

UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR
FACULTAD DE INGENIERÍA Y ARQUITECTURA
ESCUELA DE INGENIERÍA MECÁNICA



**ESTUDIO DEL COMPORTAMIENTO A LA FATIGA AL AIRE Y
FATIGA CORROSIÓN DE UN ACERO AISI 1020 CON
RECUBRIMIENTO AUTOCATALÍTICO DE Ni-P**

PRESENTADO POR:

LUIS FERNANDO ALBERTO PARADA

CARLOS ROBERTO GAVARRETE

JAIME ORELLANA GUARDADO

PARA OPTAR AL TÍTULO DE:

INGENIERO MECÁNICO

CIUDAD UNIVERSITARIA, NOVIEMBRE DE 2015

UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR

RECTOR INTERINO :

LIC. JOSÉ LUIS ARGUETA ANTILLÓN

SECRETARIA GENERAL :

DRA. ANA LETICIA ZAVALA DE AMAYA

FACULTAD DE INGENIERÍA Y ARQUITECTURA

DECANO :

ING. FRANCISCO ANTONIO ALARCÓN SANDOVAL

SECRETARIO :

ING. JULIO ALBERTO PORTILLO

ESCUELA DE INGENIERÍA MECÁNICA

DIRECTOR INTERINO :

ING. RIGOBERTO VELÁSQUEZ PAZ

UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR
FACULTAD DE INGENIERÍA Y ARQUITECTURA
ESCUELA DE INGENIERÍA MECÁNICA

Trabajo de Graduación previo a la opción al Grado de:

INGENIERO MECÁNICO

Título :

**ESTUDIO DEL COMPORTAMIENTO A LA FATIGA AL AIRE Y
FATIGA CORROSIÓN DE UN ACERO AISI 1020 CON
RECUBRIMIENTO AUTOCATALÍTICO DE Ni-P**

Presentado por :

LUIS FERNANDO ALBERTO PARADA

CARLOS ROBERTO GAVARRETE

JAIME ORELLANA GUARDADO

Trabajo de Graduación Aprobado por:

Docente Asesor :

Dr. Y M.Sc. JONATHAN ANTONIO BERRÍOS ORTIZ

San Salvador, noviembre de 2015

Trabajo de Graduación Aprobado por:

Docente Asesor :

Dr. Y M.Sc. JONATHAN ANTONIO BERRÍOS ORTIZ

DEDICATORIA

No puedo dejar de dar gracias primeramente a Dios, quien me ha dado todo lo que tengo, de quien estoy agradecido eternamente por su amor y misericordia. Mis padres Dimas Alberto y Martiza Parada, quienes me han dado todo lo que ha estado a su alcance. También, no dejando atrás a mi abuela Francica Majano y mi tía Yesenia Parada, quienes por circunstancias del destino han asumido gran parte del rol de padres en mi vida, y lo han hecho muy bien, me es grato destacar que todos ellos han creído y me han hecho saber siempre el orgullo que sienten por mí. Además, a mis hermanos quienes en ocasiones con su silencio dijeron cosas que necesitaba escuchar.

A mi novia Norma Mejía, quien me apoyo en momentos difíciles durante este proceso.

A mi tía Celia Parada y a mi primo José Machuca, quienes han creído en mí de una forma que en ocasiones ni yo mismo he logrado hacerlo, ello siempre me ayudo.

A muchos amigos que he conocido dentro de la universidad, los cuales me es imposible mencionar, pues no me alcanzaría el espacio para hacerlo, entre ellos me gustaría mencionar a mi querida asociación (ASEIM) la cual espero siga creciendo tal como lo he visto desde los inicios de mis días en la universidad.

A mis compañeros en este trabajo de graduación, con quienes a pesar de todos los problemas que enfrentamos, nos mantuvimos en pie de lucha, para seguir adelante en esta investigación.

“Has visto hombre solícito en su trabajo, delante de los reyes estará, no delante de los de baja condición”.

Proverbios 22:29

Luis Fernando Alberto Parada

DEDICATORIA

En mi vida existen muchas personas a quienes me gustaría poder agradecer: por su amistad, apoyo, ánimo y compañía durante las distintas etapas de mi vida. Muchas de esas personas aún están conmigo otras en mis recuerdos. Sin importan en dónde estén o si alguna vez llegan a leer esta dedicatoria quiero darles las gracias por formar parte de mi vida, por todo lo que me han brindado y por todas sus bendiciones.

A mi madre María Catalina, por todo el amor que me ha brindado en mi vida y la confianza y apoyo que depositaste en mí para formarme como mejor persona.

A mi hermano Ismael Ernesto, por todo el apoyo que me has brindado para poder alcanzar la meta de poder graduarme de esta universidad.

A mi hermano Elmer Enrique (Q.E.P.D) por la alegría y los momentos felices que vivimos juntos, los cuales llevo en mis pensamientos y en mi corazón.

A mi tío Carlos Alberto A. Gavarrete por todo su apoyo y consejos durante mi vida que me han sido de gran utilidad a la hora de enfrentar cualquier obstáculo en mi vida.

A mi tía María Caridad, mi prima Erika Patricia y mi abuelita Rosa América (Q.E.P.D) por todo el apoyo que me brindaron para poder alcanzar la finalización de mi carrera profesional.

A mi novia Karen Edit Cerón Santos por todo el apoyo moral y estar siempre a mi lado y darme una gran alegría al llenar los vacíos que hay en mi vida.

A todos mis amigos en especial a mis compañeros de trabajo de graduación que siempre con su apoyo logramos salir adelante, estuvimos juntos en las buenas y en las malas durante muchos años solo me resta decir gracias: Dauduis Stanley, Joel Iván, Willian Orellana, Enmaría Denise, Herbert Eduardo, entre otros.

Carlos Roberto Gavarrete

DEDICATORIA

A Dios todopoderoso, por la bendición de permitirme finalizar una de mis más grandes metas, por iluminarme y guiarme en tomar las mejores decisiones, por levantarme y darme fuerzas para seguir cada vez que caí.

A mi madre María Elena Guardado, por su apoyo y sacrificio para poder sacarme siempre adelante, por confiar en mí, por su amor y comprensión. También, a mi padre José Arnulfo Orellana (Q.E.P.D) quien fue un modelo de inspiración para mi vida de lucha y de valor “Hijito cuando des tus primeros pasitos ya sabes que camino agarrar”.

A mi gran amor Etelvina Morales, gracias por estar siempre allí apoyándome y dándome ánimos para seguir adelante, este trabajo también es tú esfuerzo. A su mamá Juana Morales y sus hermanos y demás familia, por su apoyo.

A mi hermano: Allen sírvale esto como motivación para lograr sus propósitos.

A mis abuelas y abuelos Margarita, Susana, Rafael y Ramón (Q.E.P.D), porque siempre me motivaron a lograr mis sueños y con su paciencia, comprensión y cariño me guiaron por un buen camino.

A mis tíos y tías en especial a César Guardado Castillo (Q.E.P.D) a quien por su apoyo incondicional considero como un hermano. A mis primos y primas, y demás familia que siempre estuvieron apoyándome y me animaron para seguir adelante.

A Carlitos y Maureen por que con sus apoyos ha sido posible culminar este trabajo.

A mis compañeros de trabajo de graduación por confiar y unir nuestro esfuerzo y sacrificio para lograr culminar este propósito.

A mis amigos y amigas, de los que en algún momento necesite de su ayuda y me la prestaron desinteresadamente.

A la ADESCO Guarjila por creer en que los jóvenes podemos superarnos y ayudar en nuestra comunidad.

Jaime Orellana Guardado

AGRADECIMIENTOS

A nuestra benemeritísima Alma Mater por darnos la oportunidad de formarnos como profesionales dentro de ella.

Nuestro más sincero agradecimiento al Dr. Y M.Sc. Jonathan Antonio Berríos Ortiz por asesorar este trabajo de graduación, por su apoyo y confianza, no solamente en el desarrollo de este trabajo, sino también por la formación como investigadores.

Al Centro de Investigación Científica de la Universidad de El Salvador (CIC-UES), por el financiamiento otorgado para poder llevar a cabo nuestro trabajo de graduación.

A la escuela de Ingeniería Mecánica por proporcionar los docentes y equipos necesarios para el desarrollo de las asignaturas. También, a la Unidad Productiva Metal Mecánica de esta Escuela, por permitirnos desarrollar el trabajo de maquinado de las probetas utilizadas en este trabajo y en especial la valiosa colaboración que nos brindó el Lic. Julio Quintanilla.

Al M.Sc. y Lic. Guillermo Mejía Díaz de la Escuela de Ingeniería de Sistemas Informáticos, por el préstamo de la cámara Mimio View patrocinada por la *Agencia Española de Cooperación Internacional para el Desarrollo* (AECID).

A los profesores, asesores, Ingenieros y licenciados por su voluntad de enseñanza para llegar a ser los profesionales que somos.

**ESTUDIO DEL COMPORTAMIENTO A LA FATIGA AL AIRE Y FATIGA
CORROSIÓN DE UN ACERO AISI 1020 CON RECUBRIMIENTO
AUTOCATALÍTICO DE Ni-P**

Estudiantes: Brs. Luis Fernando Alberto Parada, Carlos Roberto Gavarrete &
Jaime Orellana Guardado

Docente asesor: Dr. y M.Sc. Jonathan Antonio Berríos Ortiz
Escuela de Ingeniería Mecánica, Facultad de Ingeniería y Arquitectura

Universidad de El Salvador

RESUMEN

Se ha realizado una investigación sobre el comportamiento a la fatiga al aire y en un medio corrosivo, en acero AISI 1020 sin y con recubrimiento autocatalítico Ni-P y con dos post-tratamientos térmicos una 200 °C durante 1 h, y el otro a 200 °C durante 1 h más a 400 °C durante 1 h. Los recubrimientos se obtuvieron en 4 lotes. Para determinar la resistencia a la fatiga para cada una de las seis condiciones de material se ensayaron 24 probetas, y para las tres condiciones de fatiga al aire se ensayaron 12 probetas aplicando el método de la escalera. Así, se obtuvo un espesor promedio de 28 μm . Se obtuvo una disminución en el comportamiento a la fatiga al aire como en medio corrosivo como consecuencia probablemente a una baja resistencia mecánica del recubrimiento o estados de esfuerzos residuales de tracción por un bajo contenido de fósforo.

ÍNDICE

	Pág.
INTRODUCCIÓN.....	1
1. MARCO TEÓRICO.....	3
1.1. Fatiga.....	4
1.2. Resistencia a la fatiga.....	6
1.2.1. Resistencia a la fatiga en la zona de bajo ciclaje.....	8
1.2.2. Resistencia a la fatiga en la zona de vida infinita.....	9
1.2.3. Resistencia a la fatiga en la zona de alto ciclaje de vida finita.....	9
1.3. Tipos de esfuerzos en fatiga.....	11
1.4. Fractura por fatiga.....	12
1.5. Fatiga-corrosión.....	16
1.5.1. Fractura con corrosión.....	16
1.5.2. Efecto de la naturaleza, concentración y temperatura del medio corrosivo.....	17
1.5.3. Mecanismo de fatiga-corrosión.....	18
1.6. Alivio de hidrógeno.....	19
1.7. Efecto de los depósitos autocatalíticos de Ni-P sobre la resistencia a la fatiga en aceros.....	20
1.8. Técnica de deposición autocatalítica de Ni-P.....	29
1.8.1. Reacciones químicas.....	30
1.8.2. Composición del baño autocatalítico de Ni-P.....	32
1.8.3. Fuente de níquel.....	33
1.8.4. Agente reductor.....	33
1.8.5. Acomplexantes.....	33
1.8.6. Estabilizadores-inhibidores.....	34
1.8.7. Reguladores de pH y buffers.....	34
1.8.8. Aceleradores.....	36
1.8.9. Energía.....	37
1.8.10. Agitación.....	38
1.8.11. Aplicaciones del proceso de recubrimiento autocatalítico de Ni-P.....	38
2. DISEÑO EXPERIMENTAL.....	40
2.1. Flujograma de la metodología experimental.....	40
2.2. Dimensionamiento de probetas.....	42
2.3. Maquinado de las probetas.....	43

	Pág.
2.4. Tratamiento térmico de recocido de las probetas.....	48
2.5. Deposición del recubrimiento autocatalítico de Ni-P.....	49
2.6. Post-tratamientos térmicos.....	54
2.7. Medición de espesores.....	54
2.8. Ensayos de fatiga por flexión rotativa.....	55
2.9. Estudio fractográfico.....	60
3. DEPOSICIÓN DEL RECUBRIMIENTO AUTOCATALÍTICO DE Ni-P.....	61
3.1. Pasivación de las superficies en contacto con la solución de Ni-P.....	61
3.2. Preparación de la solución autocatalítica de Ni-P.....	61
3.3. Preparación de las probetas para deposición.....	64
3.3.1. Desengrasado inicial con jabón líquido.....	66
3.3.2. Enmascarado con teflón.....	67
3.3.3. Limpieza con acetona en cámara de ultrasonido.....	68
3.3.4. Desengrasado con soda cáustica.....	69
3.3.5. Activación de superficie.....	70
3.4. Proceso de deposición del recubrimiento autocatalítico de Ni-P.....	71
3.4.1. Pruebas en el reactor.....	72
3.4.2. Deposición autocatalítica de Ni-P en el sistema.....	74
3.5. Post-tratamientos térmicos.....	76
4. RESULTADOS Y ANÁLISIS DE RESULTADOS.....	78
4.1. Estimación del espesor del recubrimiento.....	78
4.2. Ensayos de fatiga.....	83
4.3. Estudio fractográfico.....	100
CONCLUSIONES.....	109
RECOMENDACIONES.....	110
REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	111

ÍNDICE DE TABLAS

	Pág.
Tabla 1.1. Efecto del vapor de agua en la resistencia a la fatiga de aceros ensayados a fatiga por flexión rotativa a 2200 ciclos/min. El límite de fatiga basada en 50×10^6 ciclos.....	18
Tabla 1.2. Composición química del acero AISI 1045 utilizado en el desarrollo de la investigación.....	20
Tabla 1.3. Variación porcentual en la resistencia a la fatiga para cada condición del material recubierto, con respecto al sustrato.....	22
Tabla 1.4. Composición química del acero AISI 1045 utilizado en el desarrollo de la investigación	24
Tabla 1.5. Composición química del acero AISI 4340 para el desarrollo de la investigación.....	28
Tabla 1.6. Número de ciclos de falla N_f contra amplitud de esfuerzo S para probetas no recubiertas y recubiertas en las distintas condiciones	27
Tabla 2.1. Composición Química del acero AISI 1020, datos extraídos de la carta del material, proporcionada por ABASTEINSA de C.V.....	43
Tabla 2.2. Secuencia de fabricación de las probetas para los ensayos de fatiga.....	45
Tabla 3.1. Reactivos necesarios para preparación de solución autocatalítica de Ni-P.....	62
Tabla 3.2. Resumen de cálculos de áreas de 30 probetas de fatiga y 5 cilindros recubiertos con Ni-P.....	62
Tabla 4.1. Resultados de las mediciones y valores promedios de los espesores de los recubrimientos para todos los lotes de las probetas recubiertas	83
Tabla 4.2. Resultados de los ensayos de fatiga para determinar la resistencia a la fatiga de un acero AISI 1020.....	85
Tabla 4.3. Resultados de los ensayos de fatiga para determinar el límite de fatiga de un acero AISI 1020.....	86
Tabla 4.4. Método de la escalera para determinar el límite de fatiga de un acero AISI 1020	86

Tabla 4.5. Resultados de los ensayos de fatiga para determinar la resistencia a la fatiga de un acero AISI 1020 con recubrimiento autocatalítico de Ni-P y con PTT-1.....	87
Tabla 4.6. Resultados de los ensayos de fatiga para determinar el límite de fatiga de un acero AISI 1020 con recubrimiento autocatalítico de Ni-P y con PTT-1.....	88
Tabla 4.7. Método de la escalera para determinar el límite de fatiga de un acero AISI 1020 con recubrimiento autocatalítico de Ni-P y con PTT-1.....	88
Tabla 4.8. Resultados de los ensayos de fatiga para determinar la resistencia a la fatiga de un acero AISI 1020 con recubrimiento autocatalítico de Ni-P y con PTT-2.....	89
Tabla 4.9. Resultados de los ensayos de fatiga para determinar el límite de fatiga de un acero AISI 1020 con recubrimiento autocatalítico de Ni-P y con PTT-2.....	90
Tabla 4.10. Método de la escalera para determinar el límite de fatiga de un acero AISI 1020 con recubrimiento autocatalítico de Ni-P y con PTT-2.....	90
Tabla 4.11. Límite de fatiga y desviación estándar para cada condición del material ensayada	92
Tabla 4.12. Resultados de los ensayos para determinar la resistencia a la fatiga-corrosión de un acero AISI 1020.....	93
Tabla 4.13. Resultados de los ensayos de fatiga para determinar la resistencia a la fatiga-corrosión de un acero AISI 1020 con recubrimiento autocatalítico de Ni-P y con PTT-1.....	94
Tabla 4.14. Resultados de los ensayos de fatiga para determinar la resistencia a la fatiga-corrosión de un acero AISI 1020 con recubrimiento autocatalítico de Ni-P y con PTT-2.....	95
Tabla 4.15. Ecuación de Basquín correspondiente a cada condición del material ensayado	98
Tabla 4.16. Decremento porcentual en la vida a la fatiga para cada condición del material recubierto.....	99
Tabla 4.17. Decremento absoluto y porcentual en el límite de fatiga para cada condición del material recubierto	99

ÍNDICE DE FIGURAS

	Pág.
Fig.1.1. Curvas S-N con inversión completa: (a) Curvas características S-N para dos aleaciones, y (b) Curvas S-N para polímeros comunes [3].....	4
Fig.1.2. Proporción del límite de fatiga a resistencia a la tracción para diversos metales, como función de la resistencia a la tracción. El aluminio no tiene un límite de fatiga, por lo que las correlaciones para el aluminio se basan en un número específico de ciclos [1].....	5
Fig. 1.3. Diagrama típico S-N para amplitud constante y carga sinusoidal. Acero 2340 48 HRC sin muesca, Acero 2340 48 HRC con muesca y Aleación de Aluminio 7075-T6.....	7
Fig. 1.4. Diagrama S-N trazado a partir de los resultados de pruebas de fatiga axial con inversión. Material: acero UNS G41300, normalizado; $S_{ut} = 116$ ksi; S_{ut} máximo a $\sigma = 125$ ksi.....	8
Fig. 1.5. Algunas relaciones de esfuerzo-tiempo en los materiales: (a) Esfuerzo alternante senoidal con inversión completa (tracción o compresión), en este caso $S_m + S_a$ (b) Esfuerzo fluctuante senoidal o tensión fluctuante, (c) Esfuerzo repetido o tensión pulsante cuando $S_m = S_a$ [2].....	12
Fig. 1.6. Aspecto de las zonas de la superficie de fractura por fatiga: A Iniciación de la grieta por fatiga, B propagación de la grieta por fatiga, y C Zona de ruptura por sobrecarga.....	14
Fig. 1.7. Mecanismo de formación de fisura a) Dislocaciones de borde que se apilan en una barrera, b) Tres dislocaciones apiladas que forman una fisura incipiente dentro de la red cristalina.....	15
Fig. 1.8. Relación de la vida de la probeta con respecto a la longitud de la fisura.....	15
Fig. 1.9. Comportamiento a la fatiga al aire de: (○) sustrato de acero AISI 1045, y sustratos con recubrimiento EN con PTT-1 y espesor de: (□) $7\mu\text{m}$, (◇) $17\mu\text{m}$ y (Δ) $37\mu\text{m}$	21
Fig. 1.10. Comportamiento a la fatiga al aire de: (○) sustrato de acero AISI 1045, y sustratos con recubrimiento EN con PTT-2 y espesor de: (□) $7\mu\text{m}$, (◇) $17\mu\text{m}$ y (Δ) $37\mu\text{m}$	22
Fig. 1.11. Resultados obtenidos en esfuerzo alternante en MPa vs la escala logarítmica del número de ciclo hasta la falla del material en las condiciones: a) sin recubrimiento, b) recubrimiento a escala industrial, c) recubrimiento a escala de laboratorio con PTT-1 y d) recubrimiento a escala de laboratorio con PTT-2.....	26
Fig. 1.12. Número de ciclos para la fractura (N_f) en función del esfuerzo alternante aplicado (S) al material no recubierto, recubierto y recubierto más PTT.....	29

	Pág.
Fig. 1.13. Velocidad de deposición en función de la temperatura de deposición [15].....	.31
Fig. 1.14. Contenido de fósforo en el depósito en función de la concentración de hipofosfito de sodio en la solución [16].....	.32
Fig. 1.15. Efecto del pH de la solución en la velocidad de deposición y el contenido de fósforo en el depósito.....	.35
Fig. 1.16. Eficiencia de los Buffers.....	.36
Fig. 1.17. Efecto de los reguladores de pH en la solución autocatalítica.....	.36
Fig. 1.18. Efecto del ácido succínico en la velocidad de deposición.....	.37
Fig. 2.1. Flujograma de actividades para el desarrollo del experimento....	.41
Fig. 2.2. Dimensiones de las probetas para fatiga por flexión rotativa a utilizar.....	.42
Fig. 2.3. Torno convencional marca COMEC, modelo TGA 180N.....	.43
Fig. 2.4. Taladro industrial marca Muller Machines SA, modelo Super Condor 40.....	.44
Fig. 2.5. Bandeja con probetas preservadas en aceite.....	.45
Fig. 2.6. Esquema del tratamiento térmico de recocido para un acero AISI 1020.....	.49
Fig. 2.7. Imágenes del procedimiento de los tratamientos térmicos: (a) Colocación de probetas en el interior de la cámara de atmósfera inerte, (b) Cámara acoplada al horno de mufla y (c) Sistema para hacer tratamientos térmicos en atmósfera de argón.....	.49
Fig. 2.8. Sistema para la deposición autocatalítica de recubrimientos de Ni-P.....	.50
Fig. 2.9. Medidor de pH y temperatura.....	.51
Fig. 2.10. Deposición en el reactor de vidrio.....	.51
Fig. 2.11. Balanza digital portátil.....	.52
Fig. 2.12. Hot Plate con agitador magnético Fisher Scientific52
Fig. 2.13. Cámara de baño ultrasónico de la marca BRANSON modelo M3800H.....	.53
Fig. 2.14. Bandeja que contiene soda cáustica a 60 °C sobre cocina a gas de dos quemadores.....	.53
Fig. 2.15. Medición de espesores con microscopio de retícula graduada....	.55

	Pág.
Fig. 2.16. Máquina para ensayos de fatiga por flexión rotativa marca GUNT modelo WP 140.....	56
Fig. 2.17. Montaje para el ensayo.....	58
Fig. 2.18. Cámara de acrílico para ambiente corrosivo.....	59
Fig. 2.19. Demostración del uso de la cámara para ambiente corrosivo: (a) ajuste de la base, (b) montaje de la probeta y de los sellos de hule, (c) colocación de la tapa.....	59
Fig. 2.20. Sistema de captura de imágenes de las fracturas.....	60
Fig. 3.1. Presentación de los reactivos usados para la preparación de la solución: (a) Cloruro de Níquel (b) Hipofosfito de Sodio (c) Citrato de Sodio (d) Cloruro de Amonio.....	63
Fig. 3.2. Litro de solución autocatalítica, preparada.....	63
Fig. 3.3. Representación del segundo filtrado de la solución.....	64
Fig. 3.4. Flujograma de proceso de preparación de probetas para deposición de recubrimiento autocatalítico de Ni-P.....	65
Fig. 3.5. Probetas puestas en papel toalla para absorber exceso de aceite para inicio del desengrasado.....	66
Fig. 3.6. Primer procedimiento de limpieza de las probetas: (a) Lavado con jabón líquido y agua (b) Secado con aire caliente.....	66
Fig. 3.7. Enmascarado de probetas: (a) Dimensiones de enmascarado y superficie a recubrir (b) Probetas enmascaradas con teflón.....	67
Fig. 3.8. Lote de 30 probetas durante el desengrasado en acetona en cámara de ultrasonido.....	68
Fig. 3.9. Probetas limpias suspendidas de tapa de acrílico del sistema de deposición autocatalítica.....	69
Fig. 3.10. Desengrasado de probetas en soda cáustica.....	70
Fig. 3.11. Activación de superficie en ácido clorhídrico (HCL) al 20% durante 1 min.....	71
Fig. 3.12. Enjuague de probetas en agua destilada a temperatura ambiente.....	71
Fig. 3.13. Diagrama de proceso, muestra la continuidad que se debe de llevar para que los dos procesos converjan en un mismo punto..	72
Fig. 3.14. Espécimen para pruebas en el reactor.....	73

	Pág.
Fig. 3.15. Observaciones en pruebas con reactor: (a) Espécimen con manchas color marrón, (b) Deposición del recubrimiento fallida, el espécimen presenta manchas en la capa recubierta y mala adherencia.....	74
Fig. 3.16. Recubrimiento de buena calidad realizada en el reactor.....	74
Fig. 3.17. Proceso de inicio y finalización de la deposición: a) Inmersión de las probetas; y b) Remoción de las probetas posterior al tiempo de deposición.....	76
Fig. 3.18. Esquema de los post-tratamientos térmicos realizados a los conjuntos depósito-sustrato.....	77
Fig. 3.19. Probetas de fatiga recubiertas y con PTT-1.....	77
Fig. 4.1. Posición de los especímenes utilizados para medir los espesores de cada lote de probetas recubiertas con depósito autocatalítico de Ni-P.....	78
Fig. 4.2. Micrografía a 500X proveniente del lote 1 en: (a) posición 1, (b) Posición 2, (c) Posición 3, (d) Posición 4, (e) Posición 5. y (f) Probeta con retícula en posición 1.....	79
Fig. 4.3. Micrografía a 500X proveniente del lote 2 en: (a) posición 1, (b) Posición 2, (c) Posición 3, (d) Posición 4, y (e) Posición 5.....	80
Fig. 4.4. Micrografía a 500X proveniente del lote 3 en: (a) posición 1, (b) Posición 2, (c) Posición 3, (d) Posición 4, y (e) Posición 5.....	81
Fig. 4.5. Micrografía a 500X proveniente del lote 4 en: (a) posición 1, (b) Posición 2, (c) Posición 3, (d) Posición 4, y (e) Posición 5.....	82
Fig. 4.6. Log del esfuerzo vs Log de ciclos de un acero AISI 1020.....	87
Fig. 4.7. Log del esfuerzo vs Log de ciclos de un acero AISI 1020 con recubrimiento autocatalítico de Ni-P y con PTT-1.....	89
Fig. 4.8. Log del esfuerzo vs Log de ciclos de un acero AISI 1020 con recubrimiento autocatalítico de Ni-P y con PTT-2.....	91
Fig. 4.9. Log del esfuerzo vs Log de ciclos de un acero AISI 1020 sin y con recubrimiento autocatalítico de Ni-P.....	92
Fig. 4.10. Log del esfuerzo vs Log de ciclos a la fractura en un medio corrosivo al 3% en peso de NaCl, de un acero AISI 1020.Ni-P.....	94
Fig. 4.11. Log del esfuerzo vs Log de ciclos a la fractura en un medio corrosivo al 3% en peso de NaCl, de un acero AISI 1020 con recubrimiento autocatalítico de Ni-P y con PTT-1.....	95

Fig. 4.12. Log del esfuerzo vs Log de ciclos a la fractura en un medio corrosivo al 3% en peso de NaCl, de un acero AISI 1020 con recubrimiento autocatalítico de Ni-P y con PTT-2.....96

Fig. 4.13. Log del esfuerzo vs Log de ciclos a la fractura en una solución corrosiva al 3 % en peso de NaCl, de un acero AISI 1020 sin y con recubrimientos autocatalítico de Ni-P.....97

Fig. 4.14. Figs. 4.14. Macrografía de probetas de acero AISI 1020 ensayadas a fatiga al aire: (a) Esfuerzo 450 MPa y $N_f = 21299$; (b) Esfuerzo 400 MPa y $N_f = 123275$; (c) Esfuerzo 350 MPa y $N_f = 173581$; y (d) Esfuerzo 300 MPa y $N_f = 153944$ 101

Fig. 4.15. Macrografía de probetas de acero AISI 1020 recubiertas con Ni-P y con PTT-1 ensayadas a fatiga al aire: (a) Esfuerzo 400 MPa y $N_f = 29838$; (b) Esfuerzo 350 MPa y $N_f = 542559$; (c) Esfuerzo 300 MPa y $N_f = 110848$; y (d) Esfuerzo 250 MPa y $N_f = 651140$102

Fig. 4.16. Macrografía de probetas de acero AISI 1020 recubiertas con Ni-P y con PTT-2 ensayadas a fatiga al aire: (a) Esfuerzo 400 MPa y $N_f = 64498$; (b) Esfuerzo 350 MPa y $N_f = 86986$; (c) Esfuerzo 300 MPa y $N_f = 122738$; y (d) Esfuerzo 250 y $N_f = 212419$103

Fig. 4.17. Macrografía de probetas de acero AISI 1020 ensayadas a fatiga en un medio al 3% en peso de NaCl: (a) Esfuerzo 450 MPa y $N_f = 29474$; (b) Esfuerzo 400 MPa y $N_f = 42518$; (c) Esfuerzo 350 MPa y $N_f = 126419$; (d) Esfuerzo 300 MPa y $N_f = 367042$100

Fig. 4.18. Macrografía de probetas de acero AISI 1020 recubiertas con Ni-P y con PTT-1 ensayadas a fatiga en un medio al 3% en peso de NaCl: (a) Esfuerzo 400 MPa y $N_f = 46330$; (b) Esfuerzo 350 y $N_f = 115112$; (c) Esfuerzo 300 MPa y $N_f = 133518$; y (d) Esfuerzo 250 MPa y $N_f = 466415$105

Fig. 4.19. Macrografía de probetas de acero AISI 1020 recubiertas con Ni-P y con PTT-2 ensayadas a fatiga en un medio al 3% en peso de NaCl: (a) Esfuerzo 400 MPa y $N_f = 38345$; (b) Esfuerzo 350 MPa y $N_f = 195578$; (c) Esfuerzo 300 MPa y $N_f = 140149$; y (d) Esfuerzo 250 MPa y $N_f = 452639$106

SÍMBOLOS Y SIGLAS

B_s	Pendiente de la recta en escala logarítmica
C_s	Intercepción de la recta en escala logarítmica
N_f	Número de ciclos a la fractura
N'_T	Número de ciclos hasta una falla en un determinado instante
S_{ut}	Resistencia máxima a la tracción
S'_L	Resistencia a la fatiga
S'_e	Límite de fatiga.
S_u	Resistencia a la rotura
S_m	Esfuerzo a medio intervalo
S_r	Intervalo de esfuerzo
S_a	Amplitud de esfuerzo
$S_{mín}$	Esfuerzo mínimo
$S_{máx}$	Esfuerzo máximo
S	Esfuerzo.
S'_f	Valor de esfuerzo de fatiga en la zona de alto ciclaje
Ni-P	Níquel-Fósforo
PTT-1	Post-tratamiento térmico a 200 °C durante 60 min
PTT-2	Doble post-tratamiento térmico a 200 °C durante 60 min y 400 °C durante 60 min
M_b	Momento de flexión
F	Fuerza de carga
a	Brazo de palanca
I	Inercia
d	Diámetro

INTRODUCCIÓN

La función principal que cumplen los recubrimientos en general es proveer una protección contra atmósferas y agentes corrosivos incrementando su resistencia a la corrosión, como también proporcionar un incremento en la resistencia al desgaste de la superficie del material.

La corrosión es el resultado de una acción provocada en la superficie de un metal por un líquido o un gas, por lo que es evidente que la naturaleza de esta superficie ha de tener una influencia importante frente a la corrosión. En la mayoría de los casos el fenómeno de la fatiga comienza en la superficie del material; una microgrieta, un poro, una raya, una impureza actúan como concentradores de esfuerzos que combinados con esfuerzos dinámicos desencadenan el proceso que termina con la falla del material.

En la actualidad se desarrollan diversas técnicas de recubrimientos de metales, procurando un mejor comportamiento frente a la corrosión, desgaste y fatiga. No obstante, para algunos recubrimientos no se han logrado estas mejoras, de tal manera que el tipo de recubrimiento, el post-tratamiento térmico y la técnica de deposición sobre el metal es tomado en cuenta durante el estudio de fatiga y la fatiga-corrosión de los metales recubiertos.

En el primer capítulo del documento, se exponen definiciones de los distintos conceptos que están inmersos en el fenómeno de fatiga al aire y fatiga en un medio corrosivo en metales. También, se citan estudios de ensayos análogos realizados por distintos investigadores sobre la fatiga a flexión rotativa en materiales con recubrimientos autocatalíticos respecto al comportamiento a la fatiga del metal base, la técnica de deposición y la composición del baño autocatalítico que se utilizó. Además, se presentan las ecuaciones involucradas en las reacciones químicas que tienen lugar durante la deposición del recubrimiento autocatalítico de Ni-P.

En el segundo capítulo se presenta el diseño experimental, el cual orienta la descripción del proceso de elaboración de las probetas y la técnica de deposición autocatalítica de Ni-P utilizada para seis condiciones diferentes de

materiales, así: (i) sustrato en condición de recocido ensayado a fatiga al aire, (ii) sustrato en condición de recocido ensayado a fatiga en un ambiente corrosivo, (iii) sustrato con recubrimiento autocatalítico de Ni-P y post-tratamiento térmico a 200 °C durante 1 h (PTT-1) ensayado a fatiga al aire, (iv) sustrato con recubrimiento autocatalítico de Ni-P y PTT-1 ensayado a fatiga en un ambiente corrosivo, (v) sustrato con recubrimiento autocatalítico de Ni-P y doble post-tratamiento térmico a 200 °C durante 1 h y luego a 400 °C durante 1 h (PTT-2) ensayado a fatiga al aire y (vi) sustrato con recubrimiento autocatalítico de Ni-P y PTT-2 ensayado a fatiga en un ambiente corrosivo. Además, se presenta una descripción de los recursos tecnológicos utilizados para determinar los espesores promedios de los recubrimiento autocatalítico de Ni-P obtenidos en las probetas en cada proceso de deposición, y para realizar el estudio fractográfico.

En el tercer capítulo se describen los procedimientos y parámetros utilizados para la obtención del recubrimiento autocatalítico de Ni-P en probetas de acero AISI 1020, iniciando con el proceso de pasivación seguido de la especificación de los reactivos para preparar la solución, continuando con el proceso de preparación de las probetas, incluyendo desde limpieza hasta la activación de la superficie, luego se presenta el proceso y las condiciones para la deposición de Ni-P, y se culminando con el proceso utilizado en los post-tratamientos térmicos.

En el cuarto capítulo se presentan los resultados obtenidos durante el desarrollo experimental que se realizó en el presente trabajo de graduación, iniciando con los espesores obtenidos del recubrimiento autocatalítico de Ni-P, seguido de los resultados de los ensayos de fatiga por flexión rotativa; y un estudio fractográfico de las probetas ensayadas a distintos niveles de esfuerzos para poder explicar el comportamiento a la fatiga al aire y fatiga-corrosión obtenido para cada condición de material recubierto en comparación con los resultados obtenidos del sustrato sin recubrimiento.

1. MARCO TEÓRICO

Diversos componentes en la industria tales como: herramientas, matrices, engranes, levas, flechas y resortes, están sujetos a cargas fluctuantes (cíclicas o periódicas), además de las cargas estáticas. Los esfuerzos cíclicos pueden ser provocados por cargas mecánicas fluctuantes (como en los dientes de los engranes) o por esfuerzos térmicos (como una matriz fría que entra en contacto repetidamente con piezas de trabajo calientes) [1].

En estas condiciones, la parte falla en un nivel de esfuerzo menor que aquel en el que ocurriría la falla en condiciones estáticas de carga. La falla se asocia con grietas que crecen en cada ciclo de carga y se propaga a través del material hasta que alcanzan una longitud crítica y el material se fractura. Conocido como falla por fatiga, este fenómeno es responsable de la mayoría de las fallas en los componentes mecánicos [1].

Los métodos de prueba de fatiga comprenden el ensayo de probetas a diferentes estados de esfuerzo, por lo común una combinación de tracción y flexión. El ensayo se realiza en diferentes amplitudes de esfuerzo (S) y se registra el número de ciclos a la fractura (N_f) que se requiere para provocar la falla total de la probeta. La amplitud del esfuerzo se define como el esfuerzo máximo (a tracción y compresión) a que la probeta se somete. En la Fig. 1.1 se presentan curvas características S-N, en la Fig. 1.1a se presentan las curvas S-N de dos aleaciones distintas y en algunos materiales, la curva S-N se vuelve horizontal a bajos esfuerzos, indicando que el material no fallará a esfuerzos por debajo de este límite [2]. En la Fig. 1.1b se presentan las curvas S-N para distintos tipos de polímeros; estas curvas están basadas en una inversión completa del esfuerzo. También, el ensayo también se puede realizar sobre una probeta giratoria con una carga constante aplicada hacia arriba, el cual es la forma de ensayo que se realizará en esta investigación [1].

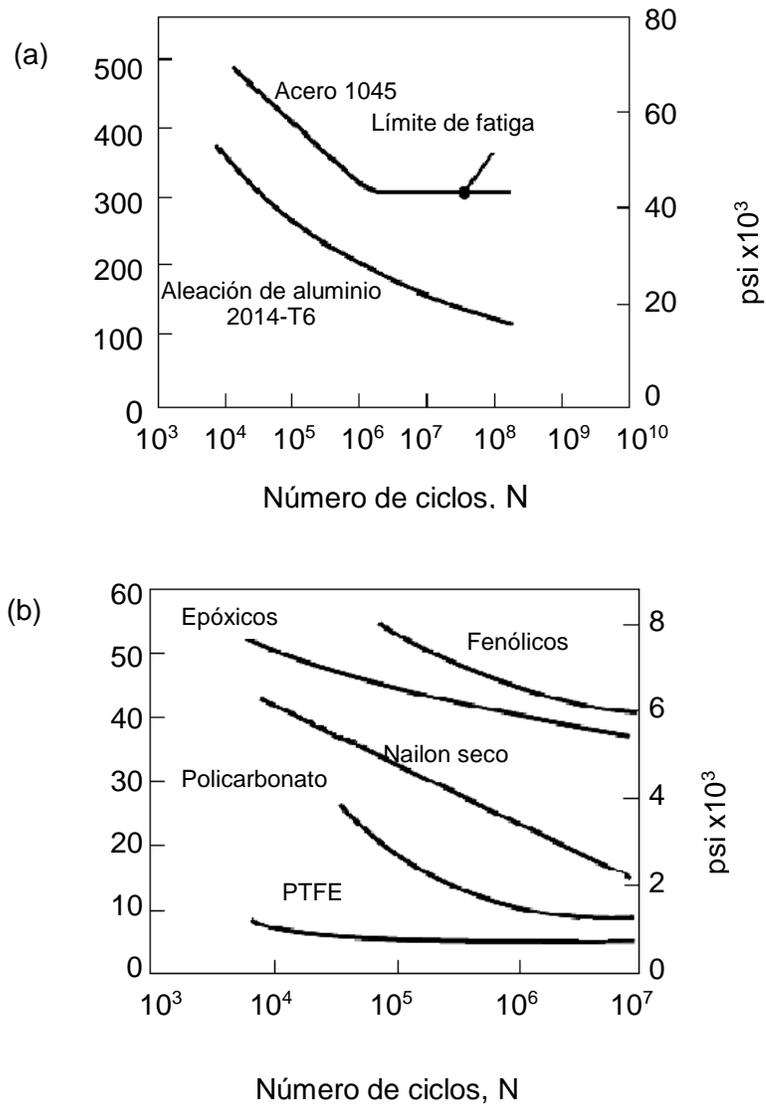


Fig. 1.1. Curvas S-N con inversión completa: (a) Curvas características S-N para dos aleaciones, y (b) Curvas S-N para polímeros comunes [3].

1.1. FATIGA

El máximo esfuerzo al cual se puede someter el material sin falla por fatiga (independientemente del número de ciclos) se conoce como límite de fatiga [1].

Aunque muchos materiales (especialmente los aceros) tienen un límite de fatiga definido, las aleaciones de aluminio no lo tienen y la curva S-N continúa su tendencia hacia abajo. Para los metales que muestran este comportamiento, la resistencia a la fatiga se especifica hasta cierto número de ciclos, como 10^6 . De esta manera, se puede calcular la vida útil del componente. El límite de fatiga de los metales se puede relacionar aproximadamente con su resistencia máxima a la tensión Fig. 1.2 [3].

En el caso de los aceros al carbono, el límite de fatiga es por lo general 0.4 a 0.5 veces la resistencia a la tracción, aunque los valores particulares pueden variar [2].

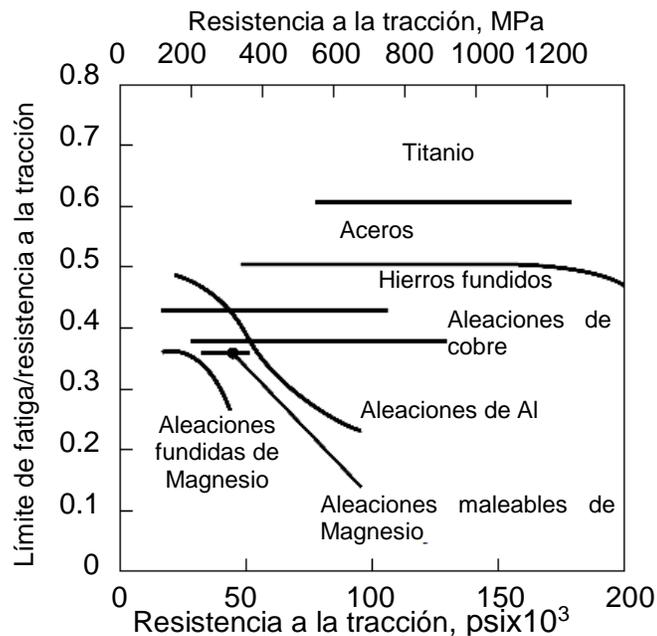


Fig. 1.2. Proporción del límite de fatiga a resistencia a la tracción para diversos metales, como función de la resistencia a la tracción. El aluminio no tiene un límite de fatiga, por lo que las correlaciones para el aluminio se basan en un número específico de ciclos [1].

1.2. RESISTENCIA A LA FATIGA

El fenómeno de fatiga es de trama eminentemente estocástica o probabilística, y como tal debe ser entendido en su faceta de cálculo. Si bien el principio de análisis de la fatiga a partir de la deformación total, exige controles experimentales muy estrictos, lo cual implica en un costo muy alto para la caracterización de un material determinado. Los ensayos experimentales más conocidos y fáciles de implementar son los de flexión rotativa bajo carga alternante, dado que el fenómeno es más propenso de ser observado en elementos de máquina rotantes. La información experimental colectada se reproduce en diagramas denominados, diagramas S-N o diagramas de Wöhler [2].

En estos diagramas S-N se representan los resultados de la iniciación de grietas por fatiga las cuales están dadas como el esfuerzo máximo, y mínimo, o amplitud del esfuerzo que suman determinado número de ciclos, N, hasta que se produce la falla de la probeta y los resultados se trazan en una escala logarítmica para el número de ciclos y del esfuerzo, el sistema de coordenadas logarítmicas resultan particularmente convenientes para graficar estas curvas debido a la relación lineal que muestran. Numerosas pruebas han establecido que los materiales ferrosos tienen un límite de resistencia a la fatiga definido como el nivel más alto de esfuerzos alternantes que pueden soportarse indefinidamente sin falla. La dispersión de la información respecto a pruebas estáticas la cual es ilustrada en la Fig. 1.3 son debidas a que las fallas por fatiga se originan en puntos locales de relativa debilidad La Fig. 1.3 muestra tres curvas típicas de algunos materiales de ingeniería como acero inoxidable con y sin muesca así como de aleación de aluminio [3].

En la Fig. 1.4 se pueden ubicar tres zonas distintivas del diagrama S-N para un acero UNS G41300, que se pueden identificar con los siguientes tres regímenes de fatiga [2]:

a) Régimen de fatiga de bajo ciclaje,

b) Régimen de fatiga de alto ciclaje de vida finita; y

c) Régimen de fatiga de alto ciclaje vida infinita.

Según el diagrama S-N, la zona de falla por fatiga de bajo ciclaje, se halla por debajo de los 1000 ciclos, la zona de falla por fatiga de alto ciclaje se halla por encima de los 1000 ciclos, hasta 10^6 ciclos, luego de esta zona, se halla una zona intermedia de hasta los 10^7 ciclos y a partir de allí la zona de vida infinita [2].

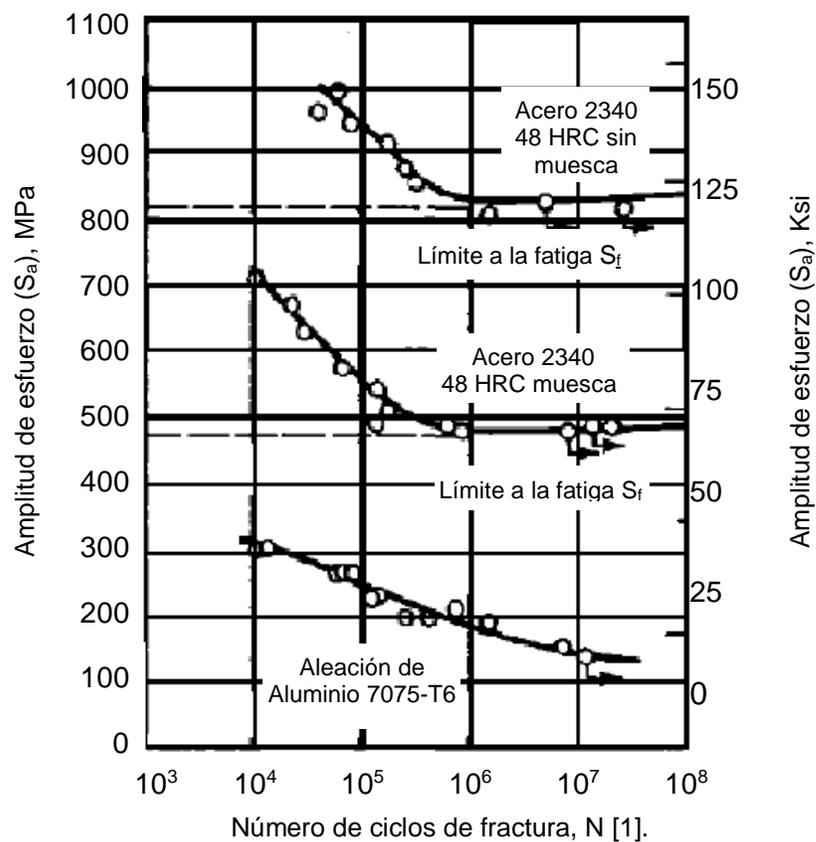


Fig. 1.3. Diagrama típico S-N para amplitud constante y carga sinusoidal. Acero 2340 48 HRC sin muesca, Acero 2340 48 HRC con muesca y Aleación de Aluminio 7075-T6 [3].

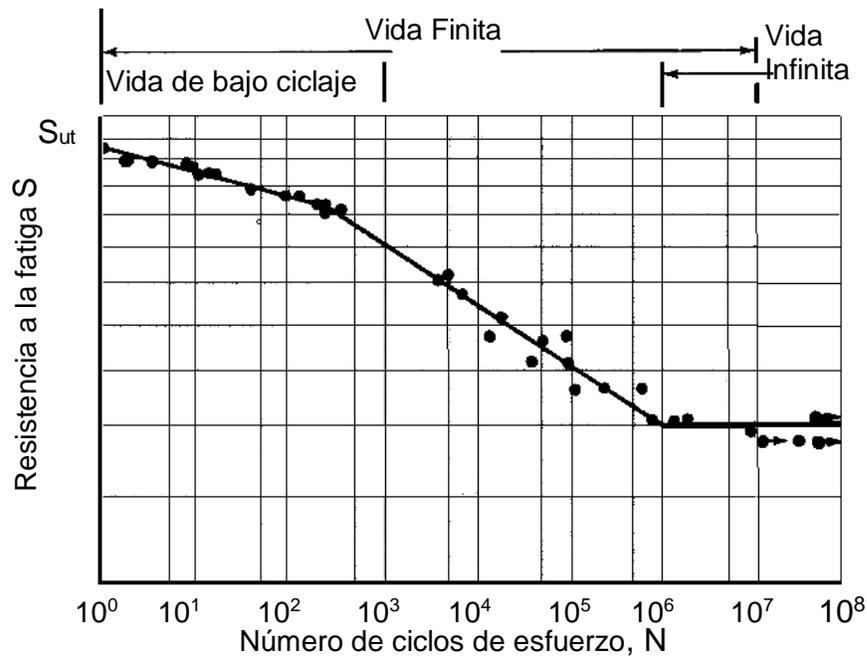


Fig. 1.4. Diagrama S-N trazado a partir de los resultados de pruebas de fatiga axial con inversión completa. Material: acero UNS G41300, normalizado; $S_{ut} = 116$ ksi; S_{ut} máximo a $\sigma = 125$ ksi [2].

1.2.1. RESISTENCIA A LA FATIGA EN LA ZONA DE BAJO CICLAJE

Esta zona se halla generalmente por debajo de los 1000 a 1500 ciclos de evolución de la carga de sollicitación. Para tener en cuenta los efectos de bajo ciclaje, se suele emplear la evidencia experimental basada en la relación entre la resistencia a la fatiga y la resistencia a la rotura del material. Para las aleaciones ferrosas (aceros al carbono, aceros aleados, hierros forjados, entre otros) se puede considerar la siguiente Ec. (1.1) [2]:

$$\text{Aceros} \begin{cases} S'_L = 0.90S_u & \text{Flexión} \\ S'_L = 0.75S_u & \text{Axial} \\ S'_L = 0.72S_u & \text{Torsión} \end{cases} \quad (1.1)$$

1.2.2. RESISTENCIA A LA FATIGA EN LA ZONA DE VIDA INFINITA

Esta zona comienza a partir de 10^6 o 10^9 ciclos dependiendo del tipo de material. Observando la Fig. 4 se puede establecer la siguiente Ec. (1.2) para los límites de fatiga [2].

$$\text{Aceros} \begin{cases} S'_e = 0.50S_u & \text{Flexión} \\ S'_e = 0.45S_u & \text{Axial} \\ S'_e = 0.29S_u & \text{Torsión} \end{cases} \quad (1.2)$$

Se debe tener en cuenta que tanto la Ec. (1.1) como la Ec. (1.2) son de características estimativas y cuyos valores reflejan una media de los casos experimentales más frecuentes. Solo se deben emplear cuando no se tenga información efectiva y validada con ensayos apropiadamente calificados [2].

1.2.3. RESISTENCIA A LA FATIGA EN LA ZONA DE ALTO CICLAJE DE VIDA FINITA

En una gran proporción de las piezas de dispositivos o máquinas mecánicas, la vida útil que pueden tener oscila entre 10^3 y 10^9 ciclos de carga. Las expresiones que se desarrollan a continuación suelen recibir el nombre de ecuaciones de Basquín. De acuerdo con la Fig. 1.4 se puede ver que el valor de la resistencia a la fatiga respecto del número de ciclos de carga, sigue una ley lineal (en forma de logarítmicos decimales). Para hallar esta recta que se define para un número específico de ciclos de carga a la resistencia a la fatiga correspondiente, es necesario conocer los límites de fatiga correspondientes a esta zona. En consecuencia se deben determinar S'_L y S'_e , que son el límite de fatiga para N_L ciclos y el límite de fatiga para N_e ciclos. Así pues la relación lineal logarítmica para la zona de vida finita de alto ciclaje se puede obtener por medio de la siguiente Ec. (1.3) [2]:

$$\log[S_f'] = B_s \log[N_T'] + C_s. \quad (1.3)$$

donde: B_s y C_s son la pendiente de la recta y un punto de intersección con el eje de ordenadas, respectivamente. Mientras que N_T' es el número de ciclos hasta una falla en un determinado instante, para una determinada condición de carga o esfuerzo de fatiga. Así, conociendo S_L' y S_e' , de Ec. (1.3) se tiene:

$$\log[S_L'] = B_s \log[N_L] + C_s. \quad (1.4)$$

$$\log[S_e'] = B_s \log[N_e] + C_s. \quad (1.5)$$

Restando la Ec. (1.5) de la Ec. (1.4) se puede obtener la pendiente como:

$$B_s = \frac{\log[S_L'] - \log[S_e']}{\log[N_L] - \log[N_e]} = \frac{\log\left[\frac{S_L'}{S_e'}\right]}{\log\left[\frac{N_L}{N_e}\right]}. \quad (1.6)$$

Luego reemplazando la Ec. (1.6) en Ec. (1.3) se obtiene la constante de intersección:

$$C_s = -\frac{\log\left[\frac{S_L'}{S_e'}\right]}{\log\left[\frac{N_L}{N_e}\right]} \log[N_e] + \log[S_e']. \quad (1.7)$$

Ahora bien, reemplazando los valores numéricos de S_L' y S_e' se pueden obtener valores para la pendiente Ec. (1.6) y la constante de intersección Ec. (1.7), En consecuencia de la expresión Ec. (1.3) se puede obtener el valor de esfuerzo de fatiga en la zona de alto ciclaje como [2]:

$$S_f' = 10^{C_s} [N_T']^{B_s} \quad \forall N_T' \in [N_L, N_e]. \quad (1.8)$$

O bien el número de ciclos necesarios para llevar a la rotura por fatiga bajo una tensión establecida como [2]:

$$N_T = \left(S_f' 10^{-C_s} \right)^{\left(\frac{1}{B_s} \right)} \quad \forall S_f' \in [S_L', S_e'] \quad (1.9)$$

1.3. TIPOS DE ESFUERZOS EN FATIGA

Las fallas por fatiga se originan en puntos locales de relativa debilidad, los resultados de los ensayos de fatiga poseen mayor dispersión que los ensayos estáticos por lo cual se prefiere un enfoque estadístico para definir la resistencia a la fatiga. Las desviaciones estándar de los límites de resistencia a la fatiga están por lo común en el rango de cuatro a nueve por ciento del valor nominal [2].

Existen ciertas diferencias entre los esfuerzos a los cuales está sometido el material. En la Fig. 1.5 simbolizan estos tipos de ciclos de esfuerzos aplicados los cuales se representan como [2]:

- a) Esfuerzo alternante, $S_m + S_a$, donde S_m es el esfuerzo medio y S_a es el valor de la amplitud esfuerzo, pudiéndose observar que de acuerdo a la forma en la cual se aplique la carga, si esta última produce esfuerzos alternantes pasando por un valor nulo de esfuerzo medio, entonces se obtiene la gráfica en la cual se ven reflejados solamente los esfuerzos alternantes de magnitud similar pero de signo contrario, cuando $S_m = 0$ el esfuerzo de tracción máximo es igual al de compresión máximo,
- b) Esfuerzo fluctuante, se denomina de así a cualquier combinación de esfuerzo fluctuante que puede ser de tracción, compresión; y
- c) Esfuerzo de tracción, se da cuando S_m es igual a S_a , el esfuerzo mínimo del ciclo es cero y se denomina esfuerzo de tracción (o compresión) repetido o pulsante.

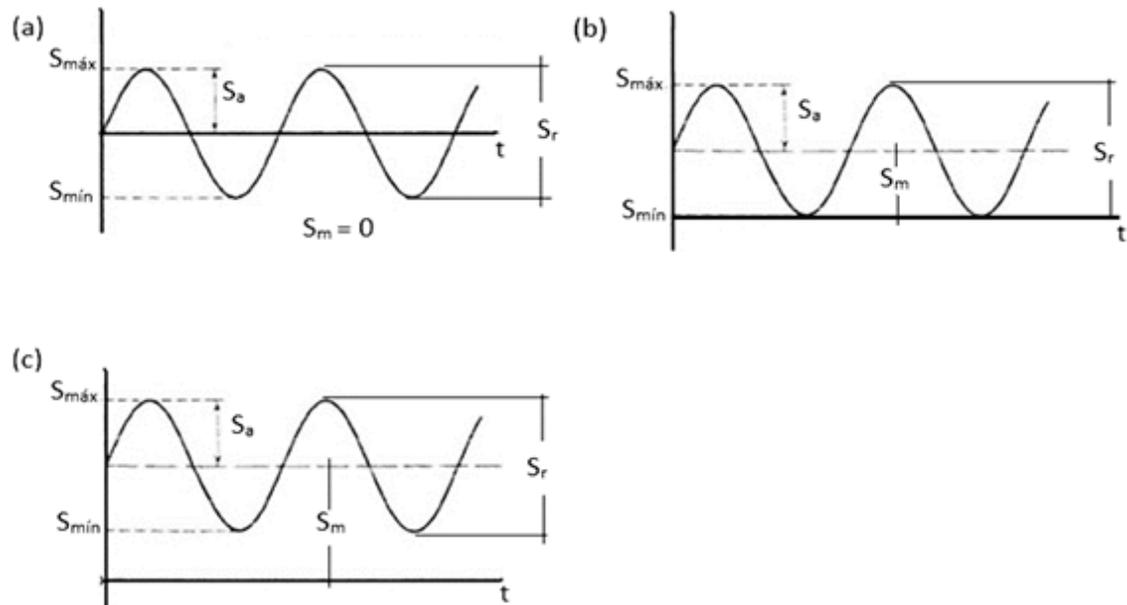


Fig. 1.5. Algunas relaciones de esfuerzo-tiempo en los materiales: (a) Esfuerzo alternante senoidal con inversión completa (tracción o compresión), en este caso $S_m + S_a$ (b) Esfuerzo fluctuante senoidal o tensión fluctuante, (c) Esfuerzo repetido o tensión pulsante cuando $S_m = S_a$ [2].

1.4. FRACTURA POR FATIGA

El fallo de los materiales metálicos debido a la fatiga tiene lugar por las cargas aplicadas en forma variable y repetida, que producen esfuerzos, llamados también esfuerzos cíclicos [1].

Existen casos en que los esfuerzos máximos reales son inferiores a la resistencia máxima a la tracción del material y muchas veces aún menores que la resistencia de fluencia. La característica más notable de estas fallas es que los esfuerzos se han repetido muchas veces. Dichos esfuerzos cíclicos pueden ocurrir como resultado de rotación, flexión o vibraciones [4].

Para que exista o se produzca una falla por fatiga deben estar presentes tres condiciones [4]:

Una tensión máxima de tracción de valor elevado,

Una variación o fluctuación suficientemente intensa de la tensión aplicada; y

Un extenso número de ciclos.

Existen otro tipo de variables que afectan la vida de la fatiga como las concentraciones de esfuerzo, temperatura, corrosión, microestructura, tensiones residuales y tensiones combinadas [4].

En regiones libres de defectos o de buen acabado superficial las grietas se inician debido a diminutos concentradores de esfuerzos ocasionados por deformación plástica localizada en bandas específicas de deslizamiento. Después de varios ciclos repetidos, se desarrolla una pequeña grieta en las intersecciones de estas bandas de deformación localizada con la superficie de la muestra [4].

La presencia de defectos internos también acorta el tiempo necesario para la iniciación de las grietas. Algunos de estos defectos pueden ser inclusiones no metálicas y en otros casos poros de gases atrapados en la aleación. Las fallas por fatiga usualmente ocurren en tres etapas Fig. 1.6 [5]:

- a) Primero se inicia una grieta minúscula en la mayoría de los casos sobre la superficie o en alguna zona de alta tensión, generalmente después de haberse aplicado la carga. Su rapidez de crecimiento depende de la magnitud de esfuerzo, del gradiente de esfuerzo, del límite de resistencia del material y de la presencia o ausencia de imperfecciones estructurales. Una variación en la carga cíclica da lugar a que se desarrollen pequeñas marcas denominadas marcas de playa sobre la superficie de fractura, las cuales indican la posición de la raíz de la fisura,
- b) A continuación la grieta se propaga gradualmente a medida que la carga sigue variando alternadamente. A veces puede distinguirse una segunda zona menos lisa en la cual la propagación de la grieta se ha efectuado con mayor velocidad, quizás en varios lugares a la vez, de modo que la superficie de fractura es irregular; y
- c) Finalmente, cuando la sección transversal restante del material resulta demasiado pequeña para soportar la carga aplicada, éste falla súbitamente por fractura. Esto ocurre en una tercera zona en donde se produce la fractura final cuando se reduce la sección y el material no puede soportar la aplicación

máxima de la carga. Esta zona puede tener un aspecto cristalino indicando que la fractura final fue frágil o un aspecto fibroso indicando una fractura final dúctil.

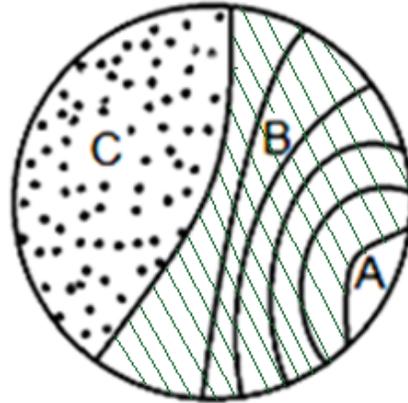


Fig. 1.6. Aspecto de las zonas de la superficie de fractura por fatiga: A Iniciación de la grieta por fatiga, B propagación de la grieta por fatiga, y C Zona de ruptura por sobrecarga

Las fracturas por fatiga se inician en los esfuerzos cortantes mediante un mecanismo que implica deslizamiento y endurecimiento por trabajado, formando eventualmente discontinuidades microscópicas que se desarrollan en fisuras (ver, Fig. 1.7) [5].

La Fig. 1.8 muestra que si, después de que se ha formado la fisura, el esfuerzo se reduce hasta un valor inferior al necesario para iniciarla, la fisura puede no propagarse más. Esto se produce probablemente por un incremento en resistencia, debido a endurecimiento por deformación en la punta de la fisura. Si la carga aplicada es suficientemente grande, la fisura avanzará en forma perpendicular al esfuerzo máximo de tracción. Una variación en la carga cíclica da lugar a que se desarrollen pequeñas marcas tipo arrecife o playa sobre la superficie de fractura, las cuales indican la posición de la raíz de la fisura progresiva en un momento dado. Como la sección se debilita gradualmente, la fisura crece más rápido y las marcas tipo concha de almeja son más separadas,

más grandes y se distinguen más; por tanto, cuando estas marcas se hallan presentes, proporcionan un medio de localizar el origen de la fractura con exactitud [5].

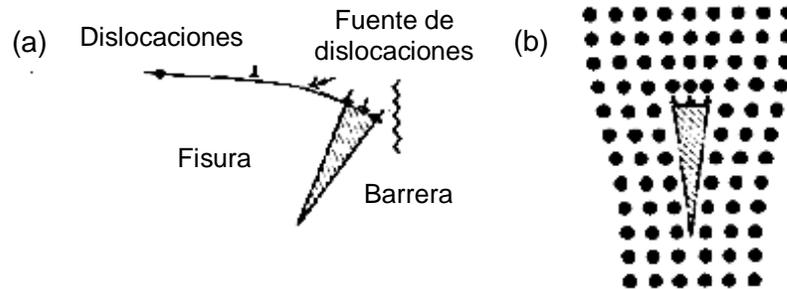


Fig. 1.7. Mecanismo de formación de fisura: (a) Dislocaciones de borde que se apilan en una barrera, (b) Tres dislocaciones apiladas que forman una fisura incipiente dentro de la red cristalina [5].

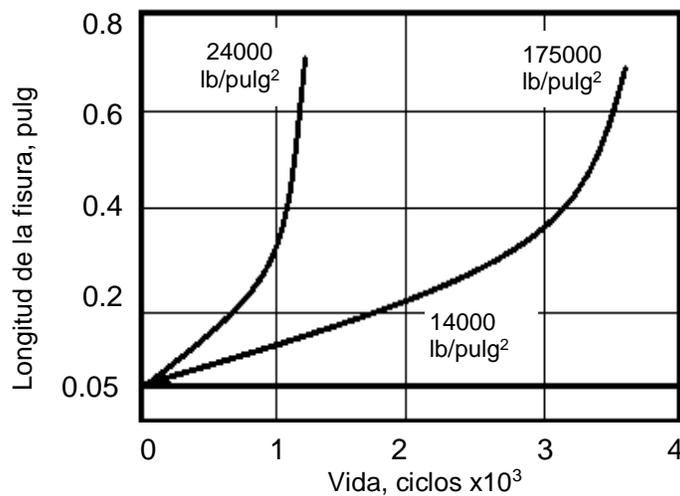


Fig. 1.8. Relación de la vida de la probeta con respecto a la longitud de la fisura [5].

1.5. FATIGA CORROSIÓN

La corrosión es la degradación de un metal por reacción electroquímica con su medio. Las reacciones electroquímicas exigen un electrolito conductor, cuyo soporte es el agua [4].

La acción combinada de la carga que produce fatiga y corrosión, hace que la falla se presente más pronto de lo que pueda esperarse si los dos efectos actúan por separado. Una explicación simplificada que se ha propuesto principia como picaduras iniciales por corrosión sirven como puntos de concentración de esfuerzos. Las películas protectoras, formadas como resultados de la corrosión, son débiles y frágiles. Por lo que se rompen por la deformación impuesta lo que expone al metal que no está protegido, el cual se corroe rápidamente, formando otra película, que también se rompe por la deformación cíclica y así sucesivamente. Entonces, el agujero inicial de la corrosión se convierte en una grieta por fatiga que se propaga con mayor rapidez de lo que puede explicarse al considerar la corrosión y la carga cíclica por separado [4].

Este tipo de fallas muestra decoloración en las superficies de propagación de la grieta [4].

1.5.1. FRACTURA CON CORROSIÓN

En un ambiente corrosivo se producen daños a la superficie de los materiales y por lo general el fallo para un nivel de carga ocurre en un número mucho menor de ciclos y no se observa un verdadero límite de fatiga. Los requisitos básicos para que suceda el proceso de corrosión es la existencia de [6]:

- a) Dos metales o fases cristalinas con diferente energía libre en la formación de sus estados catódicos.

b) Un electrolito, conductor eléctrico líquido, que contiene los elementos identificadores del medio corrosivo. El agua se constituye como electrolito, en merced a la disociación de sus iones.

La fatiga-corrosión puede considerarse como debida al efecto de los esfuerzos fluctuantes en un medio corrosivo además del aire mediante un proceso electroquímico [4].

Normalmente existen muchas más grietas que en un fallo por fatiga sin corrosión; esto se debe a que el ataque electroquímico se reduce a medida que la grieta crece; en consecuencia, la velocidad de propagación de la grieta disminuye, dando tiempo a que se formen más grietas. [4].

Los ensayos de fatiga llevados a cabo en atmósferas corrosivas en comparación a los llevados a cabo en aire; muestran que el efecto principal de la corrosión aumenta con la duración del ensayo. Las curvas S-N en los ensayos de fatiga-corrosión indican una tendencia mucho menor a llegar a ser horizontales y aun en un líquido corrosivo relativamente suave semejante al agua pura [4].

La resistencia de la fatiga-corrosión varía según el método de aplicación, porque la velocidad de la corrosión depende del suministro de oxígeno; por lo que la pulverización del líquido es mucho más dañina que la inmersión completa. Lo que conlleva a distintos valores de la resistencia a la fatiga-corrosión de un metal [4].

1.5.2. EFECTO DE LA NATURALEZA, CONCENTRACIÓN Y TEMPERATURA DEL MEDIO CORROSIVO

El efecto perjudicial aumenta con la concentración de la solución, pero se alcanza un límite debido a que la solubilidad del aire disminuye al aumentar la concentración de la solución y el oxígeno es necesario para que tenga lugar el proceso de fatiga-corrosión [4].

El ataque por corrosión aumenta con la temperatura, pero por otra parte puede limitarse su efecto por la disminución de la solubilidad del aire al aumentar la temperatura de la solución corrosiva. Estudios realizados por Fuller [7] en vapor, citados en la Tabla 1.1, indican que la presencia de oxígeno es el factor más importante; un chorro de vapor en aire, es considerablemente más dañino que la inmersión en vapor a 371 °C [4].

Tabla 1.1. Efecto del vapor de agua en la resistencia a la fatiga de aceros ensayados a fatiga por flexión rotativa a 2200 ciclos/min. El límite de fatiga basada en 50×10^6 ciclos.

Material	Resistencia a la tracción Ton/pulg ²	Resistencia a la fatiga Ton/pulg ²				
		En aire	Bajo un chorro de vapor en aire	En vapor a presión y templadas		
				0 lb/pulg ² 100°C	60 lb/pulg ² 148°C	220 lb/pulg ² 371°C
Acero 3.5 Ni	47	20.5	10.5		16	15.5
Acero 3.5 Ni	53	26	10.5	26	24	23.5
Acero 3.5 Ni, con depósito de Cr			18.5		20.5	
Acero inoxidable 12.5%Cr	45	27	14.5	24	24.5	24
Acero para nitruración con 0.36%C-1.5%Cr-1.2%Al, no nitrurado	55	33			28.5	22.5
Acero para nitruración con 0.36%C-1.5%Cr-1.2%Al, nitrurado		40.5	32.5		31	26

1.5.3. MECANISMO DE FATIGA-CORROSIÓN

La primera etapa en el proceso de fatiga-corrosión consiste en la formación de cavidades redondas sobre la superficie, similares a aquellas que tienen lugar por la corrosión en ausencia de esfuerzos. Después de esta etapa viene la progresión de las picaduras de corrosión o grietas, que se extienden desde el fondo de las cavidades hacia dentro del metal [4].

La velocidad de propagación de las picaduras tiende a decrecer cuando estas crecen, dando así tiempo para el crecimiento de posteriores picaduras antes de que tenga lugar la rotura como resultado de una grieta por fatiga normal, que se propaga desde el fondo de una de las picaduras [4].

La fatiga-corrosión es un proceso electroquímico. Algunas regiones de la superficie del metal son anódicas con respecto a otras como consecuencia de las irregularidades en la superficie o en las diferencias locales en la accesibilidad del oxígeno [4].

La superficie consta de un número elevado de partículas en las que los iones metálicos pasan a la solución en los ánodos. Este tipo de corrosión es muy dañina debido a que los productos de la corrosión se forman en la solución corrosiva, por lo que no existe posibilidad de suprimir la reacción como también por que el ataque se confina a las regiones anódicas lo cual puede ser más severo si el área anódica es mucho más pequeña que la catódica [4].

El efecto acelerador de la corrosión provocada por la fatiga se le puede atribuir a los siguientes factores en términos electroquímicos [4]:

- a) La distorsión o destrucción de la estructura cristalina del metal, lo que lo hace menos estable y más reactivo. Esto produce un cambio del potencial anódico en la dirección del metal base,
- b) La rotura de las películas protectoras, provocando una polarización anódica reducida,
- c) La separación de los productos de corrosión de otro modo retardarían el ataque, causando una resistencia reducida del electrolito entre cátodos y ánodos; y
- d) El aumento de la concentración del oxígeno, dando una polarización catódica reducida.

1.6. ALIVIO DE HIDRÓGENO

La presencia de hidrógeno puede reducir la ductilidad y causar una fragilización severa y la falla prematura en muchos metales, aleaciones y materiales no metálicos. Este fenómeno de fragilización por hidrógeno es mayormente severo en aceros de alta resistencia. Se presentan fuentes posibles de hidrógeno durante la fusión del metal, el limpiado químico (eliminación de los

óxidos superficiales mediante reacción química o electroquímica), la electrolisis, la electrodeposición y el vapor de agua en la atmosfera [1].

Durante la deposición, los átomos de hidrógeno al combinarse molecularmente causan agrietamiento en el recubrimiento, con lo cual se afectarían las propiedades mecánicas del conjunto sustrato-depósito. Aunque, en la literatura ha sido reportado que los aceros con una resistencia a la tracción inferior a 1,000 MPa no sufren agrietamiento por hidrógeno [8].

1.7. EFECTO DE LOS DEPÓSITOS AUTOCATALÍTICOS DE Ni-P SOBRE LA RESISTENCIA A LA FATIGA EN ACEROS

El comportamiento a la fatiga de un material metálico es afectado principalmente por la concentración local de tensiones que presente, pero también depende del esfuerzo aplicado de forma alternante y sus variables inmersas en el proceso (magnitud de la carga y número de inversiones) y es adversamente afectado por la corrosión, particularmente por la corrosión por frotamiento [4].

Berríos et al. (1998) estudio el comportamiento a la fatiga de un acero AISI 1045 recubierto con depósitos autocatalíticos de Ni-P, considerando como principal objeto de estudio la influencia del espesor del recubrimiento el sustrato [8].

El acero utilizado para el desarrollo de la investigación fue de la composición química presentada en la Tabla 1.2 [8].

Tabla 1.2. Composición química del acero AISI 1045 utilizado en el desarrollo de la investigación.

Elemento	C	Mn	Si	S	Fe
% en peso	0.43	0.52	0.11	0.011	Balance

Las probetas, posterior al maquinado en un Torno de Control Numérico Computarizado fueron recocidas en un horno eléctrico con cámara que maneja una atmosfera de Ar, a una temperatura de 820 °C durante 20 min [8].

Consideró tres tiempos de deposición autocatalítica (90, 180 y 360 min) obteniendo tres espesores de recubrimiento (7, 17 y 37 μm respectivamente), a una parte de las probetas recubiertas se les realizo un Post Tratamiento Térmico (PTT-1) a 200 °C durante 60 min y las probetas restantes se les realizo un Post Tratamiento Térmico escalonado a 200 °C durante 60 min seguido de un tratamiento a 400 °C durante 60 min (PTT-2). El PTT-1 fue utilizado para alivio de hidrógeno incubado durante la deposición del recubrimiento, y el PTT-2 realiza una recristalización del recubrimiento depositado [8].

Las curvas de resistencia a la fatiga para las distintas condiciones descritas son las presentadas en las Figs. 1.9 y 1.10 [8].

De los resultados de las Figs. 1.9 y 1.10, se resumen en la Tabla 1.3, en la cual se muestran los esfuerzos utilizados para el desarrollo del estudio y el porcentaje de variación de la vida a la fatiga para cada condición de sustrato-recubrimiento y PTT [8].

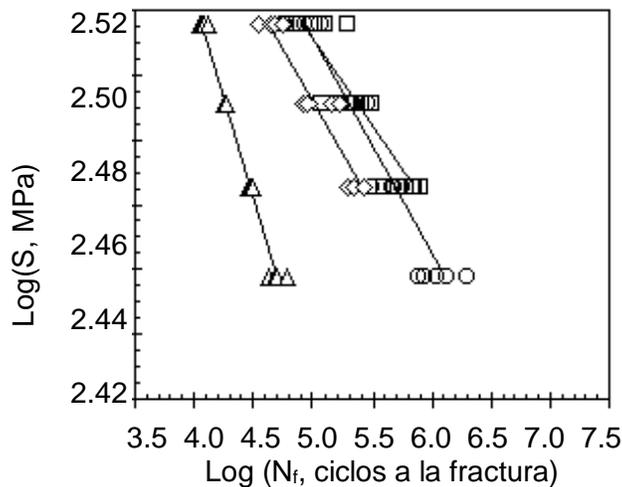


Fig. 1.9. Comportamiento a la fatiga al aire de: (\circ) sustrato de acero AISI 1045, y sustratos con recubrimiento EN con PTT-1 y espesor de: (\square) 7 μm , (\diamond) 17 μm y (Δ) 37 μm .

Las probetas recubiertas con un depósito de 7 μ m con PTT-1 no presentan cambios significativos en la resistencia a la fatiga comparada con los resultados obtenidos con las probetas sin recubrimiento, debido a que este tiene más de 10% en peso de P con lo cual posiblemente se desarrollan esfuerzos residuales de compresión en el recubrimiento tal como lo reportaron también Parker y Shah [9].

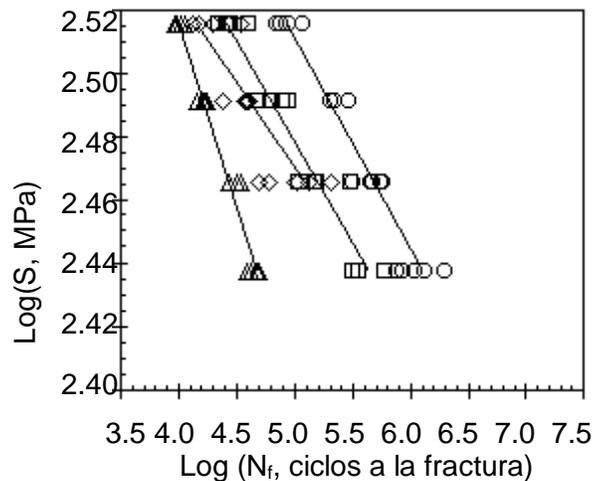


Fig. 1.10. Comportamiento a la fatiga al aire de: (○) sustrato de acero AISI 1045, y sustratos con recubrimiento EN con PTT-2 y espesor de: (□) 7 μ m, (◇) 17 μ m y (Δ) 37 μ m.

Tabla 1.3. Variación porcentual en la resistencia a la fatiga para cada condición del material recubierto, con respecto al sustrato.

Condición del conjunto	S, MPa	Variaciones, %
Subs-7 μ m con PTT-1	328	-7
	292	46
Subs-7 μ m con PTT-2	328	-70
	274	-66
Subs-17 μ m con PTT-1	328	-51
	292	-48
Subs-17 μ m con PTT-2	328	-84
	292	-76
Subs-37 μ m con PTT-1	328	-87
	274	.96
Subs-37 μ m con PTT-2	328	-88
	274	-96

Las probetas recubiertas con un depósito de $7\mu\text{m}$ con PTT-2 presentan una disminución en la resistencia a la fatiga en comparación con los resultados obtenidos de las probetas recubiertas y con PTT-1. Esto es debido a que durante la aplicación de la segunda etapa del PTT-2 (400°C durante 60 min), los esfuerzos residuales de compresión en el depósito cambian a esfuerzos residuales de tracción como consecuencia de los cambios de fase. Estos cambios de fase involucran la transformación de una fase amorfa a una cristalina, constituida por una matriz rica en Ni y precipitados de Ni_3P [8].

Las probetas recubiertas con un depósito de $17\mu\text{m}$ con PTT-1 presentan una disminución en la resistencia a la fatiga en comparación con los resultados obtenidos de las probetas sin recubrir, debido a que las primeras capas del recubrimiento sobre el sustrato tienen aproximadamente 8 % en peso de P con lo cual se desarrollan esfuerzos residuales de tracción [8].

Las probetas recubiertas con un depósito de $17\mu\text{m}$ con PTT-2 presentan una gran disminución en la resistencia a la fatiga en comparación con los resultados obtenidos de las probetas recubiertas con el mismo tipo y espesor pero con PTT-1. Esto es debido a que durante la segunda etapa del PTT-2 los esfuerzos residuales de tracción en el depósito son incrementados por el cambio de fase y, a la vez, el depósito al cristalizar pierde su carácter amorfo volviéndose más frágil [8].

Las probetas recubiertas con depósitos de $37\mu\text{m}$ con PTT-1 presentan una considerable disminución en la resistencia a la fatiga en comparación con los resultados obtenidos en las probetas sin recubrimiento, debido a que éste tiene una zona comprendida hasta de aproximadamente $10\mu\text{m}$ de espesor con esfuerzos residuales de tracción. Las capas del recubrimiento desde aproximadamente $10\mu\text{m}$ de espesor hasta la superficie tiene más de 10 % en peso de P con lo cual estarán en compresión, produciendo un incremento en los esfuerzos de tracción en la primera región del recubrimiento depositado sobre el sustrato [8].

Las probetas recubiertas con el depósito de $37\mu\text{m}$ con PTT-2 presentan una considerable disminución en la vida a la fatiga, al igual que las probetas

recubiertas con el mismo tipo y espesor pero con PTT-1. Esto se cree que es debido a que para ambos casos de PTT, los esfuerzos residuales de tracción en la región comprendida hasta aproximadamente 10 μm de espesor son superiores al esfuerzo necesario para nuclear la grieta por fatiga a un bajo número de ciclos, aunque durante el PTT-2 es posible que se pudiesen incrementar los esfuerzos residuales de tracción. De otra forma, esto puede ser atribuido a que la grieta por fatiga ya esté nucleada en el recubrimiento, antes de iniciar los ensayos de fatiga. Además, la mayor disminución en la resistencia a la fatiga fue obtenida para esta condición del material, siendo aproximadamente igual a 88 y 96 % [8].

G. Contreras estudió en 1999 el comportamiento a la fatiga de un acero AISI 1045 recubrimiento autocatalíticamente por Ni-P (EN), depositado a escala de laboratorio y escala industrial, los experimentos a la fatiga se realizaron al aire, a una frecuencia de 50 Hz, en rangos de esfuerzos de 292-346 MPa [10].

La composición química del acero AISI 1045 utilizada para el desarrollo del estudio en % en peso se presenta en la tabla 1.4, el material provisto fue una barra redonda aproximadamente de 12.7 mm de diámetro y 6 m de longitud [10].

Tabla 1.4. Composición química del acero AISI 1045 utilizado en el desarrollo de la investigación.

Elemento	C	Mn	S	P	Fe
% en peso	0.43	0.65	0.11	<0.02	Balance

El maquinado fue realizado de acuerdo a la norma ASTM standard E606. Todos los ejemplares posterior al maquinado fueron recocidos en un horno a 825 °C por 20 min en una atmosfera de Ar, fueron enfriados dentro de la misma cámara del horno para evitar la oxidación por aproximadamente 24 h. Subsecuentemente las probetas fueron lijados con papel lija de malla 600-1200 para un acabado de pulido. Así, 40 de estas probetas se desengrasaron en una solución al 5 % Vol de HCl entre 75-80 °C durante 7 min y luego enjuagados en agua destilada, enjuagados de nuevo en bicarbonato de sodio (100 g/L) y nuevamente enjuagadas en agua [10].

La deposición a escala industrial fue realizada utilizando un baño de sulfato de níquel con composición de 30 g/L, 30 g/L de hipofosfito de sodio, 35 g/L de ácido málico, 1.5 ppm de sulfito conductor y un estabilizador, la composición del pH se mantuvo aproximadamente en 4.6-4.8, esto significa que la temperatura osciló entre los 85-90 °C. La deposición varió entre 12-15 $\mu\text{m}/\text{h}$ y el proceso fue realizado por aproximadamente 180 min obteniendo un espesor de aproximadamente 24-30 μm [10].

La deposición en escala a laboratorio fue realizada en un baño de composición química de 21 g/L de cloruro de níquel, 24 g/L de sodio de hipofosfito, 30 g/L cloruro de amonio y 45 g/L de citrato de sodio. La deposición fue realizada a un pH de 8 a 70 °C, manteniendo el volumen de la solución de área aproximadamente a 60 mL/cm². El baño ha sido continuamente agitado y depositado por 180 min obteniendo un recubrimiento de 17 μm de espesor [10].

Los post tratamientos térmicos utilizados se realizaron solamente a las probetas recubiertas a escala de laboratorio, el desarrollo experimental se llevó a cabo de la siguiente manera el PTT-1 se realizó en un horno con atmósfera de Ar, a 200 °C por 1 h y el PTT-2 se realizó en el mismo horno a 400 °C por 1 h [10].

Los resultados obtenidos de la vida a la fatiga son los presentados en la Fig. 11, para condiciones sin recubrimiento, con recubrimiento de 25 μm , 17 μm con PTT-1 y PTT-2 [10].

Los resultados obtenidos fueron que ambos recubrimientos por deposición autocatalítica se presentó una reducción en la vida a la fatiga del material, pero se presentó un mayor decremento en las probetas recubiertas a escala de laboratorio con PTT-2. Esta reducción es debida a la nucleación de grietas en el depósito, más bien en el sustrato, en la intercara sustrato-recubrimiento [10].

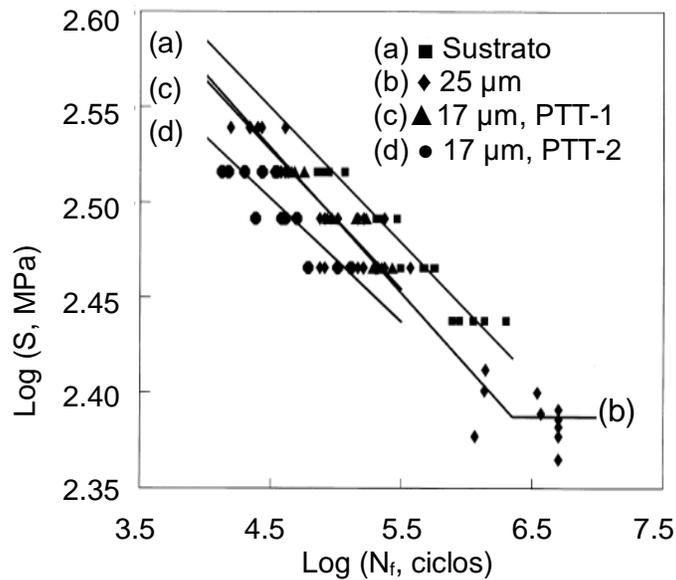


Fig.1.11. Resultados obtenidos en esfuerzo alternante en MPa vs la escala logarítmica del número de ciclo hasta la falla del material en las condiciones: a) sin recubrimiento, b) recubrimiento a escala industrial, c) recubrimiento a escala de laboratorio con PTT-1 y d) recubrimiento a escala de laboratorio con PTT-2.

Este hecho es considerado como uno de los más importantes, indicando que el comportamiento a la fatiga del sustrato-recubrimiento puede ser determinado por la síntesis de depósito autocatalítico de Ni-P. La nucleación de fracturas en la superficie recubierta por depósitos autocatalíticos de Ni-P subsecuentemente mejoraron por tres aspectos: la microestructura característica de la superficie de los depósitos, los esfuerzos predominantes que se encuentran presentes en el recubrimiento y la degradación de las propiedades a la fatiga del recubrimiento por la intercara a la superficie. Sucesivamente, el esfuerzo residual presente en el depósito puede ser modificado por el contenido de P y el espesor del recubrimiento [10].

En la nucleación y propagación de la grieta por el recubrimiento autocatalítico de Ni-P al sustrato es más fácil que la nucleación se presente en la superficie no recubierta del material, los componentes del recubrimiento siempre muestran una reducción en el rendimiento a la fatiga, previendo que la calidad de la metalurgia en la unión entre el recubrimiento y el sustrato es relativamente

buena. Un incremento aproximado de 2 % en peso de P en el contenido del depósito, compensa la reducción en la vida a la fatiga inducida por el incremento en el recubrimiento de espesor de 8 μm . la específica para diseñar fue propuesta en orden de calcular la reducción del esfuerzo en la fatiga en el sustrato, una vez que el recubrimiento ha sido depositado [10].

Garcés et al. (1999) reportaron el comportamiento a la fatiga de un recubrimiento de depósitos electrolíticos de un acero AISI 4340 templado y revenido, evaluando las condiciones a) sin recubrimiento, b) recubierto con depósito autocatalítico de Ni-P (EN) con contenido de P aproximadamente de 12-14% en peso y c) depositado con recubrimiento autocatalítico, proseguido de dos Post Tratamientos Térmicos: de 200 °C por 1 h y 400 °C por 1 h [11].

El acero AISI 4340 utilizado para la investigación presentó la composición química que se presenta en la Tabla 1.5 [11].

Tabla 1.5. Composición química del acero AISI 4340 para el desarrollo de la investigación.

Elemento	C	Mn	Si	Cr	Mo	Ni
% en peso	0.34	0.50	0.50	0.15	0.20	1.50

La norma utilizada para la fabricación de las probetas fue la ASTM estándar E606. Al espécimen se le aplicó un proceso térmico de templado y revenido, posteriormente fue pulida con papel lija de malla 600 a 1200, cincuenta y seis de estas probetas fueron desgrasadas con una solución al 5% de HCl a 75-80°C por 7 min, enjuagado con agua destilada, enjuagado con bicarbonato de sodio (100 g/L) y enjuagado en agua: La deposición se realizó de forma industrial aplicando un baño compuesto por 30 g/L de sulfato de níquel, 30 g/L de hipofosfito de sodio, 35 g/L ácido málico, 1.5 ppm de solución conductora, 10 g/L de estabilizador [11].

Durante la deposición el pH se mantuvo aproximadamente a 5, a una temperatura aproximada de 85 °C, la deposición produjo un rango de espesores de aproximadamente 12 $\mu\text{m}/\text{h}$ y el proceso fue realizado por 2 h obteniendo un espesor de 24 μm . El espesor fue verificado por la técnica de formación de

cráteres de bola (Calotest, CSEM) y análisis (LECO 500). Veinticuatro de las probetas fueron tratados térmicamente en argón inicialmente a 200 °C por 1 h y subsecuentemente a 400 °C por 1 h. El análisis químico por la técnica SEM (Hitachi S-2400). La observación fue realizada a un potencial de 20 kV [11].

Los resultados obtenidos al desarrollar el ensayo son los mostrados en la Tabla 1.6 y la Fig. 1.12 muestra los datos tabulados [11].

El recubrimiento de acero AISI 4340 templado y revenido con depósitos EN muestra una reducción significativa en la vida a la fatiga del material. Tal reducción, a una amplitud de esfuerzo de 590 MPa, puede alcanzar aproximadamente un 78% en la condición de recubierto y un 92% posterior al Post Tratamiento Térmico [11].

Tabla 1.6. Número de ciclos de falla N_f contra amplitud de esfuerzo S para probetas no recubiertas y recubiertas en las distintas condiciones.

S, MPa	Sustrato	Depositado	Depositado y con post tratamiento térmico.
442			39520 ± 8698
546			33780 ± 8611
590	278538 ± 144864	62160 ± 10999	22980 ± 5151
611	169913 ± 36699	49900 ± 6321	
634	95100 ± 33011	40860 ± 14830	
663	65125 ± 6752	32960 ± 3128	16400 ± 3883

Así, de acuerdo a los resultados presentados en la Tabla 1.6, la reducción en la vida a la fatiga del material cuando es recubierto con este tipo de depósitos es mucho más significativa que lo reportado previamente, esto muestra un decremento en la vida a la fatiga ocurre como respuesta de la transmisión de la grieta del recubrimiento al sustrato, un proceso que se cree es provocado por el enlace metálico establecido entre ellos. La continuidad de ciertas características de fractura entre el recubrimiento y el sustrato observado por el análisis de las superficies fracturadas [11].

En el presente caso, debido a la diferencia significativa que existe entre las propiedades elásticas y plásticas del recubrimiento y el sustrato, la adherencia del depósito y la base del metal es bastante pobre, lo anterior es basado en la

observación de la extensa grieta a lo largo del depósito-sustrato, posterior al ensayo de fatiga y la separación del recubrimiento y metal base durante el ensayo de tracción. Así el grado de adherencia es encontrado es lo suficiente para transferir la grieta del recubrimiento al sustrato [11].

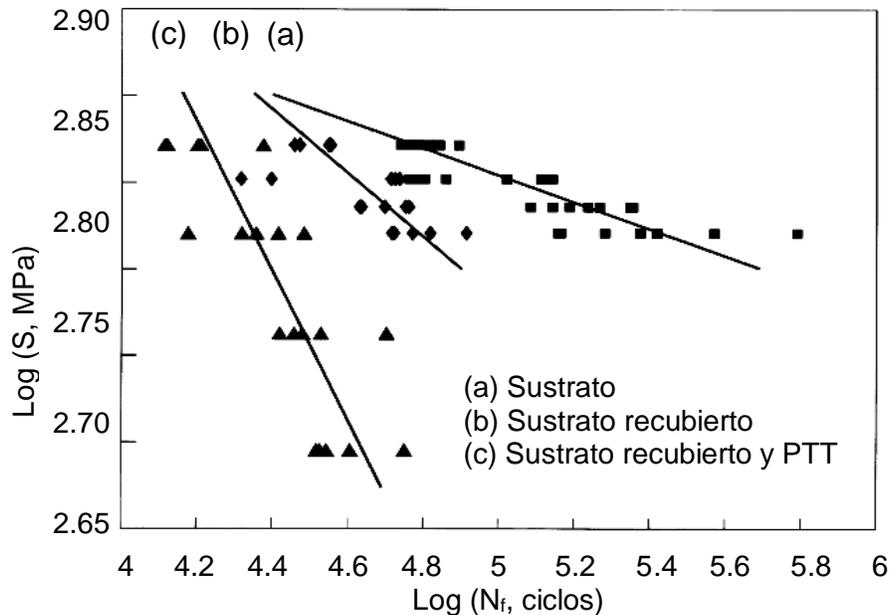


Fig. 1.12. Número de ciclos para la fractura (N_f) en función del esfuerzo alternante aplicado (S) al material no recubierto, recubierto y recubierto más PTT.

1.8. TÉCNICA DE DEPOSICIÓN AUTOCATALÍTICA DE Ni-P

Wurtz en 1844 descubrió que el níquel puede ser depositado a partir de soluciones de sales mediante una reducción química con hipofosfito. Subsecuentemente, Brenner y Ridell en 1946 formularon la primera solución, la cual consiste principalmente de iones de metal, agentes reductores, agentes acomplejantes y estabilizantes. Posteriormente, Lukes en 1964 propuso un mecanismo de reducción empleando la deshidrogenación autocatalítica del hipofosfito para producir la transferencia de un hidruro a la superficie catalítica [12, 13, 14].

En general, la deposición está caracterizado por la reducción selectiva de iones metálicos solo en la superficie de un sustrato catalítico inmerso en una solución acuosa de iones del metal con una continua deposición sobre el sustrato a través de la acción catalítica propia de los depósitos [8].

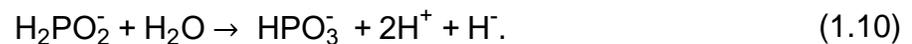
El proceso de deposición autocatalítica puede ser dividido en cinco etapas elementales [8]:

- Difusión de las especies reactantes a la superficie
- Adsorción de los reactantes en la superficie
- Reacción química en la superficie
- Desorción de los productos de reacción desde la superficie
- Difusión de los productos al resto de la solución

Se considera que estas etapas ocurren de manera consecutiva y la etapa que posea la menor velocidad será la etapa controlante del proceso de deposición [8].

1.8.1. REACCIONES QUÍMICAS

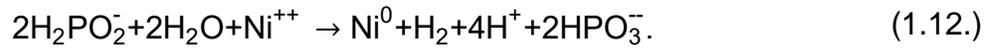
La reacción fundamental que caracteriza el proceso de deposición de Ni-P está representada en la Ec. (1.10) [8]:



Luego el hidrógeno (H^-) reacciona con los iones metálicos (Ni^{++} o especies hidratadas NiOH^+), Ec. (1.11) [8]:



La reacción total puede ser interpretada como, Ec. (1.12):



También, una reacción secundaria toma lugar, la cual produce una disminución de la eficiencia del agente reductor (hipofosfito), como la mostrada en la Ec. (1.13) [8]:



De acuerdo a la Ec. 1.12 dos moles de hipofosfito deben producir 1 átomo/gramo de Ni, pero en la práctica debido a la Ec. (1.13) sólo se deposita 0,7 átomo/gramo de Ni [8].

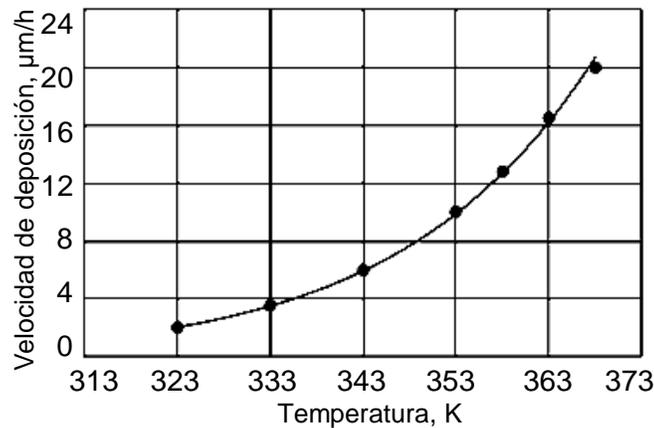


Fig. 1.13. Velocidad de deposición en función de la temperatura de deposición [15].

Para la obtención de un depósito de Ni-P de cierto espesor y de composición química deseada, se tiene que estudiar previamente la temperatura de la solución durante la deposición Fig. 1.13 y la composición de la solución Fig. 1.14, respectivamente [8].

Por último, el presente trabajo ha sido conducido con la finalidad de estudiar el comportamiento a la fatiga de un acero AISI 1020 ensayado al aire y en un ambiente corrosivo al 3% de NaCl, sin y con recubrimiento autocatalítico

de Ni-P, bajo dos condiciones de PTT, sobre la resistencia a la fatiga en estado de recocido. Los dos PTT son [8]:

a) 200 °C durante 60 min; y

b) 400 °C durante 60 min.

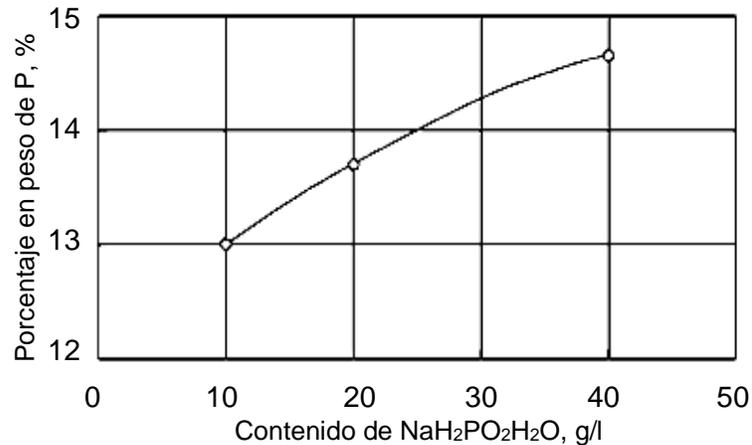


Fig. 1.14. Contenido de fósforo en el depósito en función de la concentración de hipofosfito de sodio en la solución [16].

1.8.2. COMPOSICIÓN DEL BAÑO AUTOCATALÍTICO DE NI-P

Las propiedades físicas y químicas de los depósitos autocatalíticos de níquel dependen de su composición, la cual a su vez depende de las condiciones de operación durante el proceso de deposición. Los constituyentes típicos de una solución autocatalítica de níquel son [17]:

- Fuente de níquel
- Agente reductor
- Agentes acomplejantes
- Estabilizadores - inhibidores
- Reguladores de pH
- Energía
- Agitación

Cada uno de estos agentes ejerce una acción específica en la solución y mantienen de esta manera las condiciones óptimas para la continuidad del proceso de deposición [17].

1.8.3. FUENTE DE NÍQUEL

La principal fuente de níquel, empleada para la deposición autocatalítica la constituye el sulfato de Ni. Otras sales de níquel, tales como el cloruro de níquel y el acetato de níquel, son empleadas en aplicaciones muy limitadas [17].

1.8.4. AGENTE REDUCTOR

Para la reducción química de los iones de níquel presentes en la solución autocatalítica pueden emplearse agentes a base de fósforo, boro o nitrógeno. Los más comunes son hipofosfito, boro hidruros, amino boranos o hidracina. Para la reducción con fósforo es ampliamente empleado el hipofosfito de sodio, $\text{NaH}_2\text{PO}_2 - \text{H}_2\text{O}$, el cual consiste en cristales higroscópicos incoloros los cuales son fácilmente solubles en agua [17].

1.8.5. ACOMPLEJANTES

Los agentes acomplejantes son añadidos a las soluciones de autocatalítico níquel con el fin de regular o controlar la cantidad de níquel libre durante el proceso de deposición. De esta manera, se previene la descomposición del baño, la cual podría presentarse por efecto de la precipitación de sales o compuestos de níquel. Estos agentes también son capaces de controlar la reacción de deposición de níquel, de manera que ésta ocurra únicamente sobre la superficie catalítica. Ejemplos de agentes acomplejantes lo constituyen los ácidos orgánicos y sus sales [17].

1.8.6. ESTABILIZADORES – INHIBIDORES

Las soluciones de deposición por autocatalítico níquel son capaces de operar bajo condiciones normales durante períodos prolongados de tiempo, sin la necesidad de ser empleados ningún tipo de agente estabilizador. Sin embargo, la descomposición del baño puede ocurrir espontáneamente de manera inesperada [17].

La descomposición espontánea del baño puede ser controlada al añadir pequeñas cantidades (trazas) de inhibidores catalíticos a la solución. Estos inhibidores son absorbidos por cualquier partícula coloidal presente en la solución, impidiendo de esta manera la reducción del níquel sobre su superficie [17].

1.8.7. REGULADORES DE pH Y BUFFERS

La formación de iones H^+ como producto de la reducción del Níquel, produce una disminución de los valores de pH en la solución. La variación o cambios en los valores de pH ocasionan variaciones tanto en las condiciones de deposición como en la concentración de los elementos depositados, y éstas, a su vez, en las propiedades del producto final. La Fig. 1.15 ilustra los cambios en la velocidad de deposición y contenido de fósforo en el depósito por efecto de variaciones en los valores de pH [17].

Para controlar las variaciones producidas en los valores de pH, se emplean generalmente los “buffers”; las cuales son sustancias o mezcla de sustancias que añadidas a una solución son capaces de neutralizar tanto ácidos como bases, sin generar cambios apreciables en el pH original. La eficiencia o capacidad de un “buffer”, por tanto, puede ser medida por medio de la cantidad de ácido requerido para producir un cambio en un valor determinado de pH. Mientras mayor sea la cantidad de ácido para producir el cambio en el pH en

presencia del “buffer”, mayor será la eficiencia de este agente. Esta relación puede ser observada en la Fig. 1.16 [17].

Aun cuando los “buffers” ayudan a mantener los valores de pH, sin producir variaciones apreciables, para prolongados tiempos de deposición, se pueden generar disminuciones repentinas en el pH, por lo que es necesario monitorear y neutralizar el exceso de H⁺ en la solución por medio de la adición de agentes reguladores de pH [17].

Entre los reguladores de pH más comúnmente utilizados se encuentran los compuestos alcalinos hidróxidos y soluciones de amonio. El efecto que producen estos agentes en las soluciones de autocatalítico es mostrado en la Fig. 1.17 [17].

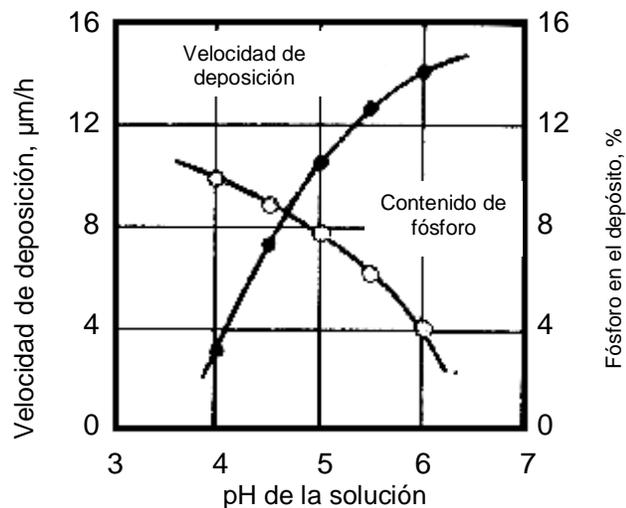


Fig. 1.15. Efecto del pH de la solución en la velocidad de deposición y el contenido de fósforo en el depósito.

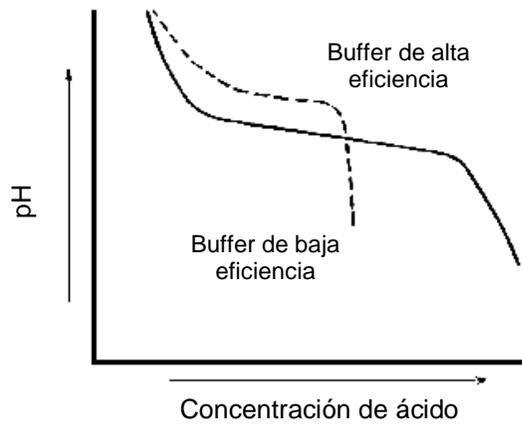


Fig. 1.16. Eficiencia de los Buffers

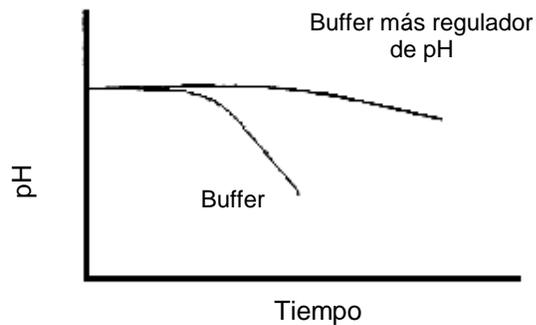


Fig. 1.17. Efecto de los reguladores de pH en la solución autocatalítica.

1.8.8. ACELERADORES

Para contrarrestar el efecto de los acomplejantes, los cuales generan disminuciones considerables en la velocidad de deposición, se introducen en la solución de deposición pequeñas cantidades de aditivos orgánicos denominados aceleradores [17].

Según las investigaciones, se cree que los aceleradores actúan en el enlace de los átomos de hidrógeno y fósforo en la molécula de hipofosfito (reductor con fósforo), permitiendo que el hidrógeno sea removido más fácilmente y adsorbido sobre la superficie catalítica [17].

El acelerador utilizado con mayor frecuencia en los baños que contienen al hipofosfito como agente reductor, es el ácido succínico. El efecto de este tipo de acelerador en la velocidad de deposición es ilustrado en la Fig. 1.18 [17].

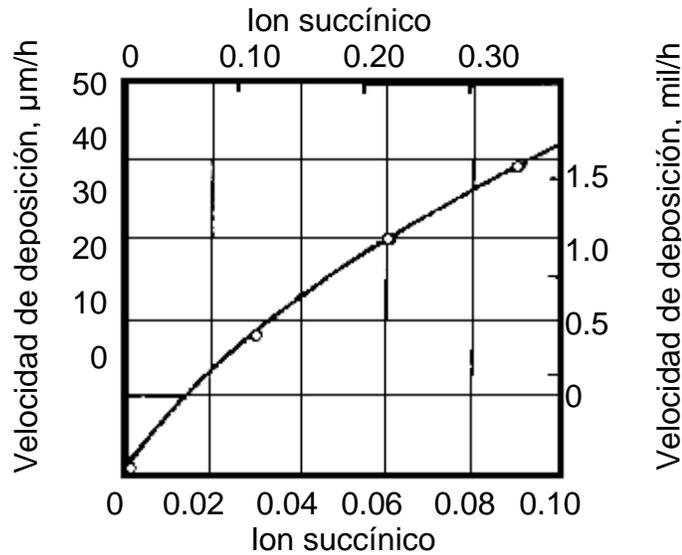


Fig. 1.18. Efecto del ácido succínico en la velocidad de deposición.

1.8.9. ENERGÍA

La cantidad de energía requerida por el sistema es uno de los factores más importantes capaces de afectar la cinética y velocidad de las reacciones. La velocidad de deposición es usualmente muy lenta a temperaturas por debajo de $65\text{ }^{\circ}\text{C}$, pero incrementa rápidamente con el incremento de la temperatura. Para el caso de las soluciones reducidas con hipofosfito de sodio varía la composición de los depósitos de níquel fósforo de acuerdo con la variación de la temperatura, cuando ésta aumenta, disminuye el fósforo, y el caso contrario cuando la temperatura disminuye, el fósforo se incrementa [17].

1.8.10. AGITACIÓN

Se ha observado que la agitación generada por las corrientes convectivas, por el efecto del incremento de la temperatura, resulta beneficioso tanto para el transporte de reactantes a la superficie a recubrir, como para la remoción de los productos de reacción de la zona de deposición. De esta manera la eficiencia en el transporte de las especies del baño está vinculado con la agitación de la solución [17].

Los niveles de temperatura del baño, sin embargo, no pueden sobrepasar por lo general, los 100°C, con el objeto de brindar la agitación y remoción deseada de los productos de reacción, por esta razón, es necesario adicionar al baño, componentes o corrientes de aire externas que permitan una agitación adecuada de la solución [17].

1.8.11. APLICACIONES DEL PROCESO DE RECUBRIMIENTO AUTOCATALÍTICO DE Ni-P

La aplicación del proceso de recubrimiento autocatalítico de Ni-P ha sido extensamente desarrollada por el hecho de que se puede aplicar a materiales tanto conductores y no conductores, como a piezas de formas simples o complejas. Sus aplicaciones se clasifican en dos tipos [18]:

a) En términos del sector industrial con el que se relaciona la pieza a recubrir; y
b) En función del material a recubrir (sustrato) en el cual se deposita el recubrimiento autocatalítico de Ni-P; así, los plásticos, aceros, aluminios y diversas aleaciones que frecuentemente son usadas como sustrato podrían formar la base para dicha clasificación.

En esta sección se especifican varias aplicaciones de este procedimiento, tomando como base la clasificación en función de los sectores industriales, nombrando algunos ejemplos y espesores de recubrimiento típicos usados en cada uno de ellos [18].

Aspectos importantes para su aplicación. Los aspectos que motivan realizar aplicaciones de esta técnica son muchos, entre los cuales se pueden citar [18]:

- a) Se puede recubrir materiales no conductores, lo cual brinda una gran ventaja respecto a los procesos electrolíticos convencionales. Esto se logra con una adecuada y particular activación de la superficie para cada caso. La aplicación de estos recubrimientos puede ser para uso industrial o para decoración,
- b) Sustratos como el aluminio y acero pueden ser recubiertos con esta técnica permitiendo mejorar sus propiedades superficiales como resistencia a la corrosión, lo cual permite disponer de sustitutos de los aceros inoxidable, los cuales son costosos y muy difíciles de maquinar,
- c) Materiales utilizados como sustratos relativamente blandos con pobre resistencia a la abrasión, pueden ser recubiertos con el fin de incrementar su dureza y tener una mayor resistencia superficial,
- d) Permite recubrir piezas de forma complejas; y
- e) Algunos sustratos pueden incrementar su soldabilidad, usando el proceso autocatalítico de Ni-P.

Finalmente, en este capítulo se recopiló información sobre conceptos generales de fatiga, tipos de esfuerzos en fatiga, el comportamiento a la fatiga-corrosión, alivio de hidrógeno y técnica de deposición autocatalítica de Ni-P, a partir de esta información se continúa con el capítulo siguiente, en el cual se presentará el diseño experimental del estudio del comportamiento a la fatiga al aire y fatiga-corrosión de un acero AISI 1020 recubierto mediante la técnica de deposición autocatalítica de Ni-P con post-tratamientos térmicos de alivio de hidrógeno y de endurecimiento del recubrimiento.

2. DISEÑO EXPERIMENTAL

El presente capítulo está orientado a determinar el proceso de elaboración de las probetas para seis condiciones diferentes de ensayo de fatiga flexión rotativa: (i) sustrato en condición de recocido ensayado a fatiga al aire, (ii) sustrato en condición de recocido ensayado a fatiga en un ambiente corrosivo, (iii) sustrato con recubrimiento autocatalítico de Ni-P y post-tratamiento térmico a 200 °C durante 1 h (PTT-1) ensayado a fatiga al aire, (iv) sustrato con recubrimiento autocatalítico de Ni-P y PTT-1 ensayado a fatiga en un ambiente corrosivo, (v) sustrato con recubrimiento autocatalítico de Ni-P y doble post-tratamiento térmico a 200 °C durante 1 h y a 400 °C durante 1 h (PTT-2) ensayado a fatiga al aire y (vi) sustrato con recubrimiento autocatalítico de Ni-P y PTT-2 ensayado a fatiga en un ambiente corrosivo.

Además, se realiza una instrucción referente a la descripción de los recursos necesarios para realizar los recubrimientos autocatalíticos de Ni-P y para el pos-tratamiento térmico de alivio de hidrógeno.

También, se presenta información acerca del uso de la máquina de fatiga por flexión rotativa en donde se realizarán los ensayos.

Así, en este capítulo se describirá todo el proceso para la obtención de probetas hasta estar listas para ser ensayadas.

2.1. FLUJOGRAMA DE LA METODOLOGÍA EXPERIMENTAL

Es necesario representar de forma sistemática y ordenada los pasos que se seguirán para desarrollar el experimento. Es por ello, que se hará uso de un flujograma (ver, Fig. 2.1) iniciando con el dimensionamiento necesario de las probetas, continuando con la descripción de todas las etapas del proceso para la obtención de las probetas listas para ser ensayadas, la realización de los ensayos y un estudio fractográfico.

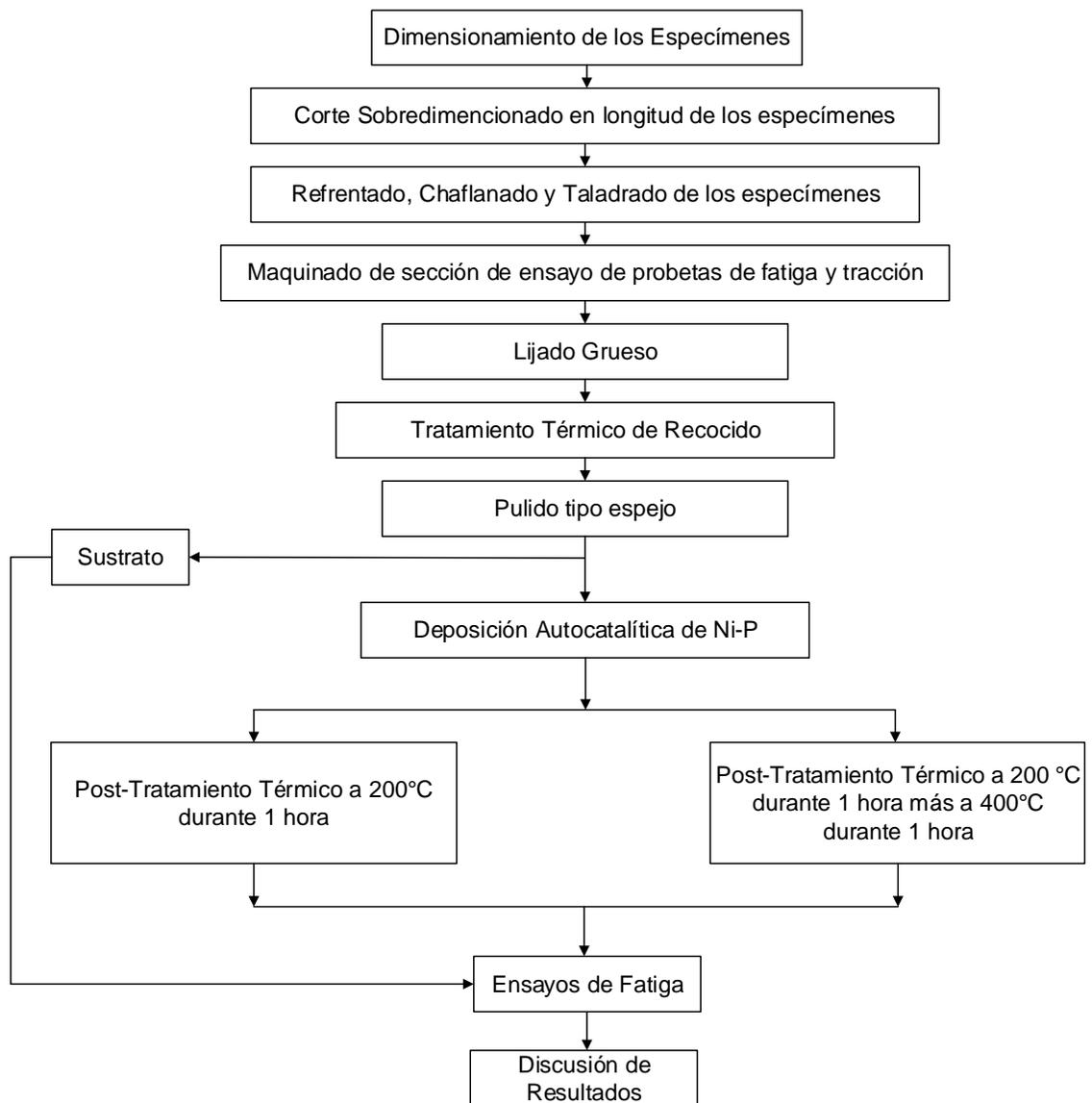


Fig. 2.1. Flujo de actividades para el desarrollo del experimento.

2.2. DIMENSIONAMIENTO DE PROBETAS

El dimensionamiento de las probetas se realizó con base a el manual de la máquina para ensayos de fatiga por flexión rotativa marca GUNT modelo WP 140, con el fin de que cada probeta fabricada sea compatible con el equipo de pruebas [19].

El diámetro mayor de la probeta de fatiga es de 12 mm, con una medida real que oscila entre 12.00 y 11.96 mm debido al ajuste, la longitud de esa sección es de 40 mm para una buena sujeción en la mordaza de la máquina ya que para evitar fallos en el agarre de estas probetas este extremos es de mayor sección, el diámetro menor es de 8.00 mm, permitiendo una tolerancia que oscila entre 7.99 y 7.97 mm, en ese extremo se prefirió utilizar 7.97 mm debido a que se facilita el montaje de la probeta en el rodamiento del equipo, la longitud del cilindrado de menor diámetro es de 104.00 mm, y en la unión entre las dos secciones de diferente diámetro la probeta posee un radio de 2.00 mm, para este caso cumpliendo con las recomendaciones del manual y con la norma que rige el ensayo, la longitud total de las probetas es de 146 mm, en cada extremo se maquinó un chaflán de 1 mm a 45°, con el fin de eliminar las aristas vivas, el resumen de las dimensiones de las probetas maquinadas se presentan en la Fig. 2.2.

Las probeta se pulieron utilizando diferentes tipos de papel lija, desde una más burda (papel lija número 100) hasta una más fina (papel lija número 1500) con el fin de quitar las rayas del maquinado y se consigue totalmente lijadas diagonalmente o en dirección longitudinal.

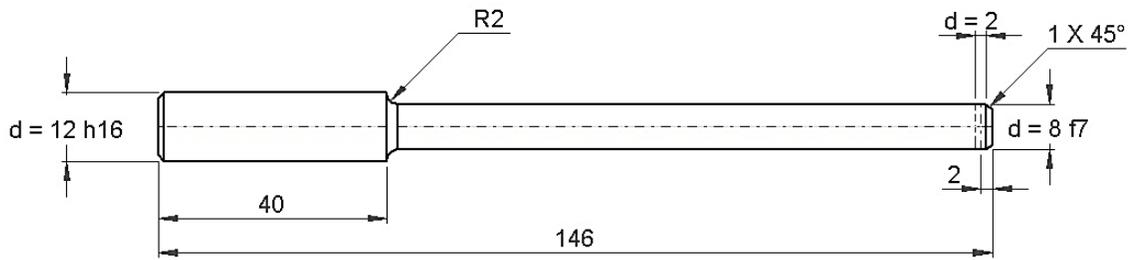


Fig. 2.2. Dimensiones de las probetas para fatiga por flexión rotativa a utilizar.

2.3. MAQUINADO DE LAS PROBETAS

El acero AISI 1020 (metal base) en barra cilíndrica de diámetro 12.7 mm (½ pulg) en estado de recocido, presenta una composición química tal como se presenta en la Tabla 2.1, la cual fue proporcionada por la empresa ABASTEINSA de C.V.

Tabla 2.1. Composición Química del acero AISI 1020, datos extraídos de la carta del material, proporcionada por ABASTEINSA de C.V.

Elemento	C	Mn	Si	P	S	Fe
% en peso	0.18-0.22	0.60	0.20	0.22	0.11	Balance

El maquinado de las probetas se llevó a cabo en un torno convencional marca COMEC, modelo TGA 180 N, que se encuentra ubicado en la Unidad Productiva Metal Mecánica, de la Escuela de Ingeniería Mecánica, Fig. 2.3.



Fig. 2.3. Torno convencional marca COMEC, modelo TGA 180 N.

El proceso de obtención de probetas se inició con un corte sobredimensionando de los especímenes a 164 mm de longitud, con sierra manual y sujetando la barra de acero en una prensa mecánica; posteriormente, en el torno se refrentaron ambas caras y luego se perforaron con una broca de centrar con el fin de poder ser alojados en el centro punto para la realización de las otras operaciones, se continuó con el cilindrado de una longitud de 111 mm

efectuado por medio de varias pasadas hasta llegar a un diámetro de 8 mm, subsiguientemente de esto se efectuó un cambio de buril para poder realizar el radio de empalme, el cual es 2 mm, luego se realizó el cilindrado en la parte que servirá para sujetar la probeta quedando un diámetro final de 12 mm con una longitud de 47 mm. Después se realizó el pulido utilizando papel lija desde el tipo basta 100 hasta una fina 1200. Finalizando con un corte con sierra manual y refrentado en ambas caras para dar dimensiones finales y eliminar los agujeros de centrar, para terminar con la elaboración de las probetas se realizaron los víseles a 45° en los dos extremos.

Con la finalidad de disponer de una forma para poder colgar las probetas durante la deposición se realizó un agujero en el extremo de la probeta, con un taladro industrial marca Muller Machines SA, modelo Super Condor 40 que se encuentra ubicado en la Unidad Productiva Metal Mecánica, de la Escuela de Ingeniería Mecánica, Fig. 2.4. El proceso inicia con la realización de una pequeña marca con un punzón y martillo que sirve para evitar que haya deslizamiento de la broca durante el inicio del maquinado, luego se realiza la perforación del agujero y a continuación de esto se ejecutó una operación de desbarbado de la viruta de la parte inferior del agujero en la salida de la broca, y se realizó un lijado con papel lija fina. Luego de esto cada probeta se coloca en una bandeja con aceite para protegerla de la oxidación Fig. 2.5.



Fig. 2.4. Taladro industrial marca Muller Machines SA, modelo Super Condor 40.



Fig. 2.5 Bandeja con probetas en aceite.

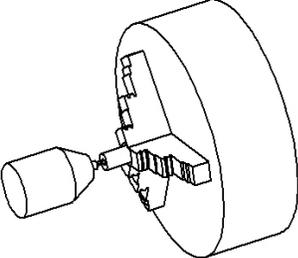
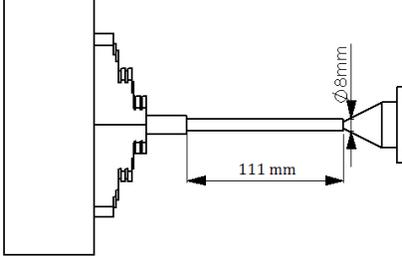
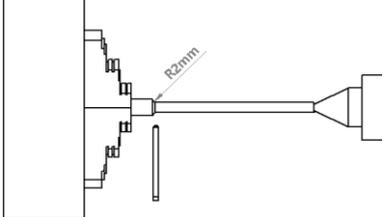
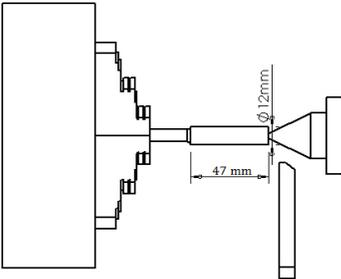
A continuación se presenta la descripción del proceso de maquinado de las probetas de forma esquemática por medio de una hoja de proceso Tabla 2.2 en donde se detalla la operación efectuada y las herramientas y equipos utilizados.

Tabla 2.2. Secuencia de fabricación de las probetas para los ensayos de fatiga.

Hoja de proceso			
Nombre: Probeta para ensayos de fatiga por flexión rotativa.			
Cantidad: 180			
N°	Operación	Esquema	Equipos y herramientas
1	Corte de la barra de acero AISI 1020 de $d = 12.7$ mm a una longitud de 164 mm		<ul style="list-style-type: none"> - Prensa mecánica - Cinta métrica - Marcador - Sierra manual
2	Refrentado de ambas caras del espécimen hasta una longitud de 160 mm		<ul style="list-style-type: none"> - Torno convencional - Buril de refrentar - Equipo de protección para el uso del torno.

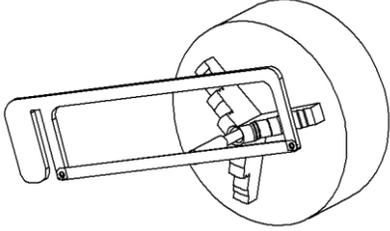
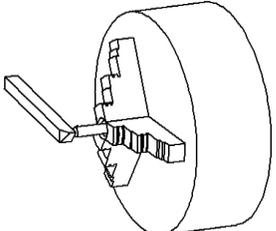
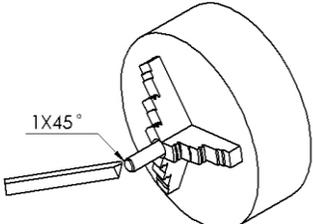
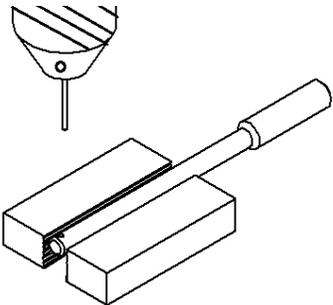
Continúa.

Continuación.- Tabla 2.2. Secuencia de fabricación de las probeta para los ensayos de fatiga.

N°	Operación	Esquema	Equipos y herramientas
3	Perforación de los centro puntos		<ul style="list-style-type: none"> - Torno convencional - Broca para hacer centros - Equipo de protección para el uso del torno.
4	Primer cilindrado a un $d = 8 \text{ mm}$		<ul style="list-style-type: none"> - Torno convencional - Buril para cilindrado - Vernier digital - Equipo de protección para el uso del torno.
5	Elaboración del radio de empalme de 2 mm y pulido		<ul style="list-style-type: none"> - Torno convencional - Buril especial para hacer un radio de 2 mm - Papel lija desde un número 100 hasta 1200
6	Segundo cilindrado y pulido. El cilindrado a un diámetro final de 12 mm		<ul style="list-style-type: none"> - Torno convencional - Vernier digital - Papel lija desde un número 100 hasta 1200 - Buril para cilindrado.

Continúa

Continuación.- Tabla 2.2. Secuencia de fabricación de las probeta para los ensayos de fatiga.

N°	Operación	Esquema	Equipos y herramientas
7	Corte para dar las dimensiones exactas de la probeta y eliminación de los centros puntos		<ul style="list-style-type: none"> - Probeta - Torno convencional - Vernier digital - Sierra manual
8	Refrentado en ambos extremos de la probeta para dar acabado final.		<ul style="list-style-type: none"> - Espécimen - Torno convencional - Buril de refrentar - Papel lija
9	Elaboración de víseles a 45° ambos extremos		<ul style="list-style-type: none"> - Torno convencional - Buril - Papel lija
10	Taladrado de agujero de $d = 2$ mm a 2 mm del extremo de la probeta que tiene 8 mm de diámetro.		<ul style="list-style-type: none"> - Taladro industrial - Broca de 2 mm - Refrigerante - Martillo - Punzón - Rasqueta para quitar rebaba - Papel lija - Equipo de protección para el uso de taladro

2.4. TRATAMIENTO TÉRMICO DE RECOCIDO DE LAS PROBETAS

El tratamiento térmico realizado al sustrato fue de recocido de alivio de esfuerzos residuales. El propósito de este recocido fue eliminar los posibles esfuerzos residuales generados durante el maquinado de las probetas.

En la Fig. 2.6 se esquematiza el tratamiento térmico de recocido, el cual se realizaron en una atmósfera de argón, este procedimiento se realizó de la manera siguiente: se colocan las probetas en el interior de la cámara de atmosfera inerte, se sujetaron con alambre de acero inoxidable de 0.75 mm de diámetro (ver, Fig. 2.7a) se cierra herméticamente esta cámara instalándole adecuadamente el empaque y la abrazadera de sujeción, la cámara se introduce en el horno de mufla que está en el laboratorio de Tratamientos Térmico de la Escuela de Ingeniería Mecánica (ver, Fig. 2.7b). Luego, al horno se le ubica una tapa removible de fibra de cerámica que sustituye la puerta original, estando lista la instalación de la cámara se acopla la manguera de alimentación del cilindro de argón y se le suministra un flujo de argón durante 3 min, hasta purgar el aire que está en el interior (ver, Fig.2.7c), posteriormente se cierran la válvula de drenaje de gas para llenar la cámara con argón y a continuación se inicia la etapa de calentamiento.

El tratamiento térmico se realizó a una velocidad de calentamiento de 200 °C/h, a una temperatura de mantenimiento de 530 °C, durante un tiempo de permanencia de 20 min y enfriamiento en el horno [20].

Se realizaron 8 tratamiento térmicos, 7 con 24 probetas y 1 solamente con 12 probetas.

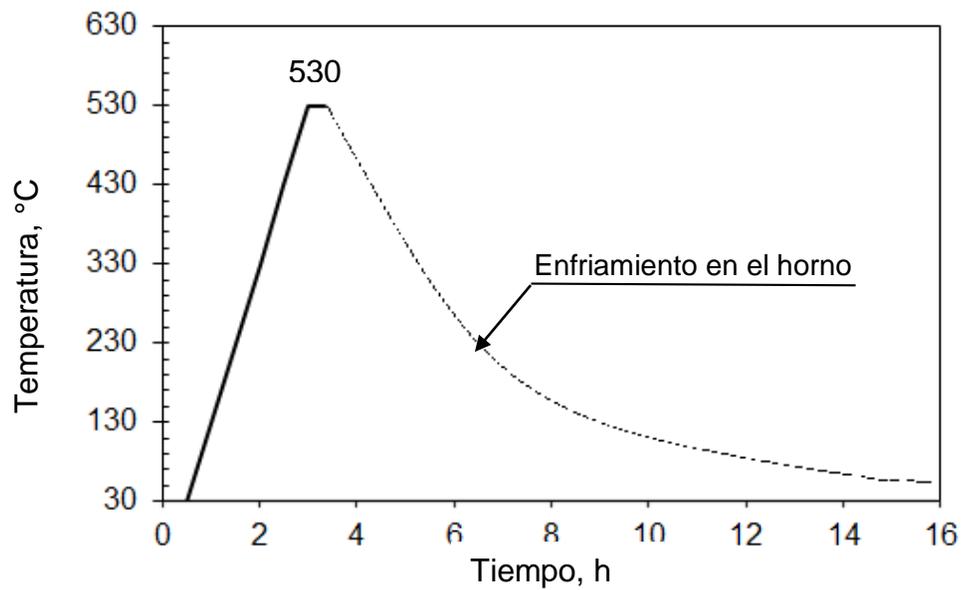


Fig. 2.6. Esquema del tratamiento térmico de recocido para un acero AISI 1020.

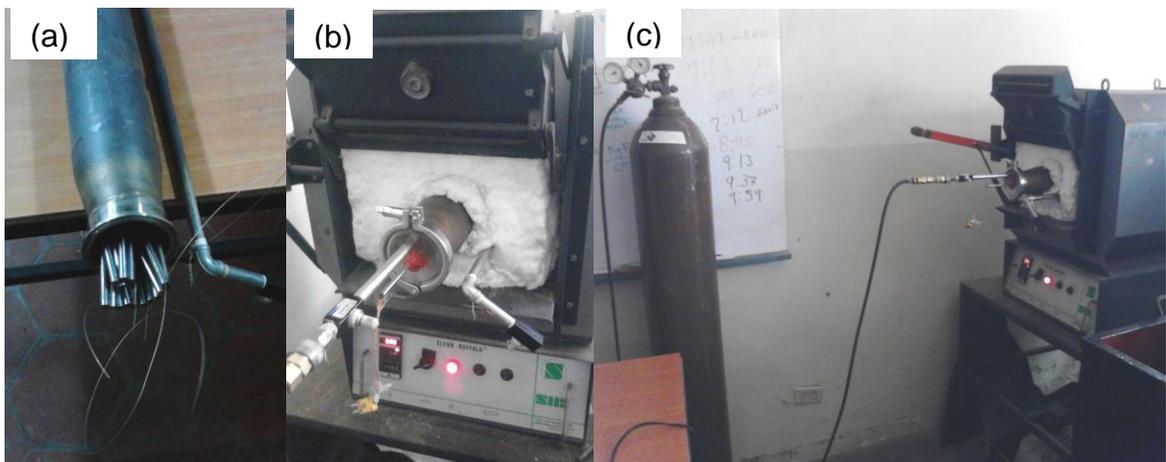


Fig. 2.7. Imágenes del procedimiento de los tratamientos térmicos: (a) Colocación de probetas en el interior de la cámara de atmosfera inerte, (b) Cámara acoplada al horno de mufla y (c) Sistema para hacer tratamientos térmicos en atmósfera de argón.

2.5. DEPOSICIÓN DEL RECUBRIMIENTO AUTOCATALÍTICO DE Ni-P

El propósito de esta etapa del trabajo, es disponer de un grupo de 120 probetas recubiertas con depósitos autocatalíticos de Ni-P, conduciendo el proceso de deposición durante 200 min, a una temperatura de 70 °C y con un pH de 8. Los equipos utilizados para la obtención de los depósitos de Ni-P están

ubicados en el Laboratorio de Tratamientos Térmicos de la Escuela de Ingeniería Mecánica a continuación se citan los más importantes.

El sistema para la deposición autocatalítica de recubrimientos de Ni-P, es un conjunto de varias partes esenciales Fig. 2.8. Así, en conjunto con el sistema se tienen otros equipos para censar las variables que se deben de controlar y para la realización de las pruebas iniciales como el caso de un pHmetro con precisión de ± 1 , buffers de calibración 7 y 10 pH con termómetro bimetálico, de inmersión parcial con compensación por temperaturas de trabajo de 0 a 100 °C (ver, Fig. 2.9).

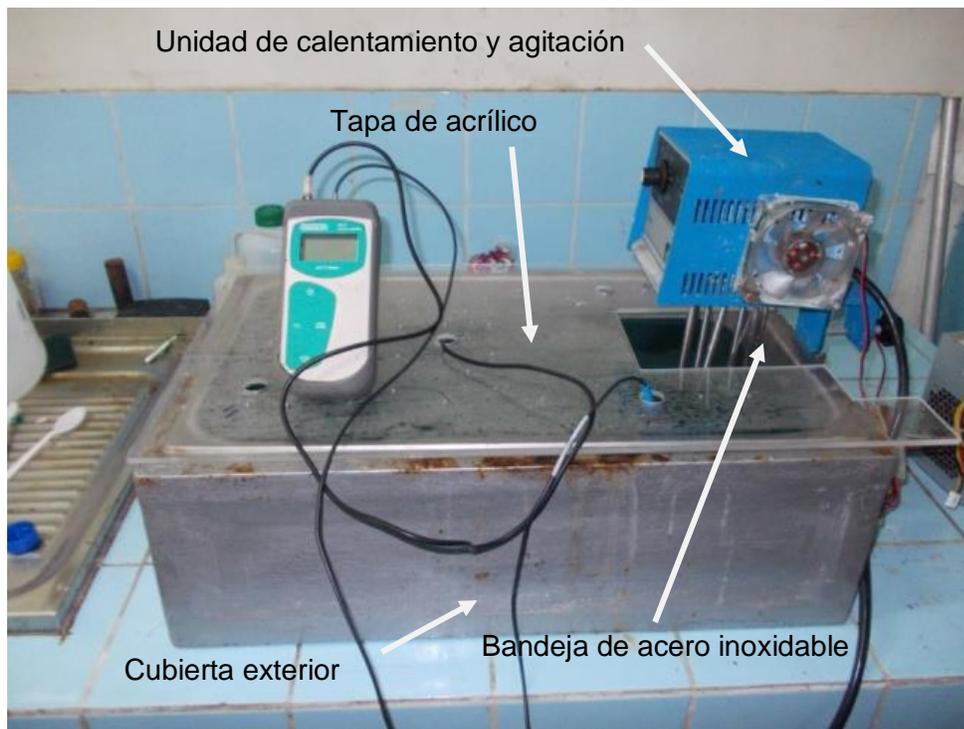


Fig. 2.8. Sistema para la deposición autocatalítica de recubrimientos de Ni-P.



Fig. 2.9. Medidor de pH y temperatura.

Se realizaron algunos experimentos en el reactor de vidrio de cuatro cuellos sumergido en un baño de maría para simular las condiciones de deposición en el sistema Fig. 2.10.



Fig. 2.10. Deposición en el reactor de vidrio.

Debido a la capacidad de alojamiento de solución con la que es eficiente la cámara para deposición autocatalítica de Ni-P, se depositaron lotes de 30

probetas por lo que se necesitó hacer 4 deposiciones, el proceso inició por la preparación de la solución, en cantidades de 1 L, para este fin se utilizó un beaker de 1 L de capacidad, una balanza digital portátil (ver, Fig. 2.11) que sirvió para medir la masa de cada uno de los reactivos, un Hot Plate marca Fisher Scientific (ver, Fig. 2.12).



Fig. 2.11. Balanza digital portátil.



Fig. 2.12. Hot Plate con agitador magnético Fisher Scientific.

Continuando con el proceso es necesario el pasivado de todas las superficies del sistema de deposición en contacto con la solución con ácido nítrico al 15% en las cuales no se desea que se deposite Ni-P.

Para tener una buena adherencia del recubrimiento es necesario una buena limpieza y preparación de las probetas, por lo que se necesitó el uso de equipos especiales en este caso de una cámara de baño ultrasónico marca BRANSON modelo M3800H (ver, Fig. 2.13) en la cual se introdujo dos beaker con las probetas y acetona industrial durante 10 min.



Fig. 2.13. Cámara de baño ultrasónico de la marca BRANSON modelo M3800H.

Luego de la limpieza en ultrasonido las probetas se trasladan en conjunto hasta una bandeja que contiene soda cáustica a 60 °C Fig. 2.14 para un decapado y limpieza intensa, para mantener la soda cáustica a esta temperatura se necesitó el uso de una cocina a gas de dos quemadores.



Fig. 2.14. Bandeja que contiene soda cáustica a 60 °C sobre cocina a gas de dos quemadores.

Para finalizar el proceso de preparación de las probetas, éstas se sumergen en otra bandeja que contiene ácido clorhídrico al 20% durante 1 min, luego de esto las probetas se enjuagan en agua destilada y se sumergen en la solución autocatalítica, la cual debe estar a 70 °C y a un pH de 8 a partir de ese momento se contabiliza el tiempo de deposición y solamente se queda censando y compensando el pH cada 10 min si es necesario.

2.6. POST-TRATAMIENTOS TÉRMICOS

A todas las probetas recubiertas se les realizó un post-tratadas térmicamente a 200 °C durante 60 min en una atmósfera inerte de argón, con la finalidad de aliviar el hidrógeno incubado en el recubrimiento durante la deposición.

Posteriormente, a la mitad de las probetas recubiertas se les realizó un segundo post-tratadas térmicamente a 400 °C durante 60 min con la finalidad de producir cambios de fase en el depósito de Ni-P y obtener una mayor dureza, equipo usado (ver, Fig. 2.7) [8].

2.7. MEDICIÓN DE ESPESORES

La medición de espesores del recubrimiento se llevó a cabo seleccionando 5 probetas por cada deposición (lote), las cuales se cortaron y embutieron en un molde cilíndrico, para este propósito se utilizó resina poliéster transparente.

Posterior a esto se hizo un pulido tipo espejo de las superficies utilizando papel lija desde un número 100 hasta 1500, luego se necesitó un ataque químico con ácido nítrico al 5% con complemento de alcohol (Nital-5) y se mide el espesor del anillo periférico de recubrimiento de Ni-P con un microscopio de retícula graduada, (ver, Fig. 2.15) empleando 500x, la superficie de Ni-P tendrá apariencia de buena calidad que se diferencia del sustrato. Además, se capturarán las imágenes con un equipo Mimio View y una computadora.

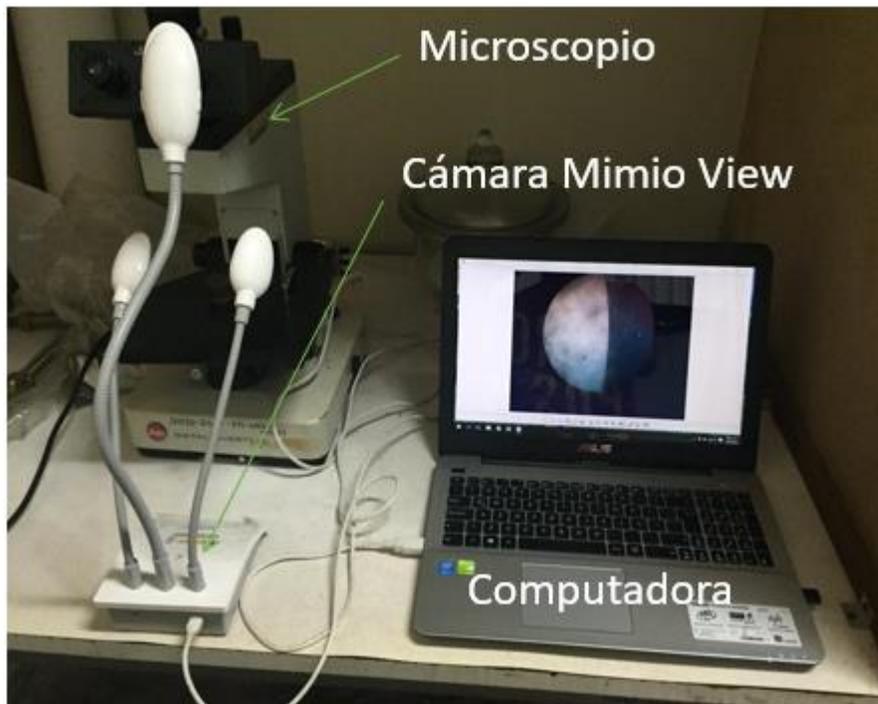


Fig. 2.15. Medición de espesores con microscopio de retícula graduada.

2.8. ENSAYOS DE FATIGA POR FLEXIÓN ROTATIVA

El comportamiento a la fatiga al aire se describe completamente mediante la resistencia a la fatiga (ecuación de Basquin) y el valor de límite de fatiga. El comportamiento a la fatiga-corrosión queda completamente definido sólo mediante la ecuación de Basquin [8].

Los ensayos de fatiga al aire y bajo ambiente corrosivo se realizaron en una máquina para ensayos de fatiga por flexión rotativa marca GUNT modelo WP 140, motor de frecuencia de 60 Hz (3250 rpm), la cual se encuentra ubicada en el laboratorio de Ensayos Mecánicos de la Escuela de Ingeniería Mecánica (ver, Fig. 2.16).



Fig. 2.16. Máquina para ensayos de fatiga por flexión rotativa marca GUNT modelo WP 140.

La máquina de fatiga por flexión rotativa somete a una probeta a un movimiento giratorio, la cual es soportada por uno de sus extremos y en el otro extremo se aplica una carga constante. Así, de esta manera, en la superficie del material de la probeta cilíndrica, se origina un esfuerzo de flexión alternante de forma sinusoidal que es más alto en el cambio de sección de la probeta. Por lo cual, después de una determinada cantidad de ciclos de carga, la probeta se rompe a consecuencia del proceso de fatiga del material.

Con una máquina de fatiga por flexión rotativa sólo se puede determinar el comportamiento a la fatiga por cargas alternantes S_a , tal como se presenta en la Ec. 2.1.

$$S_a = \frac{M_b}{I}. \quad (2.1)$$

EL esfuerzo producido en el material de la probeta corresponde al de una barra de flexión y que soporta una fuerza F . De esta manera, sobre el material actúa un momento de flexión M_b de forma triangular.

El momento de flexión (M_b) se calcula a partir de la fuerza de carga (F) y del brazo de palanca (a), Ec. 2.2.

$$M_b = F \cdot a. \quad (2.2)$$

Si se introduce el momento de Inercia del material de la probeta cilíndrica Ec. 2.3.

$$I = \frac{\pi \cdot d^3}{32}. \quad (2.3)$$

donde:

I: inercia, y

d: diámetro

Sustituyendo Ec. 2.2 y Ec. 2.3 con sus respectivos valores $a = 100.5 \text{ mm}$ y $d = 8 \text{ mm}$ en la Ec. 2.1 se puede calcular la amplitud de esfuerzo (S_a).

$$S_a = \frac{2.0}{\text{mm}^2} \cdot F. \quad (2.4)$$

Para realizar los ensayos de fatiga al aire se debe seguir el siguiente procedimiento (ver, Fig. 2.17):

- a) Abatir hacia arriba la cofia protectora (1),
- b) Descargar el dispositivo de carga por medio del volante de mano (2) de forma tal que el rodamiento de apoyo libre (3) debe encontrarse a la altura del husillo (4),
- c) Desenroscar levemente la tuerca de la pinza porta probeta (5),
- d) La probeta (6) debe insertarse en el rodamiento de apoyo libre del dispositivo de carga,
- e) A continuación se inserta la probeta en la pinza porta probeta y se introduce hasta el tope,
- f) Apretar cuidadosamente la tuerca de la pinza porta probeta con una llave de boca SW30 (7), y una SW21 (8) opuesta al el husillo,
- g) Comprobar el giro circular de la probeta,

- h) Abatir hacia abajo la cofia protectora,
- i) Soltar el interruptor de paro de emergencia (9),
- j) Poner a funcionar la máquina por medio del interruptor de inicio y paro (10),
- k) Ajustar rápidamente la carga deseada girando el volante de mano y leer la carga en la escala de la balanza de muelle (11); y
- l) Reiniciar el contador (12) en la caja de distribución (13) con el pulsador RST para comenzar con la cuenta de los ciclos.

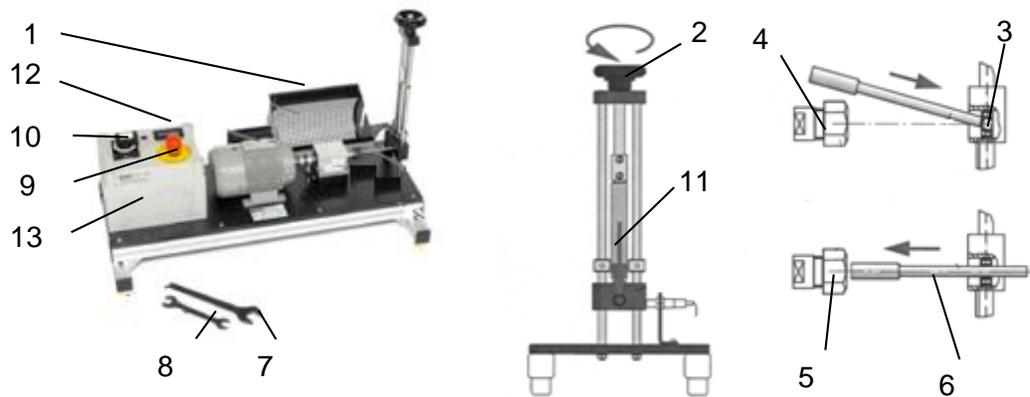


Fig. 2.17. Montaje para el ensayo.

Para los ensayos en ambiente corrosivo se hará uso de una cámara de acrílico que aislará una zona de la probeta principalmente en donde está el cambio de sección y en la cual se producen los esfuerzos más altos correspondiente al estudio (ver, Fig. 2.18)

En esta cámara se suministrara por acción de la gravedad una solución acuosa salina al 3% en volumen a un flujo de 3 mL/min el flujo se controla con una válvula de estrangulamiento. Además, la cámara está compuesta por dos partes base y tapa.

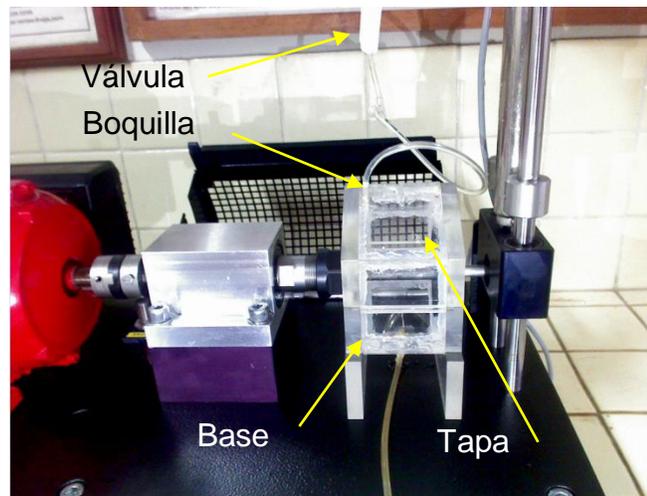


Fig. 2.18. Cámara de acrílico para ambiente corrosivo.

El procedimiento de la realización de los ensayos de fatiga-corrosión, se diferencia de los efectuados a fatiga al aire, en que para poder instalar la probeta primero se coloca la base de la cámara y luego a la probeta se le colocan unos sellos de hule en los dos extremos para evitar que se produzcan salpicaduras fuera de la cámara, y posteriormente se coloca la tapa que aloja una boquilla donde se suministra mediante gotas la solución salina (ver, Fig. 2.19).

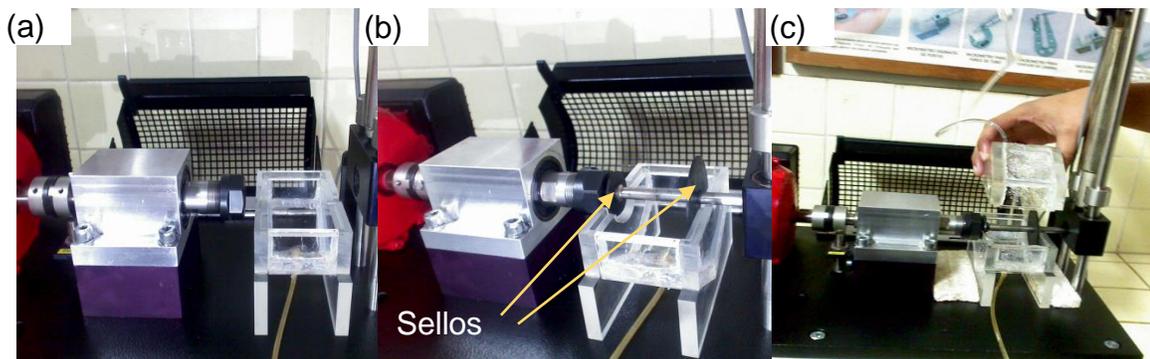


Fig. 2.19. Demostración del uso de la cámara para ambiente corrosivo: (a) Ajuste de la base, (b) Montaje de la probeta y de los sellos de hule, (c) Colocación de la tapa.

Tanto en los ensayos en ambiente corrosivo como al aire para terminar el ensayo si la probeta se rompe la máquina se detiene automáticamente, pero si se alcanza el número de ciclos de carga correspondiente al límite de la fatiga previsto se debe parar la máquina manualmente con el interruptor. En los dos tipos de ensayo al finalizar se debe de anotar tanto el esfuerzo producido en la

probeta como también el número de ciclos que registra el contador, para el posterior uso de los datos.

2.9. ESTUDIO FRACTOGRÁFICO

Luego de realizar los ensayos de fatiga se realizará un estudio fractográfico de las probetas que fallaron con el propósito de poder describir las características de la fractura, este procedimiento se realizará haciendo uso de una Cámara Mimio View, instalada en una computadora en donde se llevará el registro de las imágenes (ver, Fig. 2.20) cada imagen se guardará con el valor de esfuerzo y el número de ciclos al cual ha fallado para su posterior análisis.

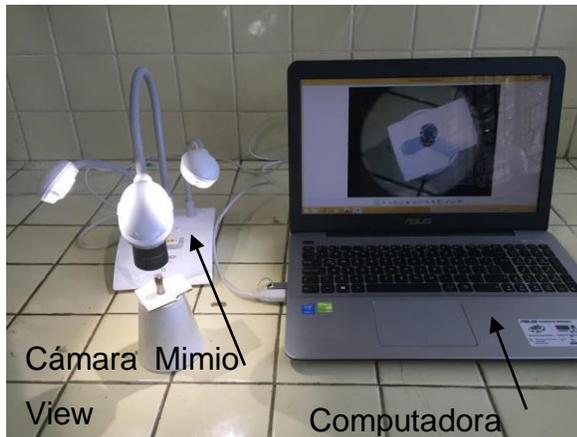


Fig. 2.20. Sistema de captura de imágenes de las fracturas.

En este capítulo se presentó el diseño del experimento en donde se consideró todas las etapas del proyecto, maquinado de las probetas, tratamientos térmicos de recocido, las deposiciones autocatalíticas de Ni-P, medición de espesores, tratamientos térmicos de alivio de hidrogeno, ensayos de fatiga y estudio micrográfico, en este contexto y por ser uno de los objetivos más importantes del proyecto en el siguiente capítulo se hace énfasis en la deposición del recubrimiento autocatalítico de Ni-P.

3. DEPOSICIÓN DEL RECUBRIMIENTO AUTOCATALÍTICO DE Ni-P

En el presente capítulo se describirá los procedimientos y parámetros utilizados para la obtención de recubrimiento autocatalítico de Ni-P sobre probetas de acero AISI 1020, iniciando por el proceso de pasivación de los componentes del sistema de la cámara de deposición; siguiendo con la especificación de los reactivos para preparar la solución; continuando con el proceso de preparación de las probetas, incluyendo desde la limpieza hasta activación de la superficie; luego, se presentará el proceso y las condiciones para la deposición de Ni-P; y se culminará con la descripción de los post tratamientos térmicos.

3.1. PASIVACIÓN DE LAS SUPERFICIES EN CONTACTO CON LA SOLUCIÓN DE Ni-P

Para cada deposición se debe realizar un pasivado de los elementos del sistema de deposición que estarán en contacto con la solución ya que no se desea que se deposite el recubrimiento de Ni-P sobre las mismas. Así, esta táctica se realiza con una solución de ácido nítrico al 15% y luego los elementos deben ser enjuagados con agua destilada hasta que el pH del agua sea igual a la del agua sin utilizar, esto debe hacerse para la bandeja de acero inoxidable como también en la unidad de calentamiento y agitación que acondiciona térmicamente la solución [21].

3.2. PREPARACIÓN DE LA SOLUCIÓN AUTOCATALÍTICA DE Ni-P

La solución autocatalítica de Ni-P en esencia está compuesta por cuatro elementos básicos, los cuales en concentraciones y fórmula son presentados en la Tabla 3.1, estos valores son propuestos en varias investigaciones en el área de recubrimientos autocatalíticos de Ni-P que utilizan baños básicos [21].

Tabla 3.1. Reactivos necesarios para preparación de solución autocatalítica de Ni-P.

Nombre	Fórmula	Concentración, g/L
Cloruro de Níquel	$\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	21
Hipofosfito de Sodio	$\text{NaH}_2\text{PO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$	24
Cloruro de Amonio	NH_4Cl	30
Citrato de Sodio	$\text{Na}_3\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7$	45

El volumen de solución a utilizar está relacionado proporcionalmente con el área a recubrir (60 mL/cm^2), el resumen de áreas a recubrir y área total se presentan en la Tabla 3.2.

Tabla 3.2. Resumen de cálculos de áreas de 30 probetas de fatiga y 5 cilindros recubiertos con Ni-P.

Cálculos del área de las probetas de fatiga			Área total, cm^2	Volumen de solución a utilizar, L
Sección	Área unitaria, cm^2	Área por 30 probetas, cm^2		
Radio de empalme.	0.933	27.99	220.34	13.22
25 mm sobre el radio de empalme.	6.28	188.50		
Cálculos de área para cilindros				
Sección	Área unitaria, cm^2	Área por 5 cilindros, cm^2		
Base	0.008	0.08		
Superficie lateral.	0.75	3.77		

El mecanismo de preparación de la solución autocatalítica de Ni-P es el siguiente, se vertió ~300 mL de agua destilada en un Beaker graduado de 1 L de capacidad, luego se agrega dentro del Beaker uno a uno los reactivos en el orden presentado en la Fig. 3.1. Para lograr que se disolvieran los reactivos con mayor rapidez y lograr homogeneidad se necesitó agitar la solución, luego que ya estaban disueltos por completo se observa un color característico (verde oscuro) atribuido al Ni, ya que el resto de reactivos son de color blanco (ver, Fig. 3.1) posteriormente se completó 1 L de la solución con agua destilada (ver, Fig. 3.2)

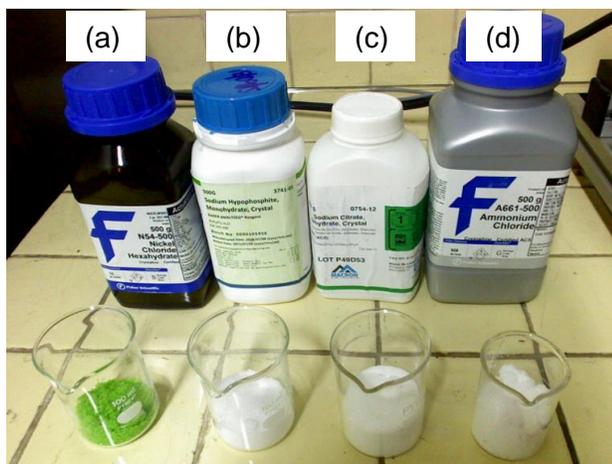


Fig. 3.1. Presentación de los reactivos usados para la preparación de la solución: (a) Cloruro de níquel, (b) Hipofosfito de sodio, (c) Citrato de sodio y (d) Cloruro de amonio.



Fig. 3.2. Litro de solución autocatalítica preparada.

Cada litro de solución fue filtrado utilizando papel filtro con una retención de 8 μm , para ser almacenado en un recipiente previo a su utilización, debido a la nucleación de grumos dentro de la solución a temperatura ambiente (aproximadamente 28 $^{\circ}\text{C}$), ya que se necesitó preparar la solución un (1) día previo a la deposición, y para asegurar que la solución autocatalítica no contenga impurezas ni grumos se hizo un segundo filtrado justo cuando se pone dentro de la bandeja del sistema de deposición (ver, Fig. 3.3).



Fig. 3.3. Representación del segundo filtrado de la solución.

3.3. PREPARACIÓN DE LAS PROBETAS PARA DEPOSICIÓN

El proceso de preparación de las probetas para realizar el recubrimiento consiste básicamente en desengrasado, secado, enmascarado, limpieza en ultrasonido y activación de la superficie a recubrir, este proceso se describe en la Fig. 3.4, este proceso está basado en la norma ASTM B 656 – 91 [22].

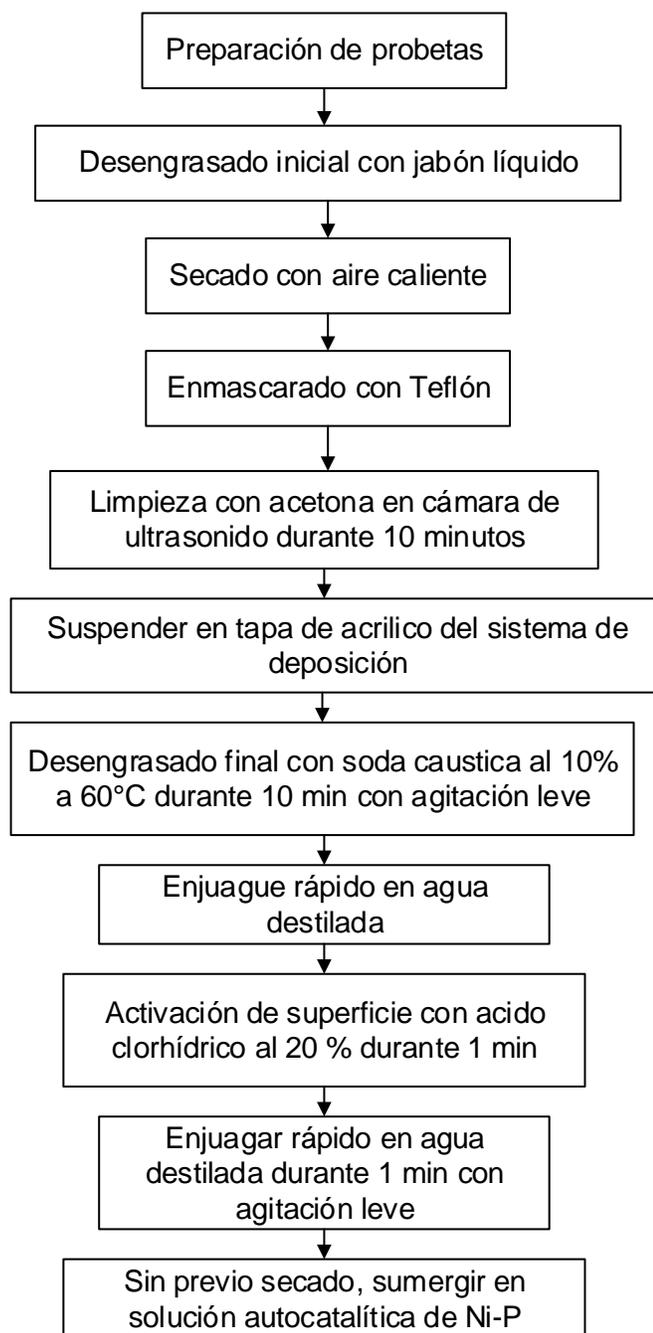


Fig. 3.4. Flujograma de proceso de preparación de probetas para deposición de recubrimiento autocatalítico de Ni-P.

A continuación se describirán de forma detallada las actividades de preparación de las probetas para deposición.

3.3.1. DESENGRASADO INICIAL CON JABÓN LÍQUIDO

Debido a que las probetas se sumergen en aceite para protegerlas contra la corrosión, se necesitó colocarlas en papel toalla para absorber el exceso de aceite en la superficie, tal como se presenta en la Fig. 3.5.



Fig. 3.5. Probetas puestas en papel toalla para absorber el exceso de aceite para iniciar el desengrasado.

Posterior a esto las probetas se lavaron de una en una utilizando agua y jabón líquido, haciendo uso de un algodón hasta garantizar un buen desengrasado de la superficie. Luego, se procedió al secado de cada una de las probetas con aire caliente, este proceso se realizó en el menor tiempo posible para evitar oxidación en la superficie a recubrir (ver. Fig. 3.6).

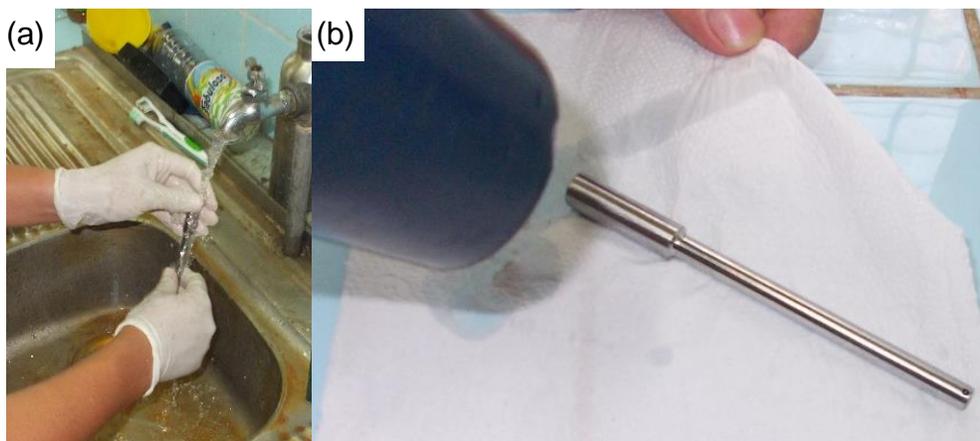


Fig. 3.6. Primer procedimiento de limpieza de las probetas: (a) Lavado con jabón líquido y agua; y (b) Secado con aire caliente.

3.3.2. ENMASCARADO CON TEFLÓN

El proceso de enmascarado se realizó para reducir la cantidad de área a recubrir, en consecuencia se reduce también el volumen de solución a utilizar, para ello se utilizó teflón de $\frac{1}{2}$ pulg de ancho, para este propósito se cubrió por completo el hombro (sección de mayor diámetro) de la probeta y desde 27 mm arriba de la sección del radio de empalme de la probeta (sección de interés de estudio) hasta aproximadamente 5 mm previo al agujero para colgar la probeta, las dimensiones de la probeta enmascarada se presentan en la Fig. 3.7a, donde las secciones blancas son las secciones cubiertas por teflón, la sección de 27 mm de longitud es la zona de interés a recubrir, el área total a recubrir para cada probeta fue 7.21 cm^2 (ver, Fig. 3.7b)

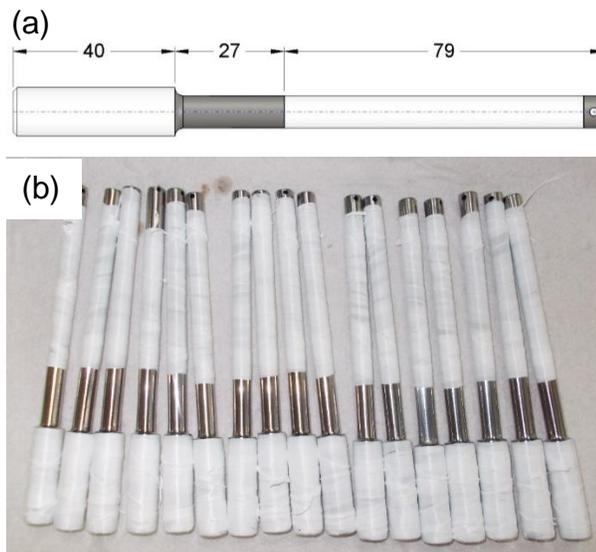


Fig. 3.7. Enmascarado de las probetas: (a) Dimensiones de enmascarado y superficie a recubrir; y (b) Probetas enmascaradas con teflón.

3.3.3. LIMPIEZA CON ACETONA EN CÁMARA DE ULTRASONIDO

Posterior a enmascarar, todas las probetas correspondientes a cada lote, se sumergen en dos Beaker de 1 L con 600 mL de acetona industrial, en grupos de 15 (ver, Fig. 3.8), los Beaker se introducen en la cámara de baño ultrasónico durante 10 min. Este proceso se realiza con el fin de desengrasar y retirar cualquier agente contaminante que aun pudieran encontrarse en la superficie de las probetas, posterior al desengrasado inicial. Así, es importante destacar que al retirar las probetas de la acetona, la superficie a recubrir por ningún motivo debe entrar en contacto con la piel o algún elemento que pudiera engrasarla.



Fig. 3.8. Lote de 30 probetas durante el desengrasado en acetona en cámara de ultrasonido.

Al finalizar la limpieza en la cámara de baño ultrasónico todas las probetas se suspendieron mediante alambre de acero inoxidable de 0.75 mm de diámetro de la tapa de acrílico del sistema de deposición autocatalítico, tal como se presenta en la Fig. 3.9, este proceso se realizó lo más rápido posible para evitar oxidación de la superficie.



Fig. 3.9. Probetas limpias suspendidas en la tapa de acrílico del sistema de deposición autocatalítica.

3.3.4. DESENGRASADO CON SODA CÁUSTICA

Debido a la susceptibilidad de la activación de la superficie para lograr un óptimo recubrimiento autocatalítico es necesario desengrasar por completo la superficie. Así, para lograr esto se sumergen las probetas (ver, Fig. 3.10) en un desengrasante más agresivo que los anteriores, soda cáustica al 10% a una temperatura de 60 °C y aplicado durante 10 min. Para este proceso se utilizó un volumen aproximado de 15 L realizando una agitación leve de las probetas para producir mayor efectividad del desengrasante.

Es importante examinar la superficie de las probetas durante esta limpieza, pues si se observasen manchas verdes o marrón indicarían un mal proceso de desengrasado previo u oxidación de la superficie, por lo cual no es recomendable continuar con el proceso de activación, pues este último no sería efectivo.

Al finalizar el desengrasado se necesitó realizar un enjuague de las probetas en agua destilada durante 1 min.



Fig. 3.10. Desengrasado de probetas en soda cáustica.

3.3.5 ACTIVACIÓN DE SUPERFICIE

La activación de la superficie consiste en un decapado o retirar cualquier impureza de la superficie a recubrir, este se lleva a cabo con ácido clorhídrico (HCL) al 20% durante 1 min, se requieren ~6.5 L de solución para la correcta activación de la superficie, este volumen es menor que el anterior debido a que solamente es necesario sumergir la superficie a recubrir (ver, Fig. 3.11).

Es importante observar que la superficie en activación efervesce, lo cual indica una correcta activación, si se observan manchas durante la activación son indicadores de grasa o superficie sucia aun, en este caso es recomendable suspender la activación de la superficie. Posterior a la activación las probetas, estas se enjuagan con agua destilada (ver, Fig. 3.12), para la cual es necesaria una leve agitación para ayudar a remover el ácido, finalmente se sumergen las probetas en la solución autocatalítica sin dejar que se seque la superficie a recubrir.



Fig. 3.11. Activación de superficie en ácido clorhídrico (HCL) al 20% durante 1 min.



Fig. 3.12. Enjuague de probetas en agua destilada a temperatura ambiente.

3.4. PROCESO DE DEPOSICIÓN DEL RECUBRIMIENTO AUTOCATALÍTICO DE Ni-P

El proceso de deposición autocatalítico de Ni-P se realizó a una concentración de 60 mL/cm². El calentamiento de la solución autocatalítica se realizó a una tasa lenta de 10 °C/h.

Este proceso de calentamiento de la solución se desarrolló de forma paralela a la preparación de las probetas a recubrir del apartado 3.3 de esta manera cuando se alcance la temperatura de deposición del recubrimiento de 70 °C y pH de 8 las probetas se encuentre lista para ser sumergida en la solución (ver, Fig. 3.13) [20].

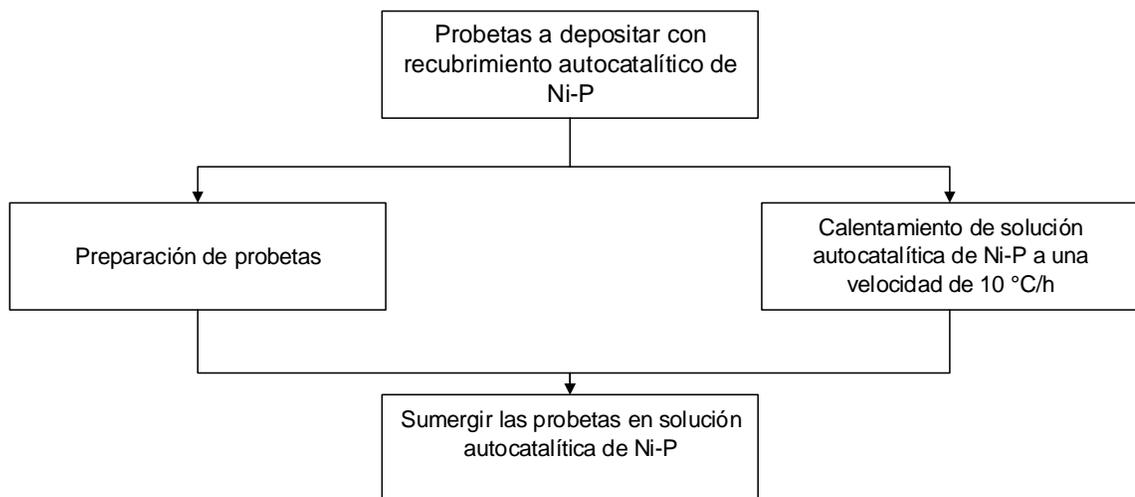


Fig. 3.13. Diagrama de proceso indicando la continuidad que se debe de llevar para que los dos procesos converjan en un mismo punto.

3.4.1 PRUEBAS EN EL REACTOR

Para garantizar una buena práctica de los recubrimientos de Ni-P en las probetas se realizaron varias pruebas de deposición en el reactor de vidrio de cuatro cuellos de 500 mL de capacidad (ver, Fig. 2.10) con las cuales se identificaron problemas, se familiarizó con el procedimiento de preparación de las probetas y procedimientos de recubrimiento de Ni-P, el cual es el mismo que el descrito en la sección 3.3, solamente que no se necesitó enmascarar con teflón debido a la geométrica del espécimen a recubrir. Las dimensiones de este son 12 mm de diámetro, 10 mm de altura y posee un agujero pasado de 2 mm de diámetro (ver, Fig.3.14), este espécimen se suspendió con alambre de acero inoxidable de 0.75 mm de diámetro, la agitación de la solución se realizó con una

pequeña bomba de aire y el pH se mantuvo constante regulándolo con KOH cada 10 min. Las pruebas de deposición se realizaron durante 120 min, debido a que el objetivo principal de la prueba era la práctica de la preparación de las probetas, y habituación con los equipos.

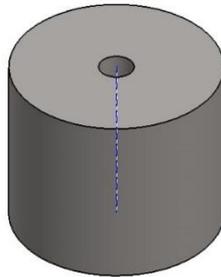


Fig. 3.14. Espécimen para pruebas en el reactor.

Las pruebas en el reactor dieron como resultado la necesidad de mejora del proceso de limpieza, debido a que en una ocasión en la instancia de desengrasado con soda cáustica al 10% el espécimen presentó primeramente una capa verde y luego marrón con formas irregulares (ver Fig. 3.15a) por las cuales se necesitó incrementar el tiempo de desengrasado con soda cáustica, estas manchas se presume que se generaron por un mal desengrasado inicial con jabón líquido, de igual forma el resultado final de la deposición fue fallido, debido a que la probeta presentó manchas posterior al recubrimiento obtenidos (ver Fig. 5b).

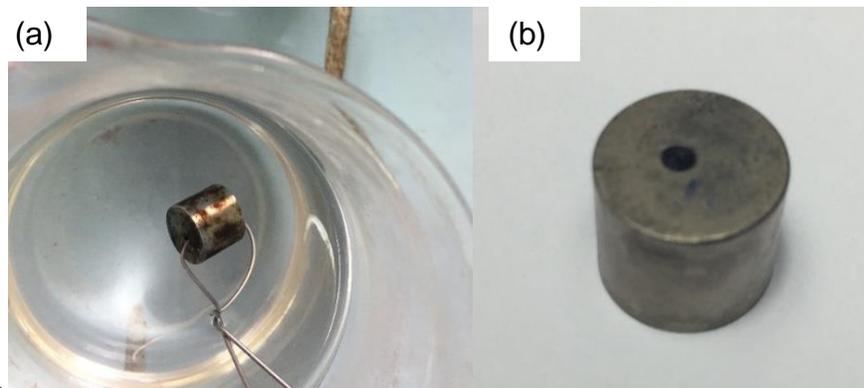


Fig. 3.15. Observaciones en pruebas con reactor: (a) Espécimen con manchas color marrón; y (b) Deposición del recubrimiento fallido en el reactor, en el cual el espécimen presentó manchas en la capa recubierta y mala adherencia.

Finalmente se obtuvieron buenos recubrimientos en los especímenes utilizando el reactor y se decidió realizar las deposiciones en el sistema (ver, Fig. 3.16)

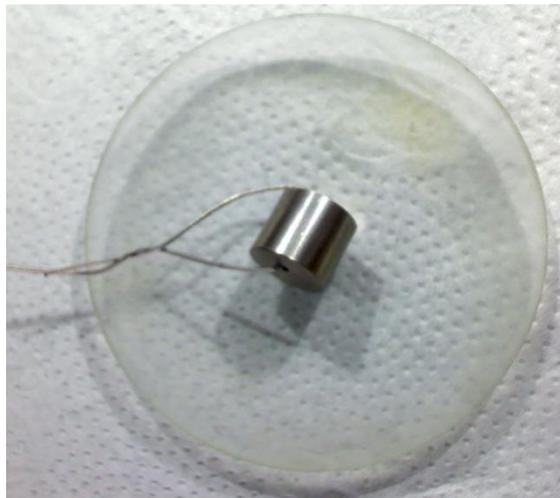


Fig. 3.16. Recubrimiento de buena calidad realizada en el reactor.

3.4.2 DEPOSICIÓN AUTOCATALÍTICA DE Ni-P EN EL SISTEMA

La deposición autocatalítica del recubrimiento de Ni-P fue realizada en cuatro sesiones, por cada sesión se recubrieron 30 probetas de fatiga y 5

especímenes cilíndricos de igual geometría que el utilizado para las pruebas en el reactor, estos especímenes fueron colocados en cada esquina y el centro del sistema de deposición, estos especímenes serán utilizados para determinar los espesores promedio de los recubrimientos obtenidos en cada lote.

El volumen necesario para depositar el recubrimiento de Ni-P en las 30 probetas y los 5 especímenes fue 13.80 L, cabe destacar que esta solución es virgen y no ha sido reutilizada en ningún proceso de deposición posterior, debido a que el mismo no depositaría la misma cantidad de Ni-P que una solución virgen.

El proceso de preparación de las probetas se realizó de la forma descrita en el apartado 3.3, el calentamiento se llevó a cabo de forma lenta y homogénea de 10 °C/h. Cuando la solución autocatalítica se encontraba a 50 °C tenía un pH aproximado de 5.8, por lo cual se necesitó incrementarlo a un valor de pH = 8.0 necesario para la deposición haciendo uso de hidróxido de potasio (KOH) en una concentración de 30%. Cuando la solución alcanzó los 70 °C y las probetas se encontraban con la superficie activada y húmeda, se sumergen en el sistema de deposición (ver, Fig. 3.7a), durante la deposición el pH se midió cada 10 min para garantizar que el valor del mismo se encuentre con un margen de ± 0.1 , al encontrarse debajo de este rango, el pH fue compensado con solución de KOH al 10%, esta solución es de menor concentración para conservar no solo el pH sino también el volumen de solución, debido a la evaporación. El tiempo de deposición utilizado fue 200 min, finalizado el tiempo de deposición fueron removidas las probetas del sistema de deposición (ver, Fig. 3.17b), y fueron enjuagadas con agua para limpiar restos de solución y enfriarlas y poder manipularlas.

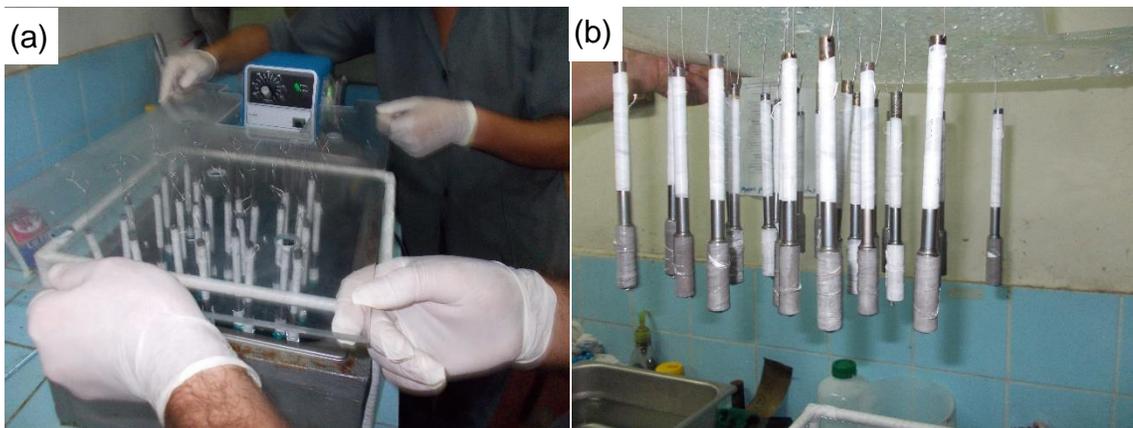


Fig. 3.17. Proceso de inicio y finalización de la deposición: a) Inmersión de las probetas; y b) Remoción de las probetas posterior al tiempo de deposición.

3.5. POST TRATAMIENTOS TÉRMICOS

Posterior al enjuague de las probetas y cuando estas ya se enfriaron se desmontaron de la tapa de acrílico y se retiró el teflón con el que se enmascararon, luego de esto se realizó otro enjuague y se secaron con aire caliente, en seguida se inició con el tratamiento térmico de alivio de hidrógeno siguiendo los mismos pasos de montaje en la cámara que cuando se hicieron los tratamientos térmicos de recocido del apartado 2.4.

A todas las probetas con recubrimiento se les realizó un post-tratamiento térmico a 200 °C en una cámara de atmosfera inerte, usando gas argón, iniciando a la temperatura ambiente, y al llegar a 200 °C se mantuvo la temperatura durante 60 min, luego se dejó enfriar en el horno. También, a la mitad de las probetas recubiertas, se les realizó un segundo Post-tratamiento térmico, para lo cual se incrementó nuevamente la temperatura hasta 400 °C se mantuvo durante 60 min y luego se dejó enfriar en el horno (ver, Fig. 3.18)

La temperatura dentro de la cámara se midió cada 5 min haciendo uso de una termocupla de 30 pulg de longitud que está instalada en la cámara de atmosfera inerte.

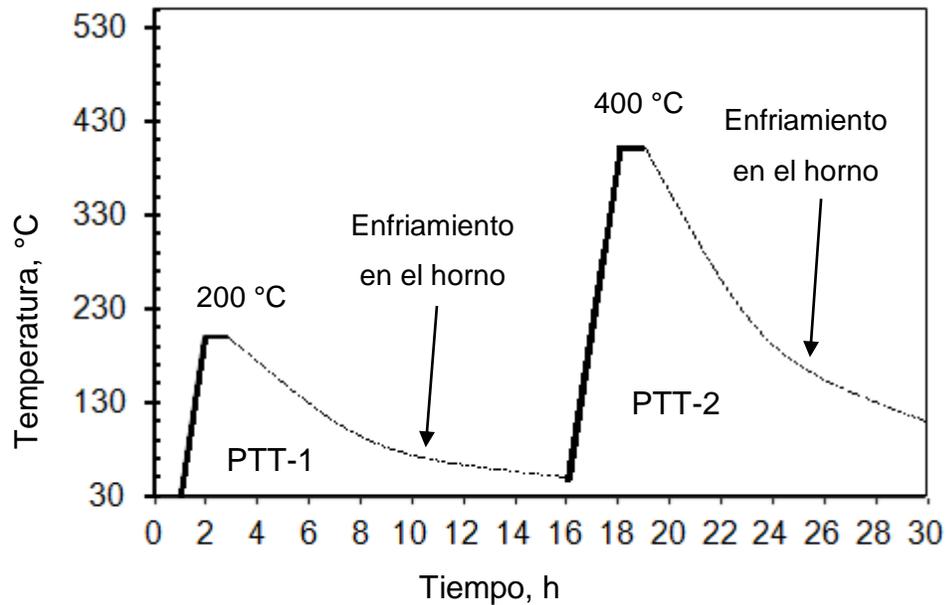


Fig. 3.18. Esquema de los post-tratamientos térmicos realizados a los conjuntos depósito-sustrato.

En la Fig. 3.19 se presenta un lote de 30 probetas recubiertas, listas para ser ensayadas (ver, Fig. 3.19).



Fig. 3.19. Probetas de fatiga recubiertas y con PTT-1.

En este capítulo se ha desarrollado todas las etapas del procedimiento para la deposición de Ni-P y en el capítulo siguiente se presentarán los resultados de los espesores obtenidos, los resultados de los ensayos de fátiga al aire y fatiga-corrosión, un resumen del estudio fractográfico de las probetas que fallaron por fatiga al aire y fatiga-corrosión con sus respectivos análisis de resultados.

4. RESULTADOS Y ANÁLISIS DE RESULTADOS

En este capítulo se presentan los resultados obtenidos aplicando cada una de las técnicas experimentales descritas en el capítulo 2, sus correspondientes figuras, un análisis de resultados que en varios casos se resume en tablas y se elaboran conclusiones de cada técnica.

Finalmente, se presentan imágenes de algunas probetas ensayadas a fatiga a distintos niveles de esfuerzos para explicar el comportamiento a la fatiga al aire y fatiga-corrosión obtenido para cada condición de material recubierto en comparación con los resultados obtenidos del sustrato sin recubrimiento.

4.1. MEDICIÓN DEL ESPESOR DEL RECUBRIMIENTO

En la Tabla 4.1 se presentan los valores de espesor de recubrimiento medido a partir de un examen en un microscopio óptico; el valor del espesor corresponde al promedio, correspondiente a los especímenes colocados en las esquinas y el centro del sistema de deposición para cada uno de los lotes de probetas recubiertas (ver, Fig. 4.1). Algunas muestras de micrografías utilizadas para determinar el espesor promedio se presentan en las Figs. 4.2 - 4.5.

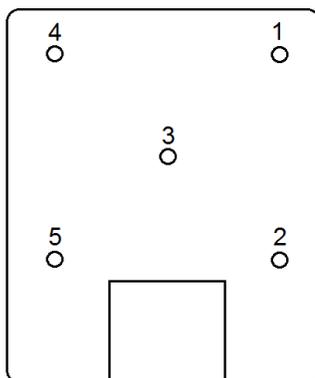


Fig. 4.1. Posición de los especímenes utilizados para medir los espesores de cada lote de probetas recubiertas con depósito autocatalítico de Ni-P.

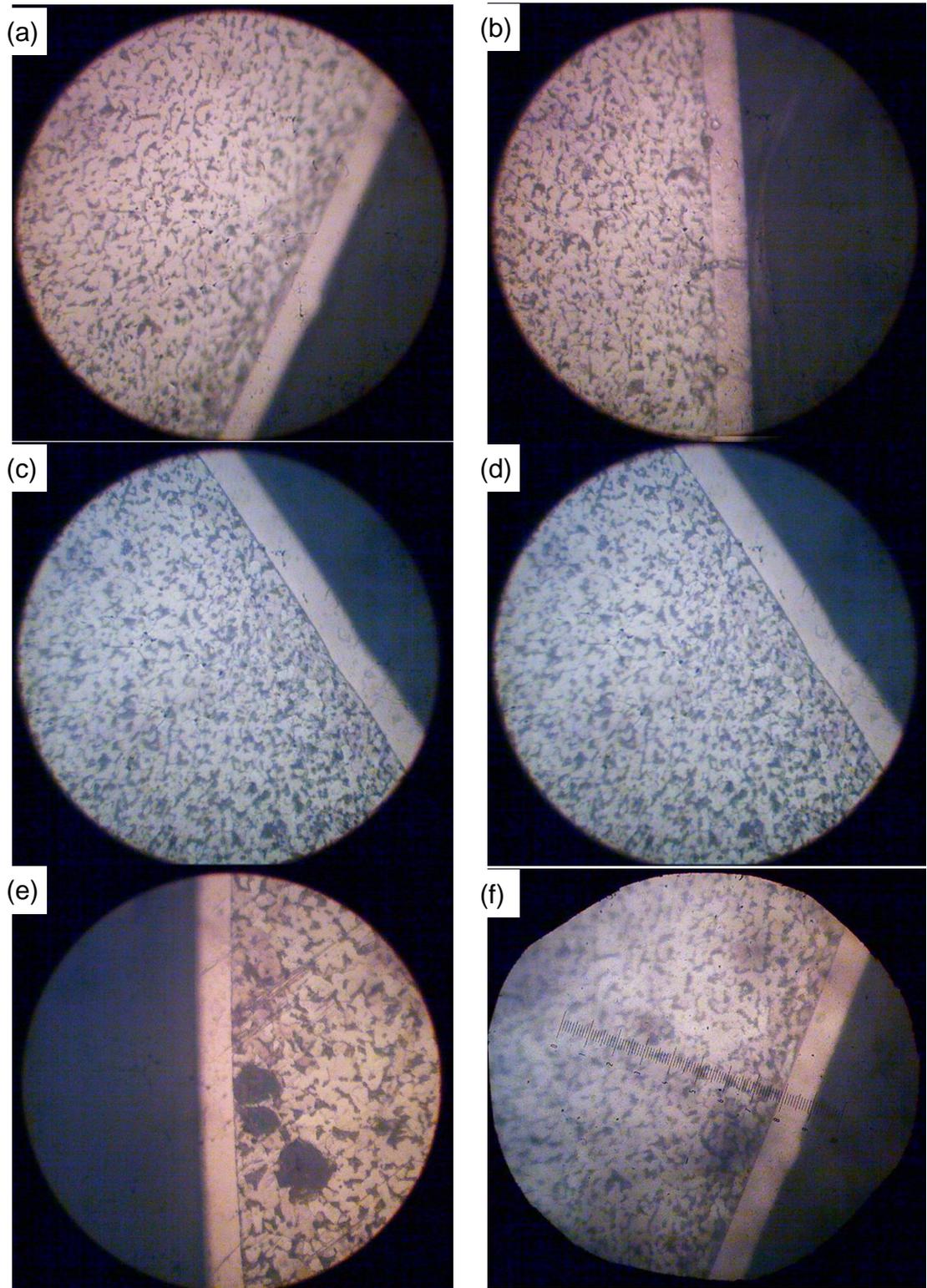


Fig. 4.2. Micrografía a 500X proveniente del lote 1 en: (a) posición 1, (b) Posición 2, (c) Posición 3, (d) Posición 4, (e) Posición 5. y (f) Probeta con retícula en posición 1.

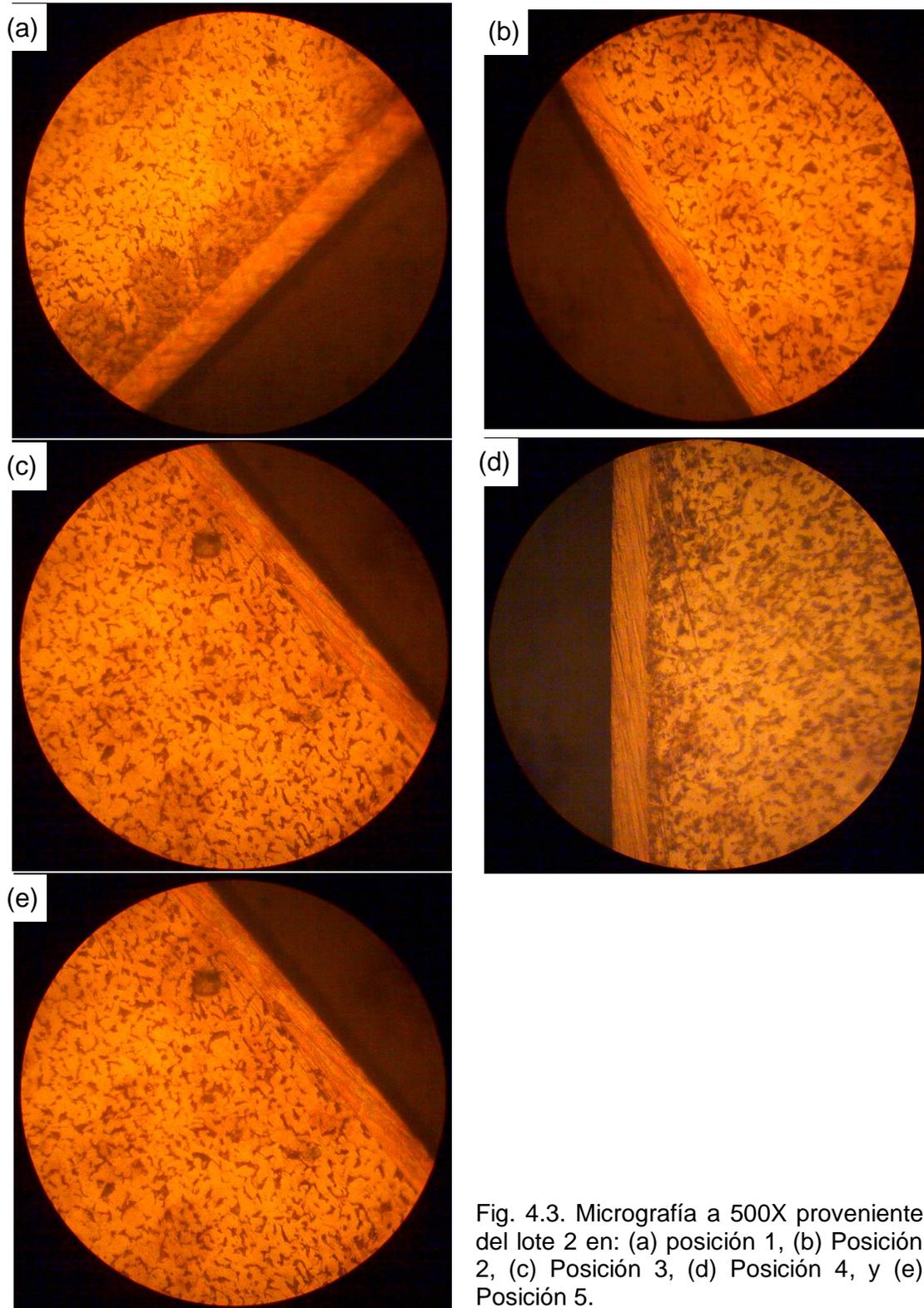
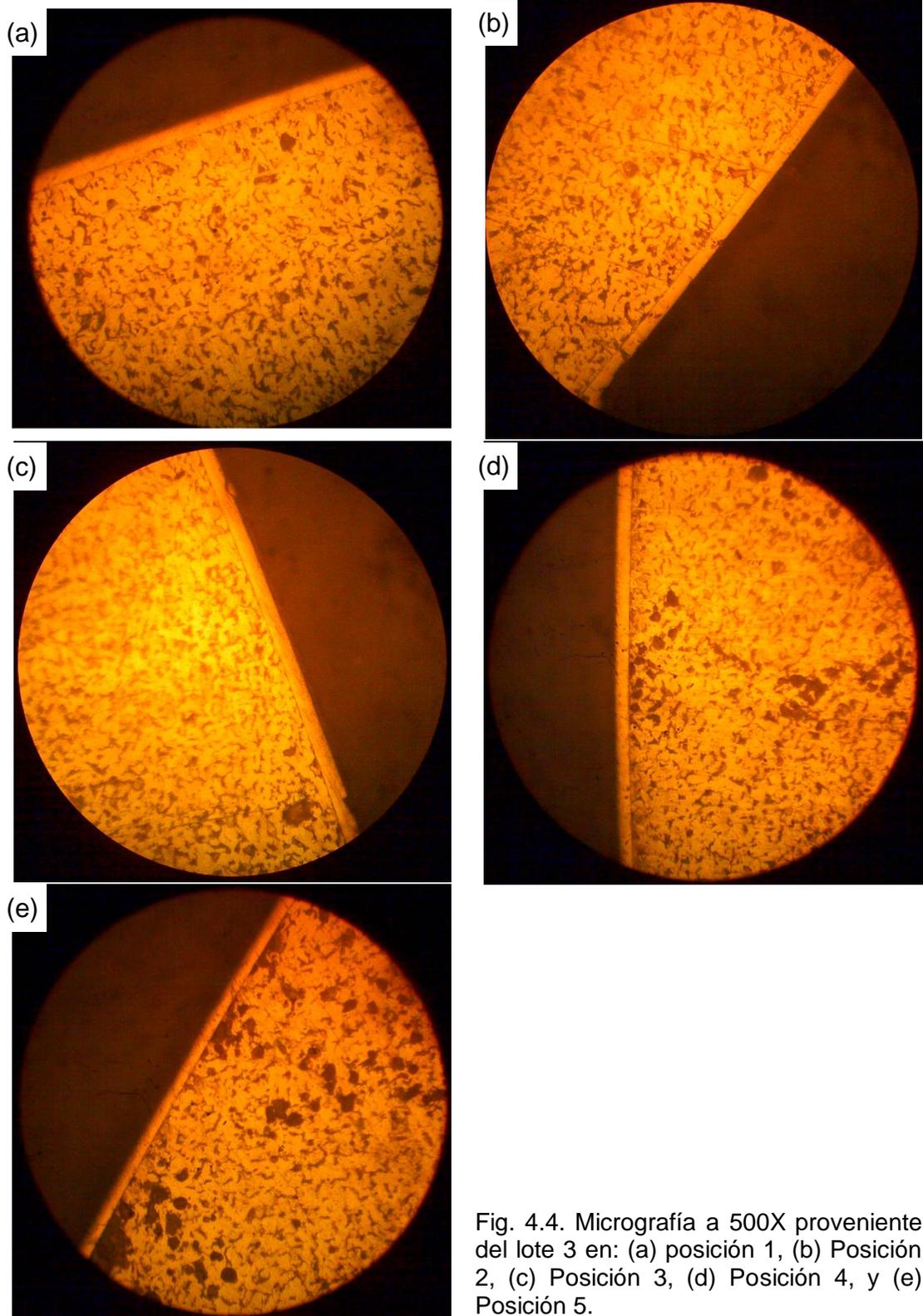


Fig. 4.3. Micrografía a 500X proveniente del lote 2 en: (a) posición 1, (b) Posición 2, (c) Posición 3, (d) Posición 4, y (e) Posición 5.



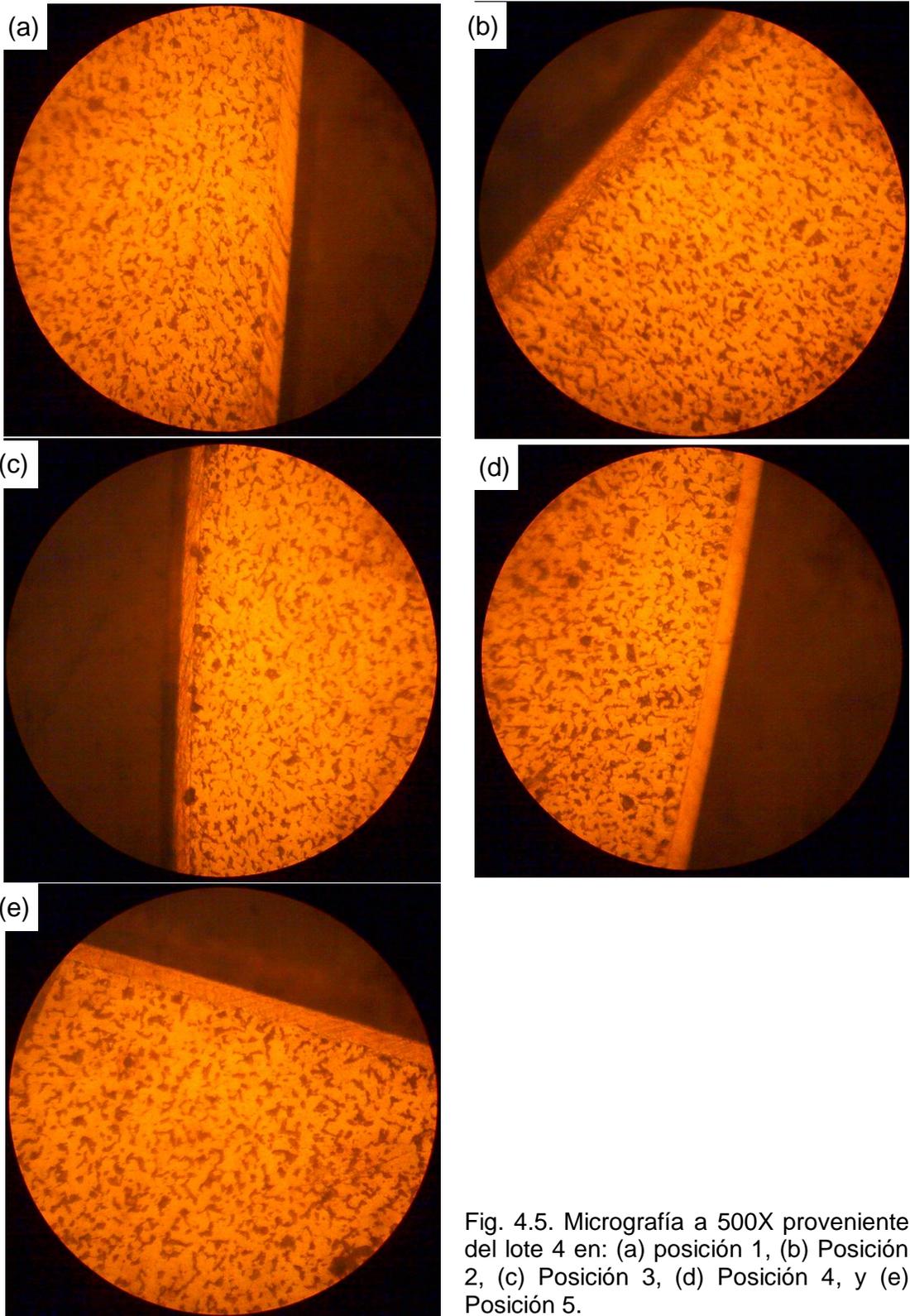


Fig. 4.5. Micrografía a 500X proveniente del lote 4 en: (a) posición 1, (b) Posición 2, (c) Posición 3, (d) Posición 4, y (e) Posición 5.

Tabla 4.1. Resultados de las mediciones y valores promedios de los espesores de los recubrimientos para todos los lotes de las probetas recubiertas.

Lotes del recubrimiento	Medida #	Espesor, mm	Espesor promedio por lote, μm	Desviación Estándar, μm	Espesor promedio, μm
Lote 1	1	24	25.2	1.6	18.3
	2	28			
	3	24			
	4	24			
	5	26			
Lote 2	1	22	22.8	1.0	
	2	24			
	3	22			
	4	22			
	5	24			
Lote 3	1	12	12.8	1.0	
	2	14			
	3	12			
	4	12			
	5	14			
Lote 4	1	12	12.4	0.8	
	2	12			
	3	12			
	4	12			
	5	14			

El espesor promedio de los recubrimientos de los cuatro (4) lotes es de 18.3 μm , con una desviación estándar de 5.90 μm .

4.2. ENSAYOS DE FATIGA

La resistencia a la fatiga para cada condición del material ensayado se obtuvo a partir de cuatro niveles de esfuerzo y para cada uno de ellos se ensayaron seis probetas; es decir, 24 probetas en total. El límite de fatiga para cada condición se obtuvo aplicando el método de la escalera, para lo cual se ensayaron 12 probetas; se consideró como vida infinita 5×10^6 ciclos y se utilizó un escalón de 5 MPa.

En las Tablas 4.2 - 4.13 y Figs. 4.6 – 4.14 se presentan los resultados de los ensayos de fatiga al aire y fatiga corrosión para las condiciones de material

ensayado; es decir: en las Tablas 4.2, 4.5 y 4.8 se presentan los resultados de los ensayos de fatiga al aire en la región de vida temporal; y en las Tablas 4.13 – 4.15 se presentan los resultados de los ensayos de fatiga-corrosión para el sustrato sin y con recubrimiento de Ni-P.

En las Tablas 4.3, 4.6 y 4.9 se presentan los resultados de los ensayos de fatiga realizados con el fin de determinar el límite de fatiga de cada condición del material ensayado; en las Tablas 4.4, 4.7 y 4.10 se esquematiza el método de la escalera para obtener los límites de fatiga con su correspondiente desviación estándar; en las Figs. 4.6 – 4.14 se presentan los gráficos de los resultados de los ensayos de fatiga y las curvas que describen el comportamiento a la fatiga de las condiciones de material ensayado a fatiga al aire y fatiga-corrosión, respectivamente.

El límite de fatiga determinado mediante el método de la escalera se calculó para el evento menos frecuente, f_i , de falla o no falla antes de 5×10^6 ciclos y los niveles de esfuerzo se numeran desde el más bajo $i = 0$. Así, dicho valor de límite de fatiga se calcula por la Ec. (4.1):

$$S_{yf} = S_0 + (S_1 - S_0) * \left(\frac{\sum i f_i}{\sum f_i} \pm \frac{1}{2} \right) \quad (4.1)$$

La desviación estándar se calcula por la Ec. (4.2):

$$DE = 1.620 * (S_1 - S_0) * \left(\frac{\sum f_i * \sum i^2 f_i - (\sum i f_i)^2}{(\sum f_i)^2} + 0.029 \right) \quad (4.2)$$

Además, se considera que el parámetro de desviación, PD, debe ser mayor que 0.3, y se define de acuerdo a la Ec. (4.3):

$$PD = \frac{\sum f_i * \sum i^2 f_i - (\sum i f_i)^2}{(\sum f_i)^2} \quad (4.3)$$

En la Tabla 4.14 se presentan las ecuaciones de Basquin, los coeficientes de correlación lineal de las mismas ecuaciones, los coeficientes de resistencia a la fatiga y los parámetros de las ecuaciones de Basquin de cada condición del material ensayado a fatiga al aire y fatiga-corrosión. En la Tabla 4.15 se presentan los límites de fatiga de las condiciones del material y sus respectivas desviaciones estándar. En la Fig. 4.9 se presentan las curvas de resistencia a la fatiga y los límites de fatiga del sustrato sin y con recubrimiento de Ni-P, respectivamente. En las Figs. 4.10 se presentan las curvas de resistencia a la fatiga-corrosión del sustrato sin y con recubrimiento de Ni-P, respectivamente.

Tabla 4.2. Resultados de los ensayos de fatiga para determinar la resistencia a la fatiga de un acero AISI 1020.

Probeta #	S, MPa	N _f , Número de ciclos a la fractura	Probeta #	S, MPa	N _f , Número de ciclos a la fractura
1	450	21299	13	350	131411
2		45948	14		173581
3		20688	15		142843
4		15930	16		119645
5		22945	17		115818
6		36885	18		100468
7	400	69095	19	300	265090
8		29176	20		315317
9		83275	21		820103
10		123275	22		153944
11		52454	23		161916
12		44274	24		177165

Tabla 4.3. Resultados de los ensayos de fatiga para determinar el límite de fatiga de un acero AISI 1020.

Probeta #	S, MPa	N, Ciclos	Probeta #	S, MPa	N, Ciclos
1	255	5000000	7	255	5000,000
2	260	5000,000	8	260	5000,000
3	265	343,306	9	265	5000,000
4	260	500,000	10	270	2813,038
5	265	701,207	11	265	5000,000
6	260	2264,649	12	270	266,895

Tabla 4.4. Método de la escalera para determinar el límite de fatiga de un acero AISI 1020.

Nivel de S, i	S, MPa	Resultados de los ensayos O: No falla hasta 5×10^6 ciclos X: Falla hasta 5×10^6 ciclos												Resumen de los resultados		Frecuencia de los especímenes que fallaron	if _i	j ² f _i
		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	Fallaron	No fallaron	f _i		
2	270										X	X	2	0	2	4	8	
1	265			X	X				O	O			2	2	2	2	2	
0	260		O		O	X		O					1	3	1	0	0	
-	255	O					O						0	2	0	0	0	
Totales													5	7	5	6	10	
Límite de fatiga = 263.5 MPa																		
Desviación estándar = 4.77 MPa																		
PD = 0.56																		

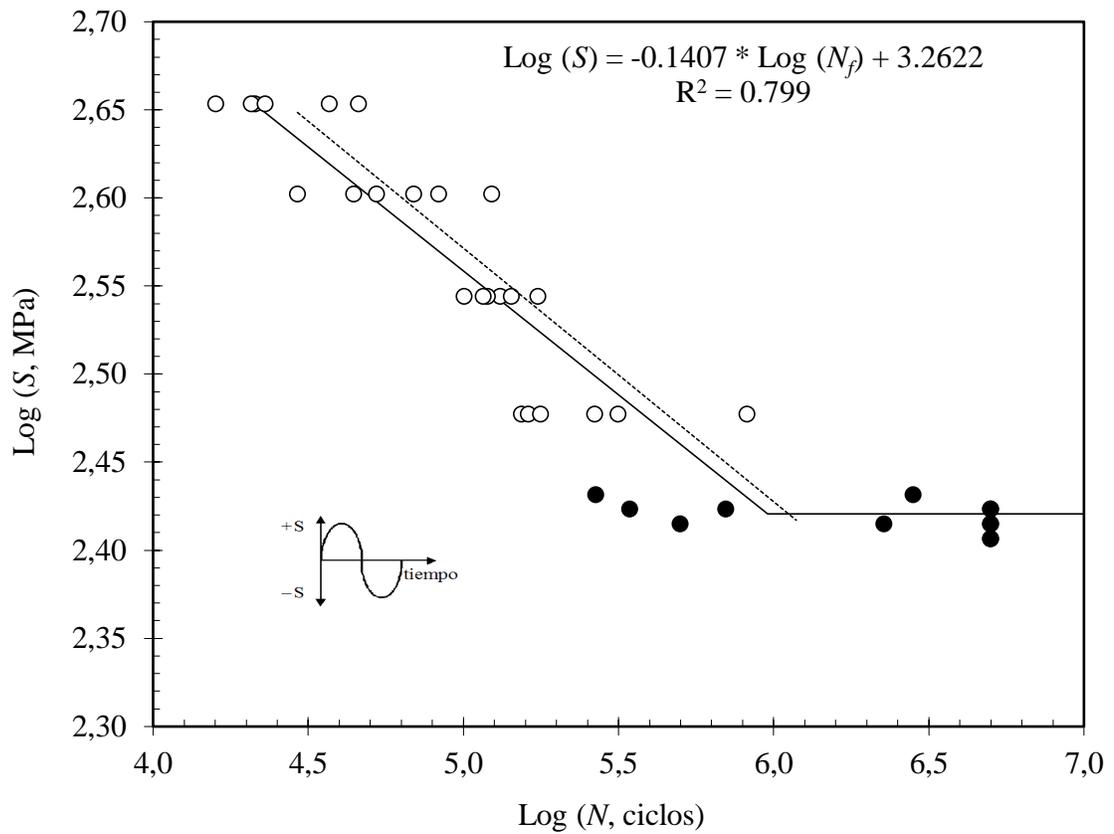


Fig. 4.6. Log del esfuerzo vs Log de ciclos de un acero AISI 1020.

Tabla 4.5. Resultados de los ensayos de fatiga para determinar la resistencia a la fatiga de un acero AISI 1020 con recubrimiento autocatalítico de Ni-P y con PTT-1.

Probeta #	S, MPa	N _f , Número de ciclos a la fractura	Probeta #	S, MPa	N _f , Número de ciclos a la fractura
1	400	64428	13	300	181646
2		25206	14		122738
3		28480	15		153718
4		35693	16		146404
5		62141	17		218089
6		27964	18		126077
7	350	138874	19	250	545406
8		68224	20		298970
9		86986	21		390204
10		80068	22		212419
11		84001	23		275336
12		92982	24		343920

Tabla 4.6. Resultados de los ensayos de fatiga para determinar el límite de fatiga de un acero AISI 1020 con recubrimiento autocatalítico de Ni-P y con PTT-1.

Probeta #	S, MPa	N, Ciclos	Probeta #	S, MPa	N, Ciclos
1	200	5000000	7	200	961900
2	205	909750	8	195	5000000
3	200	5000000	9	200	461548
4	205	1412411	10	195	1611704
5	200	5000000	11	190	5053121
6	205	380617	12	195	5000000

Tabla 4.7. Método de la escalera para determinar el límite de fatiga de un acero AISI 1020 con recubrimiento autocatalítico de Ni-P y con PTT-1.

Nivel de S, i	S, MPa	Resultados de los ensayos O: No falla hasta 5×10^6 ciclos X: Falla hasta 5×10^6 ciclos												Resumen de los resultados		Frecuencia de los especímenes que fallaron	i f _i	i ² f _i
		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	Fallaron	No fallaron	f _i		
2	205		X		X		X							3	0	3	6	12
1	200	O		O		O		X		X				2	3	2	2	2
0	195								O		X		O	1	2	1	0	0
-	190											O		0	1	0	0	0
Totales												6	6	6	8	14		
Límite de fatiga = 199.17 MPa																		
Desviación estándar = 4.73 MPa																		
PD = 0.56																		

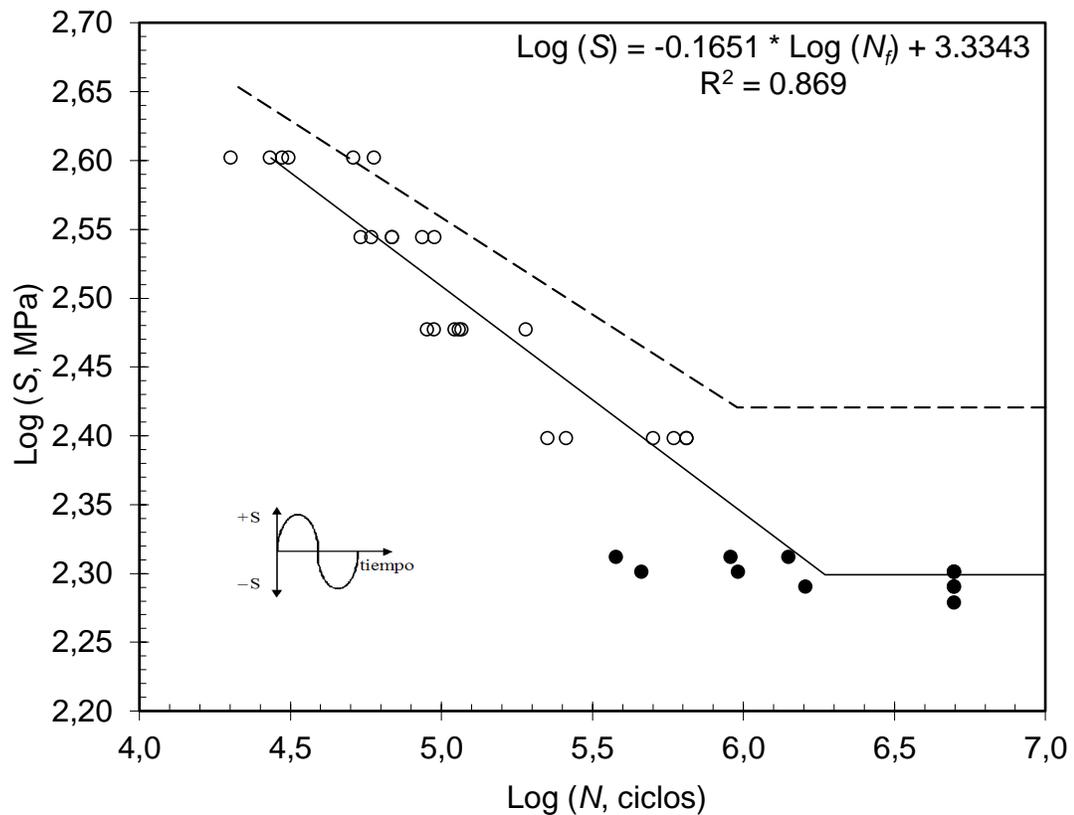


Fig. 4.7. Log del esfuerzo vs Log de ciclos de un acero AISI 1020 con recubrimiento autocatalítico de Ni-P y con PTT-1.

Tabla 4.8. Resultados de los ensayos de fatiga para determinar la resistencia a la fatiga de un acero AISI 1020 con recubrimiento autocatalítico de Ni-P y con PTT-2.

Probeta #	S, MPa	Nf, Número de ciclos a la fractura	Probeta #	S, MPa	Nf, Número de ciclos a la fractura
1	400	64428	13	300	181646
2		25206	14		122738
3		28480	15		153718
4		35693	16		146404
5		62141	17		218089
6		27964	18		126077
7	350	138874	19	250	545406
8		68224	20		298970
9		86986	21		390204
10		80068	22		212419
11		84001	23		275336
12		92982	24		343920

Tabla 4.9. Resultados de los ensayos de fatiga para determinar el límite de fatiga de un acero AISI 1020 con recubrimiento autocatalítico de Ni-P y con PTT-2.

Probeta #	S, MPa	N, Ciclos	Probeta #	S, MPa	N, Ciclos
1	200	5000000	7	210	5000000
2	205	1172360	8	215	1933937
3	200	5010761	9	210	5000000
4	205	5000000	10	215	1611704
5	210	885534	11	210	5000000
6	205	5000000	12	215	5000000

Tabla 4.10. Método de la escalera para determinar el límite de fatiga de un acero AISI 1020 con recubrimiento autocatalítico de Ni-P y con PTT-2.

Nivel de S, i	S, MPa	Resultados de los ensayos O: No falla hasta 5×10^6 ciclos X: Falla hasta 5×10^6 ciclos												Resumen de los resultados		Frecuencia de los especímenes que fallaron		if _i	i ² f _i
		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	Fallaron	No fallaron	f _i			
2	215							X		X		X	2	0	2	4	8		
1	210				X		O		O		O		1	3	1	1	1		
0	205		X		O		O						1	2	1	0	0		
-	200	O		O									0	2	0	0	0		
Totales												4	8	4	5	9			
Límite de fatiga = 199.4 MPa																			
Desviación estándar = 15.3 MPa																			
PD = 1.86																			

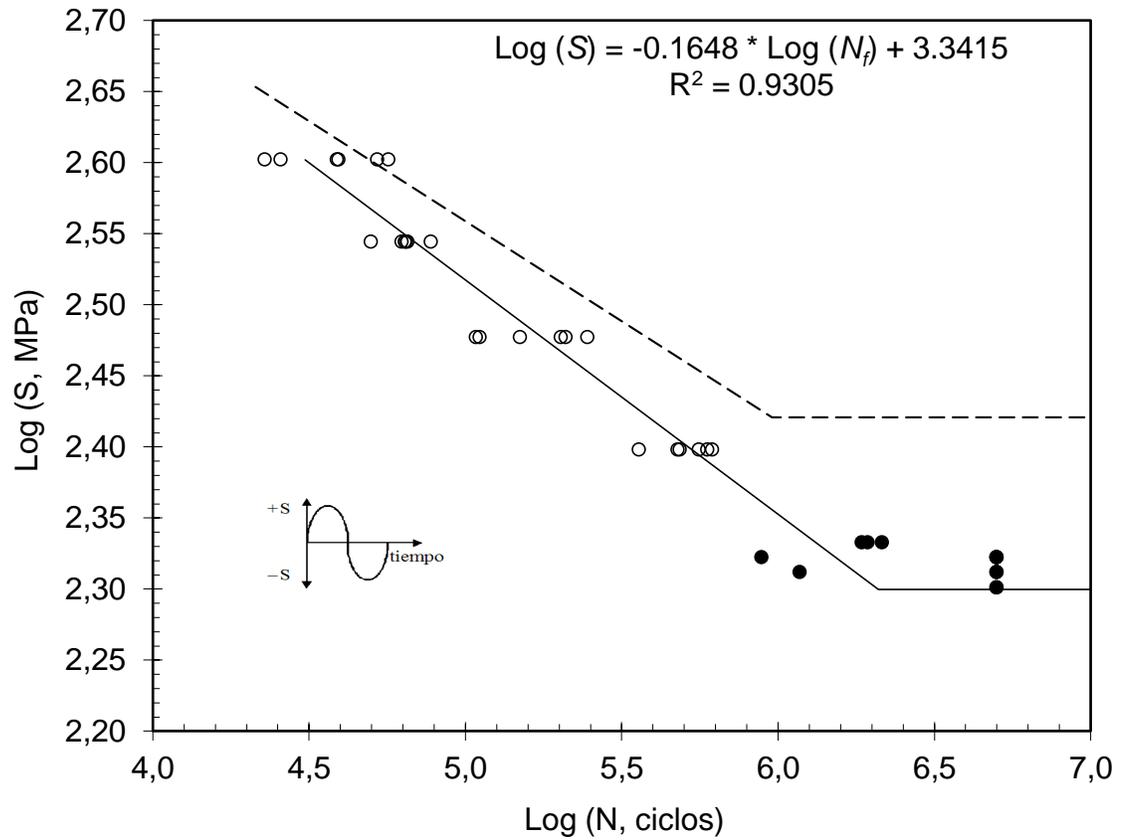


Fig. 4.8. Log del esfuerzo vs Log de ciclos de un acero AISI 1020 con recubrimiento autocatalítico de Ni-P y con PTT-2.

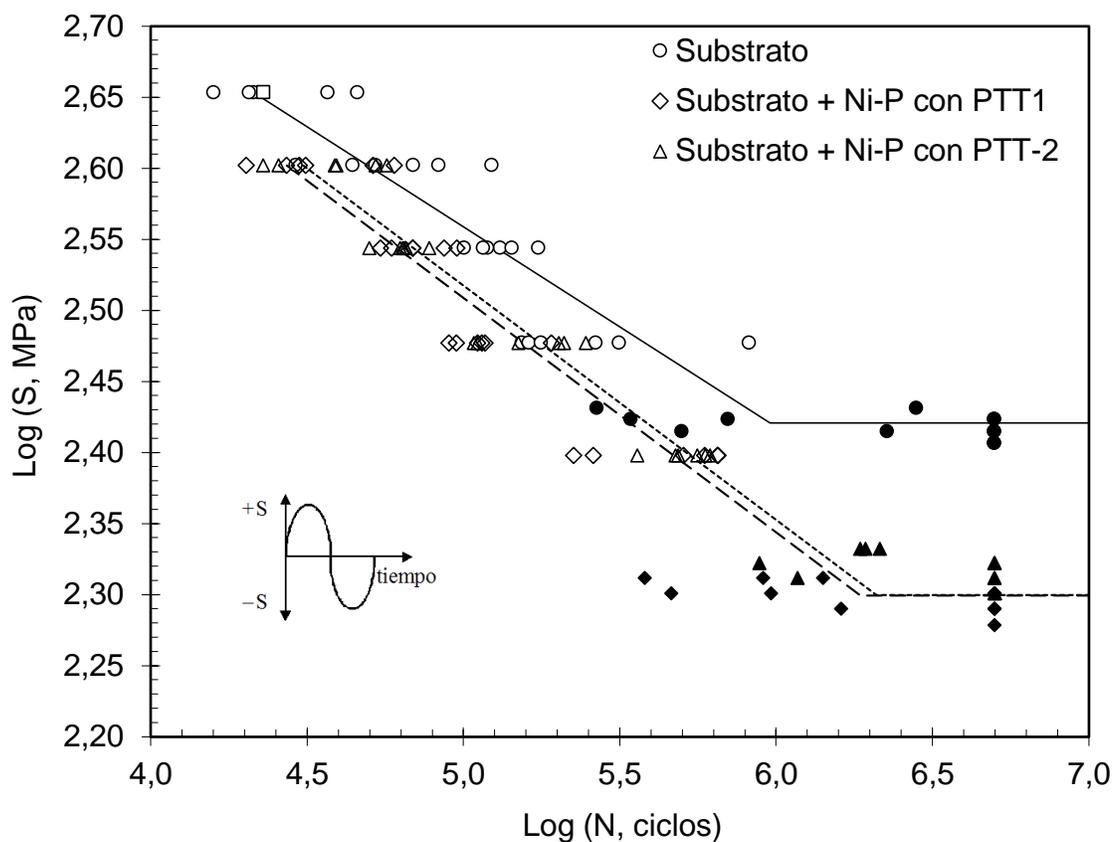


Fig. 4.9. Log del esfuerzo vs Log de ciclos de un acero AISI 1020 sin y con recubrimiento autocatalítico de Ni-P.

Tabla 4.11. Límite de fatiga y desviación estándar para cada condición del material ensayada.

Condición del material	Límite de fatiga, MPa	DE, MPa
Sustrato	263.5	4.77
Sustrato + Ni-P y PTT-1	199.2	4.73
Sustrato + Ni-P y PTT-2	199.4	15.3

La curva de resistencia a la fatiga para un AISI 1020 obtenida a través de los datos experimentales es muy cercana a la curva de resistencia a la fatiga obtenida por Escamilla y Mojica (2010) (línea discontinua en Fig. 4.6), con base a ello los datos obtenidos se consideran válidos [23].

De acuerdo a los resultados obtenidos en la Fig. 4.9, es posible observar que para un acero AISI 1020 con recubrimiento autocatalítico de Ni-P y PTT-1 PTT-2 decrementa la vida a la fatiga y el límite de fatiga en cantidades similares, este decremento se debe al comportamiento frágil del recubrimiento en donde iniciaron las grietas transmitiéndose al sustrato, tal como ha reportado Berríos (1998) [8]: En el mismo sentido, para fundamentar dicha afirmación es necesario un estudio fractográfico de las superficies obtenidas de la fractura de las probetas el cual será objeto de análisis posterior.

Tabla 4.12. Resultados de los ensayos para determinar la resistencia a la fatiga-corrosión de un acero AISI 1020.

Probeta #	S, MPa	N _f , Número de ciclos a la fractura	Probeta #	S, MPa	N _f , Número de ciclos a la fractura
1	450	32653	13	350	101149
2		24389	14		91233
3		25599	15		113273
4		36964	16		133967
5		29266	17		117586
6		25719	18		126204
7	400	54213	19	300	193182
8		50603	20		398675
9		62099	21		161495
10		41449	22		224696
11		50624	23		523308
12		51264	24		370250

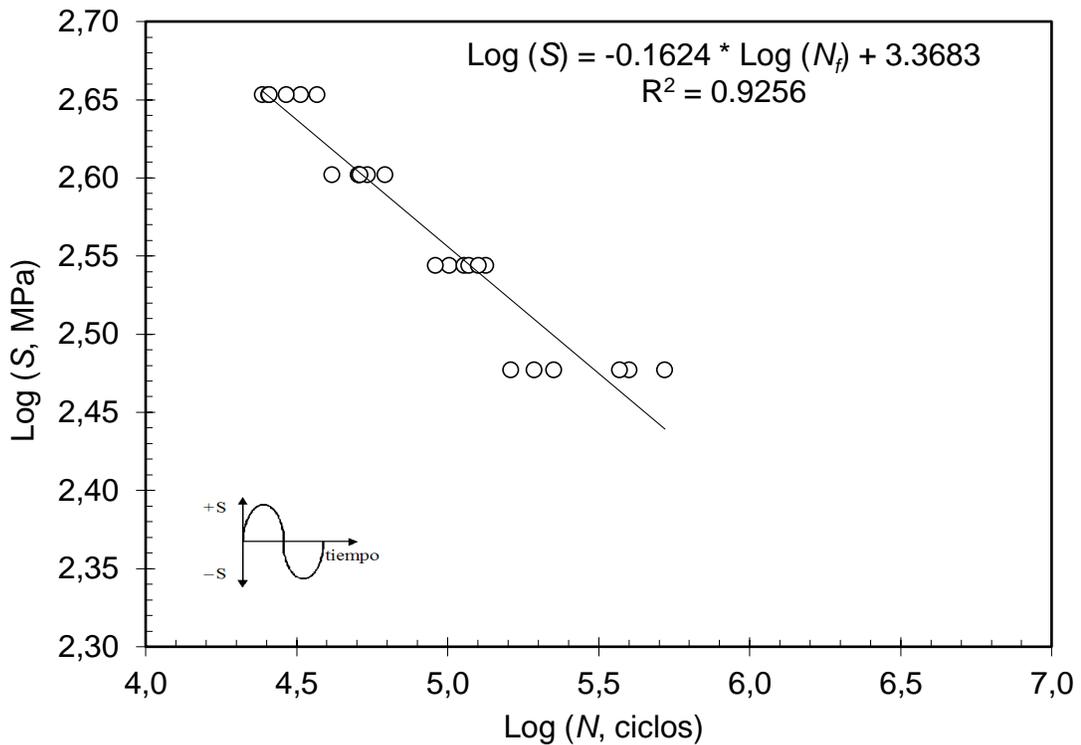


Fig. 4.10. Log del esfuerzo vs Log de ciclos a la fractura en un medio corrosivo al 3% en peso de NaCl, de un acero AISI 1020.

Tabla 4.13. Resultados de los ensayos de fatiga para determinar la resistencia a la fatiga-corrosión de un acero AISI 1020 con recubrimiento autocatalítico de Ni-P y con PTT-1.

Probeta #	S, MPa	N _f , Número de ciclos a la fractura	Probeta #	S, MPa	N _f , Número de ciclos a la fractura
1	400	45466	13	300	248217
2		46330	14		368334
3		59924	15		401184
4		38345	16		133518
5		56663	17		140149
6		46644	18		248217
7	350	195578	19	250	452639
8		159549	20		340351
9		115112	21		466415
10		143820	22		463985
11		110777	23		335180
12		124967	24		413521

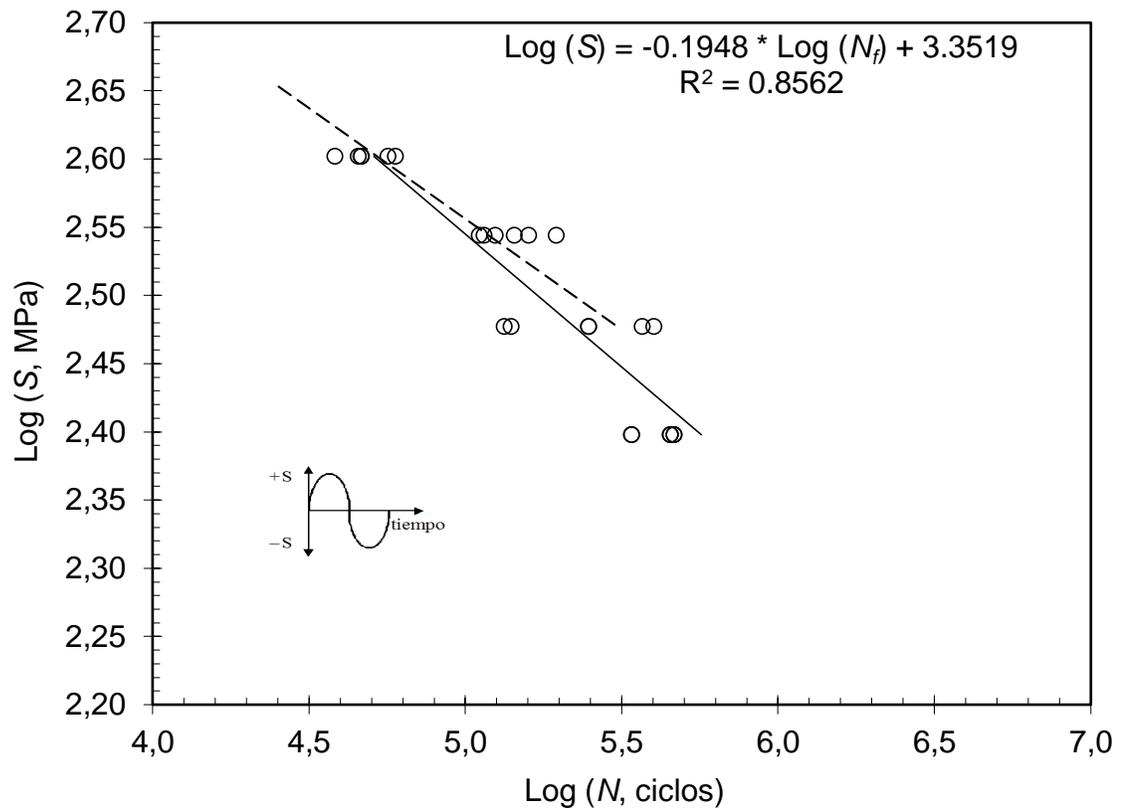


Fig. 4.11. Log del esfuerzo vs Log de ciclos a la fractura en un medio corrosivo al 3% en peso de NaCl, de un acero AISI 1020 con recubrimiento autocatalítico de Ni-P y con PTT-1.

Tabla 4.14. Resultados de los ensayos de fatiga para determinar la resistencia a la fatiga-corrosión de un acero AISI 1020 con recubrimiento autocatalítico de Ni-P y con PTT-2.

Probeta #	S, MPa	N _f , Número de ciclos a la fractura	Probeta #	S, MPa	N _f , Número de ciclos a la fractura
1	400	64428	13	300	181646
2		25206	14		122738
3		28480	15		153718
4		35693	16		146404
5		62141	17		218089
6		27964	18		126077
7	350	138874	19	250	545406
8		68224	20		298970
9		86986	21		390204
10		80068	22		212419
11		84001	23		275336
12		92982	24		343920

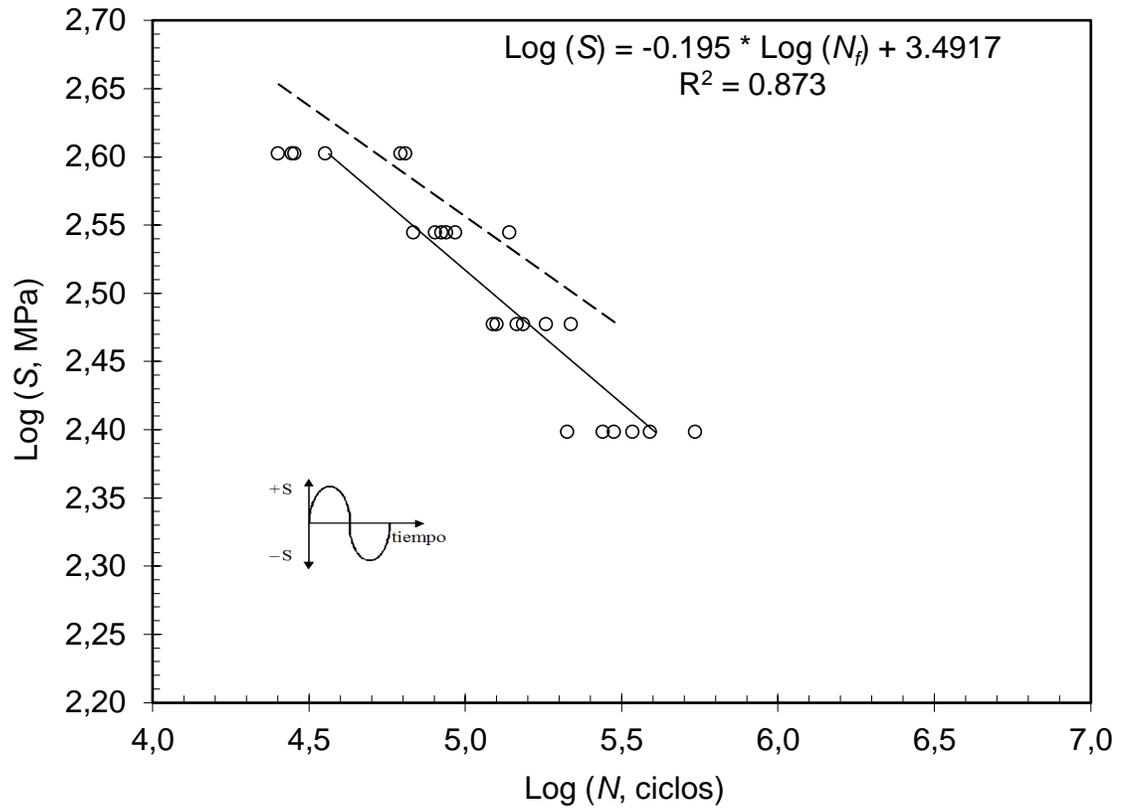


Fig. 4.12. Log del esfuerzo vs Log de ciclos a la fractura en un medio corrosivo al 3% en peso de NaCl, de un acero AISI 1020 con recubrimiento autocatalítico de Ni-P y con PTT-2.

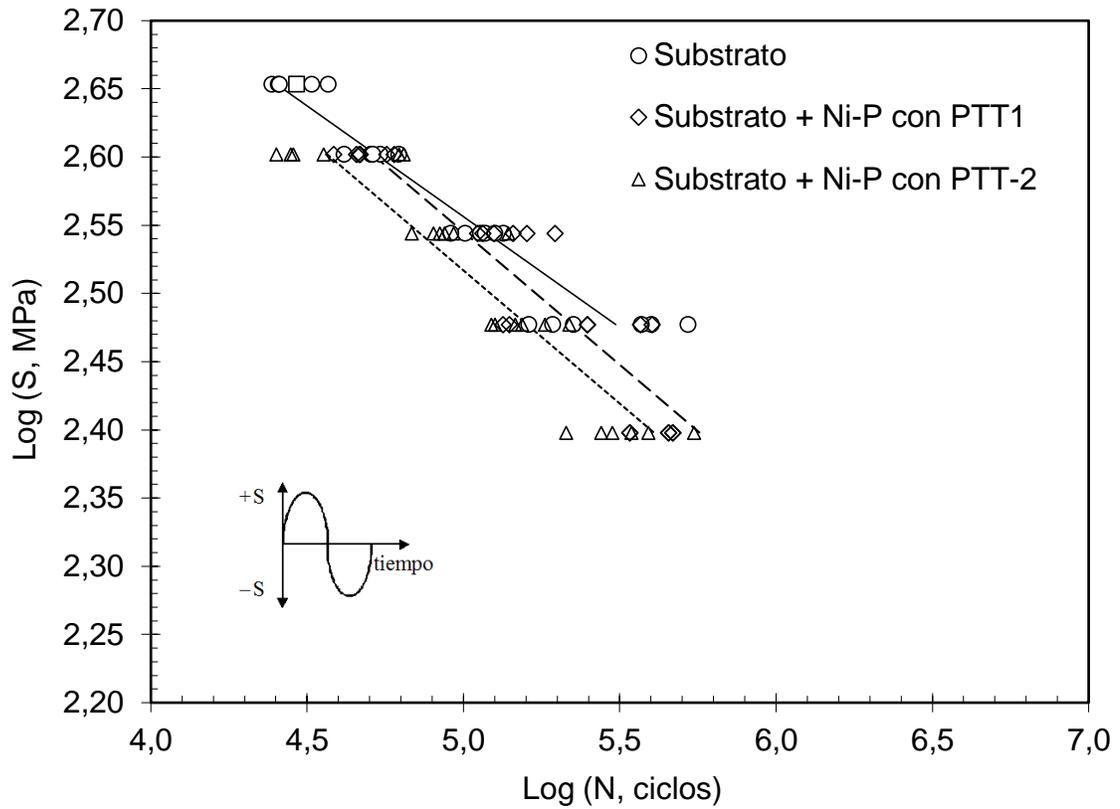


Fig. 4.13. Log del esfuerzo vs Log de ciclos a la fractura en una solución corrosiva al 3 % en peso de NaCl, de un acero AISI 1020 sin y con recubrimientos autocatalítico de Ni-P.

Tal como se presenta en la Fig. 4.13 la resistencia a la fatiga-corrosión con una solución corrosiva al 3% en peso de NaCl, muestra un decremento de la resistencia a la fatiga del material con PTT-1 o PTT-2 respecto al sustrato, al igual que el caso de resistencia al fatiga al aire esto se debe al comportamiento frágil del recubrimiento, en el caso de un acero AISI 1020 con recubrimiento autocatalítico de Ni-P y con PTT-2 se observa un mayor decremento respecto a las probetas recubiertas y con PTT-1, debido a que el mismo PTT-2 se realizó para obtener una mayor dureza del recubrimiento por lo cual se comporta de manera más frágil. Es importante destacar que el decremento en la resistencia a la fatiga al aire respecto a la fatiga corrosión es menor en el último caso, esto comparado con el sustrato en el ambiente corrosivo, esto debido a las propiedades del recubrimiento de resistencia a la corrosión.

Tabla 4.15. Ecuación de Basquín correspondiente a cada condición del material ensayado.

Condición del material		Ecuación de Basquín $\text{Log}(S)=m*\text{Log}(N_f)+b$	R ²	A, MPa	B, ua
Sustrato	Aire	$\text{Log}(S) = -0.1407 * \text{Log}(N_f) + 3.2622$	0.799	1829	-0.1407
	Corrosión	$\text{Log}(S) = -0.1624 * \text{Log}(N_f) + 3.3683$	0.9256	2335	-0.1624
Sustrato + Ni-P con PTT-1	Aire	$\text{Log}(S) = -0.1651 * \text{Log}(N_f) + 3.3343$	0.869	2159	-0.1651
	Corrosión	$\text{Log}(S) = -0.1948 * \text{Log}(N_f) + 3.33519$	0.8562	2249	-0.1948
Sustrato + Ni-P con PTT-2	Aire	$\text{Log}(S) = -0.1648 * \text{Log}(N_f) + 3.3415$	0.9305	2195	-0.1648
	Corrosión	$\text{Log}(S) = -0.195 * \text{Log}(N_f) + 3.4917$	0.873	3102	-0.1950

Es práctica habitual que antes de comparar los resultados obtenidos, primero se tiene que realizar un análisis estadístico de la reproducibilidad de las ecuaciones de **Basquin**, tal como lo recomienda la norma de la **ASTM** Designación **E-739**. Dicha reproducibilidad se calcula mediante la Ec. (4.4):

$$\text{Reproducibilidad, \%} = \left(1 - \frac{\# \text{ de niveles de } S}{\# \text{ de probetas ensayadas}} \right) * 100\% . \quad (4.4)$$

En tal sentido, dado que todas las ecuaciones de resistencia a la fatiga fueron obtenidas a partir de 24 probetas y distribuidas en 4 niveles de esfuerzo, se determinó que estas ecuaciones son confiables, ya que la reproducibilidad es de aproximadamente 83 %.

Por otro lado, en la determinación de los límites de fatiga se obtuvo para todas las condiciones de material ensayado, un parámetro de desviación mayor que 0.3, tal como lo recomienda Dieter (1986) [21]. Cabe destacar que esto obedece a que se utilizó un escalón sumamente pequeño y una cantidad significativa de probetas.

En las Figs. 4.6 - 4.14 se presentó el comportamiento a la fatiga al aire y fatiga-corrosión de los conjuntos sustratos + recubrimiento autocatalítico de Ni-P. A partir de las ecuaciones de resistencia a la fatiga se puede calcular los decrementos en la vida a la fatiga a un esfuerzo dado, los cuales se pueden obtener mediante la Ec. (4.5).

$$\text{Decrementos, \%} = - \left(\frac{N_f^{\text{Substrato+recubrimiento}} - N_f^{\text{recubrimiento}}}{N_f^{\text{recubrimiento}}} \right) * 100\% \quad (4.5)$$

En la Tabla 4.16 se presentan los decrementos en la vida a la fatiga al aire y fatiga-corrosión, a valores de esfuerzos de 400 y 300 MPa para cada condición de sustrato + recubrimiento. En la Tabla 4.17 se presentan el decremento tanto absoluto (MPa) como también porcentual en el límite de fatiga para los mismos materiales.

Tabla 4.16. Decremento porcentual en la vida a la fatiga para cada condición del material recubierto.

Condición del material	Ensayos	S, MPa	Decremento, %
Sustrato + Ni-P con PTT-1	Fatiga al aire	400	45
		300	59
	Fatiga corrosión	400	89
		300	92
Sustrato + Ni-P con PTT-2	Fatiga al aire	400	38
		300	54
	Fatiga corrosión	400	30
		300	48

Tabla 4.17. Decremento absoluto y porcentual en el límite de fatiga para cada condición del material recubierto.

Condición del material	Decremento en el límite de fatiga	
	MPa	%
Sustrato + Ni-P con PTT-1	66.1	33.2
Sustrato + Ni-P con PTT-2	65.9	33.0

Finalmente, es importante destacar que para poder explicar este decremento en el comportamiento a la fatiga se tiene que presentar un estudio fractográfico de los mismos, ya que como ha sido expuesto anteriormente el

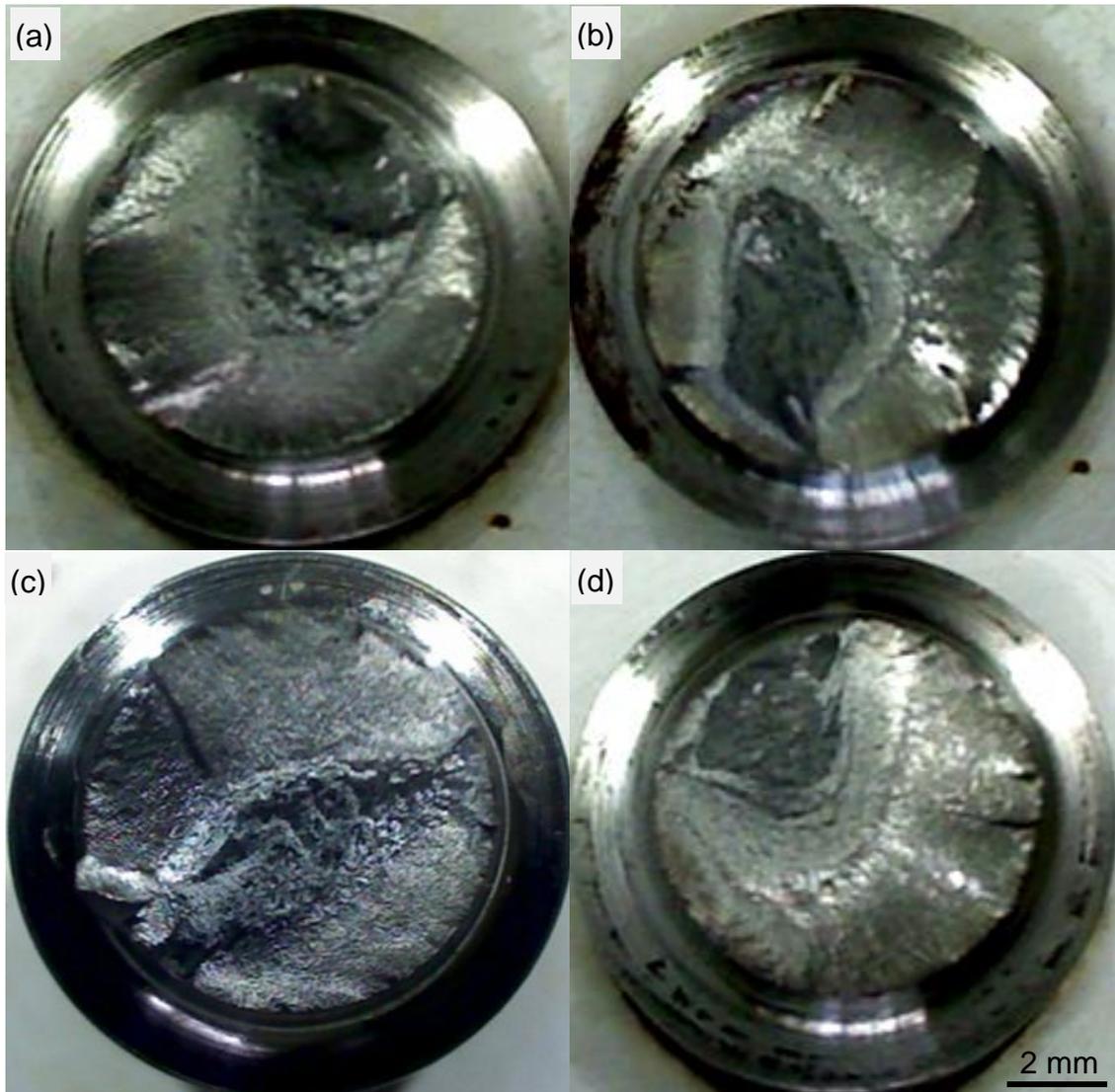
comportamiento a la fatiga de los materiales tratados superficialmente es influenciado por tres efectos: (i) comportamiento a la fatiga del material próximo a la superficie, (ii) condición de esfuerzo en las capas superficiales, (iii) presencia o ausencia de irregularidades en la superficie del material.

4.3. ESTUDIO FRACTOGRÁFICO

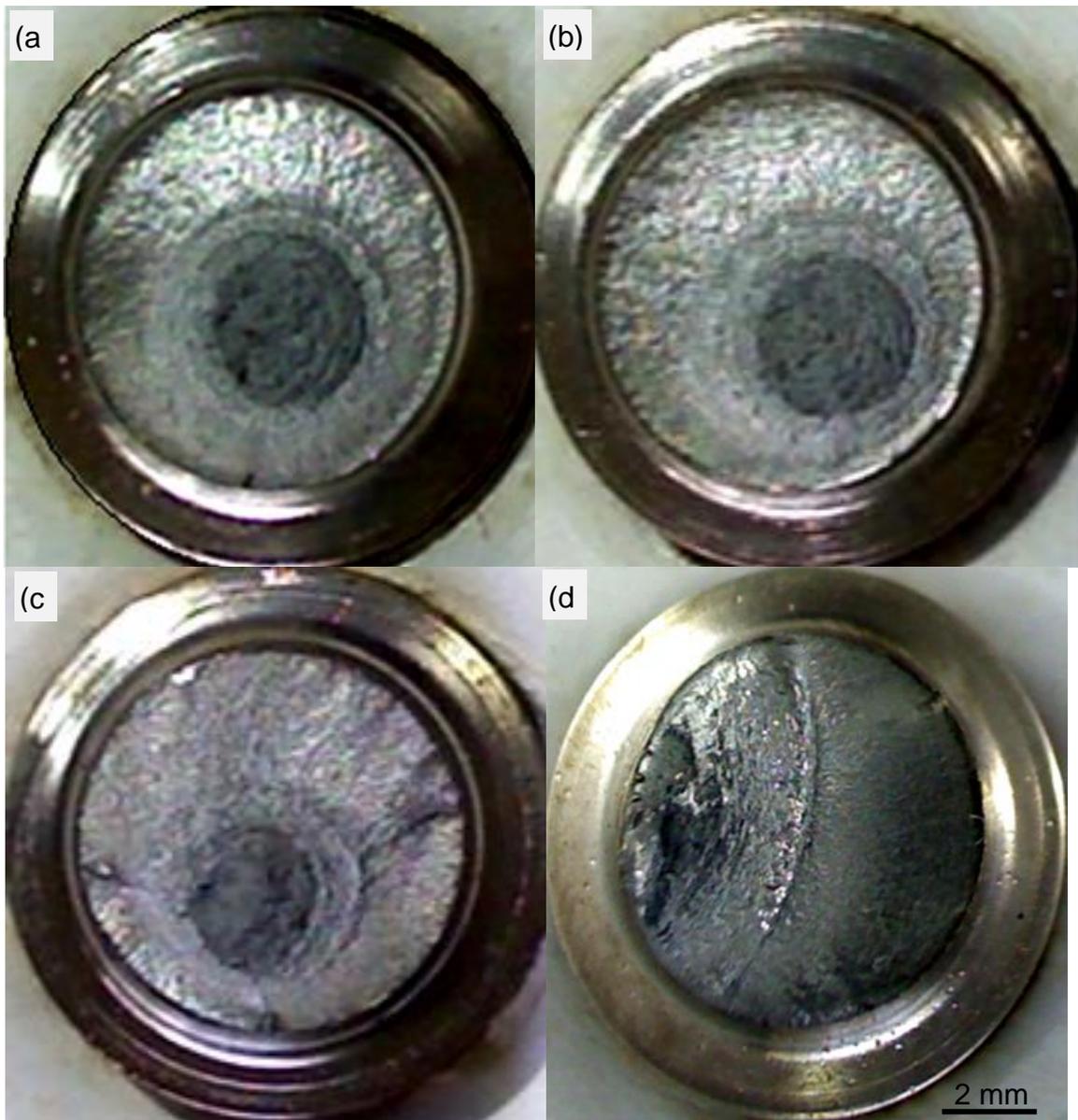
La probetas ensayadas a fatiga flexión rotativa utilizadas para determinar la resistencia a la fatiga al aire como en medio corrosivo al 3 % en peso de NaCl de las condiciones de metal base sin y con recubrimiento de Ni-P con PTT-1 y PTT-2 se realizó un estudio fractográfico a bajos aumentos. Así, en las Figs. 4.11 y 4.12 se presentan para cada uno de los esfuerzos una macrografía correspondientes al estudio fractográfico de las probetas sin recubrimiento tanto al aire como también en medio corrosivo, respectivamente. Además, en las Figs. 4.13 y 4.14 se presentan para cada uno de los esfuerzos una macrografía correspondientes al estudio fractográfico de las probetas recubiertas con Ni-P y con PTT-1 tanto al aire como en medio corrosivo, respectivamente. También, en las Figs. 4.15 y 4.16 se presentan para cada uno de los esfuerzos una macrografía correspondientes al estudio fractográfico de las probetas recubiertas con Ni-P y con PTT-2 tanto al aire como en medio corrosivo, respectivamente.

En el mismo sentido es de destacar que las superficies de fractura reportadas para cada uno de los 4 niveles de esfuerzo, corresponden a la superficie de mayor contraste de las seis probetas correspondientes a cada nivel de esfuerzo.

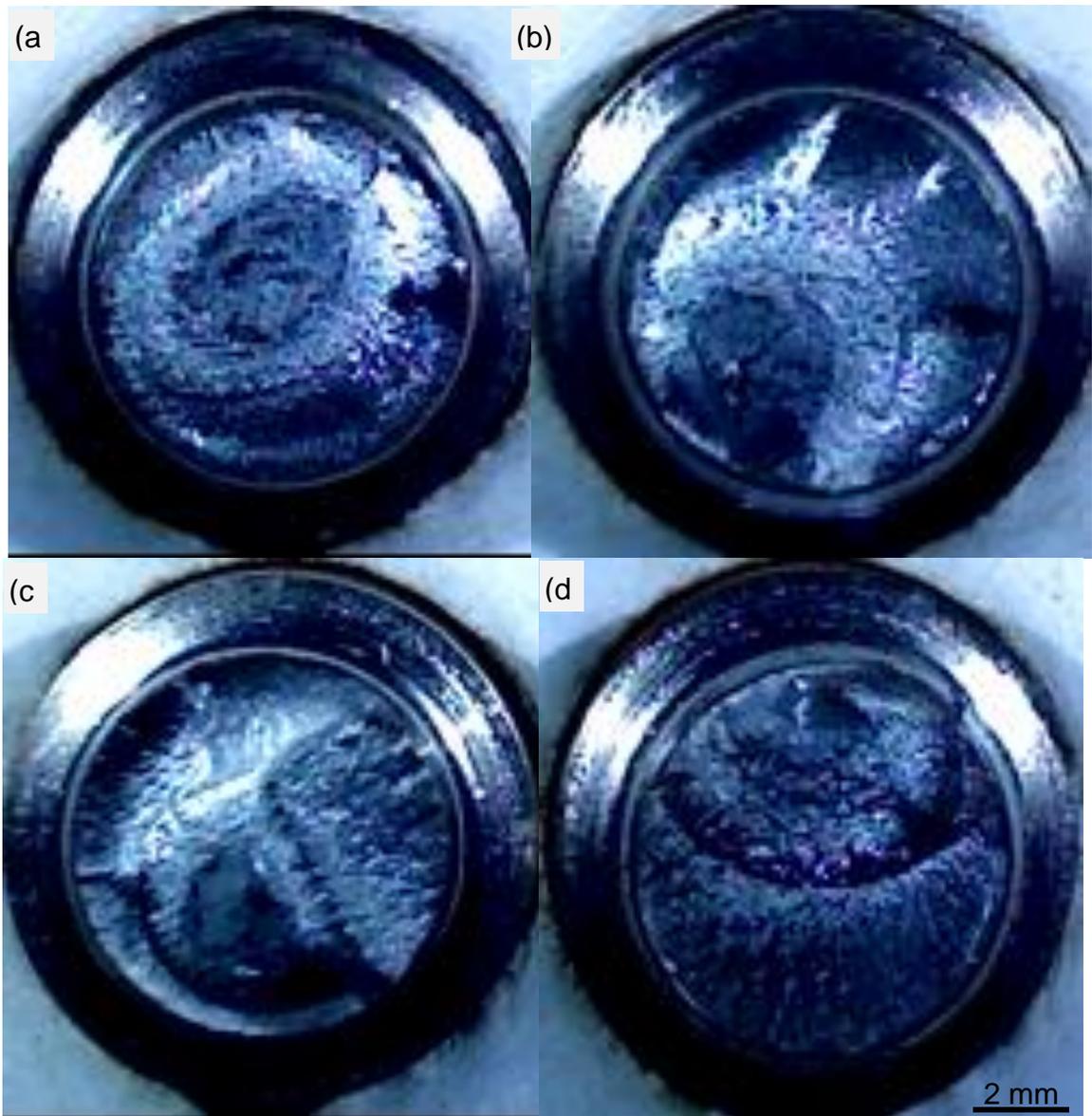
Con respecto al análisis primeramente se realizarán comentarios generales de las superficies de fractura, en la cual se destacarán el número de grietas observadas en función del esfuerzo al cual se ensayaron las probetas. Luego se realizarán comentarios destaca algunos detalles particulares para las superficies de fractura para cada condición de material.



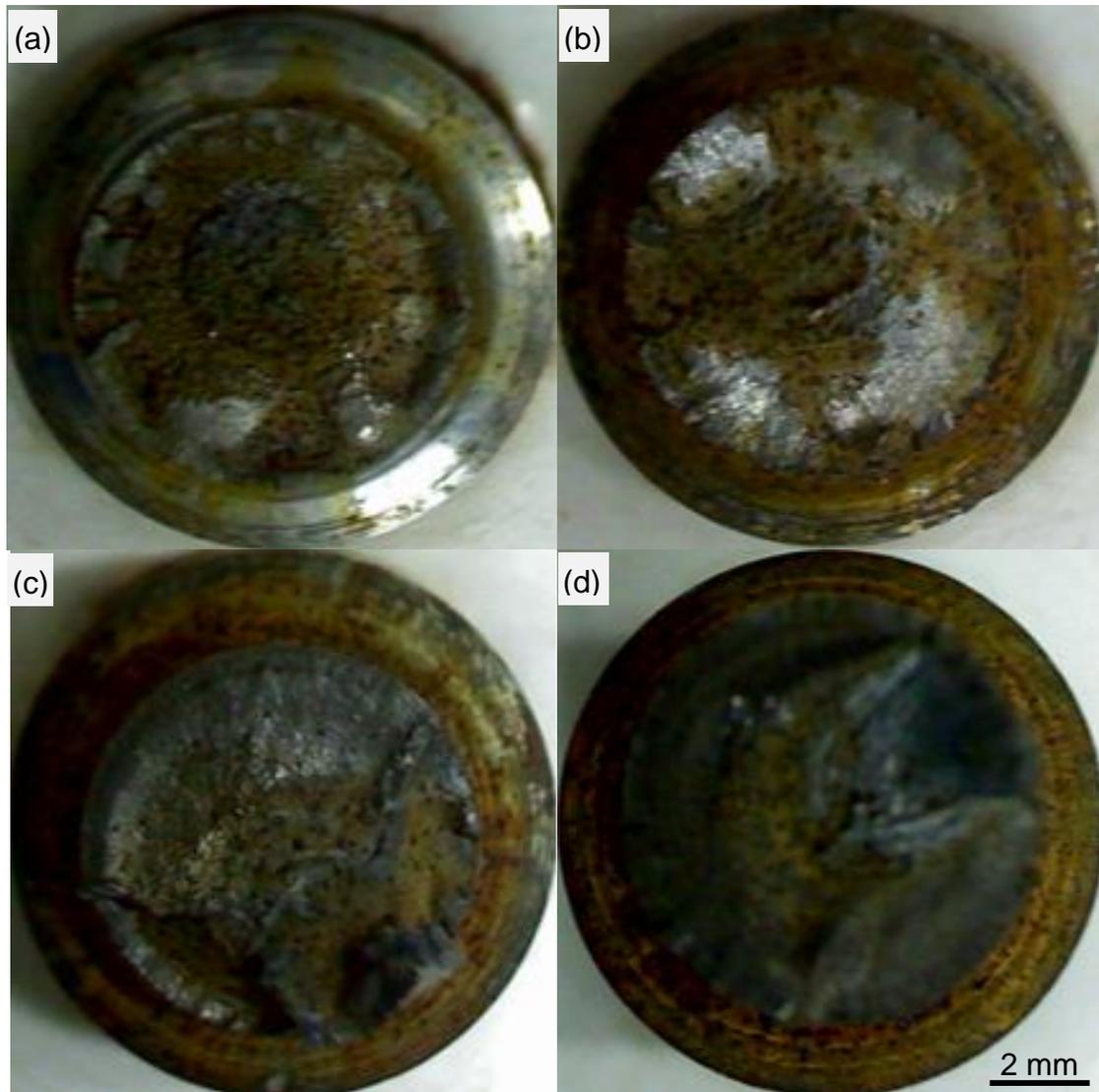
Figs. 4.14. Macrografía de probetas de acero AISI 1020 ensayadas a fatiga al aire: (a) Esfuerzo 450 MPa y $N_f = 21299$; (b) Esfuerzo 400 MPa y $N_f = 123275$; (c) Esfuerzo 350 MPa y $N_f = 173581$; y (d) Esfuerzo 300 MPa y $N_f = 153944$.



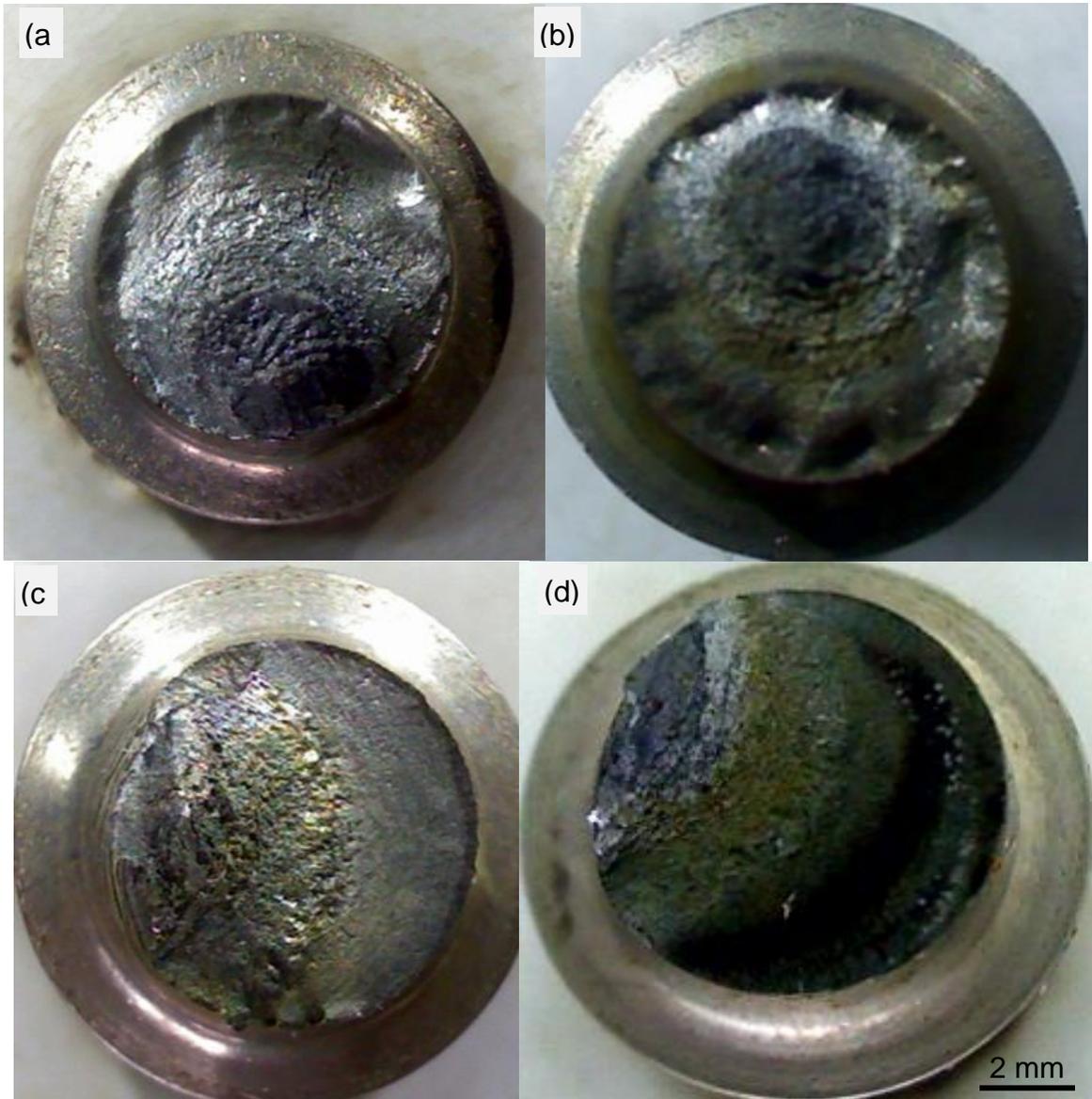
Figs. 4.15. Macrografía de probetas de acero AISI 1020 recubiertas con Ni-P y con PTT-1 ensayadas a fatiga al aire: (a) Esfuerzo 400 MPa y $N_f = 29838$; (b) Esfuerzo 350 MPa y $N_f = 542559$; (c) Esfuerzo 300 MPa y $N_f = 110848$; y (d) Esfuerzo 250 MPa y $N_f = 651140$.



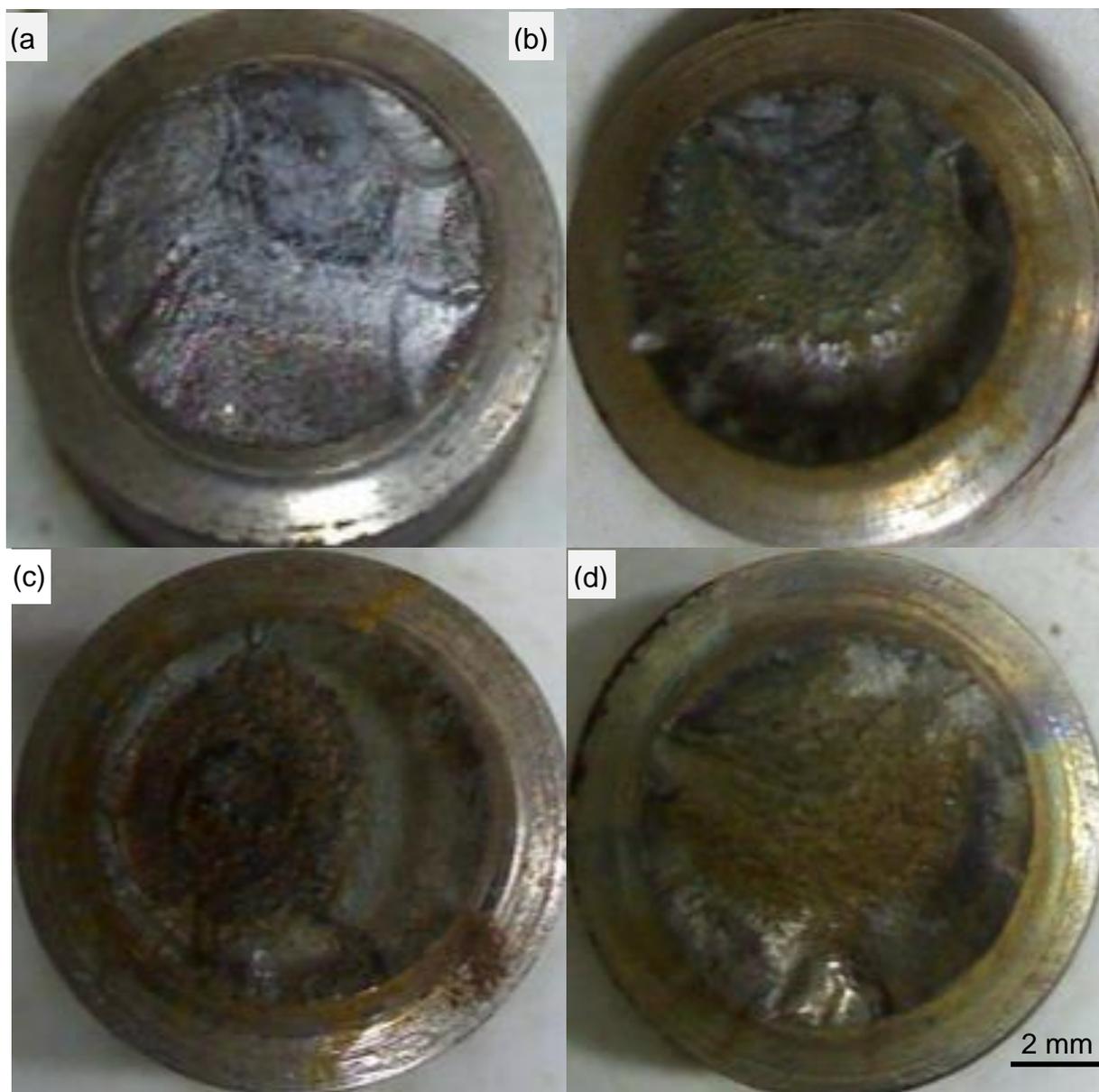
Figs. 4.16. Macrografía de probetas de acero AISI 1020 recubiertas con Ni-P y con PTT-2 ensayadas a fatiga al aire: (a) Esfuerzo 400 MPa y $N_f = 64498$; (b) Esfuerzo 350 MPa y $N_f = 86986$; (c) Esfuerzo 300 MPa y $N_f = 122738$; y (d) Esfuerzo 250 y $N_f = 212419$.



Figs. 4.17. Macrografía de probetas de acero AISI 1020 ensayadas a fatiga en un medio al 3% en peso de NaCl: (a) Esfuerzo 450 MPa y $N_f = 29474$; (b) Esfuerzo 400 MPa y $N_f = 42518$; (c) Esfuerzo 350 MPa y $N_f = 126419$; (d) Esfuerzo 300 MPa y $N_f = 367042$.



Figs. 4.18. Macrografía de probetas de acero AISI 1020 recubiertas con Ni-P y con PTT-1 ensayadas a fatiga en un medio al 3% en peso de NaCl: (a) Esfuerzo 400 MPa y $N_f = 46330$; (b) Esfuerzo 350 y $N_f = 115112$; (c) Esfuerzo 300 MPa y $N_f = 133518$; y (d) Esfuerzo 250 MPa y $N_f = 466415$.



Figs. 4.19. Macrografía de probetas de acero AISI 1020 recubiertas con Ni-P y con PTT-2 ensayadas a fatiga en un medio al 3% en peso de NaCl: (a) Esfuerzo 400 MPa y $N_f = 38345$; (b) Esfuerzo 350 MPa y $N_f = 195578$; (c) Esfuerzo 300 MPa y $N_f = 140149$; y (d) Esfuerzo 250 MPa y $N_f = 452639$.

En general para todas las condiciones de material ensayados hasta la fractura tanto a fatiga al aire como en medio corrosivo, se puede observar que las superficies de fractura para altos esfuerzos presentan múltiples zonas de inicios de grietas de fatiga en la periferia de las probetas. Contrario a esto, se puede observar que las superficies de fractura para bajos esfuerzos presentan un menor número de zonas de inicios de grietas de fatiga en la periferia de las probetas. Así, estas grietas de fatiga se inician por la presencia de microconcentradores de esfuerzos en la superficie libre del metal base sin recubrimiento o en la superficie libre de los recubrimientos para las condiciones de probetas recubiertas y con PTT-1 y PTT-2.

La Fig. 4.14a corresponde a una probeta de metal base ensayada a fatiga al aire en la cual se presenta una amplia zona plana en la parte inferior de la imagen, indicando que es una zona de inicio de grieta con múltiples orígenes en el mismo plano como con secuencia, probablemente, a una entalla. Además, la zona de fractura por sobrecarga es relativamente grande, característica de las probetas ensayadas a altos esfuerzos. La Fig. 4.14d corresponde a una probeta de la misma condición de material ensayada a fatiga al aire la cual presenta al lado derecho dos inicios de grieta y una zona de fractura por sobre carga relativamente pequeña característica propia de probetas ensayadas a bajos esfuerzos.

La Fig. 4.15a-c corresponden a probetas ensayadas a fatiga al aire para el sustrato recubierto y con PTT-1, en las cuales se puede observar que la zona de despegue por sobre carga están confinadas en el centro de cada probeta como consecuencia de que el recubrimiento se comporta como un material frágil, en el cual la grieta se propaga a partir del recubrimiento avanzando rápidamente en la periferia y transfiriéndose al sustrato en toda su periferia. Similarmente ha ocurrido con la probeta del mismo tipo ensayada a bajo esfuerzo (ver, Fig. 4.15d), en la cual se observa una sola grieta de fatiga con múltiples zonas de inicio en el mismo plano.

La Fig. 4.16a-c corresponden a probetas ensayadas a fatiga al aire para el sustrato recubierto y con PTT-2, en las cuales se puede observar múltiples

zonas de inicio de grieta por fatiga y que la zona de despegue por sobre carga están confinadas en el centro de cada probeta. Contrario a lo anterior, para la probeta del mismo tipo de material y ensayadas a bajo esfuerzo (ver, Fig. 4.16d) se observa una sola grieta de fatiga con múltiples zonas de inicio en el mismo plano.

Las Figs. 4.18a-d corresponde a una probeta recubierta y con PTT-1 ensayada a fatiga en un ambiente corrosivo al 3% de NaCl, en las cuales se observa que a mayores niveles de esfuerzo mayores son las zonas de fractura por sobrecarga.

La Fig. 4.18a-b corresponden a probetas ensayadas a fatiga en un medio corrosivo para el sustrato recubierto y con PTT-1, en las cuales se puede observar que la zona de despegue por sobre carga están confinadas en el centro de cada probeta. También, para el mismo tipo de probetas y ensayadas a bajos esfuerzos se observa (ver, Fig. 4.15c-d) una sola grieta de fatiga con múltiples zonas de inicio en el mismo plano. Esto es similar, tal como ha ocurrido con las probetas del mismo tipo de material ensayadas a fatiga al aire.

La Fig. 4.19a-d corresponden a probetas ensayadas a fatiga en un medio corrosivo para el sustrato recubierto y con PTT-2, en las cuales se puede observar múltiples zonas de inicio de grieta por fatiga en planos ligeramente paralelos y que las zonas de despegue por sobre carga están confinadas en el centro de cada probeta.

Con base a los resultados obtenidos de espesores, ensayos de fatiga y estudio fractográfico es posible concluir cual es el fenómeno que sucede en la fatiga al aire y fatiga-corrosión para un acero AISI 1020 con recubrimiento autocatalítico de Ni-P y con PTT-1 o PTT-2.

CONCLUSIONES

Por medio de los ensayos realizados en este trabajo de graduación se han obtenido los datos necesarios para concluir:

Que el proceso de deposición autocatalítica de Ni-P utilizado para la obtención de 120 probetas recubiertas se considera exitoso debido a que se superaron las etapas de limpieza y activación de superficie para su correcta deposición con recubrimiento de Ni-P, esto gracias a las recomendaciones elaboradas por investigadores que realizaron dicho proceso [8], esto es notable en el recubrimiento en la zona de fractura de las probetas, debido a que le mismo no se desprendió de la superficie.

Que los espesores del recubrimiento obtenidos son homogéneos en cada lote de probetas recubiertas, pero al comparar entre lotes se observa una clara desviación entre los valores promedio de los mismos, esto debido a la deposición en las paredes de la bandeja del sistema y calentador utilizados para recubrir.

Para ambos casos (fatiga al aire y fatiga-corrosión) la condición del metal recubierto se obtiene una disminución en el comportamiento a la fatiga en comparación con los resultados obtenidos del metal base. En el caso de fatiga al aire los resultados de los resultados obtenidos para probetas con recubrimiento autocatalítico de Ni-P con PTT-1 y PTT-2 son similares y se observa una ligera disminución (ver, Fig. 4.9) en el mismo sentido, en el caso de fatiga-corrosión se obtienen una mayor disminución en el PTT-2 que en el PTT-1 debido a que el recubrimiento se ha endurecido, disminuyendo su resistencia a la fatiga-corrosión.

RECOMENDACIONES

Para continuar más eficazmente con esta investigación se recomienda la adquisición de los siguientes equipos:

- Un espectrómetro para la determinación de la composición química del recubrimiento autocatalítico de Ni-P, esto con el fin de determinar si el mismo supera el 10% en peso de P la película recubierta.
- Un rugosímetro, para determinar la rugosidad en la dirección axial del radio de empalme, debido a que el mismo tiene un gran efecto en el comportamiento a la fatiga.
- Un equipo de torno de Control Numérico Computarizado (CNC), para obtención de probetas de forma rápida.
- Una cámara de extracción de gases, para extracción de los mismos durante el proceso de activación de la superficie y deposición del recubrimiento.
- Un equipo para la obtención de agua destilada, debido a que la misma se requiere en altos volúmenes para el proceso de limpieza, activación y deposición del recubrimiento.
- Una lupa estereoscópica, para obtener una mejor resolución de las superficies fracturadas, esto con el fin de hacer un mejor análisis fractográfico.

REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS

- [1] Kalpakjian, S., & Schmid, S. (2008). *Manufactura, ingeniería y tecnología*. México D.F.: México Pearson Educación.
- [2] Shigley, J. E. (1990). *Diseño en Ingeniería Mecánica*. México: Mc GRAW-HILL.
- [3] Boyer, H. E. (1986). *Atlas of Fatigue Curves*. U.S.A.: ASM International.
- [4] Forrest, P. (1962). *Fatiga de los metales*. Bilbao: EDICIONES URMO.
- [5] Avner, S. (1980). *Introducción a la Metalurgia Física*. México D.F.: McGraw Hill.
- [6] Giménez, F., & Borrás, A. (2005). *Tecnología de materiales*. Valencia, España: Alfa y Omega Grupo Editor.
- [7] Fuller, T. S. (1931). *Endurance Properties of Steel in Steam*. Trans. Amer. Inst. Mind. And Met. Engrs.
- [8] Berríos, J. A. (1998). Comportamiento a la fatiga de un acero al carbono AISI 1045 recubierto con depósitos autocatalíticos de Ni-P.
- [9] Parker, K., & Shah, H. (1971). *Plating* 58, 230.
- [10] Contreras, G., Fajardo, C., Berríos, J.A., Pertuz, A., Chitty, J., Hintermann, H., Puchi, E.S. (1999). *Thin Solid Films: Fatigue properties of an AISI 1045 steel coated with an electroless Ni-P deposit*. 355 – 356, 480 – 486.
- [11] Garcés, Y., Sánchez, H., Berríos, J. A., Pertuz, A., Chitty, J., Hintermann, H., Puchi, E.S. (1999). *Thin Solid Films: Fatigue behavior of a quenched and tempered AISI 4340 steel coated with an electroless Ni-P deposit*. 355 – 356, 487 – 493.
- [12] Wrutz, C. Seances Acad. Sci., 18 (1844) pág. 702 y 21 (1845) pág. 149.
- [13] Brendell, & Ridell. (1946). *Proc. American Electroplaters Soc.* 33, pág. 16.
- [14] Lukes, R. (1964). *Plating*, pág. 969 – 971.
- [15] Fields, W., Duncan, R. & Zickraff, J. R. (1984). *Electroless Plating, Publication of ASM Committee on EN-Plating*.
- [16] Doss, S. K. & Michaelsen, J. D. (1982). *Electroless Nickel Conference II*.

- [17] Acero, L. A. & Fernández A. D. (2005). Estudio del daño acumulado en el comportamiento a la fatiga de la aleación de aluminio 6063 condición T6 recubierto con un depósito autocatalítico de Ni-P.
- [18] Argueta, R. A., Vásquez, C. O. & Palma, C. A. (2002). Diseño y construcción de un sistema para la deposición autocatalítica de recubrimientos de Ni-P.
- [19] GUNT (2013) Manual de experimentos máquina para ensayos de fatiga por flexión rotativa marca modelo WP 140.
- [20] ASM Handbook, (1991). Heat Treating, V 4.
- [21] Dieter, G. (1986). *Mecanical Metallurgy*, McGraw Hill, Tercera edición, págs. 751.
- [22] ASTM Designation: B 656-91, V 2 (5) (1.997) p-p 373-380.
- [23] Escamilla, A. P., & Mojica, D. Y. (2010). Diseño y construcción de un banco para pruebas de fatiga bajo flexión rotativa de probetas en voladizo según normativa ASTM E-606.