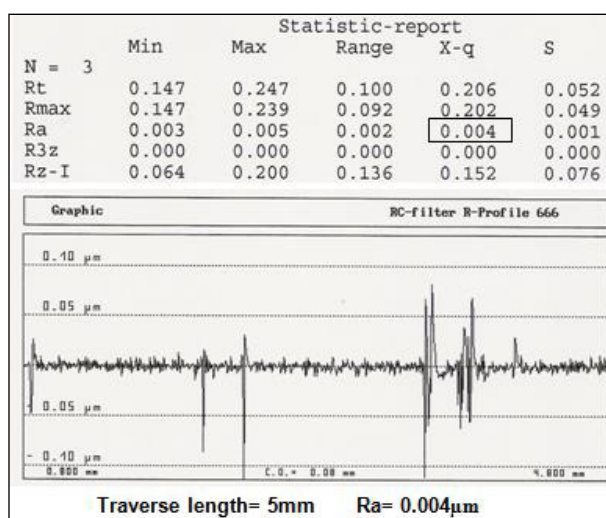
## 5.2 Resultados de análisis en muestras testigo designadas para material de investigación.

### 5.2.1 Tratamiento térmico y ensayos de dureza.

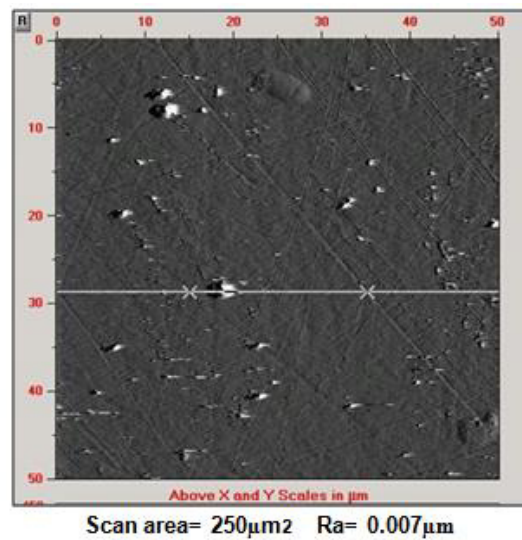
Después de la etapa de tratamiento térmico (templado más doble revenido) se realizaron mediciones de dureza en todos los especímenes, obteniéndose un valor promedio de 47 HRC.

### 5.2.2 Preparación de superficie y análisis de rugosidad y morfología.

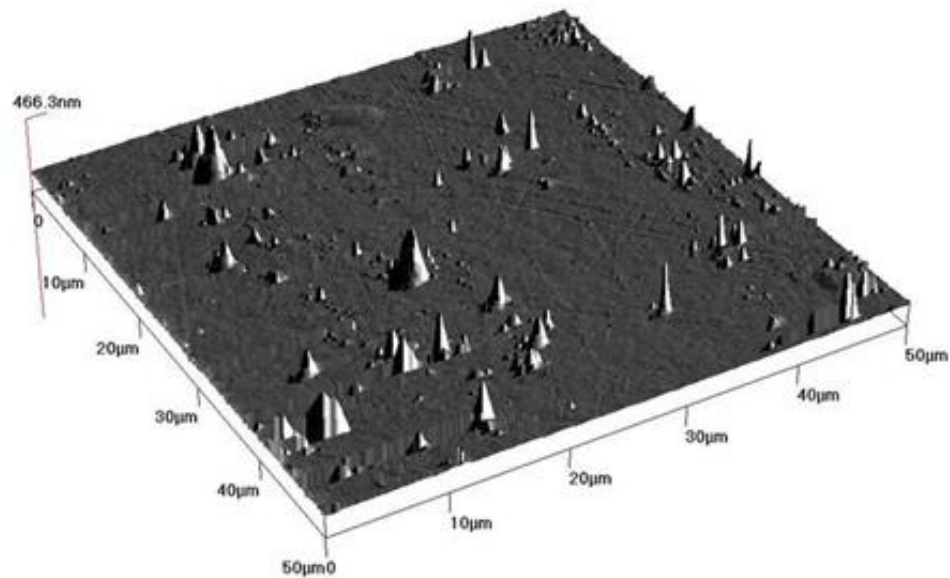
Estas pruebas se realizaron con el propósito de comparar y obtener los valores de rugosidad superficial antes y después del proceso de nitrurado. Las Figura 5.1 y 5.2 muestran los resultados obtenidos de las pruebas realizadas mediante el perfilómetro y microscópico de Fuerza Atómica respectivamente sobre la superficie de los especímenes después del proceso de pulido en acabado espejo. Para las pruebas con el perfilómetro, el estudio se realizó en una longitud transversal de 5mm y se obtuvo una rugosidad promedio de  $Ra=0.004\mu m$ , Figura 5.1. El análisis con la técnica de microscopia de fuerza atómica se llevó a cabo en un área de  $250\mu m^2$ , en la cual se obtuvo una rugosidad promedio de  $Ra=0.007$ , Figura 5.2a. Además con esta última técnica fue posible conocer la morfología superficial de las muestras ya mencionadas, Figura 5.2b.



**Figura 5.1.** Resultados de rugosidad obtenidos en la superficie de los especímenes experimentales después del tratamiento térmico y pulido. Se señala, mediante un recuadro, el valor de rugosidad promedio (Ra).



a)

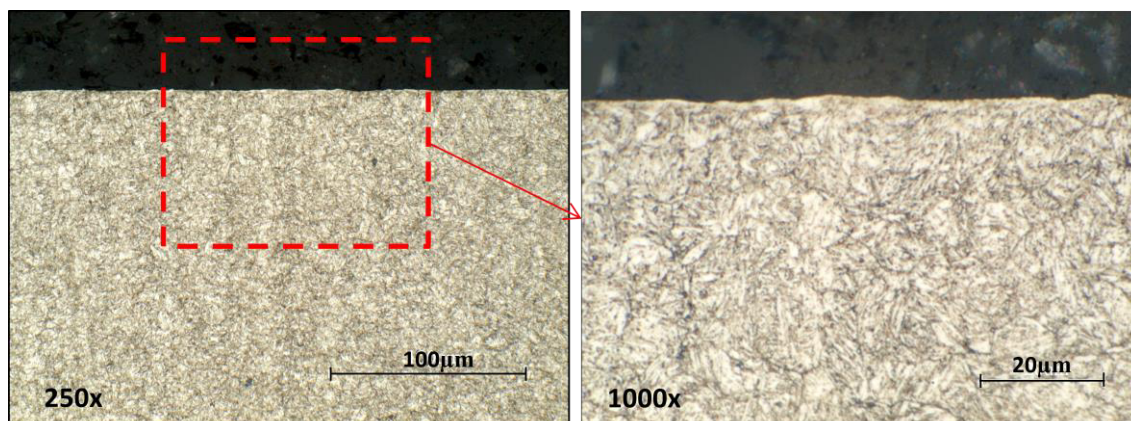


b)

**Figura 5.2.** Resultados de a) morfología y b) rugosidad obtenida por la técnica MFA en las muestras experimentales después del tratamiento térmico y pulido.

### 5.2.3 Análisis de microestructura.

Se seleccionó un espécimen solo con el tratamiento térmico (templado más doble revenido) con la finalidad de analizar la microestructura antes del proceso de nitrurado. Se observa una microestructura con martensita revenida sin austenita retenida, Figura 5.3.



**Figura 5.3.** En la imagen izquierda se muestra una micrografía de la microestructura del acero H13 a una magnificación de 250x, mientras en la imagen derecha a 1000x.

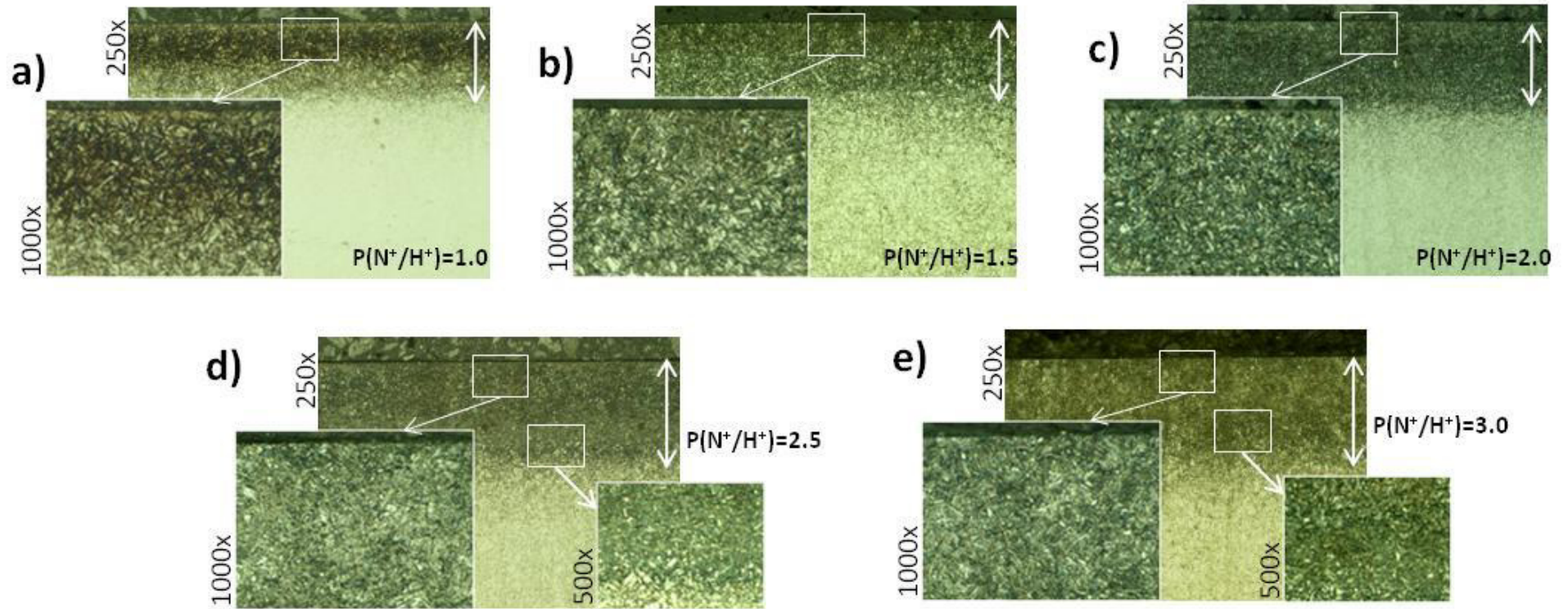
### **5.3 Resultados en optimización y ajuste de los parámetros del procesos de nitrurado por plasma y análisis en material de investigación.**

#### **5.3.1 Proceso de nitrurado**

Como parte de la optimización y el ajuste de los parámetros del proceso de nitrurado para el acero H13, se encontró que después de realizar el proceso bajo cinco diferentes porcentaje de nitrógeno, de 4 a 15% (representadas por  $P= 1.0, 1.5, 2.0, 2.5, 3.0$ ), la relación requerida de Nitrógeno-Hidrógeno ( $N_2/H_2$ ), llamado potencial de nitrurado ( $P$ ), fue la representada como  $P=2.0$ . Los resultado del análisis del perfil de dureza, profundidad de difusión, capa compuesta (capa blanca) y nitruros de hierro en la zona de difusión se muestran a continuación.

#### **5.3.2 Análisis de microestructura.**

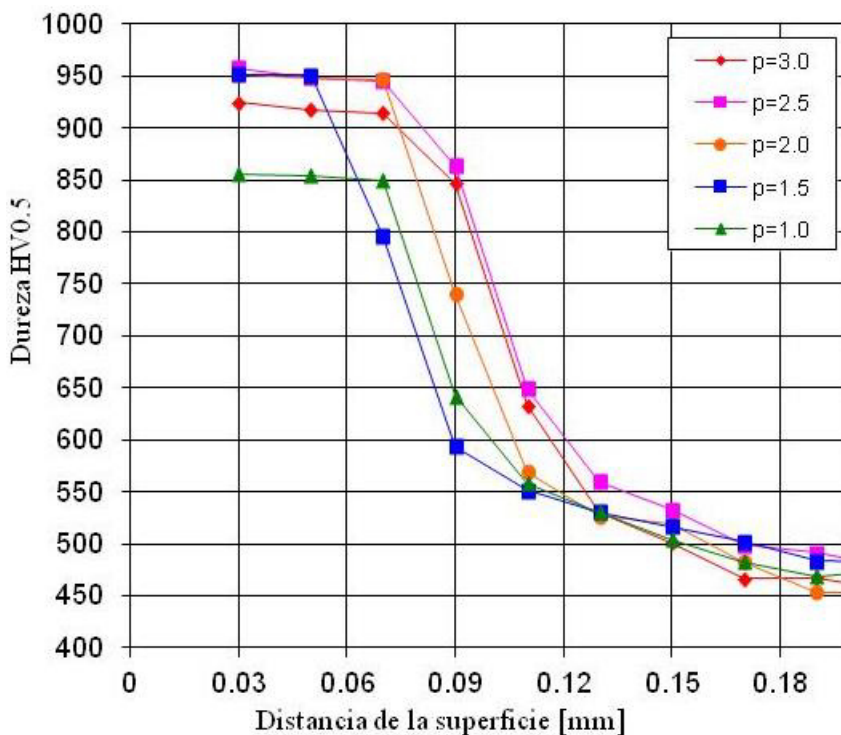
En la Figura 5.4 se muestran las micrográficas de los resultados obtenidos en la superficie de las muestras experimentales. El estudio metalográfico de la estructura de las zonas nitruradas obtenidos por los parámetros del proceso mencionados en la Figura 4.14, donde se analizó la profundidad de difusión, concentración de nitruros de hierro y la capa compuesta (capa blanca), en general no reveló la presencia de nitruros de hierro y red de nitruros en bordes de grano en la zona superficial (Figura 5.4). La presencia de la capa de  $Fe_{2-3}N$  (capa blanca) sobre la superficie y la red nitruros  $Fe_4N$  en los límites de grano se encuentra sólo en la microestructura de la capa nitrurada producida en el índice más alto de potencial de nitrurado  $p(N+/ H+) = 3.0$ .



**Figura 5.4.** Micrografías a 250x, 500x y 1000x de la estructura y espesor de la zona de difusión obtenidos en el proceso de nitruración para cada potencial de nitrurado: a)1.0, b)1.5, c)2.0, d)2.5, e)3.0.

### 5.3.3 Análisis de microdureza.

Se graficaron los valores de microdureza en función de la profundidad (Figura 5.5) con la finalidad de comparar los resultados del perfil de durezas en las muestras nitruradas a diferentes potenciales. Se obtuvieron los valores de dureza Rockwell en los mismos puntos de medición tomados, esto debido a que el equipo tiene la versatilidad para convertir los valores de Vickers a Rockwell.



**Figura 5.5.** Perfil de durezas (HV<sub>0.5</sub>) para el acero H13 ORVAR 2M después de los cinco procesos de nitrurado.

El análisis demostró que la capa nitrurada obtenida en función de la composición de la atmósfera de nitruración se caracterizó por una distribución diferente de dureza, con una zona de difusión que van hasta los 0.12mm (Figura 5.5). Por lo tanto de acuerdo a los resultados obtenidos, se determinó que la capa nitrurada a través del espectro de intensidad de señal  $P(N+/H+)=2.0$  (potencial de nitrurado) fue el óptimo. La capa resultante se caracteriza por la presencia de una estructura con baja concentración de nitruros de hierro en bordes de grano y sin capa blanca en la superficie, además presenta una dureza alta ( $960 \pm 20HV_{0.5}$ ) con una profundidad de difusión  $\geq 100\mu m$ . Este valor

seleccionado corresponde a una relación de nitrógeno-hidrógeno aproximada a 10% - 90% respectivamente, como se muestra en la Figura 4.12.

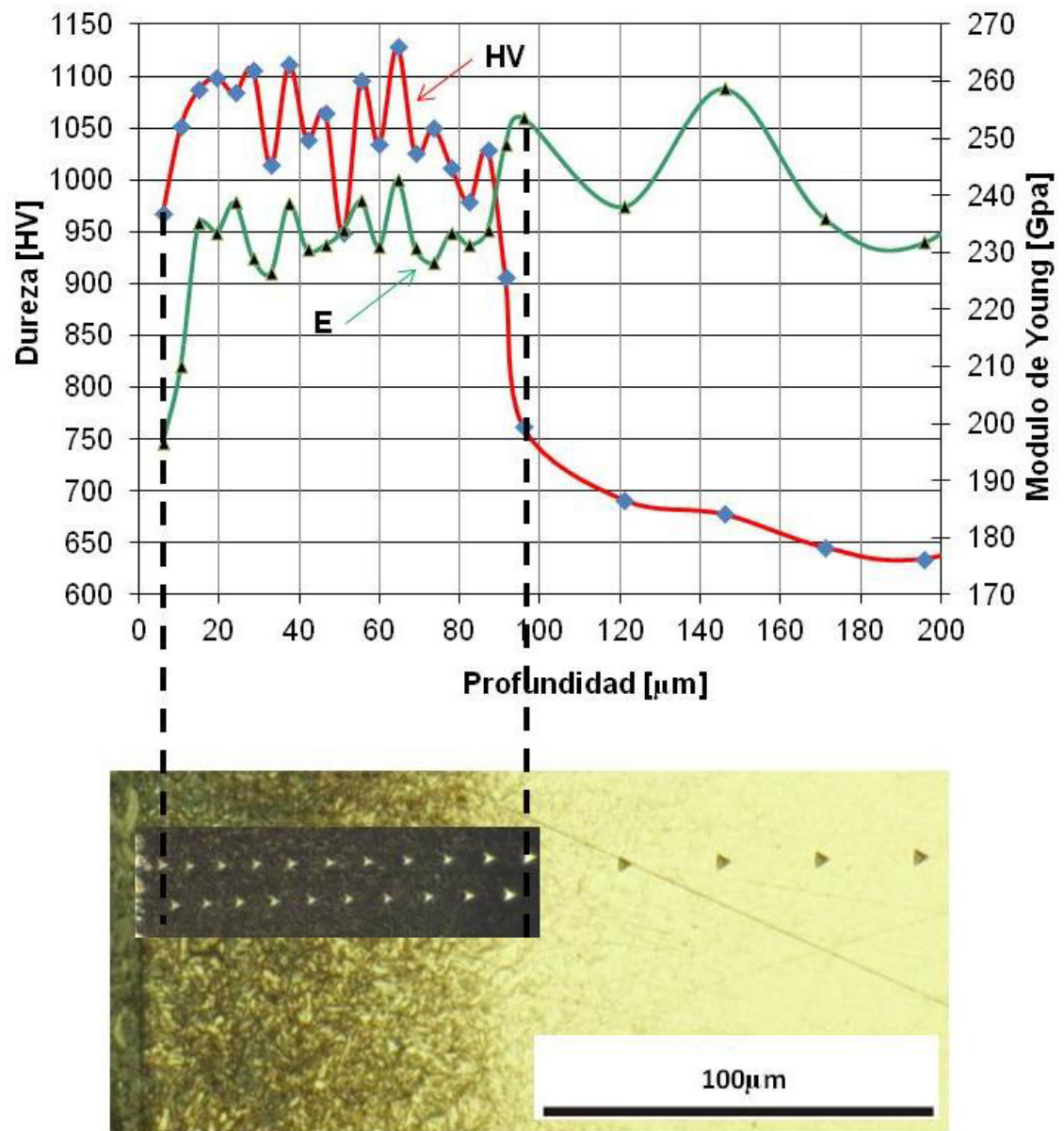
Los siguientes resultados (NHT, GDOES, rugosidad y morfología) que se presentan sólo se obtuvieron en muestras con el potencial de nitrurado seleccionado en este punto (P=2.0).

#### **5.3.4 Análisis de nanodureza.**

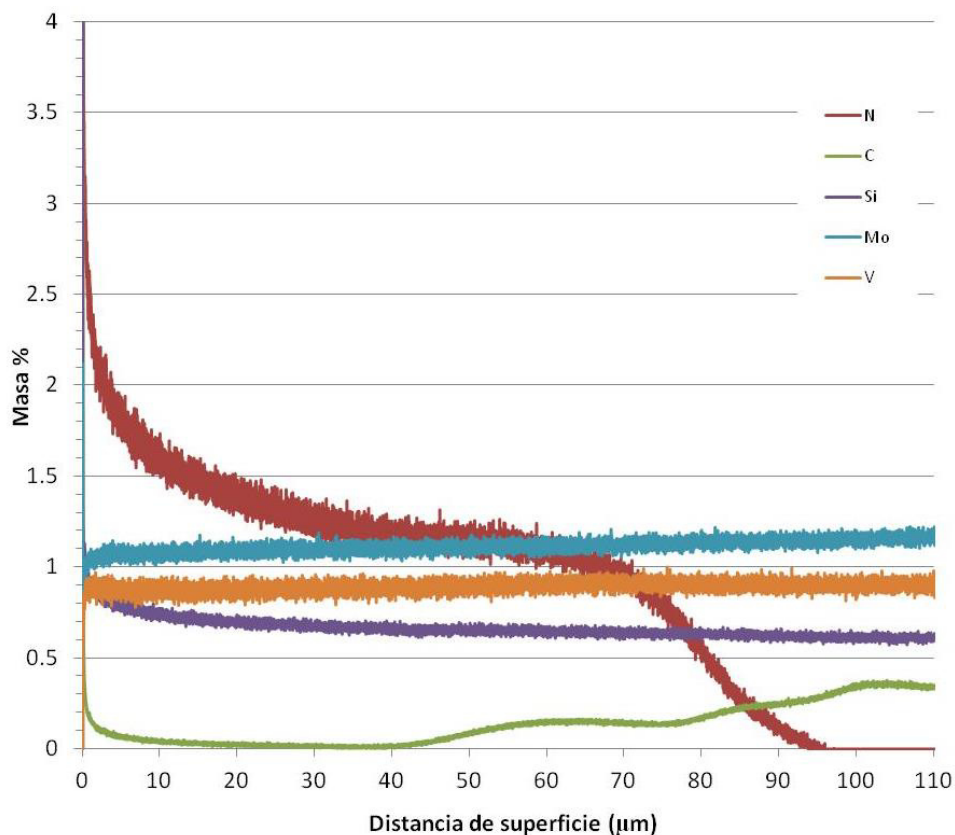
La grafica de la Figura 5.6 muestra los valores obtenidos sobre el perfil de la zona de difusión-substrato. Aquí se grafica la dureza (HV) y el módulo de Young en función de la profundidad. Es importante mencionar que los ensayos se realizaron con un durómetro modelo NHT CSEM CH 2007, a través del cual es posible obtener los valores del módulo de Young en los mismos puntos de lectura de dureza. En la parte inferior de la gráfica (Figura 5.6) se muestra una micrografía señalando las huellas de las indentaciones hechas, se empataron de forma aproximada los valores de distancia de la gráfica y micrografía para mostrar los valores del perfil de dureza y módulo de Young con respecto a la profundidad. Como resultado se confirma la profundidad de difusión y el perfil de dureza de una forma definida.

#### **5.3.5 Análisis químico.**

La Figura 5.7 muestra la gráfica de los resultados de composición química con análisis cualitativo y cuantitativo de los elementos presentes en la superficie mediante la técnica de espectroscopía (espectrometría) de emisión óptica por descarga luminiscente o GDOES (por sus siglas en ingles). De entre los diferentes elementos, se muestra en rojo el contenido de nitrógeno presente en la capa de difusión y como se reduce en función de la profundidad. De nuevo se confirma la profundidad de la zona de difusión en aproximadamente 100  $\mu\text{m}$ .



**Figura 5.6.** Se muestra la gráfica con los valores del perfil de dureza y módulo de Young en función de la profundidad. La micrografía bajo la gráfica muestra la distribución de las huellas en el perfil de la capa nitrurada y sustrato.



**Figura 5.7.** Resultado del análisis químico por espectrometría en la superficie de la muestra después del proceso de nitrurado (P=2.0).

### 5.3.6 Análisis de rugosidad.

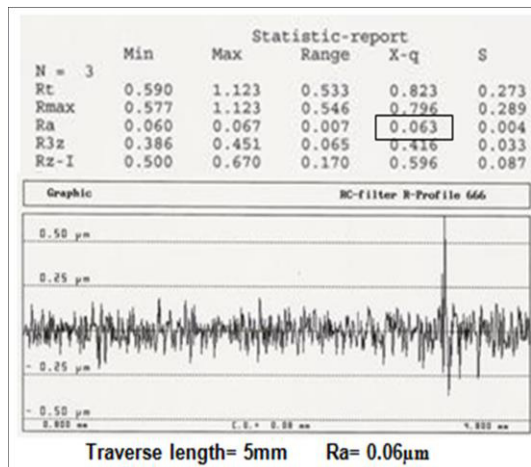
Los resultados de los análisis realizados mediante el perfilómetro y el microscopio de fuerza atómica (MFA) sobre los cambios en la rugosidad y morfología superficial de las muestras después del proceso de nitrurado se muestran en las Figura 5.8a y 5.9a respectivamente. La rugosidad promedio obtenida por la medición del perfilómetro fue de  $R_a=0.06\mu\text{m}$  y de  $0.2\mu\text{m}$  por MFA. Los valores obtenidos, aunque diferentes, reflejan un incremento en la rugosidad promedio  $R_a$  de la superficie de las muestras después del proceso de nitrurado. Esto es debido al ataque iónico que se realiza como una limpieza en la etapa inicial del mencionado proceso. Dicho ataque es un bombardeo de iones que erosiona, a escala de micrómetros, la superficie de las muestras. Es de suma importancia realizar esta etapa como parte del proceso de nitrurado ya que



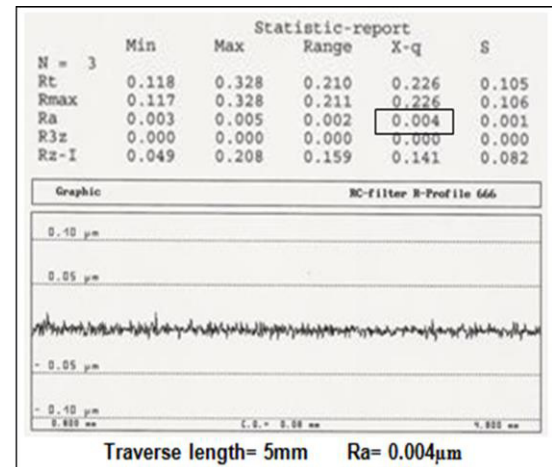
cualquier suciedad o impureza puede generar descargas repentinas por acción de corrientes, baja presión y alto vacío en la atmósfera de trabajo.

Por otro lado, respecto a la diferencia en los valores  $R_a$  entre una técnica y otra es debido a la sensibilidad del transductor que realiza la medición y el área analizada entre una técnica y la otra, ya que en una la medición es en forma longitudinal a una distancia de  $5000\mu\text{m}$  (5mm) mientras que la otra lo hace en forma de barrido en una área de  $250\mu\text{m}^2$ .

El siguiente paso fue pulir ligeramente la superficie de las muestras con la finalidad de reducir la rugosidad producida por el nitrurado. Las Figura 5.8b y 5.9b muestran los resultados de los análisis hechos por las técnicas ya mencionadas sobre las superficies nitruradas ya pulidas. La rugosidad promedio obtenida por la medición del perfilómetro fue de  $R_a=0.004\mu\text{m}$  y de  $0.005\mu\text{m}$  por MFA. Los valores obtenidos por ambas técnicas fueron similares entre sí y guardaron relación con los valores obtenidos antes del proceso de nitrurado. De acuerdo a la experiencia de trabajo del equipo del instituto (ITeE) donde se realizaron las modificaciones superficiales, recomiendan que entre menor sea la rugosidad en una superficie se incrementa la adhesión del recubrimiento aplicado [1].

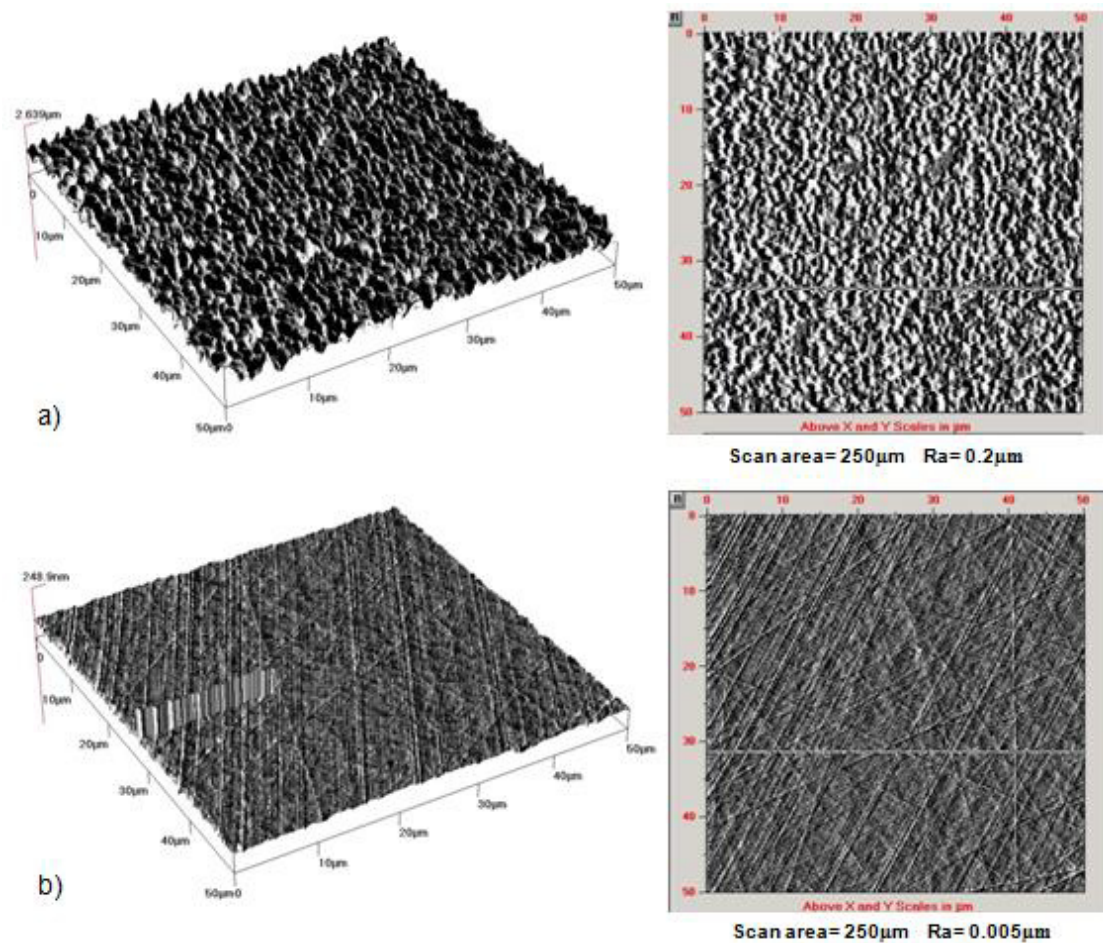


a)



b)

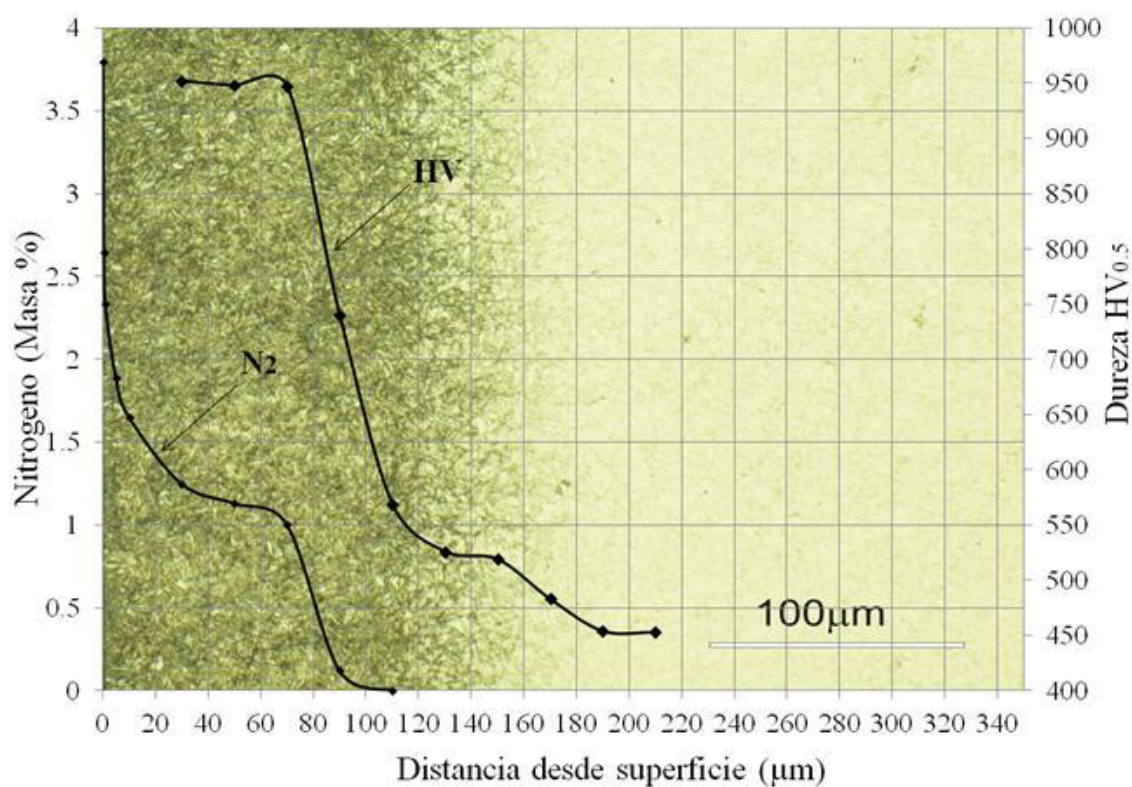
**Figura 5.8.** a) Rugosidad de la superficie nitrurada obtenida por medio del perfilómetro, b) rugosidad de la misma superficie nitrurada después del pulido.



**Figura 5.9.** Rugosidad y morfología superficial por la técnica de MFA, a) superficie nitrurada y b) la misma superficie nitrurada después del pulido.

### 5.3.7 Relación de resultados en superficie nitrurada.

Con la finalidad de observar la relación de los resultados más sobresalientes del estudio de la zona nitrurada, se construyó un esquema aproximado con los resultados del análisis metalográfico de profundidad de difusión, perfil de durezas y contenido de nitrógeno. La gráfica de la Figura 5.10 muestra la relación entre el perfil de durezas y contenido de nitrógeno en función de la profundidad presente en la superficie de las muestras con un potencial de nitrurado de  $P(N+/H+)=2.0$ .



**Figura 5.10.** Valores del perfil de durezas y contenido de nitrógeno en función de la profundidad presente en la superficie de las muestras nitruradas con un potencial de  $P(N+/H+)=2.0$ .

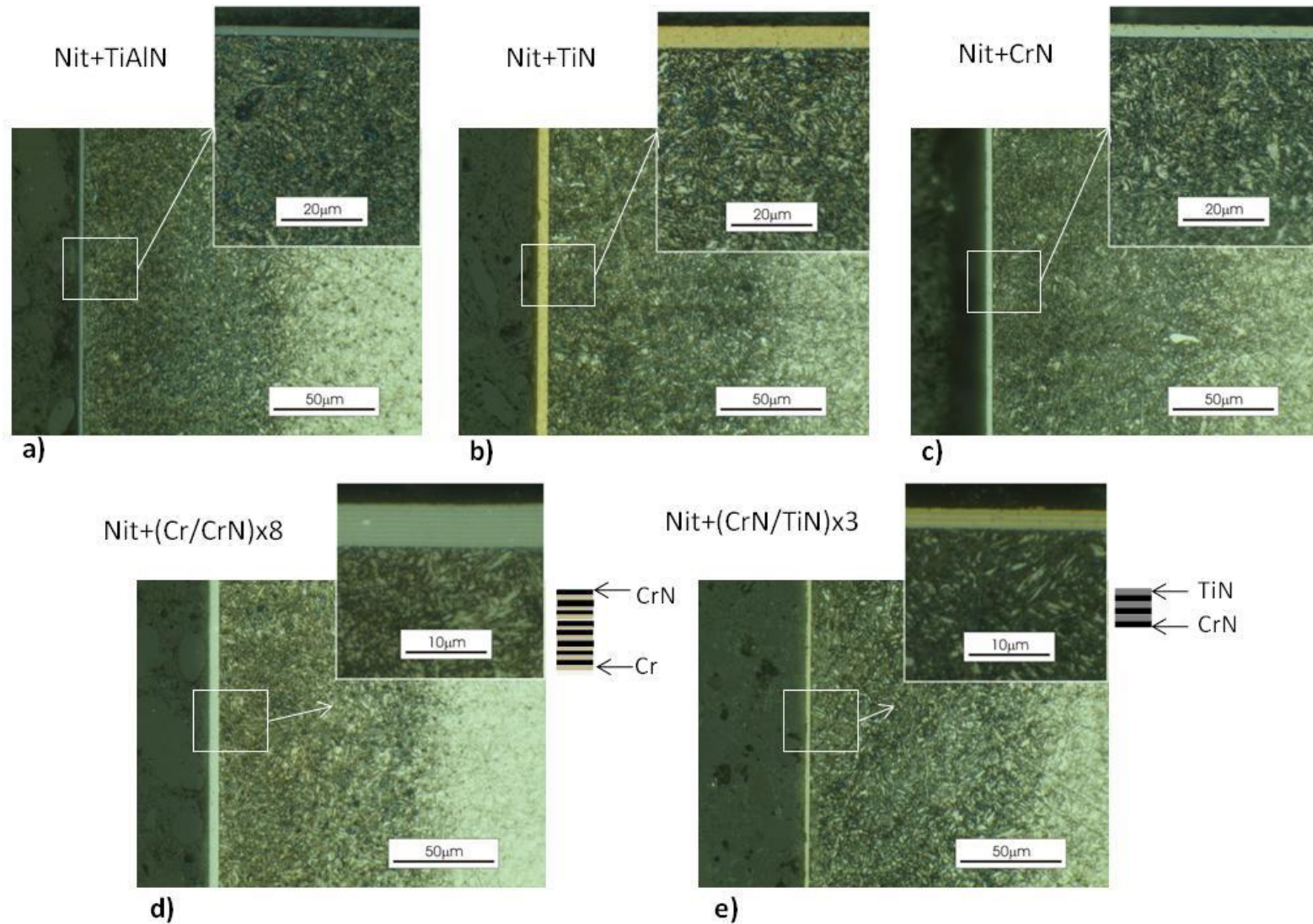
## **5.4. Resultados de aplicación de recubrimientos sobre sustratos nitrurados (creación de sistemas dúplex mediante la técnica PVD) y análisis en material de investigación.**

### **5.4.1 Tratamiento superficial tipo dúplex.**

En esta tercer etapa se presentan los resultados del análisis del material de investigación con modificación superficial tipo dúplex (nitrurado + recubrimientos). Los sistemas dúplex estudiados son 5, de los cuales 3 son monocapa (TiN, TiAlN, CrN) y 2 multi-capa ((Cr/CrN)<sub>x8</sub>, (CrN/TiN)<sub>x3</sub>), los cuales se aplicaron en los sustratos nitrurados de acero H13.

### **5.4.2 Análisis de microestructura en sistemas dúplex.**

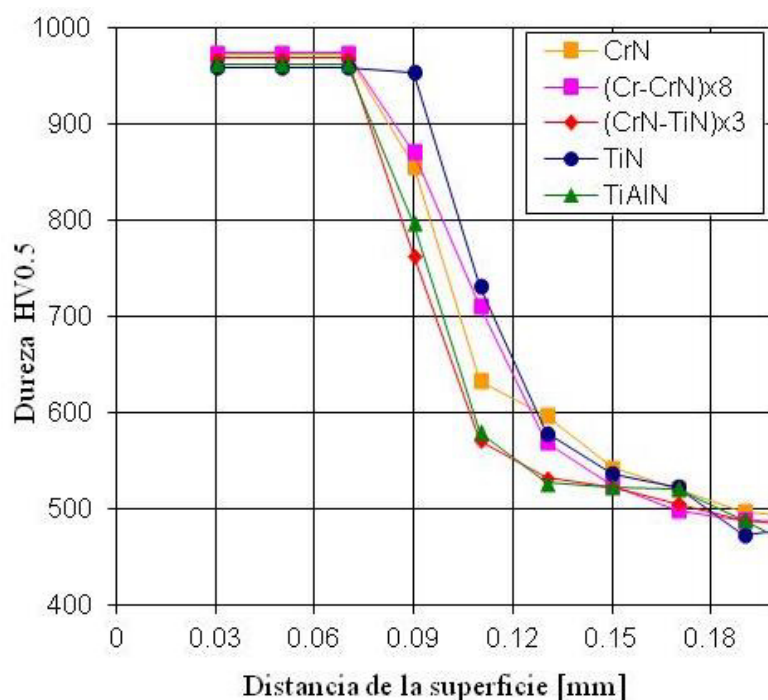
La Figura 5.11 muestra imágenes de las micrográficas tomadas mediante microscopía óptica (equipo Neophot32). Para el caso de los sistemas monocapa recubiertos con TiAlN, TiN, CrN (Figura 5.11a, b y c), las micrográficas fueron tomadas a magnificación de 500 y 1000x. Los sistemas multicapa con (Cr/CrN)<sub>x8</sub>, (CrN/TiN)<sub>x3</sub> (Figura 5.11d y e) se tomaron a 500 y 2000x con la finalidad de mostrar a detalle las capas que conforman al recubrimiento. En este análisis se observa una zona de difusión muy similar entre los diferentes sistemas, así como recubrimientos estructuralmente uniformes y continuos. En los sistemas con recubrimiento de (Cr/CrN)<sub>x8</sub> y (CrN/TiN)<sub>x3</sub> es posible observar a una magnificación de 2000x cada una de las capas que conforman el complejo de cada recubrimiento.



**Figura 5.11.** Micrografías de las muestras experimentales con modificación superficial tipo dúplex: a) Nit+TiAlN, b) Nit+TiN, c) Nit+CrN, d) Nit+(Cr/CrN)<sub>x8</sub>, e) Nit+(CrN/TiN)<sub>x3</sub>. Las micrografías a, b y c se tomaron a magnificación de 500 y 1000x, mientras que d y e se tomaron a 500 y 2000x.

### 5.4.3 Análisis de microdureza

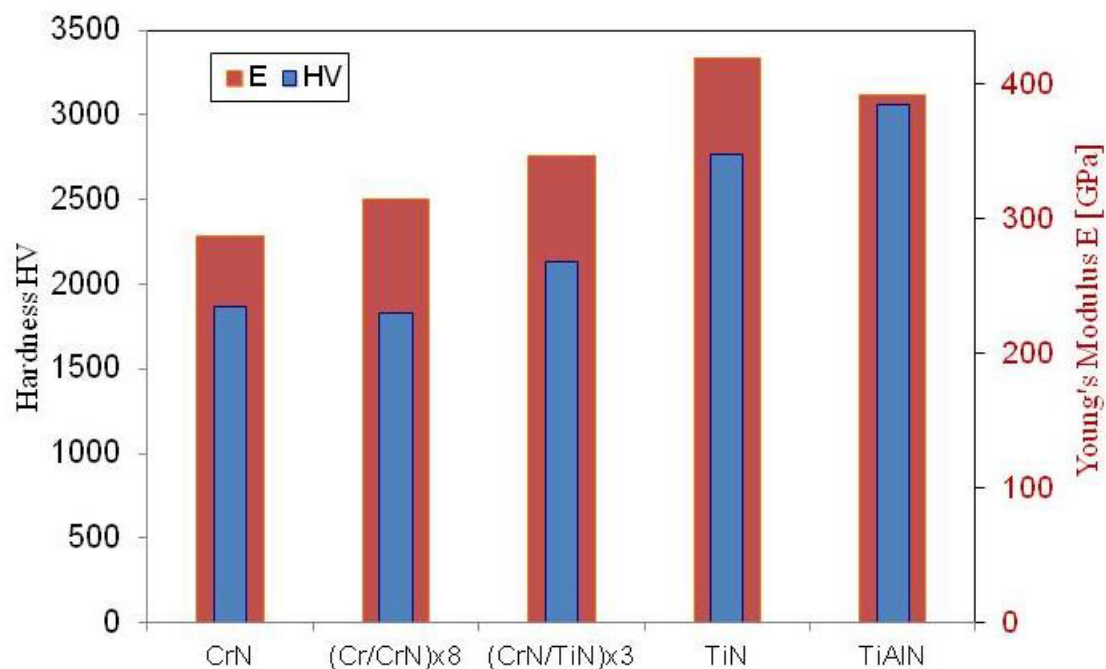
La Figura 5.12 muestra los resultados de los perfiles de dureza de los substratos nitrurados de cada sistema dúplex creado. Dentro del rango de 0.030mm (30 $\mu$ m) de la superficie hasta 0.180mm (180 $\mu$ m) de profundidad en la zona de difusión, se muestran valores similares de perfiles de dureza entre los diferentes sistemas considerados. Así mismo, la zona de difusión o zona nitrurada se mantiene por encima del valor requerido de dureza (900HV, (67HRC)) hasta aproximadamente 0.09mm (90 $\mu$ m) de profundidad. Con excepción del sistema recubierto por TiN, que se mantiene con 950HV (68HRC) hasta los 0.09mm (90 $\mu$ m). A partir de 0.09mm (90 $\mu$ m) hasta 0.180mm (180 $\mu$ m) se observa un gradiente de durezas que terminan en los valores de dureza obtenidos por medio del tratamiento térmico de templado-doble revenido ya mencionado, 479HV (47HRC).



**Figura 5.12.** Perfil de durezas de los diferentes substratos nitrurados de cada sistema dúplex. La identificación de cada perfil tomado se realizó de acuerdo al tipo de recubrimiento que lo acompaña.

#### 5.4.4 Análisis de nanodureza

Los estudios de dureza y módulo de Young se llevaron a cabo utilizando nanodureza. Los resultados que muestran los valores promedio de la dureza y el módulo de Young se muestra en la Figura 5.13. Fue encontrado que los recubrimientos TiN y TiAlN exhiben un alto rango de durezas así como módulo de Young en comparación con los tres recubrimientos base cromo CrN y  $(\text{CrN/TiN})_{x3}$ ,  $(\text{Cr/CrN})_{x8}$ . En el punto 5.4.8, se explica la relación de estos valores con las pruebas de adhesión realizadas para cada recubrimiento. Los valores de dureza encontrados aquí guardan relación con los reportados por Paskvale donde muestra al recubrimiento TiAlN con los valores más altos, seguido por TiN y finalmente el CrN con menor durezas [2].



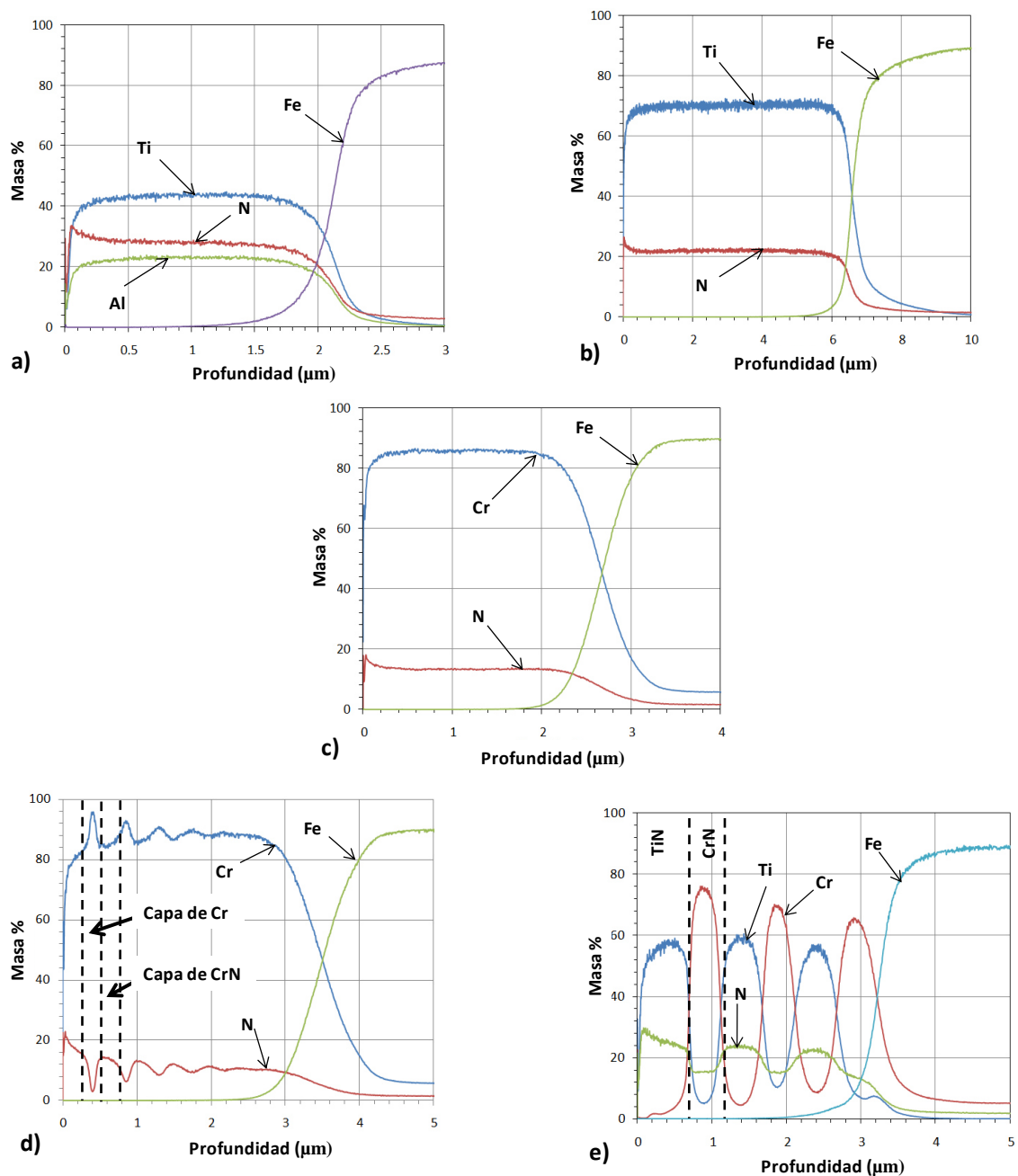
**Figure 5.13** Valores promedio del módulo de Young y nanodurezas obtenidas de la superficie de los recubrimientos utilizados en los sistemas dúplex.

## 5.4.5 Análisis químico y de espesor.

### 5.4.5.1 Método GDOES

En el método de espectroscopia de emisión óptica por descarga luminiscente (GDOES), la precisión en la medición del espesor del recubrimiento está influenciado decisivamente por el cambio de composición química entre el recubrimiento (monocapa) o de capas adyacentes presentes en recubrimientos multicapas y el sustrato. De acuerdo a esto, los resultados del análisis de la composición química obtenida, indicaron claramente que los recubrimientos monocapa (TiN, CrN, TiAlN) se caracterizan por la alta uniformidad de su composición química a través de la sección transversal (Figura 5.14a, b y c), mientras que en el caso de los multicapas ((Cr/CrN)<sub>x8</sub>, (CrN/TiN)<sub>x3</sub>) es confirmada por su estructura compuesta (Figura 5.14d y e). Tal es el caso del análisis de los resultados del recubrimiento multicapas (CrN/TiN)<sub>x3</sub> (Figura 5.14e), donde los cambios explícitos en el contenido de elementos metálicos (Cr, Ti) en las capas sucesivas permite la medición precisa de su espesor. Por otro lado, en el recubrimiento multicapa de (Cr/CrN)<sub>x8</sub> (Figura 5.14d), todas las capas presentes contienen el mismo elemento metálico (Cr). Por lo tanto, para este caso, la determinación de los cambios en la composición química se refirió en mayor grado al contenido de nitrógeno. Adicionalmente, el espesor de las capas de Cr en dicho recubrimiento es pequeño ( $\approx 0,1 \mu\text{m}$ ), en efecto la medición de espesor en base a los cambios de composición química resultó complicado.

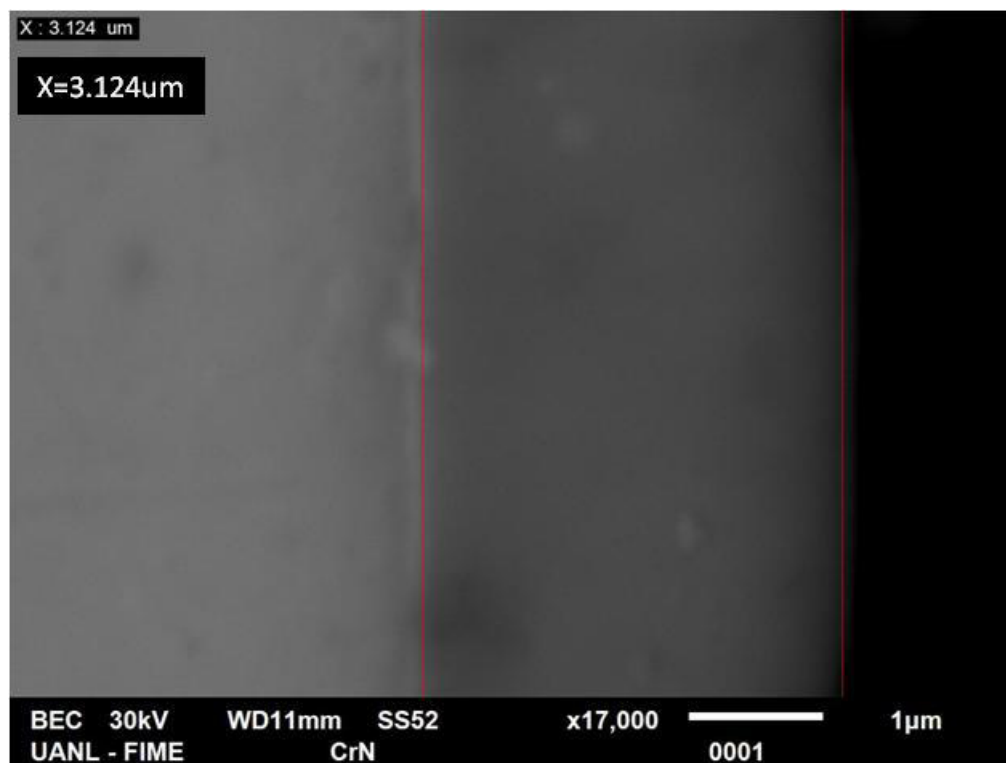




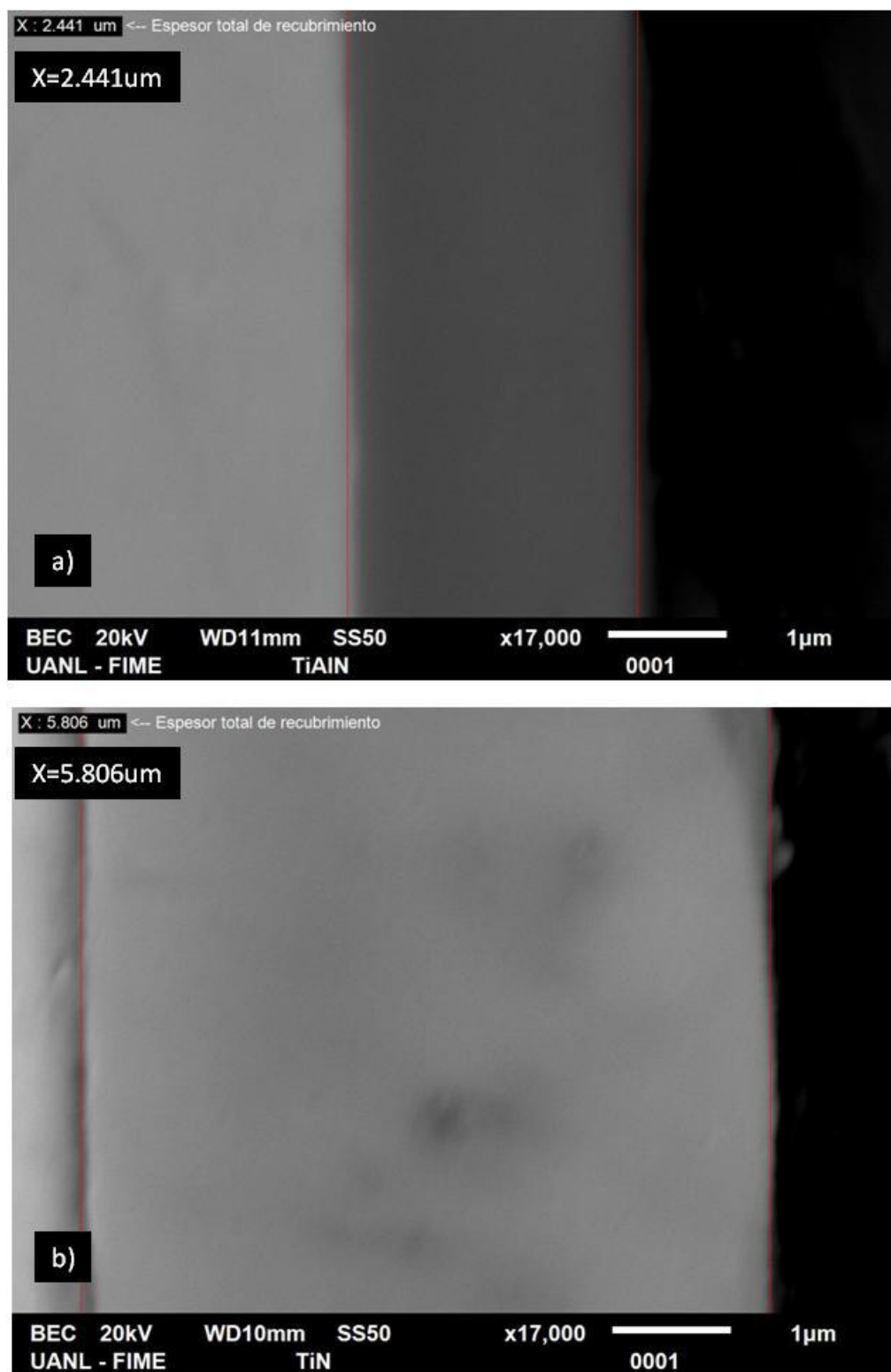
**Figura 5.14.** Análisis de composición química obtenido por el método de espectroscopia de emisión óptica por descarga luminiscente (GDOES). Se muestra la distribución de los elementos constitutivos en las estructuras dúplex (nitrurado + recubrimiento). a) TiAlN), b) TiN, c) CrN, d)  $(Cr/CrN)_{x8}$ , e)  $(CrN/TiN)_{x3}$ .

#### 5.4.5.2 Método de microscopía electrónica de barrido (SEM).

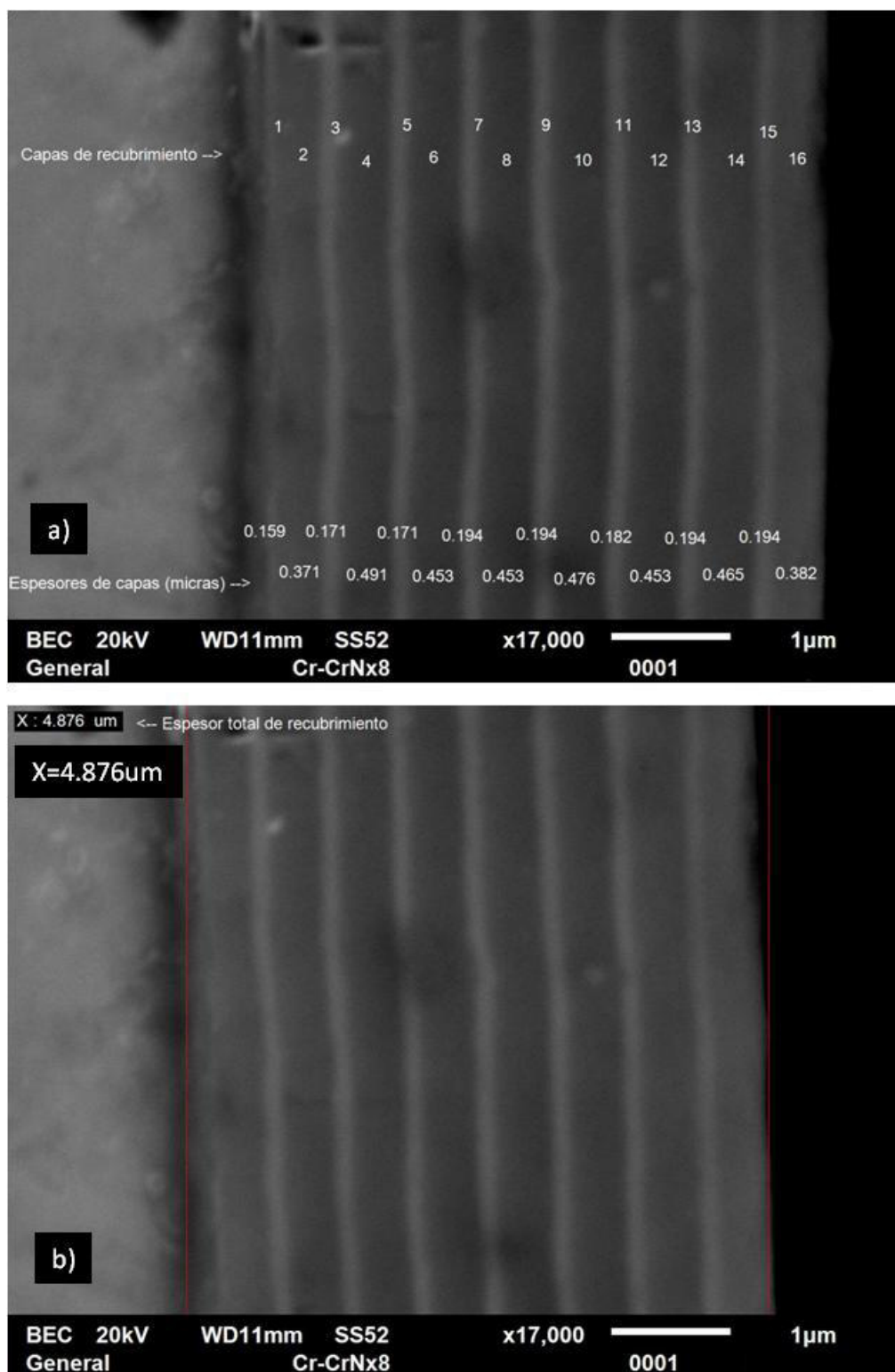
Se muestran los resultados de los recubrimientos mono y multicapas utilizando microscopía electrónica de barrido (SEM) en combinación con espectrometría por dispersión de rayos X (EDS). El análisis fue realizado en la sección transversal del recubrimiento aplicado a la superficie del espécimen. Las Figuras 5.15-1 a 5.15-4 muestran el análisis de imágenes de la morfología y la medición precisa de los espesores de recubrimiento y de cada capa estructural para el caso de los recubrimientos multicapas. Las Figuras 5.15-5 a 5.15-9 muestran el análisis lineal de los cambios en la composición química en función de la distancia desde la superficie. La observación de los especímenes con la técnica de electrones retrodispersados, hace que el contraste de la zona observada dependa de la composición química del material, que al ser combinado con el análisis simultáneo de EDS ayuda a evaluar el espesor de la capa detalladamente.



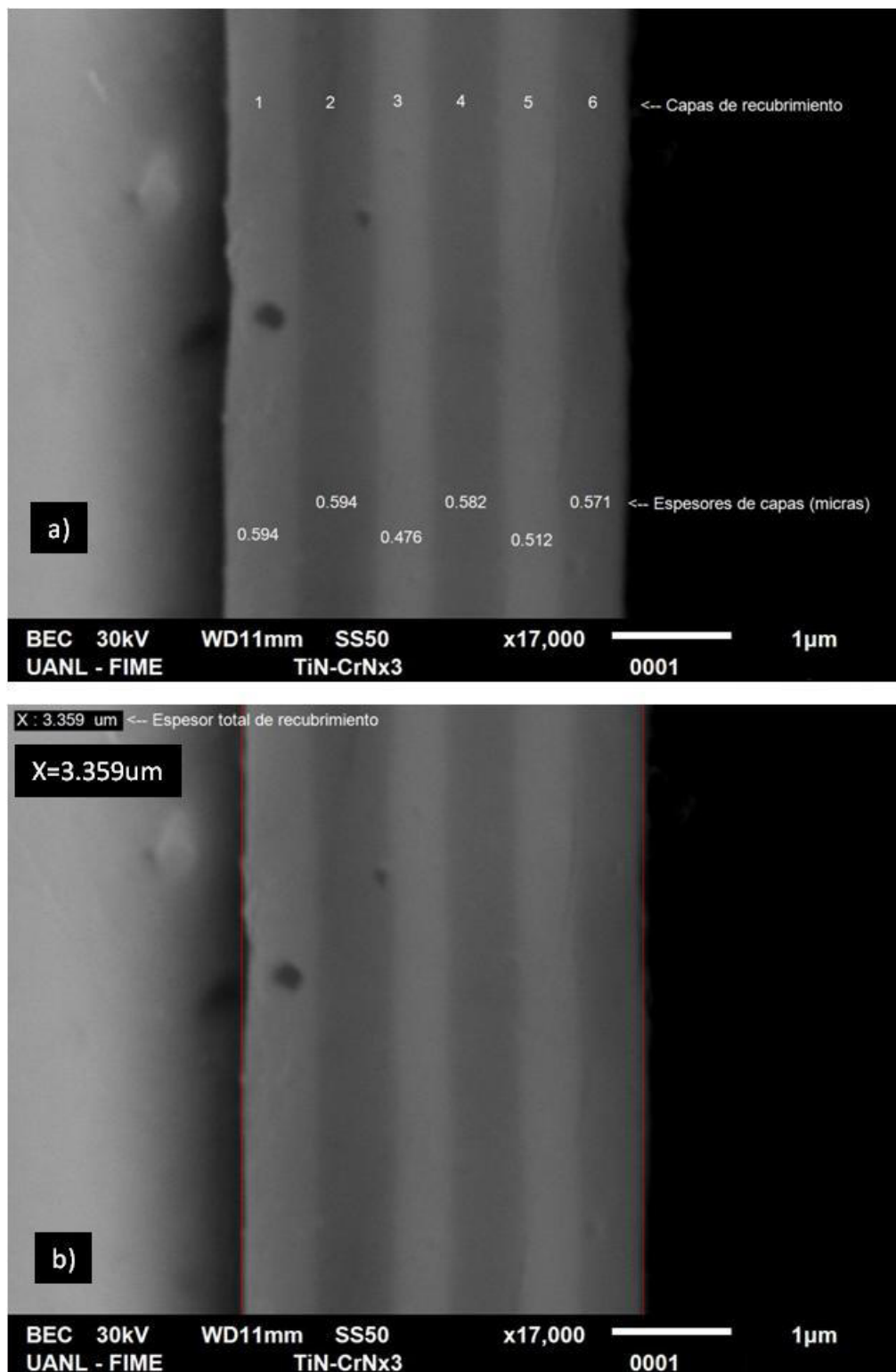
**Figura 5.15-1.** Análisis de espesor del recubrimiento monocapa CrN, por técnica SEM.



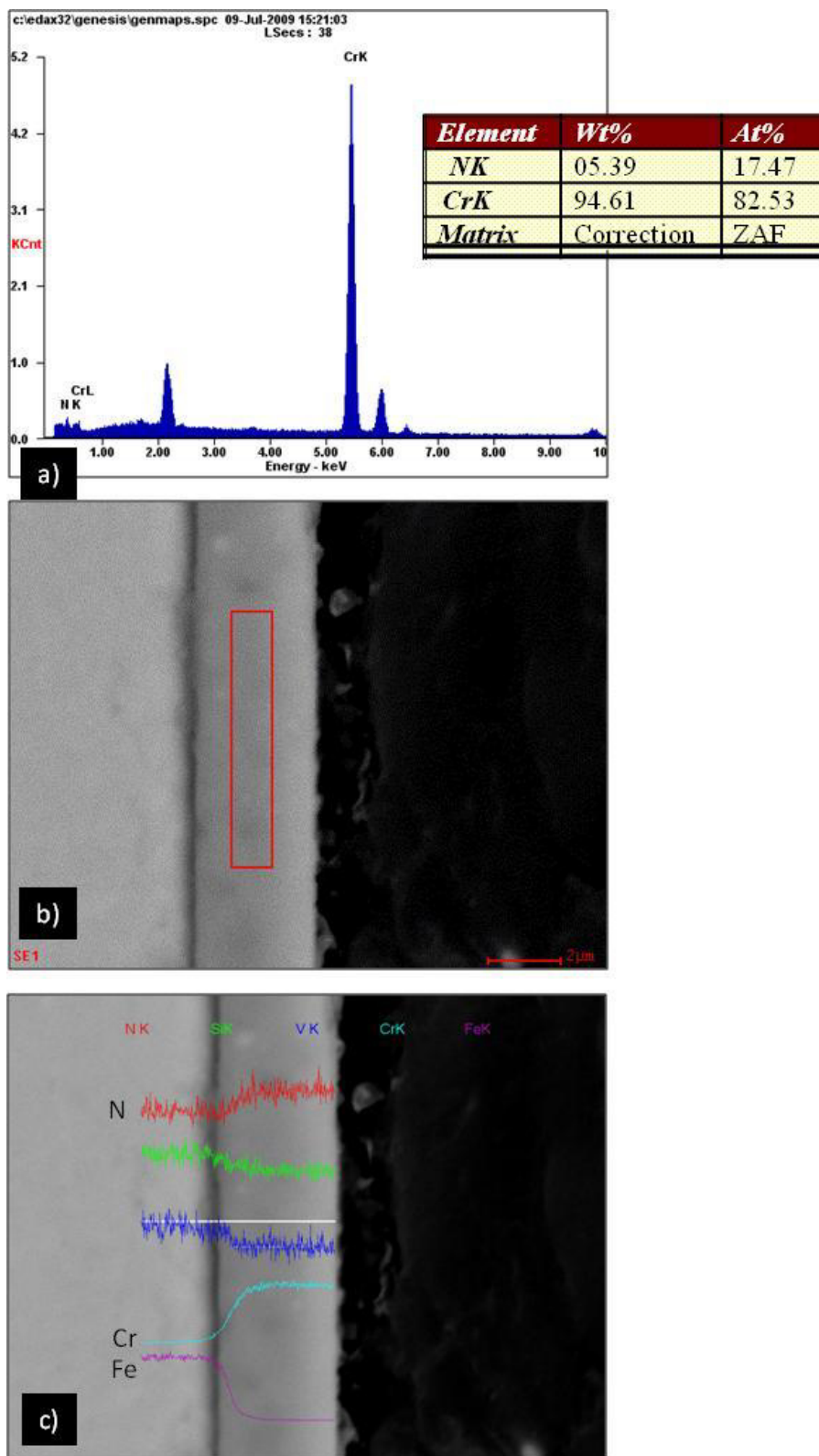
**Figura 5.15-2.** Análisis de espesor de los recubrimiento monocapa, a) TiAlN y b)TiN, por técnica SEM.



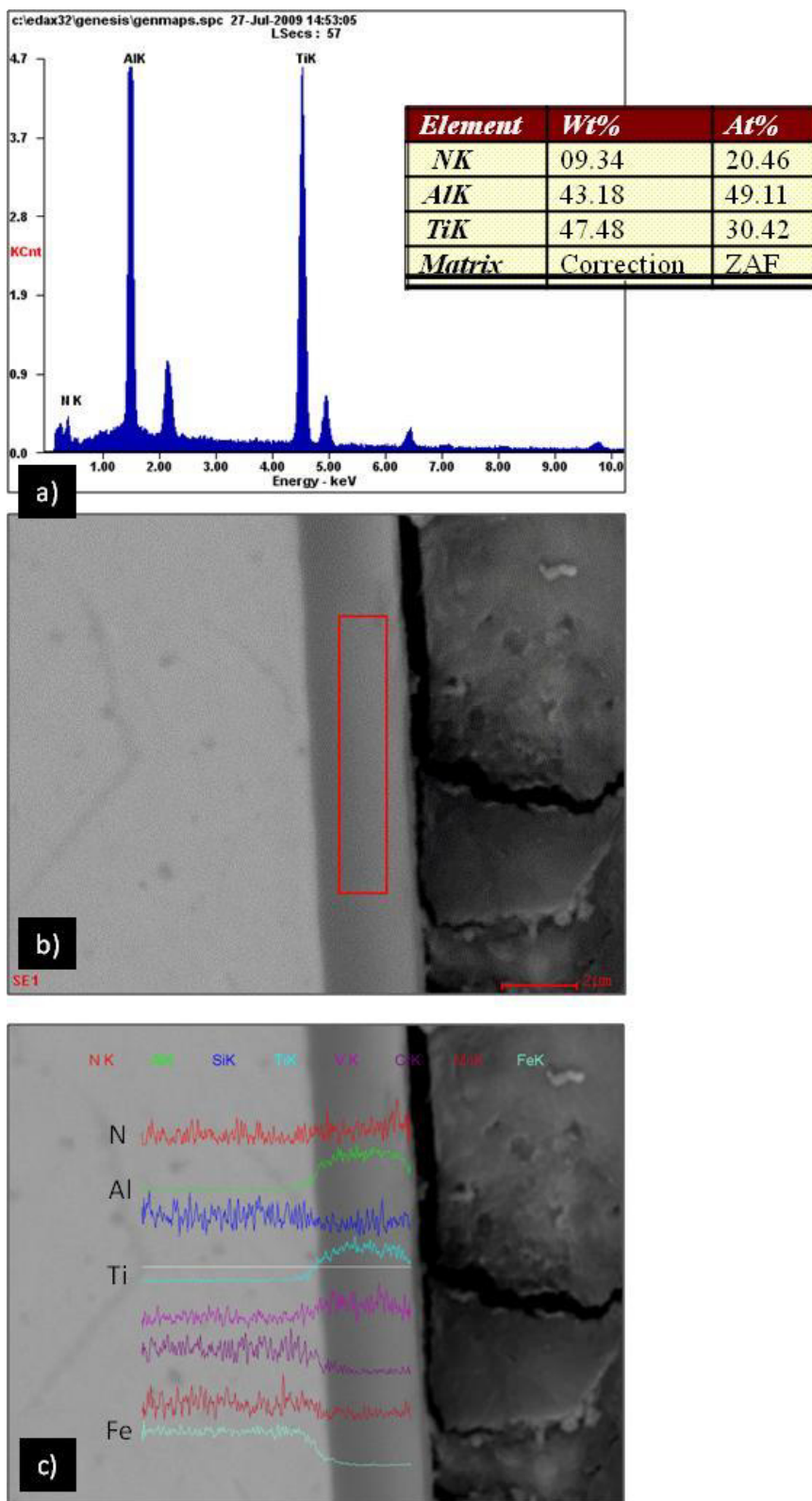
**Figura 5.15-3.** Análisis de espesor multicapa  $(\text{Cr/CrN})_{x8}$ , a) Espesores de cada capa estructural del recubrimiento y b) Espesor de la estructura completa del recubrimiento, por técnica SEM.



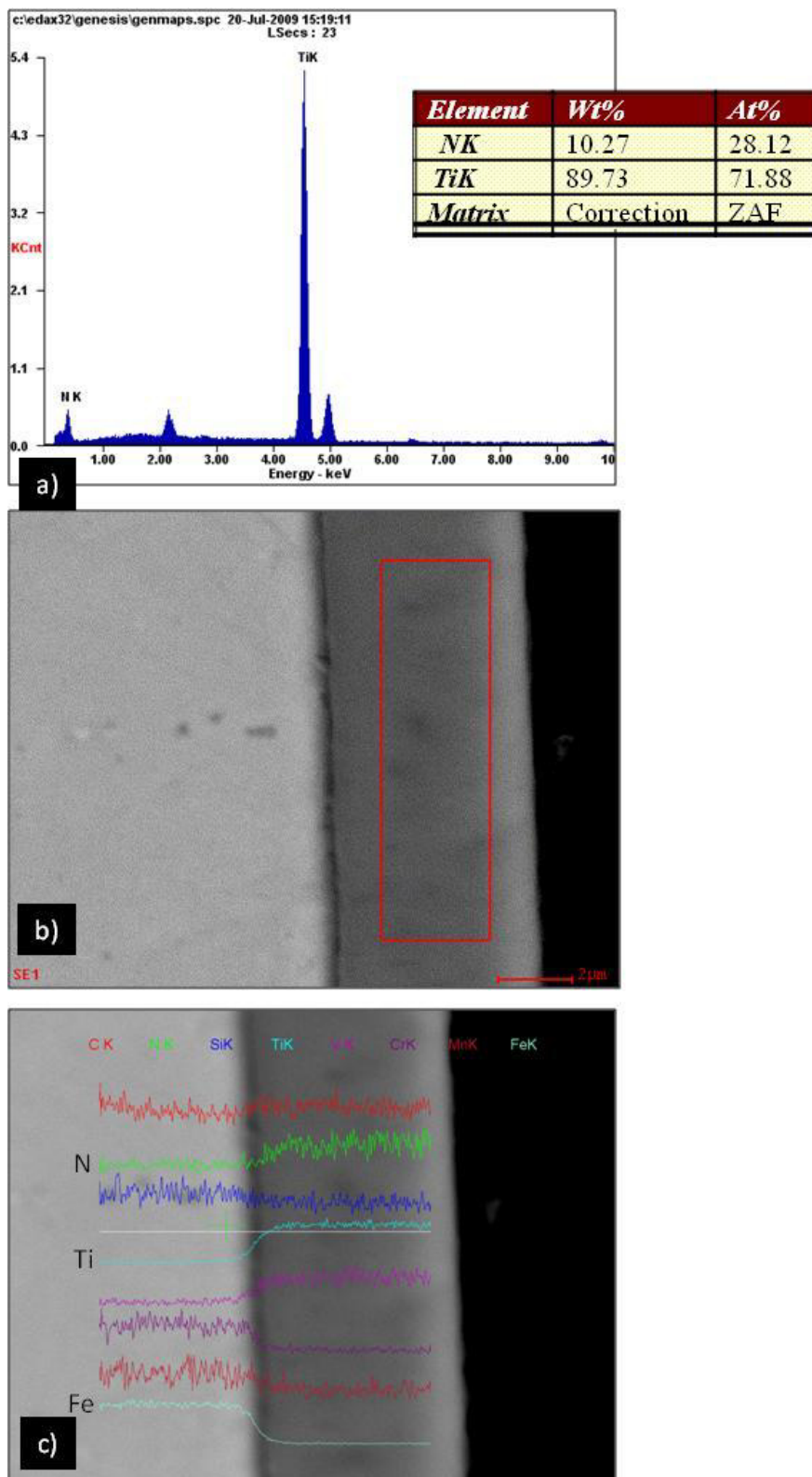
**Figura 5.15-4.** Análisis del espesor multicapa  $(\text{CrN/TiN})_{x3}$ , a) Espesores de cada capa estructural del recubrimiento y b) Espesor de la estructura completa del recubrimiento, por técnica SEM.



**Figura 5.15-5.** Análisis por microscopía electrónica de barrido del sistema monocapa CrN, a) Análisis químico de recubrimiento, b) Área específica de análisis químico, c) Acomodo estructural del recubrimiento y distribución de elementos en la superficie.

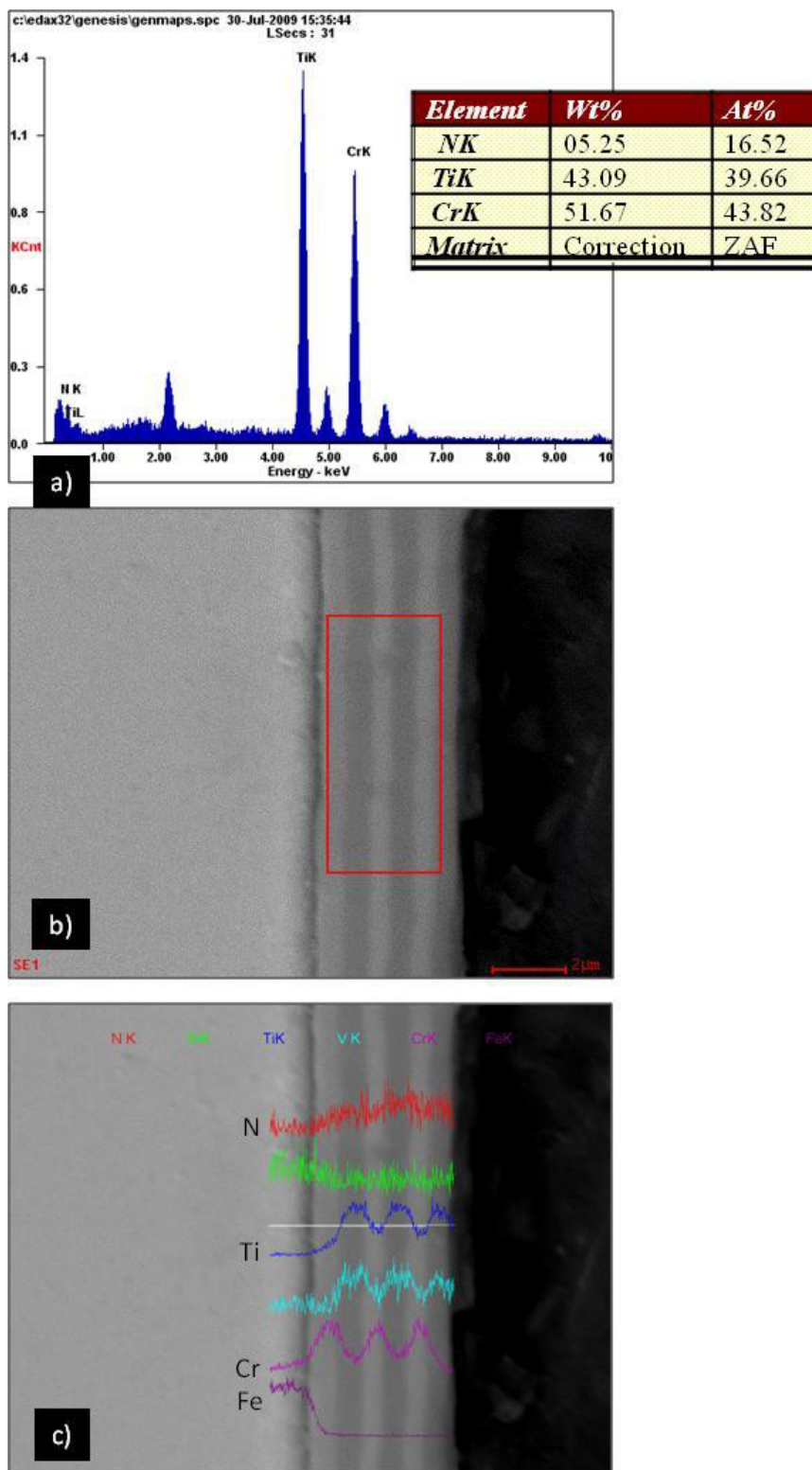


**Figura 5.15-6.** Análisis por microscopía electrónica de barrido del sistema monocapa TiAlN, a) Análisis químico de recubrimiento, b) Área específica de análisis químico, c) Acomodo estructural del recubrimiento y distribución de elementos en la superficie.

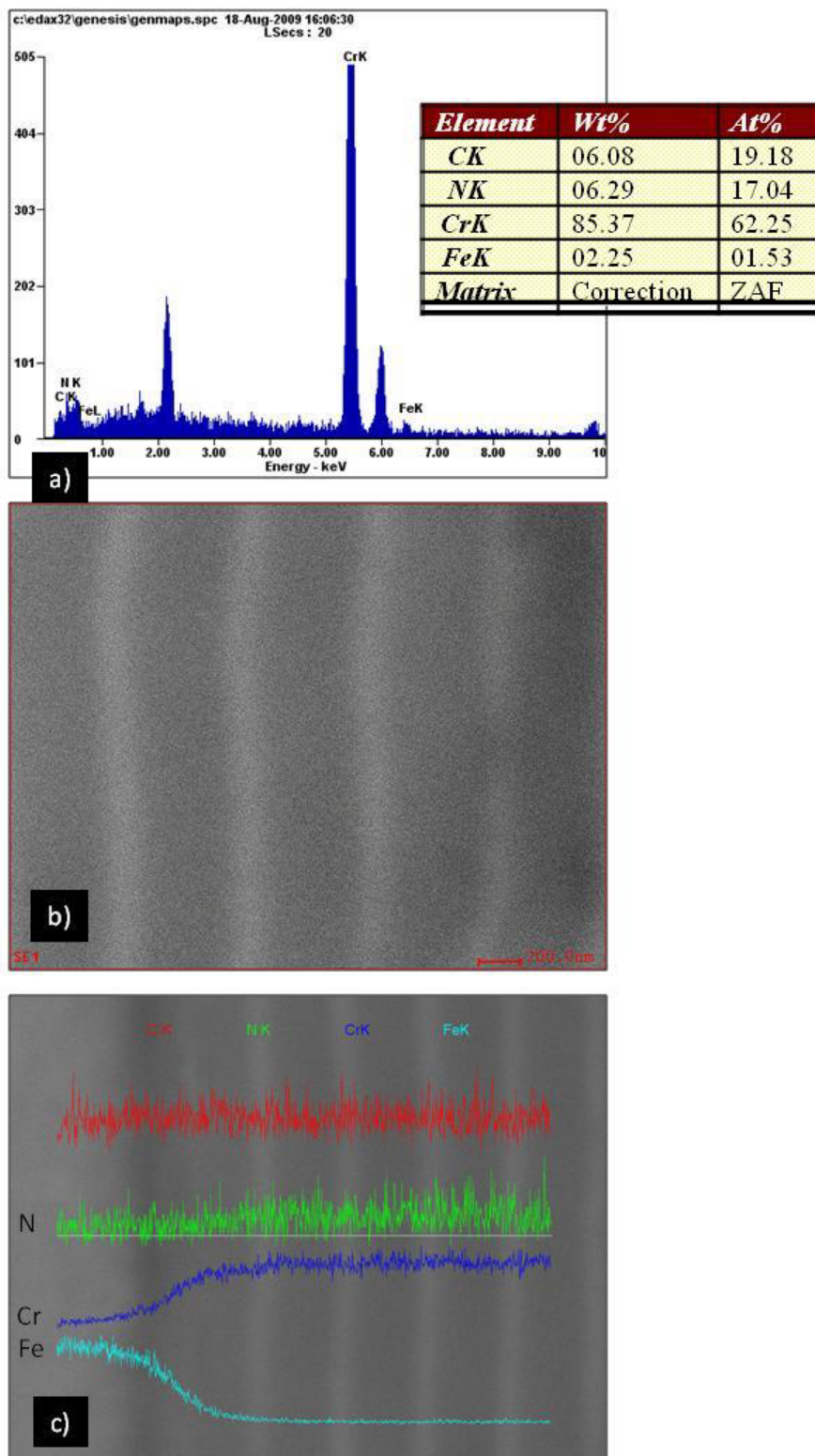


**Figura 5.15-7.** Análisis por microscopía electrónica de barrido del sistema monocapa TiN, a) Análisis químico de recubrimiento, b) Área específica de análisis químico, c) Acomodo estructural del recubrimiento y distribución de elementos en la superficie.





**Figura 5.15-8.** Análisis por microscopía electrónica de barrido del sistema multicapa  $(\text{CrN/TiN})_{\text{x}3}$ , a) Análisis químico de recubrimiento, b) Área específica de análisis químico, c) Acomodo estructural del recubrimiento y distribución de elementos en la superficie.



**Figura 5.15-9.** Análisis por microscopía electrónica de barrido del sistema multicapa (Cr/CrN)<sub>8</sub>, a) Análisis químico de recubrimiento, b) Área específica de análisis químico, c) Acomodo estructural del recubrimiento y distribución de elementos en la superficie.

### 5.4.5.3 Método Calotester

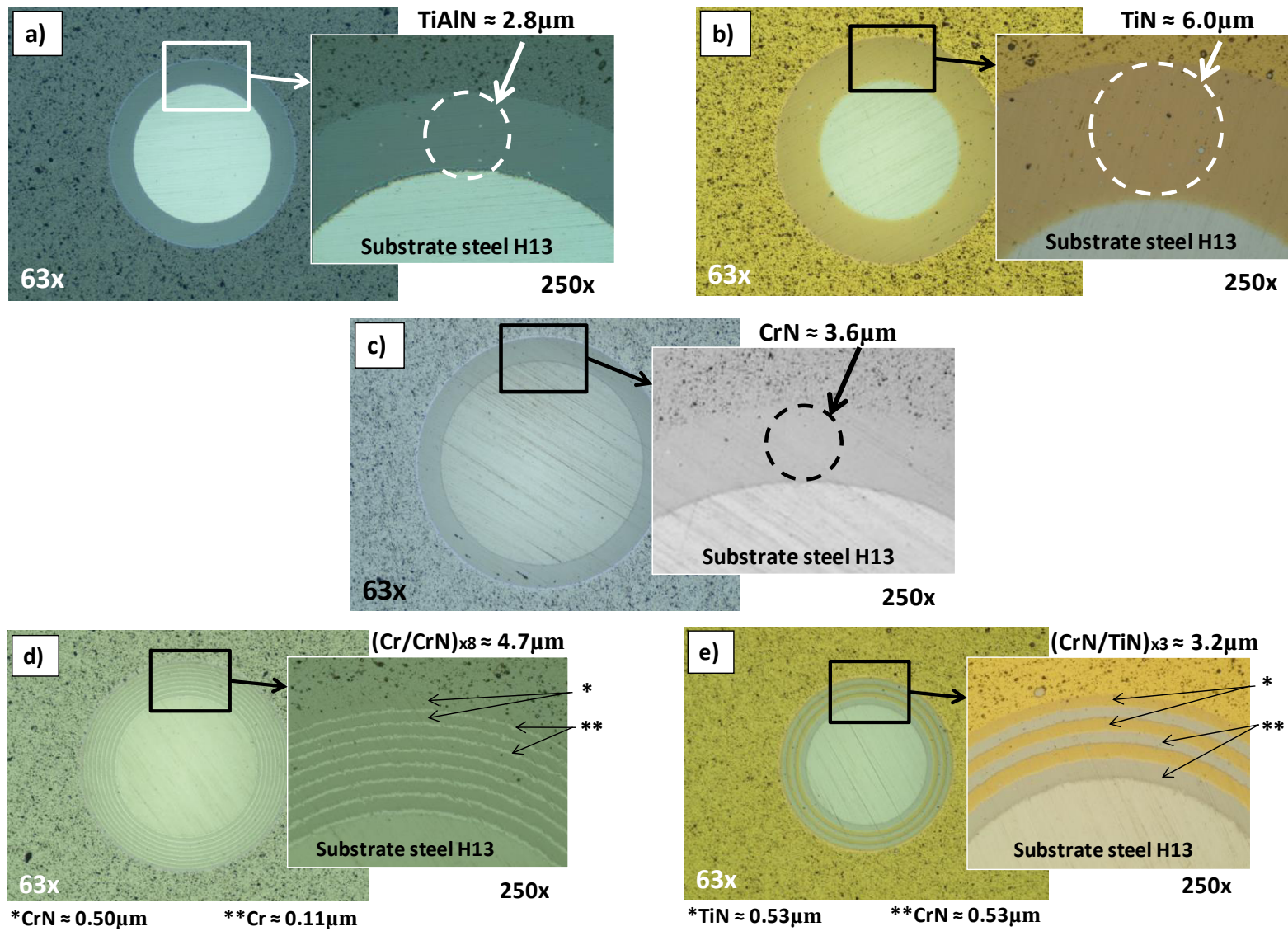
Después de realizar los cráteres mediante el método Calotester, se realizó la medición de los mismos a través de microscopía óptica, y se determinó el espesor y la configuración estructural de los recubrimientos mono- y multi-capa obtenidos en cada sistema dúplex. Los valores de espesores de los recubrimientos depositados fueron los siguientes: TiAlN - 2,8 $\mu$ m, TiN - 6,0 $\mu$ m, CrN - 3,6 $\mu$ m, (Cr/CrN)<sub>x8</sub> - 4,7 $\mu$ m, y (CrN/TiN)<sub>x3</sub> - 3.2 $\mu$ m, Figura 5.16. Basado en las observaciones de microscopía óptica, a magnificaciones de 63x y 250x (Figura 5.16), se mostró que todos los recubrimientos analizados se caracterizan por una estructura compacta y homogénea. Así mismo, el estudio metalográfico reveló la presencia de defectos superficiales característicos de recubrimientos aplicados mediante PVD (microgotas y microcráteres) cuyo tamaño y densidad fluctuó en un rango pequeño con respecto al espesor de la capa.

Por otro lado, en la obtención de los espesores de recubrimiento por el método Calotester, la medición de las características del cráter (“X” y “Y”) a través de microscopía óptica, resulta difícil y puede verse limitada en resolución con espesores de capa menores a 1 $\mu$ m debido a su poca profundidad de campo. Esto es particularmente importante al examinar recubrimientos multicapas en las que el espesor de cada capa por separado no es superior a 1 $\mu$ m (recubrimientos multicapa). En este caso una dificultad adicional se presenta cuando los colores de las diferentes capas son similares.

Los estudios llevados a cabo por los tres diferentes métodos (GDOES, SEM y Calotest), mostraron que los resultados obtenidos de espesores en promedio para cada recubrimiento fueron: TiN $\approx$ 6.1 $\mu$ m, CrN $\approx$ 3,1 $\mu$ m, TiAlN $\approx$ 2,4 $\mu$ m, (CrN/TiN)<sub>x3</sub> $\approx$ 3,2 $\mu$ m, (Cr/CrN)<sub>x8</sub> $\approx$ 4,3 $\mu$ m, Tabla 5.1.

Tabla 5.1. Medición de espesor de recubrimientos ( $\mu$ m)

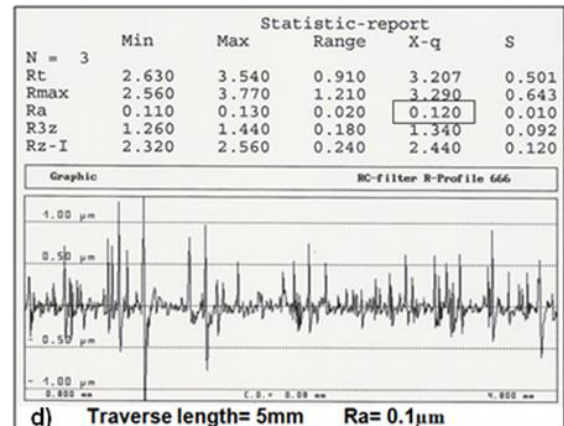
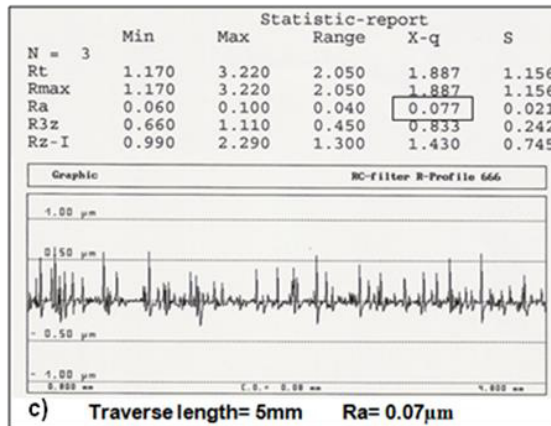
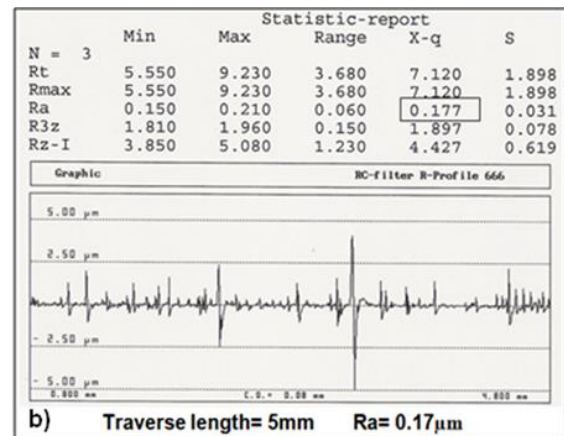
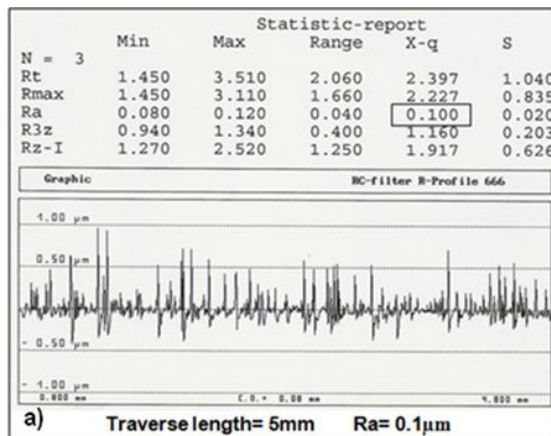
Método	Recubrimientos				
	CrN	(Cr/CrN) <sub>x8</sub>	(CrN/TiN) <sub>x3</sub>	TiN	TiAlN
Calotester	3.6	4.7	3.2	6	2.8
GDOES	2.7	3.5	3.2	6.5	2
SEM	3.1	4.8	3.3	5.8	2.4
Promedio	3.1	4.3	3.2	6.1	2.4

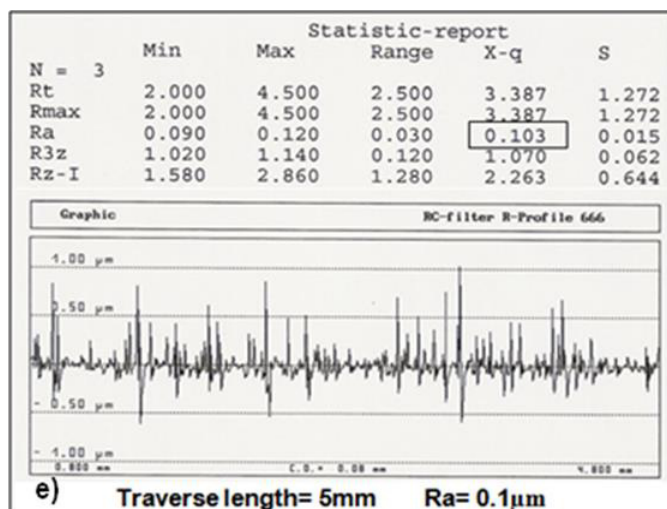


**Figura 5.16.** Micrografías de los cráteres producidos por el método Calotester y morfología superficial de los recubrimientos. a) TiAlN, b) TiN, c) CrN, d)  $(\text{Cr}/\text{CrN})_{\text{x}8}$ , e)  $(\text{CrN}/\text{TiN})_{\text{x}3}$ .

### 5.4.6 Análisis de rugosidad y morfología.

Las mediciones de rugosidad de la superficie de los recubrimientos (Figura 5.17) reveló la presencia de diferentes valores en el parámetro Ra. El valor menor de Ra se registró para el recubrimiento de CrN ( $0.08\mu\text{m}$ ). El valor más alto fue para el TiN con  $0.18\mu\text{m}$ , mientras que los recubrimientos TiAlN,  $(\text{Cr}/\text{CrN})_{\text{x}8}$  y  $(\text{CrN}/\text{TiN})_{\text{x}3}$  se caracterizaron por un valor similar, en un rango de  $0.10 - 0.13\mu\text{m}$ . Dichas variaciones ocurren debido a los defectos, tales como poros, microgotas y microcráteres, característicos en los recubrimientos que son depositados comúnmente mediante la técnica de arco en vacío (PVD) [3, 4].

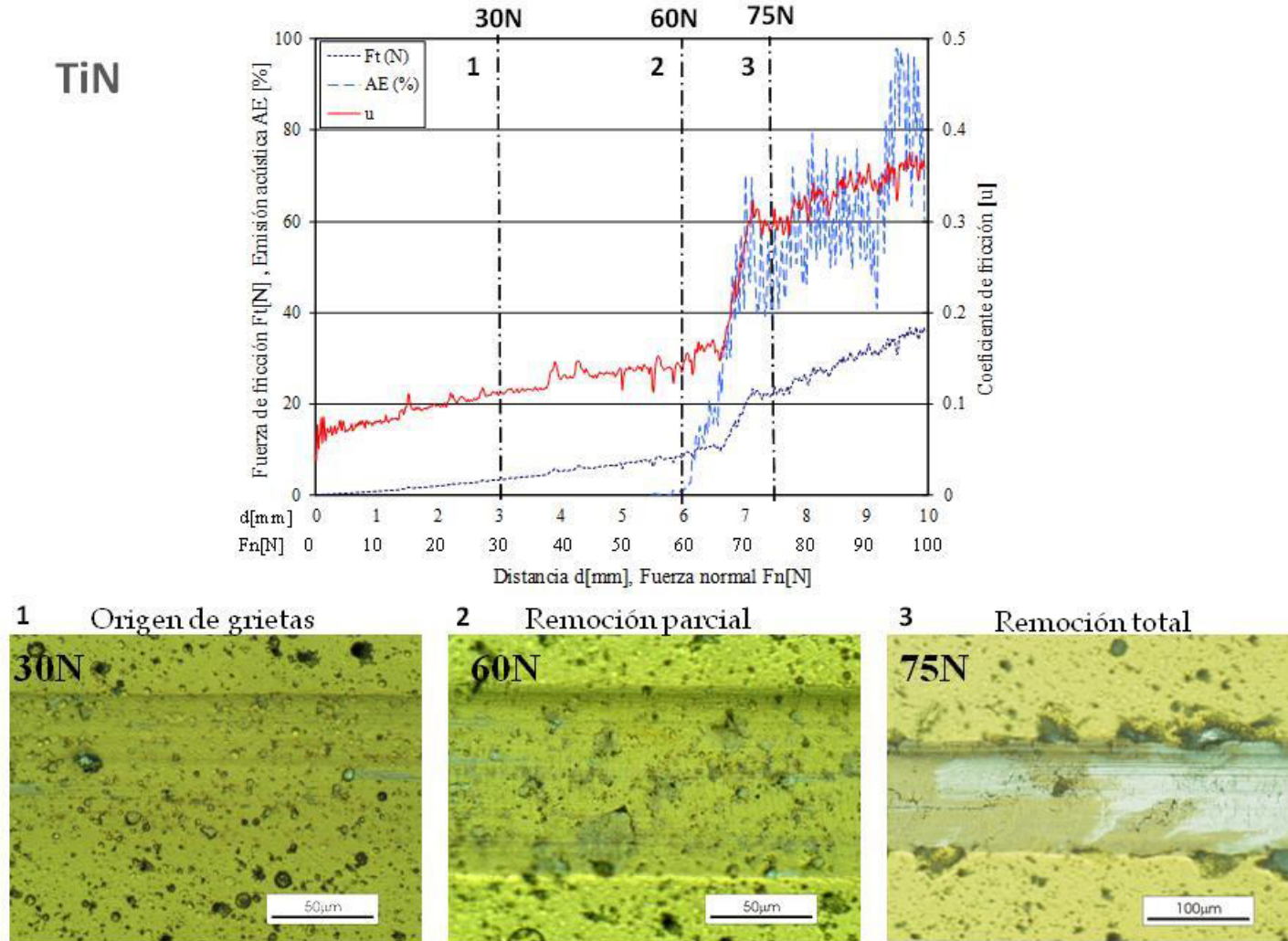




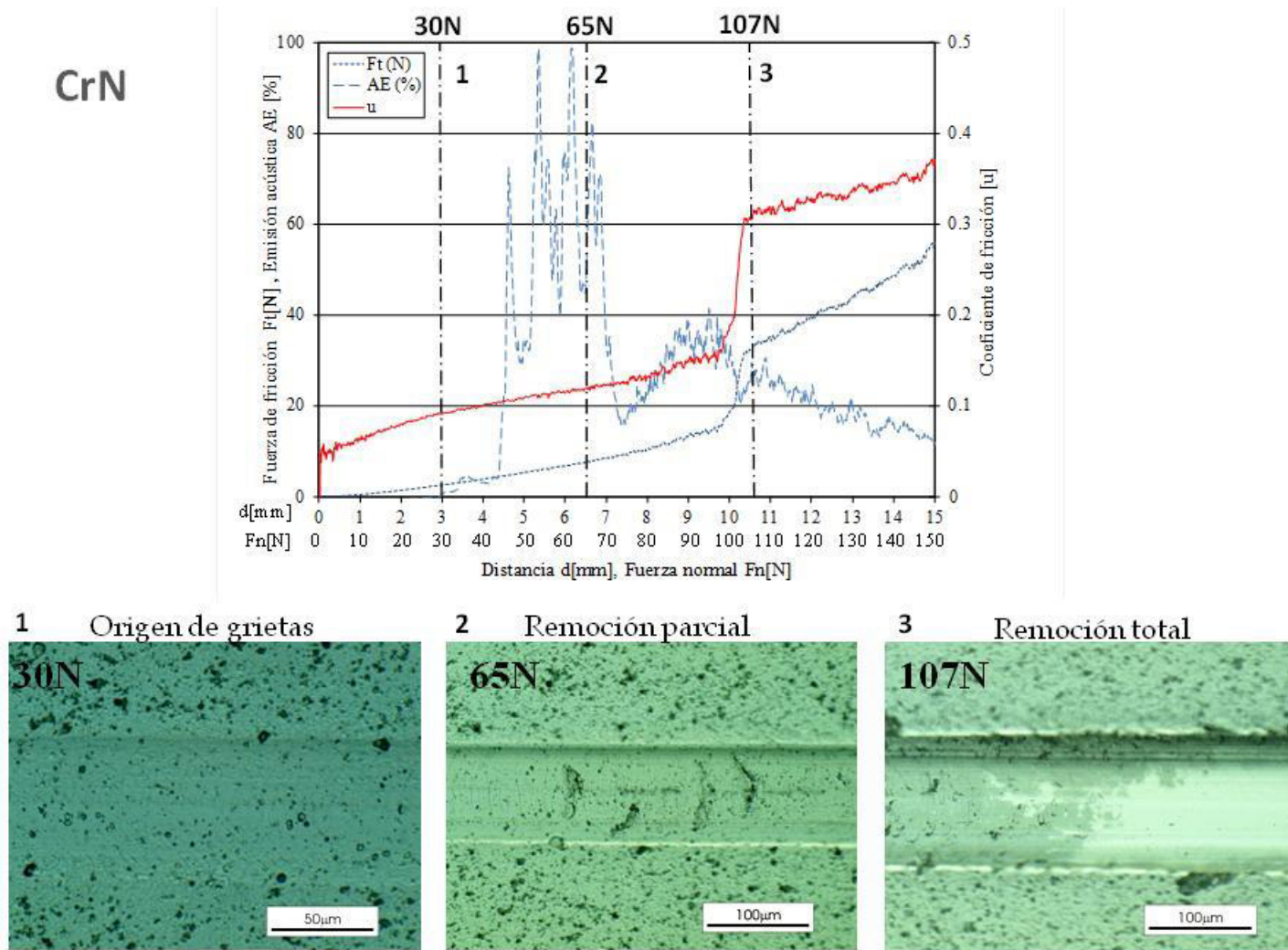
**Figura 5.17.** Resultados de la rugosidad superficial de los recubrimientos depositados: a) TiAlN, b) TiN, c) CrN, d)  $(\text{Cr/CrN})_{x8}$ , e)  $(\text{CrN/TiN})_{x3}$ .

#### 5.4.7 Análisis de adhesión.

Las Figuras 5.18a-e muestran las gráficas de los resultados obtenidos de las pruebas de adhesión realizadas en cada recubrimiento, se observan los valores de emisión acústica (AE) y fuerza de fricción (Ft) obtenidos durante las pruebas. Para completar el cuadro de análisis se muestran micrografías (microscopio óptico Neophot32) de las tres etapas características de daño en el recubrimiento: Etapa 1 agrietamiento, Etapa 2 desprendimiento parcial y Etapa 3 remoción total del recubrimiento. Con base al análisis de los resultados del estudio de adhesión, se encontró que los recubrimientos investigados se caracterizan por su adhesión variada al sustrato. La mayor fuerza de adhesión registrada fue para el recubrimiento CrN (107N). Para los otros recubrimientos los valores de las fuerzas fue seguida por la pérdida de adherencia del recubrimiento al sustrato y disminuyó en el siguiente orden:  $(\text{CrN/TiN})_{x3}$  - 95N,  $(\text{Cr/CrN})_{x8}$  - 80N, TiN - 75N, TiAlN - 60N.

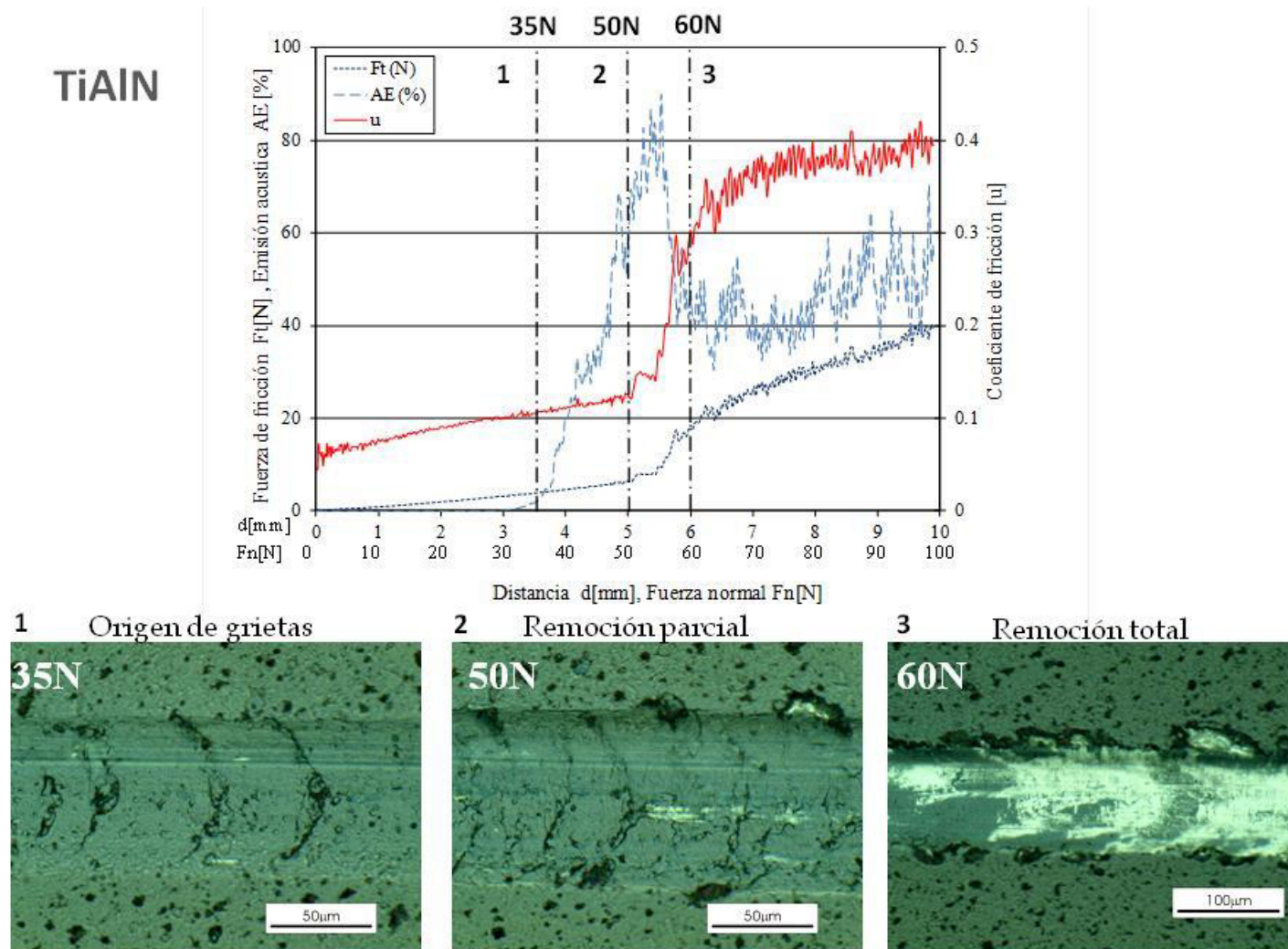


**Figura 518a.** Resultados de las pruebas de adhesión de los recubrimientos de TiN producidos sobre el substrato nitrurado de acero H13.

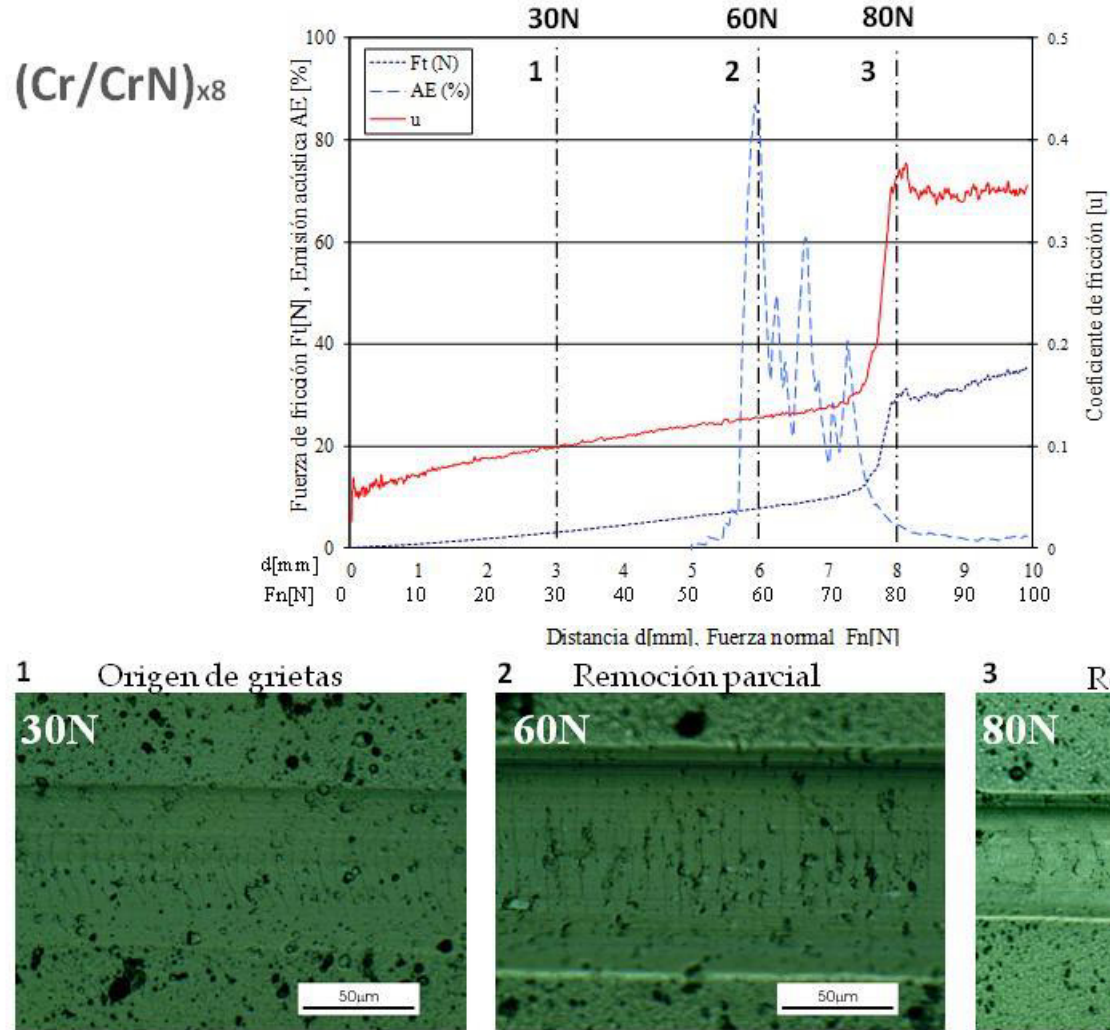


**Figura 5.18b.** Resultados de las pruebas de adhesión de los recubrimientos de CrN producidos sobre el sustrato nitrurado de acero H13.

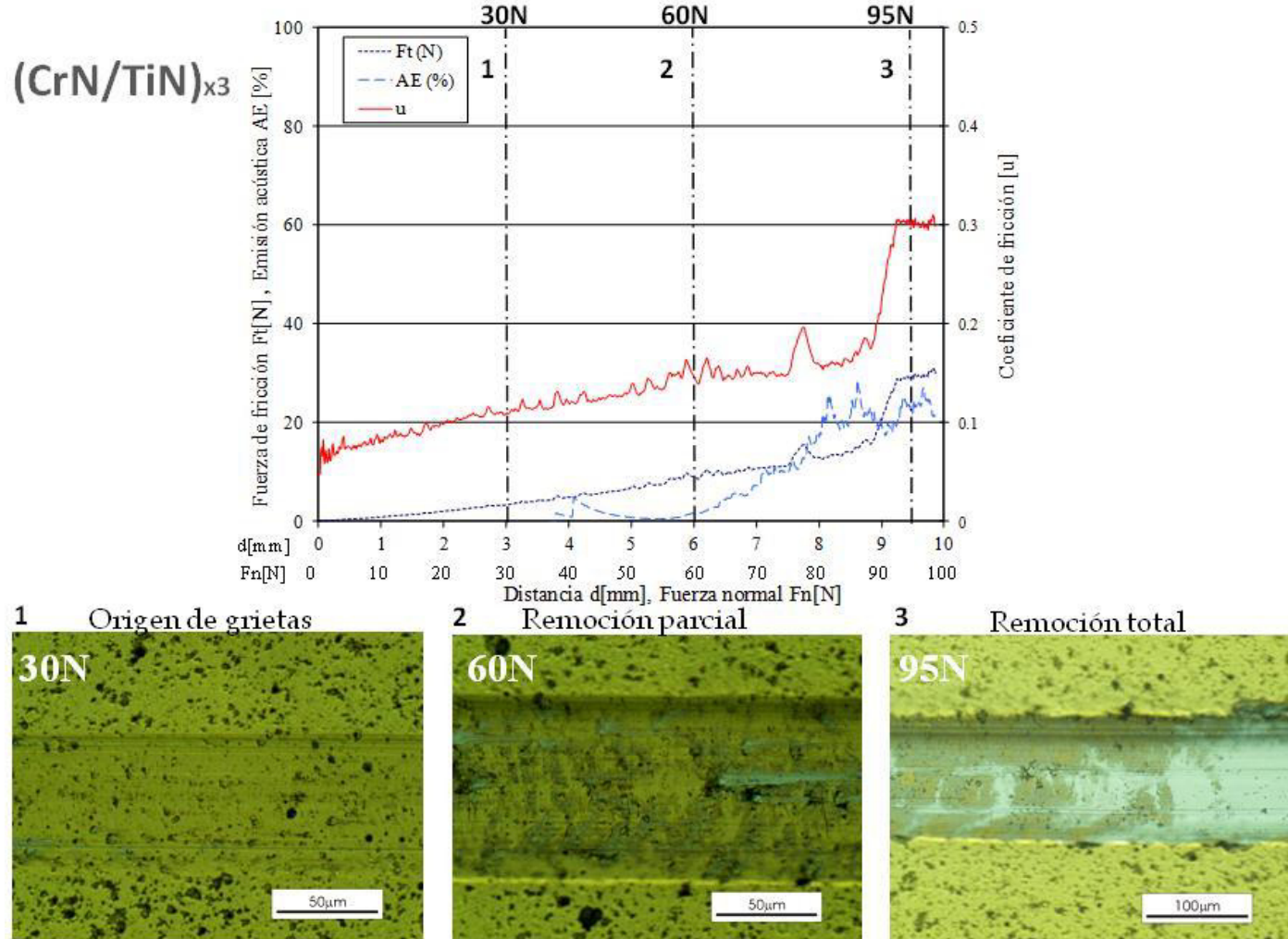




**Figura 5.18c.** Resultados de las pruebas de adhesión de los recubrimientos de TiAlN producidos sobre el substrato nitrurado de acero H13.



**Figura 5.18d.** Resultados de las pruebas de adhesión de los recubrimientos de  $(\text{Cr/CrN})_{\text{x8}}$  producidos sobre el sustrato nitrurado de acero H13.



**Figura 5.18d.** Resultados de las pruebas de adhesión de los recubrimientos de  $(\text{CrN/TiN})_{x3}$  producidos sobre el sustrato nitrurado de acero H13.

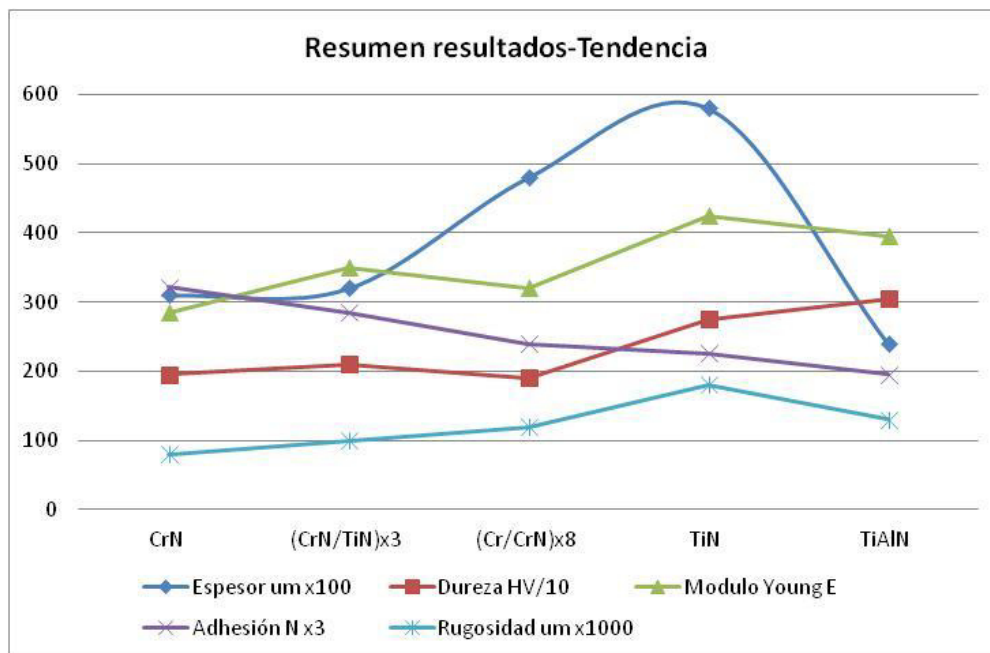
### 5.4.8 Evaluación de resultados del material de investigación.

La Tabla 5.2 muestra un resumen de las características y propiedades obtenidos en las estructuras dúplex en el acero H13 ORVAR 2M. Como resultado fue encontrado que los recubrimientos TiN y TiAlN exhiben un alto rango de durezas así como módulo de Young en comparación con los tres recubrimientos base cromo ((Cr/CrN)<sub>x8</sub>, CrN y (CrN/TiN)<sub>x3</sub>). Sin embargo en términos de valores de adhesión, fue encontrado que los sistemas base cromo muestran valores altos, de los cuales sobresale el CrN con el máximo valor.

Así mismo, los resultados de las propiedades elastoplásticas (5.4.3 Ensayos de nanodureza) en los recubrimientos, muestran una correlación con sus resultados de la adhesión sobre el sustrato (5.4.6 Análisis de adhesión). Los recubrimientos que se caracterizan por bajos valores de dureza y módulo de Young, tienen una mayor plasticidad y una mejor adhesión al sustrato.

Tabla 5.2. Resumen de propiedades obtenidas en los aceros AISI H13 con sistemas dúplex.

Recubrimiento	Espesores [μm] SEM	Dureza HV	Modulo de Young E [GPa]	Adhesión [N]	Rugosidad Ra [μm]	Composición Química [Mass%]
CrN	3.1	1650-2250~1950	260-310~285	107	0.08	80%Cr, 20%N
(CrN/TiN) <sub>x3</sub>	3.2	1850-2350~2100	300-400~350	95	0.10	CrN=80%Cr, 20%N TiN=70%Ti, 30%N
(Cr/CrN) <sub>x8</sub>	4.8	1700-2100~1900	270-370~320	80	0.12	Cr=100%Cr CrN=90%Cr, 10%N
TiN	5.8	2600-2900~2750	390-460~425	75	0.18	70%Ti, 30%N
TiAlN	2.4	2650-3450~3050	350-440~395	65	0.13	45%Ti, 30%N, 25%Al



**Figura 5.19.** Se muestran los resultados obtenidos en las diferentes pruebas realizadas y su comportamiento en tendencia para cada recubrimiento.

Con la finalidad de observar el comportamiento de cada recubrimiento a las diferentes pruebas cumplidas se realizó un ajuste en los diferentes valores obtenidos y se trazó una gráfica a forma de tendencia, Figura 5.19. El recubrimiento CrN muestra en general los valores más bajos entre los diferentes curvas (valores de módulo de Young, adhesión y rugosidad promedio), siendo el segundo con espesor más delgado después del TiAlN y apenas por arriba en valores de dureza del más bajo (Cr/CrN)<sub>x8</sub>.

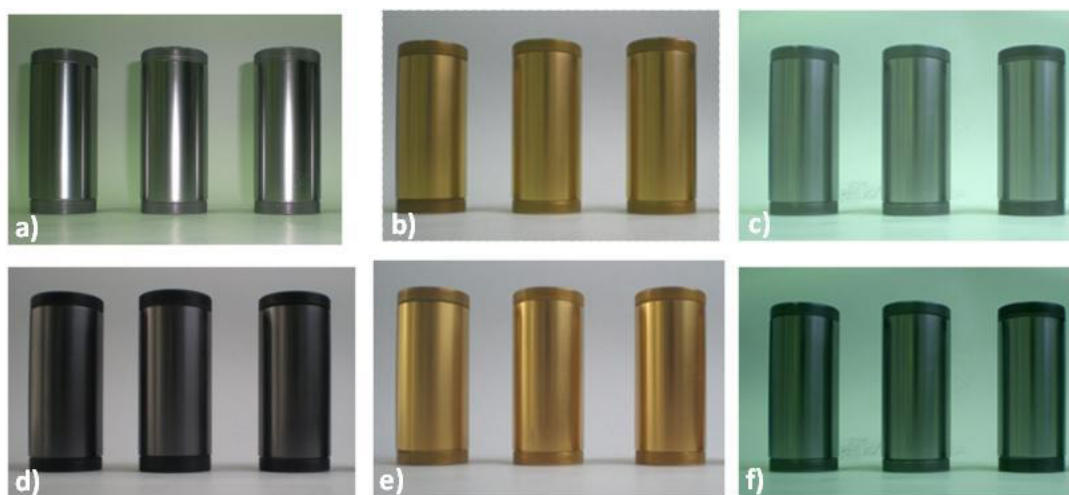
### 5.5 Resultados de preparación de muestras experimentales designados para análisis de intensidad de fatiga térmica.

Después de la fabricación de las muestras experimentales, las cuales serán las utilizadas para la evaluación de intensidad de la fatiga térmica, se realizó el tratamiento térmico y pulido superficial. Posteriormente se obtuvieron los resultados del análisis de dureza y rugosidad sobre los substrato, con valores promedio 47HRc y (Ra) de 0.1µm respectivamente, siendo similares a los obtenidos en las muestras testigo.

## 5.6 Resultados en creación de sistemas dúplex en muestras experimentales.

La Figura 5.20 presenta las muestras experimentales después del proceso de modificación superficial. Bajo el esquema ya mencionado anteriormente, se crearon 6 sistemas de los cuales 5 son tipo dúplex (nitrurado + recubrimiento) más uno solo con sustrato nitrurado. Para los sistemas dúplex se depositaron los mismos tipos de recubrimientos ya caracterizados anteriormente ( $(\text{Cr}/\text{CrN})_{x8}$ ,  $(\text{CrN}/\text{TiN})_{x3}$ , CrN, TiAlN, TiN). De este punto en adelante nombraremos al sustrato nitrurado como PH, ya sea como sistema de estudio aislado o como parte de las estructuras dúplex.

La Tabla 5.3 muestra los resultados de caracterización cubriendo básicamente la medición de espesores y rugosidad promedio de los diferentes recubrimientos aplicados. Los resultados en los valores de espesor muestran un incremento del 10% mientras que los valores de rugosidad subieron alrededor de un 40%. De acuerdo a la experiencia del personal ITeE [5], a pesar de que los parámetros de deposición fueron los mismos, la geometría y superficie expuesta amplían el patrón de impacto a recubrir incrementando el valor de rugosidad promedio.



**Figura 5.20.** Fotografía de las muestras experimentales con sistema dúplex utilizadas para las pruebas de fatiga térmica: a) Cr/CrN<sub>x8</sub>, b) CrN/TiN<sub>x3</sub>, c) CrN, d) TiAlN, e) TiN, f) Nitrurada.

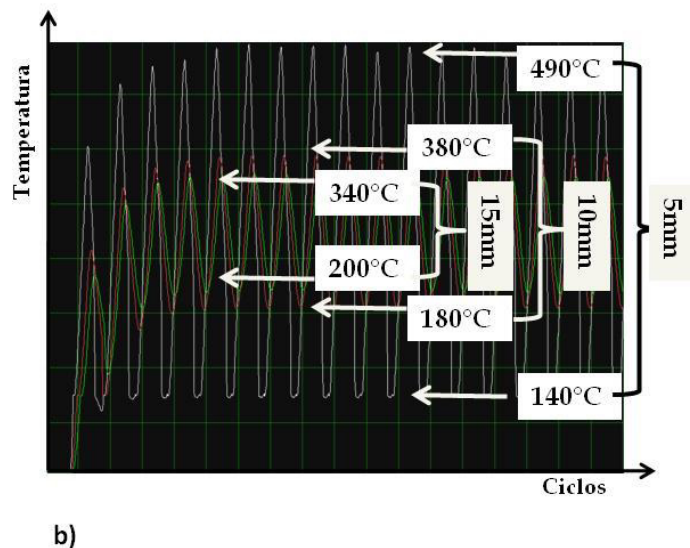
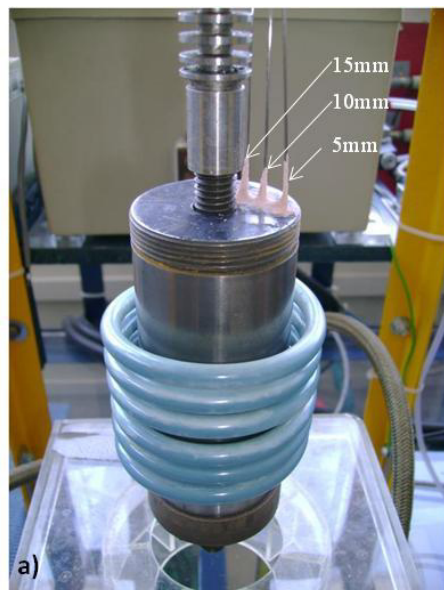
**Tabla 5.3.** Espesores y rugosidades promedio en recubrimientos de muestras experimentales

Recubrimiento	Espesor	Ra
	$\mu\text{m}$	$\mu\text{m}$
TiN	6.6	0.24
TiAlN	3.1	0.15
(CrN/TiN) <sub>x3</sub>	3.5	0.15
(Cr/CrN) <sub>x8</sub>	5.2	0.17
CrN	4.0	0.10

## 5.7 Resultados de ejecución de pruebas de fatiga térmica en muestras experimentales.

### 5.7.1 Pruebas previas a ensayos de fatiga térmica.

Las temperaturas mostradas en la gráfica (Figura 5.21b) representa solo las obtenidas mediante los termopares insertados. Es importante mencionar que la temperatura en la superficie (medida con pirómetro) en etapa de calentamiento es de 600C mientras que en enfriamiento cae hasta los 80C.



**Figura 5.21.** a) Muestra con termopares insertados en barrenos. b) Gráfica con perfil de temperaturas de muestra durante los ciclos térmicos.

## 5.8 Resultados de evaluación de la intensidad de fatiga térmica en los diferentes sistemas dúplex creados en muestras experimentales.

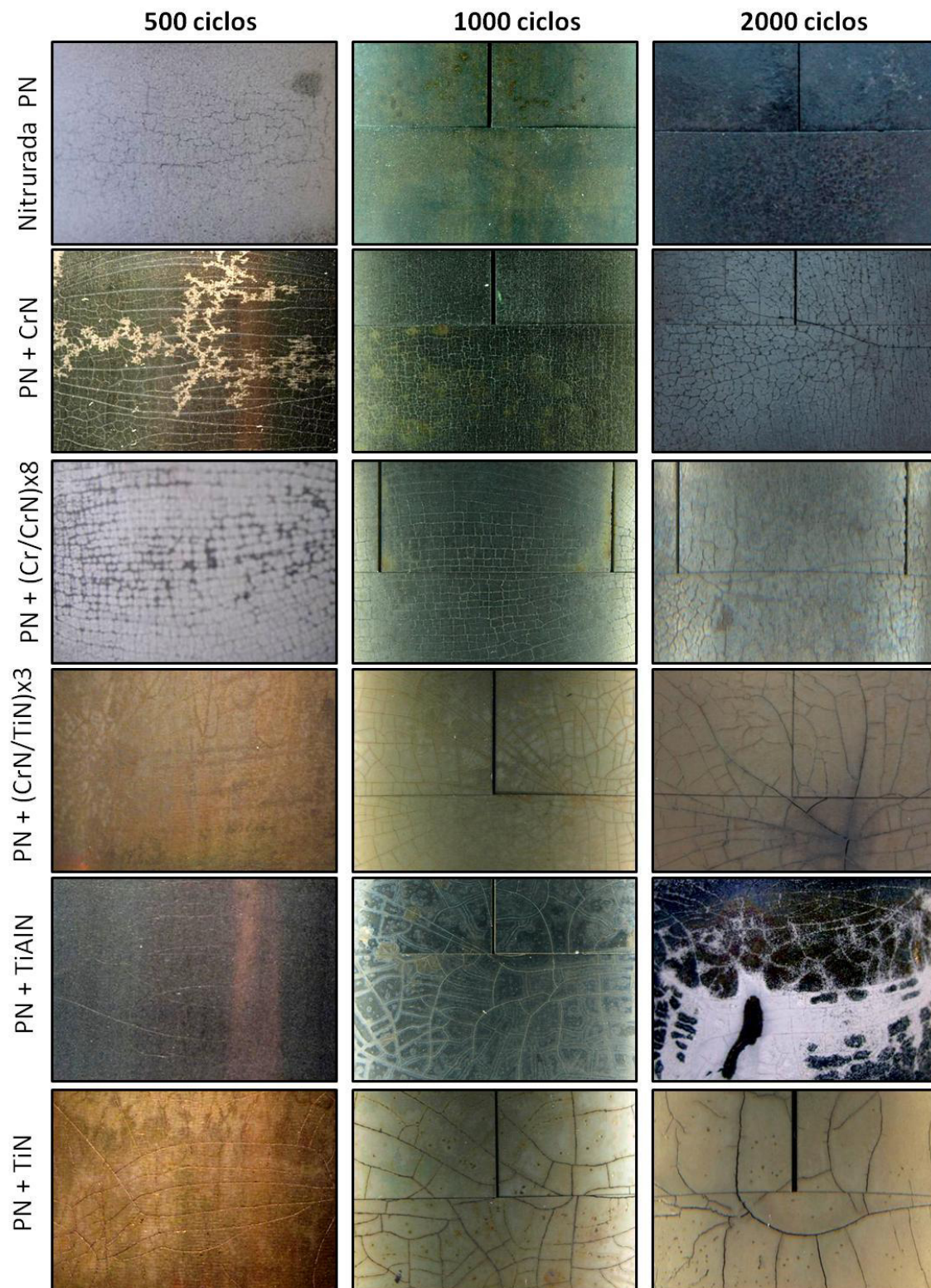
### 5.8.1 Análisis no destructivo.

La primera etapa de análisis de inspección visual sobre la superficie en cada sistema, revela la manifestación de grietas de acuerdo a lo expuesto en la siguiente tabla.

<b>Tabla 5.4</b> Número de ciclos vs aparición de grietas		
Sistema	Ciclos	Tipo de grieta
PN+(CrN/TiN) <sub>x3</sub>	5	Largas y horizontales
PN+(Cr/CrN) <sub>x8</sub>	10	Cuadrículaes pequeñas
PN+TiN	60	Largas y horizontales
PN+CrN	60	Cuadrículaes pequeñas
PN+TiAlN	120	Largas y horizontales
Nitrurado (PN)	200	Cuadrículaes pequeñas

La Tabla 5.4 muestra en orden ascendente el número de ciclos aproximados al cual aparecieron las primeras grietas en cada sistema durante la primera etapa de prueba. De acuerdo a esta información, los sistemas multicapas PN+(CrN/TiN)<sub>x3</sub> y PN+(Cr/CrN)<sub>x8</sub> registraron grietas de una forma muy prematura con 5 y 10 ciclos respectivamente, seguidos por los sistemas PN+TiN y PN+CrN, ambos con 60 ciclos y al final los sistemas PN+TiAlN y nitrurado (PN) registrando las primeras grietas a 120 y 200 ciclos respectivamente. La Figura 5.22 muestra macrográficas comparativas de la superficie de los seis sistemas después de 500, 1000 y 2000 ciclos, donde se aprecia el mecanismo de falla como sigue. El análisis, desde esta perspectiva, arroja dos patrones evidentes de agrietamiento. El primero, para los sistemas PN+TiN, PN+TiAlN y PN+(CrN/TiN)<sub>x3</sub>, donde se muestran grietas largas y unidireccionales a lo largo de la periferia, a las cuales con el incremento de ciclos, le siguieron pequeñas grietas entre ellas. El segundo patrón, para los sistemas nitrurado (PN), PN+CrN y PN+(Cr/CrN)<sub>x8</sub> donde pequeñas grietas se manifiestan en forma cuadrícula siguiendo direcciones verticales y horizontales en la superficie (característico de agrietamiento térmico). A continuación, para un mejor entendimiento del mecanismo de falla, se procedió a realizar un análisis destructivo y observar transversalmente desde la superficie el comportamiento del fenómeno a través de los ciclos de prueba.



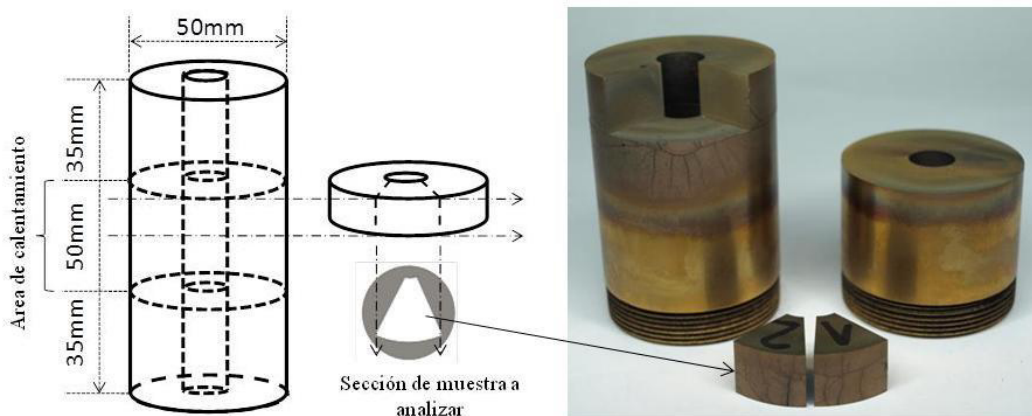


**Figura 5.22.** Macrografías de la superficie de los 6 sistemas después de las pruebas de fatiga térmica a 500, 1000 y 2000 ciclos. Algunas superficies muestran cortes de sección.

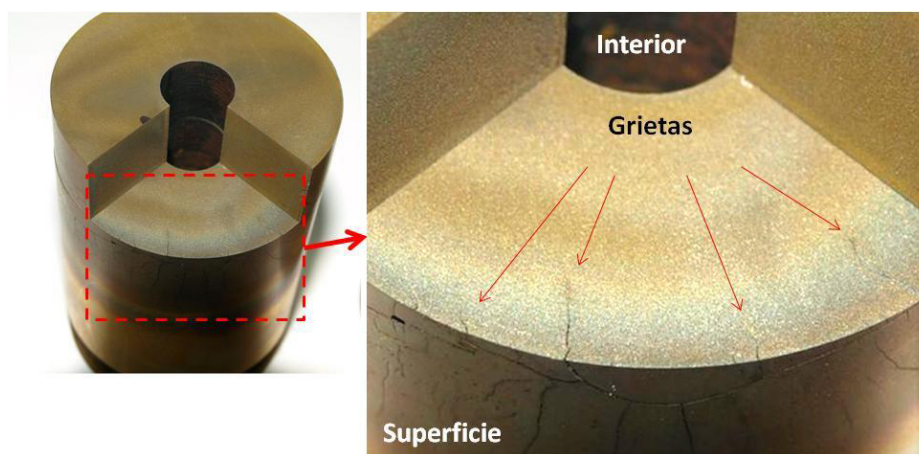
## 5.8.2 Análisis destructivo.

### 5.8.2.1 Preparación de muestras.

Para realizar el análisis y evaluación de la intensidad de agrietamiento térmico se procedió a seccionar la muestra. La Figura 5.23 muestra el esquema y fotografía de las secciones obtenidas (método de corte con electroerosión) para dicho estudio. La Figura 5.24 muestra un acercamiento del área de la cual se extrajo la sección de análisis (zona central de la pieza), la cara mostrada es la opuesta al área de análisis y es evidente, en este ejemplo (PN+TiN), la presencia de grietas superficiales.



**Figura 5.23.** Esquema de área de análisis de muestra y fotografía de muestra ya seccionada.



**Figura 5.24.** Ejemplo de muestra seccionada (PN+TiN), se aprecia la profundidad de las grietas en la superficie después de 2000 ciclos.

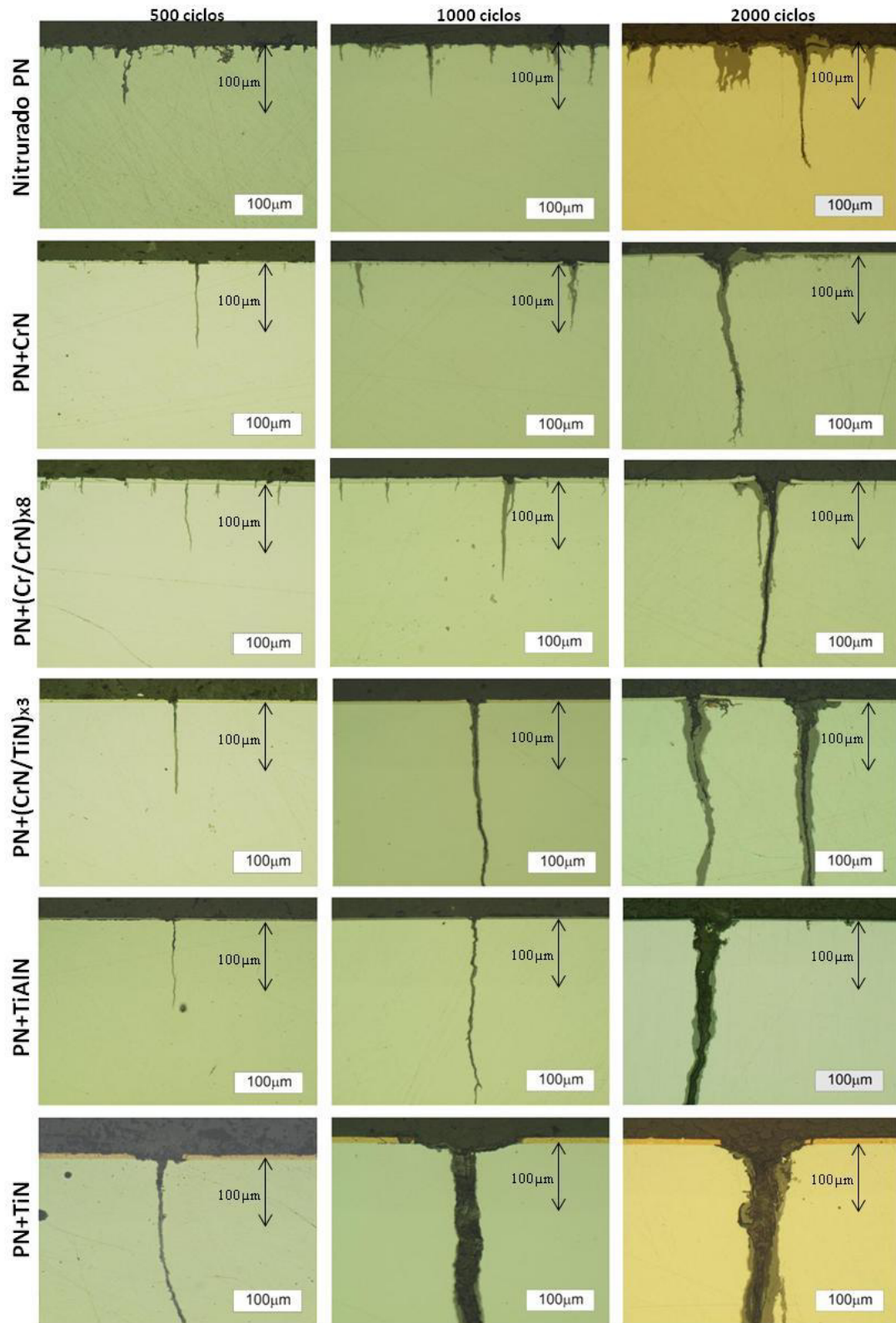
### 5.8.2.2 Análisis de falla de perfil de recubrimiento-substrato.

Para este estudio, se observó la microestructura en sección transversal donde la longitud de sección de arco superficial de análisis fue de 20mm (Figura 5.23) y en la cual se estudió lo siguiente:

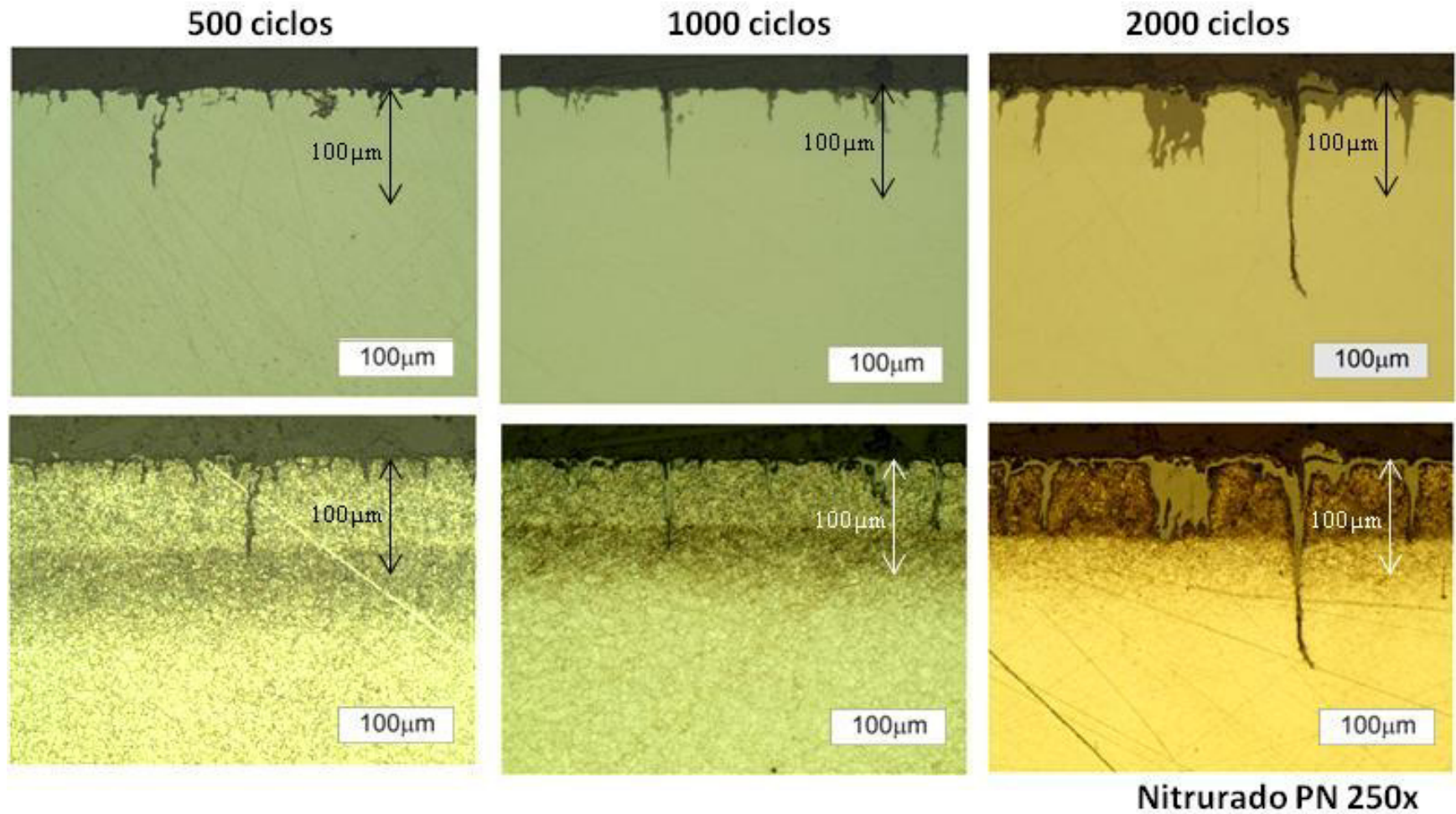
- Cantidad total de grietas por tamaño,
- Densidad de grietas,
- Profundidad promedio de grieta,
- Máxima profundidad de grieta.

Tres de los parámetros comúnmente considerados en el estudio del mecanismo de agrietamiento por ciclos térmicos son la profundidad promedio de grieta, profundidad máxima de grieta y densidad de grietas. Este último parámetro, algunos autores lo definen como la suma de longitud de grieta contabilizadas entre el área expuesta, mientras que otros lo manejan como número total de grietas dividido entre la longitud expuesta a los ciclos de fatiga. Para el presente trabajo será considerado bajo el segundo criterio.

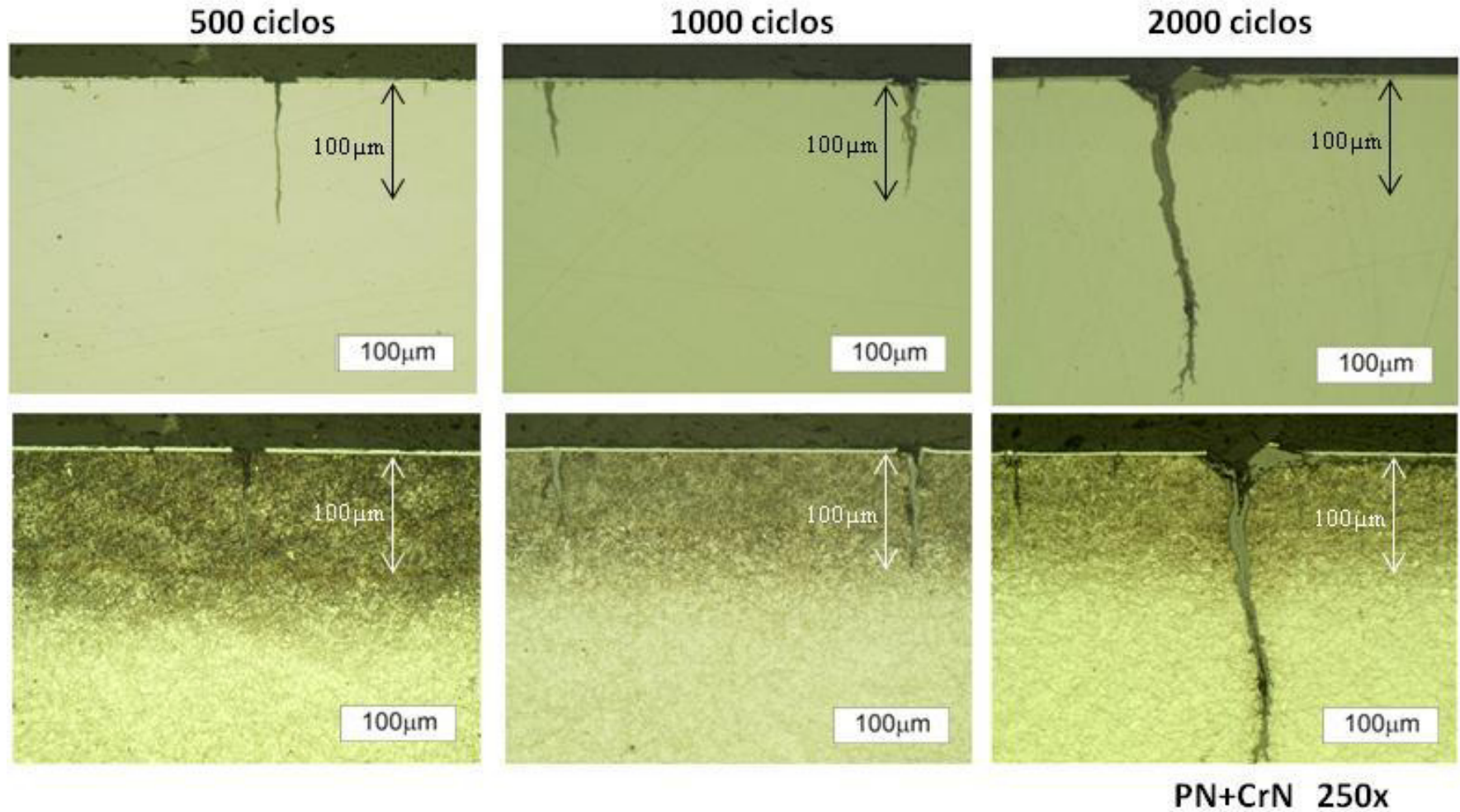
La Figura 5.25 muestra un comparativo de las microestructuras en sección transversal de los seis sistemas después de 500, 1000 y 2000 ciclos. Las Figuras 5.26 a 5.31 muestran las micrografías tomadas en cada sistema con y sin ataque (Nital al 4%) para cada etapa de estudio. En este arreglo es posible observar la evolución del mecanismo de falla a través de la acumulación de los ciclos térmicos así como sus diferencias en comportamiento de acuerdo a cada sistema. De manera general se observan dos comportamientos, el primero con incremento en la cantidad de grietas a través de la acumulación de los ciclos térmicos, mientras que el segundo solo con crecimiento en profundidad y ancho de las primeras grietas generadas. Para entender más claramente estos comportamientos y como parte del análisis metalográfico (Figuras 5.26-5.31), se llevó a cabo un conteo de grietas y se catalogaron de acuerdo a su profundidad en cada etapa (500, 1000 y 2000 ciclos), Tabla 5.5-1. Posteriormente con esta información se obtuvo la densidad de grietas, además de la profundidad promedio y profundidad máxima de grietas, Tabla 5.5-2.



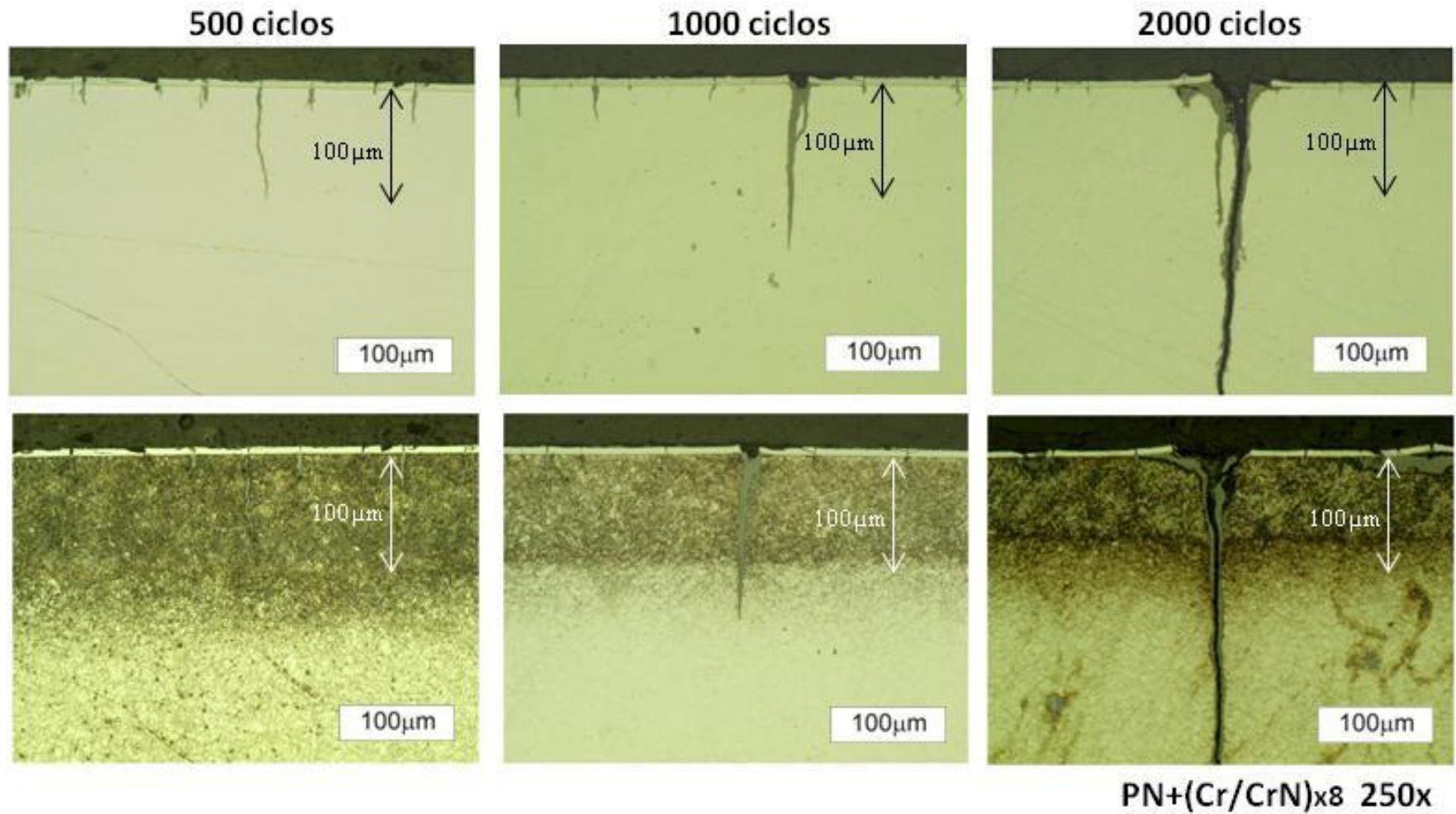
**Figura 5.25.** Comparativo de sección superficial de los 6 sistemas después de 500, 1000 y 2000 ciclos. Micrografías tomadas a una magnificación de 250X.



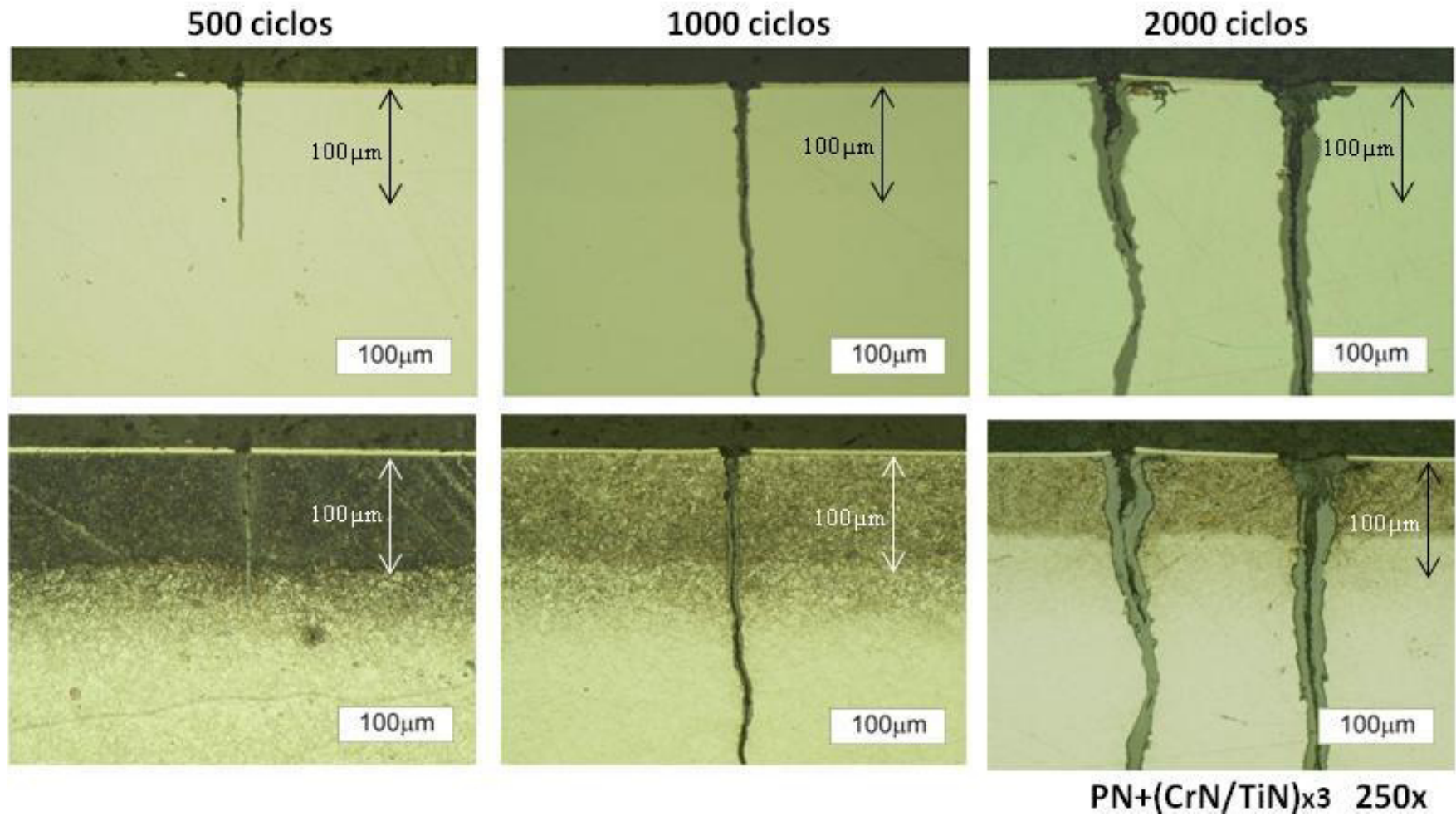
**Figura 5.26.** Comparativo de la sección superficial del sistema Nirurado (PN) después 500, 1000 y 2000 ciclos. Las imágenes inferiores muestran las mismas zonas con ataque de Nital al 4%. Micrografías tomadas a una magnificación de 250X.



**Figura 5.27.** Micrografías a una magnificación de 250x de la superficie del sistema PN+CrN después 500, 1000 y 2000 ciclos. Las imágenes inferiores muestran la microestructura con ataque (Nital 4%).

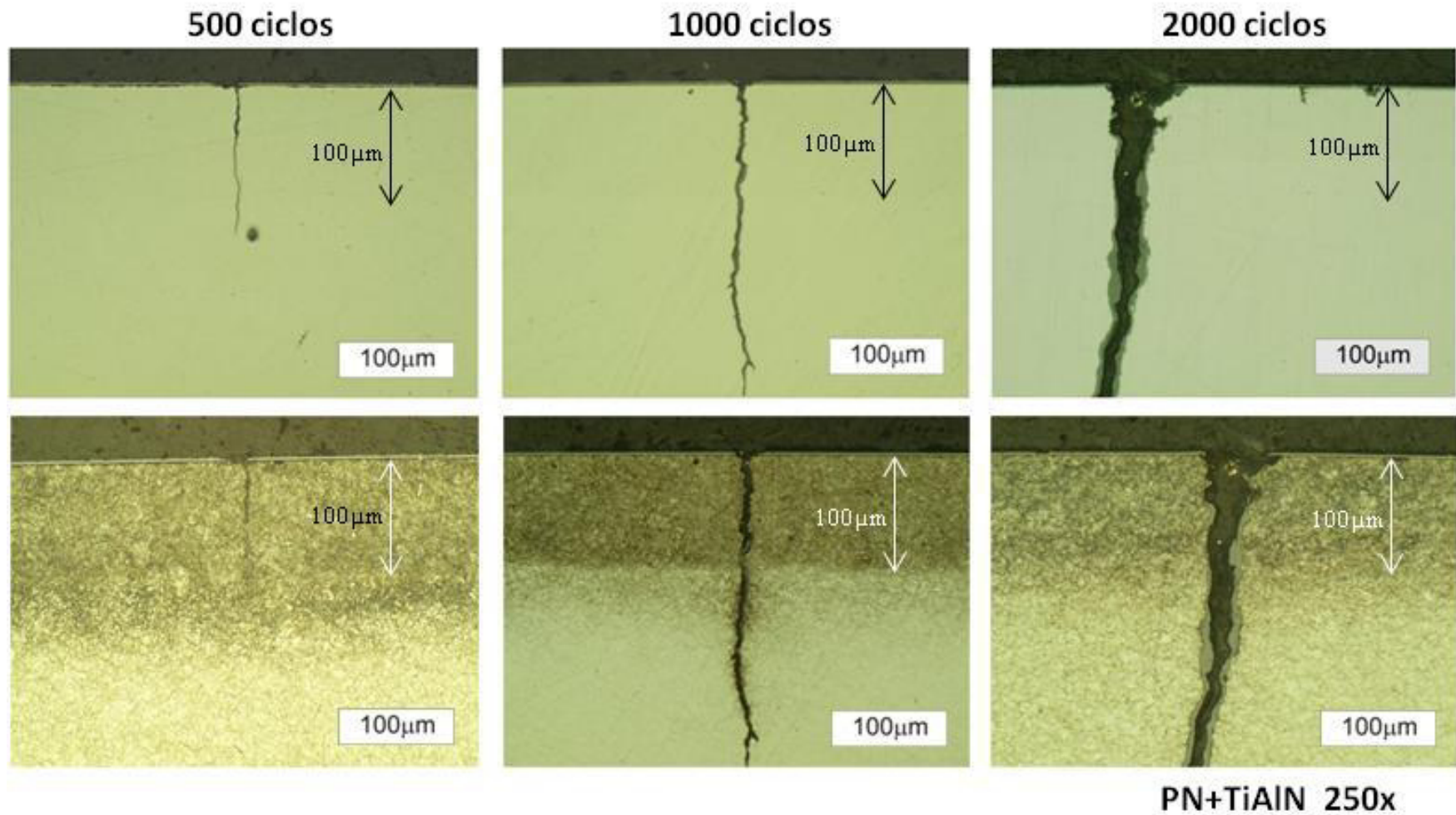


**Figura 5.28.** Micrografías a una magnificación de 250x de la superficie del sistema PN+(Cr/CrN)<sub>x8</sub> después 500, 1000 y 2000 ciclos. Las imágenes inferiores muestran la microestructura con ataque (Nital 4%).

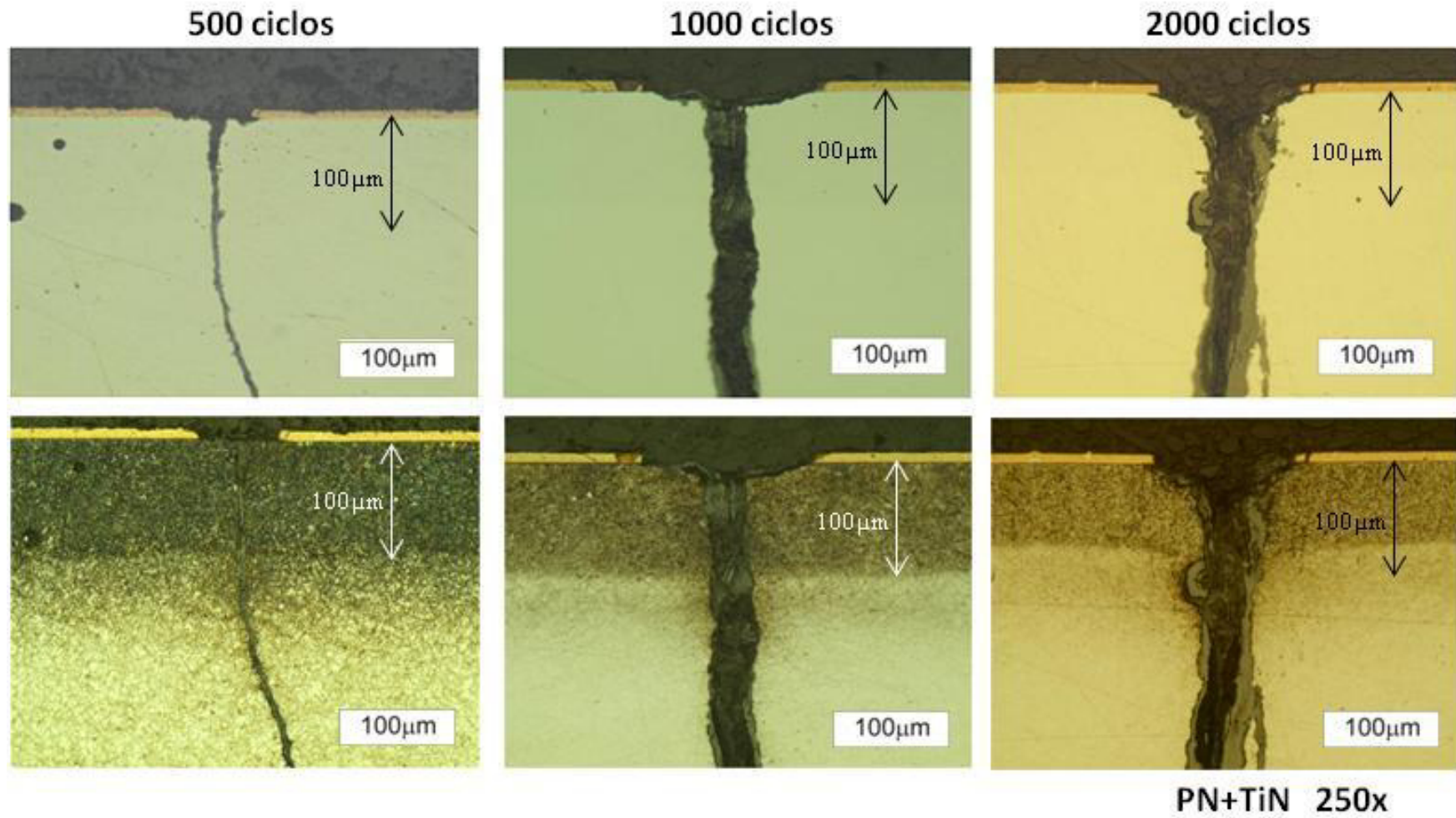


**Figura 5.29.** Micrografías a una magnificación de 250x de la superficie del sistema PN+(CrN/TiN)<sub>x3</sub> después 500, 1000 y 2000 ciclos. Las imágenes inferiores muestran la microestructura con ataque (Nital 4%).





**Figura 5.30.** Micrografías a una magnificación de 250x de la superficie del sistema PN+TiAlN después 500, 1000 y 2000 ciclos. Las imágenes inferiores muestran la microestructura con ataque (Nital 4%).



**Figura 5.31.** Micrografías a una magnificación de 250x de la superficie del sistema PN+TiN después 500, 1000 y 2000 ciclos. Las imágenes inferiores muestran la microestructura con ataque (Nital 4%).

**Tabla 5.5-1.** Cantidad de grietas de acuerdo a su profundidad obtenidas a 500, 1000 y 2000 ciclos.

	Nitruado (PN)			PN+CrN			PN+(Cr/CrN) <sub>x8</sub>			PN+TiAlN			PN+(CrN/TiN) <sub>x3</sub>			PN+TiN			
	Ciclos			Ciclos			Ciclos			Ciclos			Ciclos			Ciclos			
	500	1000	2000	500	1000	2000	500	1000	2000	500	1000	2000	500	1000	2000	500	1000	2000	
Prof. Grietas (μm)	Número de grietas			Número de grietas			Número de grietas			Número de grietas			Número de grietas			Número de grietas			
0-25	1236	855	175	573	575	356	709	425	312	0	7	0	0	0	0	0	0	0	0
25-100	14	210	185	0	76	36	0	35	65	2	1	11	0	1	4	2	1	0	0
100-300	0	10	28	27	18	18	41	32	19	6	5	7	18	13	4	0	5	0	0
300-500	0	0	1	0	0	7	0	0	5	0	1	0	0	8	2	4	1	0	0
500-1000	0	0	2	0	0	0	0	0	2	0	1	4	0	0	3	0	1	2	0
1000-2000	0	0	0	0	0	0	0	0	1	0	1	0	0	0	2	0	2	2	0
2000-4000	0	0	0	0	0	0	0	0	1	0	0	0	0	0	2	0	0	0	0
	1250	1075	391	600	669	417	750	492	405	8	16	22	18	22	17	6	10	4	0

**Tabla 5.5-2.** Grietas totales ( $\phi$ ), densidad de grietas ( $\rho$ ), profundidad promedio ( $lm$ ), profundidad máxima de grieta ( $Maxd$ ) y factor "piroc cracking" ( $\delta$ ) a 500, 1000 y 2000 ciclos

Sistemas	Nitruado (PN)			PN+CrN			PN+(Cr/CrN) <sub>x8</sub>			PN+TiAlN			PN+(CrN/TiN) <sub>x3</sub>			PN+TiN		
	500	1000	2000	500	1000	2000	500	1000	2000	500	1000	2000	500	1000	2000	500	1000	2000
$\phi$	1250	1075	391	600	669	417	750	492	405	8	16	22	18	22	17	6	10	4
$\rho$ (1/mm)	62.5	53.7	19.5	30	33.45	22.5	37.5	24.55	18.65	0.4	0.85	1.5	0.9	1.1	0.85	0.3	0.5	0.2
$\rho$ (1/μm)	0.0625	0.0537	0.0195	0.03	0.03345	0.0225	0.0375	0.02455	0.01865	0.0004	0.00085	0.0015	0.0009	0.0011	0.00085	0.0003	0.0005	0.0002
$lm$ (μm)	14	20.95	37.31	16.86	21.05	29.12	18.84	21.39	45.48	120.75	236	198	119.55	258	747.29	279.66	526.5	1234
$Maxd$ (μm)	90	165	740	160	190	504	160	205	2880	200	1248	1040	140	420	3880	440	2000	1920
$\delta$	79	186	538	81	134	330	113	108	2443	10	250	309	15	119	2465	37	527	474

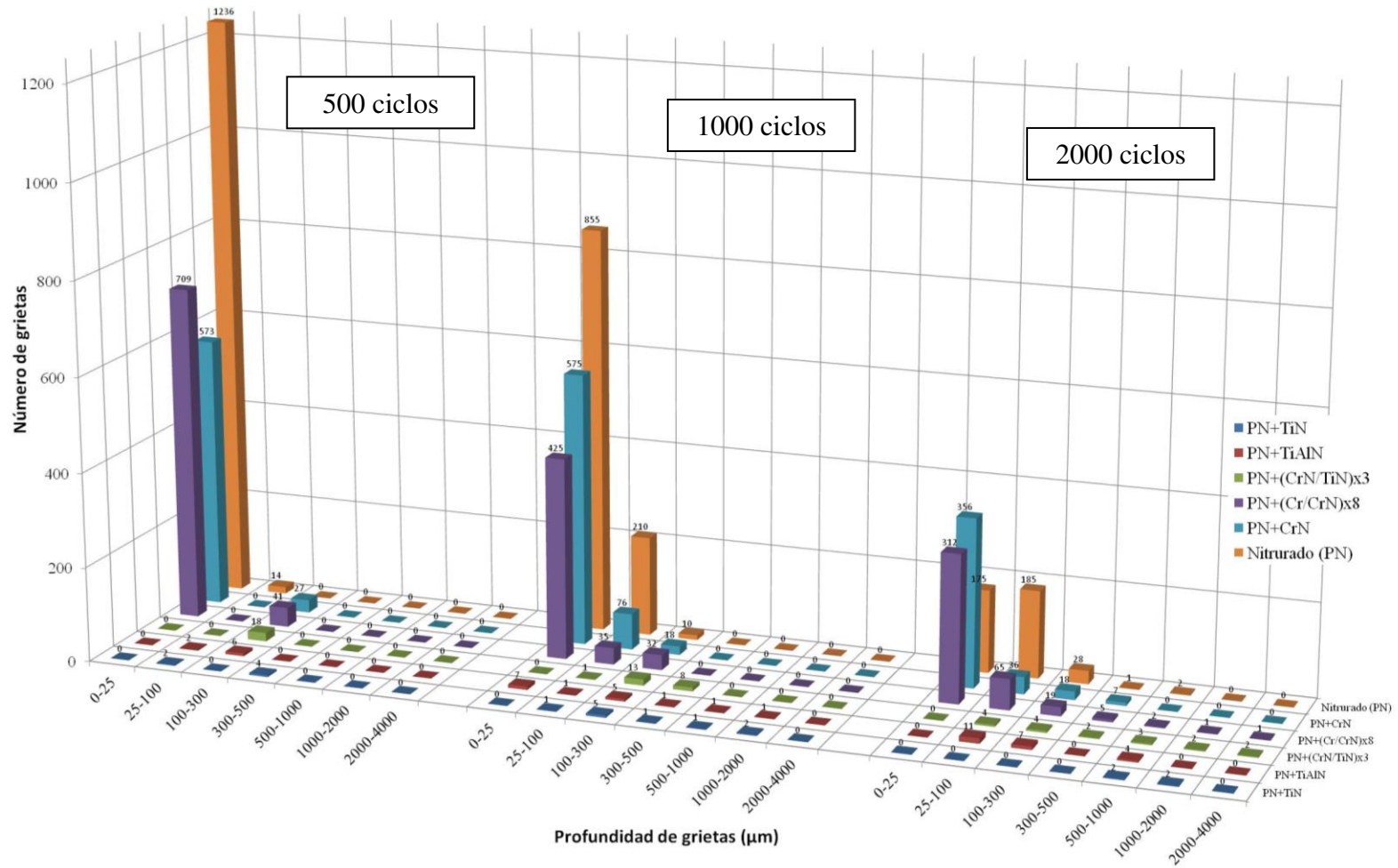
**Grietas totales ( $\phi$ )** para cada rango de ciclos

**Densidad de grietas ( $\rho$ )**=No. de grietas/unidad de longitud

**Longitud promedio de grieta ( $lm$ )**= suma de longitud de todas las grietas entre el número total de grietas, para cada rango de ciclos

**Máxima profundidad de grieta ( $Maxd$ )**

**Factor "Pirocracking" ( $\delta$ )**= multiplicación de tres parámetros previos,  $\rho \times lm \times Maxd$



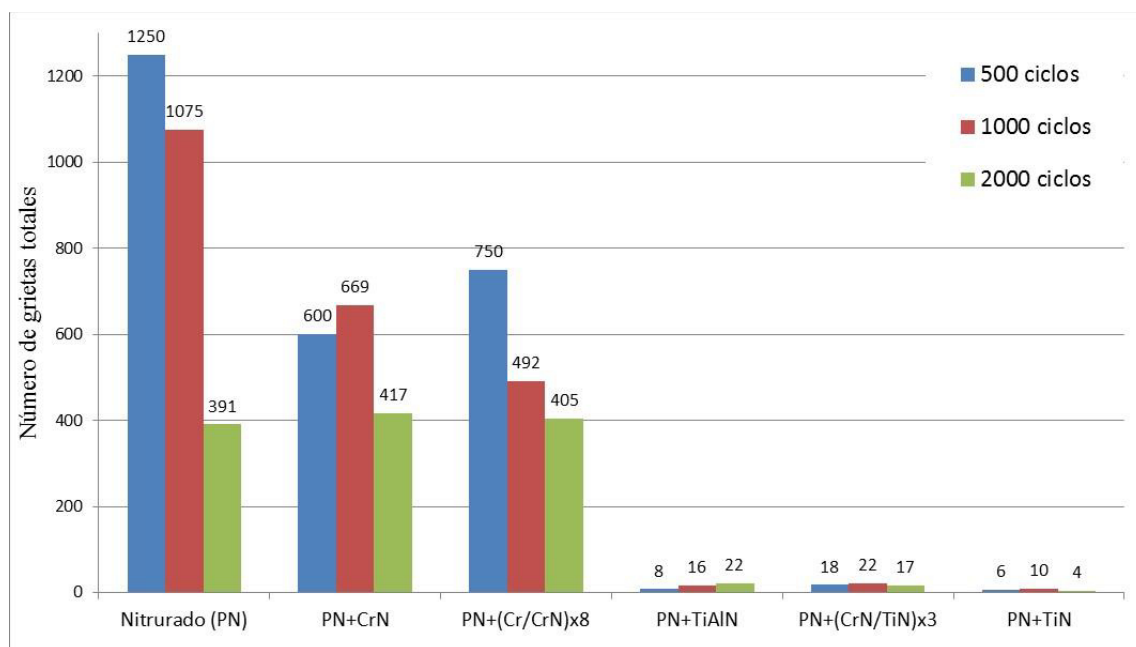
**Figura 5.32.** Gráfica mostrando una vista completa de los seis sistemas con la cantidad de grietas categorizadas de acuerdo a su profundidad a 500, 1000 y 2000 ciclos.

### 5.8.2.2.1 Cantidad de grietas totales.

La Tabla 5.5-1 muestra el registro del conteo de grietas vs tamaño en cada sistema después de 500, 1000 y 2000 ciclos. La Figura 5.32 muestra una gráfica con una vista completa de la cantidad de grietas por tamaño en cada etapa de prueba para cada sistema. Con esta información se graficó la cantidad total de grietas (Figura 5.33) por etapa en cada sistema.

Considerando la cantidad total de grietas por cada etapa de estudio, podríamos formar dos grupos, donde el primero estaría integrado por los sistemas nitrurado (PN), PN+CrN y PN+(Cr/CrN)<sub>x8</sub> que presentan una alta cantidad de grietas totales, mientras que el segundo grupo, formado por PN+(CrN/TiN)<sub>x3</sub>, PN+TiAlN y PN+TiN, con una baja cantidad.

Ciclos	Nitrurado (PN)	PN+CrN	PN+(Cr/CrN) <sub>x8</sub>	PN+TiAlN	PN+(CrN/TiN) <sub>x3</sub>	PN+TiN
500	1250	600	750	8	18	6
1000	1075	669	492	16	22	10
2000	391	417	405	22	17	4



**Figura 5.33.** Gráfica que muestra la cantidad total de grietas a 500, 1000 y 2000 ciclos en cada uno de los sistemas analizados.

Por otro lado, en el primer grupo se observa, que a través de la acumulación de ciclos térmicos, el número de grietas se reduce y curiosamente el número total de grietas, para estos tres sistemas, es similar después de 2000 ciclos (Tabla 5.6). Para el segundo grupo, la cantidad de grietas iniciales, a través de la acumulación de ciclos, se ven poco afectada y se mantienen aproximadamente estable en valores muy cercanos. De este segundo grupo, el sistema PN+TiAlN, presenta un incremento en la cantidad de grietas pero es poco notorio.

Respecto al primer grupo ((PN), PN+(Cr/CrN)<sub>x8</sub> y PN+CrN), además, se observa que después de los primeros 500 ciclos de prueba, el sistema con superficie nitrurada (PN), es el que muestra la mayor cantidad de grietas de entre los tres sistemas (Tabla 5.6). Sin embargo al final de la tercer etapa de prueba (2000 ciclos), después de la reducción en el número de grietas, el sistema PN+CrN termina con una cantidad ligeramente más alta de entre los tres sistemas, esto es aproximadamente un 6% más que el sistema de superficie nitrurada (PN) y un 3% por arriba del sistema PN+(Cr/CrN)<sub>x8</sub> (Tabla 5.6). Así mismo, el sistema nitrurado (PN), es el que muestra la mayor reducción de cantidad de grietas después de 2000 ciclos, con un 70%, seguido del sistema PN+(Cr/CrN)<sub>x8</sub> con 46% y el sistema PN+CrN con el 31%. Es importante señalar que los porcentajes de reducción son contra los valores de cada sistema, comparando los resultados de 2000 vs 500 ciclos.

Ahora bien cabe mencionar que la cantidad de grietas es un factor significativo dentro de la intensidad de fatiga térmica, sin embargo puede ser considerado no más crítico que la profundidad de grieta, parámetro que termina jugando el rol más importante para suponer un daño catastrófico dentro de un sistema. A continuación se realiza el análisis de densidad, profundidad promedio y profundidad máxima de grieta.

### 5.8.2.2.2 Densidad y longitud de grietas.

Tabla 5.7. Longitud promedio de grieta $lm$ ( $\mu\text{m}$ )						
Ciclos	PN	PN+CrN	PN+(Cr/CrN) <sub>x8</sub>	PN+TiAlN	PN+(CrN/TiN) <sub>x3</sub>	PN+TiN
500	14	16.86	18.84	120.75	119.55	279.66
1000	20.95	21.05	21.39	236	258	526.5
2000	37.31	29.12	45.48	198	747.29	1234

Tabla 5.8. Densidad de grietas $\rho$ (1/mm)						
Ciclos	PN	PN+CrN	PN+(Cr/CrN) <sub>x8</sub>	PN+TiAlN	PN+(CrN/TiN) <sub>x3</sub>	PN+TiN
500	62.5	30	37.5	0.4	0.9	0.3
1000	53.7	33.45	24.55	0.85	1.1	0.5
2000	19.5	22.5	18.65	1.5	0.85	0.2

Basado en el análisis de longitud promedio y densidad de grieta (Tabla 5.7 y 5.8), las estructuras dúplex pueden ser divididas de nuevo en dos grupos.

El primero de ellos, constituye una estructura en la que domina una gran cantidad de grietas pequeñas con longitud promedio menor a  $50\mu\text{m}$  ( $lm < 50\mu\text{m}$ ), Figura 5.34. Dentro de este grupo están de nuevo el sistema Nitruado (PN), PN+CrN y PN+(Cr/CrN)<sub>x8</sub>. En el segundo grupo se presentan estructuras en las que existen grietas individuales con una longitud promedio mayor a  $120\mu\text{m}$  ( $lm > 120\mu\text{m}$ ), Figura 5.34, los sistemas PN+TiN, PN+TiAlN y PN+(CrN/TiN)<sub>x3</sub> entran a este grupo. Se aprecia que una vez más los sistemas se agrupan de igual forma.

Una comparación de los valores de densidad de grietas ( $\rho$ ) y longitud promedio de grietas ( $lm$ ) examinadas después de los ciclos de prueba, revelan varios mecanismos de generación y propagación de grietas como sigue.

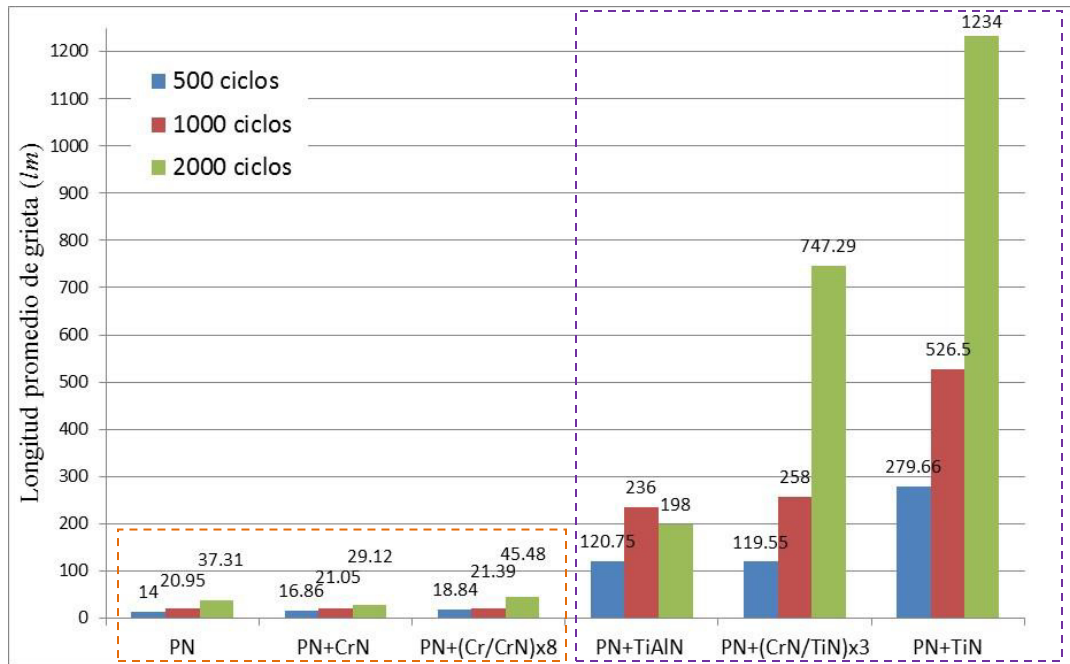


Figura 5.34. Gráfica que muestra el comportamiento de longitud promedio de grieta después de 500, 1000 y 2000 ciclos de fatiga en los seis sistemas analizados. Los sistemas Nitrurado (PN), PN+CrN y PN+(Cr/CrN)<sub>x8</sub>, recuadro rojo, muestran baja longitud promedio de grieta mientras que los sistemas PN+TiN, PN+TiAlN y PN+(CrN/TiN)<sub>x3</sub>, recuadro azul, valores altos.

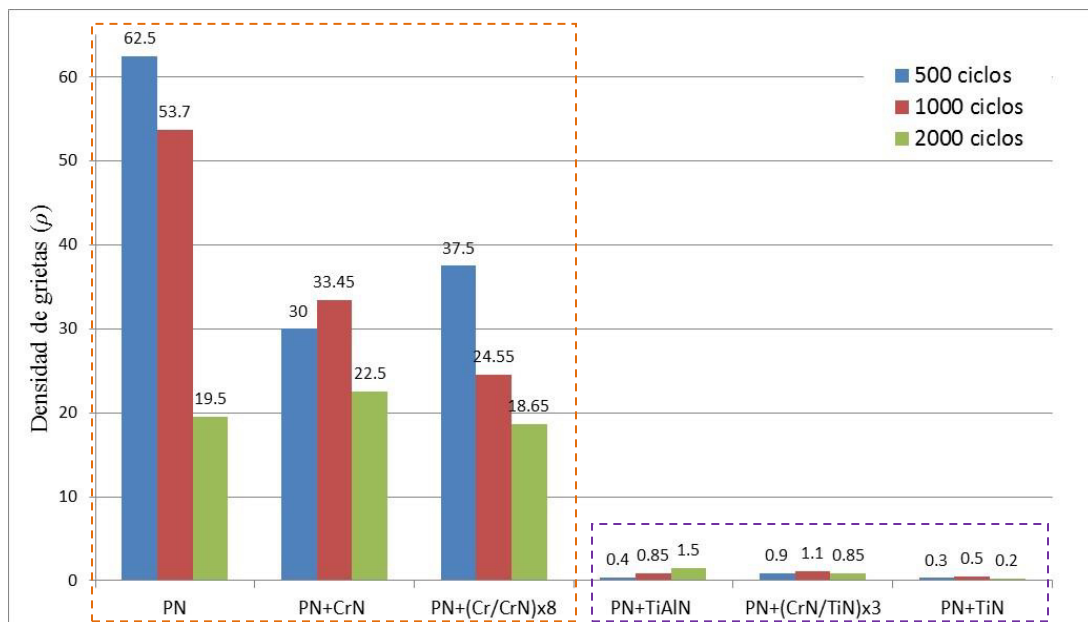


Figura 5.35. Gráfica que muestra la densidad de grietas después de 500, 1000 y 2000 ciclos de fatiga en los seis sistemas analizados. Los sistemas Nitrurado (PN), PN+CrN y PN+(Cr/CrN)<sub>x8</sub>, recuadro rojo, muestran alta densidad de grieta mientras que los sistemas PN+TiN, PN+TiAlN y PN+(CrN/TiN)<sub>x3</sub>, recuadro azul, valores bajos.

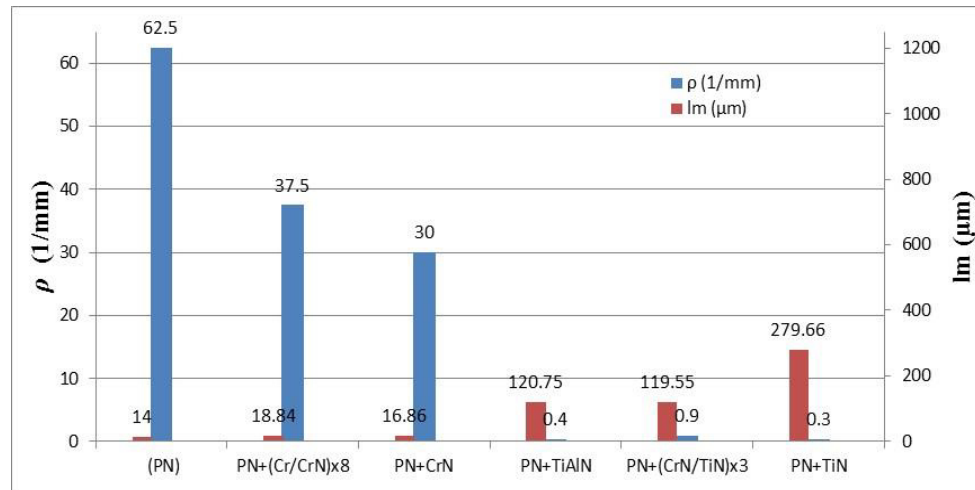


Para el caso de los sistemas del primer grupo (PN, PN+CrN y PN+(Cr/CrN)<sub>x8</sub>), donde  $lm < 50\mu\text{m}$ , se observa que de acuerdo a la acumulación de ciclos de fatiga térmica disminuye la densidad de grietas ( $p_{2000} < p_{500}$ ) Figura 5.35, mientras que la longitud promedio de grietas aumenta ( $lm_{2000} > lm_{500}$ ) Figura 5.34. Esto podría significar que, a través de los ciclos térmicos, algunas grietas crecen a través de la estructura y se unen entre sí (coalescencia de grietas), lo que provoca una reducción en la densidad de grietas ( $p$ ). En estos tres sistemas, es notorio que la mayoría de las grietas se encuentran en la capa nitrurada.

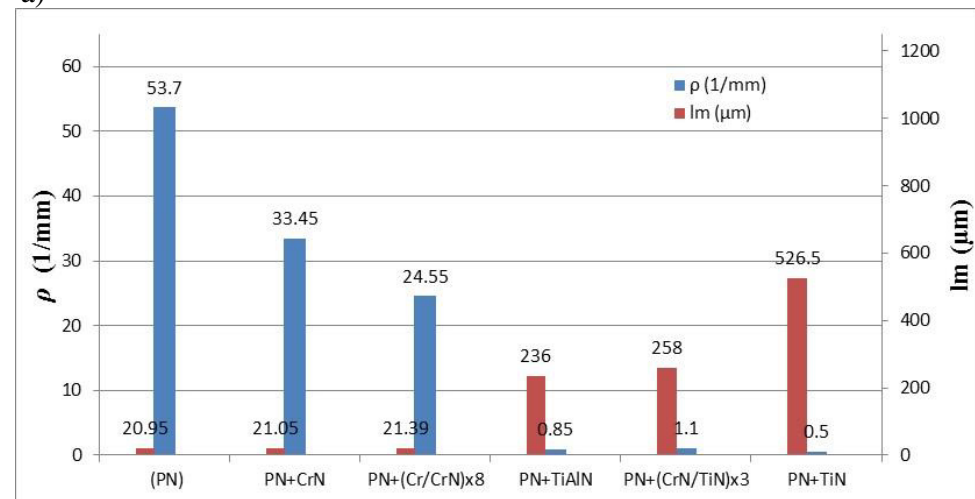
Por otro lado, la densidad de grietas presentes a 500 y 1000 ciclos se encuentra similar en las muestras con estructura dúplex PN+CrN y PN+(Cr/CrN)<sub>x8</sub>. En la muestra sólo con superficie nitrurada, a 1000 ciclos, se encontraron valores de densidad de grietas ligeramente más altos, esto puede ser atribuido a que pareciera existir una pérdida superficial de material del sustrato, generando un efecto con mayor cantidad de grietas pequeñas en la capa más superficial.

Para el grupo de sistemas con  $lm > 120\mu\text{m}$ , tales son PN+TiN, PN+TiAlN y PN+(CrN/TiN)<sub>x3</sub>, la densidad de grietas ( $p$ ) prácticamente se mantiene constante a través de los ciclos de fatiga térmica ( $p_{2000} = p_{500}$ ), Figura 5.35, mientras que la longitud promedio de grieta aumenta precipitadamente ( $lm_{2000} > lm_{500}$ ), Figura 5.34. Esto significa que, durante el proceso de fatiga térmica, prácticamente no se generan nuevas grietas. Toda la energía de fractura se centra en las grietas existentes, que conducen a su propagación intensiva a profundidad en el material, Figura 5.36.

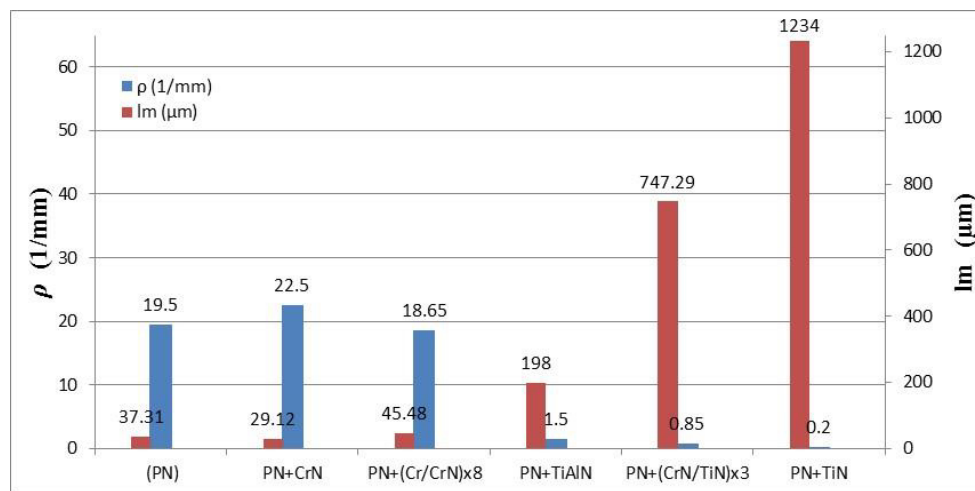
La Figura 5.37 muestra las gráficas de cada sistema con la tendencia del comportamiento de los parámetros antes explicados ( $p$  y  $lm$ ) a través de las etapas de prueba (500, 1000 y 2000 ciclos).



a)

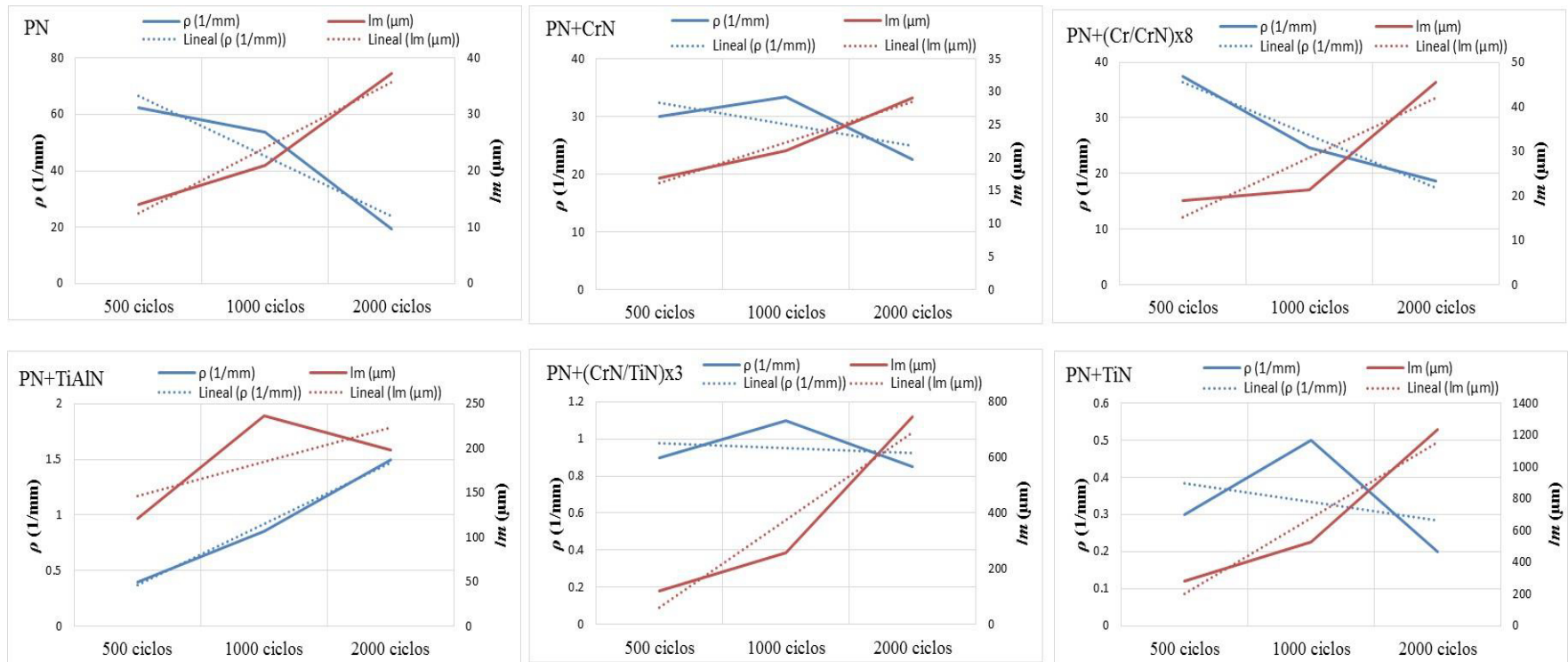


b)



c)

Figura 5.36. Graficas que muestra los valores de densidad de grietas ( $\rho$ ) y profundidad promedio ( $l_m$ ) después de: a) 500. b) 1000 y c) 2000 ciclos de fatiga en los seis sistemas analizados.



**Figura 5.37.** Grafica que muestra la tendencia de los parámetros de densidad de grietas ( $\rho$ ) y profundidad promedio ( $l_m$ ) a 500, 1000 y 2000 ciclos en cada sistema.

### 5.8.2.2.3 Profundidad máxima de grieta

Tabla 5.9. Profundidad máxima de grieta $Maxd$ ( $\mu\text{m}$ )						
Ciclos	PN+CrN	PN	PN+TiAlN	PN+TiN	PN+(Cr/CrN) <sub>x8</sub>	PN+(CrN/TiN) <sub>x3</sub>
500	160	90	200	440	160	140
1000	190	165	1248	2000	205	420
2000	504	740	1040	1920	2880	3880

El parámetro de profundidad promedio de grieta ( $lm$ ) considera la suma de longitud de todas las grietas cuantificadas entre el número total de grietas. Si la mayoría de las grietas están por abajo de una medida considerada no crítica, para alguna aplicación en particular, es evidente que para este parámetro, pudiera no ser claro si tuviésemos una profundidad de grieta que no fuera permitida o pudiera generar riesgo. Por ejemplo, si consideramos que en un herramental, la remoción de material es de  $1000\mu\text{m}$  (1mm), se estaría discutiendo que grietas arriba de ese valor no son deseables. Esto debido al hecho de que si las grietas no se eliminan en el proceso de maquinado, su propagación continua a través de los ciclos de fatiga.

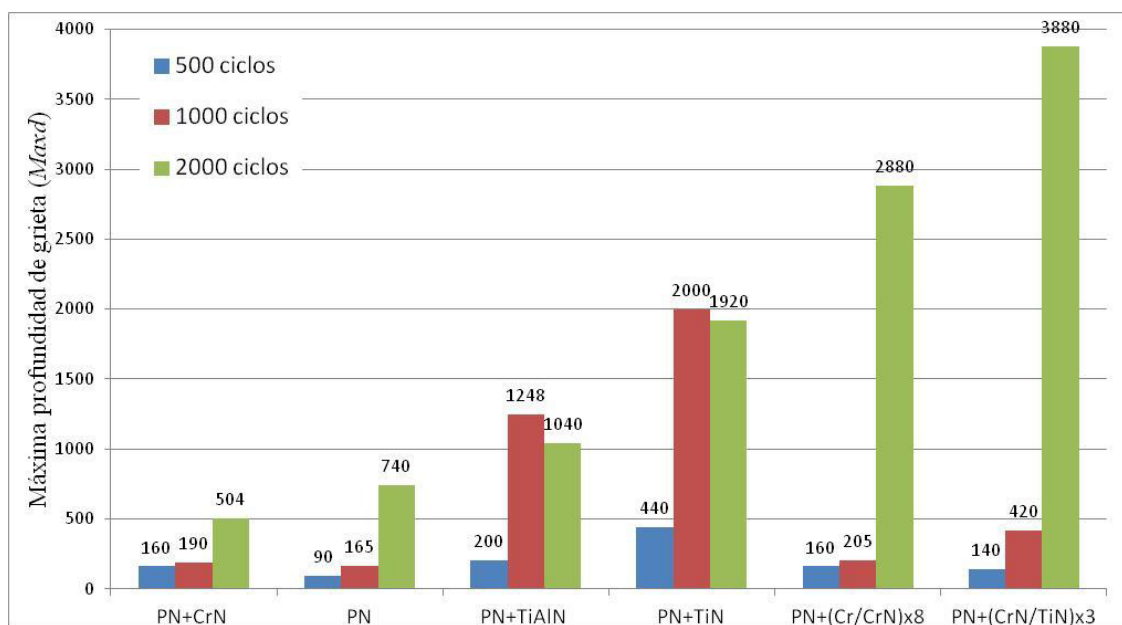
Para este fin, se realizó un análisis de la profundidad máxima de grieta ( $Maxd$ ) para de esta forma poder completar la evaluación de las estructuras comprometidas en el presente trabajo.

Hasta este punto de análisis se ha considerado de manera general dos grupos de sistemas de acuerdo a su comportamiento en densidad de grietas ( $\rho$ ) y profundidad promedio de grietas ( $lm$ ). Recordando así, el primero grupo, constituye una estructura en la que domina una gran cantidad de grietas pequeñas con longitud promedio menor a  $50\mu\text{m}$  (nitruado (PN), PN+CrN y PN+(Cr/CrN)<sub>x8</sub>). En el segundo grupo se presentan estructuras en las que existen grietas individuales con una longitud promedio mayor a  $120\mu\text{m}$  (PN+TiN, PN+TiAlN y PN+(CrN/TiN)<sub>x3</sub>).

Ahora bien, incluyendo el parámetro de profundidad máxima de grieta, definitivamente encontraremos que el segundo grupo, con recubrimientos base Ti,

aunque presenta muy pocas grietas (baja densidad), tienen profundidades máximas de entre 1000 hasta 4000 $\mu\text{m}$ .

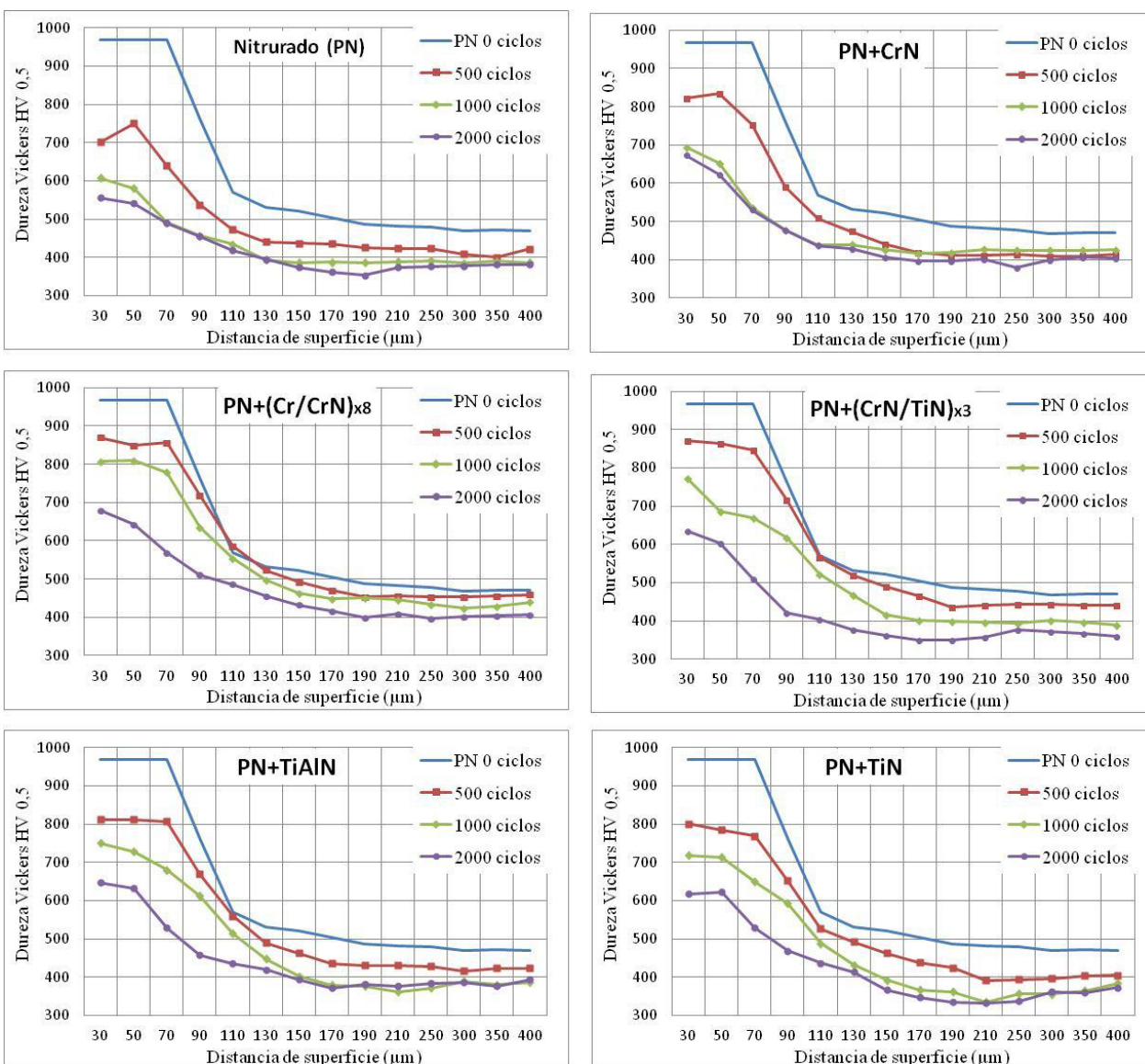
El sistema  $\text{PN}+(\text{Cr}/\text{CrN})_{\text{x}8}$  del primer grupo, muestra la menor cantidad de grietas y una profundidad promedio ( $lm$ ) similar a las otras dos estructuras (nitruado (PN),  $\text{PN}+\text{CrN}$ ) de ese grupo dentro de los primeros 1000 ciclos. Sin embargo durante la tercer etapa de prueba (últimos 1000 ciclos) este sistema, sufre un brusco incremento en sus valores de profundidades máxima de grietas ( $Maxd$ ) con valores cercanos a las 3000 $\mu\text{m}$ , siguiendo al sistema  $\text{PN}+(\text{CrN}/\text{TiN})_{\text{x}3}$  con las grietas más profundas desarrolladas de entre todos los sistemas analizados, Tabla 5.9, Figura 5.40. Cabe mencionar que a pesar de que el sistema  $\text{PN}+(\text{Cr}/\text{CrN})_{\text{x}8}$  muestra valores de longitud promedio de grieta ( $lm$ ) por abajo del segundo grupo de estructuras base Ti, termina siendo el segundo sistema con uno de los valores más altos de profundidad máxima de grieta ( $Maxd$ ).



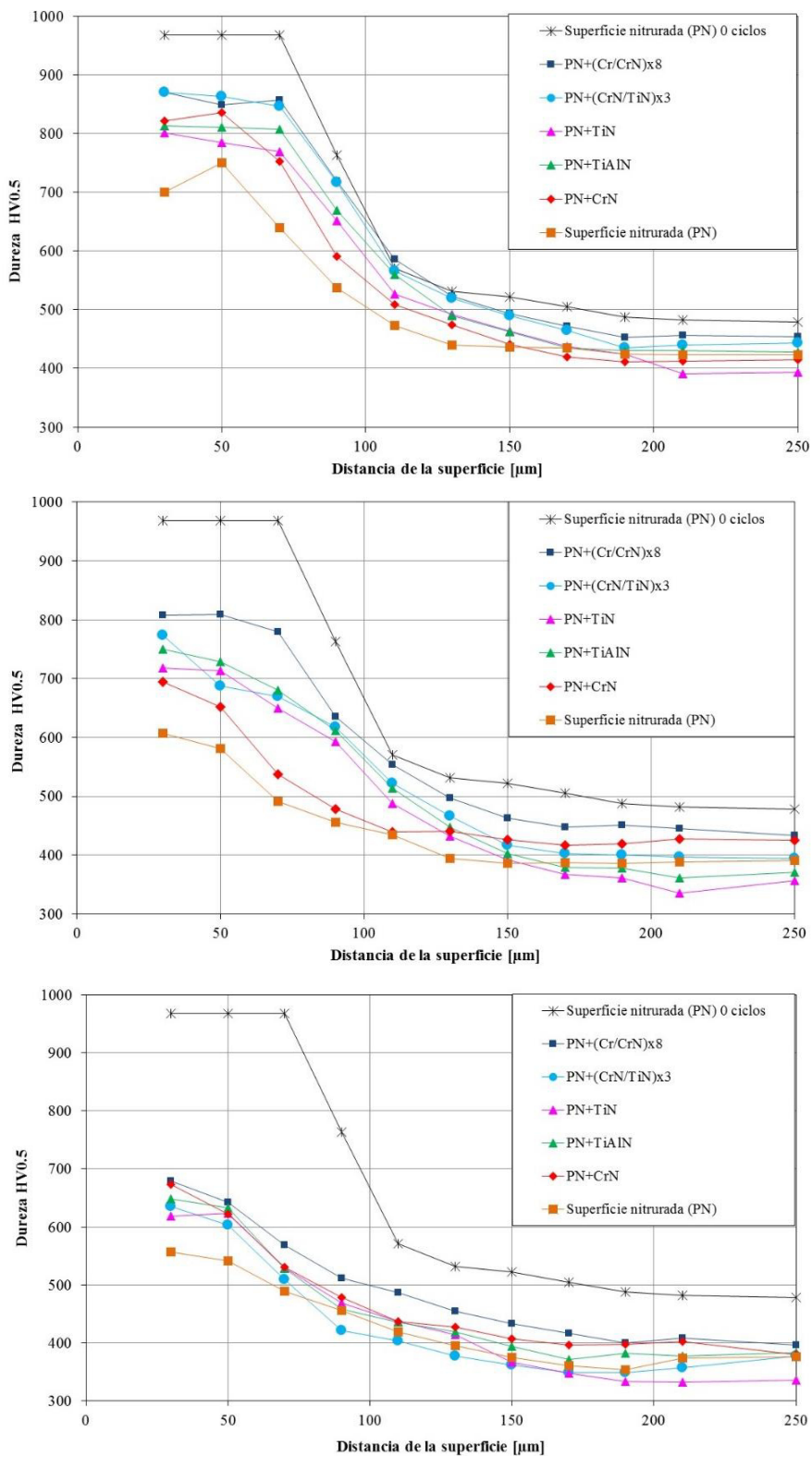
**Figura 5.40.** Grafica que muestra los valores de profundidad máxima de grieta a 500, 1000 y 2000 ciclos de fatiga en los 6 sistemas analizados.

### 5.8.2.3 Análisis de dureza.

En esta sección se muestran los resultados obtenidos del perfil de durezas transversal a la superficie hasta una profundidad de 400 $\mu$ m. La Figura 5.41 muestra el trazo de los perfiles de cada sistema a 500, 1000 y 2000 ciclos, con la finalidad de ver el comportamiento a través de los ciclos. Posteriormente se graficaron los valores de los seis sistemas juntos a 500, 1000 y 2000 ciclos con la finalidad de comparar los valores y tendencias entre ellos, Figura 5.42. En ambos casos se realizó una comparación contra el perfil de una superficie nitrurada de referencia a 0 ciclos.



**Figura 5.41.** Valores de durezas en la capa nitrurada de cada sistema después de 500, 1000 y 2000 ciclos.



**Figura 5.42.** Distribuciones de durezas en la capa nitrurada después de a) 500, b) 1000 y c) 2000 ciclos.

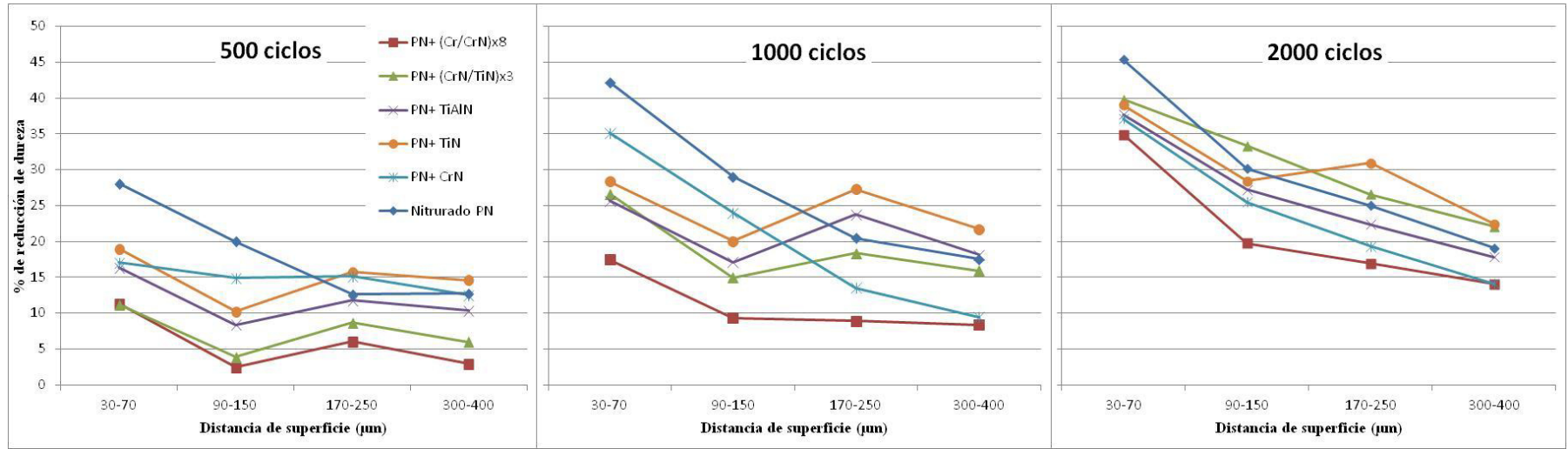
### 5.8.2.3.1 Durezas después de 500 ciclos.

Hasta  $70\mu\text{m}$  de la superficie los sistemas  $\text{PN}+(\text{Cr}/\text{CrN})_{\times 8}$  y  $\text{PN}+(\text{CrN}/\text{TiN})_{\times 3}$  mantienen valores  $>850\text{HV}$ , la caída de durezas de ambos en profundidad sigue una tendencia y valores muy similares. Le siguen los sistemas  $\text{PN}+\text{TiAlN}$ ,  $\text{PN}+\text{CrN}$  y  $\text{PN}+\text{TiN}$ , con valores  $>750$  y  $<850$ , con tendencia de caída similar, siendo el sistema  $\text{PN}+\text{TiAlN}$  el que presenta una curva con valores de dureza mayor de los tres. A profundidades mayores de  $50\mu\text{m}$ , el sistema  $\text{PN}+\text{CrN}$  muestra una curva formada por valores, en la mayoría, por debajo de todos los sistemas dúplex. Sin embargo, a  $200\mu\text{m}$  de profundidad, el sistema  $\text{PN}+\text{TiN}$ , presenta valores más bajos ( $390\text{HV}$ ) de los seis sistemas analizados. El sustrato nitrurado (PN) muestra los valores más bajos de dureza hasta  $70\mu\text{m}$  de profundidad ( $>630$  y  $<750\text{HV}$ ), después a  $120\mu\text{m}$  se mantiene por arriba del sistema  $\text{PN}+\text{CrN}$  y  $\text{PN}+\text{TiN}$ , Figura 5.41 y 5.42a.

Se realizó un análisis en los valores de dureza para convertirlos a porcentajes de reducción de dureza y de esta forma observar que tanto se ve afectado cada sistema y como son los cambios en profundidad, Figura 5.43. Considerando que a través de la acumulación de ciclos los valores de dureza caen, el porcentaje de reducción de dureza se incrementará en mayor o menos grado de acuerdo a la caída de dureza de cada sistema.

Después de 500 ciclos se encontró que hasta una profundidad de  $150\mu\text{m}$ , el sistema nitrurado (PN) presenta la mayor reducción de dureza de los seis sistemas con un 28%. Le siguen los sistemas  $\text{PN}+\text{CrN}$ ,  $\text{PN}+\text{TiN}$ ,  $\text{PN}+\text{TiAlN}$  con reducciones de entre el 16 y 19%. Los sistemas  $\text{PN}+(\text{Cr}/\text{CrN})_{\times 8}$  y  $\text{PN}+(\text{CrN}/\text{TiN})_{\times 3}$  son los que muestran el porcentaje de reducción de dureza más bajo con el 11%. Se puede observar que a mayor profundidad el porcentaje de reducción de dureza disminuye en todos los sistemas, sin embargo en el sistema con  $\text{PN}+\text{CrN}$ , se observan valores de reducción muy similares en todos los puntos de profundidad. El sustrato del sistema  $\text{PN}+\text{TiN}$  después de  $170\mu\text{m}$  de profundidad muestra el porcentaje mayor de reducción de dureza incluso mayor al de la superficie solo nitrurada PN, Figura 5.43a.





a)

b)

c)

**Figura 5.43.** Graficas de porcentaje de reducción de dureza en los substratos nitruados de los seis sistemas analizados a a)500, b)1000 y c)2000 ciclos.

Tabla 5.10. % reducción de dureza en zona nitruada a 500 ciclos						
Dist. Sup. [µm]	(Cr/CrN) <sub>x8</sub>	(CrN/TiN) <sub>x3</sub>	TiAlN	TiN	CrN	PN
30-70	11	11	16	19	17	28
90-150	2	4	8	10	15	20
170-250	6	9	12	16	15	13
300-400	3	6	10	15	13	13

% reducción de dureza en zona nitruada a 1000 ciclos					
(Cr/CrN) <sub>x8</sub>	(CrN/TiN) <sub>x3</sub>	TiAlN	TiN	CrN	PN
17	27	26	28	35	42
9	15	17	20	24	29
9	18	24	27	14	20
8	16	18	22	9	18

% reducción de dureza en zona nitruada a 2000 ciclos					
(Cr/CrN) <sub>x8</sub>	(CrN/TiN) <sub>x3</sub>	TiAlN	TiN	CrN	PN
35	40	38	39	37	45
20	33	27	28	26	30
17	27	22	31	19	25
14	22	18	22	14	19

### 5.8.2.3.2 Durezas después de 1000 ciclos

Hasta  $70\mu\text{m}$  de la superficie el sistema  $\text{PN}+(\text{Cr}/\text{CrN})_{\times 8}$  cae con valores  $>750\text{HV}$  (entre  $780$  y  $810\text{HV}$ ) y se mantienen con los valores más altos de entre los 6 sistemas. El sistema  $\text{PN}+(\text{CrN}/\text{TiN})_{\times 3}$  se separa del antes mencionado y cae en un rango similar a los sistemas  $\text{PN}+\text{TiAlN}$  y  $\text{PN}+\text{TiN}$  con valores  $>650$  y  $<750\text{HV}$ . El sistema  $\text{PN}+\text{CrN}$  muestra valores de dureza por debajo de todos los sistemas dúplex, hasta una profundidad de  $120\mu\text{m}$  donde, a partir de ahí, se mantiene con durezas de  $420\text{HV}$ , mientras que los sistemas con recubrimiento base Ti caen por debajo. En esta etapa (1000 ciclos) se aprecia como este sistema sigue una curva similar a la mostrada por el sistema nitrurado (PN), incluso acercándose en valores de durezas a profundidades de alrededor de  $100\mu\text{m}$ . A profundidades de  $200\mu\text{m}$ , el sistema  $\text{PN}+\text{TiN}$ , sigue presentando los valores más bajos de los sistemas recubiertos acompañado ahora del sistema  $\text{PN}+\text{TiAlN}$  ( $330\text{-}360\text{HV}$ ). Dentro de las primeras  $70\mu\text{m}$ , el sistema nitrurado (PN) continúa siendo el sistema con la mayor caída de durezas, entre  $490$  a  $600\text{HV}$ , Figura 5.41 y 5.42b.

Desde el punto de vista de porcentaje de reducción de dureza, el sistema nitrurado da un salto en sus valores de un  $28$  a un  $42\%$ , manteniéndose por abajo en sus valores de dureza, de todos los sistemas hasta los  $150\mu\text{m}$  de profundidad, donde aunque el porcentaje se reduce, se mantiene por arriba del resto de los sistemas. El sistema  $\text{PN}+\text{CrN}$ , incrementa de igual forma sus valores (de un  $17$  a un  $35\%$ ) separándose del grupo que formaba con las estructuras  $\text{PN}+\text{TiN}$ ,  $\text{PN}+\text{TiAlN}$ , las cuales muestran un porcentaje de reducción bajo respecto a la etapa anterior de prueba ( $10$  a un  $28\%$ ). Por otro lado se les une el sistema  $\text{PN}+(\text{CrN}/\text{TiN})_{\times 3}$  con un incremento del  $11$  al  $27\%$ . El sistema  $\text{PN}+\text{CrN}$ , a partir de  $150\mu\text{m}$  no muestra cambios significativos respecto a los valores de reducción de dureza obtenidos en la primera etapa de prueba (500 ciclos). El sistema  $\text{PN}+(\text{Cr}/\text{CrN})_{\times 8}$  incrementa su porcentaje de reducción de dureza de  $11$  a  $17\%$ , sin embargo sigue siendo el de menor incremento. Además muestra valores similar de reducción de dureza de  $150$  a  $400\mu\text{m}$  de profundidad. El substrato del sistema  $\text{PN}+\text{TiN}$  después de  $170\mu\text{m}$  de profundidad sigue mostrando el mayor porcentaje de reducción de

dureza, al cual se le une el sistema PN+TiAlN, ambos con valores de reducción mayores que el sustrato nitrurado, Figura 5.43b.

#### 5.8.2.3.3 Durezas después de 2000 ciclos

El sustrato solo nitrurado (PN) y sustrato del sistema PN+CrN, prácticamente mantienen su comportamiento sin cambio significativo después de la tercer etapa de prueba (2000 ciclos) con un ligero incremento de 42 a 45% y 35 a 37% respectivamente. Por otro lado, los sustratos de los sistemas PN+TiN, PN+TiAlN y PN+(CrN/TiN)<sub>x3</sub> incrementan sus valores importantemente, quedando por encima de los valores del sustrato del sistema PN+CrN y por abajo del sistema solo nitrurado. Después de los 150µm de profundidad, el sistema PN+TiN continua siendo el sistema con mayor porcentaje de reducción de dureza, esta vez acompañado del sistema PN+(CrN/TiN)<sub>x3</sub>, el cual inicio como uno de los sistemas con reducciones de dureza muy bajos, sin embargo a través de los ciclos fue incrementando notoriamente sus valores. A pesar de que el incremento en los valores de porcentaje de reducción de dureza aumentaron al doble para el sistema PN+(Cr/CrN)<sub>x8</sub>, se mantuvo con los valores más altos de dureza y con el porcentaje más bajo de reducción de dureza de todos los sistemas analizados Figura 5.41, 5.42c y 5.43c.

De manera general se observa como los valores de porcentaje de reducción de dureza aumenta a través de los ciclos. Después de 500 ciclos el porcentaje de reducción de dureza, a pesar de que se incrementan respecto al sustrato nitrurado a 0 ciclos, muestran curvas de valores que se mantienen dentro de un rango cercano, los cuales después de 1000 ciclos, siguen incrementando y se separan en un rango más amplio de valores. Después de 2000 ciclos, terminan de nuevo en valores cercanos pero en un rango superior de valores de porcentaje de reducción. Los sistemas nitrurado (PN) y PN+CrN, mostraron el mayor porcentaje de reducción de dureza después de 1000 ciclos, mientras que en los otros sistemas fue menos notorio. Después de 2000 ciclos, los sistemas nitrurado (PN) y PN+CrN se mantuvieron sin cambio significativo, mientras que el resto de las estructuras incrementaron sus valores hasta el doble, de entre las que

destaca el sistema  $\text{PN}+(\text{CrN}/\text{TiN})_{\text{x}3}$ . El sistema  $\text{PN}+(\text{Cr}/\text{CrN})_{\text{x}8}$  mostró la menor reducción de dureza en su sustrato nitrurado a través de las tres etapas de prueba.

#### **5.8.2.4 Agrietamiento**

Inicialmente los recubrimientos presentan grietas perpendiculares al sustrato. A través de los ciclos térmicos, la densidad de grietas varía generando diversos grados de deterioro en el recubrimiento, esto de acuerdo a los esfuerzos sucesivos a los que están sometidos. Se observan diferencia en cantidad, propagación y ensanchamiento de grietas, Figuras 5.25 a 5.31. El proceso de deterioro del recubrimiento se conforma de tres etapas: nucleación, propagación y coalescencia de grietas.

##### **5.8.2.4.1 Origen de agrietamiento**

La diferencia del coeficiente de expansión térmica entre el recubrimiento y el sustrato es una de las principales causas de daño en el recubrimiento y juega un papel importante en el origen del agrietamiento [6]. Durante el calentamiento, los esfuerzos térmicos están presentes en el recubrimiento debido a que comúnmente tienen un coeficiente de expansión térmica más bajo respecto al sustrato (de un 20 a 70% del valor del sustrato, dependiendo del recubrimiento) [7]. Ambos mecanismos de agrietamiento observados en este trabajo son dependientes de la capacidad de deformación de cada recubrimiento. Por lo tanto, entre mayor sea la energía elástica gastada para la nucleación, menor será la energía disponible para la propagación [9].

Por otro lado, la nucleación de la grieta se debe también a defectos en la superficie. Paralelo a este trabajo se realizó una investigación donde se estudió el comportamiento de los seis sistemas a bajos ciclos [9]. En dicho trabajo se encontró que unos de los primeros sistemas en agrietarse fue la estructura  $\text{PN}+(\text{Cr}/\text{CrN})_{\text{x}8}$  mientras que el sistema solo nitrurado (PN) no presentó rasgos de agrietamiento a bajos ciclos. Estos resultados muestran similitud a lo encontrado en el presente trabajo, donde mediante análisis macroscópico sobre la superficie, se identificó al sistema  $\text{PN}+(\text{Cr}/\text{CrN})_{\text{x}8}$  como uno de los primeros en mostrar grietas y el sistema solo nitrurado (PN) como el último en sufrir el fenómeno, Tabla 5.4. En ese estudio, después de diez

ciclos térmicos, se reporta que los especímenes experimentaron modos de falla diversos entre los cuales podemos distinguir dos tipos. Al igual que el daño observado en las micrografías superficiales, los recubrimientos con base Cr experimentaron agrietamiento mientras que los recubrimientos base Ti presentaron el desprendimiento del recubrimiento. La técnica de deposición física en fase vapor (PVD) utilizada para aplicar los recubrimientos fue mediante arco. Esta técnica tiene la característica de producir gotas llamadas “droplets” (microdefectos) en el recubrimiento [10]. Dependiendo del tipo de recubrimientos puede variar la cantidad y tamaño de “droplets”. En este mismo trabajo, Torres reporta, que los microdefectos actuaron como sitios preferenciales de nucleación y propagación de grietas así como el desprendimiento del recubrimiento.

Benavente menciona que las diferencias de módulos elásticos y coeficientes de expansión térmica entre el recubrimiento-sustrato inducen la formación de grietas [11]. Considerando los valores del módulo elástico obtenidos anteriormente, es posible obtener la resistencia a la fractura de los recubrimientos utilizados bajo la siguiente relación:  $(H/E)^{1/2}$ , donde H es la dureza y E el módulo elástico del recubrimiento [12].

Recubrimiento	Dureza HV	Dureza [GPa]	Modulo Young E [GPa]	$\sqrt{H/E}$
(Cr/CrN) <sub>x8</sub>	1900	18.6	320	0.241
(CrN/TiN) <sub>x3</sub>	2100	20.6	350	0.243
TiN	2750	27.0	425	0.252
CrN	1950	19.1	285	0.259
TiAlN	3050	29.9	395	0.275

Los valores obtenidos guardan relación con los resultados del análisis macroscópico superficial reportado en la Tabla 5.4, donde se analizó la aparición de grietas vs número de ciclos.

El origen de agrietamiento, en el caso del sistema solo nitrurado, se puede atribuir a las marcas del maquinado inicial. En otro de los trabajos paralelos a esta investigación se realizó un análisis del origen de las grietas en superficies tratadas bajo

diferentes temperaturas de revenido y se encontró que las marcas de maquinado son sitios preferenciales que sirven como origen de grietas [13].

#### 5.8.2.4.2 Propagación de grieta

En la etapa de crecimiento, la energía de deformación se utiliza en el crecimiento, longitudinal o de ensanchamiento, de las grietas existentes, manteniéndose constante o reduciendo la densidad de grietas según sea el caso.

El análisis del perfil de dureza después de cada etapa de prueba revela que los valores decrecen en la capa nitrurada y varía de acuerdo al sistema. Esta distribución en las curvas de dureza de las diferentes zona nitrurada muestra la importante influencia de los recubrimientos en la disminución de la intensidad de revenido a través de los ciclos térmicos. Una de las características del banco de pruebas de fatiga térmica es que el sistema de calentamiento utiliza corrientes de Eddy [14], con el objetivo de alcanzar un calentamiento rápido y controlado, en consecuencia, el material es calentado directamente en su volumen. El tipo de recubrimiento presenta efecto en la velocidad y temperatura en la etapa de calentamiento, así como en la etapa de enfriamiento. Comparando los resultados de los perfiles de dureza de los substratos, con los valores de conductividad térmica ( $\lambda$ ) para cada recubrimiento PVD nos permite concluir que tales valores tienen una influencia significativa en la intensidad del proceso de enfriamiento durante los ciclos térmicos.

Los valores de conductividad térmica para los recubrimientos monocapa se obtuvieron de la literatura ( $\lambda_{CrN}=12W/m\cdot k$ ,  $\lambda_{TiN}=19W/m\cdot k$ ,  $\lambda_{TiAlN}=22W/m\cdot k$ ,  $\lambda_{Cr}=93.7W/m\cdot k$ ) [15, 16]. Mientras que los valores para los recubrimientos multicapas, fueron estimados en base al volumen que comparten de cada componente de capa, ej. 20% Cr and 80% CrN –  $\lambda_{(Cr/CrN)_{x8}}=28.3W/m\cdot k$ , 50% CrN and 50% TiN –  $\lambda_{(CrN/TiN)_{x3}}=15.5W/m\cdot k$ .

La intensidad del proceso de enfriamiento del sustrato con recubrimiento multicapas (Cr/CrN)<sub>x8</sub> fue el mayor debido a su alto valor de conductividad térmica. Por lo tanto, en este caso, la intensidad al revenido y el decremento en los valores de dureza en el material del sustrato fueron las menores después de los ciclos térmicos. Para el sustrato con recubrimiento CrN, se presentó una situación inversa debido a su baja conductividad térmica. Por otro lado, en el caso del sistema de sustrato nitrurado (PN) sin recubrimiento, se mostró el mayor decremento en los valores de dureza de entre los 6 sistemas estudiados, esto debido a que durante los ciclos térmicos se formó una capa de óxido (con una muy baja conductividad térmica) la cual reduce la intensidad del enfriamiento. Cabe señalar que, a pesar de las diferentes intensidades de enfriamiento, que corresponden a diferentes intensidades de choque térmico, ambas estructuras dúplex, como son PN+CrN and PN+(Cr/CrN)<sub>x8</sub>, son caracterizadas, dentro de los primeros 1000 ciclos, por un mecanismo similar de propagación de grieta. Sin embargo, para el sistema PN+(Cr/CrN)<sub>x8</sub>, durante la tercer etapa de prueba (2000 ciclos), el mecanismo de agrietamiento se torna con grietas de gran longitud, comportándose como el grupo de estructuras base Ti, con grietas profundas. Esto puede deberse al hecho de que su alto valor de conductividad térmica propicie, durante el enfriamiento, alta intensidad de esfuerzos que generan alta energía de propagación de grietas [17]. Esto crea por lo tanto, menor reducción de dureza, lo cual muestra menos ductilidad ante los sistemas compañeros de grupo y por tanto mayor propagación de grieta. Por otro lado, respecto a los recubrimientos con baja conductividad (PN+CrN), el enfriamiento no es efectivo y el sustrato mantiene la temperatura interna, incrementando la ductilidad y con esto retardando el crecimiento de las grietas formadas. El sistema solo nitrurado también presenta una baja propagación de grietas, para este caso, no hay ningún recubrimiento que esté generando algún efecto a favor o en contra del enfriamiento, sin embargo se genera una capa superficial de óxido (Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>) que por su baja conductividad trabaja bajo el efecto de barrera térmica y de igual forma previene el enfriamiento intenso y mantiene temperatura en el sustrato pudiendo aumentar su ductilidad y con esto retardar el crecimiento de grieta. Starling y coautores reportan una capa negra (que enmascara las grietas superficiales) que apunta a ser oxidación del acero (H13 sin nitrurado ni recubrimiento) después de realizar pruebas de fatiga térmica [18].

De acuerdo a las pruebas preliminares donde se obtuvo el perfil de temperaturas a diferentes profundidades tenemos que la amplitud del rango de temperatura máxima y mínima es menor de acuerdo a la profundidad. Esto es que la temperatura máxima disminuye y la mínima aumenta en profundidad. El primer punto de medición, a 5mm de profundidad, oscila entre 140 y 490°C. Si nos dirigimos hacia la superficie este rango se amplía y la temperatura mínima caerá alrededor de los 100°C tomando en cuenta que en la superficie llega hasta 80°C. Ahora bien, si consideramos el caso de sistemas como el PN+CrN, donde debido a su baja conductividad térmica, la temperatura en el sustrato puede ser mayor a lo medido preliminarmente, después de enfriamiento, deberá estar por arriba de 100°C. De acuerdo a la curva de valores de tenacidad vs temperatura para el acero H13, los valores ascienden conforme aumenta la temperatura [19]. Esto podría apoyar el mecanismo de retardación de crecimiento de grietas. Pirovano menciona que con una alta tenacidad y un material suave, se tendrá gran cantidad de grietas cortas con bajo crecimiento [20].

Durante la propagación de una grieta se produce lo que se denomina liberación de energía de deformación elástica, que es parte de la energía que es almacenada en el material cuando es deformado elásticamente (Teoría de Clapeyron). También se forman nuevas superficies en las caras de la grieta cuando ésta se extiende, lo cual origina un incremento en la energía superficial del sistema [21].

#### **5.8.2.4.3 Coalescencia de grietas**

En la etapa de coalescencia se observa una disminución en la densidad de grietas, debido a que éstas se van uniendo para formar grietas de mayor tamaño, condición observada en los sistemas del primer grupo (superficie nitrurada (PN), PN+CrN y (Cr/CrN)<sub>x8</sub>). Por otra parte los sistemas del segundo grupo (PN+TiN, PN+TiAlN y PN+(CrN/TiN)<sub>x3</sub>), muestran una densidad de grietas estable pero desde un inicio una notoria pérdida de recubrimiento en las grietas generadas. El sistema PN+TiN, presentó, además del crecimiento intensivo de grietas, característico de su grupo, un notorio ensanchamiento de éstas [14]. En estos casos cuando el recubrimiento se ha sufrido



deterioro y el sistema nitrurado ha perdido material de superficie, el recubrimiento puede comprometer significativamente su función de barrera protectora. Por lo tanto, desde un criterio puramente estructural, se puede establecer que el recubrimiento cumple su función protectora mientras se mantenga adherido al sustrato y no existan aberturas hacia el exterior.

### 5.8.3 Categorización de intensidad de daño.

Finalmente para categorizar los sistemas por la intensidad de daño generado después de las pruebas de fatiga térmica, utilizamos el factor “Pirocracking”, el cual se obtiene mediante la multiplicación de la densidad de grietas ( $\rho$ ), profundidad promedio de grieta ( $lm$ ) y profundidad máxima de grieta ( $Maxd$ ) [22].

$$\text{Factor "Pirocracking" } (\delta) = \rho \times lm \times Maxd$$

Tabla 5.12. Factor "pirocracking" ( $\delta$ ) a 500, 1000 y 2000 ciclos						
Ciclos	PN+TiAlN	PN+CrN	PN+TiN	Nitrurado (PN)	PN+(Cr/CrN) <sub>x8</sub>	PN+(CrN/TiN) <sub>x3</sub>
500	10	81	37	79	113	15
1000	250	134	527	186	108	119
2000	309	330	474	538	2443	2465

De acuerdo a este valor el sistema PN+TiAlN muestra el valor más bajo de daño mientras que el sistema PN+(CrN/TiN)<sub>x3</sub> fue el más afectado. Sin embargo retomando el parámetro de profundidad de grieta, el sistema PN+TiAlN mostró profundidades de hasta 2000 $\mu$ m. Por otro lado el sistema PN+CrN con un Factor  $\delta$  de 330, ligeramente arriba del sistema PN+TiAlN, resulta con el mejor balance entre los parámetros de densidad de grietas ( $\rho$ ) y profundidad promedio de grietas ( $lm$ ), además de una profundidad máxima de 500 $\mu$ m, siendo la menor de entre todos los sistemas. Sin embargo haciendo una comparación contra el sistema nitrurado (PN) que muestra valores promedio en el Factor  $\delta$ , pareciera ser que al final, la diferencia en los valores de los parámetros,  $\rho \times lm \times Maxd$  no es muy acentuada y sin profundizar en costos económicos, una estructura dúplex sería más cara que un sistema solo con superficie nitrurada. Esto nos conduce a pensar que esa diferencia no justificaría invertir en el uso de tecnologías dúplex como lo es el PN+CrN. Sin embargo, el sistema solo nitrurado

(PN), sufre desprendimiento de material superficial, que pudiera engañar la medición final realizada en los valores de los parámetros antes mencionados. Esto puede ser justificado con la alta reducción en la cantidad de grietas mostrada en este sistema y relativamente baja longitud promedio de grieta contra los otros dos sistemas (PN+CrN y PN+(Cr/CrN)<sub>x8</sub>) de este primer grupo. Por otro lado, si se incluyen otros mecanismos tal como desgaste, el recubrimiento sobre un sustrato nitrurado como estructura dúplex, muestra menos daño contra una superficie solo nitrurada [6].

## 5.9 Referencias.

1. J. Smolik, Z. Słomka, D. Paćko, Report (2009), 5.
2. S. Paskvale, Properties of PVD hard coatings, University of Ljubljana (2007) 6.
3. K. Shimpi, K. Ravindranath, A. Jani, D. Kothari, C. Harindranath, Surface and Coating Technology 90 (1997) 115-122.
4. O. Zimmer, Surface & Coatings Technology 200 (2005) 440-443.
5. Z. Słomka, platica personal, 2009.
6. P. Panjan, M. Cekada, R. Kirn, M. Sokovic, Surface and Coating Technology 180-181 (2004) 561-565.
7. C. Starling, J. Branco, Thin Solid Films, 308-309 (1997) 436, 441.
8. M. Pellizzari, A. Molinari, G. Straffelini, Surface and Coatings Technology 142-144 (2001) 1109, 1113.
9. Fatiga térmica a bajos ciclos en aceros con modificación superficial, A. Torres, Tesis de maestría, 2011.
10. K. Shimpi, K. Ravindranath, A. Jani, D. Kothari, C. Harindranath, Surface and Coating Technology 90 (1997) 115-122.
11. R. Benavente, C. Camurri, A. San Martin, Jornadas SAM CONAMET Simposio Materia, (2003) 06-34.
12. X. Ding, X. Zeng, Y. Liu, Q. Yang, L.R. Zhao, J. Vac. Sci. Technol., A, Vac. Surf. Films 22 (2004) 2351.
13. I. Barragán, Tesis de Maestría, 2012.
14. M. Quiñones, Tesis Maestría, 2007.
15. M.W. Barsoum, Journal of Applied Physics, 87 (2000) 8407.
16. [www.matweb.com](http://www.matweb.com)

17. R. Mercado, J Beynon, *Scandinavian Journal of Metallurgy*, 34 (2005) 175-191.
18. C. Starling, J. Branco, *Thin Solid Films*, 308-309 (1997) 436-442.
19. Servicio Industrial SA de CV, Aceros SISA, Aceros para trabajo en caliente H13. Uddeholm, Información técnica sobre aceros para utillajes, ORVAR® 2 Microdized Acero para herramientas de trabajo en caliente, 5
20. M. Pirovano, 6<sup>th</sup> International Tooling Conference, TTN SpA, Nerviano (Mi), Italy. 565-575.
21. <https://ingenieriademateriales.wordpress.com/2012/05/29/principios-de-la-mecanica-de-la-fractura/>
22. M. Pellizzari, A. Molinari, G. Straffelini, *Materials Science and Engineering A352* (2003) 186-194.

## **CAPÍTULO 6**

### **CONCLUSIONES**

#### **6.1. Introducción.**

La metodología utilizada en este trabajo de investigación se aproxima a las condiciones que se presentan en aquellos procesos en los que se manifiesta el fenómeno de fatiga/choque térmico. Esto debido a que las condiciones tales como las temperaturas de calentamiento y enfriamiento alcanzadas, la razón de calentamiento y el gradiente térmico fueron reproducidos durante los experimentos realizados. Por lo tanto se considera que los resultados obtenidos son aplicables en el diseño, selección y clasificación de materiales expuestos al fenómeno de fatiga térmica.

### **Creación de estructuras dúplex.**

Se realizó la modificación superficial del acero grado herramienta H13 mediante las técnicas de nitrurado por plasma, deposición física en fase vapor asistida por plasma y combinación de ambos en sistema dúplex (nitrurado (PN) + PVD).

Se logró producir y caracterizar una serie de sistemas dúplex con propiedades físicas y mecánicas distintas entre ellos que permitió establecer diferencias en cuanto a su comportamiento a la fatiga térmica.

Se observaron altos valores de dureza y módulo de Young en los recubrimientos base Ti (TiN y TiAlN), mientras que los base Cr (CrN (Cr/CrN)<sub>x8</sub> y (CrN/TiN)<sub>x3</sub>) los valores son más bajos.

El recubrimiento CrN muestra en general los valores más bajos entre los diferentes curvas (valores de módulo de Young, adhesión y rugosidad promedio), siendo el segundo con espesor más delgado después del TiAlN y apenas por arriba en valores de dureza del más bajo (Cr/CrN)<sub>x8</sub>.

Los resultados de las propiedades elasto-plásticas en los recubrimientos, muestran una correlación con sus resultados de la adhesión sobre el sustrato. Los recubrimientos que se caracterizan por bajos valores de dureza y módulo de Young, tienen una mayor plasticidad y una mejor adhesión al sustrato. Se encontró que los recubrimientos base Cr muestran valores altos de adhesión, de los cuales destaca el CrN con el valor máximo. El recubrimiento CrN, mostró uno de los valores más bajos de dureza con los valores más altos de adhesión.

### **Caracterización de intensidad de agrietamiento térmico.**

Para las diferentes estructuras dúplex creadas, se observaron diferentes mecanismos de generación, cantidad y propagación de agrietamiento durante los ciclos térmicos. Inicialmente los recubrimientos presentan grietas perpendiculares al sustrato. A través de los ciclos térmicos, la densidad de grietas varía generando diversos grados de

deterioro en el recubrimiento. Teniendo en cuenta los mecanismos de agrietamiento se concluye lo siguiente.

A pesar de que el grupo de sistemas  $\text{PN}+\text{TiN}$ ,  $\text{PN}+\text{TiAlN}$  y  $\text{PN}+(\text{CrN}/\text{TiN})_{\text{x}3}$  tiene una densidad baja de grietas, éstos presentaron generalmente las grietas más profundas después de la prueba.

Para el segundo grupo de sistemas compuestos por  $\text{PN}$ ,  $\text{PN}+\text{CrN}$  y  $\text{PN}+(\text{Cr}/\text{CrN})_{\text{x}8}$ , que presentaron un mecanismo similar de agrietamiento, se observó un comportamiento similar en los valores de densidad y profundidad promedio de grietas hasta los 1000 ciclos. Sin embargo, después de 2000 ciclos, el sistema de  $\text{PN}+(\text{Cr}/\text{CrN})_{\text{x}8}$ , a pesar de mostrar la menor reducción en el perfil de dureza, muestra grietas profundas incluso similares a los tres sistemas base Ti ( $\text{PN}+\text{TiN}$ ,  $\text{PN}+\text{TiAlN}$  y  $\text{PN}+(\text{CrN}/\text{TiN})_{\text{x}3}$ ).

El sustrato nitrado ( $\text{PN}$ ) presenta uno de los valores más bajos de profundidad promedio de grieta, así como el perfil más bajo de dureza, sin embargo la superficie se ve afectada por la eliminación de material a través de la evolución de ciclos térmicos.

Aunque el sustrato con  $\text{CrN}$  muestra perfiles de dureza ligeramente más bajos entre los sistemas dúplex, es incluso mejor que el sustrato solo nitrado ( $\text{PN}$ ). Así mismo, muestra la profundidad promedio de grieta más baja con relativamente baja densidad de grietas.

Es importante considerar que, en los procesos de trabajo en caliente, la fuente de calor es por lo general desde el exterior hacia el interior de la herramienta, para este caso, el recubrimiento  $\text{CrN}$ , conocido por su baja conductividad térmica, puede funcionar como una buena barrera térmica, evitando que la dureza disminuya por alta temperatura, así como reduciendo la pérdida de material de la superficie.

Sobre la base de los mecanismos de la formación de grietas presentes en esta investigación, se observa que existe una tendencia inversa entre la profundidad promedio de grieta y la densidad de grietas en la superficie expuesta al proceso de ciclos térmicos.

El análisis de cantidad y propagación de grietas funciona como herramienta importante para determinar el grado de deterioro que sufre el sistema y posiblemente para predecir su comportamiento. Adicionalmente, el factor “Pirocracking” puede funcionar como soporte para categorizar el daño total generado en un sistema, sirviendo a la vez para comparar valores con otros sistemas. Con esto se evalúa el grado de daño en el recubrimiento y se analiza si no se compromete su rol protector.

Las curvas de distribución de durezas en los diferentes sustratos nitrurados recubiertos mostraron una importante influencia de los recubrimientos PVD. Una baja conductividad térmica de estos, juegan un papel importante en la reducción de la intensidad de choques térmicos y un efectiva reducción en la pérdida de dureza durante los ciclos térmicos.

La tecnología PVD tiene la suficiente potencialidad como para ofrecer una variedad muy amplia de recubrimientos, contribuyendo con nuevas propiedades sobre el sistema que se forme. A pesar de este desarrollo, es importante reconocer la variabilidad amplia en el rendimiento del proceso PVD sobre diferentes tipos de herramientas, debido al método de deposición de vapor (arco, pulverización, etc.) y los parámetros diferentes que se involucran en el proceso.

Por otro lado, la ingeniería de superficies es una de las tecnologías más importantes que pueden contribuir a un desarrollo sustentable en el mundo industrial a través de la conservación de los recursos de la tierra, una reducción de los residuos y el ahorro de energía.



# CAPÍTULO 7

## TRABAJO FUTURO

### 7.1. Introducción

Este capítulo tiene como objetivo la orientación del trabajo futuro que se sugiere en base al estado actual de la investigación. A continuación se presentan las opciones que permiten darle continuidad a este proyecto.

Considerando que el sistema solo con superficie nitrurada tuvo un comportamiento superior a varios sistemas dúplex, se recomienda realizar pruebas con distintos potenciales de nitrurado y someterlos a ciclos térmicos para evaluar su intensidad de agrietamiento.

Medir las deformaciones durante los ciclos térmicos, para de esta forma complementar los hallazgos del presente trabajo sobre el daño generado a través de los ciclos ya que además de agrietamiento se presenta deformación plástica acumulada.

Tomar el perfil de temperaturas a diferentes profundidades, como lo hecho en el presente trabajo, pero con los diferentes recubrimientos analizados, analizar dichos perfiles contra los valores de conductividad térmica de cada recubrimiento.

Mediante elementos finitos simular el perfil de temperaturas en el sustrato con los diferentes recubrimientos y observar el comportamiento de las temperaturas de acuerdo a la conductividad de cada recubrimiento. Comparar con lo realizado en pruebas físicas.

Analizar el origen y propagación de agrietamiento a través de los primeros 100 ciclos de fatiga. Analizar en detalle el posible origen de grieta en nitruros de hierro de capa de difusión, interface recubrimiento-sustrato. Analizar la microestructura del sustrato y entender el camino de propagación de las grietas, es decir si es intergranular.

Realizar un análisis de densidad de grietas (longitud de grietas cuantificadas en un área de superficie expuesta) sobre un área de la superficie para complementar los resultados obtenidos.

Obtener la estructura de los recubrimientos mediante análisis de rayos X, entender el acomodo de la microestructura.

## Lista de Figuras

Figura	Descripción	Página
2.1	Descripción simple de proceso de deposición química en fase vapor, (CVD).....	16
2.2	Descripción de las tres fases del proceso de deposición física en fase vapor, (PVD).....	17
2.3	Diagrama esquemático del proceso de deposición física en fase vapor (PVD) con sus componentes básicos.....	19
2.4	La imagen derecha muestra el esquema de la evaporación por arco eléctrico con fuente de arco catódico aleatorio y la imagen izquierda, una vista del movimiento del arco sobre la superficie del cátodo.....	22
2.5	La imagen (tomada al interior de la cámara) de la izquierda muestra el cátodo, blanco o “target” (a) en el momento del arco eléctrico, la imagen derecha muestra el material removido de la superficie del cátodo, moviéndose hacia la superficie de la muestra a recubrir (b). Imágenes tomadas del presente trabajo de investigación.....	22
3.0	Patrón de agrietamiento típico en superficie de herramientas de trabajo en caliente.....	43
3.1	Esquema de tratamientos superficiales, a) Tratamiento de difusión, b) Recubrimiento, c) Estructura dúplex formada por la combinación de los dos procesos anteriores.....	47
4.0	Diagrama de la metodología experimental del presente trabajo.....	56
4.1	a) Muestra testigo, b) esquema del mismo con sus dimensiones en milímetros.....	58
4.2	Horno al vacío marca Seco Warwick, b) grafica de tratamiento de revenido de acuerdo a Uddeholm [2], c) diagrama de parámetros del tratamiento térmico de austenizado y doble revenido realizado en las muestras testigo.....	59
4.3	a) Proceso de limpieza mediante arena a presión, b) desbaste de superficie mediante fresadora y c) desbaste manual de bordes.....	60
4.4	a) Pulidora modelo Struers RotoPol-11 con cabezal de sujeción automático modelo Struers RotoForce-1, b) platos utilizados en el proceso de pulido superficial.....	60
4.5	Se muestra una imagen y diagrama del equipo de limpieza por ultrasonido modelo UMO-50-1000, el cual consta de tres contenedores.....	61
4.6	Dado de sujeción utilizado en las cámaras de modificación superficial, en el cual se señala una muestra colocada en uno de los orificio.....	62
4.7	Equipo Emco Test M4R utilizado para el análisis de dureza Rockwell.....	64
4.8	Equipos utilizados para realizar las mediciones de rugosidad. a)Perfilómetro (Hommel Werke LV50E), b)Microscopio de fuerza atómica.....	65

4.9	A la derecha de la imagen se muestra el espécimen y una de sus partes montada en baquelita para la preparación metalográfica.....	65
4.10	Microscopio óptico utilizado para el análisis microestructural.....	66
4.11	Imagen y diagrama de equipo de depósito físico en fase vapor asistido por plasma (Standard 1) con equipo periférico: (a) cámara de vacío con arreglo de cinco cátodos, (b) sistema de bombeo, (c) sistema de control óptico.....	67
4.12	Relación del potencial de nitrurado (P) en función del porcentaje de nitrógeno a una temperatura de 520° y una presión de 4.3mbar, usados como parámetros de optimización en el proceso de nitrurado.....	68
4.13	Se muestra el dado de sujeción dentro de la cámara “Standard 1” antes del proceso de nitrurado.....	69
4.14	Imágenes de las fases presentes durante el proceso de nitrurado y parámetros usados en cada fase: a) ataque y precalentamiento, b) calentamiento y c) difusión superficial.....	69
4.15	Durómetro Vickers modelo FV-7 FUTURE-TECH utilizado para el análisis de micro-dureza. En la imagen del lado derecho se muestra un acercamiento de la muestra montada en el equipo.....	70
4.16	Esquema con valores de distancias de indentaciones con respecto a la superficie de acuerdo a la Norma: PN-H-04550:1982. b) Huellas de indentaciones de los ensayos de dureza Vickers en el área superficial de la muestra; c) La misma superficie con los valores de distancias, magnificación a 63x.....	72
4.17	Durómetro modelo NHT CSEM CH 2007 y equipo periférico utilizado para el análisis de nano-dureza.....	73
4.18	Se muestra el área de análisis del espectrómetro modelo JY 10000 RF.....	74
4.19	Muestras con sistema dúplex (nitrurado + recubrimiento), las cuales por su posición en la imagen de izquierda a derecha tienen: (Cr/CrN)x8, (CrN/TiN)x3, CrN, TiN y TiAlN.....	77
4.20	Se muestra el espécimen seccionado con una de sus partes montada en baquelita para la preparación metalográfica.....	78
4.21	La imagen izquierda muestra el espécimen después del análisis por el método de Espectroscopia de Emisión Óptica por Descarga Luminiscente (GDOES). En la imagen derecha se muestra acercamiento de la erosión producida por el bombardeo de iones.....	79
4.22	Microscopio Electrónico de Barrido modelo JEOL JSM6510-LV.....	80
4.23	Equipos utilizados para la medición de espesores de recubrimientos, a)Equipo Calotester, b)Microscopio óptico PZO OE4.....	81
4.24	Esquema ilustrativo del método Calotester con las relaciones geométricas consideradas para la obtención del espesor del recubrimiento.....	82
4.25	Equipo Revetest CSEM utilizado para realizaron pruebas de adhesión de los recubrimientos.....	83

4.26	Geometría y dimensiones en milímetros de muestras experimentales para fatiga térmica.....	84
4.27	Diagrama de parámetros del tratamiento térmico de austenizado y doble revenido realizado en las muestras para ensayos de fatiga térmica.....	85
4.28	Proceso de preparación de muestras con sistemas dúplex para evaluación de intensidad de fatiga térmica. El proceso inicia desde el maquinado de las muestras hasta la deposición del recubrimiento para formar las estructuras dúplex.....	87
4.29	Fotografía de las muestras experimentales utilizadas: a)(Cr/CrN)x8, b) (CrN/TiN)x3, c)CrN, d)TiAlN, e)TiN, f)Nitrurada.....	88
4.3	Vista periférica de Máquina para Ensayos de Fatiga Térmica.....	88
4.31	Esquema de muestra y subsistema de sujeción.....	90
4.32	En las imágenes a) y b) se muestran los diferentes componentes del sistema de calentamiento y enfriamiento del banco de pruebas, así mismo se observa la muestra ubicada en el sistema de calentamiento.....	91
4.33	a) Etapa de calentamiento mostrando en la parte inferior su esquema de calentamiento superficial por acción de inducción a alta frecuencia. b) Etapa de enfriamiento mostrando su esquema de enfriamiento en vista superior.	92
4.34	Muestra con termopares insertados.....	95
4.35	a) Inspección visual de superficie de muestra durante los primeros ciclos térmicos. En las dos imágenes inferiores se observan, entre las espiras de la bobina, los indicios de las primeras grietas.....	95
4.36	Equipo Aquasonic 75T marca VWR Scientific Products utilizado para limpieza superficial de muestras.....	96
4.37	Esquema de la preparación de las muestras para análisis de los sistemas zona nitrurada-recubrimiento PVD.....	97
5.1	Resultados de rugosidad obtenidos en la superficie de los especímenes experimentales después del tratamiento térmico y pulido. Se señala, mediante un recuadro, el valor de rugosidad promedio.....	103
5.2	Resultados de a) morfología y b) rugosidad obtenida por la técnica MFA en las muestras experimentales después del tratamiento térmico y pulido.....	104
5.3	En la imagen izquierda se muestra una micrografía de la microestructura del acero H13 a una magnificación de 250x, mientras en la imagen derecha a 500x.....	105
5.4	Micrografías a 250x, 500x y 1000x de la estructura y espesor de la zona de difusión obtenidos en el proceso de nitruración para cada potencial de nitrurado: a)1.0, b)1.5, c)2.0, d)2.5, e)3.0.....	106
5.5	Perfil de durezas (HV0.5) para el acero H13 ORVAR 2M después de los cinco procesos de nitrurado.....	107
5.6	Se muestra la gráfica con los valores del perfil de dureza y módulo de Young en función de la profundidad. La micrografía bajo la gráfica muestra la distribución de las huellas en el perfil de la capa nitrurada y sustrato.....	109

5.7	Resultado del análisis químico por espectrometría en la superficie de la muestra después del proceso de nitrurado ( $P=2.0$ ).....	110
5.8	a) Rugosidad de la superficie nitrurada obtenida por medio del profilómetro, b) rugosidad de la misma superficie nitrurada después del pulido.....	112
5.9	Rugosidad y morfología superficial por la técnica de MFA, a) superficie nitrurada y b) la misma superficie nitrurada después del pulido.....	112
5.10	Valores del perfil de durezas y contenido de nitrógeno en función de la profundidad presente en la superficie de las muestras nitruradas con un potencial de $P(N+/H+)=2.0$ .....	113
5.11	Micrografías de las muestras experimentales con modificación superficial tipo dúplex: a) Nit+TiAlN, b) Nit+TiN, c) Nit+CrN, d) Nit+(Cr/CrN)x8, e) Nit+(CrN/TiN)x3. Las micrografías a, b y c se tomaron a magnificación de 500 y 1000x, mientras que d y e se tomaron a 500 y 2000x.....	115
5.12	Perfil de durezas de los diferentes substratos nitrurados de cada sistema dúplex. La identificación de cada perfil tomado se realizó de acuerdo al tipo de recubrimiento que lo acompaña.....	116
5.13	Valores promedio del módulo de Young y nano-durezas obtenidas de la superficie de los recubrimientos utilizados en los sistemas dúplex.....	117
5.14	Análisis de composición química obtenido por el método de espectroscopia de emisión óptica por descarga luminiscente (GDOES). Se muestra la distribución de los elementos constitutivos en las estructuras dúplex (nitrurado + recubrimiento). a)TiAlN), b)TiN, c)CrN, d)(Cr/CrN)x8, e)(CrN/TiN)x3.....	119
5.15-1	Análisis de espesor del recubrimiento mono-capa CrN, SEM.....	120
5.15-2	Análisis de espesor de los recubrimiento mono-capa, a) TiAlN y b)TiN, por técnica SEM.....	121
5.15-3	Análisis de espesor multi-capa (Cr/CrN)x8, a) Espesores de cada capa estructural del recubrimiento y b) Espesor de la estructura completa del recubrimiento, por técnica SEM.....	122
5.15-4	Análisis del espesor multi-capa (CrN/TiN)x3, a) Espesores de cada capa estructural del recubrimiento y b) Espesor de la estructura completa del recubrimiento, por técnica SEM.....	123
5.15-5	Análisis por SEM del sistema mono-capa CrN, a) Análisis químico de recubrimiento, b) Área específica de análisis químico, c) Acomodo estructural del recubrimiento y distribución de elementos en la superficie.....	124
5.15-6	Análisis por SEM del sistema mono-capa TiAlN, a) Análisis químico de recubrimiento, b) Área específica de análisis químico, c) Acomodo estructural del recubrimiento y distribución de elementos en la superficie.....	125
5.15-7	Análisis por SEM del sistema mono-capa TiN, a) Análisis químico de recubrimiento, b) Área específica de análisis químico, c) Acomodo estructural del recubrimiento y distribución de elementos en la superficie.....	126

5.15-8	Análisis por SEM del sistema multi-capa (CrN/TiN)x3, a) Análisis químico de recubrimiento, b) Área específica de análisis químico, c) Acomodo estructural del recubrimiento y distribución de elementos en la superficie.....	127
5.15-9	Análisis por SEM del sistema multi-capa (Cr/CrN)x8, a) Análisis químico de recubrimiento, b) Área específica de análisis químico, c) Acomodo estructural del recubrimiento y distribución de elementos en la superficie.....	128
5.16	Micrografías de los cráteres producidos por el método Calotester y morfología superficial de los recubrimientos. a)TiAlN, b)TiN, c)CrN, d)(Cr/CrN)x8, e)(CrN/TiN)x3.....	130
5.17	Resultados de la rugosidad superficial de los recubrimientos depositados: a)TiAlN, b)TiN, c)CrN, d)(Cr/CrN)x8, e)(CrN/TiN)x3.....	132
5.18a	Resultados de las pruebas de adhesión de los recubrimientos de TiN.....	133
5.18b	Resultados de las pruebas de adhesión de los recubrimientos de CrN.....	134
5.18c	Resultados de las pruebas de adhesión de los recubrimientos de TiAlN.....	135
5.18d	Resultados de las pruebas de adhesión de los recubrimientos de (Cr/CrN)x8...	136
5.18d	Resultados de las pruebas de adhesión de recubrimientos de (CrN/TiN)x3.....	137
5.19	Se muestran los resultados obtenidos en las diferentes pruebas realizadas y su comportamiento en tendencia para cada recubrimiento.....	139
5.20	Fotografía de las muestras experimentales con sistema dúplex utilizadas para las pruebas de fatiga térmica: a) PN+(Cr/CrN)x8, b)PN+(CrN/TiN)x3, c)PN+CrN, d)PN+TiAlN, e)PN+TiN, f) Nitruada (PN).....	140
5.21	a) Muestra con termopares insertados en barrenos. b) Gráfica con perfil de temperaturas de muestra durante los ciclos térmicos.....	141
5.22	Macrografías de la superficie de los 6 sistemas después de las pruebas de fatiga térmica a 500, 1000 y 2000 ciclos. Algunas superficies muestran cortes de sección.....	143
5.23	Esquema de área de análisis de muestra y fotografía de muestra ya seccionada.....	144
5.24	Ejemplo de muestra seccionada (PN+TiN), se aprecia la profundidad de las grietas en la superficie después de 2000 ciclos.....	145
5.25	Comparativo de sección superficial de los 6 sistemas después de 500, 1000 y 2000 ciclos. Micrografías tomadas a una magnificación de 250X.....	146
5.26	Comparativo de la sección superficial del sistema Nirurado (PN) después 500, 1000 y 2000 ciclos. Las imágenes inferiores muestran las mismas zonas con ataque de Nital al 4%. Micrografías tomadas a una magnificación de 250X.....	147
5.27	Micrografías a una magnificación de 250x de la superficie del sistema PN+CrN después 500, 1000 y 2000 ciclos. Las imágenes inferiores muestran la microestructura con ataque (Nital 4%).....	148
5.28	Micrografías a una magnificación de 250x de la superficie del sistema PN+(Cr/CrN)x8 después 500, 1000 y 2000 ciclos. Las imágenes inferiores muestran la microestructura con ataque (Nital 4%).....	149

5.29	Micrografías a una magnificación de 250x de la superficie del sistema PN+(CrN/TiN)x3 después 500, 1000 y 2000 ciclos. Las imágenes inferiores muestran la microestructura con ataque (Nital 4%).....	150
5.30	Micrografías a una magnificación de 250x de la superficie del sistema PN+TiAlN después 500, 1000 y 2000 ciclos. Las imágenes inferiores muestran la microestructura con ataque (Nital 4%).....	151
5.31	Micrografías a una magnificación de 250x de la superficie del sistema PN+TiN después 500, 1000 y 2000 ciclos. Las imágenes inferiores muestran la microestructura con ataque (Nital 4%).....	152
5.32	Gráfica mostrando una vista completa de los seis sistemas con la cantidad de grietas categorizadas de acuerdo a su profundidad a 500, 1000 y 2000 ciclos.	154
5.33	Gráfica que muestra la cantidad total de grietas a 500, 1000 y 2000 ciclos en cada uno de los sistemas analizados.....	155
5.34	Gráfica que muestra el comportamiento de longitud promedio de grieta después de 500, 1000 y 2000 ciclos de fatiga en los seis sistemas analizados. Los sistemas Nitruado (PN), PN+CrN y PN+(Cr/CrN)x8, recuadro rojo, muestran baja longitud promedio de grieta mientras que los sistemas PN+TiN, PN+TiAlN y PN+(CrN/TiN)x3, recuadro azul, valores altos.....	158
5.35	Gráfica que muestra la densidad de grietas después de 500, 1000 y 2000 ciclos de fatiga en los seis sistemas analizados. Los sistemas Nitruado (PN), PN+CrN y PN+(Cr/CrN)x8, recuadro rojo, muestran alta densidad de grieta mientras que los sistemas PN+TiN, PN+TiAlN y PN+(CrN/TiN)x3, recuadro azul, valores bajos(158).....	158
5.36	Graficas que muestra los valores de densidad de grietas ( $\rho$ ) y profundidad promedio ( $l_m$ ) después de: a) 500. b) 1000 y c) 2000 ciclos de fatiga en los seis sistemas analizados.....	160
5.37	Grafica que muestra la tendencia de los parámetros de densidad de grietas ( $\rho$ ) y profundidad promedio ( $l_m$ ) a 500, 1000 y 2000 ciclos en cada sistema.....	161
5.40	Grafica que muestra los valores de profundidad máxima de grieta a 500, 1000 y 2000 ciclos de fatiga en los 6 sistemas analizados.....	163
5.41	Valores de durezas en la capa nitruada de cada sistema después de 500, 1000 y 2000 ciclos.....	164
5.42	Distribuciones de durezas en la capa nitruada después de a) 500, b) 1000 y c) 2000 ciclos.....	165
5.43	Graficas de porcentaje de reducción de dureza en los substratos nitruados de los seis sistemas analizados a a)500, b)1000 y c)2000 ciclos.....	167



## Lista de Tablas

Tabla	Descripción	Página
2.1	Métodos ingenieriles para tratamiento superficial.....	11
4.1	Composición química AISI H13 (balance Fe).....	58
4.2	Parámetros utilizados en la creación de los sistemas dúplex en muestras testigo.....	76
4.3	Parámetros utilizados en la creación de los sistemas dúplex en muestras experimentales.....	86
4.4	Parámetros de banco de pruebas para los ensayos de fatiga térmica.....	92
4.5	Matriz experimental.....	93
4.6	Programa de ensayos por etapas.....	94
5.1	Medición de espesor de recubrimientos.....	129
5.2	Resumen de propiedades obtenidas en los aceros H13 con sistemas dúplex...	138
5.3	Espesores y rugosidades promedio en recubrimientos de muestras experimentales.....	141
5.4	Numero de ciclos vs aparición de grietas.....	142
5.5-1	Cantidad de grietas de acuerdo a su profundidad obtenidas a 500, 1000 y 2000 ciclos.....	153
5.5-2	Grietas totales, densidad de grietas, profundidad promedio de grietas, profundidad máxima y factor “Pirocracking”.....	153
5.6	Cantidad de grietas totales.....	155
5.7	Longitud promedio de grietas.....	157
5.8	Densidad de grietas.....	157
5.9	Profundidad máxima de grieta.....	162
5.10	Porcentaje de reducción de durezas.....	167
5.11	Propiedades obtenidas en recubrimientos.....	171
5.12	Factor “Pirocracking”.....	175

## RESUMEN AUTOBIOGRÁFICO

Miguel Ángel Quiñones Salinas

Candidato para el Grado de Doctor en Ingeniería de Materiales.

Tesis: “Fatiga térmica en aceros grado herramienta  
con modificación superficial”.

Miguel Ángel Quiñones Salinas nació el 15 de abril de 1980 en la ciudad de Monterrey, Nuevo León. Hijo del Sr. Miguel Quiñones Fuentes y la Sra. Sandra Neida Salinas González. En el 2010 contrae matrimonio con Rocío Gemma Contreras Duarte, en el 2013 nace su primer hija Victoria Avril Quiñones Contreras y en el 2017 su segunda hija Ivanna Sofia Quiñones Contreras.

Curso sus estudios profesionales en la Facultad de Ingeniería Mecánica y Eléctrica de la Universidad Autónoma de Nuevo León, obteniendo el título de Ingeniero Mecánico en el año 2003.

En Agosto del año 2003 inicia sus estudios de Maestría en Ciencias de la Ingeniería Mecánica con Especialidad en Materiales.

En Agosto del año 2006 inicia sus estudios de Doctorado en Ingeniería de Materiales, ambos postgrados becados por el Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología (CONACYT), dentro del Programa Doctoral en Ingeniería de Materiales (PDIM) de esta misma facultad.

Realizó dos estancias de investigación en el instituto de Tecnologías Sustentables en Radom Polonia por un total de un año.

A partir del año 2012 se desempeña en el ramo metal mecánico y automotriz.