

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN

FACULTAD DE INGENIERÍA MECÁNICA Y ELÉCTRICA

DIVISIÓN DE POSTGRADO



FATIGA TÉRMICA A BAJOS CICLOS EN ACEROS
CON MODIFICACIÓN SUPERFICIAL

POR

AZAEEL TORRES GARZA

TESIS

EN OPCIÓN AL GRADO DE MAESTRO EN CIENCIAS DE LA INGENIERÍA
MECÁNICA CON ESPECIALIDAD EN MATERIALES

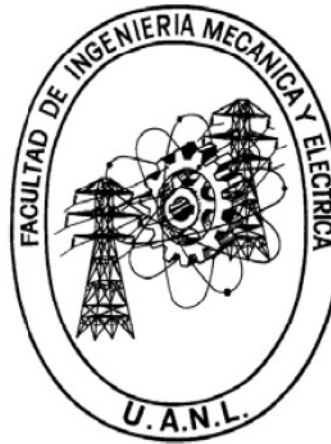
CIUDAD UNIVERSITARIA

FEBRERO 2012

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN

FACULTAD DE INGENIERÍA MECÁNICA Y ELÉCTRICA

DIVISIÓN DE POSTGRADO



FATIGA TÉRMICA A BAJOS CICLOS EN ACEROS
CON MODIFICACIÓN SUPERFICIAL

POR

AZAEEL TORRES GARZA

TESIS

EN OPCIÓN AL GRADO DE MAESTRO EN CIENCIAS DE LA INGENIERÍA
MECÁNICA CON ESPECIALIDAD EN MATERIALES

CIUDAD UNIVERSITARIA

FEBRERO 2012

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN
FACULTAD DE INGENIERÍA MECÁNICA Y ELÉCTRICA
DIVISIÓN DE ESTUDIOS DE POSTGRADO

Los miembros del comité de la tesis recomendamos que la tesis “**Fatiga térmica a Bajos Ciclos en Aceros con Modificación Superficial**” realizada por el Ing. Azael Torres Garza sea aceptada para su defensa como opción al grado de Maestro en Ciencias de la Ingeniería Mecánica con especialidad en Materiales.

El comité de Tesis

Dr. Rafael David Mercado Solís

Asesor

Dr. Nelson Federico Garza

Montes de Oca

Coasesor

Dr. Javier Rodrigo González López

Coasesor

Dr. Moisés Hinojosa Rivera

Subdirector de Estudios de Postgrado

Vo. Bo.

San Nicolás de los Garza, N.L., Febrero del 2012

DEDICATORIA

A Dios

Por sentir tu presencia cada día y por tu amor que me impulsa cada momento.

A mi familia

Por ser el mejor regalo que me han dado.

A mis amigos

Por su apoyo para la elaboración de esta tesis

AGRADECIMIENTOS

A Dios por llegar a esta etapa de mi vida y por todas sus grandes bendiciones.

Al Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología (CONACYT) por el apoyo económico brindado para el desarrollo de esta investigación y por otorgar la beca para mis estudios.

Al Postgrado de Ingeniería de Materiales de la FIME-UANL por darme la oportunidad de estudiar y proporcionar el equipo necesario. Además por contar con profesores tan capaces y siempre dispuestos a compartir su conocimiento.

Al Dr. Rafael David Mercado Solís por su guía en el desarrollo de esta tesis. Su dedicación no sólo me hizo crecer profesionalmente, sino que además en el plano personal y espiritual. Le agradezco por su apoyo, motivación y su amistad.

Al Dr. Nelson Garza Montes de Oca por el gran apoyo y entusiasmo que siempre mostró a lo largo de esta investigación. Sobre todo agradezco la amistad que me regaló.

Al Dr. Rodrigo González López por sus valiosos comentarios y consejos para la realización de la tesis.

Al M.C. Miguel Quiñones Salinas por su gran disposición para ayudarme y resolverme las dudas. Muchas gracias por tu amistad ¡Aguante Doctor!

A la M.C. Gabriela Martínez Cázares y al Ing. Douglas Quiñones Salinas por su ayuda en la parte experimental de este proyecto y por su amistad.

Al M.C. Diego Lozano de la Garza por su apoyo y amistad, fueron de gran ayuda para el desarrollo de la tesis.

Al Dr. Arturo Juárez, M.C. Arturo Reyes, M.C. Geo Contreras, M.C. Mónica Martínez y M.C. Roberto Benavides por su apoyo en la simulación computacional.

A todos los amigos que hice en este tiempo. A mis amigos de generación por tantas convivencias. A mis amigos de los cubos por tantas tardes tan divertidas, por las idas al cine y demás salidas. Al “pasillo puro licenciado”, a los Materiales FC y los PGB.

Le agradezco a toda la gente que se preocupó por mi y que me apoyaron tanto... ¡gracias totales!

Índice general

RESUMEN	1
CAPÍTULO 1 INTRODUCCIÓN	2
1.2 OBJETIVO GENERAL.	4
1.3 OBJETIVOS PARTICULARES.	4
1.4 HIPÓTESIS.	4
CAPÍTULO 2 MARCO TEÓRICO	5
2.1 RESUMEN DEL CAPÍTULO.	5
2.2 FATIGA TÉRMICA.	5
2.2.1 <i>Deformación térmica y mecánica.</i>	7
2.3 MODIFICACIÓN SUPERFICIAL.	9
2.4 MODIFICACIÓN SUPERFICIAL EN FATIGA TÉRMICA	10
2.4.1 <i>Desempeño de los sistemas dúplex en fatiga térmica</i>	11
2.4.2 <i>Agrietamiento en fatiga térmica</i>	11
2.4.3 <i>Defectos superficiales en recubrimientos duros.</i>	14
2.5 DESCRIPCIÓN GENERAL DEL MÉTODO DE ELEMENTO FINITO.	15
CAPÍTULO 3 SIMULACIÓN EXPERIMENTAL	23
3.1 INTRODUCCIÓN.	23
3.2 PREPARACIÓN DEL SUSTRATO.	25
3.2.1 <i>Composición química de las muestras recibidas.</i>	25
3.2.2 <i>Maquinado.</i>	26
3.2.3 <i>Tratamiento Térmico.</i>	27
3.2.4 <i>Tratamiento mecánico.</i>	29
3.2.5 <i>Nitrurado</i>	30
3.3 DEPOSITACIÓN DE RECUBRIMIENTOS.	31
3.4 ENSAYOS DE FATIGA TÉRMICA.	33
3.4.1 <i>Especímenes para el ensayo.</i>	33
3.4.2 <i>Máquina de Ensayos de Fatiga Térmica (MEFT)</i>	34
3.4.3 <i>Condiciones experimentales</i>	35
3.5 OBSERVACIONES SUPERFICIALES	36
3.5.1 <i>Limpieza superficial</i>	36
3.5.2 <i>Microscopía Óptica</i>	37
3.5.3 <i>Medición de tamaño de defectos superficiales.</i>	38
3.6 OBSERVACIONES TRANSVERSALES.	39
3.6.1 <i>Corte de especímenes</i>	39
3.6.2 <i>Preparación de los especímenes para inspección en el MEB</i>	41
3.7 MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO	41
CAPÍTULO 4 MODELACIÓN COMPUTACIONAL	44
4.1 INTRODUCCIÓN	44
4.2 HISTORIAL TÉRMICO.	44
4.3 GEOMETRÍA.	46
4.4 PROPIEDADES DEL MATERIAL.	47

4.5 DISCRETIZACIÓN GEOMÉTRICA.	48
4.6 SIMULACIÓN DEL PROCESO	49
4.6.1 <i>Calentamiento</i>	50
4.6.2 <i>Desplazamiento</i>	51
4.6.3 <i>Enfriamiento</i>	52
4.7 CONDICIONES A LA FRONTERA	53
CAPÍTULO 5 RESULTADOS Y DISCUSIÓN PARTE 1: SIMULACIÓN EXPERIMENTAL	56
5.1 ANÁLISIS DE SUPERFICIE	56
5.1.1 <i>Agrietamiento superficial</i>	57
5.1.2 <i>Medición de tamaño de “droplet”.</i>	64
5.1.3 <i>Daño superficial</i>	71
5.2 ANÁLISIS DE LAS SECCIONES TRANSVERSALES	72
5.3 DISCUSIÓN	80
CAPÍTULO 6 RESULTADOS Y DISCUSIÓN PARTE 2: MODELACIÓN COMPUTACIONAL	85
6.1 INTRODUCCIÓN.	85
6.2 CÁLCULO DE LOS PERFILES TÉRMICOS.	85
6.3 CÁLCULO DE LAS SOLICITACIONES TÉRMICAS	89
6.5 CÁLCULO DE LAS SOLICITACIONES TERMO-MECÁNICAS	101
6.6 CÁLCULO DE LA VIDA A LA FATIGA.	103
CAPÍTULO 7 CONCLUSIONES	108
CAPÍTULO 8 RECOMENDACIONES Y TRABAJO FUTURO	110
ÍNDICE DE FIGURAS	111
ÍNDICE DE TABLAS	114

RESUMEN

Este trabajo de tesis presenta una investigación sobre el efecto de la modificación superficial del acero AISI H13 bajo fatiga térmica. Seis distintos tipos de modificación superficial se utilizaron para esta investigación, una pieza nitrurada y cinco sistemas dúplex compuestos de recubrimientos duros depositados por PVD [CrN, (Cr/CrN) \times 8], (CrN/TiN) \times 3, TiN, TiAlN] sobre sustratos nitrurados. La experimentación consistió en diez ciclos de fatiga térmica en la Máquina de Ensayos Fatiga Térmica. Los ciclos consistieron en calentamientos rápidos de 15 segundos hasta una temperatura máxima aproximada de 600°C y enfriamientos rápidos de 10 segundos a una temperatura mínima de 50°C. Los patrones de agrietamiento producidos se analizaron mediante microscopía óptica (MO) y microscopía electrónica de barrido (MEB). Después de los ciclos de fatiga térmica los cinco sistemas dúplex experimentaron daño en la superficie del recubrimiento, mientras el sustrato resultó sin daño aparente. Los recubrimientos CrN, (Cr/CrN) \times 8 y (CrN/TiN) \times 3 sufrieron un agrietamiento tanto en la superficie como en la sección transversal del recubrimiento. Mientras que los recubrimientos TiN y TiAlN sufrieron un desprendimiento debido a su baja adhesión al sustrato. Por lo tanto la modificación superficial dúplex bajo diez ciclos de fatiga térmica no produce una mejoría frente a un espécimen nitrurado.

Como trabajo paralelo se realizó una modelación computacional con el objetivo de calcular las condiciones de trabajo de la MEFT. A partir de lecturas de termopares a distintas ubicaciones, se calculó los coeficientes de transferencia de calor de las distintas etapas de un ciclo de fatiga térmica. Al cargar en la superficie los coeficientes de transferencia de calor fue posible calcular las condiciones superficiales de temperatura, esfuerzos y deformaciones. En base a los resultados de la modelación computacional fue posible calcular los ciclos térmicos para el inicio del agrietamiento, los cuales coinciden con simulaciones experimentales en la MEFT.

CAPÍTULO 1

INTRODUCCIÓN

La fatiga térmica es un mecanismo de falla que comúnmente se presenta en los herramientas de trabajo en caliente. Este fenómeno se manifiesta como un agrietamiento reticulado en la superficie del metal y que disminuye considerablemente la vida útil del herramienta. En la actualidad el poseer herramientas en condiciones aceptables de trabajo es de suma importancia debido a la gran competencia que existe entre las industrias.

Hoy en día una forma de incrementar la vida útil de los herramientas es mediante procesos de modificación superficial. Estos tienen como objetivo la alteración de las propiedades de la superficie de manera benéfica, donde los sistemas dúplex, que consisten normalmente en la aplicación en fase vapor de dos elementos químicos mediante física de plasmas sobre sustratos con capas difusivas, han resultado una buena alternativa. La modificación superficial ha mostrado una mejoría notable en el uso de los herramientas. Cabe señalar que la fatiga térmica no es el único mecanismo de falla presente en la aplicación del herramienta. Además de este fenómeno, existe una interacción entre otros mecanismos de degradación los cuales pueden ser: desgaste en varios modos, corrosión, y casos de deformación plástica y fatiga mecánica que reducen la vida del herramienta.

Distintos grupos de investigación se han dado a la tarea de diseñar y construir simuladores para ensayos de fatiga térmica y reproducir los ciclos

CAPÍTULO 1 - INTRODUCCIÓN

térmicos en sistemas dúplex con sustratos típicos para trabajo en caliente y diversos recubrimientos duros.

Los resultados de dichas investigaciones presentan resultados positivos y negativos, teniendo en común que, los ciclos térmicos experimentados por los materiales de prueba están por encima de los 500 ciclos, lo cual provoca grietas de fatiga térmica muy superiores a los 50 micrómetros de profundidad.

Es de hacer notar, que este número de ciclos impide observar el sitio exacto donde se origina la grieta en metales recubiertos con sistemas dúplex. Al no tener la certeza de conocer el sitio donde se originan las grietas de fatiga térmica no es posible determinar el efecto real de la modificación superficial.

Esta investigación parte de la premisa de ensayar un acero con seis tipos de modificación superficial a 10 ciclos térmicos en la Máquina para Ensayos de Fatiga Térmica (MEFT). El objetivo es generar grietas con longitudes similares al espesor de los recubrimientos y así determinar el sitio de nucleación de las grietas mediante microscopía óptica y microscopía electrónica de barrido. Las modificaciones superficiales a evaluar constan de un acero nitrurado y cinco sistemas dúplex aplicados sobre un acero AISI H13. Los recubrimientos de los sistemas dúplex son 3 monocapas CrN, TiN y TiAlN y dos multicapas (Cr/CrN)x8 y (CrN/TiN)x3 sobre sustratos nitrurados.

Como trabajo paralelo a esta investigación se desarrolló un modelo computacional con el objetivo de reproducir las condiciones experimentales de la MEFT por método de elemento finito. Esta modelación computacional se desarrolló a partir de datos de temperatura provenientes de lecturas de termopares colocados en lugares estratégicos en un espécimen de acero H13.

El método de elemento finito es una herramienta muy útil en modelaciones computacionales porque permite determinar una amplia gama de resultados y en distintos procesos como por ejemplo perfiles de temperaturas en moldes de fundición y estado de esfuerzos en rodillos de laminación. El objetivo de esta modelación es determinar el perfil térmico y el estado de

CAPÍTULO 1 - INTRODUCCIÓN

esfuerzos y deformaciones en el transcurso de los ciclos térmicos que experimentan los especímenes ensayados.

1.2 Objetivo general.

El objetivo principal de esta investigación es el de determinar las características de nucleación y propagación de grietas cortas y deducir los efectos de las distintas modificaciones superficiales en fatiga térmica.

1.3 Objetivos particulares.

- Determinar si la modificación superficial tiene un efecto positivo o negativo en la resistencia a la fatiga térmica
- Analizar el efecto del tamaño de “droplet” de los recubrimientos sobre la fatiga térmica.
- Examinar el comportamiento de los sistemas multicapas que han mostrado un mejor desempeño que los sistemas monocapas.
- Simular las condiciones experimentales del comportamiento térmico y mecánico por método de elemento finito de un acero H13.

1.4 Hipótesis.

Es posible determinar el efecto de la modificación superficial en aceros bajo fatiga térmica mediante la generación de grietas de tamaño similar al espesor de los recubrimientos por medio de ensayos a bajos ciclos estableciendo los sitios de nucleación y propagación de grietas por microscopía óptica y microscopía electrónica de barrido.

CAPÍTULO 2

MARCO TEÓRICO

2.1 Resumen del capítulo.

Este capítulo se divide en dos partes. La primera parte versa sobre la fatiga térmica en aceros con modificación superficial. En donde se define a la fatiga térmica como un mecanismo de falla, haciendo énfasis a los herramientas expuestos a condiciones de trabajado a altas temperaturas y al desempeño, en estudios de laboratorio y de campo, de la modificación superficial en fatiga térmica de los aceros con modificación superficial y los factores que provocan el agrietamiento.

En la segunda parte se describe de manera general la solución de problemas ingenieriles por método de elemento finito el cual fue utilizado como una herramienta de cálculo en este trabajo.

Parte 1: Fatiga térmica en aceros con modificación superficial

2.2 Fatiga térmica.

La fatiga térmica se presenta al someter un material a ciclos térmicos severos, de calentamiento y enfriamiento, restringiendo su deformación térmica. Esto genera un estado de esfuerzos y deformaciones transitorias que en el transcurso de los ciclos térmicos producen agrietamiento y es un mecanismo de falla recurrente en elementos mecánicos [1, 2].

CAPÍTULO 2 – MARCO TEÓRICO

En la etapa de calentamiento el material trata de expandirse pero es limitado y se producen esfuerzos y deformaciones compresivas. Mientras que en la etapa de enfriamiento el material trata de contraerse y se restringe su deformación térmica dando como resultado esfuerzos y deformaciones tensiles [1, 2].

La limitante para el desarrollo de fenómenos de fatiga térmica es la restricción de la dilatación térmica; la restricción puede ocurrir de dos formas interna y externa. La restricción interna resulta de un gradiente de temperaturas en el material, producido por un cambio rápido en la temperatura en una región del material o anisotropía en el material que ocasione retardo en el cambio uniforme de temperatura. Por otro lado la restricción externa consiste en un marco mecánico que restringe la dilatación térmica, este tipo de restricción es más común en estudios de experimentación ya que en el diseño de componentes expuestos a altas temperaturas, por lo general, se toma en cuenta la deformación térmica [1, 2].

Los daños por fatiga térmica son comunes en la industria de deformación de metales en altas temperaturas en trabajo en caliente, en donde los herramientas, experimentan una degradación considerable debido a las cargas cíclicas y esfuerzos térmicos a los que son sometidos [1, 2].

El agrietamiento causado por fatiga térmica se presenta de manera reticular en la superficie del material, en la figura 2.1 se muestran este tipo de agrietamiento en dos procesos: forja y fundición, en un estudio realizado por Sjöström y Bergström [3].

En el caso de la forja en caliente, el herramental (figura 2.1a) se precalentó a 200 °C y la pieza de trabajo a 1250 °C, al entrar en contacto ambas piezas la temperatura superficial del herramental se incrementa de manera rápida. Al momento de separar el herramental y la pieza de trabajo la temperatura superficial del herramental disminuye, y aún a mayor rapidez al utilizar lubricante, compuesto a base de agua, completando así las etapas de

CAPÍTULO 2 – MARCO TEÓRICO

calentamiento y enfriamiento. El molde de fundición (figura 2.1b) entra en contacto con el metal fundido que posee una temperatura de 670°C por un periodo de 70 segundos, al momento de retirar la pieza fundida el molde se rocía con agua hasta disminuir la temperatura a 220°C. Cabe señalar que en dichos casos la fatiga térmica no es el único mecanismo de daño pero es el principal.

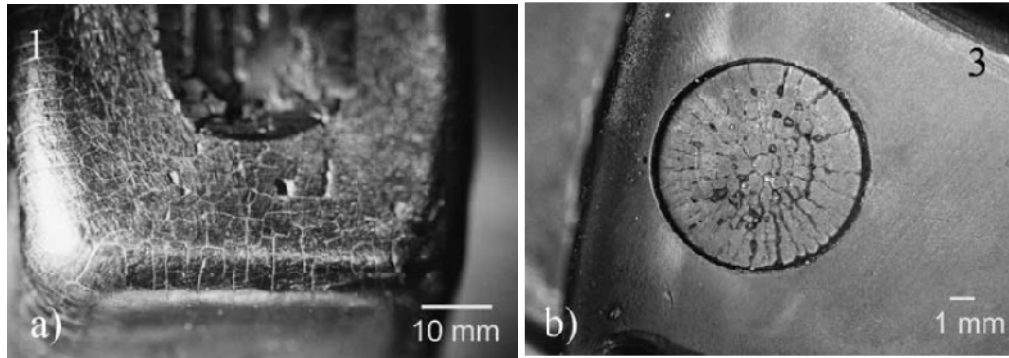


Figura 2.1 Agrietamiento reticular. a) herramienta para forjado en caliente, b) molde de fundición [3].

2.2.1 Deformación térmica y mecánica.

Como se mencionó anteriormente la restricción de la deformación térmica es una condicionante para generar fatiga térmica, en el caso donde la deformación térmica sea convertida totalmente a deformación mecánica se dice que la deformación esta en restricción total. En este caso la deformación mecánica es idéntica a la deformación térmica y se expresa mediante la ecuación 2.1

$$\varepsilon_t = \varepsilon_m = \alpha\Delta T \quad 2.1$$

Donde ε_t es la deformación térmica, ε_m es la deformación mecánica, α es el coeficiente de dilatación térmica, ΔT es la diferencia de temperatura (rango de temperatura).

En el caso donde la deformación térmica no se convierta totalmente a deformación mecánica la deformación total se expresa como la ecuación 2.2

$$\varepsilon_{tot} = \varepsilon_m + \varepsilon_t \quad 2.2$$

CAPÍTULO 2 – MARCO TEÓRICO

Donde ε_{tot} es la deformación total.

Para los casos de restricción total se identifican como $\varepsilon_t/\varepsilon_m = -1$. Cuando esta razón es mayor a -1, ocurre en algún punto la libre deformación térmica, lo que ocasiona un estado libre de esfuerzos, esta condición se le llama restricción parcial; en el caso que la relación sea menor a -1 y a esta condición se le denomina sobre restringida [4].

La deformación tiene dos componentes, deformación elástica y plástica. El grado de deformación plástica regirá el número de ciclos térmicos a falla del material. Si la deformación plástica es mayor a la elástica la vida del material se encuentra en el régimen de fatiga térmica a bajos ciclos, mientras que en el caso donde la deformación elástica es mayor a la plástica los ciclos térmicos a falla se encuentran en el régimen de fatiga térmica a altos ciclos [5].

La trayectoria esfuerzo deformación en un material sujeto a ciclos térmicos, con una temperatura máxima T_2 y una temperatura mínima T_1 , y con una restricción total ($\varepsilon_t = \varepsilon_m$) es esquematizado en la figura 2.2.

El punto T_1 (punto 0) de la gráfica es el punto de partida y es donde el cuerpo se encuentra libre de esfuerzos y deformaciones. El material al ser calentado sigue la trayectoria $0 \rightarrow A \rightarrow B$, donde A es el punto que intercepta la curva de esfuerzos de cedencia y al sobrepasar esa temperatura la trayectoria sigue esa curva hasta el punto B, que es el punto donde tiene la temperatura máxima, T_2 , la deformación alcanzada hasta ese punto es la deformación plástica durante el primer calentamiento y se señala como ε_{p0} .

Al enfriar el material de T_2 a T_1 sigue la trayectoria $B \rightarrow C \rightarrow D$, donde el punto C es cuando el material empieza a fluir plásticamente hasta la temperatura T_1 en el punto D, con una deformación plástica a tensión igual a ε_p . En el segundo calentamiento T_1 - T_2 la deformación sigue la trayectoria $D \rightarrow E \rightarrow B$, con una deformación plástica de ε_p a compresión. Calentamientos posteriores

CAPÍTULO 2 – MARCO TEÓRICO

T_1 - T_2 corresponden al lazo cerrado de esfuerzos y deformaciones a $B \rightarrow C \rightarrow D \rightarrow E \rightarrow B$ [5].

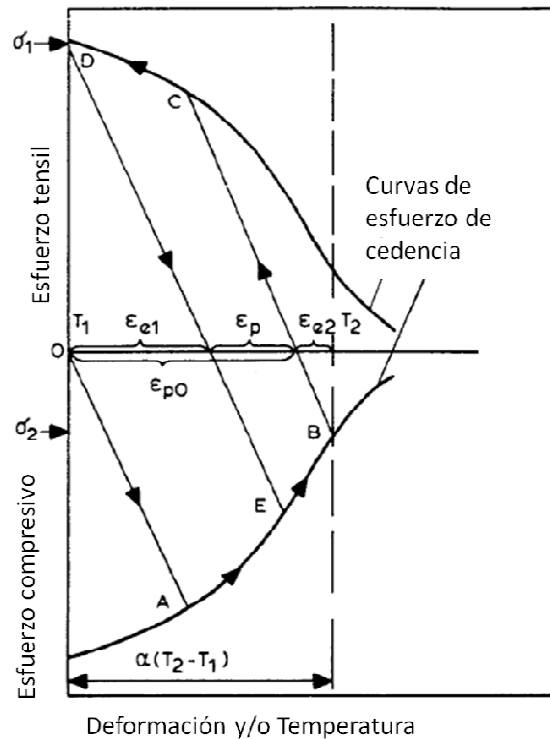


Figura 2.2 Diagrama esfuerzo/deformación para ciclos térmicos. T_1 y T_2 corresponden las temperaturas mínimas y máximas, σ_1 y σ_2 corresponden a los esfuerzos de cedencia a T_1 y T_2 respectivamente [5].

2.3 Modificación superficial.

En los herramientas de trabajo en caliente se espera que las grietas por fatiga térmica se presenten en la superficie del material debido a que es el lugar donde los cambios de temperatura son mayores, al grado de causar deformación plástica en cada ciclo térmico. Además la superficie de los herramientas sufre daño producto de otros mecanismos de falla, por ejemplo en el caso de los moldes de fundición la erosión, oxidación y adherencia de la fundición al molde que limitan la vida del herramienta [6].

Una forma de incrementar la vida útil de los herramientas es modificando la superficie del material. La modificación superficial es un proceso que consiste en alterar la superficie o una zona cercana a la superficie,

alterando la microestructura o bien aplicando un recubrimiento sobre la misma [7].

La transformación de la superficie cambia las propiedades de la superficie y el material original se mantiene presente en la superficie, por ejemplo, capas difusivas como el proceso de nitrurado. Mientras que el recubrimiento de la superficie, un material es añadido al material original (sustrato) de tal manera que el material original no se encuentre en la superficie, por ejemplo los recubrimientos por la técnica de depósito físico en fase vapor (PVD por sus siglas en inglés) [7].

En algunos casos el recubrimiento de la superficie puede proceder de una transformación de la misma, resultando en una combinación de los dos modos de modificación superficial, conocidos estos últimos como sistemas dúplex [7].

2.4 Modificación superficial en fatiga térmica

Los sistemas dúplex han resultado con un mejor desempeño que los materiales con capas difusivas o capas delgadas de manera individual. Los sistemas dúplex se basan en la alta dureza a temperaturas altas de una capa delgada depositada en un sustrato capaz de retrasar el agrietamiento [8-10].

Para un buen desempeño los sistemas dúplex deben contar con las siguientes características y consideraciones:

- Contar con sustratos de durezas altas debido a que acumulan menor deformación plástica y mejor adhesión al recubrimiento depositado [11, 18]
- En el caso del nitrurado, la capa difusiva no debe exceder los 150 μm de profundidad [12].
- Los recubrimientos TiN sobre sustratos nitrurados con “capa blanca” (γ' - Fe_4N y ε - Fe_{2-3}N) son propensos al desprendimiento de los mismos [13].
- Los sustratos nitrurados deben contar con geometrías sencillas para facilitar la remoción de la capa blanca [14]

- Se debe evitar la presencia de nitruros de hierro en los límites de grano [15].

2.4.1 Desempeño de los sistemas dúplex en fatiga térmica

Los resultados reportados en cuanto al desempeño de los sistemas dúplex son muy variados. Los sistemas dúplex con recubrimientos TiN y CrN han mostrado una mejor resistencia a la fatiga térmica en moldes de fundición de aluminio con respecto a herramientas sin modificar [8, 13]. En condiciones de forja en caliente los sistemas dúplex tuvieron un mejor desempeño con recubrimientos TiN/TiAlN y CrN, mostrando un aumento de vida útil entre 200-300% que los materiales sin modificar. [8, 16].

En condiciones experimentales a nivel laboratorio el sistema dúplex con recubrimiento TiN muestra mejores desempeño que los recubrimientos individuales CrN y TiN con calentamientos por inducción hasta 720°C y enfriamientos con agua [17]. De igual manera, en condiciones de laboratorio, el sistema dúplex (CrN/TiN)x3 resultó con mejor desempeño comparado con recubrimientos multicapas TiN/TiCN, (Cr/CrN)x3 y el mono capa CrN con calentamientos por resistencias y enfriamiento por agua [15].

Persson y coaut. [18] reportaron resultados negativos para estos sistemas cuando fueron expuestos a condiciones de laboratorio con calentamientos por inducción y enfriamientos con aceite, cuando estos materiales se comparan contra el desempeño de especímenes nitrurados, con recubrimientos PVD, tratamiento dúplex y especímenes sin modificar. Person y coaut resaltan el único aspecto positivo de la modificación superficial es que los sistemas dúplex disminuyen la densidad de grietas, aún con la ausencia de la capa blanca producida durante el nitrurado.

2.4.2 Agrietamiento en fatiga térmica

Los ciclos de fatiga térmica generan un agrietamiento reticulado, como se mostró en la figura 2.1. En una experimentación que corresponde al inicio del

CAPÍTULO 2 – MARCO TEÓRICO

agrietamiento reticulado y que fue realizada por Pellizzari y coaut. [20] se compararon sistemas dúplex depositados en sustrato AISI H11 en condiciones de fatiga térmica a nivel laboratorio comprendida entre 20 y 120 ciclos térmicos. Se observó que bajo estas condiciones la densidad de grietas con una longitud de 50 micrómetros aumenta considerablemente de 20 a 120 ciclos térmicos. Adicionalmente que la densidad de las grietas de mayor profundidad permanece constante en número asociando este comportamiento a una restricción reducida para su iniciación y poca absorción de energía que permita una propagación de grieta.

En estudios realizados mediante simulación computacional donde analizan el agrietamiento a partir de un agrietamiento inicial [19], ha sido posible explicar que el agrietamiento reticulado causado por fatiga térmica mitiga la aparición de nuevas grietas y disminuye la tasa de crecimiento en dirección normal al sustrato y hacia el centro del espécimen. Este fenómeno se atribuye a la formación de zonas de blindaje de esfuerzos, conocidas como *stress shielding zones*, y un factor de intensidad de esfuerzos reducido en la dirección de profundidad respectivamente.

Al incrementarse el número de ciclos térmicos tiende a aumentar la profundidad de las grietas. Como se puede observar en la figura 2.3, la mayoría de los estudios de fatiga térmica con modificación superficial se han realizado por encima de los 500 ciclos con el fin de establecer la vida de los especímenes ensayados, esto reduce la posibilidad de determinar el sitio exacto de nucleación de grietas por fatiga térmica, ya que las grietas generadas son de mayor magnitud que los recubrimientos y se propagan de la superficie del recubrimiento hacia el sustrato [21].

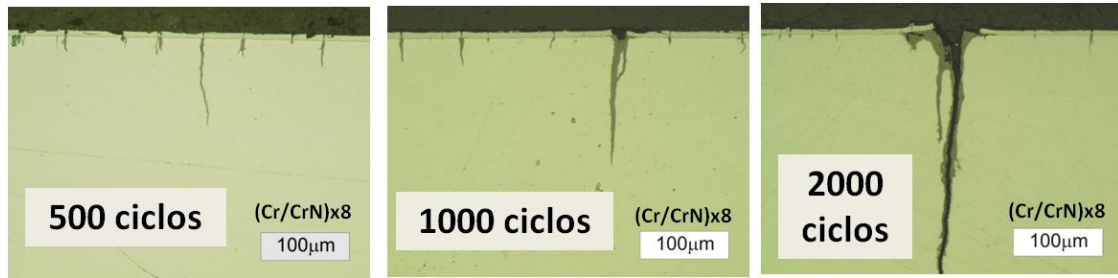


Figura 2.3 Evolución del agrietamiento a través de los ciclos en un sistema dúplex [21]

La literatura científica es muy limitada sobre los sitios de nucleación de grietas en aceros con modificación superficial dúplex sometidos a fatiga térmica. Los pocos estudios realizados a bajos ciclos [20] reportan que los sitios de nucleación de grietas se encuentran en la superficie del recubrimiento en defectos y cavidades del mismo. Cabe mencionar que estos estudios se realizaron con especímenes que presentaban capa blanca en el nitrurado, lo cual no es recomendable debido a que tiende a producir desprendimientos del recubrimiento, así como la formación de grietas las cuales su tamaño varía entre 50 hasta 350 micrómetros.

Otros estudios han indicado que los defectos superficiales como bordes en “*pin holes*” pudieran causar un agrietamiento (figura 2.4) además de que superficies rugosas con radios cóncavos son susceptibles a presentar agrietamiento en la interfase recubrimiento-sustrato en esfuerzos a compresión [22].

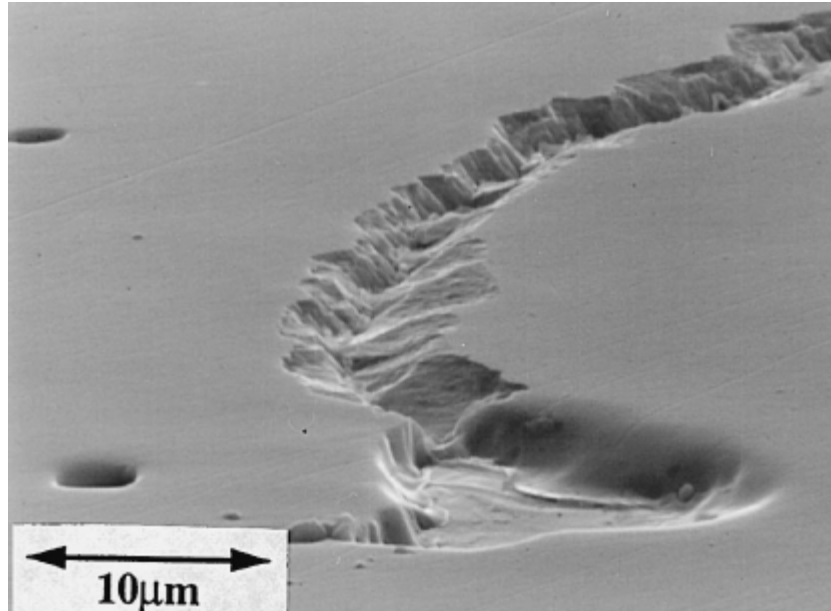


Figura 2.4 Agrietamiento superficial de recubrimiento en defecto “pin-holes” [22]

2.4.3 Defectos superficiales en recubrimientos duros.

Las superficies de los recubrimientos presentan una gran variedad de defectos que son causantes de agrietamiento y desprendimiento del mismo. Los defectos superficiales dependen de distintos parámetros y condiciones y que pueden estar relacionados con los siguientes factores [23]:

- A medida que el tiempo de depósito sea mayor, se tiene la tendencia de producir una mayor densidad de defectos.
- Al recubrir superficies por el método de arco es probable la aparición de defectos llamados “*droplets*”. Al momento de depositar el recubrimiento se deposita en forma de microgotas en el sustrato.

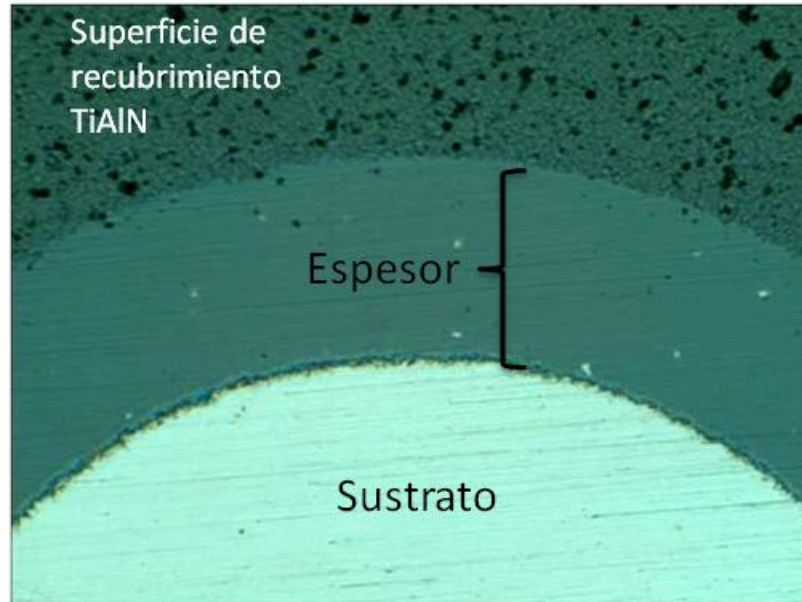


Figura 2.5 “Droplets” en el recubrimiento TiAlN con espesor de $2.8 \mu\text{m}$. Los “droplets” en microscopía óptica se observan como puntos oscuros en el recubrimiento y se concentran en su mayoría en la superficie del recubrimiento [21].

- La posición del sustrato en la cámara de depósito. Si la superficie del sustrato se encuentra perpendicular a la superficie del blanco (target) se produce una mayor cantidad de defectos que cuando la superficie del sustrato se encuentra paralela a la superficie del blanco.
- Cavidades en el sustrato y partículas ajenas al material. Las partículas ajenas al material pueden provenir de procesos anteriores al depósito del recubrimiento y se pueden alojar en cavidades del sustrato y quedar recubiertas, estas partículas al poseer poca adhesión se desprenden y generan cráteres en la superficie del recubrimiento conocidos como “*open voids*”. Estos defectos pueden resultar en fallas prematuras en los herramientas [24].

Parte 2: Método de elemento finito

2.5 Descripción general del método de elemento finito.

La idea básica del método de elemento finito es el resolver ecuaciones diferenciales mediante iteraciones cuando estas han sido convertidas a ecuaciones algebraicas. Debido a esto al resolver el problema la solución no

será la exacta, si no una aproximación a la solución, en la figura 2.6 se muestra un diagrama de flujo con pasos generales del método de elemento finito. [25].

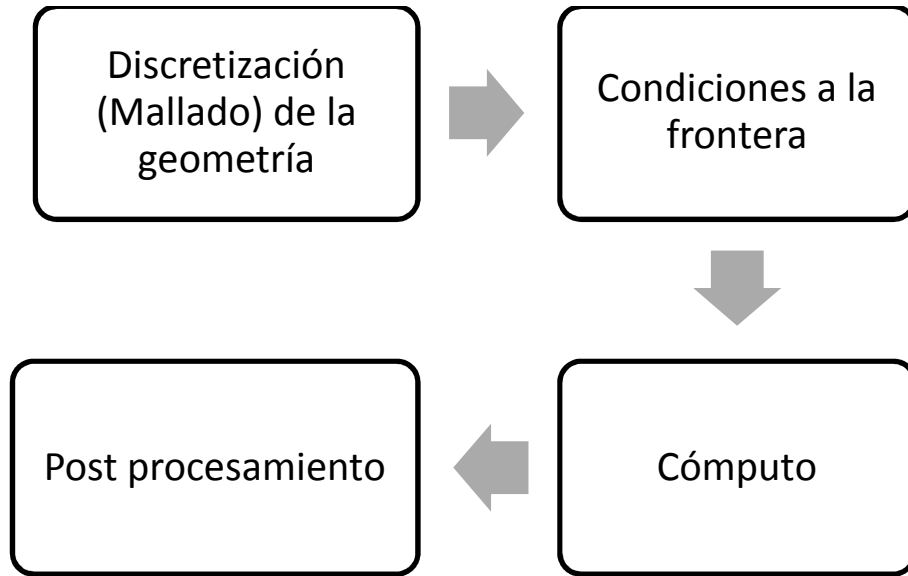


Figura 2.6 Metodología general para solución de problemas por método de elemento finito

La solución del problema se limita en una o más variables dependientes, las cuales deben satisfacer una ecuación diferencial dentro de un dominio conocido de variables independientes y satisfacer condiciones específicas de frontera del dominio. El dominio conocido de interés, la mayoría de las veces, representa la estructura física. Las variables dependientes de interés que son gobernadas por las ecuaciones diferenciales son las variables de campo. Las condiciones fronteras son los valores específicos de las variables de campo en las fronteras del campo. Dependiendo del tipo de análisis los valores dependientes pueden incluir desplazamiento, temperatura, flujo de calor, entre otros [26].

Una vez que el usuario define la geometría física del cuerpo (sólido, líquido o gas) en el problema de interés, la geometría se constituye de ensamble de subdivisiones llamados elementos finitos. Estos elementos se consideran unidos por los puntos nodales o nodos. En los análisis de dos dimensiones se utilizan elementos en forma de triángulos y cuadriláteros (figura 2.7a), mientras que en los análisis de tres dimensiones se utilizan tetraedros y

CAPÍTULO 2 – MARCO TEÓRICO

hexaedros (figura 2.7b). El número, tipo, tamaño y arreglo son seleccionados por el usuario para adaptarse a la geometría física del cuerpo (figura 2.7c). Este proceso de dividir la geometría en elementos se le conoce como discretización [26].

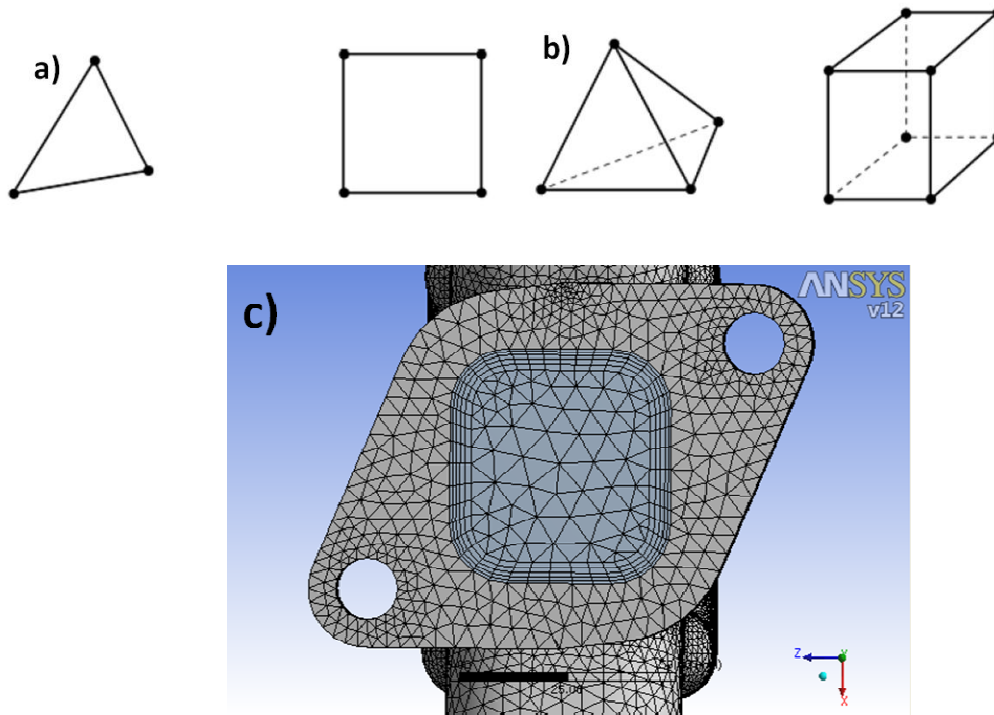


Figura 2. 7 Elementos para el mallado. a) Elementos para mallado en 2D b) Elementos para mallado en 3D c) Estructura mallada con distintos elementos en 3D [27]

Para resolver el problema general se dan soluciones de manera independiente para cada elemento, donde las variables de las ecuaciones se resuelven para los puntos nodales, estas operaciones resultan en una solución aproximada al problema.

Las ecuaciones, que generalmente se encuentran en forma de matriz, se pueden resolver de distintas formas, como por ejemplo utilizando el método directo de solución. Este método se basa en utilizar un razonamiento directo, en el caso de los problemas de transferencia de calor se utiliza la ley de Fourier $Q = KT$, mediante un sistema matricial donde se encuentran contenidas las propiedades de cada elemento, esta matriz se le conoce como matriz de rigidez [26, 29].

CAPÍTULO 2 – MARCO TEÓRICO

De acuerdo a la ley de Fourier, la tasa de flujo de calor por unidad de área en la dirección “x” puede ser descrita como:

$$q = -kA \frac{\Delta\theta}{L} \quad (2.3)$$

Donde q es el flujo de calor, A es el área normal al flujo de calor, $\Delta\theta = \theta_2 - \theta_1$ es el cambio de temperatura en un espesor L , siempre y cuando k , el coeficiente de conductividad térmica, sea constante. Suponiendo un flujo de calor en una dimensión como se muestra en la figura 2.8.

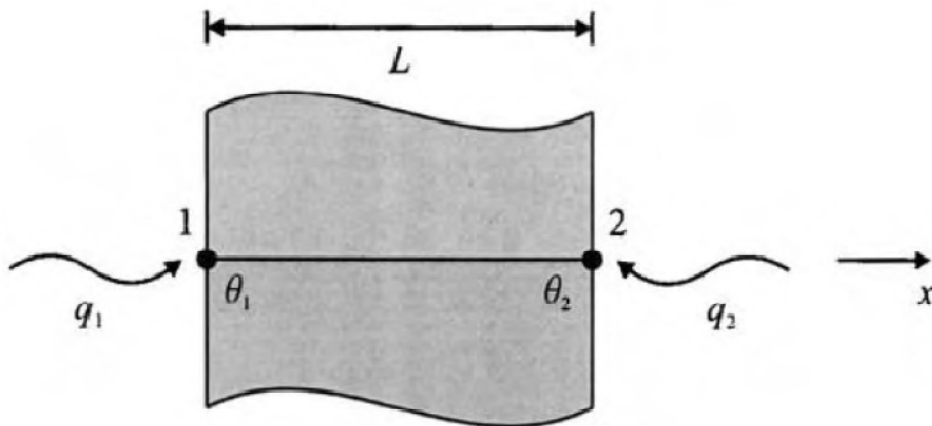


Figura 2.8 Flujo de calor en una dimensión [29].

Como se ilustra en la figura 2.7 el calor entrante se puede expresar como la ecuación 2.4. El equilibrio térmico requiere $q_2 = -q_1$ lo que nos resulta en la ecuación 2.5.

$$q_1 = \frac{kA}{L} (\theta_1 - \theta_2) \quad 2.4$$

$$q_2 = -\frac{kA}{L} (\theta_1 - \theta_2) \quad 2.5$$

Al combinar las ecuaciones 2.4 y 2.5 y reescribiendo en forma matricial nos resulta la ecuación 2.6. Esta forma matricial es la forma equivalente $q = k\theta$ que a su vez es la forma $Q = KT$ que se desea llegar [29].

$$\begin{Bmatrix} q_1 \\ q_2 \end{Bmatrix} = \frac{kA}{L} \begin{bmatrix} 1 & -1 \\ -1 & 1 \end{bmatrix} \begin{Bmatrix} \theta_1 \\ \theta_2 \end{Bmatrix} \quad 2.6$$

CAPÍTULO 2 – MARCO TEÓRICO

Una vez resuelto el problema los paquetes computacionales pueden desplegar una amplia gama de resultados; pueden ser escalares, vectores o tensores como temperatura, desplazamiento o estado de esfuerzos respectivamente; y se despliegan en la geometría como regiones de distintos colores o flechas apuntando la dirección, entre otras [30], como se muestra en la figura 2.9

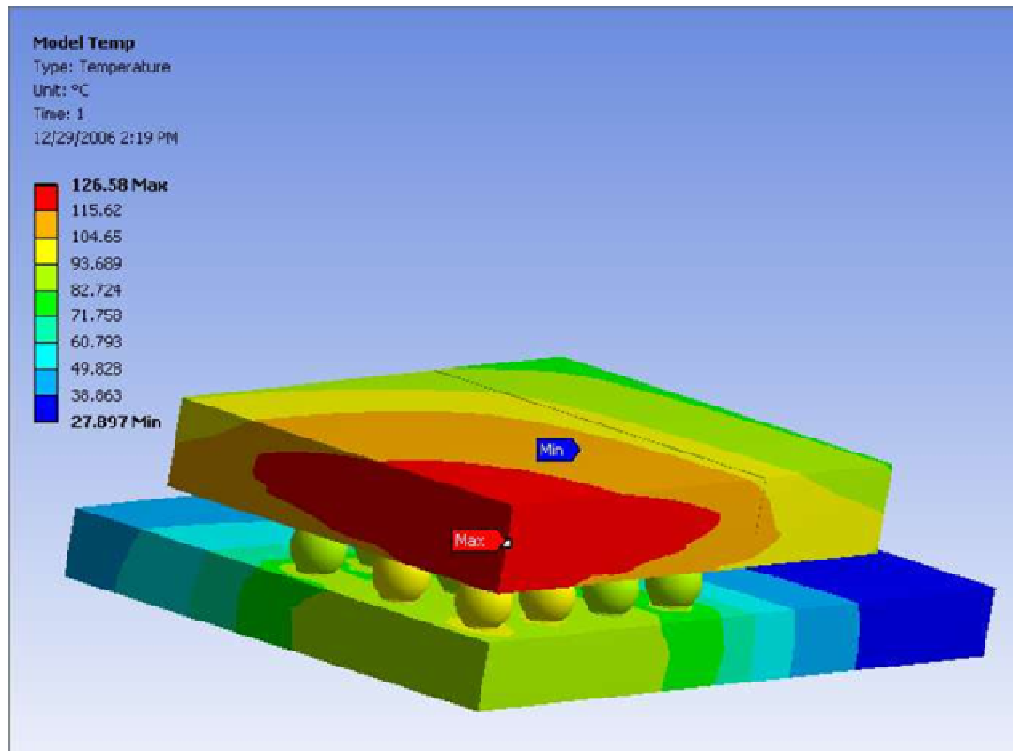


Figura 2.9 Despliegue de resultados en la etapa de post procesamiento en simulaciones computacionales [30].

Referencias

1. E. Glenny., Thermal Fatigue, Metallurgical Reviews, Institute of Metals, London, 1961
2. D. A. Spera, What is thermal fatigue: thermal fatigue of materials and components, ASTM, Philadelphia, 1976
3. J. Sjöström, J. Bergström, Thermal fatigue in hot-working tools, Scandinavian Journal of Metallurgy, 34 (2005) 221–231.
4. Sehitoglu H., Thermal and thermomechanical fatigue of structural alloys, in ASM Handbook, vol. 19, Materials Park (OH): ASM International, 1996.
5. S. Malm, L. Noström, Material-related model for thermal fatigue applied to tool steels in hot-working applications, Metal Science, 13 (1979) 544-550.
6. A. Persson, S. Hogmark, J. Bergström, Temperature profiles and conditions for thermal fatigue cracking in brass die casting dies, Journal of Materials Processing Technology, 152 (2004) 228–236.
7. D. M. Mattox, Handbook of physical vapor deposition (PVD) processing, second ed., Elsevier, USA, 2010.
8. P. Panjan, M. Cekad, R. Kirn, M. Sokovic, Improvement of die-casting tools with duplex treatment, Surface and Coatings Technology 180 –181 (2004) 561–565.
9. P. Panjan, I. Urankar, B. Navinsek, M. Tercelj, R. Turk, M. Cekada, V. Leskovsek, Improvement of hot forging tools with duplex treatment, Surface and Coatings Technology 151 –152 (2002) 505–509.
10. K. Kulkarni, A. Srivastava, R. Shivpuri, R. Bhattacharya, S. Dixit, D. Bhat, Thermal cracking behavior of multi-layer LAFAD coatings on nitride die steels in liquid aluminum processing, Surface and Coatings Technology 149 (2002) 171–178.
11. F.D. Lai, J.K. Wu, Structure, hardness and adhesion properties of CrN films deposited on nitrated and nitrocarburized SKD 61 tool steels, Surface and Coatings Technology 88 (1996) 183-189.

CAPÍTULO 2 – MARCO TEÓRICO

12. M. Pellizzari, A. Molinari, G. Straffelini, Thermal fatigue resistance of plasma duplex-treated tool steel, *Surface and Coatings Technology* 142 144 (2001) 1109-1115
13. J. Walkowicz, J. Smolik, K. Miernik, J. Bujak, Duplex surface treatment of moulds for pressure casting of aluminium, *Surface and Coatings Technology* 97 (1997) 453-464.
14. J. Walkowicz, J. Smolik, J. Tacikowski, Optimization of nitrided case structure in composite layers created by duplex treatment on the basis of PVD coating adhesion measurement, *Surface and Coatings Technology* 116-119 (1999) 370-379.
15. J. Smolik, M. Gulde, J. Walkowicz, J. Suchanek, Influence of the structure of the composite: 'nitrided layer/PVD coating' on the durability of forging dies made of steel DIN-1.2367, *Surface and Coatings Technology* 180-181 (2004) 506-511.
16. B. Navinsek, P. Panjan, I. Urankar, P. Cvahte, F. Gorenjak, Improvement of hot-working processes with PVD coatings and duplex treatment, *Surface and Coatings Technology* 142-144 (2001) 1148-1154.
17. C.M.D. Starling, J.R.T. Branco, Thermal fatigue of hot work tool steel with hard coatings, *Thin Solid Films* 308–309 (1997) 436–442.
18. A. Persson, S. Hogmark, J. Bergström, Thermal fatigue cracking of surface engineered hot work tool steels, *Surface & Coatings Technology* 191 (2005) 216– 227.
19. M. Kamaya, S. Taheri, A study on the evolution of crack networks under thermal fatigue loading, *Nuclear Engineering and Design* 238 (2008) 2147–2154.
20. M. Pellizzari, A. Molinari, and G. Straffelini, Damage mechanism in duplex treated hot work tool steel under thermal cycling, *Surface Engineering*, 18 (2002) 289-298.
21. M.A. Quiñones-Salinas, R.D. Mercado-Solís, A. Mazurkiewicz, J. Smolik, Thermal Fatigue of ion Nitrided and Duplex-Treated Hot-Work Tool Steel,

CAPÍTULO 2 – MARCO TEÓRICO

37TH International Conference of Metallurgical Coatings and Films, San Diego, April 2010.

22. U. Wiklund, J. Gunnars, S. Hogmark, Influence of residual stresses on fracture and delamination of thin hard coatings, *Wear* 232 (1999) 262–269.
23. P. Panjan, M. Cekada, M. Panjan, D. Kek-Merl, Growth defects in PVD hard coatings, *Vacuum* 84 (2010) 209–214.
24. S. Corujeira Gallo, C. A. Figueroa, I. J.R. Baumvol, Premature thermal fatigue failure of aluminium injection dies with duplex surface treatment, *Materials Science and Engineering A* 527 (2010) 7764–7769.
25. S.S. Rao, *The finite element method in engineering*, fourth edition, Elsevier Science & Technology Books, 2004.
26. D.V. Hutton, *Fundamental in finite element analysis*, McGraw Hill, New York, 2004.
27. Ansys Meshing Application Introduction, Chapter 2 Introduction to the Ansys meshing application, 2009.
28. Mechanical introduction Ansys 12, Chapter 6 Thermal Analysis, 2009.
29. E. Madenci, I. Guven, *The finite element method and application in engineering in ansys*, Springer, United States, 2006.
30. Mechanical introduction Ansys12, Chapter 8 results post processing, 2009.

CAPÍTULO 3

SIMULACIÓN EXPERIMENTAL

3.1 Introducción.

Para la experimentación, se utilizaron especímenes previamente fabricados como parte del trabajo experimental de una tesis doctoral anterior al presente trabajo. Por lo tanto, todo lo referente a la fabricación y tratamiento de los especímenes estuvo fuera del alcance de esta tesis. Sin embargo, por considerarse de importancia, en la primera parte de este capítulo (hasta la sección 3.4.1) se presenta brevemente el proceso de fabricación de los especímenes, según lo reportado en el trabajo previo [1].

Los especímenes consistieron en cilindros huecos de acero grado herramienta para trabajo en caliente tratados térmicamente por temple y doble revenido. Posteriormente las muestras se sometieron a un tratamiento de nitrurado iónico y además, se les depositaron recubrimientos duros de composiciones y arquitecturas variadas mediante la técnica de depositación física en fase vapor (PVD, por sus siglas en inglés). Una vez fabricados, los especímenes se sometieron a 10 ciclos térmicos en la Máquina para Ensayos de Fatiga Térmica (MEFT) de la UANL. El agrietamiento producido se observó por microscopía electrónica de barrido (SEM) y microscopía óptica. La medición del tamaño de defecto superficial de los recubrimientos, producidos en el depósito, se realizó por medio de un analizador de imágenes.

CAPÍTULO 3 – SIMULACIÓN EXPERIMENTAL

El diagrama de flujo de la figura 3.1 describe de manera general las etapas de la experimentación.

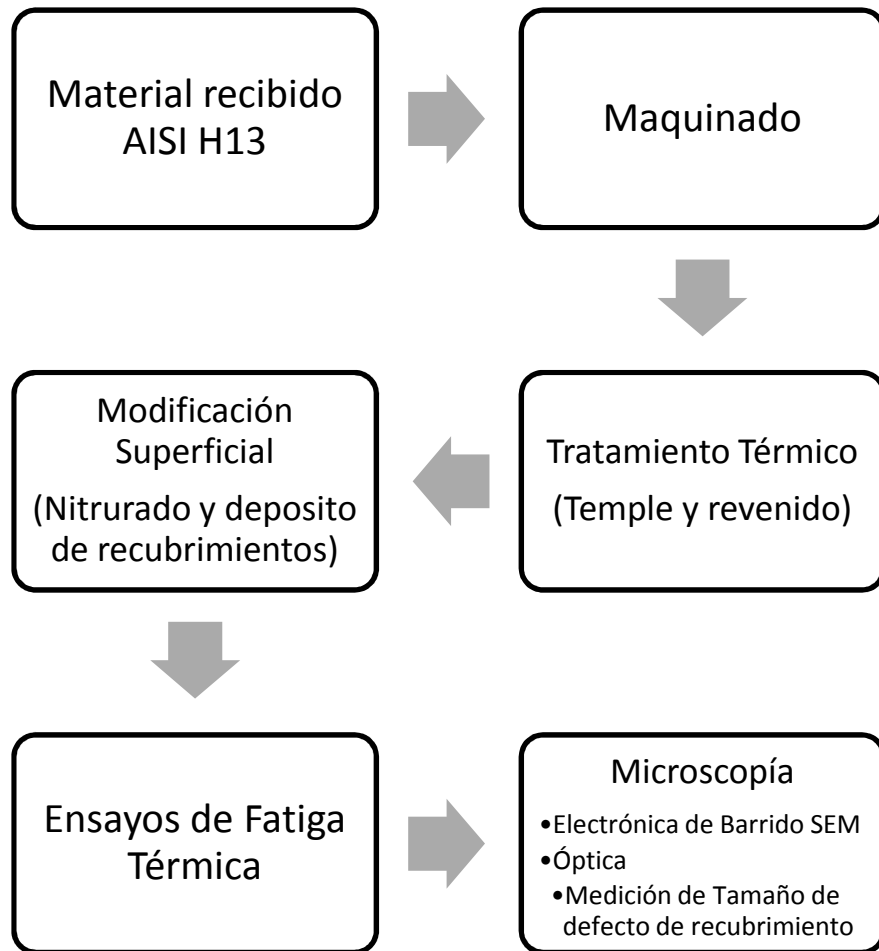


Figura 3. 1 Diagrama de flujo general de experimentación. La presente tesis se enfocó sobre los últimos dos bloques del diagrama.

3.2 Preparación del sustrato.

El sustrato previo al depósito de los recubrimientos fue un acero AISI H13 en condición nitrurada. El procesamiento de los sustratos se describe de manera general en el diagrama de flujo de la figura 3.2.

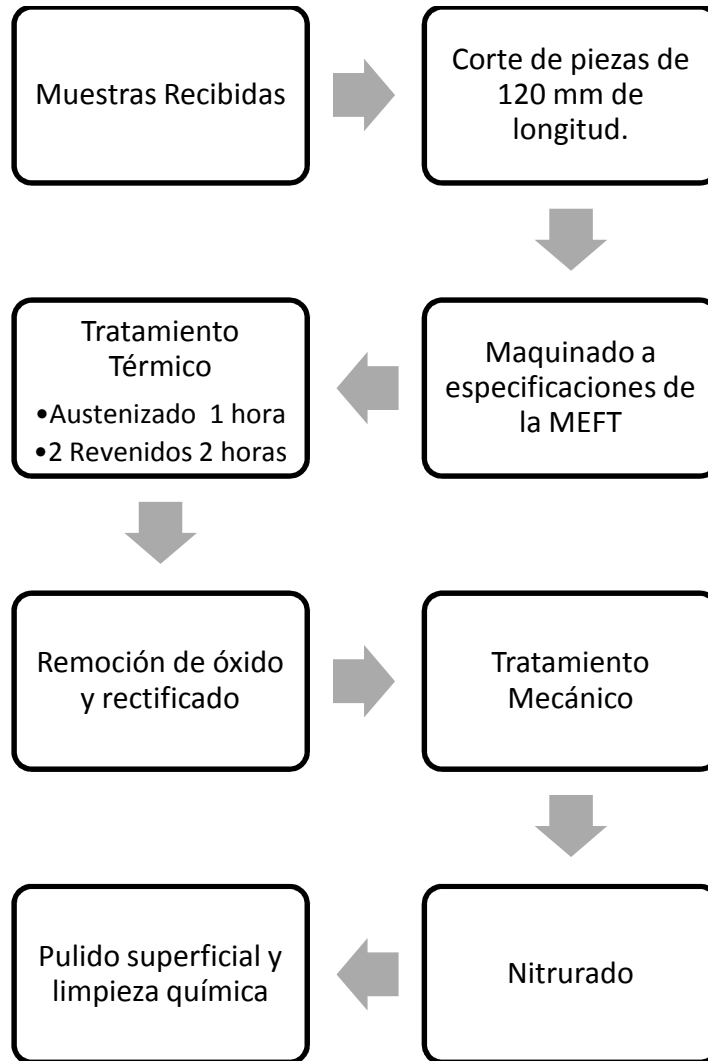


Figura 3. 2 Diagrama de flujo para procesamiento de sustrato.

3.2.1 Composición química de las muestras recibidas.

De acuerdo al certificado de composición proporcionado por el fabricante, la composición química del acero AISI H13 utilizado en la tesis se muestra en

CAPÍTULO 3 – SIMULACIÓN EXPERIMENTAL

la tabla 3.1. El acero se recibió en condición de recocido con un número de dureza Brinell de 187 HB [2].

Tabla 3. 1 Composición química del acero H13 Orvar 2M (% en peso), balance Fe [2].

% peso de elementos de aleación	Cr	Mo	V	C	Si	Mn
	5.3	1.3	0.9	0.39	1	0.4

3.2.2 Maquinado.

El material se recibió en barra redonda con un diámetro exterior de 50.8 mm. Posteriormente la barra se seccionó en tramos de 120 mm de largo para obtener los 6 especímenes. Se rectificaron las caras de las muestras, se produjo un barreno central de 13 mm de diámetro y se roscaron los extremos de acuerdo a las especificaciones de la MEFT (ver figura 3.3).

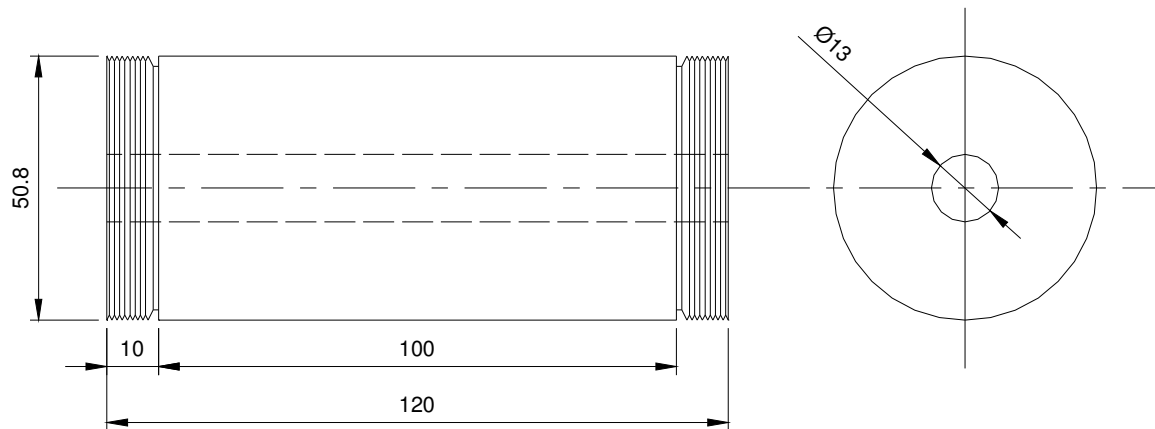


Figura 3. 3 Geometría y dimensiones de las muestras experimentales.

Durante los ensayos de fatiga térmica, los especímenes se amordazaron para generar esfuerzos inducidos por desplazamiento mediante la restricción de la expansión y contracción en la dirección longitudinal. El sistema de amordazamiento de acero H13 consiste de dos tapas enroscadas en cada extremo del espécimen, un tornillo pasado por el barreno, que se atornilla a la tapa inferior y un perno para prevenir juego y libre movimiento del espécimen. Este sistema se presenta esquemáticamente en la figura 3.4 [3].

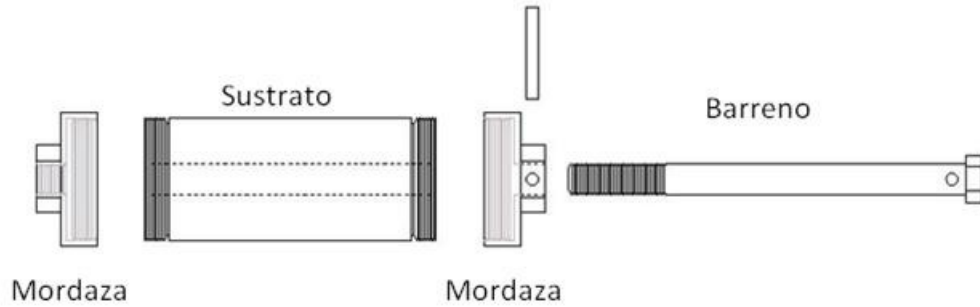


Figura 3. 4 Esquema del subsistema de sujeción de la MEFT.

3.2.3 Tratamiento Térmico.

El tratamiento térmico efectuado en los sustratos fue aquel que en una investigación previa presentó una menor intensidad en el daño causado por fatiga térmica [4-7]. El tratamiento térmico aplicado consistió de un austenizado y doble revenido, cuyas temperaturas y tiempos se presentan esquemáticamente en la figura 3.5. La temperatura se registró por medio de un termopar tipo K de 1/16" a través de una tarjeta de adquisición de datos National Instruments modelo NI 9211

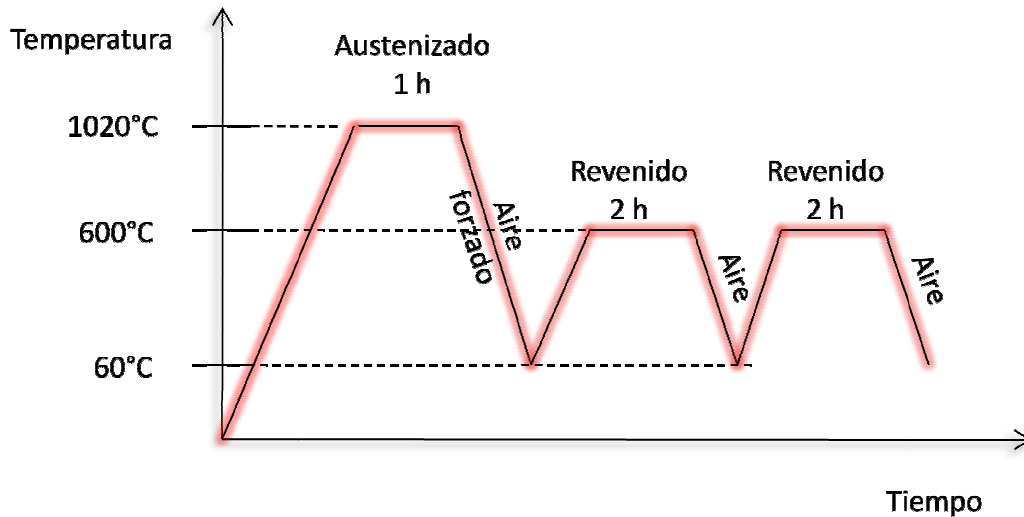


Figura 3. 5 Tratamiento térmico aplicado a los sustratos.

La temperatura de austenizado seleccionada para este tratamiento térmico fue de 1020°C y se mantuvo por espacio de una hora para luego enfriar el espécimen por convección forzada por aire.

CAPÍTULO 3 – SIMULACIÓN EXPERIMENTAL

El tratamiento de posterior consistió en un doble revenido a una temperatura de 600 °C con dos horas de duración cada uno con enfriamientos por convección natural. La temperatura de revenido seleccionada resulta en un balance adecuado entre la dureza y la energía de impacto del material como se muestra en la figura 3.6. Además, en un trabajo previo del grupo de investigación, esta temperatura de revenido también resultó en una menor intensidad de daño por fatiga térmica del acero AISI H13 [4, 5, 7].

Gráfico de revenido

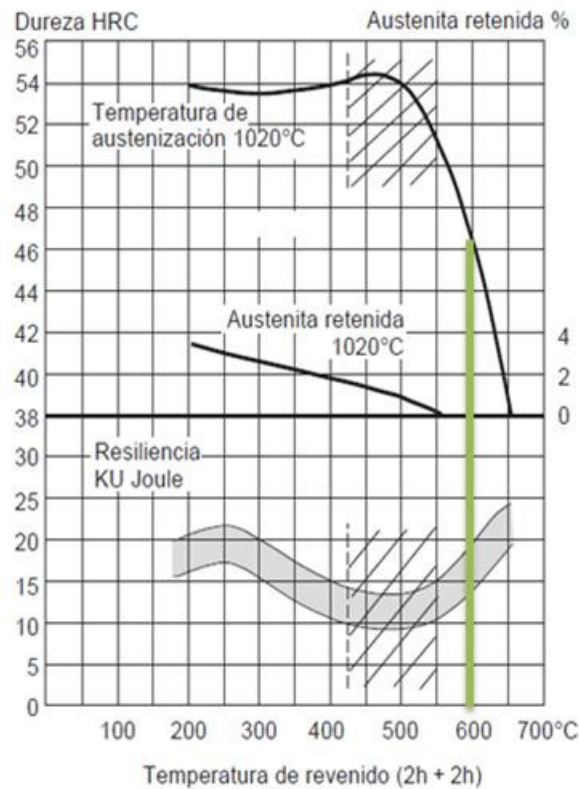


Figura 3. 6 Temperaturas de revenido sugeridas por fabricante del acero AISI H13 [5]

El tratamiento térmico de los sustratos se efectuó en una mufla de resistencias eléctricas marca Felisa FE-361. Para prevenir el decarburizado y la oxidación a alta temperatura, los sustratos se enterraron en grafito en polvo contenido en un cofre fabricado de lámina de acero (ver Figura 3.7).



Figura 3. 7 a) Mufla Felisa FE-361 b) cofre para prevenir descarburizado y oxidación c) cofre durante tratamiento térmico conteniendo el sustrato enterrado en grafito en polvo.

3.2.4 Tratamiento mecánico.

La preparación superficial y mediciones descritas de la sección 3.2.4 a la 3.4.1 fueron realizadas en el Instituto Nacional de Tecnologías Sostenibles de Radom, Polonia como parte de un trabajo doctoral previo a la presente tesis.

La preparación de los sustratos antes del nitrurado consistió de un rectificado y pulido con el objetivo de generar una baja rugosidad. Se tomaron mediciones de la dureza (equipo Emco M4R 075) del sustrato y se obtuvo un valor promedio de dureza Rockwell de 47 HRC [1].

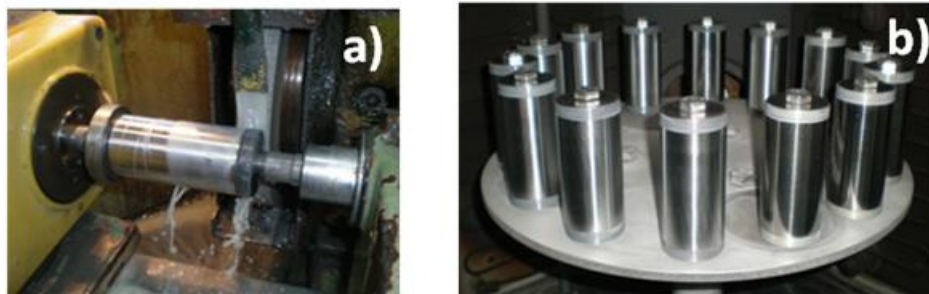


Figura 3. 8 a) Tratamiento mecánico b) Acabado superficial [8].

Posterior al tratamiento mecánico se realizó una limpieza profunda en los sustratos utilizando una solución de tricloroetileno en un equipo de ultrasonido UMO-50-1000 (Figura 3.8), debido que al momento del corte los sustratos fueron contaminados con aceite y lubricante de corte los cuales afectan en el proceso de nitrurado, así como la adhesión de los recubrimientos PVD [1].

CAPÍTULO 3 – SIMULACIÓN EXPERIMENTAL

El proceso de limpieza consistió de cuatro pasos. En los primeros tres pasos los sustratos se sumergieron en un baño de solución tricloroetileno variando las temperaturas a 85 °C, 50 °C y 85 °C respectivamente. En el segundo paso se utilizó ultrasonido, a diferencia del primer y tercer paso. Mientras que en el cuarto paso el contenedor de los sustratos fue desplazado y mantenido a 150mm de altura para exponerla al vapor de la solución para una limpieza más profunda a alta temperatura. La duración de cada paso fue de cinco minutos.



Figura 3. 9 Equipo de limpieza ultrasónico UMO-50-1000 [1].

3.2.5 Nitruado

El nitruado iónico se efectuó en el equipo de deposición física en fase vapor (Standar 1) ver Figura 3.10. La siguiente información se tomó de la referencia 7.



Figura 3. 10 Equipo de depósito físico en fase vapor (Standar 1) [1].

El proceso de nitruado consistió de tres fases: ataque (AEGD), calentamiento y nitruado. Primeramente los sustratos se introdujeron en el equipo de depósito físico en fase vapor (Standar 1) donde comenzó con el

ataque superficial y precalentamiento por bombardeo de iones (AEGD). En la segunda fase se incrementó la temperatura hasta alcanzar los 520°C para finalizar con la tercera etapa de nitrurado con una duración de 7 horas.

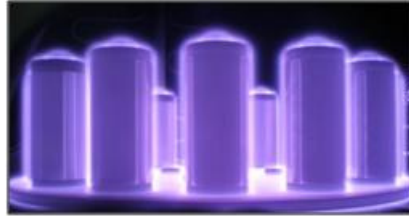


Figura 3. 11 Nitrurado de sustratos [8]

Los parámetros en los cuales se efectuó el nitrurado se encuentran descritos en la tabla 3.2. Para obtener la razón de potencial de nitrurado óptima N₂/H₂ se experimentó con distintos potenciales de nitrurado y generar diferentes resultados para seleccionar propiedades adecuadas a perfiles de dureza, profundidad de capas difusivas, capa compuesta y nitruros de hierro en la capa difusiva. El potencial de nitrurado de 2.0, con una razón de nitrógeno-hidrógeno de 10%90% respectivamente, resultó con valores promedio de 900 HV de dureza, una capa difusiva de 100 μm de profundidad con nitruros de hierro en menor cantidad. Potenciales menores presentaron valores menores de dureza. Caso contrario a valores mayores a 2.0 de potencial mostraron mayores valores de dureza con una capa más profunda, sin embargo presentaron mayor cantidad de nitruros de hierro en su capa difusiva.

Tabla 3. 2 parámetros del nitrurado [1]

Proceso	Temperatura (°C)	Presión (mbar)	Ubias (V)	Corriente (A)	Tiempo (minutos)	Atmósfera
Ataque	200	5E-3	-50/-300	2	15	Ar+
Calentamiento	200-520	2.5	-300/-800	18	60	
Nitrurado	520	430	-600		420	10%N ₂ , 90%H ₂

3.3 Deposición de recubrimientos.

El depósito de los recubrimientos sobre los sustratos ya nitrurados se efectuó para producir cinco distintos sistemas dúplex (Nitrurado+PVD). Los

CAPÍTULO 3 – SIMULACIÓN EXPERIMENTAL

recubrimientos CrN, (Cr/CrN)x8, (CrN/TiN)x3, TiN y TiAlN se depositaron por depósito físico en fase vapor por el método de evaporación por arco en un proceso discontinuo utilizando el mismo equipo del tratamiento de nitrurado ionico [1, 8].

El proceso discontinuo para sistemas dúplex consistió de tres etapas principales:

- a. Nitrurado superficial.
- b. Pulido y limpieza de los sustratos.
- c. Depósito físico en fase vapor de los recubrimientos por el método de evaporación por arco.

El nitrurado superficial se explicó en el punto 3.2.5. El pulido en las muestras nitruradas se efectuó para mantener una baja rugosidad y uniforme en los sustratos. La limpieza del sustrato tiene el mismo proceso que el descrito en el punto 3.2.4.

El depósito de los recubrimientos PVD se ejecutó con los parámetros descritos en la tabla 3.3. Finalmente se realizaron mediciones para determinar el espesor de los recubrimientos por el método de calotester, la rugosidad de la superficie con un equipo (Hommel Werke LV50E) y la dureza (Tester FV-7). Un resumen de estas mediciones se presenta en la tabla 3.4.

Tabla 3. 3 Parámetros del depósito de recubrimientos PVD [1]

Proceso	Temperatura (°C)	Presión (Pa)	Ubias (V)	Corriente (A)	Tiempo (minutos)	Atmósfera
Ataque (limpieza)	450	2E-03	-900	5x80	15	100%Ar
Depósito						
CrN	350	3.5	-200	5x70	120	100%N2
TiN	490	1.2	-250	4x75	150	100%N2
TiAlN	300	4	-150	6x50	120	100%N2
(Cr/CrN)x8	Cr=310	0.5	-50	5x80	10x8	100%Ar
	CrN=360	3.5	-200	5x80	15x8	100%N2
(CrN/TiN)x3	TiN=270	1.2	-200	2x80	22x3	100%N2
	CrN=320	3.5	-200	3x80	22x3	100%N2

3.4 Ensayos de fatiga térmica.

3.4.1 Especímenes para el ensayo.

El material ensayado consiste de cinco sistemas dúplex además de un espécimen muestra nitrurado (Figura 3.12), la Tabla 3.4 detalla espesores, rugosidades y dureza de los recubrimientos ensayados en la MEFT. La Figura 3.13 es una representación esquemática de la sección transversal de los seis tipos de modificación superficial utilizados en esta investigación.



Figura 3. 12 Fotografía de las muestras experimentales utilizadas (izq a der): CrN, Cr/CrN, CrN/TiN, TiN, TiAlN, Nit.

Tabla 3.4 Resumen de mediciones realizadas para los sistemas experimentales [1]. *Promedio

Nomenclatura	Recubrimiento	Espesor (μm)	Rugosidad Ra (μm)	Dureza HV	Sistema Dúplex
CrN	CrN	5.4	0.17	1900	Monocapa
Cr/CrN	Cr/CrNx8	6	0.19	1900	Multicapas
CrN/TiN	CrN/TiNx3	4.8	0.19	2100	Multicapas
TiN	TiN	8.4	0.30	2800	Monocapas
TiAlN	TiAlN	3.9	0.19	3000	Monocapas
Nit	Nitrurada (capa difusiva)	100		900*	

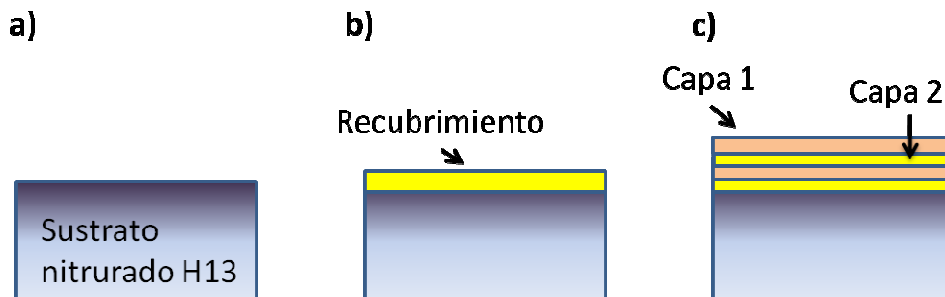


Figura 3. 13 Sección transversal. a) Nit (nitrurada); b) CrN, TiN, y TiAlN (sistemas dúplex monocapas); c) Cr/CrN y CrN/TiN (sistemas dúplex multicapas).

3.4.2 Máquina de Ensayos de Fatiga Térmica (MEFT)

Los ensayos de fatiga térmica se efectuaron en la Máquina para Ensayos de Fatiga Térmica de la UANL.

La manera de ejecutar un ensayo de fatiga térmica se describe brevemente a continuación: el espécimen amordazado se acopla al extremo del vástago de un pistón neumático. Cuando el pistón está retraído, el espécimen se encuentra en el interior de una bobina de calentamiento por inducción en donde se realiza el semi-ciclo de calentamiento (Figura 3.14a). Al llegar a la temperatura máxima del ciclo, el pistón neumático se extiende y desplaza al espécimen hacia dentro de una cámara de enfriamiento en donde 4 boquillas aspersoras localizadas en cada una de las paredes de la cámara suministran agua a presión para enfriar súbitamente al espécimen de ensayo durante el semi-ciclo de enfriamiento (Figura 3.14c). De esta manera se componen las etapas de calentamiento y enfriamiento para completar un ciclo de fatiga térmica. Las condiciones experimentales como temperatura, tiempo y número de ciclos se programan a través de un controlador lógico programable, por lo que todas las operaciones durante los ensayos se realizan de forma automática.

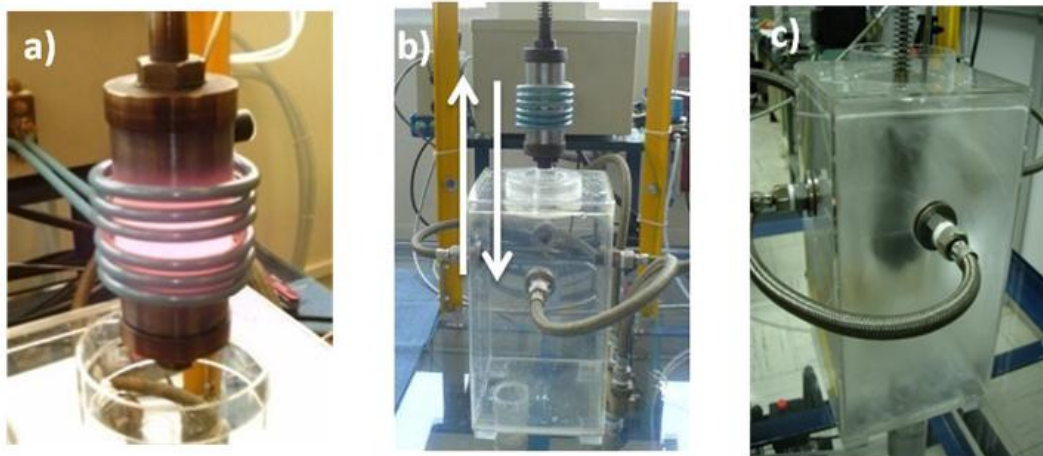


Figura 3. 14 Máquina para Ensayos de Fatiga Térmica: a) etapa de calentamiento, b) desplazamiento del espécimen, c) etapa de enfriamiento [9].

3.4.3 Condiciones experimentales

Los especímenes se ensayaron a 10 ciclos de fatiga térmica en la MEFT, con el objetivo de generar grietas en sus etapas iniciales de nucleación y propagación. El período de calentamiento se mantuvo por 15 segundos para llegar a una temperatura máxima aproximada de 600°C en la superficie, mientras que la etapa de enfriamiento tuvo una duración de 10 segundos hasta alcanzar una temperatura aproximada de 50°C en la superficie.

La temperatura en la superficie de la probeta en la etapa de calentamiento fue registrada por medio de un termómetro óptico infrarrojo marca Ircon modelo Modline 5G, Figura 3.19. El dispositivo fue ubicado a una distancia de 330 mm de distancia para medir la temperatura, a través de un espacio de 6.4 mm entre las espiras de la bobina. Las temperaturas de la tabla 3.4 son lecturas registradas de manera visual obtenidas de la pantalla del aparato al final de la etapa de calentamiento para cada ciclo, sólo se toman como referencia.



Figura 3. 15 Termómetro óptico infrarrojo IRCON Modline 5G utilizado para el registro de temperaturas durante el calentamiento.

CAPÍTULO 3 – SIMULACIÓN EXPERIMENTAL

Tabla 3. 5 Temperaturas finales de la etapa de calentamiento (sólo como referencia).

Ciclo	Temperatura (°C)					
	CrN	Cr/CrN	CrN/TiN	TiN	TiAlN	Nit
1	505	517	490	442	577	546
2	569	573	469	516	596	619
3	591	585	509	529	596	629
4	590	596	511	528	601	634
5	601	604	523	525	602	638
6	598	607	528	530	606	644
7	606	610	531	538	608	645
8	609	611	534	541	604	641
9	609	611	532	542	610	640
10	610	614	539	547	608	640

3.5 Observaciones superficiales

3.5.1 Limpieza superficial

Antes de observar las muestras en el microscopio óptico fue necesario remover de la superficie el óxido generado por los ciclos de fatiga térmica. Para ello se utilizó sarrifin (un agente limpiador líquido comercial) y alcohol; frotando la superficie con algodón y cepillo. En la figura 3.20, la mitad izquierda del espécimen es la superficie con óxido después de los ensayos y la derecha es la zona limpia.



Figura 3. 16 Limpieza de la muestra

CAPÍTULO 3 – SIMULACIÓN EXPERIMENTAL

Posteriormente se realizó una limpieza profunda, para ello se utilizó el equipo de ultrasonido (Aquasonic 75T marca VWR Scientific Products). Se sumergió el espécimen en un vaso de precipitado de 800 ml a la mitad de su capacidad con acetona (Figura 3.9 a) y se colocó en el equipo de ultrasonido (Figura 3.9 b) por un período de 15 minutos (Figura 3.9 c).

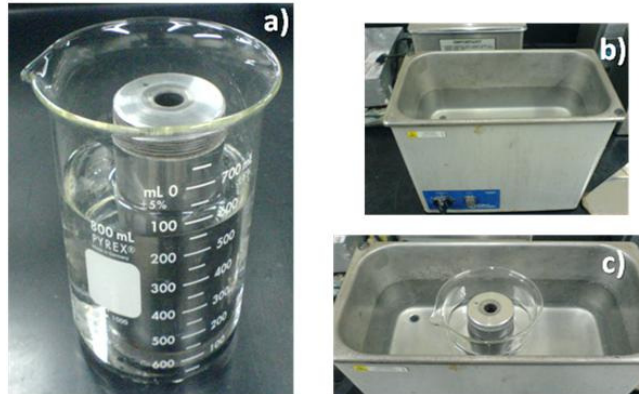


Figura 3. 17 a) Muestra sumergida en acetona, b) equipo de ultrasonido c) muestra en limpieza por ultrasonido.

3.5.2 Microscopía Óptica

Se tomaron micrografías superficiales de los especímenes con una cámara Nikon DS-Fi1 (figura 3.18a) instalada sobre un microscopio de medición marca Nikon modelo MM-400 (figura 3.18b).

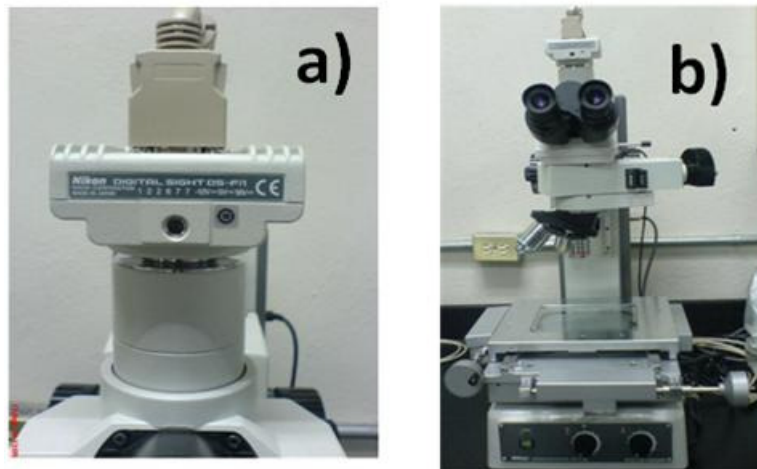


Figura 3. 18 Equipo de microscopía óptica a) Cámara b) Microscopio.

3.5.3 Medición de tamaño de defectos superficiales.

La superficie de los recubrimientos, debido a su proceso de depósito contiene defectos superficiales en forma de “*droplets*” que pueden ser sitios preferenciales de nucleación y propagación de grietas [10, 11].

Las mediciones de los defectos superficiales fueron tomadas a partir de micrografías de la superficie de los recubrimientos, por medio de un analizador de imágenes (SigmaScan Pro5), figura 3.19a. Se suponen que los defectos superficiales cuentan con una geometría circular y la medición resultante es el diámetro del defecto superficial.

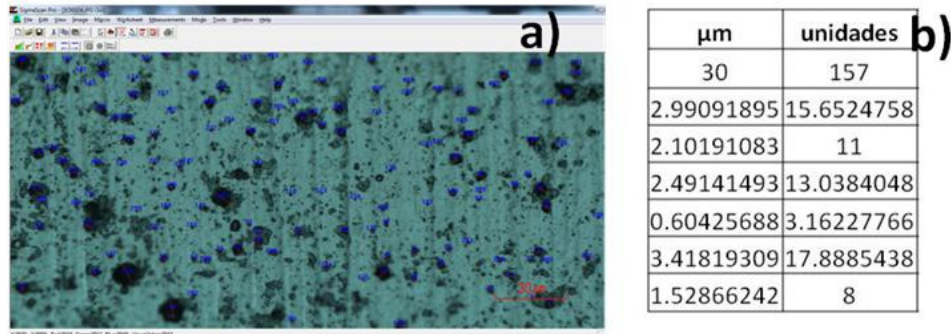


Figura 3. 19 Medición de defectos superficiales: a) pantalla del analizador de imágenes b) hoja de cálculo del analizador de imágenes.

Al momento de realizar una medición se despliega el valor en una hoja de cálculo en valores unitarios, para convertirlo a micrómetros se usó la escala de la micrografía para tener una referencia en la imagen de una distancia conocida y así determinar el valor real de la medición. En la Figura 3.19b el primer renglón corresponde a la medición de la escala, donde la columna de la izquierda es el valor obtenido por el programa y las cantidades de la izquierda son calculadas a partir la medida de la escala.

Debido a que no es posible medir la totalidad de los defectos superficiales, se realizó un análisis estadístico para determinar un tamaño del muestreo apropiado que fuera representativo de la población. Los datos obtenidos son longitudes y corresponden a la categoría de continuos, por lo tanto para determinar el tamaño del muestreo se usó de la siguiente fórmula [12]:

$$n = \left[\left(\frac{z * s}{\Delta} \right)^2 \right]$$

Fórmula 3. 1

Donde:

$n =$ es el tamaño del muestreo.

$z =$ es el nivel de confianza: se define como la probabilidad de que los datos de la muestra contengan el verdadero valor del parámetro. El valor utilizado para este estudio fue de 1.96 para un valor de confianza de 95%

$s =$ es la desviación estándar preliminar de la muestra. Es una medida de dispersión, representa la distancia típica (promedio) del valor central que se espera observar.

$\Delta =$ es el error estándar o error máximo prefijado. Para la medición se tomó de manera arbitraria el valor de 0.2

El diámetro representativo de la muestra se tomó en base a la mediana. La mediana es el punto en la escala de mediciones donde la mitad de los valores están por encima de ese valor y la otra mitad están por debajo. Se utiliza de preferencia la mediana porque no es sensible a la variación de los extremos.

3.6 Observaciones transversales.

3.6.1 Corte de especímenes

Los cortes de los especímenes se realizaron por medio de electroerosión con la finalidad de observar su sección transversal y analizar las grietas generadas por los ensayos de fatiga térmica.

Los 5 cortes realizados en los especímenes están esquematizados en la Figura 3.20a) para obtener dos piezas Figura 3.20b) y posteriormente analizarlas por SEM. El primer corte fue a una altura de 55 mm de la base inferior y el segundo a 60 mm para generar un disco con una superficie justo en la mitad de la probeta (ubicación donde se concentra el calentamiento en la MEFT). Los cortes 3, 4 y 5 resultan en una pieza con una geometría óptima para adaptarla a la prensa y montarla en baquelita.

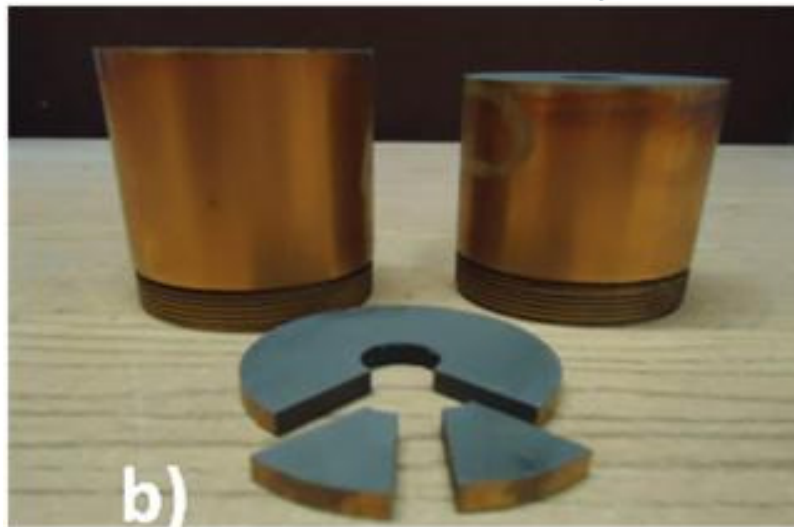
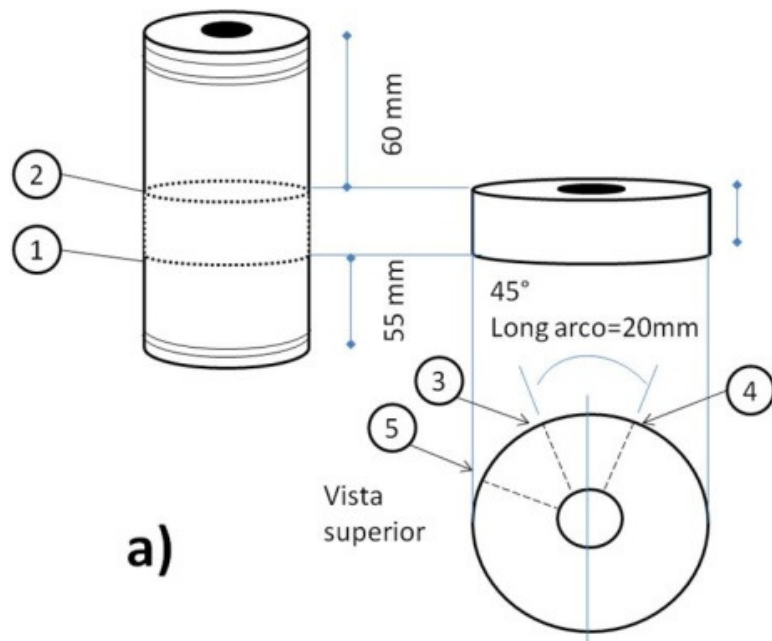


Figura 3. 20 a) Esquema de cortes de piezas, b) Muestra cortada.

3.6.2 Preparación de los especímenes para inspección en el MEB

La preparación de las piezas cortadas para observarlas en MEB 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.

Las piezas se desbastaron y pulieron en un equipo de desbaste y pulido Labopol-21 asistido por un brazo movedor de muestras semiautomático LaboForce-3, ambos de la marca Struers, Figura 3.21. Al término de la preparación metalográfica se recubrieron las muestras con oro para permitir y facilitar su observación en el microscopio electrónico de barrido MEB.



Figura 3. 21 Pulido de las piezas cortadas.

3.7 Microscopía Electrónica de Barrido

Para la captura de imágenes de la sección transversal del recubrimiento se utilizó Microscopía Electrónica de Barrido (MEB) en un microscopio de emisión de campo marca FEI modelo NovaNanoSem 200, figura 3.22. Imágenes representativas de los fenómenos estudiados en este trabajo fueron adquiridas utilizando los detectores de electrones secundarios y retrodispersados. Durante los análisis diferentes voltajes de aceleración, magnificaciones y distancias de trabajo fueron utilizados. Análisis químicos elementales de rasgos distintivos de

CAPÍTULO 3 – SIMULACIÓN EXPERIMENTAL

las muestras fueron realizados mediante el detector de rayos del equipo mediante el uso del software EDAX.



Figura 3. 22 Microscopio Electrónico de Barrido

Referencias

1. M.A. Quiñones-Salinas “The importance of thermal parameters of thin coatings for intensity of thermal fatigue process of duplex structures nitrided layer / PVD coating”, Surface Engineering Department ITeE-PIB, February 2009.
2. Certificado de composición de material Orvar 2M de Aceros Böhler Uddeholm México.
3. R.D. Mercado-Solís, M.A. Quiñones-Salinas. Máquina para ensayos de fatiga térmica. Modelo de utilidad No. 2337, Reg. No. MX/u/2008/000278. Instituto Mexicano de la Propiedad Industrial, México. 16 de noviembre de 2011
4. R.D. Mercado-Solís, Comunicación personal, Julio 2010.
5. Uddeholm, ORVAR® 2 Microdized Acero para herramientas de trabajo en caliente,
http://www.acerosuddeholm.com/spanish/files/ORVAR2M_SPANISH.pdf.
6. Uddeholm, “Tratamiento térmico de acero para utillajes”
<http://www.acerosuddeholm.com/spanish/files/heattreatment-english.pdf>
7. J. Sjöström, J. Bergström, Thermal Fatigue in hot-working tools, Scandinavian Journal of Metallurgy, 34 (2005) 221-231.
8. M.A. Quiñones-Salinas, Results of the traineeship in Surface Engineering Department, ITeE-PIB, February 2009.
9. M.A. Quiñones-Salinas, Desarrollo de una metodología para ensayos de fatiga térmica, Tesis de Maestría, UANL, 2007.
10. P. Panjan, M. Cekada, M. Panjan, D. Kek-Merl, Growth defects in PVD hard coatings, Vacuum 84 (2010) 209–214.
11. M. Pellizzari, A. Molinari, G. Straffelini, Damage mechanism in duplex treated hot work tool steel under thermal cycling, Surface Engineering, 18 (2002) 289-298.
12. A. John, R. Meran, O. Roenpage, C. Staudter C, Six Sigma+Lean Toolset, Springer, Berlin, 2008.

CAPÍTULO 4

MODELACIÓN COMPUTACIONAL

4.1 Introducción

Como trabajo paralelo a la simulación experimental, se realizó un modelo computacional por el método de elemento finito, utilizando el paquete computacional ANSYS 12. Lo anterior con el objetivo de modelar las condiciones termomecánicas experimentales a diez ciclos de fatiga térmica. La metodología utilizada para determinar las cargas térmicas en las distintas etapas del ciclo de fatiga térmica es similar a la técnica de la modelación inversa. Los coeficientes de transferencia de calor y los flujos de calor se determinaron a partir de un historial térmico medido experimentalmente.

4.2 Historial térmico.

Las temperaturas en el sólido fueron obtenidas de información generada en trabajos previos.

El registro de temperaturas se realizó mediante termopares tipo K insertados en la muestra. Se perforaron orificios, por medio de electroerosión, de 1 mm de diámetro localizados a 4.6, 10.65 y 14.15 milímetros de la superficie a la mitad de la altura de la muestra para ubicar tres termopares y para con esto registrar el historial térmico de la muestra a través de los ciclos de fatiga térmica, figura 4.1. La altura con respecto de la base de la muestra de los termopares representa una zona donde se concentra el calor aplicado y alcanza sus valores máximos de temperatura. Las perforaciones se ubican de una

manera tal que no se encuentren alineados en la dirección radial, con el fin de no interferir con el flujo de calor a través de la sección transversal del material.

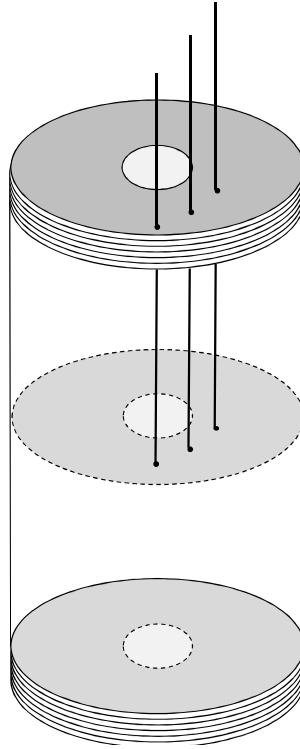


Figura 4. 1 Esquema de posición de termopares. Los puntos indican las ubicaciones de los termopares de derecha a izquierda 4.6, 10.65 y 14.15 mm de la superficie.

Para efectos del estudio sólo se modelaron los primeros diez ciclos de fatiga térmica. En la figura 4.2 se muestra el historial de temperatura registrado con los termopares en donde es posible observar que durante los primeros segundos las temperaturas máximas alcanzadas aumentan progresivamente y a partir del cuarto ciclo en adelante las temperaturas máximas se estabilizan. Ocurre del mismo modo con las temperaturas mínimas, el valor mínimo es cada vez mayor hasta estabilizarse a partir de dicho ciclo. Lo anterior indica que los ciclos de temperatura se comportarán de manera estable del cuarto ciclo en adelante.

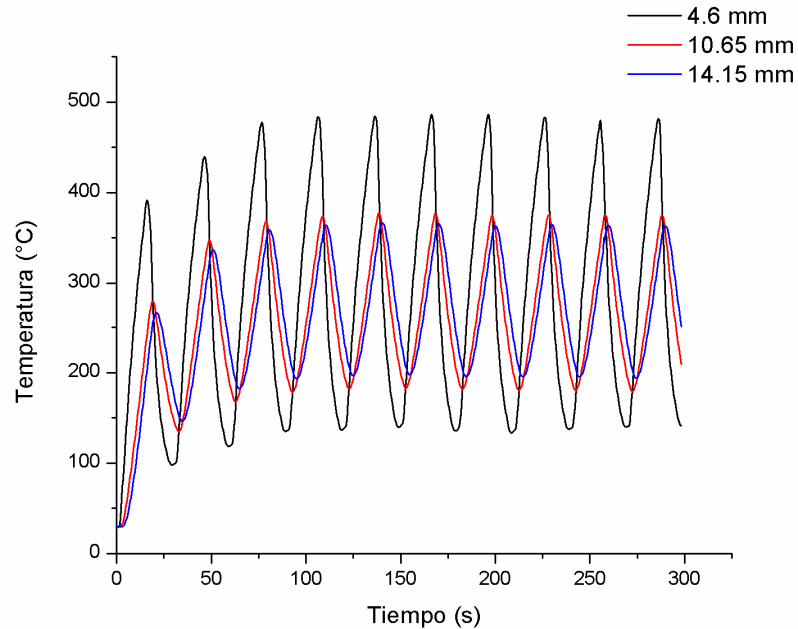


Figura 4.2 Historial de temperatura registrada con termopares.

4.3 Geometría.

Las diferentes piezas del ensamble a modelar se generaron en el mismo paquete computacional. La figura 4.3 muestra la geometría del ensamble, cuyas dimensiones fueron descritas en el capítulo anterior.

El ensamble a modelar tiene la característica de simplificarse de un objeto de tres dimensiones (figura 4.3a) a una geometría de dos dimensiones (figura 4.3b) con el objetivo de reducir tiempo computacional. El plano en dos dimensiones tiene la propiedad de axisimetría, debido que la geometría es idéntica alrededor de su eje de simetría. Se tomó en cuenta el sistema de sujeción debido a que proporcionan un marco mecánico externo y restringe la expansión del espécimen. El barreno y las dos mordazas se modelaron como cuerpos rígidos, en tanto que la muestra se modeló como un cuerpo elastoplástico.

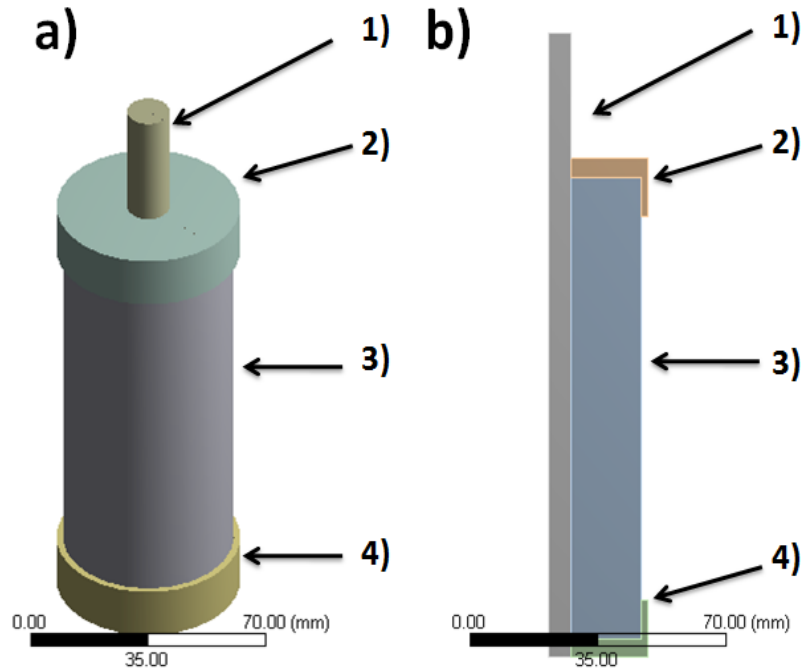


Figura 4.3 Geometría del ensamble. 1) barreno, 3) espécimen, 2) y 4) mordazas: a) ensamble en 3-D b) ensamble 2-D.

4.4 Propiedades del material.

Las propiedades de los materiales disponibles en las librerías del programa utilizado para la modelación computacional son limitadas. Por lo tanto fue necesario introducir las propiedades en base a datos reportados en la literatura.

Las propiedades del acero AISI H13 necesarias para llevar a cabo la modelación computacional se presentan en la tabla 4.1, todas en función de la temperatura.

Tabla 4.1 Tabla de propiedades del Acero AISI H13 Orvar 2M [1-4].

Propiedades Físicas		
	Kg/m ³	Temperatura (°C)
Densidad [1-4]	7780	20
	7670	399
	7580	599

Propiedades Mecánicas		
	MPa	Temperatura (°C)
Esfuerzo de Cedencia [1,3]	1280	20
Esfuerzo Último de Tensión [1,3]	1420	20

CAPÍTULO 4 – MODELACIÓN COMPUTACIONAL

Módulo de Elasticidad [2-4]	210x10 ³	20
	180 x10 ³	399
	140 x10 ³	599
Módulo de Poisson [4]		
	0.28 (adimensional)	20

Propiedades Térmicas		
	x10⁻⁶/°C	Temperatura (°C)
Coefficiente de Expansión Térmica [1-3]	10.4	20-100
	11.5	200
	12.2	425
	12.4	540
	13.1	650
Conductividad Térmica [1-4]	W/m°K	
	28.6	215
	28.4	350
	28.4	475
	28.7	605

4.5 Discretización geométrica.

La solución de la modelación computacional se realizó mediante el método de elemento finito. Para ello fue necesario dividir la geometría en nodos y elementos produciendo así una malla; este proceso de mallado se conoce como discretización [5]. Una estrategia común es generar un mallado grueso y refinarlo hasta un tamaño de malla óptimo donde el resultado de la modelación computacional sea lo más aproximado a las mediciones experimentales. La figura 4.4 muestra el mallado que produjo una mejor aproximación para este estudio.

El borde que representa la superficie externa de la muestra tiene una refinación mayor debido a que es la zona donde la temperatura varía con mayor rapidez e intensidad. El número total de elementos fue de 5,773 mientras que el número total de nodos fue de 6,341 (ver tabla 4.2 para más detalles). Para la solución del modelo computacional se utilizó el esquema explícito y un tipo de elemento cuadrilátero de cuatro nodos.

Tabla 4.2 Número de nodos y elementos.

	Barreno	Muestra	Mordaza 1	Mordaza 2
Nodos	629	4197	740	775
Elementos	499	3931	658	685

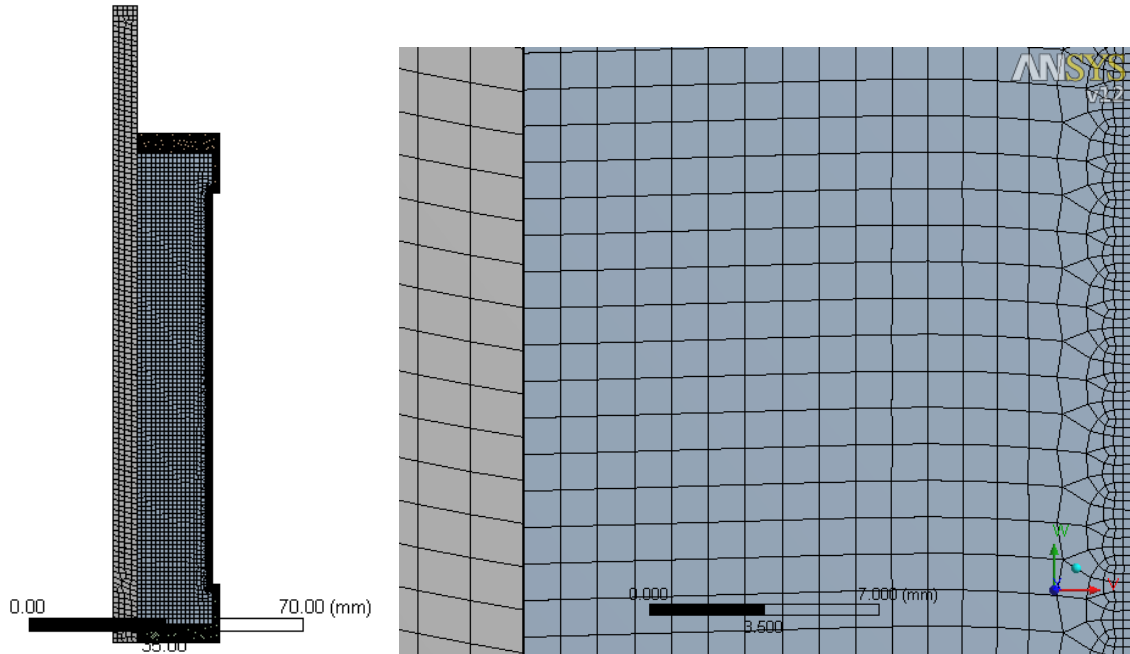


Figura 4.4 Geometría mallada.

4.6 Simulación del proceso

La simulación experimental de fatiga térmica consiste de dos etapas: calentamiento y enfriamiento [6]. El proceso a simular de la MEFT abarca un calentamiento por inducción de 15 segundos, un desplazamiento de 2.53 segundos a la cámara de enfriamiento, un enfriamiento por aspersion de agua de 10 segundos y finalmente un desplazamiento de 2.53 segundos a la posición original. En cada desplazamiento la muestra se encuentra en contacto sólo con el medio ambiente. La duración total de un ciclo de fatiga térmica es de 30.06 segundos. La tabla 4.3 resume el ciclo de fatiga térmica modelado. En este estudio, al utilizar el término enfriamiento, se define como el paso en que el espécimen se enfría por aspersion de agua. El cambio de temperatura en la sección transversal del material se establece por el mecanismo de conducción y obedece a la ecuación 4.1 [7]:

$$Q = -kA \frac{dT}{dx} \quad (4.1)$$

Donde x es el eje correspondiente a la dirección de la variación de la temperatura, Q es el flujo de calor, A área perpendicular al flujo de calor y k es la conductividad térmica.

Tabla 4. 3 Proceso a simular.

Etapa	Nomenclatura	Modo de transferencia de calor	Tiempo (s)
Calentamiento	Calentamiento	Inducción	15
	Desplazamiento 1	Convección natural	2.53
Enfriamiento	Enfriamiento	Convección forzada	10
	Desplazamiento 2	Convección natural	2.53

El proceso descrito en la tabla 4.3 fue repetido 10 veces para simular 10 ciclos de fatiga térmica. Como condición inicial, se estableció que la muestra a una temperatura ambiente de 29°C. Para calcular los valores de temperatura a lo largo del tiempo se seleccionó un análisis transitorio térmico y al final del análisis se seleccionó un análisis estructural transitorio para calcular los esfuerzos y deformaciones generadas por la dilatación térmica del análisis anterior.

4.6.1 Calentamiento

El calentamiento por inducción ocurre de manera localizada en la parte central de la muestra, en una longitud de 50 mm, debido a la ubicación con respecto de la bobina de inducción, (figura 4.5a). En esta etapa, la pieza fue sometida a un calentamiento superficial de la parte central por 15 segundos; mientras la superficie estaba expuesta a condiciones de convección natural (figura 4.5b).

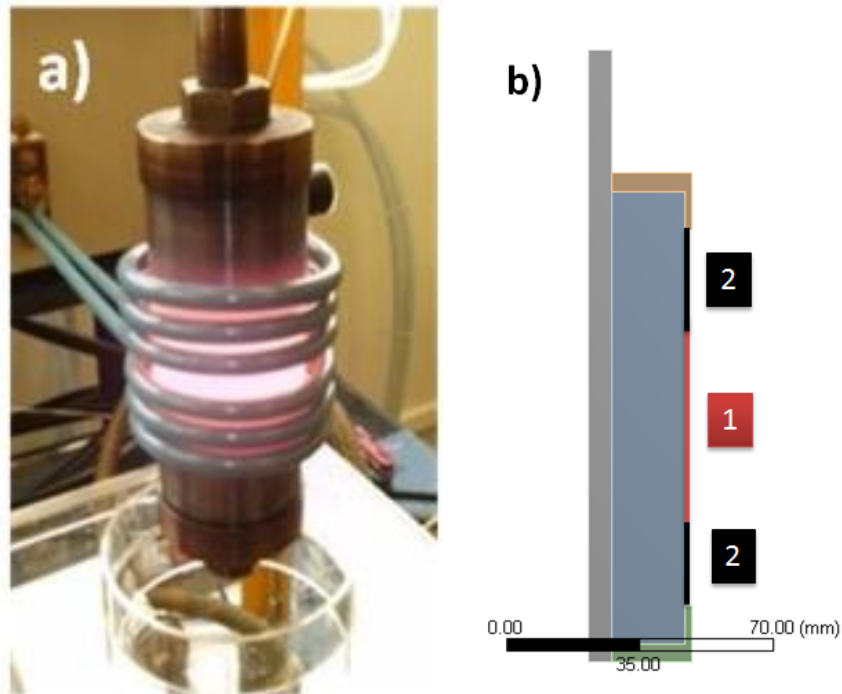


Figura 4.5 Calentamiento del espécimen de ensayo: a) calentamiento superficial localizado [9]
 b) calentamiento en la modelación computacional, zona marcada con 1 corresponde al calentamiento y la zona con el 2 se encuentra en convección natural.

El calentamiento por inducción fue posible representarlo mediante de un flujo de calor [8]. Para determinar la magnitud del flujo de calor fue necesario realizar iteraciones para seleccionar aquella magnitud de flujo de calor que brindara la mayor convergencia entre las temperaturas calculadas por el modelo y las registradas experimentalmente con los termopares.

4.6.2 Desplazamiento

Esta etapa consistió en el traslado de la muestra de la fase de calentamiento al enfriamiento y viceversa. El intercambio energético entre la pieza y el aire es el mecanismo tomado en consideración (figura 4.6). Por lo tanto la condición frontera en la superficie es la convección natural con el medio ambiente y de igual manera que las etapas anteriores el sistema de sujeción de la muestra se consideró como rígido.

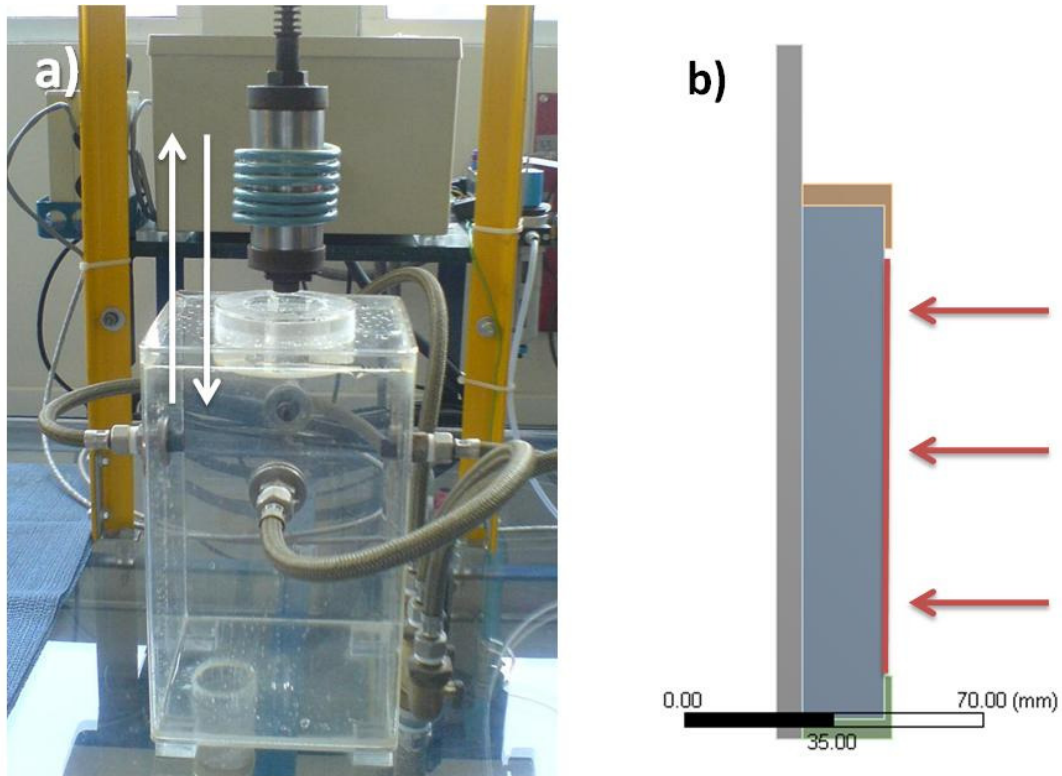


Figura 4.6 Desplazamiento de la muestra: a) trayectoria de la muestra [9] b) superficie en convección natural.

Los mecanismos de transferencia de calor por convección están regidos por la ecuación 4.2 [7]

$$q = h(T_s - T_a) \quad (4.2)$$

Donde q (W/m²) es el flujo de calor por convección, h (W/m²C) es el coeficiente de transferencia de calor, T_s (°C) es la temperatura de la superficie y T_a (°C) es la temperatura del medio ambiente, que en este caso es aire a 29°C. El valor del coeficiente de transferencia de calor convectivo es el parámetro a determinar para adaptar los resultados de temperaturas de la modelación computacional al historial térmico experimental.

4.6.3 Enfriamiento

El enfriamiento por aspersion de agua sucede a todo lo largo de la superficie del espécimen, excluyendo el área cubierta por las mordazas, ya que el fluido no impacta directamente sobre esta zona. Del mismo modo que el caso

anterior el parámetro a determinar fue el coeficiente de transferencia de calor convectivo. La condición frontera para esta etapa fue la superficie expuesta del espécimen sometido a convección forzada, mientras que las mordazas y el tornillo se consideraron como cuerpos rígidos, (figura 4.7).

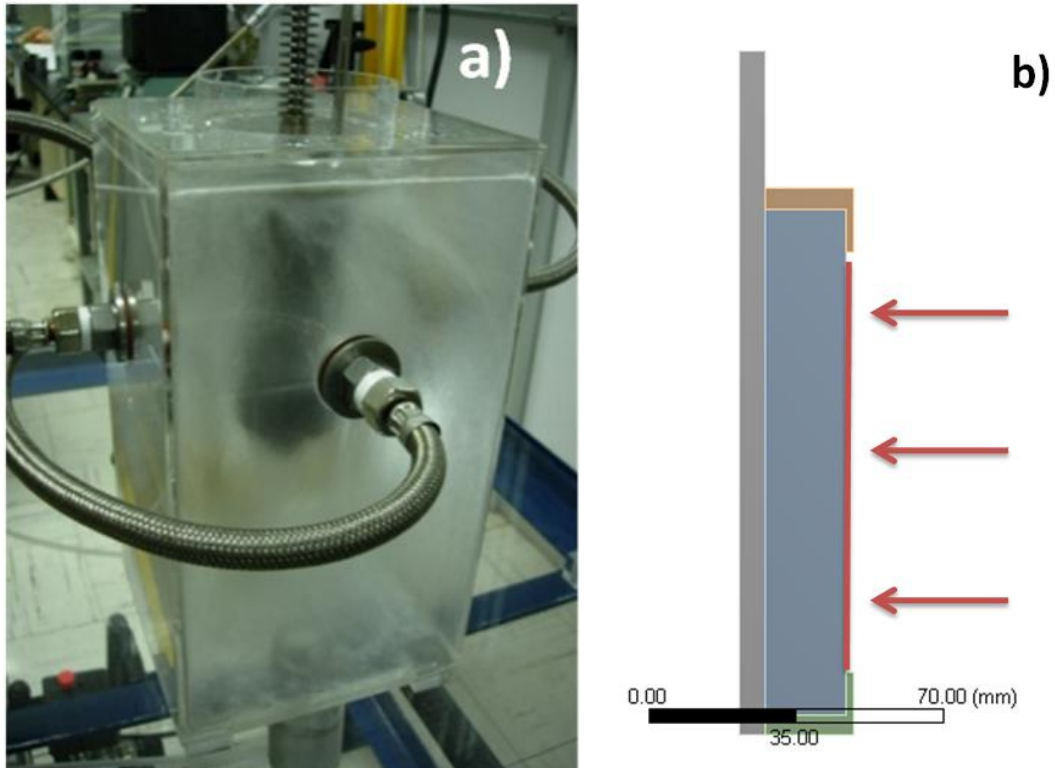


Figura 4. 7 Etapa de enfriamiento. a) enfriamiento superficial [9] b) superficie expuesta al enfriamiento.

4.7 Condiciones a la frontera

Para la generación de los perfiles de temperaturas en la modelación computacional, diferentes cargas térmicas fueron aplicadas a la superficie del espécimen. En la etapa de calentamiento se aplicó un flujo de calor de 920kW/m^2 y se utilizó un coeficiente de transferencia de calor convectivo de $10\text{W/m}^2\text{°C}$ para modelar la convección natural en las zonas correspondientes detalladas en la figura 4.5b. En el desplazamiento 1 y 2 se utilizó el mismo coeficiente de transferencia de calor para convección natural que en la etapa de calentamiento en la superficie señalada en la figura 4.6b. Para el caso del enfriamiento se utilizó un coeficiente de transferencia de calor convectivo de $20\text{ kW/m}^2\text{°C}$. Las cargas aplicadas se resumen en la figura 4.8.

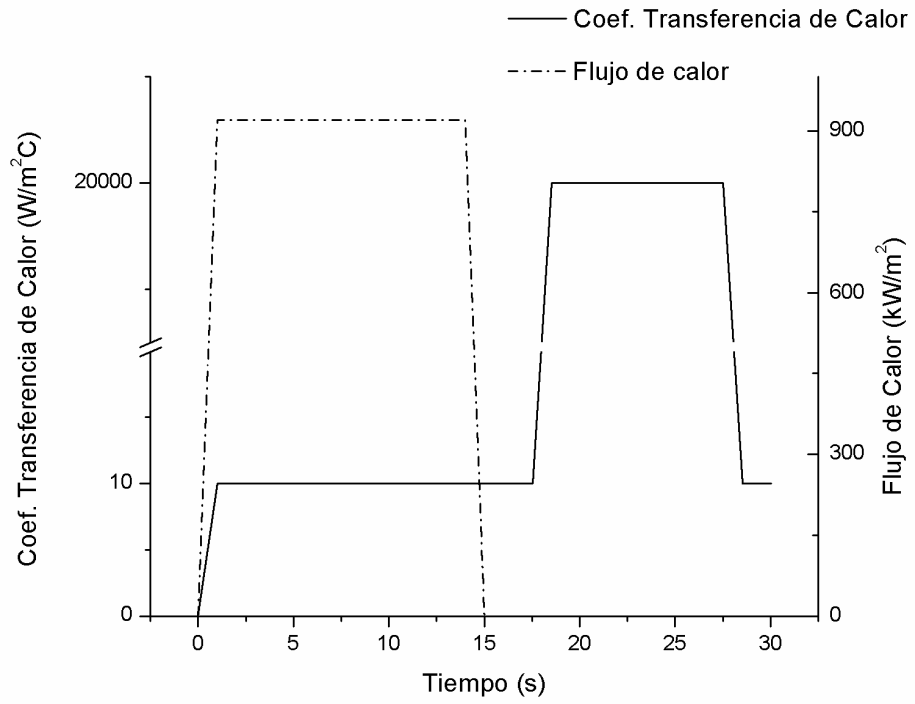


Figura 4.8 Carga térmica para un ciclo de fatiga térmica.

Referencias

1. F. Cardarelli, Materials handbook a concise desktop reference, 2nd Ed., Springer, 2008.
2. Uddeholm, Orvar 2 Microdized Acero para herramientas de trabajo en caliente,
http://www.acerosuddeholm.com/spanish/files/ORVAR2M_SPANISH.pdf.
3. www.matweb.com
4. Hong Yan, J. Hua, R. Shivpuri, Numerical simulation of finish hard turning for AISI H13 die steel, Science and Technology of Advanced Materials, 6 (2005) 540–547.
5. K. Bathe, Finite element procedures in engineering analysis, Prentice Hall, 1982.
6. E. Glenny, Thermal Fatigue, Metallurgical Reviews, Institute of Metals, London, 1961.
7. E. Cao, Heat transfer in Process Engineering, McGraw Hill, 2010.
8. N. Haddar, A. Fissolo, 2D simulation of the initiation and propagation of crack array under thermal fatigue, Nuclear Engineering and Design 235 (2005) 945–964.
9. M.A. Quiñones-Salinas, Desarrollo de una metodología para ensayos de fatiga térmica, Tesis de Maestría, UANL, 2007.

CAPÍTULO 5

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Parte 1: Simulación Experimental

Los resultados de las observaciones de microscopía tienen el objetivo de establecer patrones de agrietamiento y sitios preferenciales de nucleación de las grietas. En este capítulo se presentan los resultados del estudio de mecanismos de degradación de los especímenes que fue realizado mediante el análisis de imágenes de la superficie por microscopía óptica y de la sección transversal del material por microscopía electrónica de barrido. Además del estudio del agrietamiento, se efectuó una medición del tamaño de los defectos superficiales. Se presenta también una discusión detallada de los resultados obtenidos.

5.1 Análisis de superficie

Las observaciones superficiales se efectuaron en la zona central donde se concentró el calentamiento debido a que es el área de la superficie que experimenta los cambios más severos de temperatura en un ciclo de fatiga térmica (figura 5.1a). Al momento de las pruebas en la MEFT se identificó el frente del espécimen de ensayo en su parte superior como referencia, con el fin de ubicar las zonas de la superficie con mayor facilidad y de poder comparar las mismas zonas entre los diferentes sistemas de modificación superficial estudiados (figura 5.1 b). El sistema de ubicación utilizado se basa en las manecillas en un reloj donde las 12 en punto corresponde al frente del

espécimen de ensayo, que coincide con el frente de la máquina para ensayos de fatiga térmica.

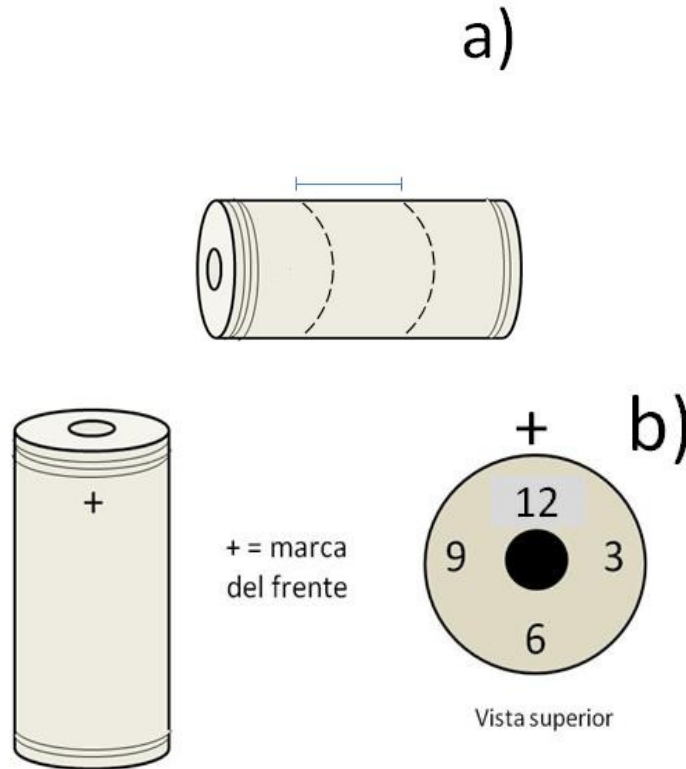


Figura 5.1 Zona de observaciones superficiales. a) representación de la zona observada b) referencia y ubicaciones de la pieza

5.1.1 Agrietamiento superficial

Los diez ciclos de fatiga térmica en los seis especímenes de estudio mostraron distintos patrones de degradación los cuales son clasificados como: (a) agrietamiento debido al acabado superficial del sustrato, (b) agrietamiento alargado, (c) agrietamiento reticular y (d) desprendimiento del recubrimiento.

(a) Agrietamiento debido al acabado superficial del sustrato

Fue observado que la nucleación de las grietas se originó a partir de las marcas de acabado generadas por el pre proceso mecánico en el tratamiento discontinuo del sistema dúplex. Este tipo de agrietamiento se presentó solamente en el espécimen CrN. En la figura 5.2 a-d se aprecia un

agrietamiento pequeño casi perpendicular a las marcas de acabado y agrietamiento de mayor tamaño a través de las mismas. En la figura 5.2 d) se señala las direcciones de dicho agrietamiento.

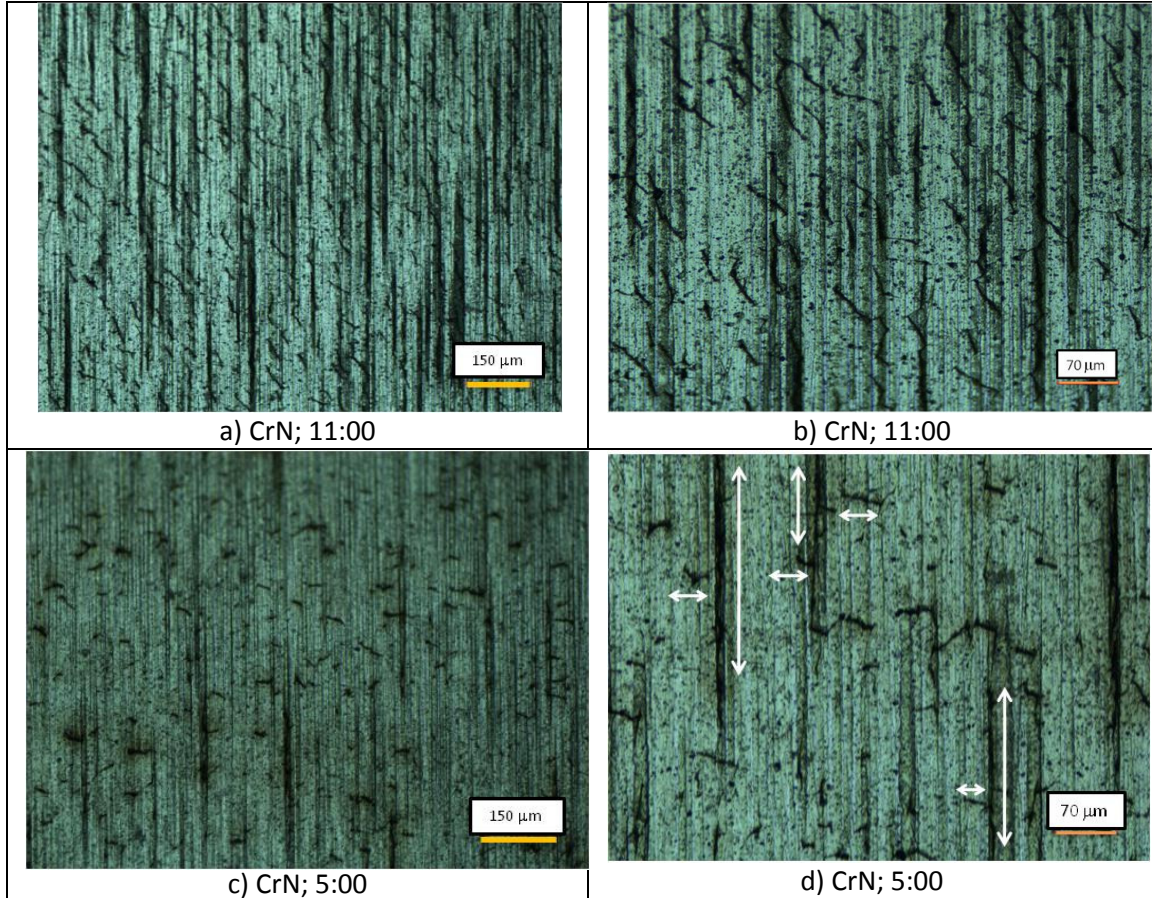


Figura 5. 2 Micrografías de agrietamiento iniciado a partir de las marcas de acabado superficial del sustrato.

El agrietamiento que sigue la trayectoria de las marcas de acabado pudiera atribuirse a que las marcas de acabado actúen como concentradores de esfuerzos. El agrietamiento pequeño se atribuye al estado de esfuerzos presentes en el espécimen. Kamaya y coaut. [1] señalan que las grietas se cruzan entre ellas al estar sometidas a un estado de esfuerzos biaxial, esto debido a las zonas de concentración de esfuerzos alrededor de la punta de las grietas, produciendo el agrietamiento pequeño que cruza las grietas de mayor tamaño. El agrietamiento mostrado en la figura 5.2 es similar a la modelación computacional generada por estos autores.

El agrietamiento en las marcas de acabado, sólo en el recubrimiento CrN, se atribuye al coeficiente de expansión térmica. En la tabla 5.1 se muestran las rugosidades y los distintos coeficientes de expansión térmica. Al comparar el coeficiente de expansión térmica del H13 y el recubrimiento CrN la diferencia de valores es mucho mayor en comparación con el resto de los recubrimientos. Esta diferencia en coeficientes de expansión térmica tiene un efecto negativo al restringir la libre deformación térmica, por lo tanto reduce su resistencia a la fatiga térmica [2]. A pesar que la rugosidad es menor en el espécimen con recubrimiento CrN, lo cual contribuye a una mayor resistencia a la fatiga térmica [3], no fue una variable determinante.

Tabla 5. 1 Rugosidad y coeficientes de expansión térmica de los especímenes

	H13	CrN	Cr/CrN	CrN/TiN	TiN	TiAlN
Rugosidad (μm) [4]		0.17	0.19	0.19	0.30	0.19
Coefficiente de expansión térmica ($\times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$) [5-8]	11-13.1	2.4	Cr=6.2 CrN=2.4	CrN=2.4 TiN=9.4	9.4	7.48

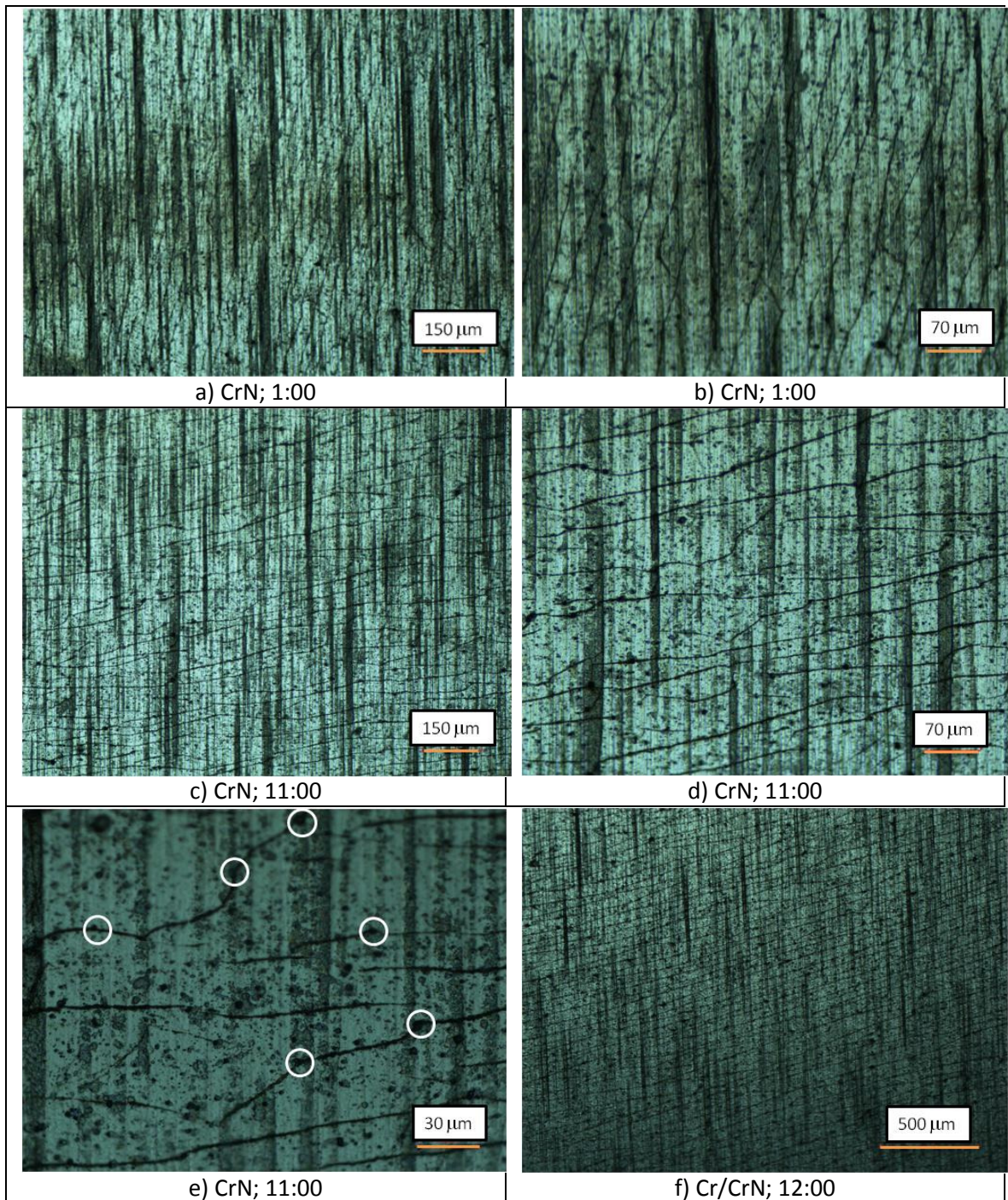
Este tipo de agrietamiento pudiera ser una etapa inicial del agrietamiento reticular observado en el espécimen Cr/CrN presentado posteriormente.

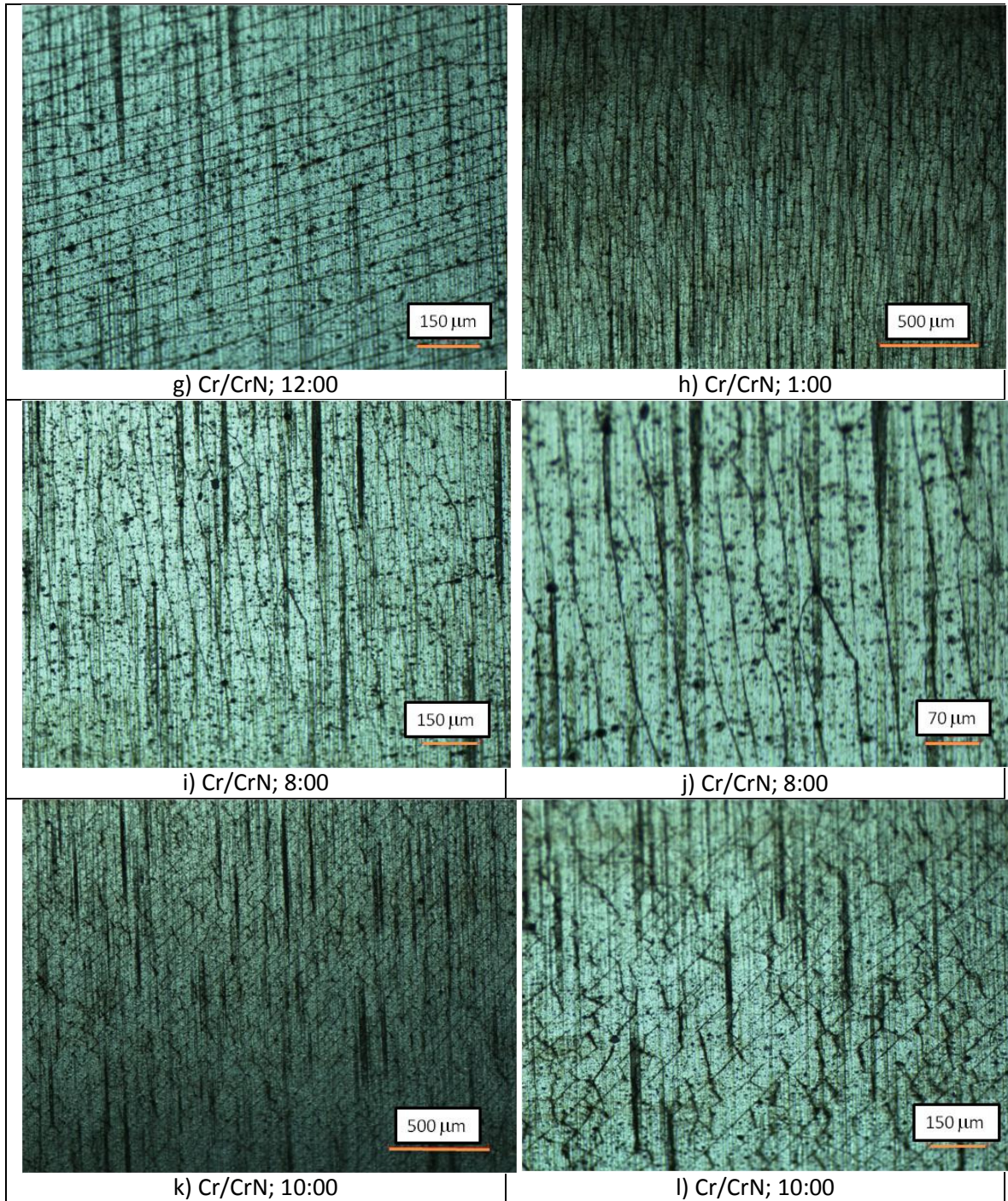
(b) Agrietamiento alargado

El agrietamiento en las micrográficas de la figura 5.3 se considera alargado debido a que es el de mayor longitud en los especímenes observados. La propagación de las grietas en los especímenes presentó distintas configuraciones como fueron: agrietamientos verticales con ligera inclinación hacia la derecha, figura 3.5 a), b), k)-n); agrietamientos horizontales de gran densidad, figura 3.5 c)-g); y agrietamiento vertical con una ligera inclinación hacia la izquierda, figura 3.5 h)-j). Este tipo de agrietamiento se presentó en los especímenes recubiertos con sistemas CrN, Cr/CrN y CrN/TiN; siendo el espécimen Cr/CrN que presentó la mayor cantidad de grietas de este tipo, mientras el espécimen CrN/TiN mostró una menor cantidad de estas grietas.

CAPÍTULO 5 – RESULTADOS Y DISCUSIÓN PARTE 1: SIMULACIÓN EXPERIMENTAL

Es de hacer notar, que los defectos superficiales, conocidos en inglés como “*droplets*” (puntos oscuros en la superficie), pueden ser la causa principal de este tipo de agrietamiento debido a que éstos actúan como sitios preferenciales de propagación de grietas, cómo se puede observar en las zonas señaladas con círculos de la figura 5.3 e).





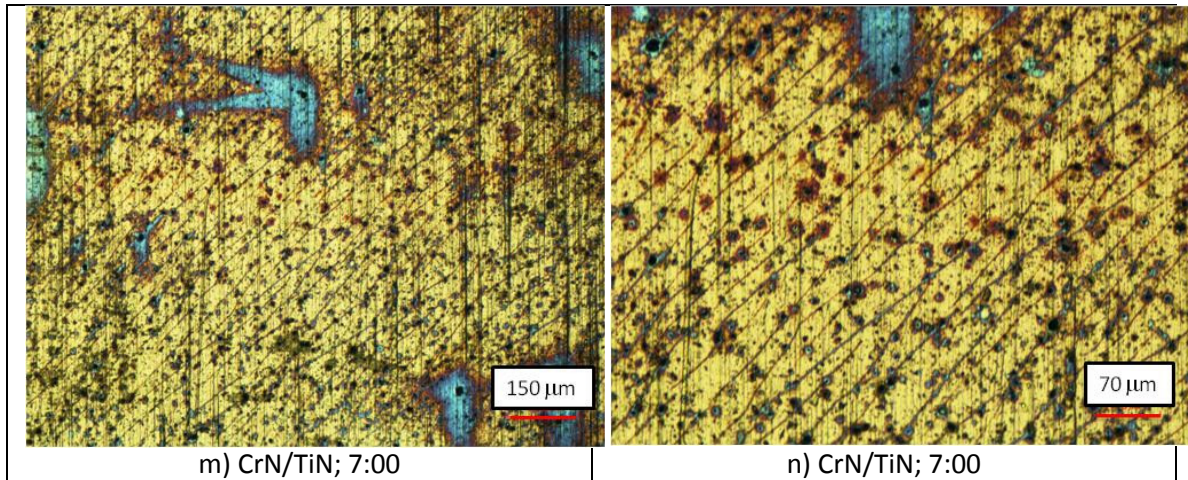


Figura 5.3 Agrietamiento alargado.

(c) Agrietamiento reticular

Este patrón de agrietamiento se presentó solamente en el espécimen CrN/TiN el cual se distingue por tener una gran cantidad de grietas. El agrietamiento exhibe grietas de mayor longitud en distintas orientaciones horizontales, figura 5.4 a) y b); verticales con una inclinación a la derecha, figura 5.4 c) y d); y verticales con una inclinación hacia la izquierda, figura 5.4 e). El agrietamiento de mayor longitud es cruzado por grietas de menor tamaño y gran cantidad que se propagan en una dirección perpendicular.

Al igual que el patrón de agrietamiento anterior, los “*droplets*” son los sitios preferenciales de propagación de grietas, figura 5.4 f). Las micrografías presentadas en la figura 5.4 tienen similitud con el agrietamiento alargado presentado anteriormente ya que muestran las mismas orientaciones que el agrietamiento reticular del espécimen Cr/CrN. A partir de esta observación se puede deducir que las grietas se propagan con una orientación uniforme a través de los “*droplets*” generando un agrietamiento alargado, posteriormente grietas pequeñas nuclean y propagan de la intersección entre el agrietamiento alargado y los “*droplets*” en dirección perpendicular al agrietamiento.

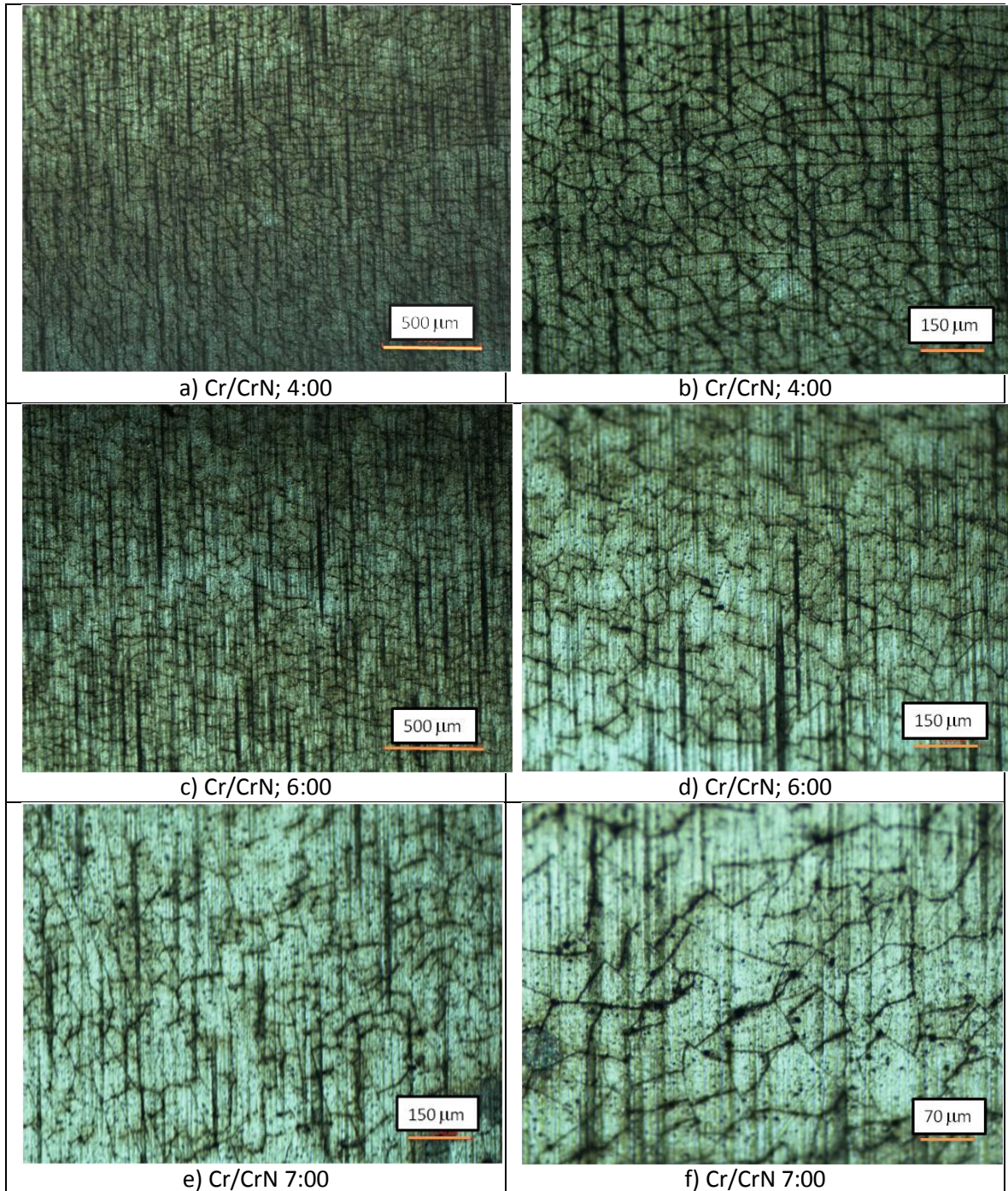


Figura 5.4 Ejemplos típicos de grietas reticulares.

(d) Desprendimiento del recubrimiento.

Además del agrietamiento presentado en las micrográficas anteriores, los recubrimientos experimentaron un desprendimiento superficial. En la figura 5.5 se muestra el desprendimiento como las zonas fuera de enfoque en las

micrografías. Solamente los especímenes con recubrimiento base titanio, es decir: CrN/TiN (figura 5.5a), TiN (figura 5.5b) y TiAlN (figura 5.5c), exhibieron este tipo de daño. El desprendimiento del recubrimiento se debe a una menor adhesión al sustrato en comparación a los otros recubrimientos, como se discutirá en la sección 5.1.3.

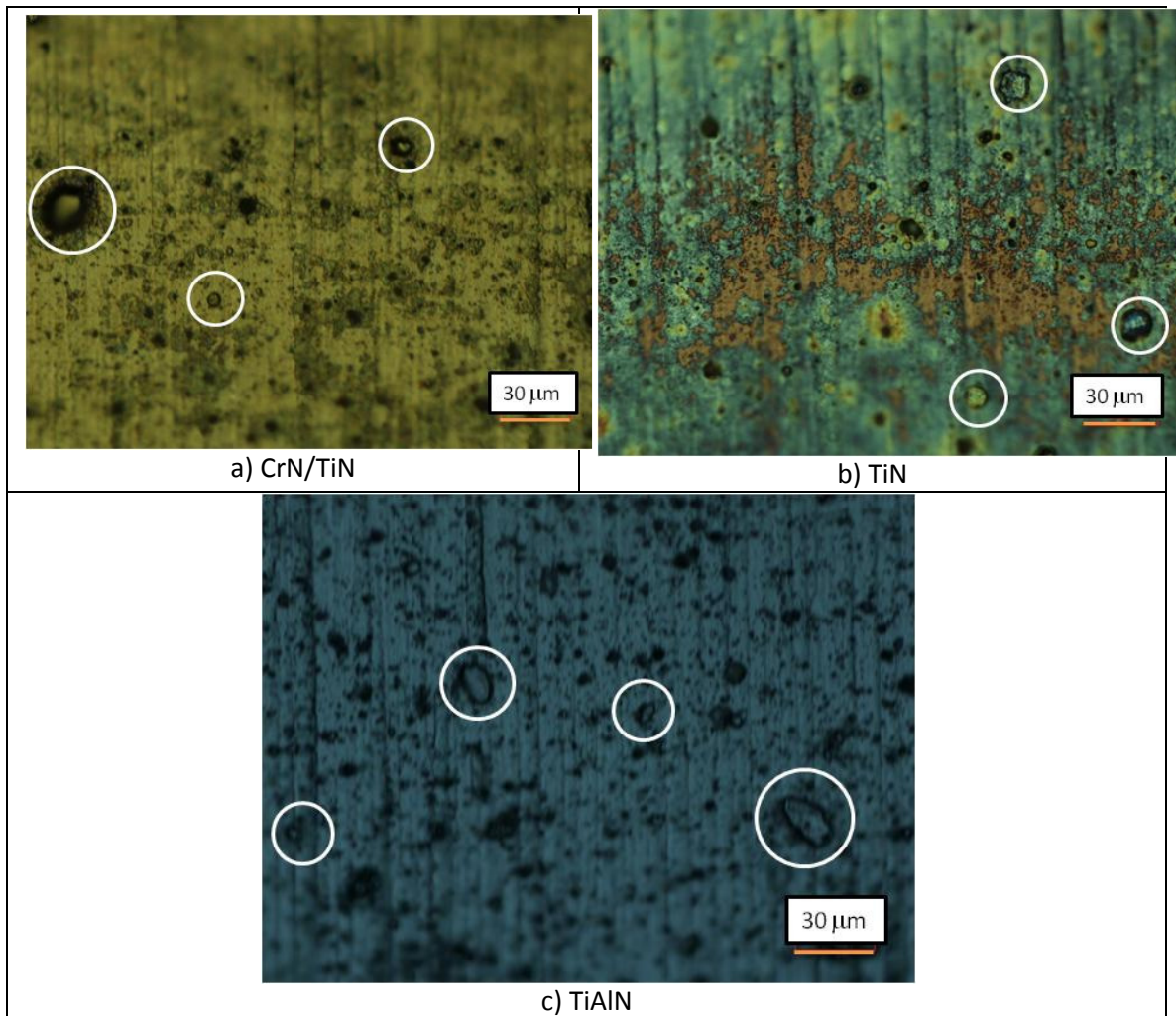


Figura 5. 5 Desprendimiento del recubrimiento.

5.1.2 Medición de tamaño de “droplet”.

Como se mencionó anteriormente los “droplets” son sitios preferenciales para la propagación y probablemente de nucleación de grietas. En la figura 5.6 se muestra claramente esta premisa; la cual, para comprobarla, fue necesario obtener algún parámetro que pudiera predecir su grado de influencia. La

metodología para la medición de este parámetro se encuentra descrita en la sección 3.5.3 y a continuación se presentan los resultados de la distribución en la medición del diámetro de “*droplet*”. Cabe señalar que la muestra nitrurada se excluyó de este análisis debido que no cuenta con un recubrimiento PVD.

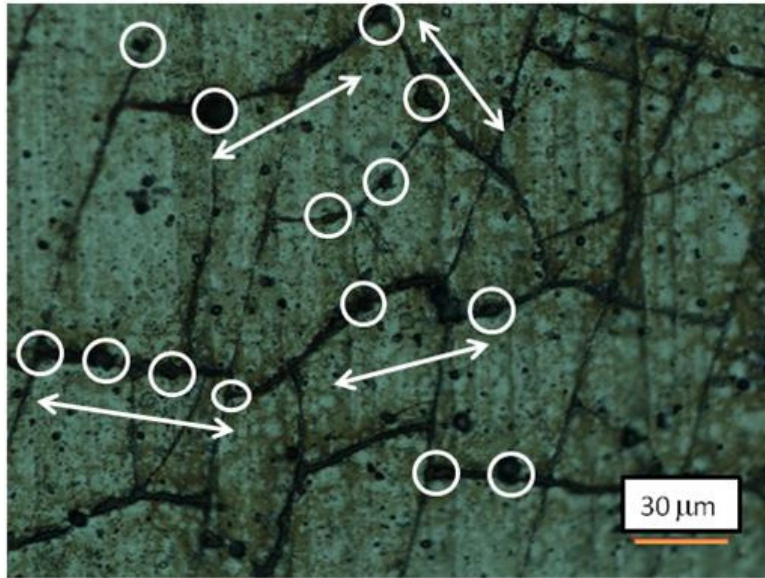


Figura 5.6 Iniciación y propagación de grietas a través de los “*droplets*”. Los círculos muestran la presencia de los “*droplets*” mientras las flechas la dirección de propagación.

En las siguientes figuras se graficaron la frecuencia contra el tamaño de “*droplet*” para cada uno de los especímenes. La frecuencia se refiere a la cantidad de “*droplets*” medidos que se encuentran dentro del rango del eje horizontal. El eje horizontal indica el rango de medidas en micrómetros en los cuales se categorizan. Los defectos medidos fueron seleccionados aleatoriamente en distintas zonas del espécimen y las micrografías utilizadas para la medición fueron de la misma magnificación entre ellas, ver figuras 5.7a)-e).

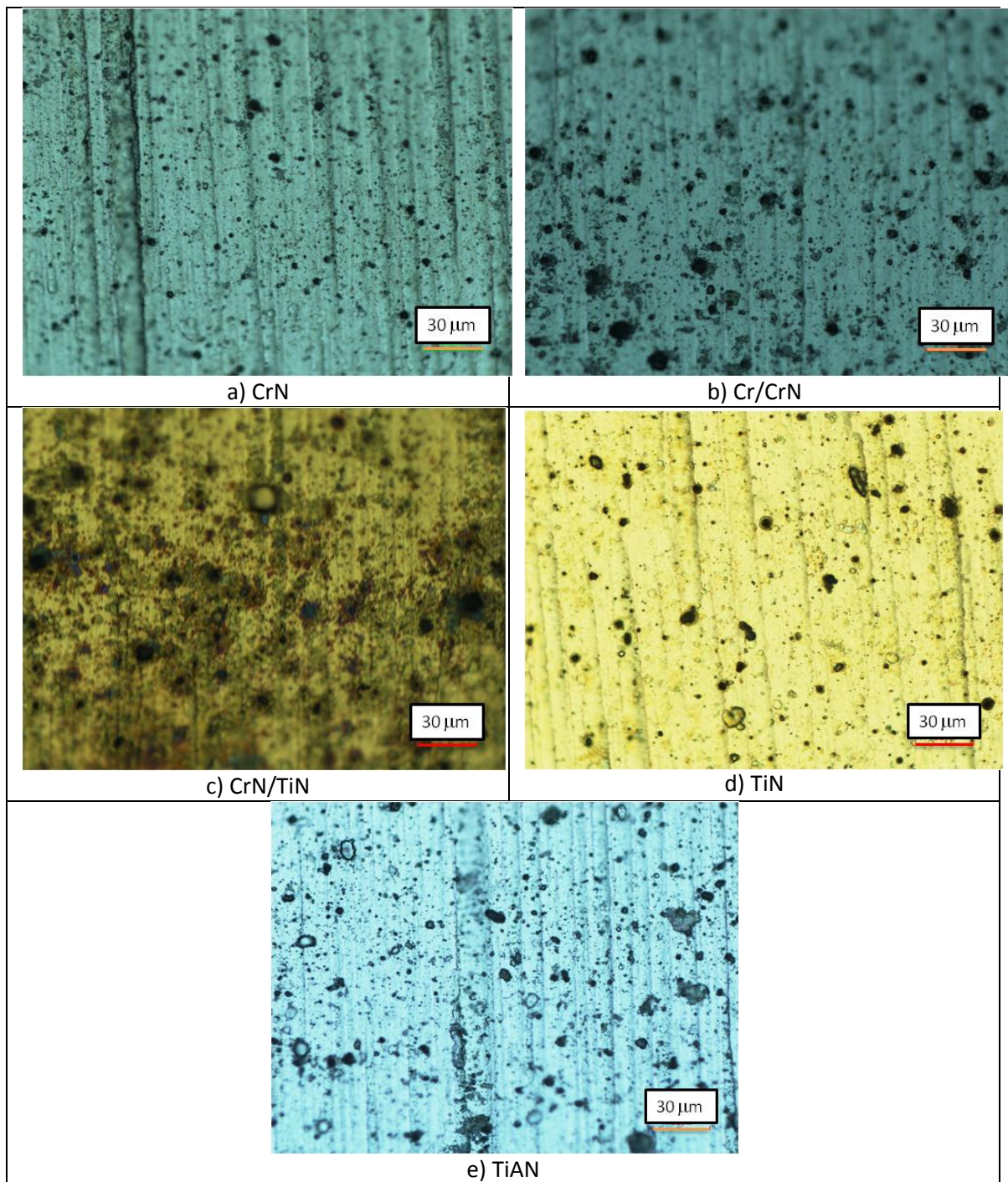


Figura 5.7 Micrografías utilizadas para medición de tamaño de “droplet”.

Espécimen CrN

La distribución del tamaño de los “droplets” en la figura 5.8 indica que la mayor frecuencia de tamaño de los “droplets” medidos se encuentra entre 0.5 y 2 micrómetros de diámetro; el tamaño mínimo medido en este espécimen fue

de 0.11 micrómetros y el tamaño máximo fue de 5.73 micrómetros; y el valor de la mediana fue de un diámetro de 1.52 micrómetros de un total de 762 mediciones.

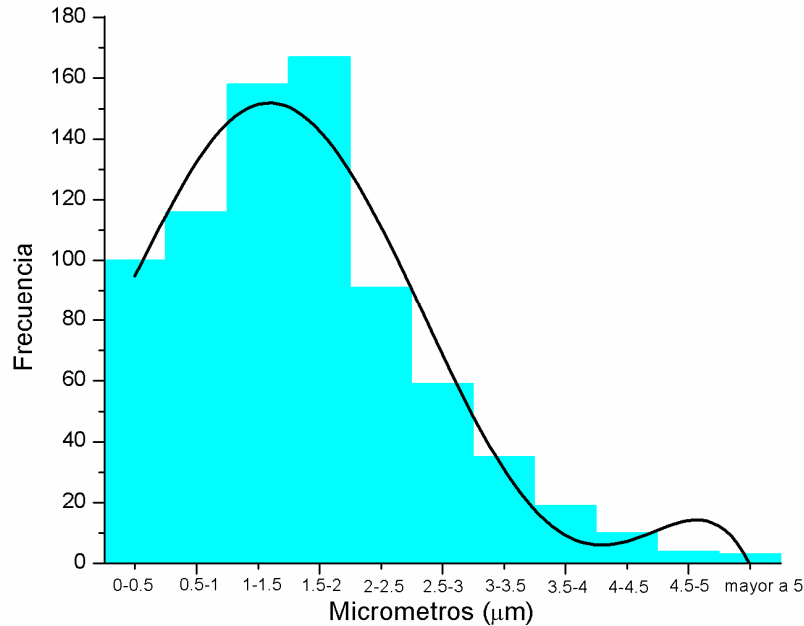


Figura 5.8 Distribución de diámetros de “droplets” en el espécimen CrN.

Especimen Cr/CrN

La mayor frecuencia de “droplets” se encuentra entre 0.5 y 2 micrómetros y disminuye de manera progresiva a partir de 2 micrómetros, a diferencia del espécimen anterior el número de “droplets” en el rango menor a 0.5 micrómetros es mucho menor. El diámetro de menor tamaño medido fue de 0.27 micrómetros, el máximo de 10.35 micrómetros y el valor de la mediana fue de 1.53 micrómetros de un total de 676 mediciones, ver figura 5.9.

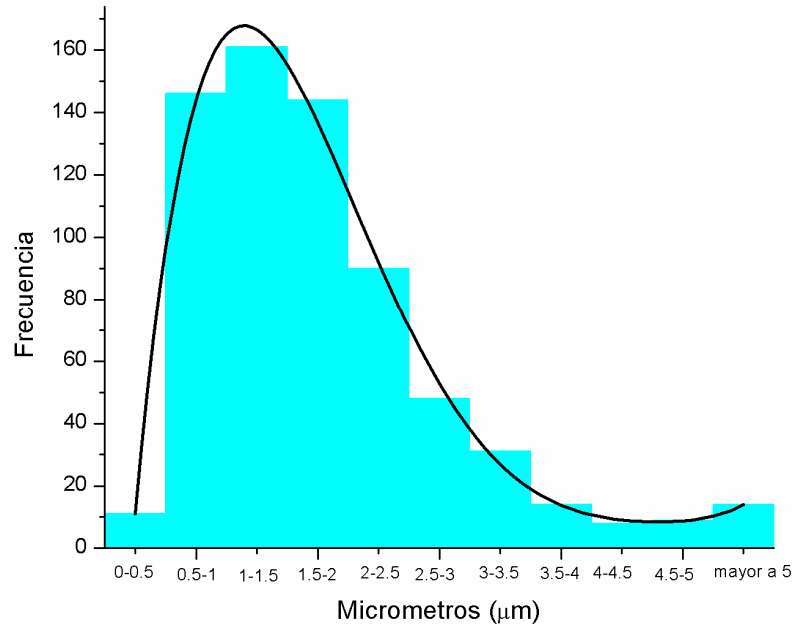


Figura 5.9 Distribución de diámetros de “droplets” en el espécimen Cr/CrN.

Especimen CrN/TiN

En el espécimen CrN/TiN la mayor frecuencia de los “droplets” medidos se encuentran en el rango de 0.5 a 1.5 micrómetros, de igual manera que los especímenes anteriores, a medida que aumenta el tamaño del “droplet” disminuye la frecuencia con que se observan droplets de tamaños mayores. El valor mínimo medido fue de 0.19, el máximo fue de 11.62 y el valor de la mediana fue de 1.34 micrómetros de un total de 1095 mediciones, figura 5.10.

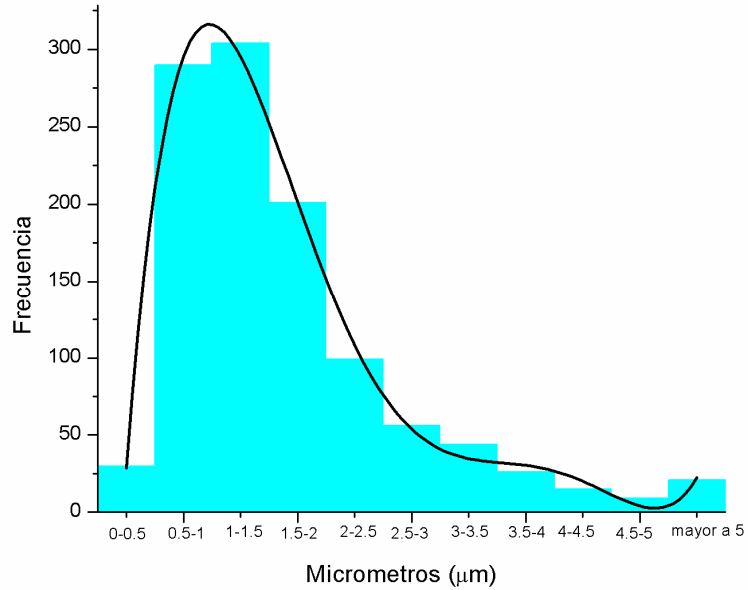


Figura 5.10 Distribución de diámetros de “droplets” para el espécimen CrN/TiN.

Especimen TiN.

La figura 5.11 muestra la distribución de defectos donde la frecuencia mayor se encuentra entre 0.5 a 1.5 micrómetros, el espécimen exhibe el rango mínimo (0.5-1 micrómetros) con mayor frecuencia de todas. El valor mínimo medido fue de 0.19, el máximo de 12.58 y el valor de la mediana fue de 1.21 micrómetros de un total de 763 mediciones.

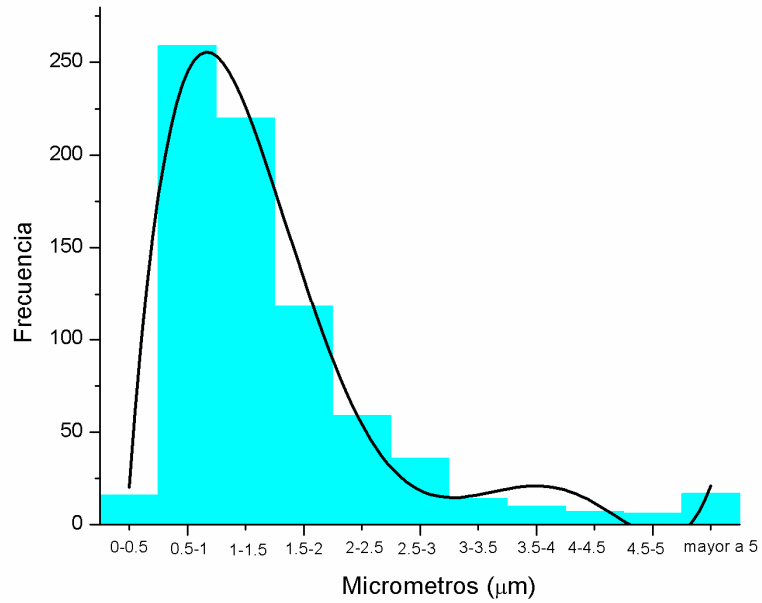


Figura 5. 11 Distribución de diámetros de “droplets” para el espécimen TiN.

Especimen TiAlN

La figura 5.12 muestra que la mayor frecuencia se encuentra en un rango de 0.5-2 micrómetros. El valor mínimo de diámetro medido fue de 0.38, el valor máximo de 7.91 y el valor de la mediana fue de 1.5 micrómetros de un total de 834 mediciones.

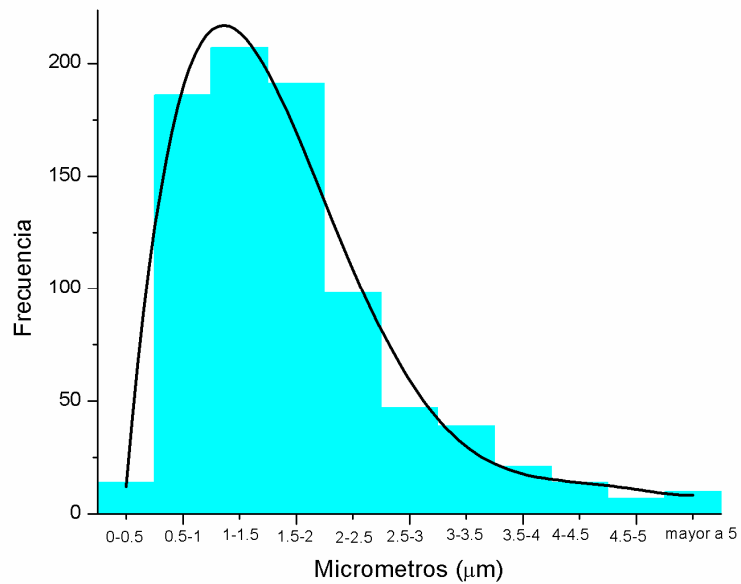


Figura 5. 12 Distribución de diámetros de “droplets” para el espécimen TiAlN.

5.1.3 Daño superficial

En resumen los especímenes experimentaron agrietamiento y desprendimiento del recubrimiento como mecanismos principales de degradación, ver tabla 5.2. Debido a la oxidación en el espécimen nitrurado no fue posible analizar claramente su superficie.

El agrietamiento se presentó con diferentes orientaciones y magnitudes partiendo de las marcas de acabado superficial, producto del tratamiento mecánico del sustrato previo al depósito de los recubrimientos, y de los defectos del recubrimiento, conocidos como “*droplets*”. Tanto las marcas de acabado como los “*droplets*” actúan como concentradores de esfuerzos, por lo cual las grietas se propagan y posiblemente nuclean a través de ellos. Los especímenes CrN, Cr/CrN y CrN/TiN experimentaron la propagación de las grietas a través de los “*droplets*”, mientras el espécimen CrN fue el único en experimentar el agrietamiento en las marcas de acabado.

Al comparar la dureza de los recubrimientos se puede concluir que, en valores similares de dureza, a mayor tamaño de “*droplet*” resulta en un mayor agrietamiento del recubrimiento. Los valores de dureza de los recubrimientos entre los especímenes CrN, Cr/CrN y CrN/TiN son similares entre ellos (tabla 5.2). El valor de mediana de diámetro de “*droplet*” entre los especímenes CrN y Cr/CrN son mayores comparado con el espécimen CrN/TiN y la cantidad de grietas observadas fue mayor en los especímenes CrN y Cr/CrN. Los valores de mediana del diámetro de los “*droplets*” en los especímenes CrN, Cr/CrN y TiAlN (tabla 5.2) son similares entre ellos, mientras que los valores de dureza el espécimen con recubrimiento TiAlN es mayor y no presentó agrietamiento en la superficie.

El desprendimiento del recubrimiento se observó preferente en los especímenes que contienen titanio, posiblemente debido a una menor adhesión (tabla 5.2). Mientras que los recubrimientos con base cromo exhibieron solamente agrietamiento a tan sólo diez ciclos térmicos.

Tabla 5.2 Daño superficial en especímenes

Espécimen	Dureza HV [9]	Adhesión (N) [9]	Diámetro de “droplet” (μm)	Área analizada (mm ²)	Agrietamiento de recubrimiento	Desprendimiento de recubrimiento
CrN	1900	107	1.52	234.16	X	
Cr/CrN	1900	80	1.53	501.78	X	
CrN/TiN	2100	93	1.34	267.62	X	X
TiN	2800	73	1.21	200.71		X
TiAlN	3000	65	1.50	200.71		X

5.2 Análisis de las secciones transversales

Cada espécimen fue preparado para observar y analizar la sección transversal de la zona de mayor densidad de grietas. El análisis que se presenta a continuación está dedicado a inferir los sitios de inicio de las grietas por fatiga térmica, en su sección transversal, para los diferentes sistemas de modificación superficial.

Espécimen CrN

El agrietamiento en este espécimen se generó como resultado de dos patrones repetitivos: grietas en discontinuidades en la interfaz y agrietamiento superficial. El agrietamiento que se presenta en la figura 5.13 a) y b) muestra que la presencia de discontinuidades en la interfaz sustrato-recubrimiento. Estas grietas se localizan justo por encima de la discontinuidad. Las grietas se propagaron de manera horizontal dentro del mismo recubrimiento en dirección hacia la superficie (figura 5.13c).

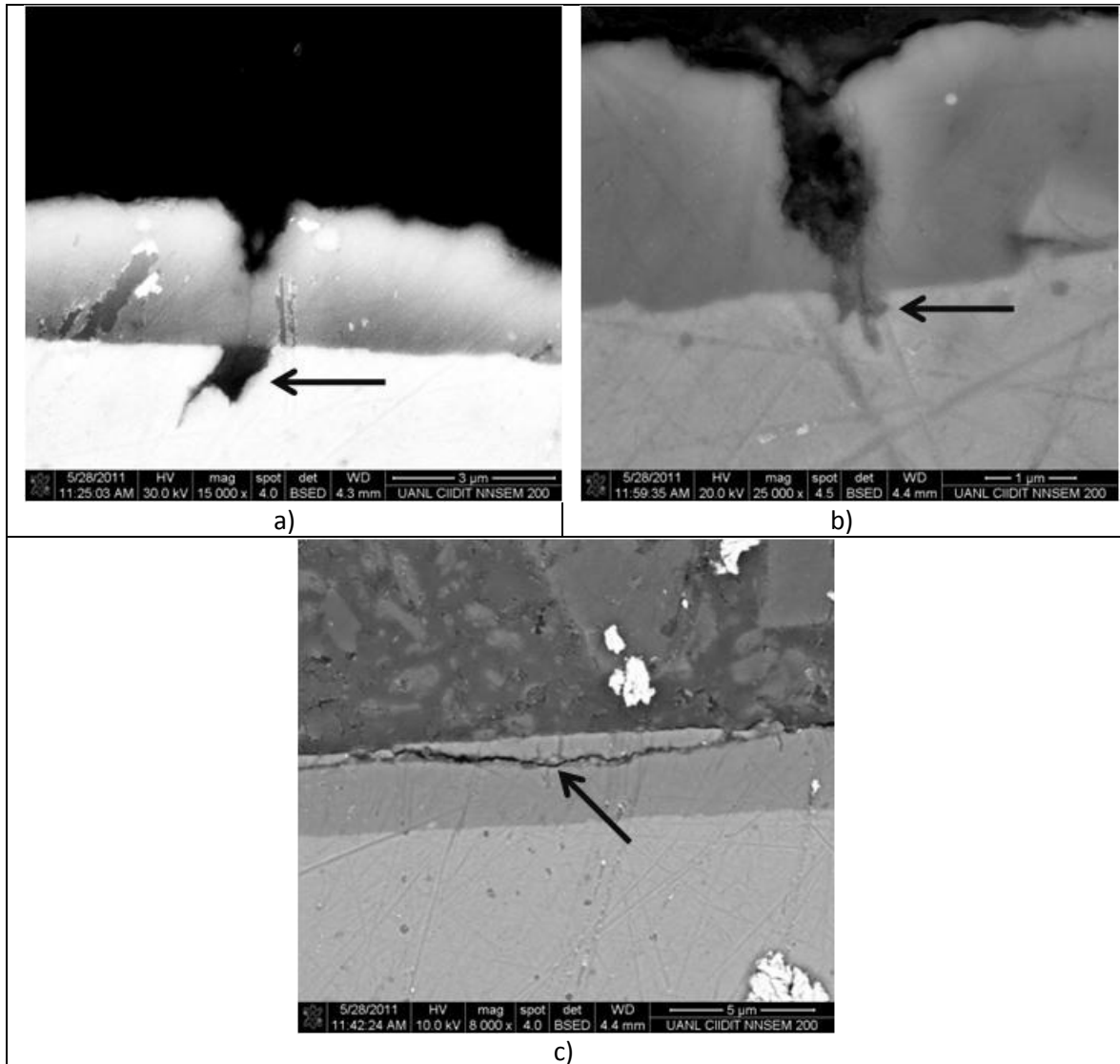


Figura 5. 13 Agrietamiento Transversal en el espécimen CrN

El agrietamiento en discontinuidades del sustrato (señalado en figura 5.13 a y b) se debe a la presencia de elementos que presentan una composición química distinta al sustrato, ver tabla 5.3. La dilatación térmica depende de la distancia interatómica de un material [10]. Al poseer una distinta composición química, los coeficientes de dilatación térmica son diversos entre el sustrato, recubrimiento y la discontinuidad. El recubrimiento al estar adherido a la superficie del sustrato está sujeto a estas diferencias de dilatación térmica y produce una concentración de esfuerzos, lo que resulta en un agrietamiento.

El agrietamiento observado en la figura 5.13c) no presenta evidencia que inicie en la sección transversal del recubrimiento. Por lo tanto se propone que la nucleación para este caso empieza en la superficie del recubrimiento por los sitios de nucleación preferenciales discutidos en la sección 5.1.1 y que fueron observados en el espécimen con el sistema CrN.

Tabla 5.3 Análisis de composición de la discontinuidad en el espécimen CrN realizado por equipo acoplado al microscopio electrónico de barrido y el software EDAX

Composición							
	C	N	O	Si	V	Cr	Fe
Wt%	3.53	7.15	12.83	1.03	1.49	38.91	31.26
At%	9.79	17.03	26.74	1.22	0.97	24.95	18.66

Espécimen Cr/CrN

Las micrografías de la figura 5.14 presentan el mismo patrón de agrietamiento que el espécimen recubierto con el sistema CrN, donde una discontinuidad en la interfaz sustrato-recubrimiento propicia la generación de esfuerzos térmicos debido a la diferencia de coeficientes de expansión térmica entre los componentes cercanos a ésta. La composición química en peso y atómica para esta discontinuidad se muestra en la tabla 5.4.

La presencia de estas discontinuidades en la interfaz recubrimiento-sustrato en las figuras 5.13 a), b) y 5.14 no modificaron la trayectoria del recubrimiento depositado, por lo cual se puede concluir que ésta no es un espacio vacío. La discontinuidad no altera la topografía del sustrato, por lo que se deduce que estuvo presente en el proceso de acabado superficial del sustrato.

La composición química mostrada en las tablas 5.3 y 5.4 de estas discontinuidades sugiere que se trata de precipitados CrN. El estudio reportado por Visuttipitukul y coaut. señala la presencia de nitruros de cromo con partículas de carbono en forma esférica y con una composición química similar a la mostrada en las tablas 5.3 y 5.4. La precipitación se atribuye a la etapa de

CAPÍTULO 5 – RESULTADOS Y DISCUSIÓN PARTE 1: SIMULACIÓN EXPERIMENTAL

niturado en el acero, el nitrógeno reemplaza parcialmente al carbono en la martensita y forma nitruros metálicos, como los nitruros de hierro y nitruros de cromo [11].

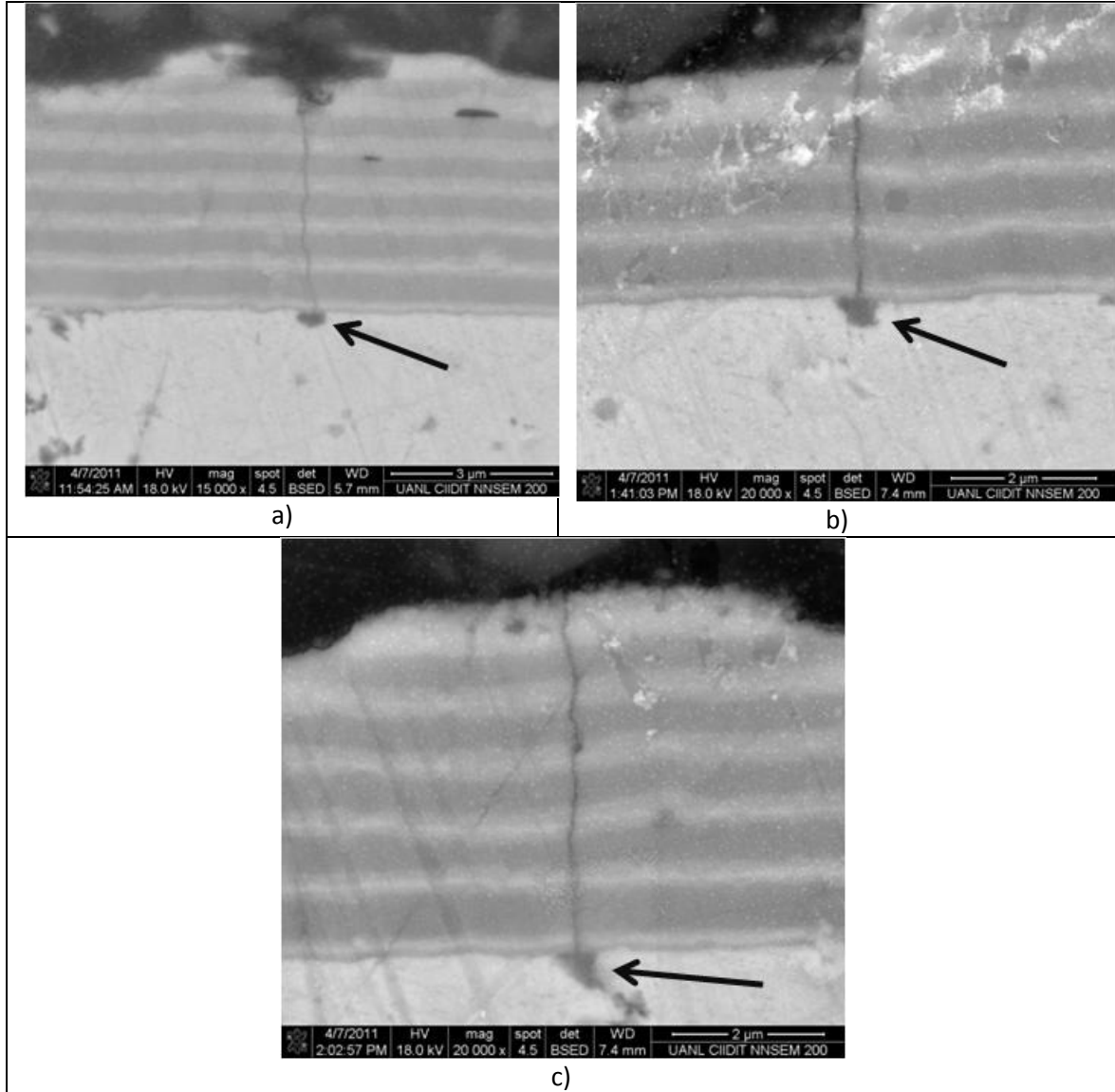


Figura 5. 14 Agrietamiento transversal Cr/CrN

Tabla 5.4 Análisis de composición de la discontinuidad en el espécimen Cr/CrN realizado por equipo acoplado al microscopio electrónico de barrido y el software EDAX

	C	N	O	Si	Cr	Fe
Wt%	5.65	5.89	10.74	0.84	27.58	49.31
At%	15.65	13.99	22.34	0.99	17.65	29.38

Espécimen CrN/TiN

El sistema (CrN/TiN)x3 presentó daño en el recubrimiento por diversos mecanismo relacionados con el origen de sus fallas, en la figura 5.15 se presentan estos daños expresados como el desprendimiento total del recubrimiento (figura 5.15a), agrietamiento corto en sección transversal del recubrimiento (figura 5.15b) y desprendimiento de la capa externa del recubrimiento (figura 5.15c).

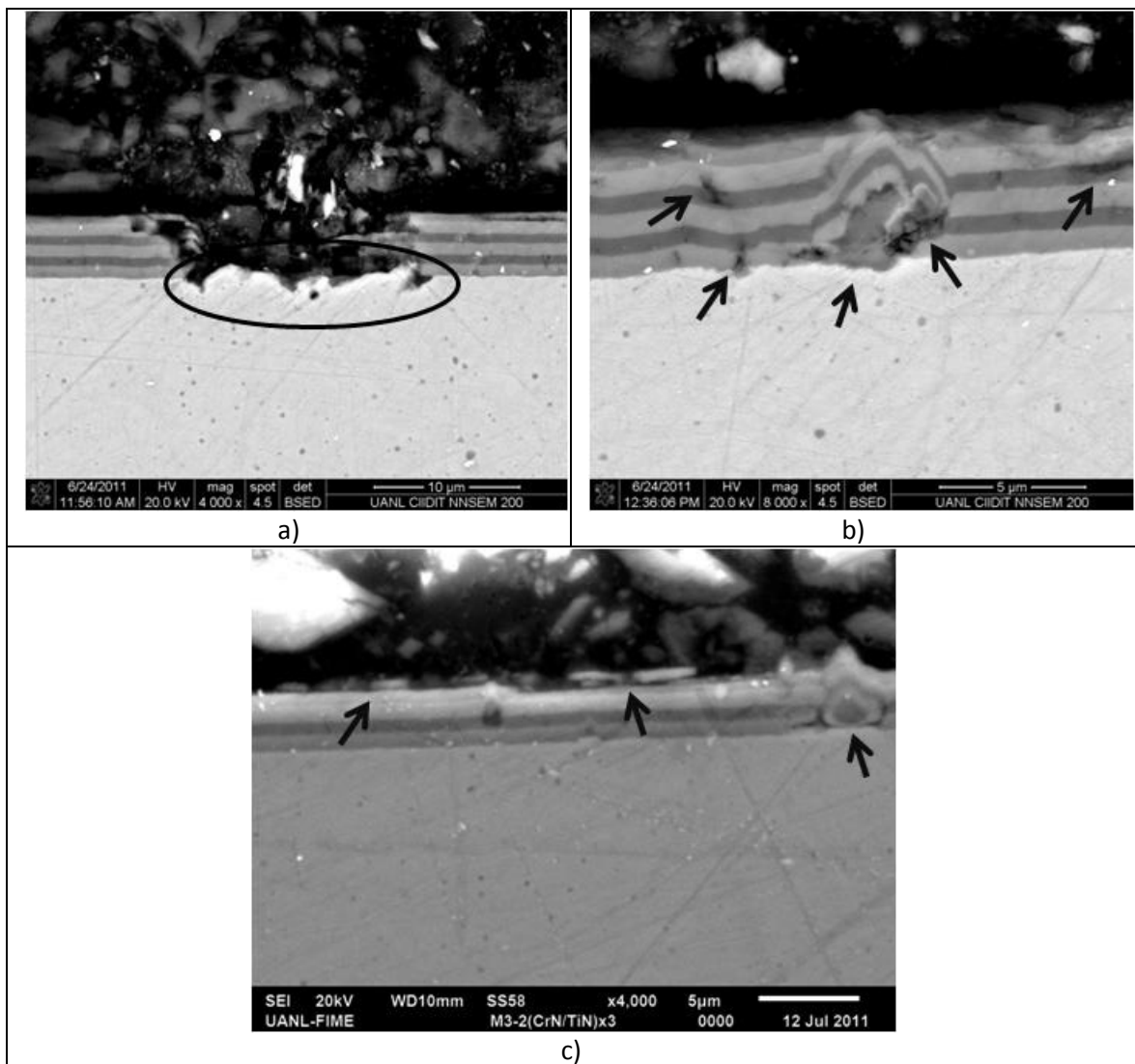


Figura 5. 15 Daño transversal en el espécimen CrN/TiN

Investigaciones previas señalan que recubrimientos depositados sobre un sustrato de rugosidad considerable son más propensos a desprenderse [12]. Como se observa en la figura 5.15a), existe una variación considerable en la topografía del sustrato en el sitio donde el recubrimiento estuvo presente, lo cual sugiere que esta condición favorece indudablemente su desprendimiento. El recubrimiento, al depositarse sobre el sustrato, adopta las irregularidades de la superficie y se deforma de manera irregular al no contar con un depósito en línea recta de las capas lo cual provoca deformaciones y esfuerzos concentrados preferentemente en esa zona [12].

Un depósito irregular del recubrimiento, como el observado en la figura 5.15b), donde las capas cambian bruscamente de trayectoria, debido a discontinuidades de la superficie, establecen sitios de concentración de esfuerzos. Además, la presencia de partículas “extrañas” (inclusiones, precipitados, carbonitruros) en la interfaz recubrimiento-sustrato, producen desprendimiento del recubrimiento debido a la limitada adhesión entre la partícula y el recubrimiento. El agrietamiento de la capa cercana a la superficie del recubrimiento, figura 5.15c), no muestra evidencia clara de que el agrietamiento iniciara en la sección transversal del recubrimiento. Debido a esto, puede proponerse que este mecanismo de degradación fue provocado por el daño superficial, discutido en la sección 5.1.1, el cual consiste en la generación de grietas pequeñas propagándose a muy poca profundidad y que producen el desprendimiento de la capa externa del recubrimiento.

Espécimen TiN

El patrón de daño repetitivo observado en el espécimen recubierto con el sistema TiN fue el desprendimiento del recubrimiento del sustrato como se muestra en la figura 5.16. El desprendimiento se observa como una línea curva gruesa con una orientación horizontal muy cerca de la superficie como en el caso de las figuras 5.16a) y c). En la figura 5.16b) se observa que a partir del desprendimiento del recubrimiento se generan grietas que se propagan a través de la sección transversal del recubrimiento.

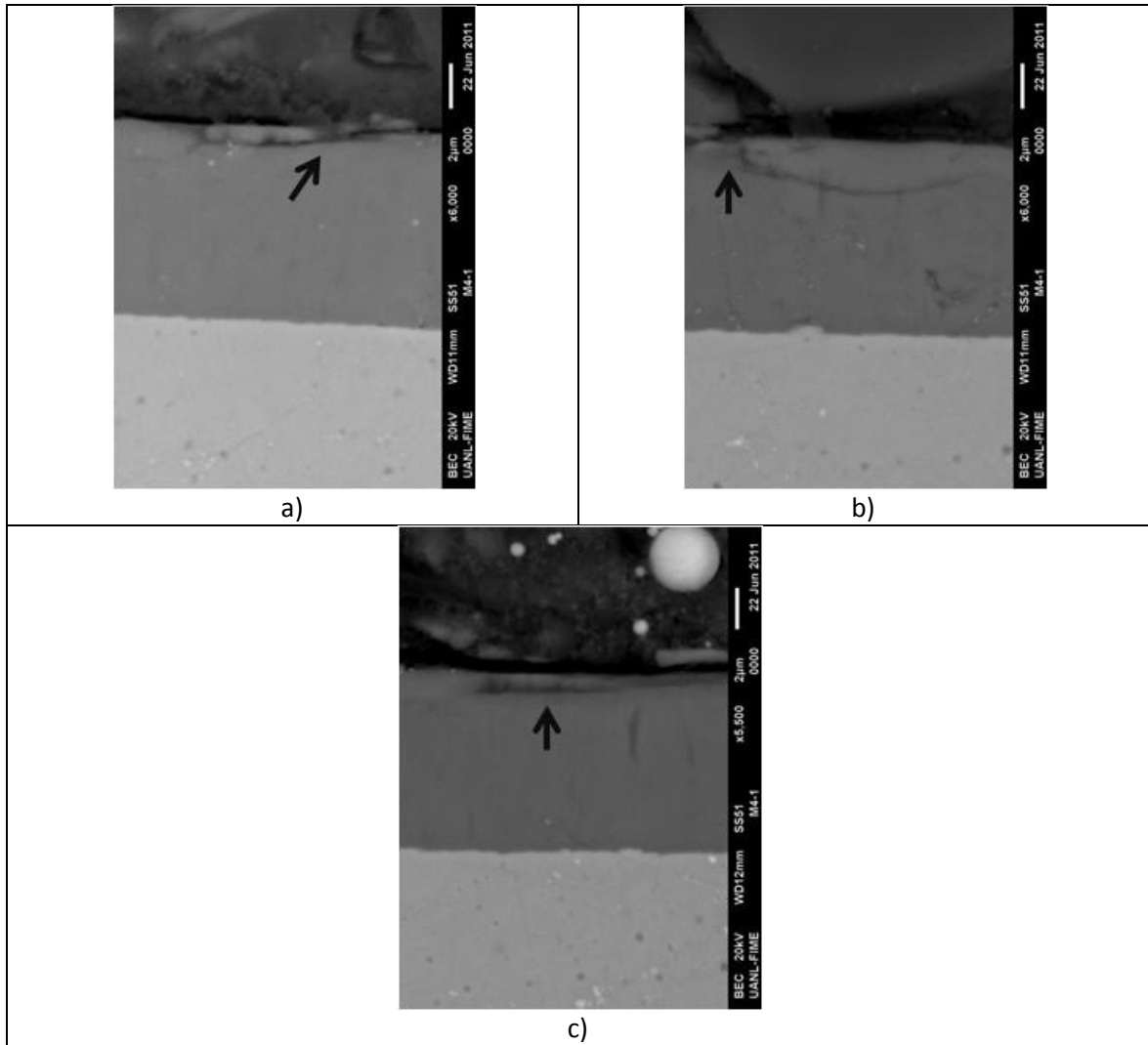


Figura 5. 16 Daño transversal en el espécimen TiN

Espécimen TiAlN

La capa TiAlN, al igual que el descrito espécimen anteriormente, presentó desprendimiento del recubrimiento como modo de falla ante los ciclos térmicos. El desprendimiento del recubrimiento se puede observar como zonas de color oscuro, figura 5.17a. El desprendimiento de la capa muy posiblemente se debe a la poca adhesión del recubrimiento, ver tabla 5.2. Como se discutió anteriormente, una superficie irregular de sustrato tiene un efecto negativo en el recubrimiento, figura 5.17b).

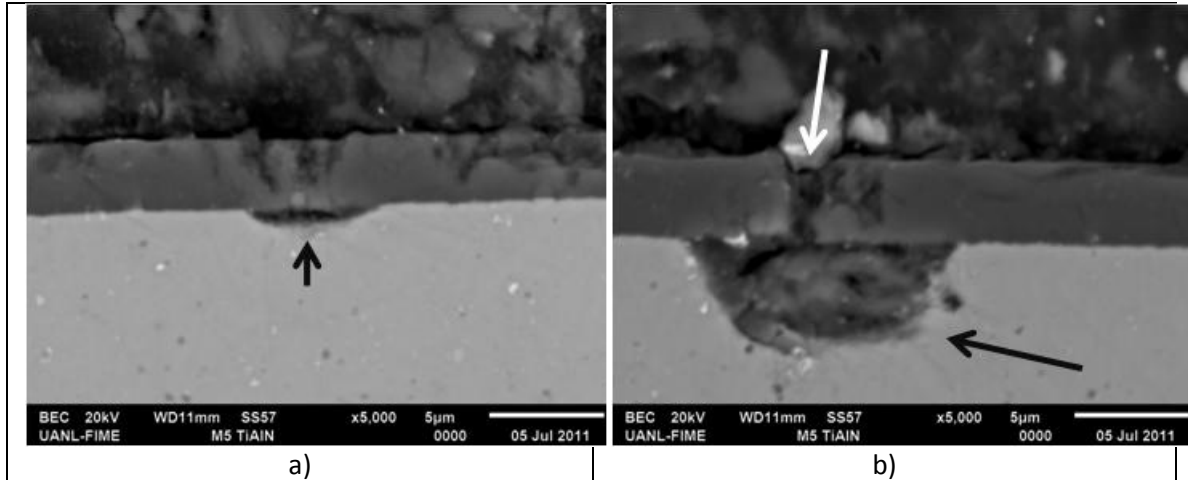


Figura 5. 17 Daño transversal en espécimen TiAlN

Especimen Nitrurado

El espécimen nitrurado se distinguió por presentar una superficie libre de degradación después de diez ciclos térmicos, ver figura 5.18

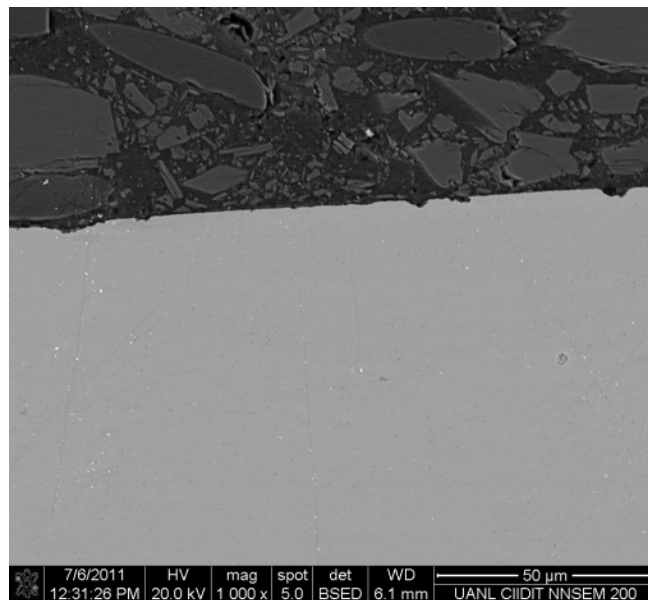


Figura 5. 18 Especimen Nitrurado

Daño transversal

Los especímenes exhibieron distintos patrones de falla los cuales no fueron exclusivos de un sistema en particular, tales como agrietamiento por

discontinuidades en la superficie del sustrato (CrN y Cr/CrN); irregularidades en la rugosidad del sustrato (CrN/TiN y TiAlN); agrietamiento superficial (CrN y CrN/TiN); y desprendimiento del recubrimiento (TiN y TiAlN). Al igual que el daño observado en las micrografías superficiales los recubrimientos con base cromo experimentaron agrietamiento mientras que los recubrimientos base titanio el desprendimiento del recubrimiento.

5.3 Discusión

Después de diez ciclos térmicos los especímenes experimentaron diversos modos de falla entre los cuales podemos distinguir dos tipos. El primer tipo es agrietamiento del recubrimiento, CrN, Cr/CrN y CrN/TiN; y el segundo tipo es el desprendimiento, CrN/TiN, TiN y TiAlN. Los sistemas dúplex mostraron un daño en el recubrimiento, mientras que la superficie nitrurada no mostró daño aparente. Los microdefectos actuaron como sitios preferenciales de nucleación y propagación de grietas así como el desprendimiento del recubrimiento.

Lo relevante de esta investigación es que ha sido posible identificar los sitios preferenciales para la nucleación de grietas. Además aportará información para la optimización de los sistemas dúplex (como la discutida en la sección 2.4), así como información que facilite la comprensión del mecanismo de falla en fatiga térmica.

Los resultados de esta investigación tienen la limitante que, debido a los pocos ciclos en la experimentación, no es posible comparar estos fenómenos directamente con el material previamente reportado en la literatura (discutido en la sección 2.4.1). La diferencia de ciclos térmicos ensayados del presente estudio a los resultados reportados es considerable. Además que la evolución del agrietamiento térmico en ocasiones no muestra una tendencia clara [9]

Los especímenes CrN y Cr/CrN a ciclos altos de fatiga térmica en la MEFT experimentaron una gran densidad de grietas cortas. Mientras que los especímenes CrN/TiN, TiN y TiAlN a ciclos altos en la MEFT se caracterizaron

por agrietamientos de menor densidad pero de gran longitud [9]. Por lo tanto el agrietamiento ocurrido a bajos ciclos en los especímenes CrN y Cr/CrN fue el más fácil a observar a bajos ciclos en la MEFT. El espécimen nitrurado a ciclos altos en la MEFT experimentó un agrietamiento denso y corto además del desprendimiento de material [9], sin embargo diez ciclos térmicos no fueron suficientes para producir un daño considerable.

La experimentación a bajos ciclos de fatiga térmica es muy limitada. A pesar de esto, los resultados de esta investigación concuerdan con los estudios de Pellizzari y coaut. [13] donde señalan que los sitios de nucleación de grietas son los defectos de los recubrimientos. El comportamiento de la interfaz sustrato-recubrimiento concuerda con el reportado por Wilklund y coaut. [12] donde se concluye que la interfaz recubrimiento-sustrato es una zona crítica y es propensa al desprendimiento del recubrimiento en sustratos rugosos.

En los resultados observados se puede concluir que los recubrimientos con grandes dimensiones de “*droplets*” y valores similares de dureza con respecto al resto de los especímenes estudiados generan agrietamiento (CrN, Cr/CrN y CrN/TiN). El efecto positivo de la alta dureza que posee TiAlN es contrarrestado por las grandes dimensiones de los “*droplets*”, con respecto al resto de los especímenes, y la baja adhesión [9] a la superficie del sustrato presentando desprendimiento del recubrimiento.

El buen desempeño de los sistemas multicapas sobre los monocapas en otras investigaciones a ciclos altos [14-15] contrasta con los resultados de esta investigación. A ciclos bajos los sistemas multicapas Cr/CrN y CrN/TiN experimentaron daño en la superficie del recubrimiento y a través de su sección transversal debido a los “*droplets*”, la rugosidad del sustrato y las discontinuidades del sustrato. En conclusión los sistemas multicapas no mostraron un desempeño superior a los sistemas monocapas.

Los factores causantes de daño por fatiga térmica en aceros con modificación superficial dúplex en sustrato nitrurado a bajos ciclos:

- Las líneas de acabado en el recubrimiento CrN son sitios preferenciales para la nucleación de grietas.
- Los defectos superficiales como los “*droplets*” son sitios preferenciales para la nucleación de grietas en los recubrimientos CrN, Cr/CrN y CrN/TiN.
- En los recubrimientos observados, una baja dureza y grandes dimensiones de “*droplets*” son factores para producir agrietamiento. Debido al efecto positivo de una alta dureza y que los “*droplets*” actúan como concentradores de esfuerzos.
- Los recubrimientos base Cr mostraron un agrietamiento y los base Ti mostraron desprendimiento del mismo. Esto se le atribuye a la diferencia entre los coeficientes de expansión térmica del sustrato y en los recubrimientos base cromo. Mientras que los recubrimientos base titanio exhibieron baja adhesión.
- Los recubrimientos CrN y Cr/CrN mostraron como patrón repetitivo de agrietamiento donde la presencia de discontinuidades en la interfaz recubrimiento-sustrato generaron grietas a través de la sección transversal del recubrimiento.
- Una rugosidad irregular genera un desprendimiento del recubrimiento.

Para obtener un mejor desempeño de los sistemas dúplex en fatiga térmica se recomienda un acabado superficial con la menor rugosidad posible, evitar precipitados en la superficie, tiempos bajos de depósito para generar la menor cantidad de defectos [16] y recubrimientos con propiedades óptimas entre dureza y capacidad de generar agrietamiento denso poco profundo [1, 9, 17].

Los resultados obtenidos en esta investigación señalan que los sistemas dúplex sometidos a bajos ciclos de fatiga térmica no presentan un mejor desempeño al ser comparados con una muestra nitrurada.

Referencias

1. M. Kamaya, S. Taheri, A study on the evolution of crack networks under thermal fatigue loading, *Nuclear Engineering and Design* 238 (2008) 2147–2154.
2. E. Glenny., *Thermal Fatigue*, Metallurgical Reviews, Institute of Metals, London, 1961.
3. A. Persson, S. Hogmark, J. Bergström, Thermal fatigue cracking of surface engineered hot work tool steel, *Surface and coating technology* 191 (2005) 216-227.
4. M.A. Quiñones-Salinas “The importance of thermal parameters of thin coatings for intensity of thermal fatigue process of duplex structures nitrided layer / PVD coating”, *Surface Engineering Department ITeE-PIB*, February 2009.
5. M. Pellizzari, A. Molinari, G. Straffelini, Thermal fatigue resistance of plasma duplex-treated tool steel, *Surface and coating technology* 142-144 (2001) 1109-1115.
6. S.M.D. Starling, J.R.T. Branco, Thermal fatigue of hot work tool steel with hard coatings, *Thin solid films* 308-309 (1997) 436-442.
7. www.matweb.com Titanium Nitride (TiN) coating.
8. A. Srivastava, V. Joshi, R. Shivpuri, R. Bhattacharya, S. Dixit, A multilayer architecture to reduce heat checking of die surfaces, *Surface and coatings technology* 163-164 (2003) 631-636.
9. M.A. Quiñones-Salinas, R.D. Mercado-Solís, A. Mazurkiewicz, J. Smolik, Thermal Fatigue of ion Nitrided and Duplex-Treated Hot-Work Tool Steel, 37TH International Conference of Metallurgical Coatings and Films, San Diego, April 2010.
10. R.F. Speyer, *Thermal analysis of materials*, Marcel Dekker, Atlanta, 1994.
11. P. Visuttipitikutul, C. Paa-rai, H. Kuwahara, Characterization of plasma nitrided AISI H13 tool steel, *Acta Metallurgica Slovaca*, 3 (2006) 264-274.

12. U. Wiklund, J. Gunnars, S. Hogmark, Influence of residual stresses on fracture and delamination of thin coatings, *Wear* 232 (1999) 262-269.
13. M. Pellizzari, A. Molinari, G. Straffelini, Damage mechanisms in duplex treated hot work tool steel under thermal cycling, *Surface Engineering*, 18 (2002) 289-298.
14. K. Kulkarni, A. Srivastava, R. Shivpuri, R. Bhattacharya, S. Dixit, D. Bhat, Thermal cracking behavior of multi-layer LAFAD coatings on nitrided die steels in liquid aluminum processing, *Surface and Coatings Technology*, 149 (2002) 171–178.
15. Jerzy Smolik, Michael Gulde, Jan Walkowicz, Jan Suchanek, Influence of the structure of the composite: 'nitrided layered PVD coating on the durability of forging dies made of steel DIN-1.2367, *Surface and Coatings Technology*, 180 –181 (2004) 506–511
16. P. Panjan, M. Cekada, M. Panjan, D. Kek-Merl, Growth defects in PVD hard coatings, *Vacuum* 84 (2010) 209–214.
17. A. Sbitti, S. Taheri, Crack arrest in high cycle thermal fatigue crazing, *Nuclear Engineering and Design* 240 (2010) 30–38.

CAPÍTULO 6

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Parte 2: Modelación Computacional

6.1 Introducción.

En este capítulo se presentan los perfiles de temperatura y el estudio del comportamiento termo-mecánico realizado mediante modelación computacional durante diez ciclos térmicos producidos por la Máquina para Ensayos de Fatiga Térmica de la UANL.

Los resultados del perfil térmico se compararon con las lecturas de termopares previamente realizadas y con otros resultados reportados en la literatura científica.

6.2 Cálculo de los perfiles térmicos.

Se analizaron cinco puntos en donde se calcularon las temperaturas, los esfuerzos y las deformaciones durante los diez ciclos térmicos. La localización de dichos puntos se muestra en la figura 6.1 como puntos negros en donde los puntos 4.6 mm, 10.65 mm y 14.15 mm son las ubicaciones de los termopares descritas en el capítulo 4. Adicionalmente se realizaron cálculos para la superficie del espécimen de ensayo y para la pared interna del barreno (superficie interior).

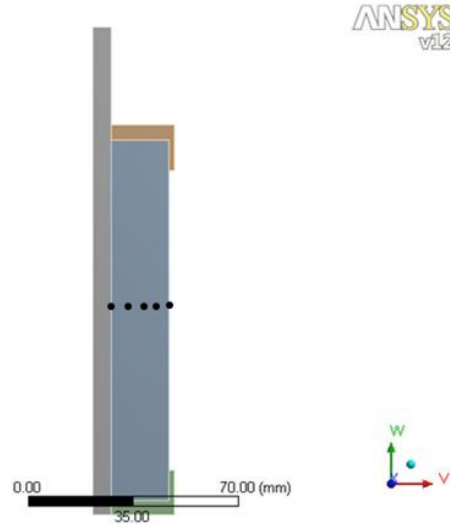
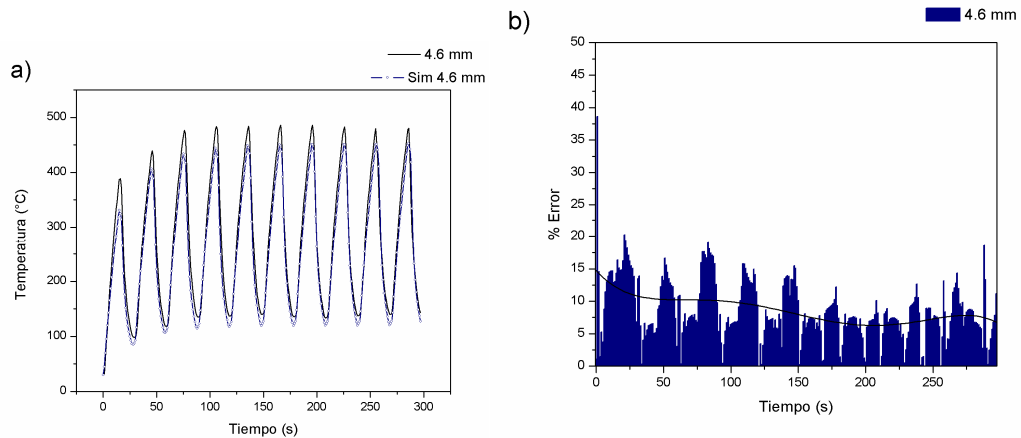


Figura 6. 1 Cinco puntos de análisis. Superficie, 4.6 mm, 10.65 mm, 14.15 mm y superficie interior (derecha a izquierda)

Como se explicó en el capítulo 4 los coeficientes de transferencia de calor y los flujos de calor se determinaron a partir de las lecturas de termopar. La superficie fue sometida a condiciones de transferencia de calor por convección y flujos de calor dependiendo de la etapa del ciclo térmico, generando así un perfil de temperaturas en la sección transversal del material. La temperatura calculada por la modelación computacional a 4.6, 10.65 y 14.15 mm de la superficie y una altura de 60 mm se compararon con las lecturas de termopar ubicadas en los puntos antes mencionados, obteniendo los siguientes resultados presentados en la figura 6.2.



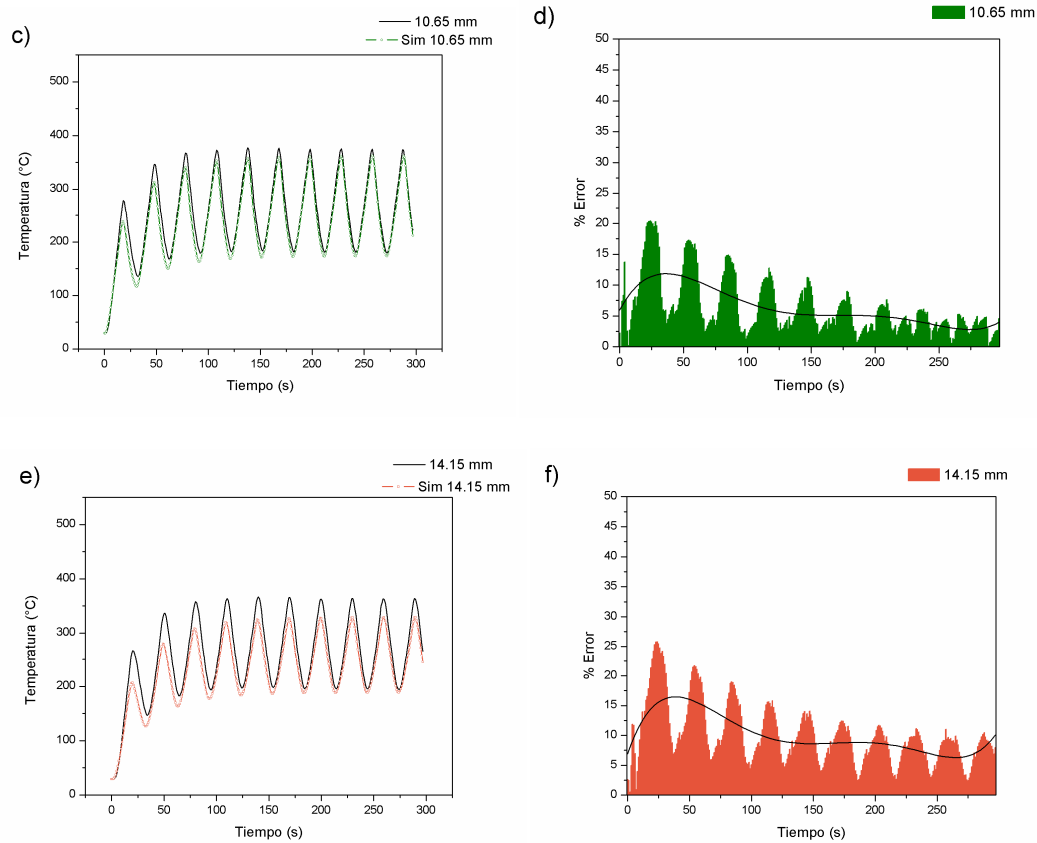


Figura 6.2 Comparación entre temperaturas de la modelación computacional y termopares.

Los resultados en las figuras 6.2 a), c) y e) muestran la comparación entre las temperaturas registradas por los termopares y la modelación computacional a 4.6, 10.65 y 14.15 mm respectivamente, mientras que en las figuras 6.2 b), d) y f) se grafican el porcentaje de error entre la temperatura de la modelación computacional y las lecturas de termopar con respecto al tiempo. El porcentaje de error se calculó según la ecuación 6.1:

$$\%Error = \left| \frac{T_s - T_t}{T_t} \right| \times 100 \quad (6.1)$$

Donde T_s es la temperatura calculada de la modelación computacional y T_t es la temperatura registrada por los termopares. Las temperaturas a 4.6mm de profundidad de la superficie presentadas en la figura 6.2a) mostraron una buena relación a lo largo del historial térmico, donde los puntos que están en la pendiente de calentamiento y enfriamiento son los que mejor se adaptaron a los valores calculados por la modelación computacional. El porcentaje de error en

la línea de tendencia de la figura 6.2b se observaron valores iniciales de 15% y a medida que avanza el tiempo empieza a disminuir hasta valores alrededor del 7%.

Las temperaturas a 10.65 mm de profundidad en la figura 6.2c) muestran una mejor correlación en las pendientes de calentamiento y enfriamiento, y en cuanto al porcentaje de error los valores en la línea de tendencia de la gráfica en la figura 6.2d) resultan, en la mayoría de sus valores, por debajo del 10%.

Los valores de temperaturas a una profundidad de 14.15 mm del modelo tomaron más tiempo en adaptarse a la curva de las temperaturas registradas por los termopares, ver figura 6.2e). El porcentaje de error graficado en la figura 6.2f) refleja este comportamiento al observar la línea de tendencia con una curva pronunciada por encima del 10% para estabilizarse gradualmente en los últimos ciclos registrando porcentajes por debajo de este valor.

El comportamiento mostrado en las tres comparaciones es semejante al iniciar con valores mayores de porcentaje de error y disminuye en los últimos ciclos térmicos, este patrón nos señala que las temperaturas de la modelación computacional tienen un mejor ajuste con las lecturas de termopar en los ciclos finales.

Los mayores porcentajes de error al inicio pudieran ser atribuidos a la profundidad de calentamiento producida en el espécimen en la simulación experimental resultante de la alta frecuencia eléctrica [1], a diferencia de la modelación computacional donde el flujo de calor se cargó sólo en la superficie, por lo tanto el espécimen elevará más rápidamente su temperatura en su sección transversal debido a la profundidad de calentamiento hasta que las temperaturas logran ajustarse con las temperaturas de la modelación computacional del quinto ciclo en adelante.

Al igual que el estudio realizado por Revel y coaut [2]., las temperaturas calculadas por la modelación computacional cercanas a la superficie tienen un mayor porcentaje de error. Esto se debe a la dificultad de simular la profundidad

de calentamiento explicada con anterioridad, a pesar de esto, la modelación computacional mostró una buena relación con las lecturas de termopar.

6.3 Cálculo de las solicitaciones térmicas

Las temperaturas en el punto “superficie”, generadas a partir de la modelación computacional se muestran en la figura 6.3, donde la temperatura máxima de cada ciclo aumenta gradualmente hasta estabilizarse a partir del quinto ciclo. En los ciclos estables las temperaturas calculadas alcanzan valores máximos y mínimos de 577°C y 49°C respectivamente. Tanto las temperaturas superficiales como los rangos de temperaturas cíclicos (ΔT 528°C) son muy similares a los experimentados por los instrumentales de trabajo en caliente de acuerdo con lo reportado en la literatura [3-6].

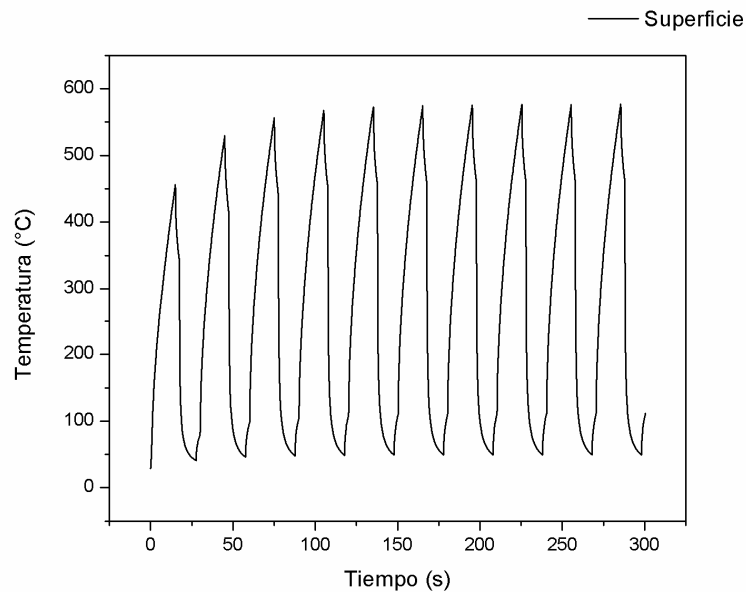


Figura 6. 3 Temperatura superficial calculada mediante modelación computacional

La figura 6.4 muestra el comportamiento de la temperatura superficial en el noveno ciclo térmico. Un ciclo térmico completo se compone de cuatro etapas: calentamiento, desplazamiento 1, enfriamiento y desplazamiento 2,

CAPÍTULO 6 – RESULTADOS Y DISCUSIÓN PARTE 2: MODELACIÓN COMPUTACIONAL

como se explicó en la sección 4.6 del capítulo 4. Para este ciclo en particular, la etapa de calentamiento comienza con una temperatura superficial de 125°C. La etapa de calentamiento tiene una duración de 15 segundos, alcanzando una temperatura máxima de 577°C. Durante la etapa del desplazamiento 1, la temperatura comienza a disminuir hasta 469°C producto de la convección natural. Al comenzar el enfriamiento la temperatura disminuye súbitamente en los primeros instantes hasta una temperatura de 49°C después de los 10 segundos; y finalmente en el desplazamiento 2 la temperatura asciende hasta una temperatura de 118°C después de 2.53 segundos.

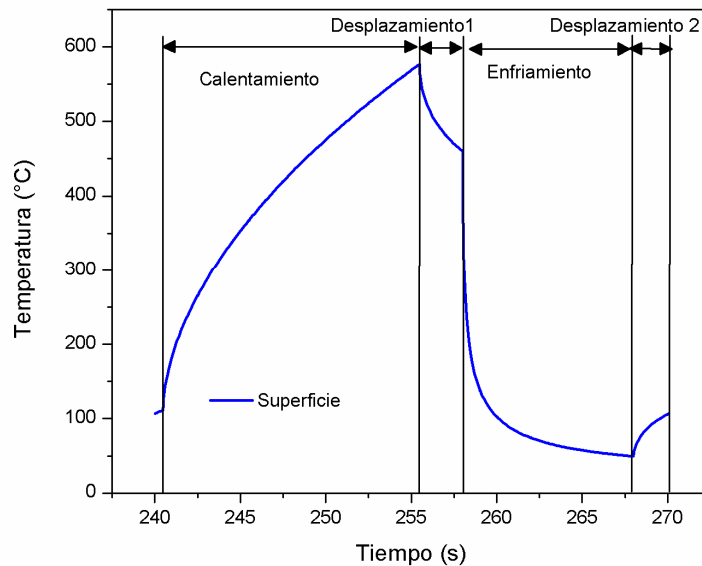


Figura 6.4 Temperatura superficial en un ciclo térmico.

Al inicio de cada etapa dentro de un ciclo térmico la temperatura cambia a una razón mayor al inicio y disminuye gradualmente en el transcurso de la etapa como se observa en la figura 6.5 donde la línea punteada es la tasa de cambio de temperatura. En la etapa de calentamiento se observa una tasa de cambio de temperatura máxima de 100 °C/s mientras que en la etapa de enfriamiento se observa el cambio más brusco de temperatura hasta -289°C/s.

Las alteraciones en la tasa de cambio de temperatura al inicio de cada etapa de la figura 6.5 se deben al gradiente de temperaturas en la sección transversal del material vistas en la figura 6.6. La tasa de cambio de temperatura aumenta debido a que la temperatura en la superficie es diferente a la región adyacente dentro de su sección transversal y experimenta un cambio súbito de temperatura. A medida que continúa la etapa del ciclo térmico, la temperatura del material adyacente a la superficie tiende a equilibrarse con la temperatura superficial y la tasa de cambio de temperatura disminuye.

Los valores calculados de la tasa de cambio de temperatura por el modelo computacional son similares a los de Mellouli y coaut [7]. Donde el enfriamiento se realizó por convección forzada en hierro nodular.

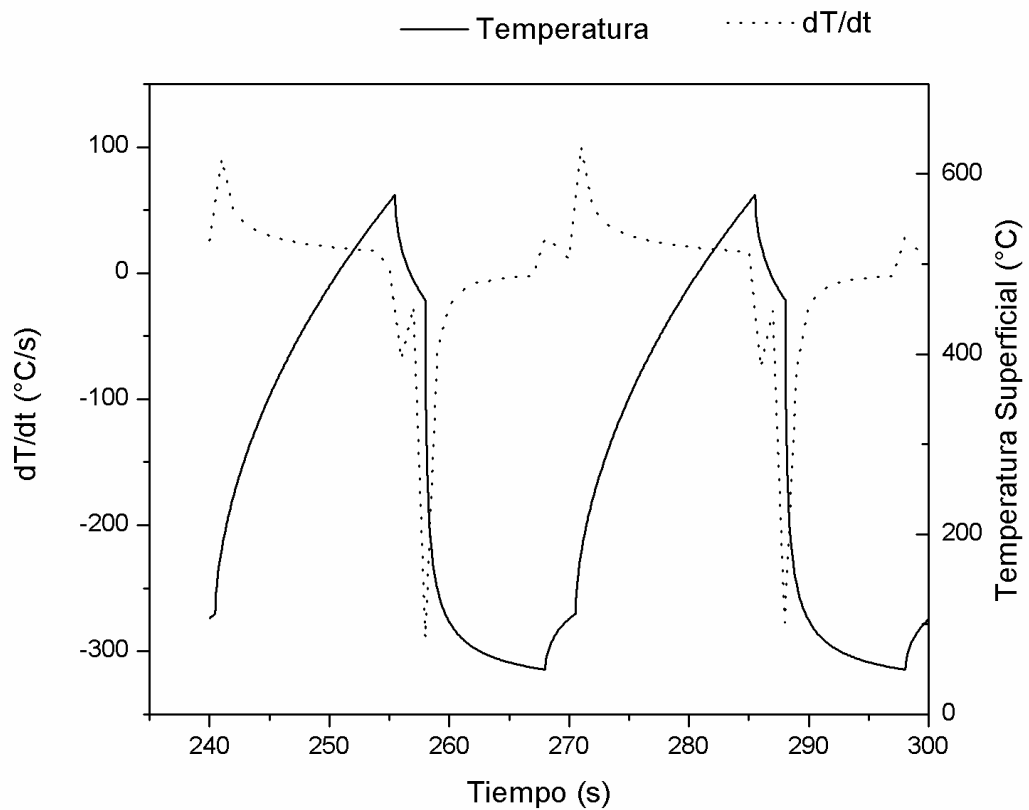


Figura 6.5 Tasa de cambio de temperatura.

CAPÍTULO 6 – RESULTADOS Y DISCUSIÓN PARTE 2: MODELACIÓN COMPUTACIONAL

Al variar la temperatura superficial genera un gradiente de temperaturas a lo largo de la sección transversal del espécimen. De las figuras 6.6 a la 6.9 se muestran las distribuciones de temperatura calculadas mediante la modelación computacional para el ciclo 9.

En la figura 6.6, al final de la etapa de calentamiento, localizado en el centro del espécimen, la región de mayor temperatura se encuentra en una zona muy delgada en la superficie. Regiones isotérmicas de menor temperatura rodean esta zona de mayor temperatura. Las regiones isotérmicas disminuyen su temperatura progresivamente hasta una temperatura aproximada de 250 °C en dirección al extremo contrario del calentamiento.

Al finalizar el primer desplazamiento (figura 6.7) la zona de mayor temperatura disminuye debido a la convección natural y por efecto del equilibrio térmico con el resto del espécimen. Mientras que la superficie del diámetro interno (extremo contrario de la zona de mayor temperatura) aumentó su temperatura con respecto a la etapa anterior a 275 °C aproximadamente.

Al terminar el enfriamiento (figura 6.8) una región delgada de material adyacente a la superficie del espécimen registró las temperaturas más bajas entre 49 °C en el centro y 34 °C en los extremos; en tanto que la superficie del diámetro interno, a la mitad de su altura, se concentran las zonas del material con una temperatura máxima de 266 °C.

Al término de la última etapa del ciclo térmico en el desplazamiento 2 (figura 6.9), la superficie estuvo sometida a un régimen de convección natural y por efecto del equilibrio térmico la temperatura superficial tiende a elevarse alcanzando una temperatura máxima de 118 °C; mientras la temperatura en la superficie interna se encuentra a 238 °C.

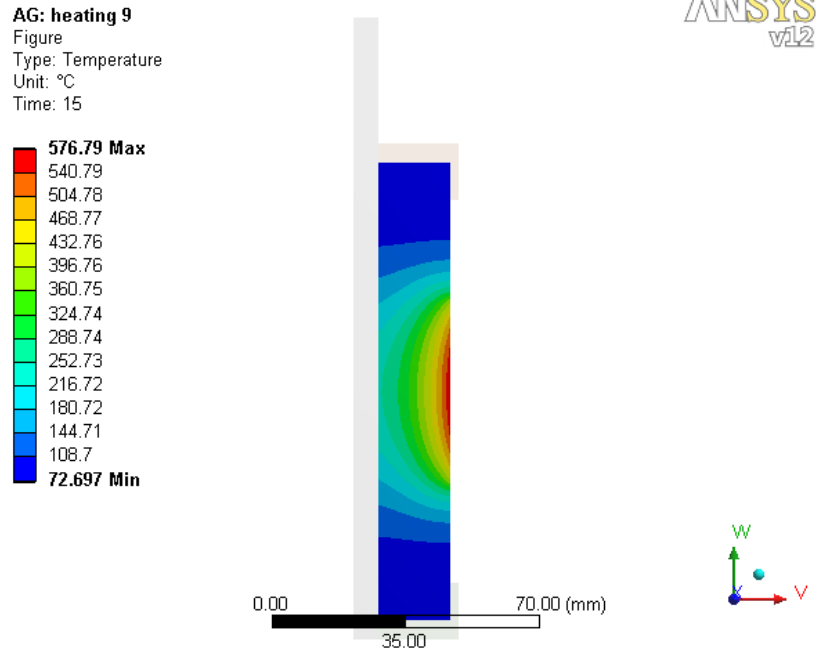


Figura 6. 6 Distribución de temperaturas después de la etapa de calentamiento del ciclo 9.

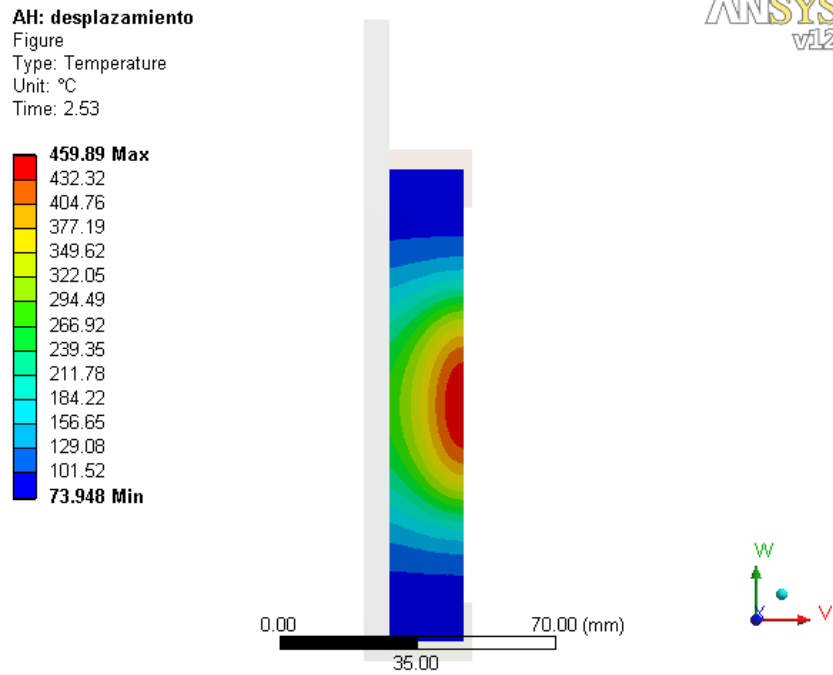


Figura 6.7 Distribución de temperaturas después del primer desplazamiento del ciclo 9.

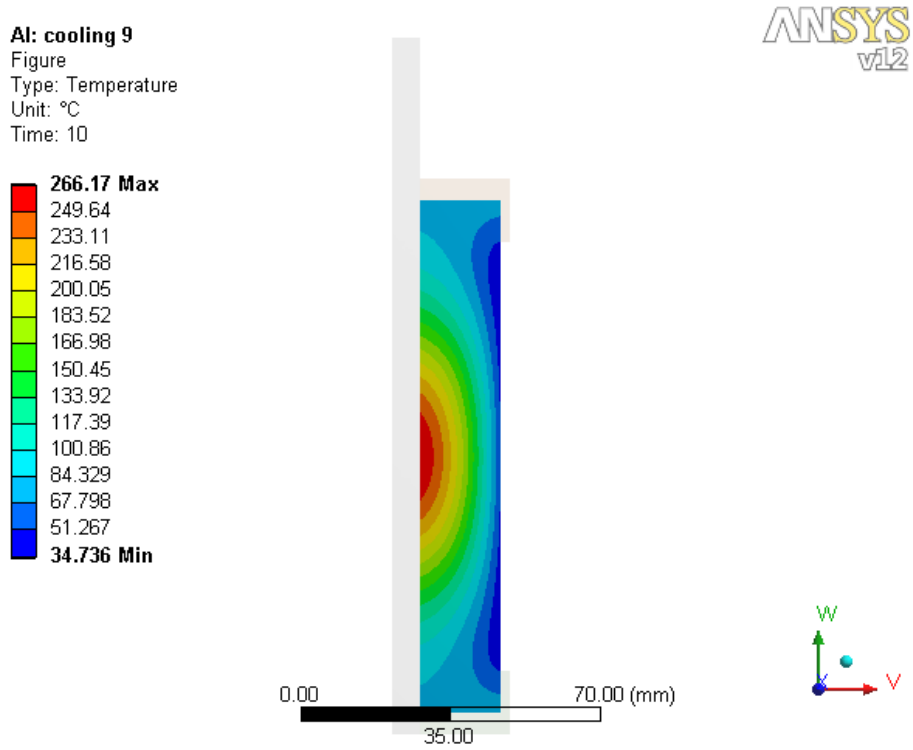


Figura 6.8 Distribución de temperaturas después del enfriamiento del ciclo 9

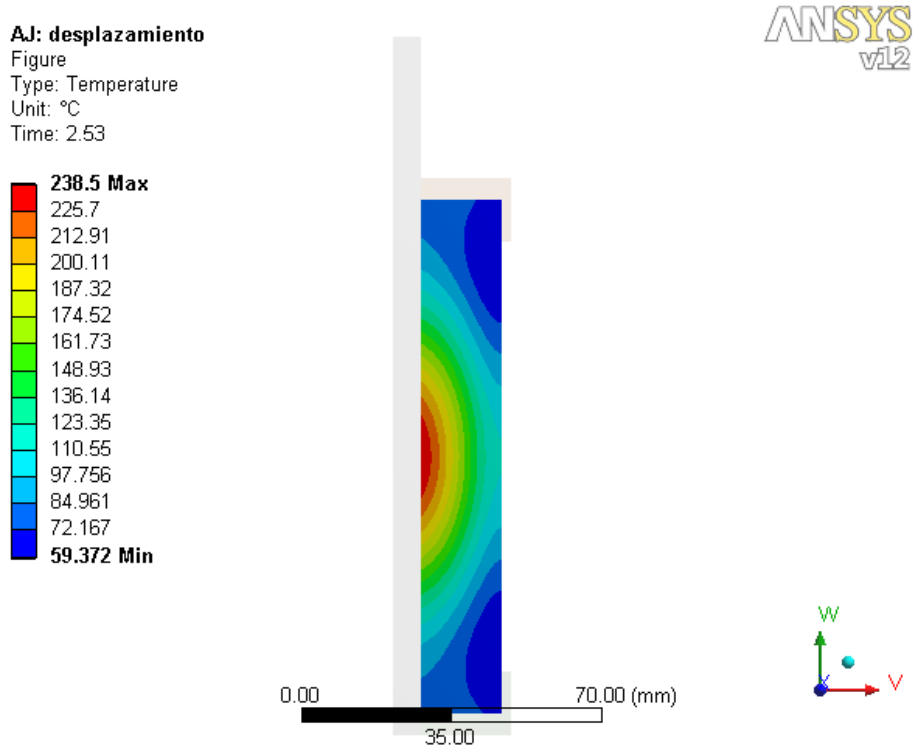


Figura 6.9. Distribución de temperaturas después del segundo desplazamiento, correspondiente al final del ciclo térmico 9 e inicio del ciclo 10

La conducción de calor produce un efecto de retraso en las fluctuaciones de temperatura en regiones internas del espécimen con respecto a la temperatura superficial, como se observa en la figura 6.10. El tiempo que toma en llegar a la temperatura máxima, con respecto a la temperatura superficial, es mayor a mayor profundidad de material. Este retraso en alcanzar las temperaturas máximas y mínimas ocasiona menores rangos de temperatura a mayor profundidad de material, el rango máximo de temperatura (ΔT_{max}) lo registra la superficie del espécimen con 528°C. En la tabla 6.1 se resumen los valores de temperaturas máximas, mínimas y los rangos registrados en la superficie y a distintas profundidades de la superficie, donde el ΔT disminuye a mayor profundidad. Las temperaturas máximas disminuyen a mayor profundidad y las temperaturas mínimas aumentan a mayor profundidad.

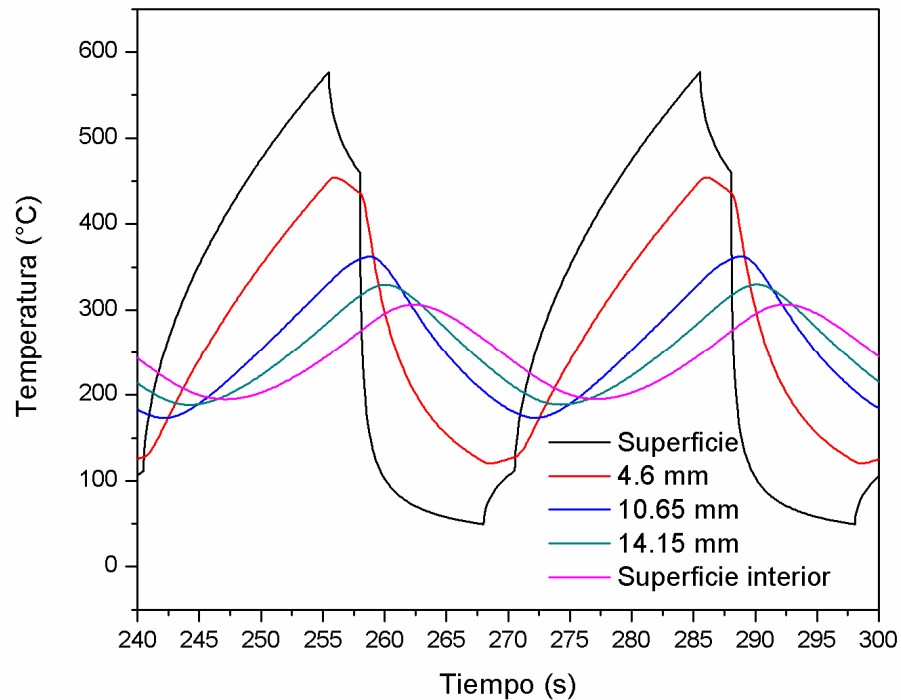


Figura 6. 10 Perfil de temperaturas en la superficie, 4.6, 10.65, 14.15 mm y superficie interior para los ciclos térmicos 9 y 10.

Tabla 6. 1 Temperaturas máximas y mínimas del ciclo 9.

Ubicación	Temperatura Máxima (°C)	Temperatura Mínima (°C)	Rango de temperaturas (ΔT)
Superficie	577	49	528
4.6 mm	454	120	334
10.65 mm	362	173	189
14.15 mm	329	188	141
Superficie interior	306	195	111

6.4 Cálculo de las solicitaciones mecánicas.

Al cambiar la temperatura de un material, éste se dilata térmicamente. Si dicha dilatación es restringida mecánicamente, el material se deformará. La deformación térmica depende del rango de temperaturas (ΔT) que experimenta el material (ecuación 6.2) [8], por lo cual se enfatizó el comportamiento de la superficie ya que experimenta el mayor rango de temperaturas del espécimen, como se mostró en la tabla 6.1.

$$\varepsilon_T = \alpha \Delta T \quad (6.2)$$

Donde ε_T es la deformación térmica, α es el coeficiente de expansión térmica y ΔT es la diferencia de temperaturas.

Los esfuerzos superficiales en dirección longitudinal, radial y tangencial se muestran en la figura 6.11 para los ciclos 9 y 10 del modelo computacional. Los esfuerzos en dirección longitudinal registran tensiones máximas con valores de 359 MPa y compresiones máximas de 819 MPa. Los esfuerzos generados en dirección tangencial alcanzan tensiones máximas con valores de 636 MPa y compresiones máximas de 540 MPa. Los esfuerzos en dirección radial registran valores casi nulos. Este comportamiento es similar al reportado por Revel y coaut. [9]. La atención del estudio se centró en el comportamiento del material en las direcciones radiales y tangenciales.

El rango de la deformación mecánica esta dado por la suma de las deformaciones máximas tensiles y compresivas en cada ciclo térmico. En la

figura 6.12 se muestra que para la dirección tangencial, las deformaciones máximas y mínimas por ciclo son de 0.269 y -0.212% respectivamente, mientras que para la dirección longitudinal son de 0.091 y -0.464. Por lo tanto, los rangos de la deformación mecánica son de 0.481% en la dirección tangencial y 0.555% en la dirección longitudinal.

Los esfuerzos y deformaciones generados en la sección transversal del material están en función del gradiente de temperaturas. Aunque los rangos de temperatura sean similares a los producidos en otras investigaciones las magnitudes de los esfuerzos generados son distintas [3, 4] debido a la tasa de cambio de temperatura experimentado en el espécimen.

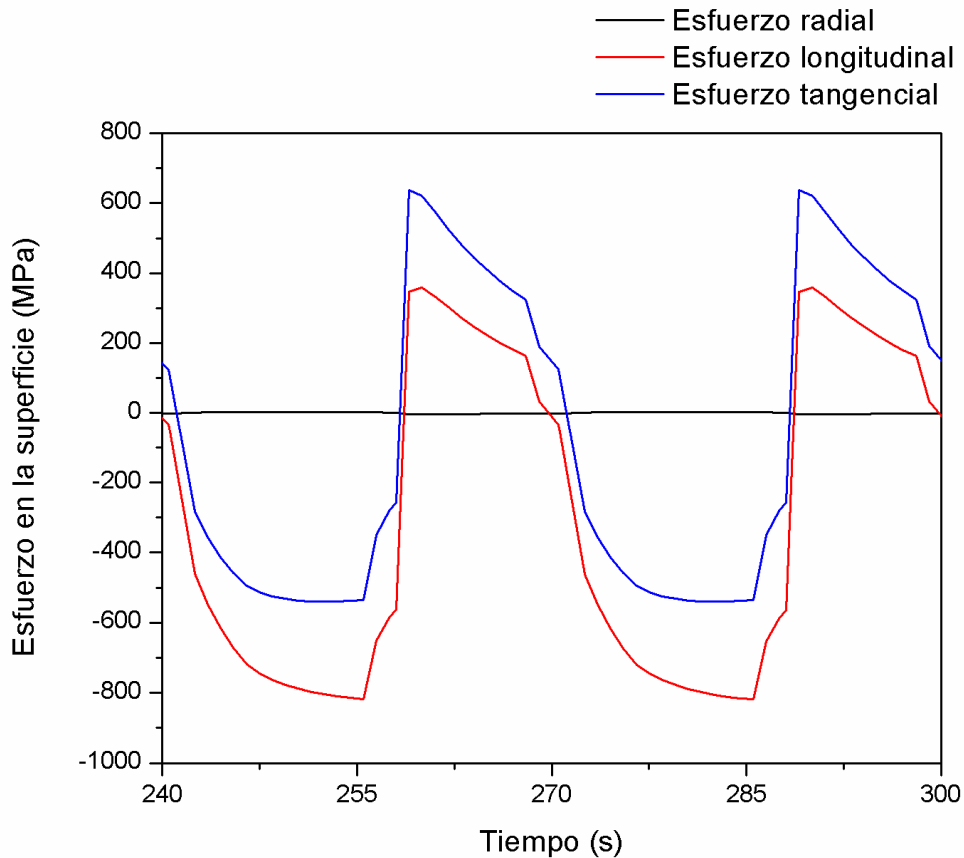


Figura 6.11 Esfuerzos superficiales en las direcciones longitudinal, tangencial y radial para los ciclos térmicos 9 y 10.

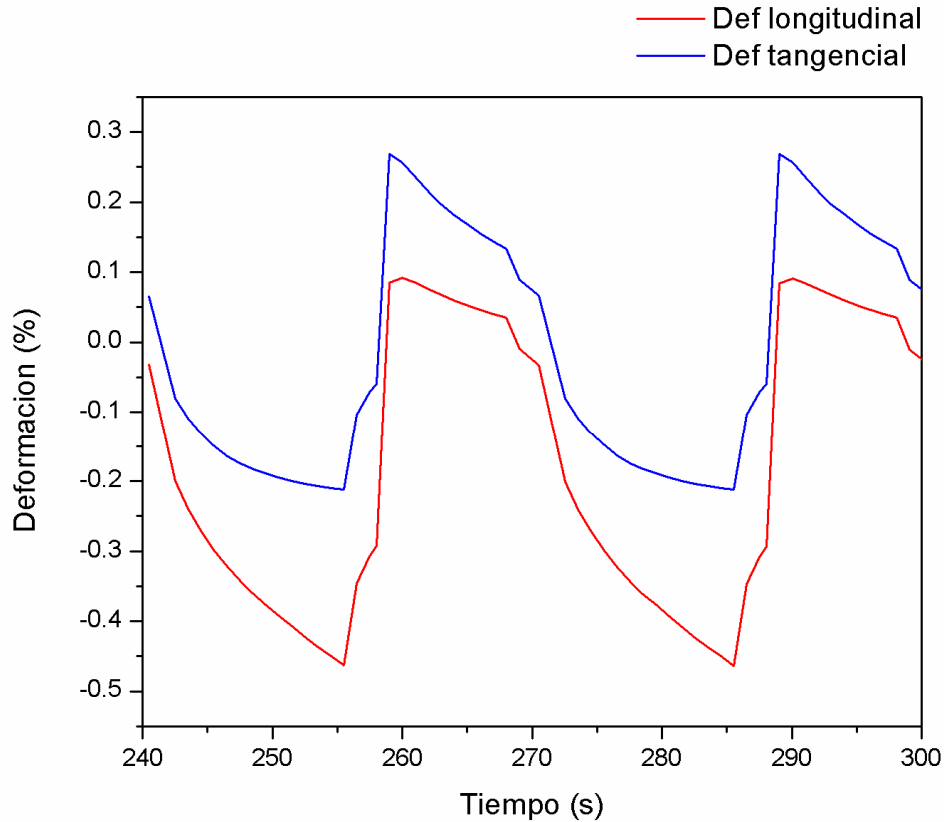


Figura 6.12 Deformación mecánica superficial en las direcciones longitudinal y tangencial para los ciclos térmicos 9 y 10.

De las figuras 6.13-6.16 se muestran las distribuciones de los esfuerzos y las deformaciones para los ciclos térmicos 9 y 10. El esfuerzo y deformación longitudinal figuras 6.13 y figura 6.15 disminuye el valor máximo a mayor profundidad del espécimen comenzando en la superficie con valores en tensión hasta la superficie interior con valores cíclicos en compresión. El esfuerzo y deformación tangencial figura 6.14 y figura 6.16 posee valores en tensión a mayor profundidad que los de dirección longitudinal y en la superficie interior del espécimen alcanza valores mayores de compresión que la dirección longitudinal.

Los esfuerzos y deformaciones en las figuras 6.13-6.16 presentan el efecto de retraso visto en la temperatura produciendo un corrimiento en los valores máximos con respecto a los valores máximos en la superficie del espécimen, a tal grado de generar tensión en la superficie y compresión en la

CAPÍTULO 6 – RESULTADOS Y DISCUSIÓN PARTE 2: MODELACIÓN COMPUTACIONAL

superficie interior del espécimen; este efecto se debe al gradiente de temperaturas a través de la sección transversal del espécimen, mostrado en la figura 6.10. Este comportamiento es similar en experimentaciones por inmersión de metal fundido y agua a temperatura ambiente, en investigaciones realizadas por Klobčar y coaut. [4,10].

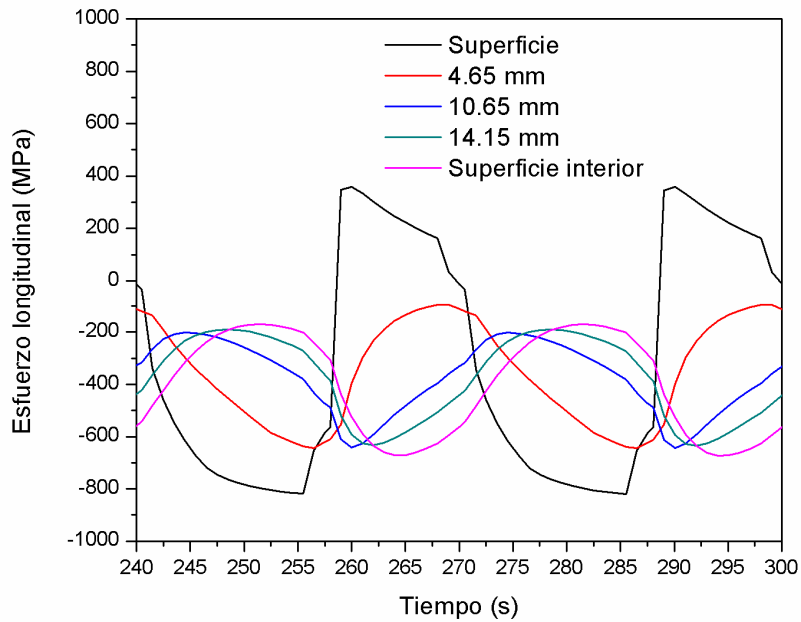


Figura 6.13 Distribución de los esfuerzos longitudinales para los ciclos térmicos 9 y 10.

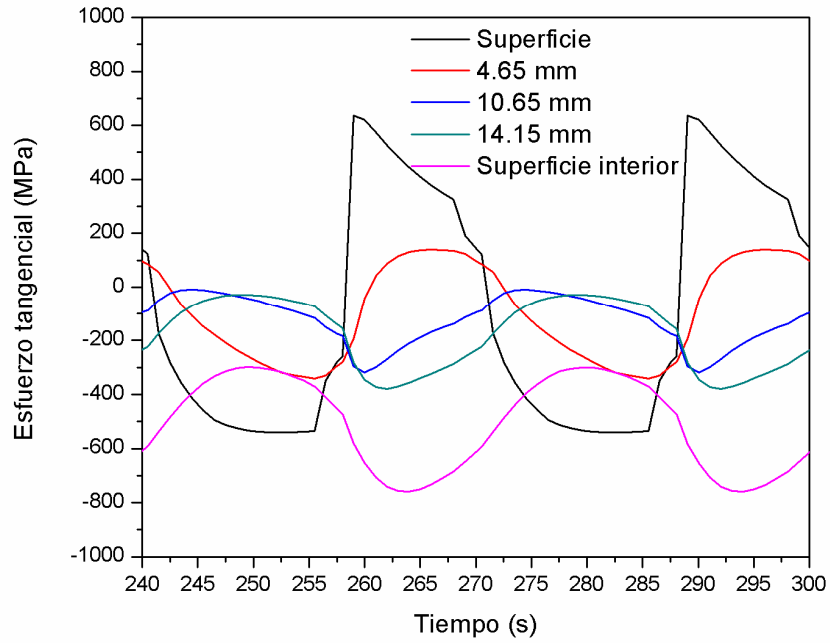


Figura 6.14 Distribución de los esfuerzos tangenciales para los ciclos térmicos 9 y 10

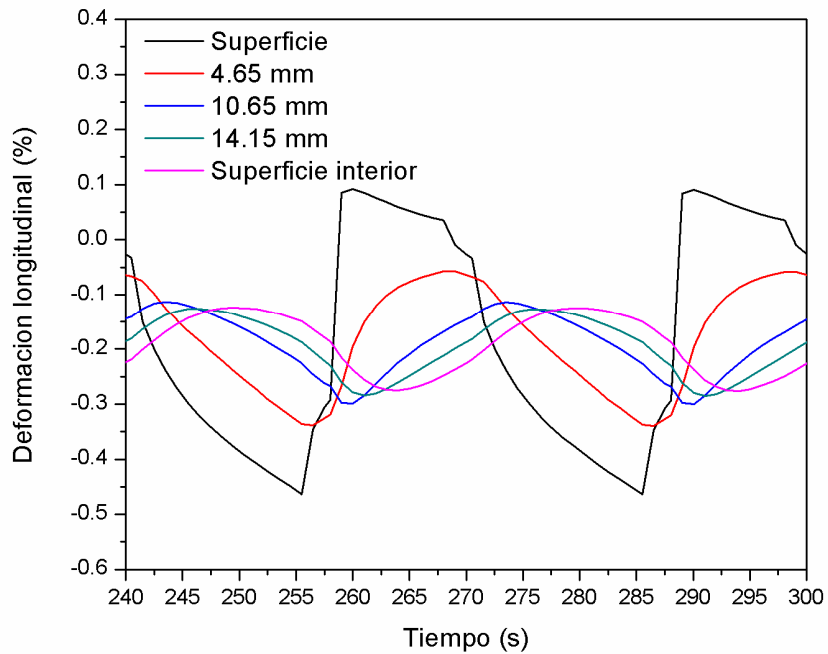


Figura 6.15 Distribución de las deformaciones longitudinales para los ciclos térmicos 9 y 10.

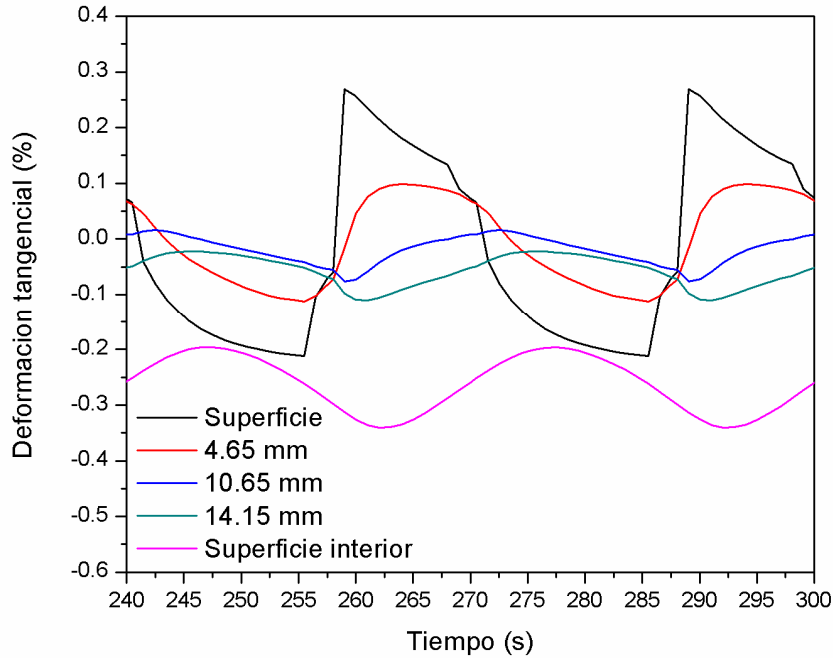
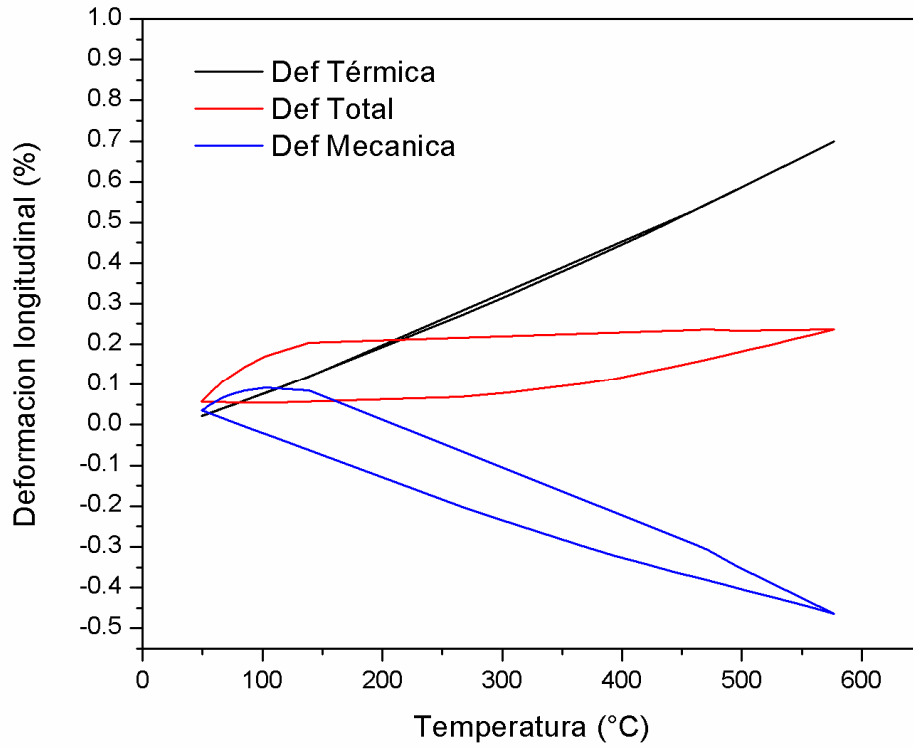


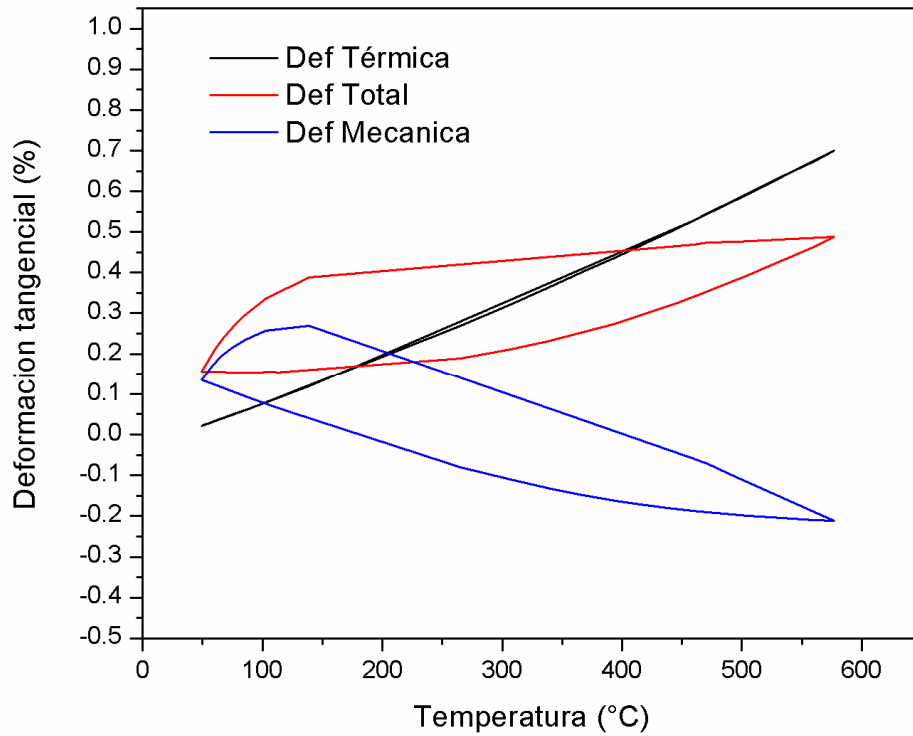
Figura 6.16 Distribución de las deformaciones tangenciales para los ciclos térmicos 9 y 10.

6.5 Cálculo de las solicitaciones termo-mecánicas

La deformación generada en el ciclo 10 en el espécimen se muestra en la figura 6.17 donde la deformación superficial puede ser térmica, mecánica y total. La deformación total se considera como la diferencia entre la deformación térmica y la mecánica, un valor diferente de cero de deformación total resulta en un caso donde la dilatación térmica se encuentra parcialmente restringida en el enfriamiento y sobre restringida en el resto del ciclo [11]. Una deformación restringida se presenta al inicio del ciclo térmico en la dirección longitudinal, figura 6.17a) donde la línea de deformación total al comienzo del ciclo se encuentra paralela a cero del eje vertical, mientras que en el caso de la dirección tangencial, figura 6.17b) la deformación restringida se presenta en un rango de temperaturas menor.



a) Deformación longitudinal



b) Deformación tangencial

Figura 6. 9 Deformación mecánica, térmica y total superficial del ciclo 10

6.6 Cálculo de la vida a la fatiga.

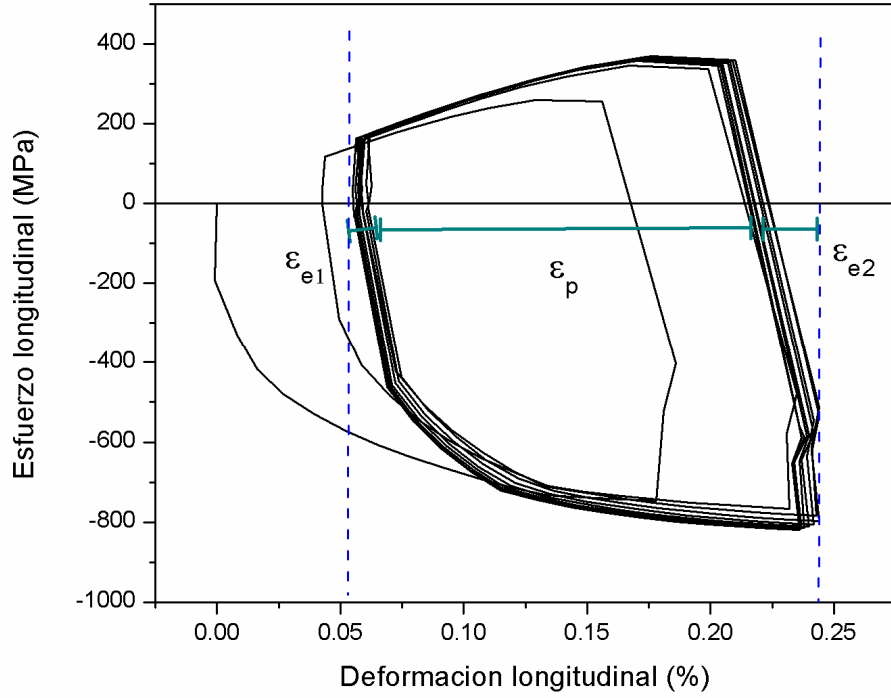
Una vez discutidos los perfiles térmicos y las magnitudes de esfuerzos y deformaciones, el objetivo de este apartado es el de calcular los ciclos térmicos necesarios para inducir una grieta en el material.

Se cuenta con la información necesaria para resolver la ecuación de fatiga térmica a bajos ciclos de Coffin-Manson de la ecuación 6.3, además que los resultados experimentales concluyen que la MEFT es un sistema de fatiga térmica a ciclos bajos [12]

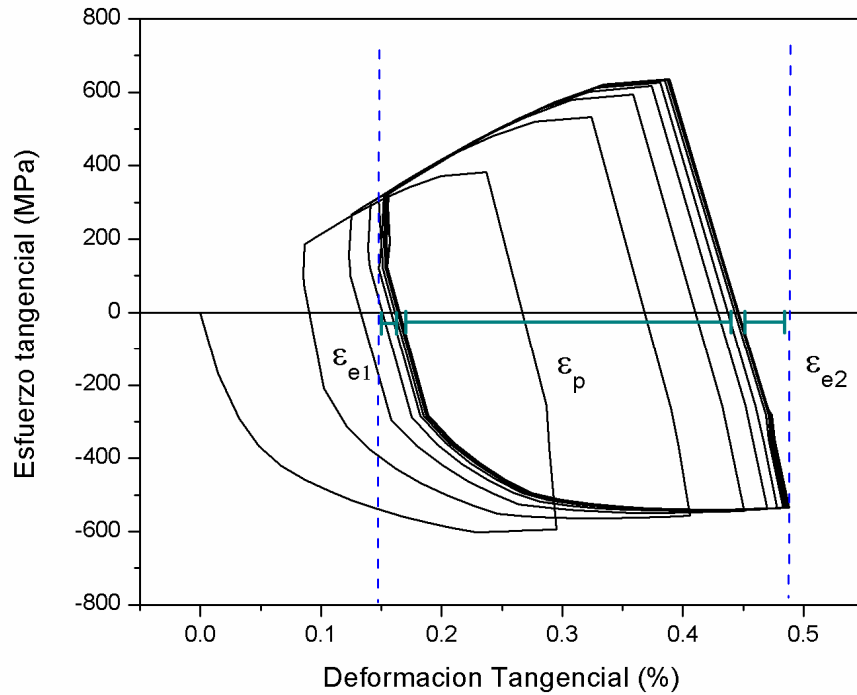
$$N_f = \left[\frac{C \varepsilon_f}{\Delta \varepsilon_p} \right]^{\frac{1}{n}} \quad (6.3)$$

Donde N_f es el número de ciclos térmicos para la iniciación de la grieta, C y n son constantes con valores de 0 a 1, ε_f es la deformación real a la fractura y $\Delta \varepsilon_p$ es el rango de la deformación plástica.

La deformación plástica cíclica fue posible determinarla a través de la deformación calculada por el modelo computacional. La figura 6.12 muestra los lazos de histéresis esfuerzo contra deformación en la dirección longitudinal 6.12a) y en dirección tangencial 6.12b), donde la magnitud de deformación plástica es la sección comprendida dentro del lazo de histéresis en un ciclo estable.



a) Lazo de histéresis longitudinal



b) Lazo de histéresis tangencial

Figura 6. 10 Lazo de histéresis superficial esfuerzo contra deformación en diez ciclos térmicos.

Los valores del rango de deformación plástica tangencial (figura 6.11b) corresponde a 0.28%, mientras que la deformación plástica longitudinal es de

0.191%, y de acuerdo con [12] los valores de $C= 0.1$, $n=0.5$ y $\epsilon_f= 0.6$ resultan en 459 ciclos para las condiciones tangenciales y en 987 ciclos para las condiciones longitudinales. Los 459 ciclos térmicos para la iniciación de una grieta coinciden con los resultados experimentales en los aceros ensayados en la MEFT [13].

La estimación de los ciclos a falla en un simulador experimental para la fatiga termo mecánica utilizado por Oudin en un acero X38-47 resulta en 500 ciclos [14]. Los parámetros de una diferencia de temperatura de 400°C y el rango de deformación plástica de 0.1% son similares a la de la presente investigación.

Los resultados de esta modelación computacional son una herramienta útil para conocer los posibles resultados de una simulación experimental en la MEFT. Además podrá ser utilizado como plataforma para modelaciones más complejas.

Referencias

1. Rafael David Mercado Solís, Miguel Ángel Quiñones Salinas. Máquina para ensayos de fatiga térmica. Modelo de utilidad No. 2337, Reg. No. MX/u/2008/000278. Instituto Mexicano de la Propiedad Industrial, México. 16 de noviembre de 2011.
2. P. Revel, D. Kircher, V. Bogard, Experimental and numerical simulation of a stainless steel coating subjected to thermal fatigue, *Materials Science and Engineering A290* (2000) 25–32.
3. Li Chang-sheng, Yu Hai-liang, Deng Guan-yu, Liu Xiang-hua, Wang Guo-dong, Numerical Simulation of Temperature Field and Thermal Stress Field of Work Roll During Hot Strip Rolling, *Journal of iron and steel research, international*, 14 (2007) 18-21.
4. D. Klobčar, J. Tušek, B. Taljat, Thermal fatigue of materials for die-casting tooling, *Materials Science and Engineering A*, 472 (2008) 198–207.
5. N.F. Garza-Montes-de-Oca, R. Colás, W.M. Rainforth, On the damage of a work roll grade high speed steel by thermal cycling, *Engineering Failure Analysis*, 18 (2011) 1576–1583.
6. K. Kulkarni, A. Srivastava, R. Shivpuri, R. Bhattacharya, S. Dixit, D. Bhat, Thermal cracking behavior of multi-layer LAFAD coatings on nitrided die steels in liquid aluminum processing, *Surface and Coatings Technology*, 149 (2002) 171–178.
7. D. Mellouli, N. Haddar, A. Köster, A. Toure, Thermal fatigue of cast irons for automotive application, *Materials and design* 32 (2011) 1508-1514.
8. E. Glenny, *Thermal Fatigue*, Metallurgical Reviews, Institute of Metals, London, 1961.
9. P. Revel, D. Kircher, V. Bogard, Experimental and numerical simulation of a stainless steel coating subjected to thermal fatigue, *Materials Science and Engineering A*, 290 (2000) 25–32.
10. D. Klobcar, J. Tusek, Thermal stress in aluminium alloy die casting dies, *Computational material science*, 43 (2008) 1147-1154

CAPÍTULO 6 – RESULTADOS Y DISCUSIÓN PARTE 2: MODELACIÓN COMPUTACIONAL

11. Sehitoglu H., ASM Handbook, vol. 19, Materials Park (OH): ASM International, 1996
12. S. Malm, L. Noström, Material-related model for thermal fatigue applied to tool steels in hot-working applications, Metal Science, 13 (1979) 544-550.
13. R.D. Mercado-Solís, Comunicación personal, Julio 2010.
14. A. Oudin, Thermo-mechanical fatigue of hot work tool steels, L'École Nationale Supérieure des Mines de Paris, Tesis doctoral, Octubre 2001.

CAPÍTULO 7

CONCLUSIONES

Simulación Experimental

Después de 10 ciclos térmicos en la MEFT fue posible observar un daño en los cinco sistemas dúplex. Por lo tanto se puede concluir que, para los sistemas ensayados, la modificación superficial dúplex no proporciona una mayor resistencia a la fatiga térmica.

Los sistemas dúplex sufrieron daños en la superficie en los cinco recubrimientos (grietas y desprendimiento), así como agrietamiento en la sección transversal originada en la interfaz sustrato-recubrimiento. El sustrato nitrurado en cada sistema dúplex se encontró libre de daño aparente así como el espécimen nitrurado.

Las observaciones superficiales mostraron que los defectos superficiales del recubrimiento son los sitios preferenciales para la propagación de grietas. Este comportamiento se pudo observar en los especímenes CrN, Cr/CrN y CrN/TiN, mientras que en los especímenes CrN/TiN, TiN y TiAlN mostró un desprendimiento del recubrimiento. Sólo el espécimen con recubrimiento CrN mostró un agrietamiento en las marcas de acabado superficial, esto se atribuye a la diferencia de coeficientes de expansión térmica entre el sustrato y recubrimiento. Las muestras nitruradas mostraron una gruesa capa de óxido que impidió su observación.

CAPÍTULO 7 – CONCLUSIONES

En las observaciones transversales se pudo observar un patrón repetitivo de agrietamiento para los especímenes CrN y Cr/CrN donde la presencia de precipitados de nitruro de cromo en la superficie del sustrato generó grietas a través del recubrimiento. Otro patrón repetitivo mostró que una superficie con rugosidad irregular del sustrato produce un desprendimiento del recubrimiento. El espécimen nitrurado no mostró un daño aparente en las observaciones transversales contrario a los sistemas dúplex.

Modelación Computacional

A partir de las lecturas de termopar fue posible modelar las etapas de calentamiento y enfriamiento en la MEFT. Por medio del método de elemento finito se generó el perfil térmico con un grado de error bajo en comparación con las lecturas de los termopares en diez ciclos térmicos. Además del gradiente térmico se pudo determinar el estado de esfuerzos y deformaciones a través de diez ciclos térmicos. A partir de estos valores se calculó el número de ciclos para generar una grieta, valor que concuerda con observaciones en experimentaciones realizadas con anterioridad en la MEFT.

CAPÍTULO 8

RECOMENDACIONES Y TRABAJO FUTURO

Para trabajos futuros en esta línea de investigación se recomienda lo siguiente:

- Ensayar especímenes a 5 y 20 ciclos en la simulación experimental y, con la información que se cuenta a 10, 500, 1000 y 2000 ciclos proponer modelos de agrietamiento para aceros con modificación superficial.
- Incorporar a la modelación computacional los sistemas dúplex para evaluar su comportamiento y la concentración de esfuerzos.
- Medición de propiedades térmicas, como el coeficiente de expansión y conductividad, de los recubrimientos y capas nitruradas para una modelación computacional más controlada.
- Introducir la distribución de defectos, realizada en esta investigación, en la superficie del recubrimiento de la modelación computacional.
- Elaborar un modelo matemático que considere la tasa de calentamiento y enfriamiento en el cálculo de los esfuerzos y deformaciones, y así determinar su influencia en los ciclos térmicos.

Índice de Figuras

FIGURA 2.1 AGRIETAMIENTO RETICULAR	7
FIGURA 2.2 DIAGRAMA ESFUERZO/DEFORMACIÓN PARA CICLOS TÉRMICOS	9
FIGURA 2.3 EVOLUCIÓN DEL AGRIETAMIENTO A TRAVÉS DE LOS CICLOS EN UN SISTEMA DÚPLEX	13
FIGURA 2.4 AGRIETAMIENTO SUPERFICIAL DE RECUBRIMIENTO EN DEFECTO “PIN-HOLES”	14
FIGURA 2.5 “DROPLETS” EN EL RECUBRIMIENTO TIALN	15
FIGURA 2.6 METODOLOGÍA GENERAL PARA SOLUCIÓN DE PROBLEMAS POR MÉTODO DE ELEMENTO FINITO	16
FIGURA 2. 7 ELEMENTOS PARA EL MALLADO	17
FIGURA 2.8 FLUJO DE CALOR EN UNA DIMENSIÓN	18
FIGURA 2.9 DESPLIEGUE DE RESULTADOS EN LA ETAPA DE POST PROCESAMIENTO EN SIMULACIONES COMPUTACIONALES	19
FIGURA 3. 1 DIAGRAMA DE FLUJO GENERAL DE EXPERIMENTACIÓN. LA PRESENTE TESIS SE ENFOCÓ SOBRE LOS ÚLTIMOS DOS BLOQUES DEL DIAGRAMA.	24
FIGURA 3. 2 DIAGRAMA DE FLUJO PARA PROCESAMIENTO DE SUSTRATO.	25
FIGURA 3. 3 GEOMETRÍA Y DIMENSIONES DE LAS MUESTRAS EXPERIMENTALES	26
FIGURA 3. 4 ESQUEMA DEL SUBSISTEMA DE SUJECCIÓN DE LA MEFT.	27
FIGURA 3. 5 TRATAMIENTO TÉRMICO APLICADO A LOS SUSTRATOS.	27
FIGURA 3. 6 TEMPERATURAS DE REVENIDO SUGERIDAS POR FABRICANTE DEL ACERO AISI H13 [5]	28
FIGURA 3. 7 A) MUFLA FELISA FE-361 B) COFRE PARA PREVENIR DESCARBURIZADO Y OXIDACIÓN C) COFRE DURANTE TRATAMIENTO TÉRMICO CONTENIENDO EL SUBSTRATO ENTERRADO EN GRAFITO EN POLVO.	29
FIGURA 3. 8 A) TRATAMIENTO MECÁNICO B) ACABADO SUPERFICIAL [8].	29
FIGURA 3. 9 EQUIPO DE LIMPIEZA ULTRASÓNICO UMO-50-1000 [1].	30
FIGURA 3. 10 EQUIPO DE DEPÓSITO FÍSICO EN FASE VAPOR (STANDAR 1) [1].	30
FIGURA 3. 11 NITRURADO DE SUSTRATOS [8]	31
FIGURA 3. 12 FOTOGRAFIA DE LAS MUESTRAS EXPERIMENTALES UTILIZADAS	33
FIGURA 3. 13 SECCIÓN TRANSVERSAL	33
FIGURA 3. 14 MÁQUINA PARA ENSAYOS DE FATIGA TÉRMICA	34
FIGURA 3. 15 TERMÓMETRO ÓPTICO INFRARROJO IRCON MODLINE 5G UTILIZADO PARA EL REGISTRO DE TEMPERATURAS DURANTE EL CALENTAMIENTO.	35
FIGURA 3. 16 LIMPIEZA DE LA MUESTRA	36

FIGURA 3. 17 A) MUESTRA SUMERGIDA EN ACETONA, B) EQUIPO DE ULTRASONIDO C) MUESTRA EN LIMPIEZA POR ULTRASONIDO.	37
FIGURA 3. 18 EQUIPO DE MICROSCOPÍA ÓPTICA A) CÁMARA B) MICROSCOPIO.	37
FIGURA 3. 19 MEDICIÓN DE DEFECTOS SUPERFICIALES	38
FIGURA 3. 20 A) ESQUEMA DE CORTES DE PIEZAS, B) MUESTRA CORTADA.	40
FIGURA 3. 21 PULIDO DE LAS PIEZAS CORTADAS.	41
FIGURA 3. 22 MICROSCOPIO ELECTRÓNICO DE BARRIDO	42
FIGURA 4. 1 ESQUEMA DE POSICIÓN DE TERMOPARES	45
FIGURA 4.2 HISTORIAL DE TEMPERATURA REGISTRADA CON TERMOPARES.	46
FIGURA 4.3 GEOMETRÍA DEL ENSAMBLE	47
FIGURA 4.5 CALENTAMIENTO DEL ESPÉCIMEN DE ENSAYO	51
FIGURA 4.6 DESPLAZAMIENTO DE LA MUESTRA	52
FIGURA 4. 7 ETAPA DE ENFRIAMIENTO. A) ENFRIAMIENTO SUPERFICIAL [9] B) SUPERFICIE EXPUESTA AL	53
FIGURA 4.8 CARGA TÉRMICA PARA UN CICLO DE FATIGA TÉRMICA.	54
FIGURA 5.1 ZONA DE OBSERVACIONES SUPERFICIALES	57
FIGURA 5. 2 MICROGRAFÍAS DE AGRIETAMIENTO INICIADO A PARTIR DE LAS MARCAS DE ACABADO SUPERFICIAL DEL SUSTRATO.	58
FIGURA 5.3 AGRIETAMIENTO ALARGADO.	62
FIGURA 5.4 EJEMPLOS TÍPICOS DE GRIETAS RETICULARES.	63
FIGURA 5. 5 DESPRENDIMIENTO DEL RECUBRIMIENTO.	64
FIGURA 5.6 INICIACIÓN Y PROPAGACIÓN DE GRIETAS A TRAVÉS DE LOS “DROPLETS”	65
FIGURA 5.7 MICROGRAFÍAS UTILIZADAS PARA MEDICIÓN DE TAMAÑO DE “DROPLET”.	66
FIGURA 5.8 DISTRIBUCIÓN DE DIÁMETROS DE “DROPLETS” EN EL ESPÉCIMEN CRN.	67
FIGURA 5.9 DISTRIBUCIÓN DE DIÁMETROS DE “DROPLETS” EN EL ESPÉCIMEN CR/CRN.	68
FIGURA 5.10 DISTRIBUCIÓN DE DIÁMETROS DE “DROPLETS” PARA EL ESPÉCIMEN CRN/TIN.	69
FIGURA 5. 11 DISTRIBUCIÓN DE DIÁMETROS DE “DROPLETS” PARA EL ESPÉCIMEN TIN.	70
FIGURA 5. 12 DISTRIBUCIÓN DE DIÁMETROS DE “DROPLETS” PARA EL ESPÉCIMEN TIALN.	70
FIGURA 5. 13 AGRIETAMIENTO TRANSVERSAL EN EL ESPÉCIMEN CRN	73
FIGURA 5. 14 AGRIETAMIENTO TRANSVERSAL CR/CRN	75
FIGURA 5. 15 DAÑO TRANSVERSAL EN EL ESPÉCIMEN CRN/TIN	76
FIGURA 5. 16 DAÑO TRANSVERSAL EN EL ESPÉCIMEN TIN	78
FIGURA 5. 17 DAÑO TRANSVERSAL EN ESPÉCIMEN TIALN	79

FIGURA 5. 18 ESPÉCIMEN NITRURADO	79
FIGURA 6. 1 CINCO PUNTOS DE ANÁLISIS	86
FIGURA 6.2 COMPARACIÓN ENTRE TEMPERATURAS DE LA MODELACIÓN COMPUTACIONAL Y TERMOPARES.	87
FIGURA 6. 3 TEMPERATURA SUPERFICIAL CALCULADA MEDIANTE MODELACIÓN COMPUTACIONAL	89
FIGURA 6.4 TEMPERATURA SUPERFICIAL EN UN CICLO TÉRMICO.	90
FIGURA 6.5 TASA DE CAMBIO DE TEMPERATURA.	91
FIGURA 6. 6 DISTRIBUCIÓN DE TEMPERATURAS DESPUÉS DE LA ETAPA DE CALENTAMIENTO DEL CICLO 9.	93
FIGURA 6.7 DISTRIBUCIÓN DE TEMPERATURAS DESPUÉS DEL PRIMER DESPLAZAMIENTO DEL CICLO 9.	93
FIGURA 6.8 DISTRIBUCIÓN DE TEMPERATURAS DESPUÉS DEL ENFRIAMIENTO DEL CICLO 9	94
FIGURA 6.9. DISTRIBUCIÓN DE TEMPERATURAS DESPUÉS DEL SEGUNDO DESPLAZAMIENTO, CORRESPONDIENTE AL FINAL DEL CICLO TÉRMICO 9 E INICIO DEL CICLO 10	94
FIGURA 6. 10 PERFIL DE TEMPERATURAS EN LA SUPERFICIE, 4.6, 10.65, 14.15 MM Y SUPERFICIE INTERIOR PARA LOS CICLOS TÉRMICOS 9 Y 10.	95
FIGURA 6.11 ESFUERZOS SUPERFICIALES EN LAS DIRECCIONES LONGITUDINAL, TANGENCIAL Y RADIAL PARA LOS CICLOS TÉRMICOS 9 Y 10.	97
FIGURA 6.12 DEFORMACIÓN MECÁNICA SUPERFICIAL EN LAS DIRECCIONES LONGITUDINAL Y TANGENCIAL PARA LOS CICLOS TÉRMICOS 9 Y 10.	98
FIGURA 6.13 DISTRIBUCIÓN DE LOS ESFUERZOS LONGITUDINALES PARA LOS CICLOS TÉRMICOS 9 Y 10.	99
FIGURA 6.14 DISTRIBUCIÓN DE LOS ESFUERZOS TANGENCIALES PARA LOS CICLOS TÉRMICOS 9 Y 10	100
FIGURA 6.15 DISTRIBUCIÓN DE LAS DEFORMACIONES LONGITUDINALES PARA LOS CICLOS TÉRMICOS 9 Y 10.	100
FIGURA 6.16 DISTRIBUCIÓN DE LAS DEFORMACIONES TANGENCIALES PARA LOS CICLOS TÉRMICOS 9 Y 10.	101
FIGURA 6. 17 DEFORMACIÓN MECÁNICA, TÉRMICA Y TOTAL SUPERFICIAL DEL CICLO 10	102
FIGURA 6. 12 LAZO DE HISTÉRESIS SUPERFICIAL ESFUERZO CONTRA DEFORMACIÓN EN DIEZ CICLOS TÉRMICOS.	104

Índice de Tablas

TABLA 3. 1 COMPOSICIÓN QUÍMICA DEL ACERO H13 ORVAR 2M (% EN PESO), BALANCE FE	26
TABLA 3. 2 PARÁMETROS DEL NITRURADO	31
TABLA 3. 3 PARÁMETROS DEL DEPÓSITO DE RECUBRIMIENTOS PVD	32
TABLA 3.4 RESUMEN DE MEDICIONES REALIZADAS PARA LOS SISTEMAS EXPERIMENTALES	33
TABLA 3. 5 TEMPERATURAS FINALES DE LA ETAPA DE CALENTAMIENTO	36
TABLA 4.1 TABLA DE PROPIEDADES DEL ACERO AISI H13 ORVAR 2M	47
TABLA 4.2 NÚMERO DE NODOS Y ELEMENTOS.	49
TABLA 4. 3 PROCESO A SIMULAR.	50
TABLA 5. 1 RUGOSIDAD Y COEFICIENTES DE EXPANSIÓN TÉRMICA DE LOS ESPECÍMENES.....	59
TABLA 5.2 DAÑO SUPERFICIAL EN ESPECÍMENES	72
TABLA 5.3 ANÁLISIS DE COMPOSICIÓN DE LA DISCONTINUIDAD EN EL ESPÉCIMEN CRN REALIZADO POR EQUIPO ACOPLADO AL MICROSCOPIO ELECTRÓNICO DE BARRIDO Y EL SOFTWARE EDAX.....	74
TABLA 5.4 ANÁLISIS DE COMPOSICIÓN DE LA DISCONTINUIDAD EN EL ESPÉCIMEN CR/CRN REALIZADO POR EQUIPO ACOPLADO AL MICROSCOPIO ELECTRÓNICO DE BARRIDO Y EL SOFTWARE EDAX	75
TABLA 6. 1TEMPERATURAS MÁXIMAS Y MÍNIMAS DEL CICLO 9.	96