



Proyecto Final de Grado:

# **“Fatiga de Contacto por Rodadura, en acero SAE 4140 con tratamiento de nitruración y recubrimiento de TiN”**

Estudio de las propiedades de superficie y del comportamiento a la fatiga de contacto por rodadura de un acero SAE 4140, con tratamiento de nitruración iónica y recubrimiento PVD de TiN.

**Autor:**

Agliano, Federico

Ingeniería Mecánica

Matrícula: 13.333

**Directores:**

Ing. Mandri, Alejo

Dr. Colombo, Diego



RINFI se desarrolla en forma conjunta entre el INTEMA y la Biblioteca de la Facultad de Ingeniería de la Universidad Nacional de Mar del Plata.

Tiene como objetivo recopilar, organizar, gestionar, difundir y preservar documentos digitales en Ingeniería, Ciencia y Tecnología de Materiales y Ciencias Afines.

A través del Acceso Abierto, se pretende aumentar la visibilidad y el impacto de los resultados de la investigación, asumiendo las políticas y cumpliendo con los protocolos y estándares internacionales para la interoperabilidad entre repositorios



Esta obra está bajo una [Licencia Creative Commons Atribución-  
NoComercial-CompartirIgual 4.0 Internacional](https://creativecommons.org/licenses/by-nc-sa/4.0/).



Proyecto Final de Grado:

# **“Fatiga de Contacto por Rodadura, en acero SAE 4140 con tratamiento de nitruración y recubrimiento de TiN”**

Estudio de las propiedades de superficie y del comportamiento a la fatiga de contacto por rodadura de un acero SAE 4140, con tratamiento de nitruración iónica y recubrimiento PVD de TiN.

**Autor:**

Agliano, Federico

Ingeniería Mecánica

Matrícula: 13.333

**Directores:**

Ing. Mandri, Alejo

Dr. Colombo, Diego

# Agradecimientos

En primera instancia, a Sergio y a Mariel, por todo.

Al Baion y al Tío Lucio, por la carrera que metimos. Sin ustedes no estaría escribiendo esto.

A Camet (Joaco, Luca y Gonza) y a Covo, por estar siempre. A Mar, por todo el amor.

A Alejo y Diego, por guiarme con este proyecto, y a Riki, por darme un espacio en su oficina.

# Índice

Resumen .....	4
1. Introducción .....	5
2. Marco teórico.....	7
2.1 Tratamientos superficiales.....	7
2.2 Recubrimientos duros.....	7
2.2.1 Procesos de deposición de recubrimientos .....	7
2.2.1.1 Procesos de deposición en estado gaseoso.....	8
2.2.1.2 Deposición física en fase vapor (PVD).....	8
2.2.1.3 Deposición por arco catódico (CAD) .....	8
2.2.1.4 Propiedades básicas de los recubrimientos.....	11
2.3 Modificación superficial.....	13
2.3.1 Nitruración iónica.....	13
2.4 Tribología. Fricción, desgaste y lubricación. ....	14
2.4.1 Tribología .....	14
2.4.2 Mecanismos de desgaste básicos .....	16
2.4.3 Fatiga de contacto por rodadura (FCR).....	22
2.4.3.1 Desgaste por fatiga de contacto por rodadura.....	22
2.4.3.2 Distribución de tensiones en contacto ideal.....	22
2.4.3.3 Relación presión hertziana-resistencia .....	26
2.4.3.4 Lubricación en FCR.....	26
2.4.3.5 Distribución de tensiones en contacto no ideal.....	27
2.4.3.6 Modos de falla por FCR en superficies recubiertas.....	29
2.5 Acero SAE 4140 .....	30
2.6 Tensiones Residuales .....	31
3. Objetivos .....	33
4. Procedimiento Experimental .....	34
4.1 Material de partida .....	34
4.1.1 Descripción de las muestras a ensayar .....	34
4.1.2 Caracterización del material de partida.....	34
4.2 Tratamientos superficiales realizados .....	35
4.3 Caracterización de las muestras .....	35
4.3.1 Microestructura .....	35
4.3.2 Fases presentes.....	35

4.3.3 Dureza .....	36
4.3.4 Nanodureza y módulo elástico reducido .....	36
4.3.5 Topografía Superficial .....	37
4.3.6 Espesor de recubrimiento y capa blanca .....	38
4.3.7 Adherencia .....	39
4.3.8 Tensiones Residuales .....	40
4.4 Ensayos de FCR .....	43
4.4.1 Descripción máquina de ensayos.....	43
4.4.2 Desarrollo de los ensayos .....	46
4.4.2.1 Determinación de la carga de trabajo.....	46
4.4.2.2 Predicción del modo de falla.....	47
4.4.2.3 Criterios de finalización y suspensión de ensayos .....	48
4.4.2.4 Análisis de datos .....	49
4.4.2.5 Análisis de superficies .....	49
5. Resultados Obtenidos .....	50
5.1 Caracterización de las muestras templadas y revenidas (G0) .....	50
5.2 Caracterización de las muestras nitruradas (G1) .....	52
5.3 Caracterización de las muestras recubiertas con TiN (G2) .....	55
5.4 Caracterización de las muestras nitruradas y recubiertas con TiN (G3) .....	59
5.5 Resumen Caracterización.....	64
5.6 Resultados de ensayos FCR.....	64
5.6.1 Perfil del camino de rodadura .....	65
5.6.2 Análisis Weibull .....	67
5.6.3 Análisis de falla.....	71
5.6.4 Análisis en SEM .....	77
6. Consideraciones Generales.....	89
7. Conclusiones .....	89
8. Continuidad del trabajo de investigación .....	90
Referencias .....	91

# Resumen

El presente Proyecto Final se desarrolló en el marco de un trabajo de investigación llevado adelante por los Grupos Tribología y Tecnología del Departamento de Mecánica de nuestra Facultad, y se enfocó en el estudio de las propiedades tribológicas, en particular la resistencia a la fatiga de contacto por rodadura (FCR) de un acero de costo relativamente bajo, como el SAE 4140, con distintas combinaciones de tratamientos superficiales y de volumen. Cuatro variantes de material fueron estudiadas, todas con un tratamiento térmico previo de temple y revenido, y terminadas superficialmente mediante lijado manual. El grupo de referencia (G0), fue solamente templado y revenido, el primer grupo (G1) fue nitrurado, el segundo grupo (G2) recubierto con TiN, el tercer grupo (G3) nitrurado y recubierto con TiN. Al momento de comenzar este proyecto se contaba con parte de las probetas listas para ser estudiadas y algunos datos experimentales de FCR obtenidos a partir de ensayos previos, existiendo la necesidad de completar ambos, la preparación de probetas y los ensayos. Una vez concluido lo anterior, se le dio un tratamiento estadístico a la totalidad de los datos, se completó la caracterización de las probetas y se estudió el tipo de falla de cada variante de material mediante microscopía óptica y electrónica de barrido.

Las probetas del grupo G0 (sólo templadas y revenidas) fallaron por la aparición de spalls (o cráteres) al igual que las del grupo G2, que incorporaron un recubrimiento de TiN. La probabilidad de falla de ambos grupos resultó estadísticamente muy similar, concluyéndose que la incorporación del recubrimiento de TiN no produjo modificaciones significativas.

En las probetas del grupo G1 (templadas y revenidas, luego nitruradas) no se registraron fallas detectándose solamente un efecto de pulido sobre el camino de rodadura. En las probetas del grupo G3 (que incorporaron el recubrimiento de TiN sobre la superficie nitrurada) se observaron tanto spalls como desprendimientos del recubrimiento, que aparecieron en forma prematura dando como resultado valores de vida sustancialmente menores a los de las demás variantes. La aparición de esta falla prematura parece encontrar explicación en las características micro geométricas de la superficie nitrurada, sobre la cual se depositó el recubrimiento. Los aspectos positivos y negativos encontrados en cada variante de material permiten plantear futuras líneas de trabajo.

# 1. Introducción

En las sociedades modernas e industrializadas, existe una creciente necesidad por reducir o controlar la fricción y el desgaste. Atendiendo a ello, entre las tecnologías disponibles, se han desarrollado modificaciones y recubrimientos superficiales para mejorar las propiedades de superficie. Son numerosos los elementos mecánicos utilizados en automóviles, máquinas y herramientas, dedicados a la transmisión de movimiento y esfuerzos, que soportan la aplicación de cargas elevadas y variables en el tiempo en áreas de contacto reducidas.

Las superficies intervinientes, pueden encontrarse sometidas a movimientos relativos de rodadura, deslizamiento, o una combinación de ambos. En particular, la condición de rodadura puede conducir al mecanismo de desgaste conocido como fatiga de contacto por rodadura (FCR), como típicamente ocurre en elementos tales como engranajes, levas, pistas de rodamientos en ejes o alojamientos, guías, cilindros de laminación, etc. La aplicación de cargas cíclicas a lo largo del tiempo, conduce a la falla, a través de la nucleación y propagación por fatiga de pequeñas fisuras, que termina con el desprendimiento de una porción de material, y dando origen a la aparición de una cavidad en el camino de rodadura, comúnmente conocida como pit o cráter (spall), dependiendo de su tamaño. En consecuencia, los tratamientos superficiales (recubrimientos y modificaciones) pueden mejorar el comportamiento de los elementos sometidos a este mecanismo de desgaste.

El uso de recubrimientos mediante la técnica de Deposición Física de Vapor (PVD) es un medio efectivo para mejorar las propiedades de superficie de componentes mecánicos. Además, la baja temperatura de los procesos PVD (250 a 500 °C) permite su empleo en materiales tratados térmicamente minimizando la degradación de su microestructura durante el tratamiento. Uno de los principales usos que se les da a estos recubrimientos, es su aplicación en componentes mecánicos que requieren elevada dureza y resistencia al desgaste. El comportamiento de los recubrimientos, tanto frente al desgaste como a la corrosión, depende de sus características microestructurales y mecánicas, así como también de la presencia de defectos superficiales. Estas características dependen, a su vez, de la tecnología de deposición empleada y de los parámetros de procesamiento.

Cuando el tratamiento superficial consiste en una modificación, la pieza se introduce en una cámara en donde las especies de interés se encuentran a un potencial químico mayor que en la pieza y, por lo tanto, penetran la superficie por difusión. La obtención de las especies libres en los tratamientos iónicos, se produce a través de un plasma, posibilitando el uso de temperaturas de sustrato menores y durante menor tiempo. Además de la reducción de costos, esto último representa una ventaja para los aceros, ya que se minimiza la influencia de la temperatura en la microestructura del volumen de la pieza. En el caso de la nitruración iónica, la calidad de la superficie después del tratamiento es óptima y queda lista para entrar en servicio. Además, esta técnica no tiene ningún impacto ambiental.



El presente Proyecto Final se desarrolló en el marco de un trabajo de investigación llevado adelante por los Grupos Tribología y Tecnología del Departamento de Mecánica de nuestra Facultad, y se enfocó en el estudio de las propiedades tribológicas, en particular la resistencia a la FCR de un acero de costo relativamente bajo, como el SAE 4140 con distintas combinaciones de tratamientos superficiales y de volumen. Los tratamientos seleccionados comprendieron temple a corazón, nitruración iónica y la deposición de un recubrimiento de Nitruro de Titanio (TiN) por PVD. Al momento de comenzar este proyecto se contaba con parte de las probetas listas para ser estudiadas y algunos datos experimentales de FCR obtenidos a partir de ensayos previos, existiendo la necesidad de completar ambos, la preparación de probetas y los ensayos. Una vez concluido lo anterior, se le dio un tratamiento estadístico a la totalidad de datos, se completó la caracterización de las probetas y se estudió el tipo de falla de cada variante de material mediante microscopía óptica y electrónica de barrido. Seguidamente se realizaron estudios de difracción de rayos X para la determinación de fases y tensiones residuales, completando la caracterización de las muestras y aportando a la comprensión de los mecanismos de daño que operan sobre cada variante de material.

## **2. Marco teórico**

### **2.1 Tratamientos superficiales**

Es sabido que el comportamiento de piezas sometidas a desgaste, fatiga y/o corrosión depende fuertemente de las propiedades y características de su superficie, principalmente dureza, rugosidad superficial, y tensiones residuales, todas mejorables mediante tratamientos superficiales.

Los tratamientos superficiales comprenden tres diferentes clases de procesos, aquellos que modifican la capa superficial de un material alterando su microestructura o composición química (temple superficial, cementado, nitrurado, etc.), los tratamientos mecánicos, (shot peening, bruñido, etc.), y otros que producen la deposición de un recubrimiento, generalmente de un material diferente al del material base (sustrato). Estos tratamientos tienen como objeto adaptar las propiedades superficiales del material a los requerimientos impuestos por el medio ambiente (degradación o daño), como: oxidación, corrosión, fricción, desgaste, etc.

### **2.2 Recubrimientos duros**

Se entiende por recubrimientos duros aquellos materiales que se depositan sobre la superficie de una pieza con la finalidad principal de proporcionarles mayor dureza y resistencia al desgaste. También pueden aportar otras propiedades de gran importancia, para aplicaciones específicas, como disminuir el coeficiente de fricción, aumentar la resistencia a la corrosión, introducir propiedades ópticas o producir colores o texturas con finalidad decorativa.

Los recubrimientos duros pueden ser metálicos o cerámicos, y entre estos últimos, óxidos, nitruros o carburos de metales de transición y también de aluminio, boro y silicio. Todos estos compuestos presentan, en mayor o menor medida, dureza elevada combinada con estabilidad térmica y química.

#### **2.2.1 Procesos de deposición de recubrimientos**

Según el estado de agregación en que se encuentre el material a depositar. Los procesos de deposición de recubrimientos se dividen en tres grupos genéricos:

1. En solución o spray
2. En estado fundido o semifundido
3. En estado gaseoso

Entre los procesos de deposición en solución o spray se pueden mencionar el electroplateado (electroplating), el plateado químico (electroless plating) y el sol-gel. Entre los procesos de deposición en estado fundido o semifundido se destacan la proyección térmica (thermal spray) y la soldadura. En el tratamiento en estado gaseoso, la fuente del material a depositar se vaporiza previamente, para luego ser depositada en la superficie.

### **2.2.1.1 Procesos de deposición en estado gaseoso**

Los recubrimientos duros se depositan casi exclusivamente utilizando procesos en estado gaseoso. Éstos cubren técnicas en las que el material del recubrimiento pasa por una fase gaseosa o de vapor antes de ser depositado sobre la superficie a recubrir. Los principales subgrupos son deposición química en fase vapor (CVD) y deposición física en fase vapor (PVD).

En el proceso CVD, especies en estado gaseoso son introducidas en la cámara de deposición, las cuales son activadas en proximidad del sustrato, reaccionando químicamente para formar un depósito en la superficie. En general, las especies en estado gaseoso son activadas térmicamente (800 a 1200 °C) limitando su aplicación a materiales que no se degradan a la temperatura de procesamiento.

### **2.2.1.2 Deposición física en fase vapor (PVD)**

Los procesos PVD involucran la vaporización del material a depositar desde una fuente sólida o líquida (denominada blanco), y su transporte en forma de átomos o moléculas hacia el sustrato, para su posterior condensación sobre la superficie. Por tal razón, es un proceso que se desarrolla a menor temperatura (200 a 500 °C) siendo posible aplicarlo a un mayor número de materiales.

En general, los procesos PVD se utilizan para depositar recubrimientos con espesores pequeños, desde cientos de nanómetros (nm) hasta unos pocos micrones ( $\mu\text{m}$ ). Estos recubrimientos pueden estar constituidos por una sola capa o tener una estructura multicapa. El material a depositar puede estar constituido por un elemento puro o por una aleación.

### **2.2.1.3 Deposición por arco catódico (CAD)**

Los arcos catódicos resultan muy atractivos en la producción de recubrimientos superficiales por su simplicidad (en comparación con otras tecnologías PVD) y por la alta tasa de deposición. Estas descargas se caracterizan por la producción de un plasma metálico con un alto grado de ionización y una alta energía cinética de los iones. Se trata de descargas eléctricas auto sostenidas caracterizadas por baja tensión entre electrodos ( $\sim 20 - 50 \text{ V}$ ) y alta corriente ( $\sim 1 - 105 \text{ A}$ ). La propiedad distintiva de los arcos eléctricos respecto de otro tipo de descargas es la baja caída de potencial en la región catódica, que es del orden del potencial de excitación o ionización de los átomos. Esta propiedad es consecuencia de la gran eficiencia de los mecanismos de emisión de electrones: el termiónico y el de campo. El cátodo recibe un gran flujo de energía que le hace alcanzar temperaturas muy elevadas y como consecuencia, el cátodo es erosionado y sufre vaporización.

En los arcos catódicos (con presión inferior a 1 kPa) la corriente se concentra en pequeños puntos del cátodo denominados spots ( $\sim 1 - 10 \mu\text{m}$  de diámetro), que aparecen y desaparecen y se desplazan rápidamente sobre toda la superficie catódica. En los spots se genera alta densidad de corriente que puede llegar a  $10^{10} \text{ A/cm}^2$ , dependiendo del material del cátodo y de la presión. Esta concentración del flujo de corriente genera un fuerte aumento de la temperatura en la región del spot, manteniéndose relativamente frío el resto del cátodo. Uno

de los modelos más aceptados para explicar el comportamiento de los spots es el de “pileta líquida”.

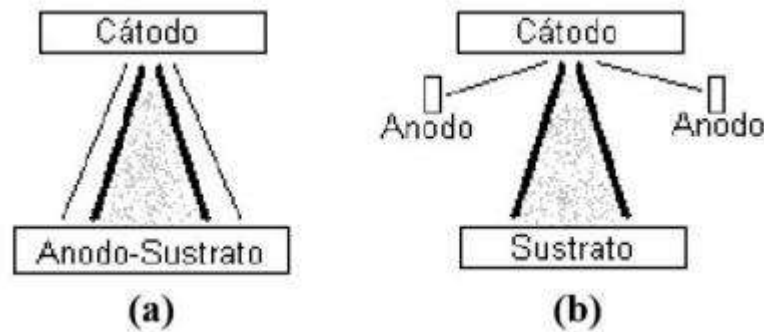
Este modelo, que se esquematiza en la Figura 1, plantea que en la región del spot se forma una especie de pileta de metal fundido mediante calentamiento Joule. En esta pileta se vaporizan grandes cantidades de material catódico y, por la elevada temperatura local, se incrementa la emisión termoiónica de electrones, formando una nube de plasma en una región próxima al cátodo. Los electrones chocan con el material vaporizado y lo ionizan en una región plana cerca de la superficie del cátodo. Los electrones, al ser más livianos, escapan de esta región dejando a la misma con un exceso de carga positiva. Estas cargas generan campos eléctricos sobre la superficie del cátodo que, a su vez, producen emisión electrónica por campo. Los iones que se encuentran en esta región se repelen electrostáticamente y una fracción de ellos (cercana a la mitad) es eyectada con energías de entre 25 y 150 eV dando lugar a un jet de plasma, que transporta una fracción de la corriente del arco (~ 8 % para arcos en vacío). Los iones restantes son reabsorbidos por el cátodo.



**Figura 1.** Deposición por arco catódico, formación de la pileta líquida.

La técnica de deposición por arco catódico consiste en generar un arco, continuo o pulsado, colocando un sustrato que intercepte al jet de plasma. De esta manera, el material metálico se deposita sobre la superficie formando una película delgada que recubre el sustrato. Si se inyectan gases reactivos a baja presión (en el rango de los arcos catódicos), los iones metálicos se combinan químicamente con las partículas del gas, pudiendo obtenerse una variedad de recubrimientos, dependiendo del gas en cuestión y del material del cátodo.

En particular, si se utiliza un cátodo de titanio, y nitrógeno como gas reactivo, se pueden obtener recubrimientos de nitruro de titanio (TiN). En la Figura 2 se muestran configuraciones típicas de electrodos para este método de deposición. En el caso (a) el sustrato es el ánodo, por lo tanto, el mismo debe ser conductor, igual que el recubrimiento. En la configuración (b), el ánodo es un anillo que rodea al cátodo; los electrones se mueven hacia él, mientras que los iones salen eyectados hacia adelante, donde se coloca el sustrato. De esta manera el sustrato está aislado eléctricamente del ánodo y puede ser de un material no conductor.



**Figura 2.** Configuraciones típicas de electrodos para arcos catódicos. La línea delgada representa la trayectoria de los electrones y la línea gruesa, la de los iones metálicos (jet de plasma).  
a) Sustrato metálico, b) Sustrato no-metálico.

Como el material catódico en la región del spot se encuentra fundido, junto con los iones metálicos, también se eyectan gotas de metal líquido. Esto se debe a que los iones reabsorbidos transfieren energía cinética al material líquido en los spots, haciendo que una fracción del mismo sea eyectada o “salpicada” por los bordes. Estas gotas, denominadas microgotas o macropartículas, solidifican al alejarse del cátodo y, junto con el haz de iones, pueden depositarse sobre el sustrato. Las macropartículas pueden tener diámetros entre 10 nm y 100  $\mu\text{m}$ , siendo mayor su tamaño y número para materiales de bajo punto de fusión. La presencia de macropartículas en los recubrimientos constituye la principal desventaja de esta técnica para determinados campos de aplicación donde se requiere una alta calidad de recubrimiento, por ejemplo, en óptica y en microelectrónica. El método más utilizado para evitar o reducir la presencia de macropartículas es el empleo de filtros magnéticos.

En la deposición por arco catódico con el sustrato mantenido al potencial del ánodo o polarizado con algunos cientos de volts negativos respecto del ánodo, la energía con que impactan los iones ( $\sim 100$  eV) es suficiente para penetrar la superficie algunas capas atómicas a medida que el recubrimiento crece. Esto provoca algunos reordenamientos atómicos, que densifican la estructura y previenen la formación de poros.

Cuando se emplean polarizaciones superiores a 1 kV, la energía con que impactan los iones supera los keV. Así, los iones proveen suficiente energía como para facilitar que los átomos cercanos al sitio de impacto realicen un reordenamiento atómico significativo, conduciendo a la relajación de los esfuerzos y tensiones locales. El impacto de iones de alta energía provee el beneficio adicional de formar una interfaz donde sustrato y recubrimiento se entremezclan. Esta interfaz difusa mejora la adherencia.

El proceso combinado de deposición con implantación iónica (PBII&D) con una descarga de arco catódica, se logra al insertar una muestra en el plasma y polarizarla negativamente con una tensión pulsada de decenas de kV. Durante el ciclo de polarización, cuando la alta tensión no es aplicada, las especies de relativamente baja energía se adhieren a la superficie dando lugar a la formación del recubrimiento; mientras que al aplicar la tensión negativa los iones son implantados. Controlando la tensión y duración de los pulsos se puede controlar la interfaz, la

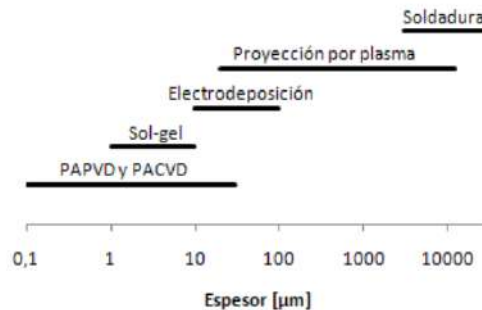
morfología y la estructura del recubrimiento. El proceso PBII&D permite tratar grandes áreas y sustratos con formas irregulares.

#### 2.2.1.4 Propiedades básicas de los recubrimientos

El espesor de recubrimiento, la dureza y la adherencia son propiedades de gran relevancia práctica. Si bien estas propiedades parecen tener a primera vista una interpretación directa y ser fácilmente caracterizables, basta profundizar su estudio para encontrar que, tanto su interpretación como medición no son triviales. Esta dificultad resulta, en parte, del carácter atómico de los procesos de deposición en estado gaseoso y, en parte, del hecho que el sustrato y el recubrimiento forman un sistema mecánico único en el que sus partes están íntimamente vinculadas.

#### Espesor

El espesor está vinculado directamente a propiedades relevantes del recubrimiento, tales como la dureza, la adherencia, las tensiones residuales y el coeficiente de fricción. El espesor del recubrimiento puede definirse desde un punto de vista geométrico como la longitud característica del recubrimiento en dirección perpendicular a la superficie del sustrato. La Figura 3 ilustra los espesores característicos para distintas técnicas de deposición. Considerando, en particular, los recubrimientos duros producidos mediante técnicas PVD y CVD asistidas por plasma (PAPVD y PACVD, respectivamente), los espesores típicos son del orden de 0,1 a 20  $\mu\text{m}$ .



**Figura 3.** Espesores típicos de recubrimientos para distintas técnicas de deposición

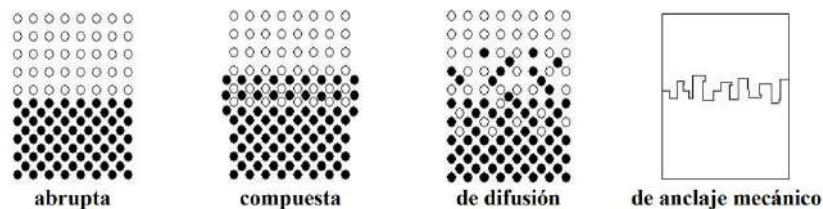
#### Dureza

La dureza de un recubrimiento es una propiedad importante ya que condiciona su comportamiento tribológico. La dureza de un material puede definirse como su resistencia a una deformación plástica superficial localizada, producida por otro material más duro (indentador), y está determinada principalmente por la magnitud de las fuerzas de unión interatómicas del material y por su microestructura. Desde el punto de vista de las fuerzas interatómicas, una alta energía de cohesión, una corta longitud de enlace y un alto grado de enlaces covalentes aumentan la dureza de un material. En cuanto a los efectos de la microestructura, el tamaño de grano, la estructura de los bordes de grano, las impurezas, las fases dispersas y la textura son los aspectos dominantes.

## Adherencia

La adherencia de un recubrimiento es su propiedad más relevante desde el punto de vista funcional y se refiere a su capacidad para permanecer unido al sustrato en condiciones de servicio y sin degradación en el tiempo. Estrictamente, la adherencia es una propiedad asociada a la interfaz sustrato-recubrimiento y depende de las fuerzas de unión a nivel atómico y de las fuerzas de anclaje mecánico entre ambos materiales, Figura 4.

Sin embargo, considerando el comportamiento mecánico de un sistema sustrato-recubrimiento bajo el efecto de fuerzas externas, las tensiones inducidas por la deformación del conjunto pueden producir fallas cohesivas (fisuras), tanto en el material del recubrimiento como en el del sustrato, con una eventual propagación hacia la interfaz o hacia la superficie dando lugar al desprendimiento de porciones de material del recubrimiento o recubrimiento/sustrato.



**Figura 4.** Distintos tipos de interfaz sustrato-recubrimiento.

En el caso de la interfaz abrupta, no existe afinidad química ni efectos de difusión entre el sustrato y el recubrimiento. En consecuencia, la interfaz queda limitada a una región de unas pocas dimensiones atómicas de espesor donde dominan esencialmente fuerzas de unión débiles, de tipo Van der Waals, que dan lugar a una adherencia relativamente pobre.

Por el contrario, si existe afinidad química entre los átomos de ambos componentes del sistema, se forma una interfaz compuesta. Este tipo de interfaz es usualmente frágil como resultado de las tensiones internas generadas por los cambios volumétricos que acompañan las reacciones químicas, por lo que solamente interfaces muy delgadas tienen una adherencia satisfactoria.

Si el efecto dominante es la difusión de las especies del recubrimiento en el sustrato, tal como en el proceso PBI&D, se forma una interfaz de difusión que se caracteriza por una transición gradual de las propiedades entre ambos materiales y por una alta adherencia.

Finalmente, las asperezas superficiales del sustrato favorecen la formación de una interfaz de anclaje mecánico, cuya resistencia se suma a la aportada por la existencia o no de afinidad química y/o efectos de difusión entre sustrato y recubrimiento. En este caso, la adherencia está determinada por las propiedades mecánicas de los materiales involucrados y por las características de la estructura del recubrimiento.

## 2.3 Modificación superficial

El endurecimiento superficial permite, mediante tratamientos de varios tipos, dar a una pieza metálica una dureza superficial especial. Esta característica es indispensable para garantizar cierta resistencia al desgaste de las superficies sometidas a deslizamiento y/o rodadura.

Los tratamientos para endurecer se clasifican, según el procedimiento empleado, en termoquímicos (cementación, nitruración, etc.), térmicos (temple por inducción, llama, haz de electrones, láser, etc.) o mecánicos (granallado, bruñido, etc.).

### 2.3.1 Nitruración iónica

La nitruración iónica es una extensión del proceso convencional de nitruración gaseosa. En el vacío, se crea un plasma a partir de energía eléctrica de alto voltaje, mediante el cual se aceleran iones de nitrógeno haciendo que choquen con el sustrato. Este bombardeo de iones calienta la pieza, limpia la superficie y provee nitrógeno activo.

Este proceso proporciona un excelente control dimensional y una buena retención del acabado superficial. El nitrurado iónico puede llevarse a cabo a temperaturas inferiores a las empleadas en el proceso gaseoso.

El control de la composición de la “capa blanca” y su espesor apunta a mejorar las propiedades de fatiga de las piezas tratadas. La gama de aplicaciones de nitruración iónica incluye: la nitruración convencional con gas amoníaco ( $\text{NH}_3$ ), la nitruración de ciclo corto en baño de sales o gas, y la nitruración de aceros inoxidables.

La nitruración iónica se presta a la automatización total del proceso, lo que garantiza resultados metalúrgicos repetitivos. La ausencia de contaminación y el muy bajo consumo de gas son dos ventajas muy importantes de este proceso.

En la Tabla 1, se muestran distintos parámetros comunes del nitrurado iónico.

Tiempo de proceso [h]	Temperatura de proceso [°C]	Presión de proceso [torr]	Profundidad [ $\mu\text{m}$ ]	Dureza HRC
10 – 30	500 – 1100	0.2 – 5.0	~400	62 – 67

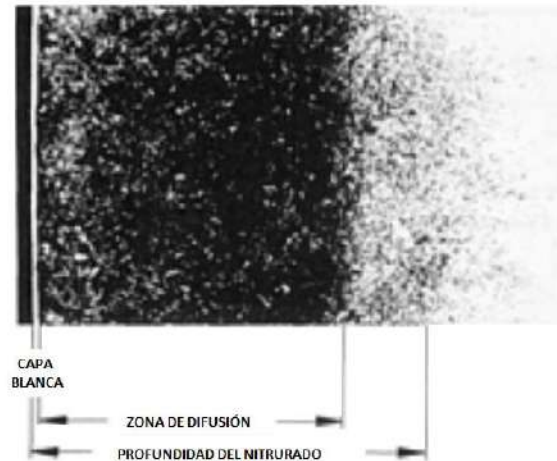
**Tabla 1.** Parámetros de procesamiento típico para la nitruración iónica.

#### Estructura y propiedades del acero tratado por nitruración iónica:

En la nitruración se forma una capa de algunos micrómetros de espesor, usualmente entre 5 y 30  $\mu\text{m}$ , en la que el contenido de N varía desde una concentración prácticamente nula en el sustrato hasta el máximo que se encuentra en la superficie. El diagrama de equilibrio Fe-N predice que la microestructura sufre un cambio gradual, desde el sustrato inalterado, pasando por una zona con N intersticial creciente, luego una zona de gradiente de difusión con nitruros finos  $\text{Fe}_4\text{N}$  ( $\gamma'$ ) y  $\text{Fe}_2\text{-3N}$  ( $\epsilon$ ) que proveen alta dureza, y que constituye la mayor parte del espesor. Por último, una capa fina de compuestos Fe-N en la superficie  $\text{Fe}_4\text{N}$  ( $\gamma'$ ) y  $\text{Fe}_2\text{-3N}$  ( $\epsilon$ ) llamada capa



blanca, que es frágil, pero de alta resistencia al desgaste. La mayor dureza de la capa o zona de difusión se obtiene en la nitruración de aceros aleados, como el caso del acero SAE 4140, debido a la formación de nitruros especiales de Cr y Mo. En la Figura 5 se muestran las zonas diferenciadas en el sustrato después de una nitruración iónica.



**Figura 5.** Zonas diferenciadas en el sustrato después de la nitruración iónica.

## **2.4 Tribología. Fricción, desgaste y lubricación.**

### **2.4.1 Tribología**

Etimológicamente el término “tribología” proviene del griego “tribos” que significa frotar o rozar, y el uso moderno fue introducido por H. P. Jost, en un reporte presentado al Departamento Británico de Educación y Ciencia en octubre de 1965, y publicado el 9 de marzo de 1966. Este informe, resultado de nueve meses de trabajo de equipo, fue contundente al mostrar al gobierno británico las implicancias de los fenómenos tribológicos en las millonarias pérdidas económicas de la industria, relativas a la fricción, la falla de elementos de máquina por desgaste y por problemas relativos a la lubricación.

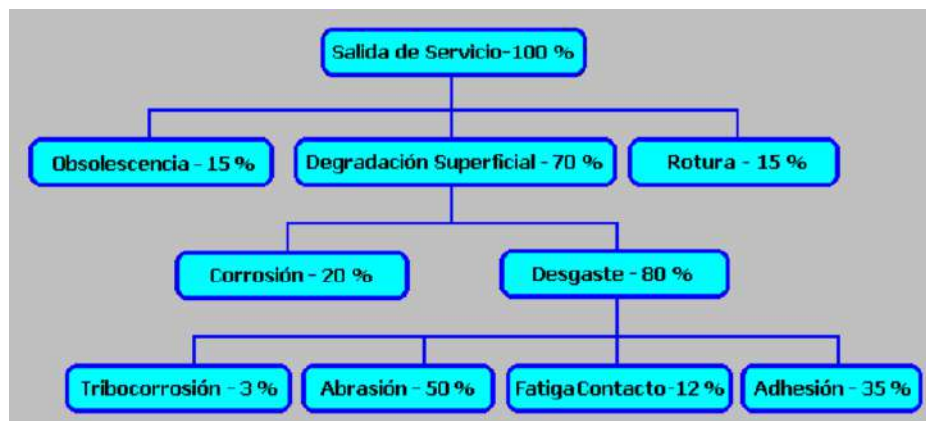
La tribología, según la define la norma ASTM G00 (Standard Terminology Relating to Wear and Erosion) es la ciencia que estudia los fenómenos relativos a la interacción de superficies, incluyendo la fricción, el desgaste y la lubricación, y su alcance no se limita a las superficies interactuantes, sino que se extiende al entorno físico, químico, térmico, etc., conocido como tribosistema.

Si bien el término tribología es relativamente nuevo, los efectos de la fricción, el desgaste y la lubricación, son tan antiguos como la creación. Para el hombre, los fenómenos tribológicos afectan su vida en forma inconsciente desde su origen en la tierra. Pero también el uso consciente de los fenómenos tribológicos data de muchos años atrás. Por ejemplo, el uso de la fricción para encender el fuego, data de más de 1,4 millones de años. También se sabe del uso de la lubricación por el año 1800 a. C., para disminuir la fricción en el transporte de los colosos egipcios, o el estudio del desgaste de las monedas de oro utilizadas en el reino de Inglaterra por el año 1800 d. C. Puede decirse que el uso, consciente o inconsciente, que el hombre ha hecho de la tribología ha sido beneficioso o positivo en la mayoría de los casos.

La interacción de superficies controla el funcionamiento de prácticamente todo dispositivo desarrollado por el hombre, y ese es el origen de su importancia económica y de la forma en que afectan tanto la vida del hombre. Con énfasis a partir de la revolución industrial y el desarrollo de las máquinas y equipos, los efectos de la tribología son generalmente considerados negativos, con serias implicancias económicas debido a las cuantiosas pérdidas por fricción y también por el mantenimiento y reposición de elementos que sufren desgaste, y hasta la rotura a partir del daño superficial.

Los fenómenos de degradación superficial constituyen uno de los tres problemas más frecuentes que conducen al reemplazo de elementos de máquina, siendo los otros la rotura y la obsolescencia.

Si bien el desgaste, como parte de la degradación superficial, no es una falla catastrófica, es un proceso de deterioro que reduce gradualmente la eficiencia y, finalmente, conduce a la salida de servicio de la maquinaria. El diagrama de la Figura 6 muestra la incidencia relativa de las diferentes causas para la salida de servicio de elementos de máquina.



**Figura 6.** Participación del desgaste en la salida de servicio de elementos de máquina.

El importante crecimiento de la tribología en las últimas décadas se debe, por un lado, al desarrollo de otras ciencias paralelas, como la de los materiales, que ha permitido un control eficaz de las fallas de tipo catastrófico y, por otro lado, a la necesidad de hacer un uso eficiente de los recursos naturales que, ciertamente, no son inagotables. Esto hace que en la actualidad la principal causa para la salida de servicio de los equipos o componentes de máquina sea el desgaste. Además, la incesante competencia entre empresas por la necesidad de obtener mayores beneficios, demanda una mayor eficiencia de los recursos puestos al servicio de la producción y, por lo tanto, cualquier esfuerzo para reducir la fricción y el desgaste, puede resultar muy beneficioso en términos económicos.

La fricción es la principal causa del daño o degradación superficial y el desgaste y, además, es la responsable de la pérdida de energía asociada al movimiento. La lubricación es un medio ampliamente utilizado para disminuir la fricción y el desgaste, constituyendo uno de los temas centrales que estudia la tribología.

La tribología es una ciencia multidisciplinaria y, como tal, es difícil concebir la existencia de un experto con dominio amplio de las diferentes disciplinas involucradas. El conocimiento para abordar la temática ha cambiado, desde la ingeniería mecánica, de donde provenían antiguamente la mayoría de los expertos, a la necesidad de incorporar disciplinas más allá de su preparación. Hoy en día, el estudio de la tribología requiere especialistas en:

- Ciencia de los materiales. Estudia la microestructura y su relación con la respuesta mecánica, cambios de fase en el tratamiento térmico, etc.
- Ciencias Físicas. Abordan los fenómenos relativos a fricción, adhesión y mecanismos de lubricación.
- Físico-química. Estudia el tipo de superficies y la estabilidad.
- Mecánica Aplicada. Estudia la respuesta frente a sollicitaciones tanto estáticas como dinámicas, o vibraciones.
- Termodinámica. Predice los eventos tribológicos espontáneos, tales como las transformaciones de fase, fenómenos de corrosión, degradación, etc.
- Fractomecánica. Permite conocer las condiciones bajo las cuales una fisura se comporta de manera estable o inestable.

#### **2.4.2 Mecanismos de desgaste básicos**

Generalmente se considera al desgaste como la pérdida de masa, ocurrida en un elemento de máquina cuya integridad es de interés. La tarea de un tribólogo es aplicar la solución técnica que permita retardar o eliminar la evolución del proceso de degradación, para lo cual es necesario conocer sus características fundamentales, cuyo conjunto define lo que se conoce como mecanismo de desgaste.

En el contacto entre dos superficies, ambas sufren daño superficial y, eventualmente, el desgaste. Sin embargo, generalmente, se focaliza la atención en la superficie desgastada que representa la mayor pérdida económica, y la otra es considerada como la contracara o contraparte. Así, por ejemplo, el encargado de mantenimiento de un edificio considera que las escaleras sufren abrasión, mientras que el usuario considera que sus zapatos son los que sufren desgaste.

Según la norma alemana DIN 50320, el desgaste se produce según diferentes mecanismos básicos: adhesión, abrasión, fatiga de contacto y tribo-corrosión, Figura 6, que se diferencian entre sí porque poseen procesos de daño a escala microscópica distintivos.

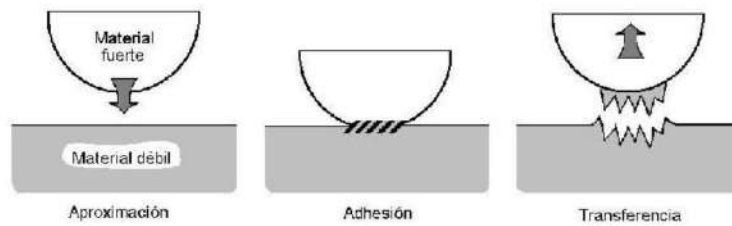
Si bien en la bibliografía se encuentran otros mecanismos de desgaste, como erosión, cavitación, fretting, etc., puede considerarse que estos resultan de una combinación de los mecanismos básicos.

#### **Desgaste por Adhesión:**

Se produce cuando existe contacto entre dos superficies, aun sin movimiento relativo, aunque generalmente se observa en elementos mecánicos que deslizan entre sí. Otros mecanismos o formas de desgaste como fatiga de contacto, abrasión, erosión, fretting, no son considerados como tal, incluso cuando exista algún grado de deslizamiento.

La adhesión es un mecanismo de desgaste en el cual no se advierte la presencia de un elemento que lo promueva, por ejemplo, partículas sueltas. Se produce por la unión de las microasperezas que entran en contacto íntimo, es decir, de la misma forma que se produce uno de los mecanismos que da origen a la fricción, la adhesión o soldadura fría y posterior rotura de la unión, Figura 7. La norma ASTM G00 lo define como la adhesión localizada entre las superficies

sólidas en contacto, que conduce a la transferencia de material entre ellas o a la pérdida de material en cualquiera de ellas.



**Figura 7.** Esquema del proceso de desgaste en la unión de microasperezas por adhesión.

Comúnmente, la adhesión es el primer mecanismo de desgaste presente en la práctica, por ejemplo, en la puesta en servicio de componentes nuevos. La adhesión está asociada al contacto deslizante y es común en máquinas herramienta, matrices de trefilado, levas y seguidores, engranajes, cojinetes de deslizamiento, herramientas de corte, extrusoras de plástico, etc. La elevada presión de contacto entre las asperezas superficiales resulta en deformación elástica, plástica, adhesión y la formación de uniones que son arrancadas por la fuerza asociada al movimiento. La unión entre microasperezas se ve beneficiada entre superficies limpias y de materiales compatibles.

Por ejemplo, en el momento de la puesta en marcha de motores, después de una parada relativamente prolongada, en el conjunto eje-cojinete, el lubricante es desplazado y se produce el contacto metálico. En el diseño de estos elementos se busca la incompatibilidad microestructural, de tal forma que disminuya la posibilidad de adhesión. Los cojinetes se suelen construir con un sustrato de alta resistencia recubierto con un metal blando, de modo tal de reducir la adhesión o fricción, y que las partículas contaminantes del aceite, generalmente pequeñas, pero con poder abrasivo, queden atrapadas en el mismo.

### **Desgaste por Abrasión:**

Según lo define la norma ASTM G00, se debe a la acción de partículas o protuberancias duras que son forzadas contra una superficie sólida y se mueven a través de ella dejando un surco y removiendo material. Esto hace que sea un mecanismo fácilmente reconocible, debido a la presencia de surcos en la superficie.

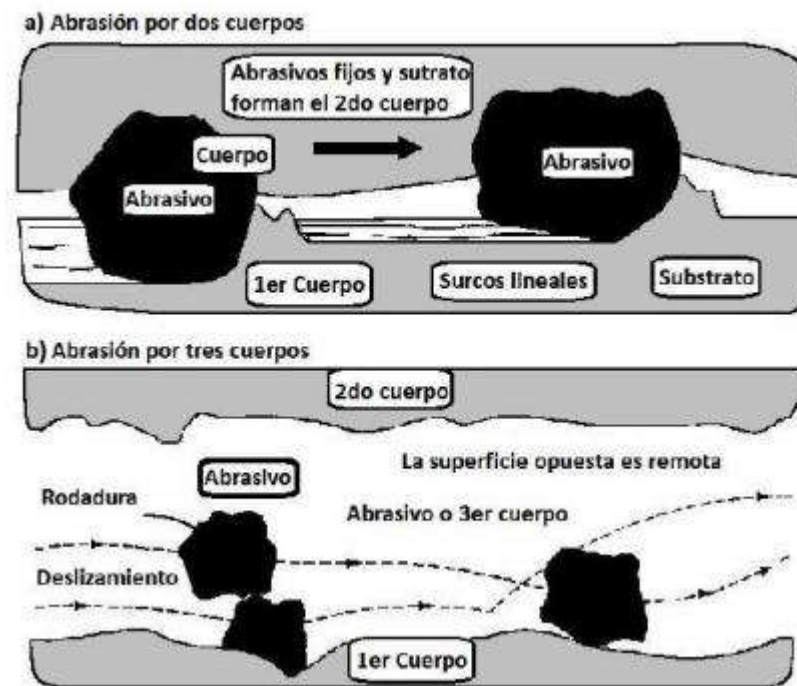
El efecto de la abrasión es particularmente evidente en áreas industriales como construcción, agricultura, minería, movimiento de tierra y, esencialmente, en cualquier lugar donde sean manipulados o procesados minerales, roca y polvo. Entre los ejemplos se incluye: labranza del suelo, trituración, molienda y transporte de minerales, mecanizado por arranque de viruta y otros. Los sistemas lubricados también sufren el efecto de la abrasión, ya sea porque el espesor de la película lubricante se ve disminuido por alguna razón y las superficies se tocan, o porque el aceite se encuentra contaminado con partículas sólidas.

La velocidad a la cual las superficies sufren abrasión depende de sus características, en particular su microestructura, de la presencia de abrasivo suelto entre ellas, de la carga, la velocidad de contacto y de las condiciones del medio ambiente.

La forma más usual de clasificar al desgaste por abrasión es:

**Abrasión de dos cuerpos:** Protuberancias firmemente adheridas a una superficie dejan surcos en la otra, Figura 8 a), por ejemplo, el papel de lija.

**Abrasión por tres cuerpos:** Un tercer elemento, usualmente partículas abrasivas sueltas entre dos superficies con movimiento relativo, pueden ser incrustadas o generar surcos, sobre una o ambas superficies, Figura 8 b).



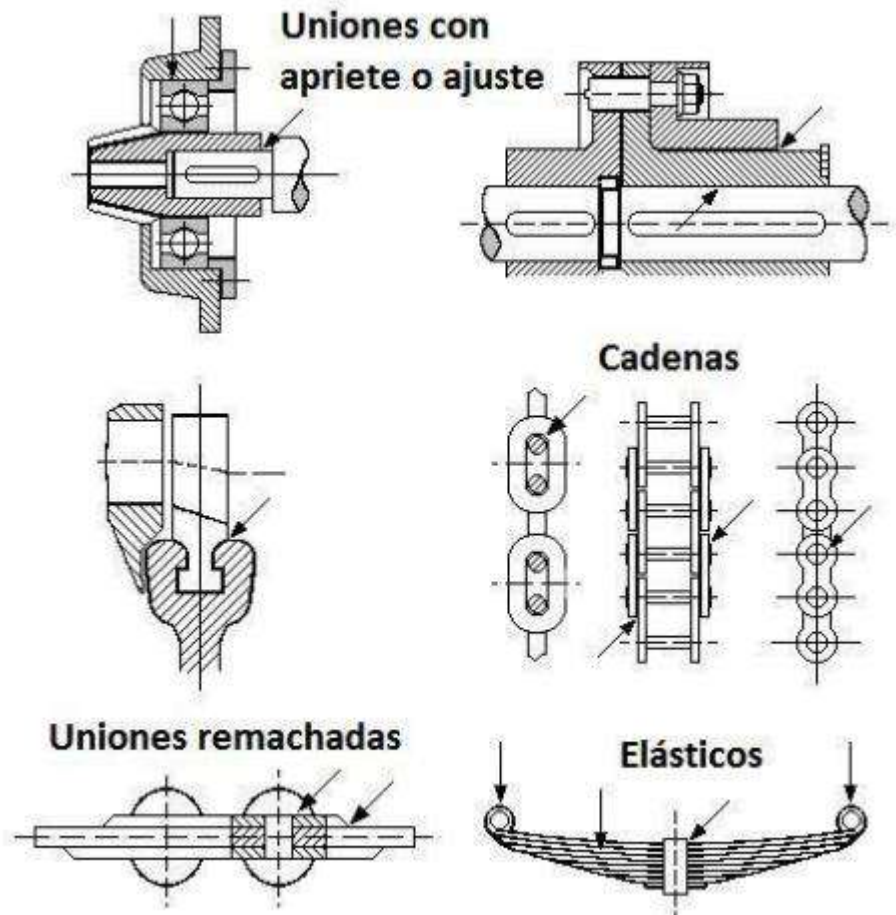
**Figura 8.** a) Abrasión por dos cuerpos. b) Abrasión por tres cuerpos.

**Desgaste por Tribo-Corrosión:**

Este mecanismo se presenta cuando el deslizamiento entre superficies se produce en un medio reactivo, líquido o gaseoso y, además, la magnitud del movimiento es pequeña, reteniendo las partículas de desgaste en el área de contacto. El desgaste progresa mediante la formación y remoción continua de los productos de oxidación o de corrosión. Si el medio ambiente está compuesto por aire, las partículas producto del desgaste estarán formadas principalmente por óxidos.

Los productos de corrosión son capaces de generar un film o película que, a menudo y en función de diversos factores, tienen la capacidad de disminuir la tasa de desgaste. Usualmente estas películas son duras y crean una protección sobre el material, hasta un espesor en el que se vuelven frágiles y propensas a ser removidas.

Una vez que se desprenden dejan expuesto al material base y el proceso se repite. A su vez, debido a su elevada dureza, estas partículas promueven el desgaste por abrasión (tercer cuerpo). La Figura 9 muestra elementos de máquina que sufren desgaste por tribo-corrosión, por ejemplo, alojamiento de rodamientos, piezas remachadas, embragues, cadenas, etc.



**Figura 9.** Tribo-corrosión en elementos mecánicos que poseen montaje con ajuste.

### Desgaste por Fatiga de Contacto

Este mecanismo de desgaste se presenta en cuerpos con contacto puntual o lineal, con movimiento relativo de rodadura y/o deslizamiento. El daño comienza por el paso repetido de un elemento rodante sobre un mismo punto del camino de rodadura, que produce la aplicación de cargas variables en el tiempo y, por lo tanto, fatiga. La fatiga de contacto es causa de falla en elementos mecánicos tales como, rodamientos, engranajes, levas, cilindros de laminación, etc.

Por ejemplo, en rodamientos, produce el desprendimiento de porciones de material del camino de rodadura, que genera cavidades conocidas como pit (menor a  $250 \mu\text{m}$ ), cráter o spall (mayor a  $250 \mu\text{m}$ ). Por lo tanto, el daño se manifiesta por la generación de, ruido, vibraciones, aumento de temperatura, fallas periódicas en productos laminados, contaminación del aceite en sistemas lubricados, etc.

La distribución de tensión en el contacto puntual o lineal fue descrita por Hertz, para cuerpos separados por una película de aceite o condición ideal de contacto (sin fricción), encontrando que la sollicitación más perjudicial, aquella que produce la degradación del material, se encuentra por debajo de la superficie, a una distancia de aproximadamente un cuarto del diámetro del área de contacto. En esta condición de servicio el origen de la falla es sub-superficial. No obstante, existen sistemas mecánicos que trabajan muy exigidos y, por lo tanto, la película de aceite no es efectiva, haciendo que las superficies se toquen y, en estos casos, la falla comienza en la superficie.

La fatiga por contacto de rodadura es el mecanismo de desgaste principal que se analiza en este trabajo final, por lo que se desarrolla más en detalle en la sección 2.4.3.

### Otros mecanismos de Desgaste:

Existen otras formas de desgaste, aunque las mismas son generalmente consideradas como casos especiales o una combinación de los mecanismos básicos de desgaste propuestos, entre los que se encuentran:

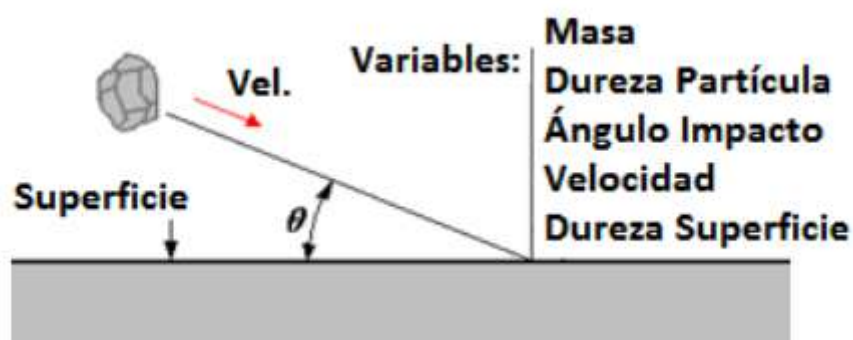
**Desgaste por Erosión:** Esta forma de desgaste se produce cuando partículas sólidas (contaminantes en cantidad  $< 5\%$ ) en suspensión en un fluido (líquido o gaseoso) impactan contra una superficie, produciendo un daño que depende en gran medida de su energía cinética, ángulo de impacto, morfología, etc., Figura 10, desarrollando diferentes modos de daño como se observa en la Figura 11.

Para ángulos bajos, el daño tiende a producirse por un mecanismo de rayado de la superficie, similar al observado en abrasión. Bajo estas circunstancias, la resistencia a la erosión aumenta con la dureza del material, en forma similar a lo observado en el desgaste por abrasión, Figura 11 a).

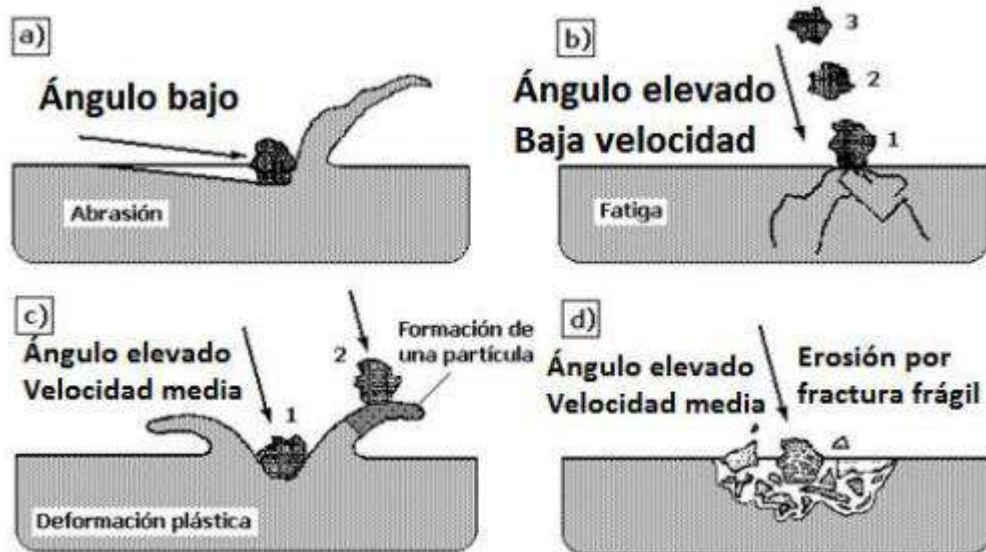
Sin embargo, cuando el ángulo de incidencia de la partícula aumenta, el daño de la superficie se produce por fatiga de altos ciclos Figura 11 b) o por acumulación de deformación plástica o fatiga de bajos ciclos Figura 11 c), dependiendo de la velocidad o energía de la partícula. Si el material es frágil el daño se produce por fractura, Figura 11 d).

Si bien el desgaste por erosión es considerado un problema en la conducción de fluidos contaminados con partículas sólidas, en ciertos casos el fluido transportado es del tipo multifase, siendo una de las fases un sólido. Tal es el caso de los mineraloductos, en donde el mineral (en cantidad  $> 50\%$ ) es transportado de la mina o lugar de extracción hasta la estación de procesamiento.

Una solución empleada en mineraloductos es el recubrimiento con polímero de la pared interior de la cañería, no solo por su bajo módulo elástico, sino también por su resistencia a la corrosión, eliminando la sinergia entre erosión y corrosión.



**Figura 10.** Principales variables que afectan el desgaste por erosión.



**Figura 11.** Modos de desgaste por erosión en dependencia del ángulo y velocidad de la partícula. a) Tipo abrasión, b) Fatiga de altos ciclos, c) Fatiga de bajos ciclos, d) Fisuración.

**Desgaste por Cavitación:** Este mecanismo es similar a la erosión, pero con la particularidad que el daño es causado por la implosión de burbujas (en general aire), en lugar de partículas sólidas. En un fluido en movimiento las burbujas nuclean a partir de moléculas de aire (o de sus componentes,  $O_2$ ,  $N_2$ , etc.) disueltas, por efecto de una disminución de presión (cambio de sección o de dirección en una tubería, zona de succión en bombas, etc.). Cuando el fluido vuelve a sus condiciones originales, las burbujas colapsan de forma violenta, generando una onda de presión capaz de producir deformación elástica y también plástica. El proceso se repite hasta que la capacidad de deformación plástica se agota, nucleando fisuras que finalmente conducen al desprendimiento de partículas por fatiga. Este tipo de daño es típico en bombas, hélices, cilindros y cojinetes en motores de combustión interna, etc.

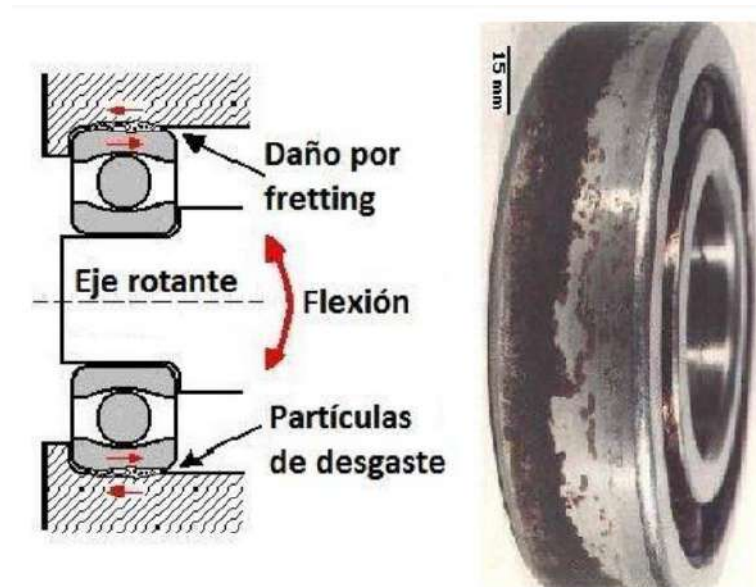
**Desgaste por Fretting:** Este mecanismo de desgaste se produce entre superficies de piezas montadas con apriete (ajuste por interferencia, abulonadas, remachadas, etc.), las que no obstante presentan movimiento relativo de muy pequeña amplitud ( $< 100 \mu m$ ), usualmente inducido por problemas de vibración o por flexión en elementos rotantes.

El fretting se produce por una combinación de mecanismos, adhesión, abrasión y oxidación. El desgaste comienza por adhesión, con la formación de uniones que se rompen por la amplitud de movimiento. La transferencia de material de una superficie a la otra, produce la formación de protuberancias duras que actúan como abrasivo, generando partículas muy finas de desgaste. La pequeña amplitud de movimiento relativo entre superficies, impide que las partículas de desgaste escapen del área de contacto, incrementando la tasa de desgaste. Además, las partículas son oxidadas por su contacto con el aire del medio ambiente, lo que se traduce en la aparición de un polvo marrón-rojizo característico del óxido de hierro, en torno a la zona de apriete. Las superficies se observan pulidas, debido a la acción de lapidado de las finas partículas oxidadas y de alta dureza. La Figura 12 muestra un ejemplo típico de desgaste por fretting en el montaje de un rodamiento.

El fretting promueve el daño de los elementos de máquina de dos formas. Una es el desgaste o fretting wear, que genera una pérdida de masa muy pequeña, aunque el montaje se vuelve cada vez más suelto. La otra es la falla catastrófica por fatiga o fretting fatigue, donde el fretting asiste a la fatiga en la etapa de nucleación, principalmente a través del aumento de la



tensión superficial. En la mayoría de los casos, el desgaste por fretting se combate controlando el origen y la intensidad de las vibraciones.



**Figura 12.** Desgaste por fretting en un rodamiento y aspecto de la pista exterior.

### 2.4.3 Fatiga de contacto por rodadura (FCR)

#### 2.4.3.1 Desgaste por fatiga de contacto por rodadura

Como se mencionó anteriormente, el desgaste por FCR es el resultado de la aplicación repetida de tensiones de origen mecánico, por la rodadura de un cuerpo sobre otro. Puede ocurrir en cualquiera de los cuerpos involucrados y es causa frecuente de falla en elementos mecánicos tales como rodamientos, dientes de engranaje, mecanismos rueda-riel, leva-seguidor y herramientas de conformado.

En general la falla se presenta en forma repentina y resulta difícil localizarla durante las etapas de nucleación o crecimiento. Se manifiesta una vez que una fisura ha avanzado, produciendo desprendimiento de material y dejando pequeñas cavidades en la superficie de rodadura, conocidas como spalls. Una vez producida la falla, ésta promueve el aumento del ruido, las vibraciones, la temperatura y en sistemas lubricados, la aparición de partículas de desgaste presentes en el aceite de la máquina.

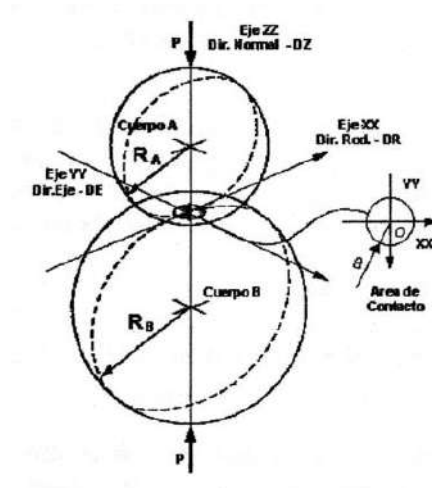
#### 2.4.3.2 Distribución de tensiones en contacto ideal

La distribución de tensiones en el contacto de cuerpos no conformes fue descrita por Hertz alrededor del año 1880, quien desarrolló la teoría que, con sus hipótesis simplificadoras, está vigente en la actualidad. Se define como “contacto ideal o hertziano” entre dos cuerpos, a aquel en el cual sus superficies son sometidas a un estado de tensión compresiva y se comportan elásticamente con deformación pequeña.

El contacto entre las superficies posee una geometría particular que depende de la forma de los cuerpos. Por ejemplo, el contacto entre dos esferas, o entre una esfera y una

superficie plana es puntual, mientras que el contacto entre dos cilindros con ejes paralelos se produce según una línea. Debido a la elasticidad de los cuerpos, la aplicación de una carga hace que los contactos puntuales o lineales generen áreas de contacto circulares o rectangulares, respectivamente.

La Figura 13 muestra el contacto en un punto o, entre dos esferas de radios  $R_a$  y  $R_b$ . Si existe entre ellas una carga normal  $P$ , entonces se produce en ambas esferas una deformación elástica que genera un área de contacto circular de radio  $a$ .

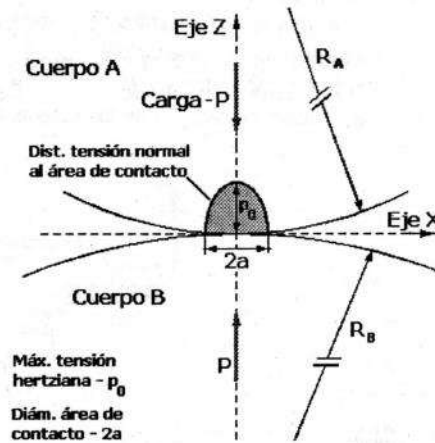


**Figura 13.** Geometría de contacto entre dos esferas de radio A y otra de radio B, bajo una carga  $P$  generando un área de contacto circular.

Basado en el principio de la elasticidad, para obtener su solución, Hertz consideró las siguientes idealizaciones:

1. Las superficies son continuas y no conformes:  $a \ll R_i$ .
2. Las deformaciones son pequeñas:  $a \ll R_i$ .
3. Cada cuerpo puede considerarse como un semiespacio elástico:  $a \ll R_i$ .
4. No existe fricción entre las superficies:  $\mu_x = \mu_y = 0$ .

La deformación elástica producida en el área de contacto es máxima en el centro y nula en los bordes. Por tal motivo, las tensiones generadas sobre el área de contacto, en la dirección  $zz$ , serán máximas en el centro, con un valor denominado "presión de contacto máxima" ( $p_0$ ), y nulas en los bordes, como muestra la Figura 14.



**Figura 14.** Esquema de dos esferas de radio  $R_a$  y  $R_b$  en contacto bajo una carga  $P$ .

El radio del área de contacto está dado por:  $a = \sqrt[3]{\frac{3PR}{E'}}$

donde  $R$  es el radio de curvatura reducido y  $E'$  el módulo elástico efectivo.

El radio de curvatura reducido se define como:  $\frac{1}{R} = 2 \left( \frac{1}{R_a} + \frac{1}{R_b} \right)$

A su vez, el módulo elástico efectivo es:

$$\frac{1}{E'} = \frac{1}{2} \left( \frac{1 - \nu_a^2}{E_a} + \frac{1 - \nu_b^2}{E_b} \right)$$

Donde  $E_a$  y  $\nu_a$  son el módulo elástico y el coeficiente de Poisson del cuerpo A y,  $E_b$  y  $\nu_b$  el módulo elástico y el coeficiente de Poisson del cuerpo B, respectivamente.

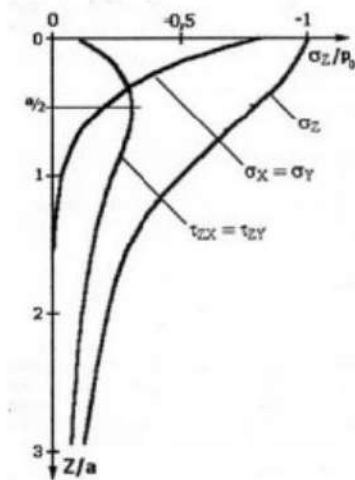
La presión de contacto máxima está dada por:

$$p_0 = \frac{3P}{2\pi a^2}$$

Reemplazando en las anteriores ecuaciones:

$$p_0 = \frac{1}{\pi} \sqrt{\frac{3PE^2}{8R^2}}$$

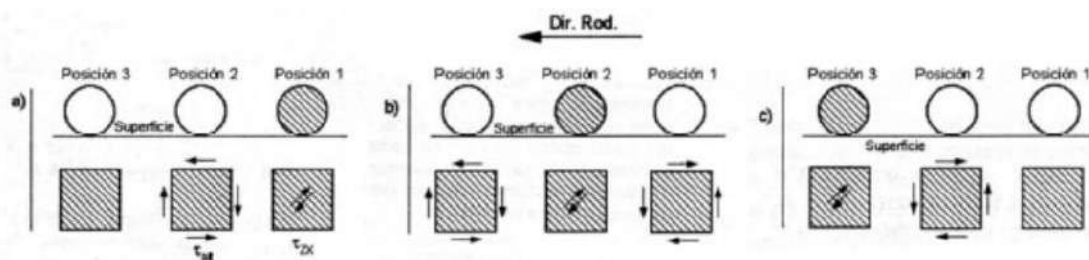
Conociendo el tamaño del área de contacto y la presión que actúa sobre ella es posible calcular la distribución de tensiones según las direcciones  $xx$ ,  $yy$  y  $zz$  en función de la profundidad por debajo del centro del área de contacto, como se muestra en la Figura 15.



**Figura 15.** Distribución de tensiones debajo del punto central del área de contacto.

Se observa que la tensión más elevada es de compresión y de un valor igual a  $p_0$ . Las restantes tensiones principales, en las direcciones  $xx$  e  $yy$ , son iguales a  $0,5(1 + 2\nu)\sigma_z$ , por lo que las tensiones de corte  $\tau_{zx}$  y  $\tau_{zy}$  son relativamente pequeñas. El máximo de la tensión de corte según el eje  $zz$  se localiza a una profundidad de aproximadamente  $0,5a$ . Por lo tanto, considerando el paso repetido de un elemento rodante sobre un punto cualquiera del camino de rodadura (CR), se genera una tensión de corte pulsante  $\tau_{zx} = \tau_{zy}$ .

La deformación elástica en torno al punto de contacto genera también una tensión de corte ortogonal que tiene su máximo más cerca de la superficie (aproximadamente a  $0,4a$ ), pero que posee diferente signo a un lado y a otro del eje  $zz$ . Por lo tanto, el paso repetido de un elemento rodante produce, sobre un punto cualquiera por debajo del CR, una tensión alternativa  $\tau_{alt}$ . La Figura 16 muestra en forma esquemática el origen de esta tensión.



**Figura 16.** Tensiones de corte producidas por la rodadura de un rodillo cilíndrico.

En la Figura 16 a) el elemento rodante se encuentra en la posición 1, el material por debajo del mismo está sometido a la tensión de corte pulsante máxima ( $\tau_{xy}$ ), mientras que la tensión de corte alternativa ( $\tau_{alt}$ ) es nula. Sin embargo, en la posición 2 el material está sujeto a  $\tau_{alt}$  mientras que  $\tau_{zx}$  es nula. Para la posición 3, a una distancia suficientemente lejana a la posición del elemento rodante, ambas tensiones son nulas. Cuando el elemento rodante se encuentra en la posición 2, Figura 16 b),  $\tau_{zx}$  es máxima exactamente debajo de éste, mientras que  $\tau_{alt}$  es nula. Sin embargo, en las regiones subsuperficiales, a la derecha y a la izquierda del punto de contacto, el material está sujeto a tensiones  $\tau_{alt}$  y  $-\tau_{alt}$ , respectivamente. En la Figura 16 c), el elemento rodante se encuentra en la posición 3,  $\tau_{zx}$  es máxima y  $\tau_{alt}$  es nula debajo del área de contacto. Sin embargo,  $\tau_{alt}$  en la posición 2 es máxima nuevamente, pero de signo

contrario al observado con el elemento rodante en la posición 1. Esto muestra que un punto cualquiera por debajo del CR, por ejemplo, en la posición 2, está sujeto a una tensión de corte pulsante  $\tau_{xy}$  y también a una tensión de corte ortogonal alternativa  $\tau_{alt}$ .

#### **2.4.3.3 Relación presión hertziana-resistencia**

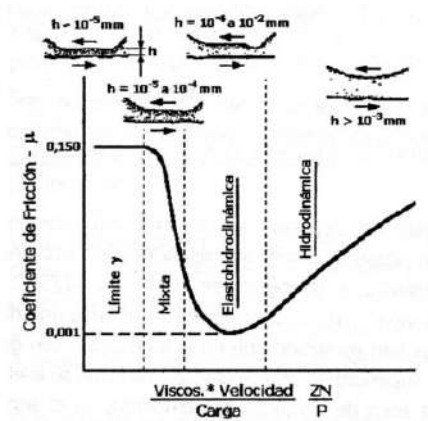
Las tensiones generadas en el contacto poseen una componente hidrostática importante y un desviador de tensiones, como se observa en la Figura 15. Para producir degradación en un material por microplasticidad debe superarse un valor de carga umbral, de modo que la componente desviadora de las tensiones supere el valor crítico, siendo capaz de producir el movimiento de dislocaciones. El valor umbral puede expresarse como la relación  $p_o/k_k$ , donde  $k_k$  es el límite elástico cinemático del material, que se obtiene en ensayos de fatiga de bajos ciclos, ya sea con esfuerzos de tracción o de torsión. En contactos sin fricción, el valor umbral para producir la degradación es  $p_o/k_k = 4,7$  para contactos puntuales y  $p_o/k_k = 4$  para contactos lineales. Por debajo del umbral no se producirá microplasticidad y, por lo tanto, tampoco se observarán signos de fatiga, aún para un número infinito de ciclos de carga.

#### **2.4.3.4 Lubricación en FCR**

El funcionamiento de elementos mecánicos en condiciones que permitan describir el estado tensional aplicando la teoría de Hertz, se conoce como ideal. En la práctica, esta condición de funcionamiento se obtiene cuando el contacto se produce bajo una lubricación adecuada. La función de la lubricación es satisfacer los siguientes objetivos:

- Suministrar un  $\mu$  que separe las superficies en movimiento relativo.
- Mantener una temperatura de funcionamiento adecuada.
- Prevenir la contaminación con suciedad o partículas de desgaste.
- Prevenir la corrosión.

De acuerdo al espesor y tipo de película lubricante se identifican diferentes regímenes de lubricación. La Figura 17 muestra estos regímenes con la conocida curva de Stribeck, la cual muestra la variación del coeficiente de fricción ( $\mu$ ) en función de la relación  $\eta N/P$ , donde  $\eta$  es la viscosidad del fluido,  $N$  es la velocidad y  $P$  es la carga. Para valores elevados de  $\eta N/P$  la lubricación es hidrodinámica (típica de cojinetes de deslizamiento) y se obtiene un espesor de película elevado, donde la fricción tiene su origen en el rozamiento interno del lubricante. Para valores intermedios de  $\eta N/P$ , como los observados en el contacto de cuerpos no conformes, se entra en el régimen de lubricación conocido como elastohidrodinámico, con espesores de película típicos entre 0,025 y 2,5  $\mu\text{m}$ . Si el espesor de película disminuye todavía más, se produce el contacto ocasional de las microasperezas superficiales, dando lugar al régimen conocido como de lubricación mixta. Si  $\eta N/P$  continúa bajando se entra en el régimen de lubricación límite.

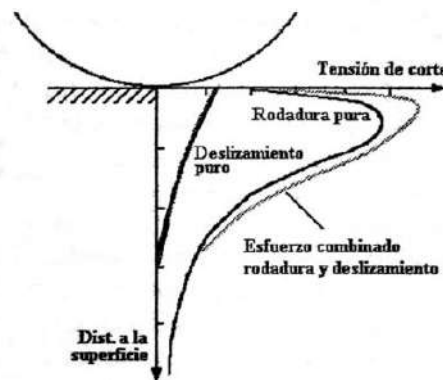


**Figura 17.** Curva de Stribeck. Los regímenes de lubricación y su relación con el espesor de película lubricante,  $h$ .

#### 2.4.3.5 Distribución de tensiones en contacto no ideal

En general, el contacto real entre elementos rodantes está acompañado por algún grado de fricción o deslizamiento entre las superficies. Una de las razones para que exista deslizamiento tiene que ver con la deformación producida en la región de contacto. La fricción afecta la distribución de tensiones en el contacto, haciendo que los máximos de las tensiones de corte se aproximen a la superficie, como se muestra esquemáticamente en la Figura 18.

La presencia de fricción es una de las razones por las cuales se produce un aumento de la temperatura y, por lo tanto, una disminución de la viscosidad y del espesor de la película lubricante. Esta condición de funcionamiento puede producir el contacto de las microasperezas superficiales y es conocida como no ideal.



**Figura 18.** Distribución de tensiones para casos de: rodadura pura, deslizamiento puro y la combinación de ambos.

Este tipo de contacto muchas veces está sujeto a valores de tensión hasta cinco veces mayor que la  $p_0$  del macrocontacto. Las tensiones de corte máximas se localizan a profundidades que, en este caso, están relacionadas con la semiamplitud de las microáreas de contacto, entre 0 y 50  $\mu\text{m}$  de la superficie.

## Distribución de tensiones en superficies recubiertas

El cálculo de la presión de contacto en superficies recubiertas usualmente se ha llevado a cabo utilizando la teoría de Hertz, tal como reportan *Barovich et al. (1964)*, *Chen et al. (1972)*, *Schwarzer et al. (1999)* y *Zhang et al. (2007)*, entre otros.

Sin embargo, otros autores indican que la presión de contacto real puede desviarse significativamente de la aproximación de Hertz, dependiendo principalmente de la relación entre el espesor de película ( $t$ ) y el radio del área de contacto ( $a$ ) y de las propiedades elásticas del sustrato y del recubrimiento. Entre ellos, *Gupta et al. (1974)* y *Kulchytsky-Zhyhailo et al. (2010)* reportan que, para relaciones  $t/a \rightarrow 0$  y  $t/a > 1$ , la presión de contacto real no difiere significativamente de la distribución de Hertz y que, entre estos casos límite, la desviación se acentúa con el aumento de la relación módulo elástico del recubrimiento/módulo elástico del sustrato ( $E_r/E_s$ ). Cuando la relación  $t/a \rightarrow 0$ , el área y la presión de contacto quedan determinadas por las propiedades del sustrato y cuando la relación  $t/a > 1$ , por las propiedades del recubrimiento.

Por otro lado, es sabido que las tensiones generadas en el contacto pueden causar la fractura y/o delaminación del recubrimiento en aplicaciones de fatiga de contacto por rodadura. Las máximas tensiones normales se relacionan con la fractura del recubrimiento, mientras que la máxima tensión de corte se relaciona con la delaminación. Por lo tanto, diversos autores han estudiado la distribución de tensiones por debajo del área de contacto en superficies recubiertas. Los avances más recientes se describen a continuación:

*Li et al. (1997)*, considerando un contacto axisimétrico (entre una esfera y un plano), una relación  $t/a = 1$  y asumiendo una distribución de presión parabólica, encontraron que las tensiones radiales y circunferenciales, por debajo del centro de contacto, son compresivas en la superficie y discontinuas en la interfaz sustrato-recubrimiento, resultando de tracción para el caso de un recubrimiento duro ( $E_r/E_s = 10$ ). La tensión normal es continua en la interfaz y no difiere significativamente de la encontrada en un sustrato sin recubrir bajo las mismas condiciones de carga.

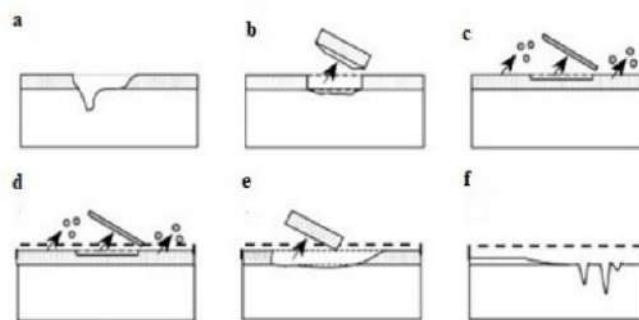
Por otro lado, *Apalak et al. (2007)*, utilizando soluciones numéricas, reportaron que las regiones de concentración de las tensiones de corte y de Von Mises se ubican en el sustrato, por debajo del centro de contacto, para una relación  $t/a = 0,1$  y que las mismas se ubican dentro del recubrimiento y terminan en la interfaz para relaciones  $t/a = 0,5$  y  $0,9$ . El aumento de la relación  $E_r/E_s$  produce un aumento del nivel de tensiones para las distintas relaciones  $t/a$  analizadas.

*Kulchytsky-Zhyhailo et al. (2010)*, considerando un contacto axisimétrico, encontraron que, sobre la superficie de las muestras, las tensiones radiales son compresivas en el centro del área de contacto y de tracción en el borde. El aumento de la relación  $E_r/E_s$  produce un corrimiento de las tensiones de tracción hacia fuera de la zona de contacto y, un aumento de la relación  $t/a$  produce su disminución. En la interfaz, las tensiones radiales son de tracción en el centro del área de contacto y compresivas en el borde de la misma. El incremento de las relaciones  $t/a$  y  $E_r/E_s$  producen un aumento de las tensiones de tracción en la interfaz. La

máxima tensión de Von Mises se produce en la superficie para relaciones  $t/a < 0,2$ ; en el recubrimiento para relaciones  $t/a > 1$  y en la interfaz para relaciones intermedias, siempre por debajo del centro de contacto. Para relaciones  $t/a < 1$ , el reemplazo de la presión de contacto real por la aproximación de Hertz permite un cálculo preciso de la tensión radial en la superficie y de la tensión de corte en la interfaz, mientras que las tensiones radiales y de Von Mises en la interfaz difieren considerablemente.

#### 2.4.3.6 Modos de falla por FCR en superficies recubiertas

De acuerdo a las características de sustratos y recubrimientos y a las condiciones de carga empleadas, las superficies recubiertas pueden desarrollar distintos modos de falla en FCR. Estos modos están descriptos esquemáticamente en la Figura 20.



**Figura 20.** Modos de falla por FCR en superficies recubiertas: (a) formación de spalls en el sustrato, (b) delaminación del recubrimiento en la interfaz y (c) exfoliación de una porción del recubrimiento, (d) pulido leve y exfoliación de una porción del recubrimiento, (e) pulido leve y delaminación del recubrimiento, (f) pulido severo y formación de spalls en el sustrato.

Cuando la sollicitación (carga, velocidad, temperatura) se encuentra en niveles moderados, se promueve el funcionamiento en condiciones ideales, es decir, con separación completa de las superficies por efecto de la lubricación elastohidrodinámica, donde virtualmente no existe contacto metálico. Además, como se mencionó anteriormente, el estado tensional más desfavorable puede encontrarse ya sea en el sustrato, en la interfaz o en el recubrimiento, dependiendo de la relación  $t/a$  y de las propiedades elásticas de los materiales de sustrato y recubrimiento

Si el estado tensional más desfavorable se presenta en el sustrato, este actúa sobre las discontinuidades metalúrgicas (inclusiones) presentes en esta región, produciendo la nucleación y posterior propagación de una fisura. Esta fisura avanza hasta que el ligamento remanente no soporta el esfuerzo aplicado, provoca su fractura y el desprendimiento de una porción de material, formándose un cráter o spall (Figura 20 a). Si el estado más desfavorable se presenta en la interfaz, se produce la fractura y posterior delaminación del recubrimiento (Figura 20 b) y si se presenta en el recubrimiento se produce la exfoliación de una porción superficial del recubrimiento, quedando otra porción adherida al sustrato (Figura 20 c).

Cuando las superficies recubiertas son sometidas a cargas específicas elevadas, se promueve el funcionamiento en condiciones no ideales. Esto se traduce en mayores cargas, velocidades y temperaturas de los cuerpos que ruedan, haciendo que la película lubricante se



vuelva más fina, llegando a producir su colapso y, por lo tanto, el contacto y deformación de las microasperezas superficiales. La interacción de las asperezas superficiales genera un efecto de pulido sobre el camino de rodadura.

No sólo las microasperezas entran en contacto sino también las partículas en suspensión en el aceite pueden quedar atrapadas en el huelgo entre las superficies. Estas partículas pueden rayar, indentar o quedar embebidas en la superficie, generando discontinuidades que se convierten en un lugar propicio para la nucleación superficial de fisuras. Las fisuras nucleadas en la superficie de una pieza recubierta pueden propagarse dentro del recubrimiento, produciendo su exfoliación (Figura 20 d) o hacia la interfaz, produciendo la delaminación del recubrimiento (Figura 20 e). En ciertos casos puede producirse un pulido severo del recubrimiento, generado por el contacto de las asperezas superficiales, y la posterior nucleación y propagación de fisuras en la superficie del sustrato (Figura 20 f).

## 2.5 Acero SAE 4140

En el contexto del presente trabajo de investigación, el material seleccionado para recibir tratamiento térmico, modificación superficial y depositar recubrimiento es el acero SAE 4140. La selección está basada en los siguientes aspectos:

1. Se trata de un acero de construcción muy difundido para la fabricación de partes de máquina.
2. Es un acero para temple y revenido, capaz de alcanzar una dureza superior a 50 HRC, proporcionando un gradiente de propiedades mecánicas superficiales (una vez realizado el tratamiento superficial) apto para resistir la FCR.
3. Este acero posee Cr y Mo como elementos de aleación, permitiendo la precipitación de nitruros especiales en la nitruración.

La norma SAE 4140 define los intervalos de composición química para los distintos elementos constituyentes, Tabla 2. Se define como un acero de baja aleación con Cromo y Molibdeno, apto para tratamiento térmico por temple y revenido, y también para el tratamiento superficial de nitruración.

Composición Química SAE 4140								
Elemento	C	Si	Mn	P	S	Cr	Ni	Mo
% en peso	0,38 - 0,43	0,20 - 0,35	0,75 - 1,00	0,035 máx	0,040 máx	0,80 - 1,10		0,15 - 0,25

**Tabla 2.** Porcentaje en peso de los elementos presentes en SAE 4140 según la norma.

Suele ser utilizado en piezas de medianas dimensiones que exigen elevada dureza, resistencia mecánica y tenacidad, tales como ejes, pasadores, cigüeñales, barras de torsión, engranajes de baja velocidad, tuercas y pernos sometidos a grandes esfuerzos, árboles de transmisión, émbolos, bielas y rotores.

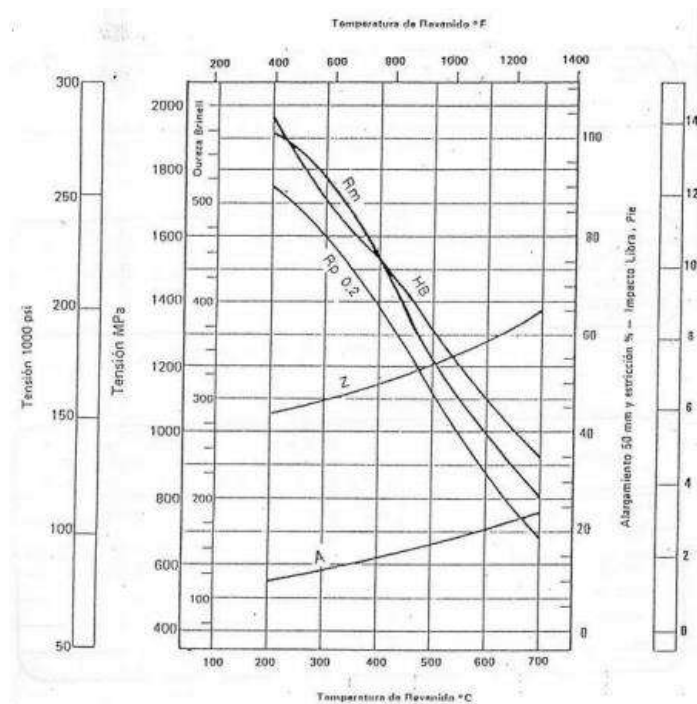
El tratamiento térmico consiste en un austenizado, y luego templado y revenido, para aumentar su resistencia y tenacidad. A alta temperatura, la fase estable es austenita y a temperatura ambiente es estable una mezcla de ferrita y carburos.

El tiempo de permanencia a la temperatura de austenizado representa un compromiso entre lograr la máxima disolución de carburos, para obtener una alta resistencia mecánica, y evitar el excesivo agrandamiento de grano, austenita retenida y fragilidad. También se debe evitar la descarburación, que depende de la atmósfera del horno, se puede emplear carbonilla y aditivos para rodear las piezas y equilibrar el potencial de carbono.

De la misma manera que en los aceros al carbono, la martensita de alta dureza y frágil obtenida en el temple, debe ser revenida para mejorar sus propiedades (balance resistencia/tenacidad) de acuerdo al uso posterior. El revenido consiste en un calentamiento por debajo de la temperatura eutectoide, seguido de un mantenimiento, tras el cual se enfría hasta la temperatura ambiente. En la Tabla 3, se muestran los parámetros recomendados para el tratamiento térmico del acero SAE 4140. Por otro lado, en la Figura 21, se observa la variación de distintas propiedades mecánicas en función de la temperatura de revenido.

Tratamiento	Temperatura [°C]
Forja	1000 - 1200
Normalizado	870 - 925
Templado	830 - 860
Revenido (Según características deseadas)	200 - 700

**Tabla 3.** Parámetros recomendados para el tratamiento térmico del SAE 4140.



**Figura 21.** Propiedades mecánicas en función de la Temperatura de Revenido.

## 2.6 Tensiones Residuales

Las tensiones residuales se definen como tensiones en el rango elástico que no pueden ser relajadas y quedan en un material luego de ser sometido a algún proceso térmico o mecánico. La deposición de recubrimientos duros está inherentemente asociada con el desarrollo de tensiones residuales debidas al efecto superpuesto de dos componentes:

- Las tensiones intrínsecas. Se deben a la creación de defectos cristalográficos durante el proceso de nucleación y crecimiento de la película sobre el sustrato.
- Las tensiones térmicas. Se producen durante el enfriamiento desde la temperatura de deposición hasta la temperatura ambiente, debido a diferencias entre los coeficientes de expansión térmica de sustrato y recubrimiento.

Las tensiones residuales en superficies recubiertas generalmente son compresivas. La magnitud de estas tensiones, en ciertas ocasiones, pueden llegar a superar los -10 GPa. Las tensiones residuales pueden afectar el comportamiento en servicio del sistema sustrato-recubrimiento. Tensiones residuales compresivas combaten la nucleación y propagación de fisuras. Tensiones de tracción promueven la propagación de fisuras y son indeseables. Por otro lado, muy altas tensiones compresivas aumentan la probabilidad de desprendimiento espontáneo y catastrófico del recubrimiento, tal como reportan Bull (1999) y Cozza et al. (2006).

### **Técnicas de medición de las tensiones residuales**

Existen dos técnicas más ampliamente utilizadas para medir tensiones residuales en superficies recubiertas. La primera se basa en la medición de la deflexión o curvatura de un sustrato delgado antes y después de la deposición del recubrimiento, generalmente mediante interferometría. Conociendo las constantes elásticas del sustrato y el espesor de película, las tensiones residuales pueden calcularse a partir de los radios de curvatura medidos. La segunda se basa en la medición del espaciado interplanar de un determinado plano cristalográfico (hkl) del recubrimiento mediante difracción de rayos X. Conociendo las constantes elásticas del mismo, las tensiones residuales pueden calcularse a partir del espaciado interplanar del plano (hkl) analizado. En la Sección 4.3.9 se entra más en detalle sobre la determinación de las tensiones residuales.

### 3. Objetivos

El objetivo general de este proyecto final, es evaluar la mejora de la resistencia a la fatiga de contacto por rodadura del acero SAE 4140 a través del tratamiento superficial, consistente en la modificación superficial mediante nitruración iónica y/o la aplicación de un recubrimiento de TiN aplicado mediante el proceso PVD.

Del objetivo general, surgen los siguientes objetivos particulares:

- Completar la preparación de las probetas.
- Completar su caracterización.
- Realizar ensayos de FCR.
- Describir estadísticamente el comportamiento frente a la FCR y establecer comparaciones entre las distintas variantes de material.
- Caracterizar el tipo de falla que opera en cada caso.
- Discutir los comportamientos observados y arribar a un mejor entendimiento de los mismos.

## 4. Procedimiento Experimental

### 4.1 Material de partida

#### 4.1.1 Descripción de las muestras a ensayar

Como material de partida se utilizaron probetas de acero SAE 4140, mecanizadas en forma de discos de 63 mm de diámetro a partir de una barra redonda maciza. En primera instancia, se realizó un austenizado de 2 horas a 850 °C, luego el material fue templado y revenido a 520 °C durante otras 2 horas. Las superficies fueron terminadas con una rectificadora tangencial, y luego manualmente con lija al agua de granulometría sucesivamente más fina, eliminándose las marcas del mecanizado previo, hasta alcanzar finalmente un grano 600. Posteriormente, fueron identificadas en grupos G0, G1, G2 y G3 (cada grupo de 3 discos), destinados a recibir distintos tratamientos. En la Tabla 4 se listan los tratamientos realizados a cada grupo de probetas. Al momento de comenzar este proyecto las probetas de los grupos G1, G2 y G3 se encontraban preparadas, existiendo la necesidad de realizar el tratamiento térmico y preparar superficialmente a aquellas del grupo G0.

Identificación	Descripción del tratamiento
Grupo 0 (G0)	SAE 4140 Templado y revenido. Superficie lijada hasta grano 600.
Grupo 1 (G1)	Nitruración iónica, sobre SAE 4140 Templado y revenido. Superficie de sustrato lijada hasta grano 600 previo al tratamiento.
Grupo 2 (G2)	Recubrimiento de nitruro de TiN aplicado por deposición por CAD, sobre SAE 4140 Templado y revenido, sin tratamiento superficial previo. Superficie de sustrato lijada hasta grano 600 previo al tratamiento.
Grupo 3 (G3)	Nitruración iónica, sobre SAE 4140 templado y revenido, posterior recubrimiento de nitruro de titanio (TiN) aplicado por deposición por arco catódico (CAD). Superficie de sustrato lijada hasta grano 600 previo al tratamiento.

**Tabla 4.** Clasificación de los distintos grupos de muestras.

#### 4.1.2 Caracterización del material de partida

Para evaluar la composición química del material de partida, se empleó la técnica de espectroscopía de emisión óptica, que consiste en analizar la longitud de onda de los fotones emitidos desde un estado excitado a un estado inferior de energía. Cada elemento emite un conjunto característico de longitudes de onda discretas en función de su estructura electrónica. Mediante las observaciones de estas longitudes de onda puede determinarse la composición elemental del material. Los resultados obtenidos, que resultan del promedio de al menos cuatro determinaciones, se muestran en la Tabla 5. La composición química de las probetas analizadas coincide con los valores esperados de acuerdo a la norma SAE 4140 (ver Tabla 2, Sección 2.5)

Composición Química – Probetas SAE 4140												
Elemento	C	Si	Mn	P	S	Cr	Ni	Mo	Cu	V	Nb	Ti
% en peso	0,442	0,332	0,935	0,02	0,016	0,972	0,011	0,215	0,122	0,004	0,002	0,03

**Tabla 5.** Porcentaje en peso de los elementos presentes en la muestra.

## 4.2 Tratamientos superficiales realizados

Los tratamientos de nitruración iónica fueron realizados en la empresa IONAR S.A. (Villa Maipú, Pcia. Buenos Aires), y los recubrimientos de TiN en la empresa SUDOSILO S.A. (Córdoba, Pcia. de Córdoba).

Las condiciones en que fueron realizados los tratamientos de nitruración iónica fueron provistas por la empresa IONAR S.A., y se muestran en la Tabla 6.

Grupo	Composición del gas (% atómico)	Diferencia de potencial (V)	Temperatura del sustrato (°C)	Presión de la cámara (mbar)	Tiempo de procesamiento (hr)
G1 & G3	20 - 25 %N <sub>2</sub> 80 - 75 %H <sub>2</sub>	600	500	6	15

**Tabla 6.** Condiciones de nitruración iónica.

La Tabla 7 muestra las condiciones en que fueron depositados los recubrimientos de TiN, en la empresa SUDOSILO S.A. Se utilizó la técnica de deposición por arco catódico (CAD) que se enmarca dentro de los procesos de deposición física en fase vapor (PVD).

Grupo	Diferencia de potencial (V)	Corriente de arco (A)	Temperatura del sustrato (°C)	Presión de la cámara (mbar)	Distancia al objetivo (mm)	Tiempo de procesamiento (hr)
G2 & G3	250	60	300	20	200 - 300	0.25

**Tabla 7.** Condiciones de deposición para recubrimientos de TiN.

## 4.3 Caracterización de las muestras

### 4.3.1 Microestructura

Se obtuvieron muestras de las probetas de acero SAE 4140 efectuando cortes transversales con disco refrigerado, que luego se incluyeron en bakelita para facilitar la manipulación. Posteriormente, las muestras se pulieron manualmente hasta lograr un pulido espejo. Se utilizó el reactivo Nital (2 ml HNO<sub>3</sub> en 100 ml etanol (95 %) o bien metanol (95 %)) a temperatura ambiente para revelar la microestructura. La observación se realizó en un microscopio óptico Olympus PMG 3, complementado con un sistema de captura digital de imágenes.

### 4.3.2 Fases presentes

La difracción de rayos X (DRX) es un método de caracterización de materiales a través de sus estructuras cristalinas. Cuando un cristal, que contiene arreglos periódicos de átomos, es

irradiado con un haz de rayos X monocromático se genera una huella digital de la estructura en forma de un patrón de difracción.

Se puede utilizar con diversos fines, como: identificación de fases cristalinas, resolución de estructuras, cuantificación de fases, determinación de parámetros de red, medición del tamaño de cristalito, medición de tensiones residuales, etc.

En este trabajo, se identificaron las fases presentes en el sustrato de SAE 4140, en las capas modificadas por nitruración y en el recubrimiento de TiN, utilizando un difractor Phillips XPERT-PRO de la División Cerámicos del INTEMA.

Mediante la aplicación de la Ley de Bragg se realizó la identificación de fases:

$$n\lambda = 2d \sin(\theta)$$

Donde  $n$  es un número entero,  $\lambda$  es la longitud de onda de la radiación utilizada,  $d$  es el espaciado interplanar, y  $\theta$  es el semiángulo entre los rayos incidente y difractado. Midiendo los ángulos  $2\theta$  a los que se producen los picos de difracción se calcularon los correspondientes espaciados interplanares. Luego, con la ayuda del software X'Pert Highscore, se identificaron las fases presentes en cada muestra (se analizó una muestra para cada grupo). Este software cuenta con una base de datos de patrones de difracción, con la cual se pueden comparar los valores de  $d$  correspondientes a cada pico.

### 4.3.3 Dureza

Con la ayuda de un Durómetro Universal Durotest DU-250 de la marca Ibertest, perteneciente a la División Metalurgia de INTEMA, se realizaron mediciones de dureza mediante el método Rockwell en la escala C (HRC). Se realizaron cuatro mediciones en cada cara de las probetas, cerca del centro o del perímetro para que las improntas no afecten al ensayo de FCR. Los valores reportados surgen del promedio de las 8 determinaciones.

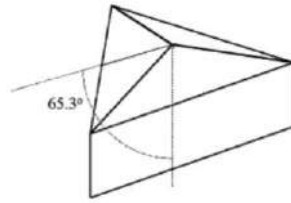
También se midió la dureza mediante ensayos de microindentación, empleando un durómetro digital marca Isotest modelo PMH-1000, equipado con un indentador Vickers y con una carga de 500 g. La ecuación utilizada para determinar el valor de dureza es la siguiente:

$$HV = 1,8544 \frac{P}{d^2}$$

Donde  $P$  [kg] es la carga aplicada y  $d$  [mm] es la diagonal promedio de la huella.

### 4.3.4 Nanodureza y módulo elástico reducido

Se realizaron ensayos de nanoindentación instrumentada, en los cuales se evaluaron la dureza y el módulo elástico de los distintos grupos de probetas. Se utilizó un equipo Hysitron TI 900 Triboindenter, perteneciente al Laboratorio de Superficies de INTEMA, equipado con un indentador Berkovich, que posee una geometría piramidal de base triangular, Figura 22.

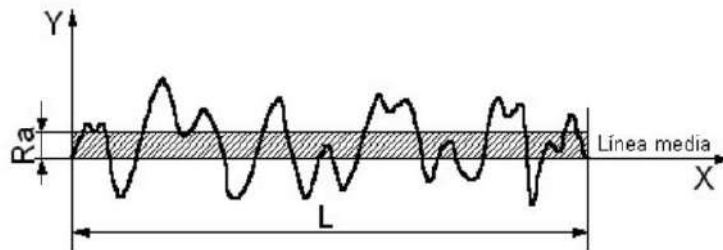


**Figura 22.** Indentador tipo Berkovich para ensayo de nanoindentación instrumentada.

El equipo se operó en los modos de control por carga y por desplazamiento. En los valores reportados se consideró la compliancia de la máquina y la geometría del indentador fueron calibradas previamente utilizando el método Oliver-Pharr, que contempla variables como la carga máxima aplicada, el área y la rigidez del contacto y características como el módulo de Young y el coeficiente de Poisson del indentador.

#### 4.3.5 Topografía Superficial

Se midió la rugosidad superficial de cada grupo de probetas, utilizando un perfilómetro de contacto marca Taylor-Hobon modelo Sutronic 3+ perteneciente al Laboratorio de Metrología de la Facultad de Ingeniería. Se utilizó una longitud de medición de 4 mm (cut-off = 0,8 mm). Se analizaron dos parámetros de rugosidad: la desviación media aritmética ( $R_a$ ) y la asimetría ( $R_{sk}$ ) del perfil. El parámetro  $R_a$  es el más ampliamente utilizado para caracterizar la rugosidad de una superficie y se define como la media aritmética de la distancia de los puntos de perfil en relación a la línea media del mismo, como se muestra en la Figura 23.



**Figura 23.** Representación del parámetro de rugosidad  $R_a$ .

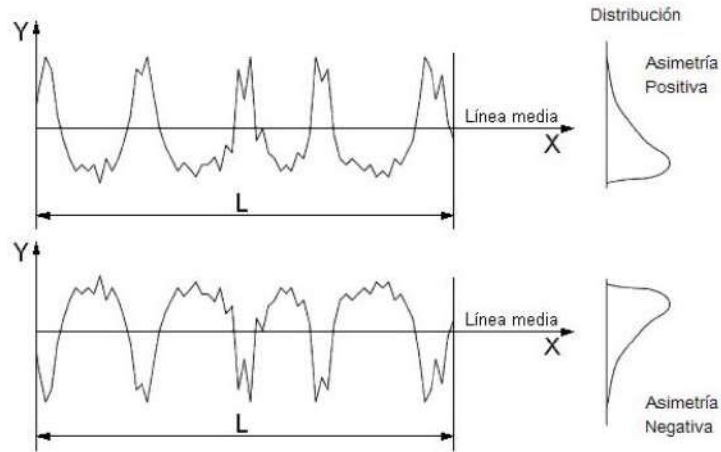
El valor del parámetro  $R_a$  se determina a partir de la siguiente expresión:

$$R_a = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n |y_i|$$

donde  $n$  es la cantidad de mediciones e  $y_i$  es la altura de los distintos puntos del perfil respecto a la línea media.

El parámetro  $R_{sk}$  es una medida de la asimetría del perfil respecto a la línea media. Perfiles con picos removidos y/o valles muy profundos poseen asimetría negativa. Perfiles con picos muy altos y/o valles poco profundos poseen asimetría positiva, como muestra la Figura 24.





**Figura 24.** Representación de la asimetría del perfil de rugosidad.

El valor del parámetro  $Rsk$  se determina a partir de la siguiente expresión:

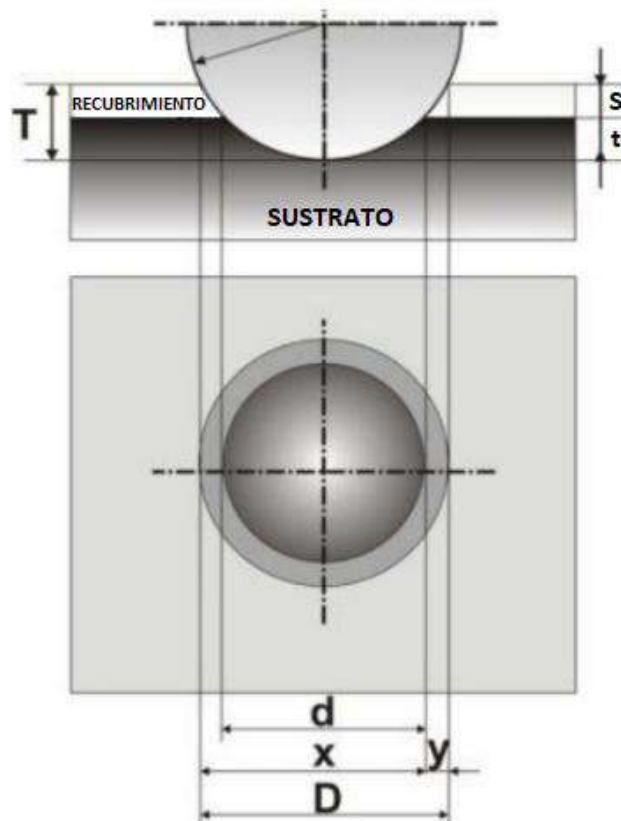
$$Rsk = \left( \sqrt{\frac{1}{n} \sum_{i=1}^n y_i^2} \right)^{-3} \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n y_i^3$$

donde  $n$  es la cantidad de mediciones e  $y_i$  es la altura de los distintos puntos del perfil respecto a la línea media.

El filtrado de los perfiles y la determinación de los parámetros de rugosidad se realizó utilizando el software TalyMap Gold.

#### 4.3.6 Espesor de recubrimiento y capa blanca

Para determinar el espesor de recubrimientos o el de la capa blanca en la nitruración, se empleó el método de abrasión esférica (calotest), utilizando el Calotester perteneciente al Grupo Tribología. En este ensayo se coloca la superficie recubierta sobre un soporte y se hace girar sobre ella una esfera de acero de 25 mm de diámetro, una suspensión de alúmina de tamaño  $2 \mu\text{m}$  en agua. Gracias a la abrasión producida por la alúmina, el giro de la esfera provoca el desgaste del recubrimiento y del sustrato, originando una huella de desgaste, Figura 25, que permite distinguir el recubrimiento.



**Figura 25.** Huella de desgaste generada por el método de abrasión esférica.

El espesor del recubrimiento,  $s$ , se calcula a partir de las siguientes expresiones, donde  $R$  es el radio de la bolilla seleccionada para el ensayo, en tanto que  $D$ ,  $d$ ,  $x$  e  $y$ , corresponden a las dimensiones descritas en la Figura 25.

$$s = \frac{D^2 - d^2}{8R}$$

$$s = \frac{x \cdot y}{2R}$$

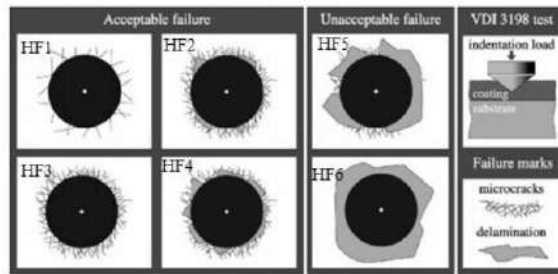
La medición de las improntas se realizó sobre imágenes obtenidas mediante microscopía óptica, utilizando un software de procesamiento de imágenes.

Mediante un procedimiento análogo al desarrollado, se puede conocer el espesor de la capa blanca en piezas tratadas por nitruración iónica.

#### 4.3.7 Adherencia

Para completar la caracterización de las muestras recubiertas (G2 y G3) se evaluaron resultados existentes, que habían sido obtenidos mediante el ensayo de adherencia descrito por la norma VDI 3198. El mismo consiste en efectuar indentaciones sobre las superficies recubiertas utilizando un penetrador de dureza Rockwell C y aplicando una carga de 150 kg. Las zonas adyacentes al borde de las improntas se observan en un microscopio óptico a 100 aumentos y el daño provocado al recubrimiento se compara con un patrón de calidades de

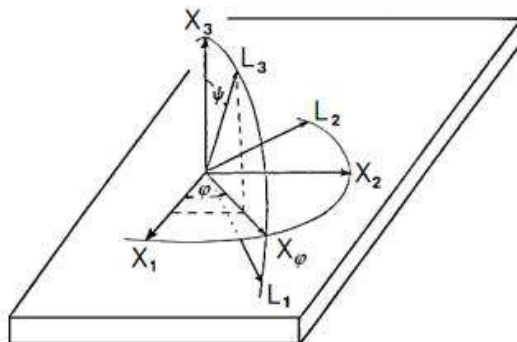
adherencia, Figura 26, donde se observa que los índices HF1, HF2, HF3, y HF4 (aparición de fisuras) indican una adherencia aceptable, mientras que los índices HF5 y HF6 se consideran inaceptables debido al desprendimiento del recubrimiento.



**Figura 26.** Índices de adherencia según norma VDI 3198.

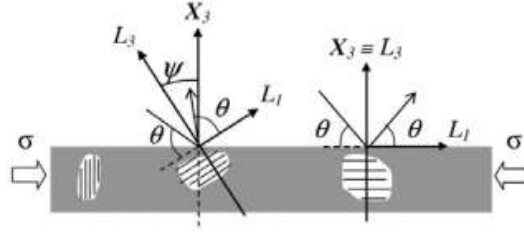
### 4.3.8 Tensiones Residuales

Se determinaron tensiones residuales mediante el método del  $\text{sen}^2\psi$ , asumiendo un estado biaxial de tensiones. Este método se basa en la medición del espaciado interplanar de un determinado pico de difracción (hkl). Para ello se define un sistema de coordenadas  $X_i$  asociado a la probeta y un sistema de coordenadas  $L_i$  asociado al sistema de medición, como muestra la Figura 27.



**Figura 27.** Relaciones entre los sistemas de coordenadas de la probeta ( $X_i$ ) y el sistema de medición ( $L_i$ )

El sistema  $X_i$  se define de modo que el eje  $X_3$  coincida con la normal a la superficie de la probeta, mientras que el sistema  $L_i$  se define de modo que el eje  $L_3$  coincida con la normal al plano (hkl) cuyo espaciado interplanar será medido (plano de difracción). El ángulo  $\varphi$  indica la rotación del sistema de coordenadas  $L_i$  respecto a la normal a su superficie (eje  $X_3$ ). El ángulo  $\psi$  indica la inclinación del plano de difracción respecto a la normal a la superficie de la probeta, como muestra la Figura 28.



**Figura 28.** Definición del ángulo  $\psi$ .

La deformación de un determinado plano (hkl) en la dirección  $L_3$  se puede calcular utilizando la siguiente expresión:

$$(\varepsilon_{33}^L)_{\varphi\psi} = \frac{d_{\varphi\psi} - d_0}{d_0} \quad (1)$$

donde  $d_{\varphi\psi}$  es el espaciado interplanar medido y  $d_0$  es el espaciado interplanar sin deformación.

La deformación en la dirección  $L_3$  puede expresarse en el sistema de coordenadas de la probeta usando la siguiente transformación:

$$(\varepsilon_{33}^L)_{\varphi\psi} = \sum_{i=1}^3 \sum_{j=1}^3 a_i a_j \varepsilon_{ij} \quad (2)$$

donde  $a_i$  y  $a_j$  son las componentes del vector  $L_3$  en el sistema de coordenadas  $X_i$  y  $\varepsilon_{ij}$ , las componentes del tensor de deformaciones.

Las componentes del vector  $L_3$  en el sistema de coordenadas  $X_i$  son:

$$a = (\cos \varphi \sin \psi \quad \sin \varphi \sin \psi \quad \cos \psi) \quad (3)$$

La deformación en la dirección  $L_3$  resulta:

$$(\varepsilon_{33}^L)_{\varphi\psi} = \varepsilon_{11}^X \cos^2 \varphi \sin^2 \psi + \varepsilon_{12}^X \sin(2\varphi) \sin^2 \psi + \varepsilon_{13}^X \cos \varphi \sin(2\psi) + \varepsilon_{22}^X \sin^2 \varphi \sin^2 \psi + \varepsilon_{23}^X \sin \varphi \sin(2\psi) + \varepsilon_{33}^X \cos^2 \psi \quad (4)$$

La relación entre las deformaciones y las tensiones pueden expresarse, de manera general, como:

$$\varepsilon_{ij} = \frac{1}{2} S_2 \sigma_{ij} + \delta_{ij} S_1 \sigma_{kk} \quad (5)$$

donde  $S_1$  y  $\frac{1}{2}S_2$  son las constantes elásticas de rayos X del material (XEC') y  $\sigma_{ij}$  son las componentes del tensor de tensiones.  $\delta_{ij} = 1$  si  $i = j$  y  $\delta_{ij} = 0$  si  $i \neq j$ .

Sustituyendo, la ecuación 4 resulta:

$$(\varepsilon_{33}^L)_{\varphi\psi} = \frac{1}{2} S_2 (\sigma_{11}^X \cos^2 \varphi + \sigma_{12}^X \sin(2\varphi) + \sigma_{22}^X \sin^2 \varphi - \sigma_{33}^X) \sin^2 \psi + \frac{1}{2} S_2 (\sigma_{13}^X \cos \varphi + \sigma_{23}^X \sin \varphi) \sin(2\psi) + S_1 (\sigma_{11}^X + \sigma_{22}^X + \sigma_{33}^X) \quad (6)$$

Asumiendo un estado biaxial de tensiones, la ecuación resulta:

$$(\varepsilon_{33}^L)_{\varphi\psi} = \frac{d_{\varphi\psi} - d_0}{d_0} = \frac{1}{2} S_2 (\sigma_{11}^X \cos^2 \varphi + \sigma_{12}^X \sin(2\varphi) + \sigma_{22}^X \sin^2 \varphi) \sin^2 \psi + S_1 (\sigma_{11}^X + \sigma_{22}^X) \quad (7)$$

Esta ecuación relaciona la deformación medida en la dirección  $L_3$  con las componentes del tensor de tensiones en el sistema de coordenadas  $X_i$ .

La proyección del tensor de tensiones en la dirección  $X_\varphi$  (ver Figura 27) está dada por la siguiente expresión:

$$\sigma_\varphi = \sum_{i=1}^3 \sum_{j=1}^3 n_i n_j \sigma_{ij} \quad (8)$$

donde  $n_i$  y  $n_j$  son las componentes del vector  $X_\varphi$  en el sistema de coordenadas  $X_i$ .

Las componentes del vector  $X_\varphi$  en el sistema de coordenadas  $X_i$  son:

$$n = (\cos \varphi \quad \sin \varphi \quad 0) \quad (9)$$

Por lo tanto, la proyección del tensor de tensiones en la dirección  $X_\varphi$  resulta:

$$\sigma_\varphi = \sigma_{11}^X \cos^2 \varphi + \sigma_{12}^X \sin(2\varphi) + \sigma_{22}^X \sin^2 \varphi \quad (10)$$

Esta expresión coincide con el término dentro del primer paréntesis de la ecuación 7, por lo que la misma puede reescribirse como sigue:

$$\frac{d_{\varphi\psi} - d_0}{d_0} = \frac{1}{2} S_2 \sigma_\varphi \sin^2 \psi + S_1 (\sigma_{11}^X + \sigma_{22}^X) \quad (11)$$

Para determinar las tensiones residuales en una dirección  $\varphi$  determinada (ver Figura 27), se mide el espaciado interplanar ( $d_{\varphi\psi}$ ) en la dirección  $L_3$  para diferentes ángulos  $\psi$  y se grafica  $d_{\varphi\psi}$  vs.  $\sin^2 \psi$ . Luego, la pendiente de la recta es proporcional a  $\sigma_\varphi$ .

En materiales homogéneos e isotrópicos, las XEC's se calculan a partir del coeficiente de Poisson ( $\nu$ ) y del módulo de elasticidad ( $E$ ) del material, de acuerdo a:

$$S_1 = -\frac{\nu}{E}$$

$$\frac{1}{2} S_2 = \frac{1 + \nu}{E}$$

En materiales no homogéneos, altamente texturados o monocristalinos, las XEC's se calculan a partir de los tensores de rigidez ( $C_{ij}$ ) y/o de compliancia ( $S_{ij}$ ) del material. En este caso, las XEC's dependen del plano (hkl) analizado.

Es sabido que la intensidad relativa de los picos de difracción ubicados a ángulo  $2\theta$  menores a  $100^\circ$  cae rápidamente al aumentar el ángulo de inclinación  $\psi$ . Por lo tanto, la cantidad de datos útiles para realizar el gráfico  $d_{\varphi\psi}$  vs  $\sin^2 \psi$  puede llegar a ser insuficiente, obteniéndose valores de tensiones residuales erróneos. Por lo tanto, para obtener la mayor cantidad de datos posible para la determinación de tensiones residuales por el método del  $\sin^2 \psi$ , se recomienda utilizar picos ubicados a ángulos mayores a  $100^\circ$ .

Las tensiones residuales en las probetas de SAE 4140 se determinaron utilizando diferentes rangos de  $2\theta$  dependiendo de la fase a analizar, y diferentes ángulos de inclinación  $\psi$ , resumido en la Tabla 8. Los difractogramas fueron registrados en pasos de  $0,04^\circ$  y con una velocidad de 5 seg/paso. Para el análisis de datos, se utilizó el software X'Pert Stress, donde ingresando los valores de módulo elástico reducido obtenidos previamente para cada grupo se pueden calcular las tensiones residuales.

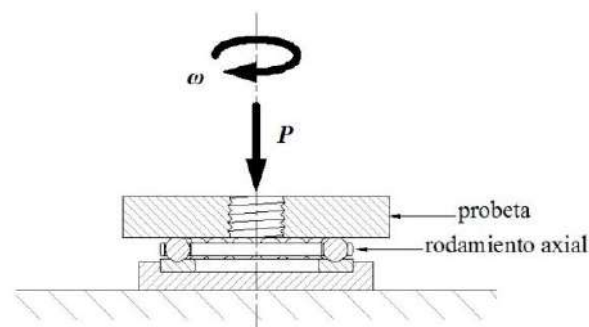
Para el caso del G3, como un pico de TiN se encontraba superpuesto a uno de la Capa Blanca, se optó por intentar relevar un barrido en ángulos “bajos” ( $60-64^\circ$ ), a pesar de no ser lo recomendado.

Grupo	Rango $2\theta$ [°]	Ángulos $\psi$ utilizados [°]	Fase
G0	134 - 143	0,00 - 26,57 - 39,23 - 50,77 - 63,44	Martensita
G1	127 - 133	0,00 - 22,79 - 33,21 - 42,13 - 50,77 - 60,00	Capa Blanca
G2	120 - 132	0,00 - 25,29 - 37,17 - 47,73 - 58,69	TiN
G3	60 - 64	0,00 - 15,34 - 21,97 - 27,28	TiN
G3	127 - 133	0,00 - 22,79 - 33,21 - 42,13 - 50,77 - 60,00	Capa Blanca

**Tabla 8.** Rangos de  $2\theta$  para medir tensiones residuales en cada pico analizado.

#### 4.4 Ensayos de FCR

Los ensayos de FCR se llevaron a cabo en una máquina tipo arandela plana (o flat washer), desarrollada por el Grupo Tribología de la Facultad de Ingeniería. En esta máquina, la FCR se genera al hacer girar una probeta con forma de disco sobre las bolillas de un rodamiento axial a una velocidad  $\omega$  y bajo la acción de una carga  $P$ , como se muestra esquemáticamente en la Figura 29. Se buscaron las condiciones óptimas de ensayo (carga, velocidad, geometría, lubricante), con el fin de promover la falla y posibilitar la comparación entre las distintas variantes de material.

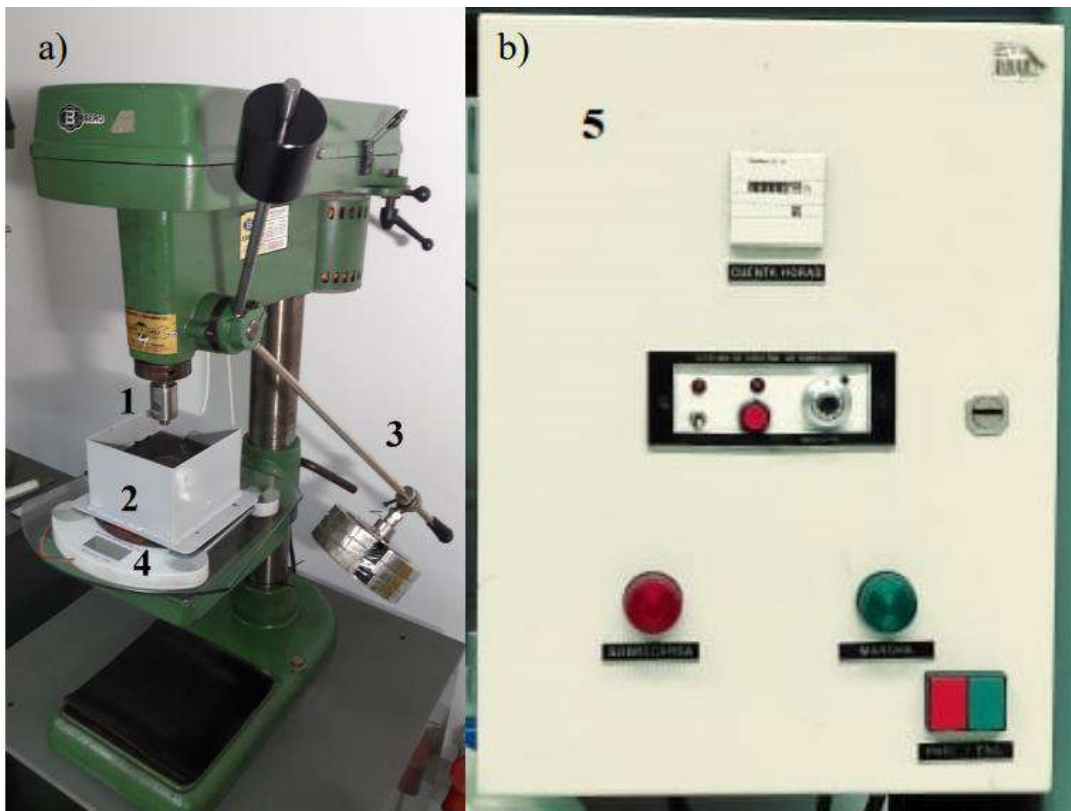


**Figura 29.** Esquema del equipo para ensayo de FCR del tipo arandela plana.

##### 4.4.1 Descripción máquina de ensayos

La máquina utilizada para los ensayos, consiste en una taladradora sensitiva de banco, como se muestra en la Figura 30. Los componentes principales de la misma son: el husillo (1), la

cuba (2), el sistema de aplicación de la carga (3), el sistema de verificación de la carga (4) y el sistema de monitoreo (5).

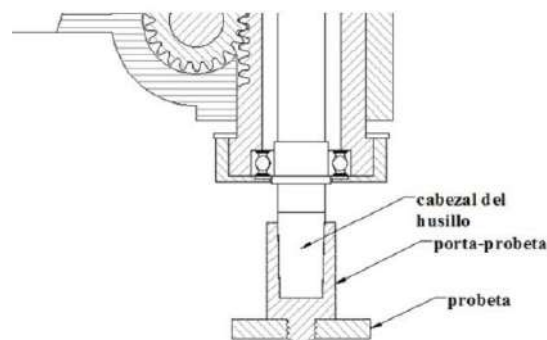


**Figura 30.** a) Máquina utilizada para ensayos de fatiga de contacto.

b) Sistema de monitoreo que incluye un reloj cuenta horas y un sensor de vibraciones.

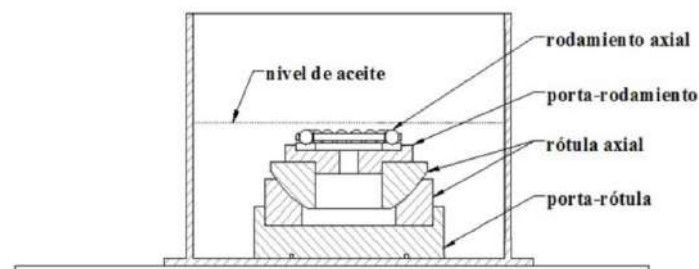
A continuación, se describen los componentes principales de la máquina de ensayos:

1. Husillo: la probeta se monta en el cabezal del husillo con la ayuda de un dispositivo porta probetas, como muestra la Figura 31. El husillo gira impulsado por un motor eléctrico mediante un sistema de poleas. Para maximizar el número de ciclos de carga por unidad de tiempo y reducir los tiempos de ensayo se optó por una velocidad del husillo de  $\omega = 1650 \text{ rpm}$  (la mayor velocidad disponible de la máquina).



**Figura 31.** Esquema del cabezal de la máquina mostrando el sistema de sujeción de probetas.

2. Cuba: el rodamiento axial, de simple efecto, se monta sobre una rótula axial con la ayuda de un dispositivo porta-rodamiento, y este conjunto se fija a la cuba por medio de un porta-rótula, como muestra la Figura 32. La función de la rótula axial es compensar las posibles faltas de paralelismo entre la probeta y el rodamiento. Todo el conjunto se encuentra sumergido dentro de la cuba en un baño de aceite de tipo industrial de viscosidad ISO VG 32. Se utilizaron rodamientos axiales tipo 51106 y 51107 con bolillas y pista de acero SAE 52100. Estos modelos de rodamiento poseen un diámetro de camino de rodadura de 38,5 mm y 44 mm respectivamente, y bolillas de 6 mm de diámetro. La cantidad de bolillas que posee cada rodamiento puede variar entre 18 y 21 según el modelo y el fabricante, sin embargo, en estos ensayos se trabajó sólo con 8 bolillas, extrayendo las restantes para alcanzar presiones de contacto elevadas sin aplicar una carga excesiva para la máquina.



**Figura 32.** Esquema de la cuba y subconjunto sumergido.

3. Sistema de aplicación de la carga: La aplicación de la carga de trabajo  $P$  se efectúa a través de un sistema de palanca que está acoplado al mecanismo de piñón y cremallera del husillo. Este sistema permite montar diferentes combinaciones de pesos en un dispositivo porta-pesas y, de este modo, variar el peso aplicado. A su vez, el dispositivo porta-pesas puede deslizarse sobre la palanca, por lo que también puede variarse el brazo de palanca.
4. Sistema de verificación de la carga: la carga  $P$  se calcula en forma analítica y se verifica mediante una balanza electrónica, ubicada entre la mesa pivotante de la taladradora y la cuba.
5. Sistema de monitoreo: para la detección de fallas, la máquina está equipada con un sensor o transductor piezoeléctrico, que va montado sobre la balanza, que emite una señal cuya intensidad depende del nivel de vibraciones del sistema, y la compara con un valor umbral. El valor umbral es ajustado al inicio de cada ensayo, llevándolo al mínimo que permita el normal funcionamiento de la máquina de ensayos. De esta manera, cuando el mencionado umbral es excedido, el analizador de vibraciones acciona un relé que detiene el motor de la máquina automáticamente. La duración de los ensayos es medida por un cuenta horas conectado eléctricamente al motor eléctrico. La cantidad de ciclos de carga por hora que soporta cada probeta durante los ensayos se calcula de la siguiente manera:



$$n^{\circ} \text{ de ciclos por hora} = 60 \cdot v \cdot n$$

Donde  $v$  es la velocidad del centro masa de la bolilla durante el ensayo y  $n$  es el número de bolillas utilizado.

#### 4.4.2 Desarrollo de los ensayos

Los ensayos avanzan hasta que las vibraciones producidas por el giro de la probeta sobre las bolillas del rodamiento exceden un valor umbral, indicando la presencia de un spall de fatiga y, en consecuencia, la degradación del material. Sin embargo, para obtener información útil es necesario realizar un análisis previo para determinar la carga de trabajo  $P$  adecuada para el material a ensayar, predecir el modo de falla predominante, determinar un criterio de finalización y suspensión de los ensayos y definir un criterio de análisis de los datos obtenidos. Cada uno de los aspectos citados se detalla a continuación.

##### 4.4.2.1 Determinación de la carga de trabajo

Como se mencionó anteriormente (ver sección 2.4.1), el valor de  $p_0$  aplicado por cada bolilla sobre la probeta debe ser suficiente como para producir degradación del material por microplasticidad. Como se desconoce el valor  $k_k$  de las muestras recubiertas, se seleccionó un único valor de  $p_0$  para las todas muestras. El valor adoptado fue de 2,59 GPa.

Una vez seleccionado el valor de  $p_0$ , la carga a aplicar sobre cada bolilla ( $P_b$ ) puede calcularse utilizando la siguiente expresión:

$$P_b = \frac{8 \pi^3 p_0^3 R^2}{3E'^2}$$

Donde  $R$  es el radio de curvatura efectivo, y  $E'$  el módulo elástico equivalente. Ambos términos se calculan como:

$$\frac{1}{R} = 2 \left( \frac{1}{R_b} + \frac{1}{R_p} \right)$$

$$\frac{1}{E'} = \frac{1}{2} \left( \frac{1 - \nu_b^2}{E_b} + \frac{1 - \nu_p^2}{E_p} \right)$$

Donde  $R_i$ ,  $\nu_i$  y  $E_i$  son, respectivamente, el radio de curvatura, el coeficiente de Poisson y el módulo elástico de las bolillas y de las probetas.

Luego, la carga  $P$  se obtiene multiplicando la carga  $P_b$  por el número total de bolillas del rodamiento utilizado. La Tabla 9 lista el radio de curvatura y las propiedades elásticas de las bolillas y de las probetas utilizadas las cuales permiten calcular la carga  $P_b$  a aplicar.

Elemento	Material	Radio de Curvatura [m]	Coefficiente de Poisson	Módulo Elástico [GPa]
Bolillas	SAE 52100	0,003	0,3	210
Probeta	SAE 4140	$\infty$	0,3	210

**Tabla 9.** Radio de curvatura y propiedades elásticas de las bolillas y probetas de SAE 4140.

Para obtener un valor de  $p_0 = 2,59 \text{ GPa}$ , la carga por cada bolilla debe ser  $P_b = 59,65 \text{ N}$ , al utilizarse un total de 8 bolillas, la carga de trabajo total resulta  $P = 476,4 \text{ N}$ .

Con la ayuda del software HertzWin, ingresando los valores de la Tabla 9 se puede verificar el valor de  $p_0$ . Además, este programa permite calcular el radio de contacto en superficies (para este caso resulta de  $105 \mu\text{m}$ ) y la distancia  $Z$  a la cual ocurre la máxima tensión de corte, que para estas condiciones resulta  $Z = -50,59 \mu\text{m}$ .

#### 4.4.2.2 Predicción del modo de falla

Para predecir el modo de falla en FCR se utilizó el coeficiente de espesor de película lubricante (también llamado factor  $\lambda$ ), dado por la siguiente expresión:

$$\lambda = \frac{h_0}{\sqrt{Ra_b^2 + Ra_d^2}}$$

Donde,  $h_0$  es el espesor de película lubricante, y  $Ra_b$  y  $Ra_d$  son, respectivamente, la rugosidad media aritmética de las bolillas y el disco o probeta.

Cuando  $\lambda > 3$  se asegura el funcionamiento en condiciones de lubricación fluida y, por lo tanto, no existe contacto entre microasperezas. Para valores  $1 < \lambda < 2$  puede producirse el contacto entre superficies y el régimen de lubricación es mixto. Si  $\lambda < 1$ , existe contacto frecuente entre las microasperezas y el régimen de lubricación es el límite, produciéndose un deterioro progresivo de las superficies.

Las bolillas poseen un  $Ra$  de  $0,008 \mu\text{m}$ . Los valores de  $Ra$  obtenidos para las probetas sin recubrir y recubiertas se muestran más adelante (Ver Sección 5).

El espesor  $h_0$  se calculó utilizando la expresión propuesta por Hamrock y Dowson:

$$\frac{h_0}{R} = 3,63 (1 - e^{-0,68 k}) \left(\frac{\eta_0 u}{E' R}\right)^{0,68} (\alpha E')^{0,49} \left(\frac{P}{E' R^2}\right)^{-0,073}$$

Donde  $R$  es el radio de curvatura efectivo,  $E'$  el módulo elástico reducido,  $P$  es la carga aplicada sobre cada bolilla,  $k$  es un parámetro de elipticidad que para contactos puntuales es unitario, y  $\eta_0$  es la viscosidad dinámica del lubricante a presión atmosférica, la cual está dada por:

$$\eta_0 = \rho v_0$$

Donde  $\rho$  es la densidad del lubricante (para este caso el lubricante utilizado tiene una densidad de  $0,891 \text{ kg/l}$ ) y  $v_0$  es su viscosidad cinemática ( $32 \text{ cSt}$  a  $40 \text{ }^\circ\text{C}$ ).

$u$  corresponde a la velocidad tangencial media de los cuerpos en contacto y está dada por la siguiente expresión:

$$u = \frac{u_b + u_d}{2}$$

Donde  $u_b$  y  $u_d$  son las velocidades de las bolillas y el disco respectivamente. Para este caso, se considera rodadura pura, y en consecuencia que las velocidades tangenciales de los cuerpos en contacto es la misma, por lo tanto:

$$u_b = u_d = \omega \frac{d_r}{2}$$

Donde  $\omega$  es la velocidad de giro del disco y  $d_r$  el diámetro de rodadura.

$\alpha$  simboliza al coeficiente de presión-viscosidad y puede estimarse utilizando la siguiente expresión empírica:

$$\alpha = \frac{0,6 + 0,964 \log_{10} \eta_0}{10^8}$$

$\eta_0$  debe expresarse en [cP] para obtener  $\alpha$  en [ $m^2/N$ ].

Los valores del factor  $\lambda$  obtenidos varían entre 0,93 y 1,42, dependiendo de la rugosidad de la probeta a ensayar. Estos valores predicen la interacción entre las asperezas superficiales de los cuerpos en contacto. Esta condición de ensayo es la buscada, dado que promueve la nucleación de la falla en la superficie, ya que se busca evaluar la respuesta frente a la FCR del recubrimiento. Cuando  $\lambda > 2$  se promueve la falla subsuperficial.

#### 4.4.2.3 Criterios de finalización y suspensión de ensayos

Como se mencionó anteriormente, el motor de la máquina de ensayos de FCR se detiene automáticamente cuando las vibraciones producidas por el giro del disco sobre las bolillas del rodamiento exceden un valor umbral, indicando la presencia de un spall de fatiga. Sin embargo, el tamaño de spall que detiene la máquina no siempre es el mismo. Por lo tanto, si se toma este evento como criterio de finalización de los ensayos se corre el riesgo de que el nivel de daño provocado no sea el mismo en todos los casos, lo que puede conducir a una mayor dispersión de los resultados. En consecuencia, para evitar esta situación se define un criterio de finalización de los ensayos basado en el nivel de daño provocado sobre las probetas. Luego de realizar ensayos preliminares se determinaron los siguientes criterios de finalización y suspensión de ensayos:

- Se considera ensayo finalizado cuando el tamaño de los spalls de fatiga o de las zonas delaminadas es comparable al ancho del CR, dimensión definida como “tamaño crítico”.
- Se considera ensayo suspendido cuando su duración alcanza las 650 horas sin daño, o si el tamaño de los spalls de fatiga no alcanza el tamaño crítico.

#### **4.4.2.4 Análisis de datos**

El análisis de los valores de vida hasta la falla de las probetas de FCR se realizó utilizando la distribución de probabilidad Weibull de dos parámetros. Los valores se ajustaron mediante el método de mínimos cuadrados usando regresión de Y sobre X. Este método es el más recomendado para series de datos pequeñas. Posteriormente, los datos de vida de la FCR se sometieron a un análisis estadístico para realizar inferencias. Se determinaron los intervalos de confianza del 90 % para cada conjunto de probetas a partir de funciones pivotantes mediante la simulación de Monte Carlo. Ambos análisis se realizaron utilizando el software libre R.

#### **4.4.2.5 Análisis de superficies**

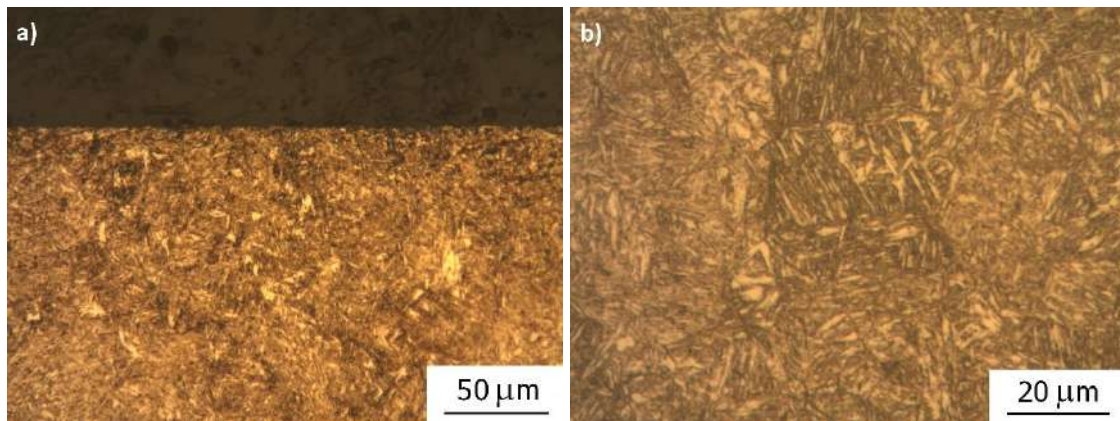
Las superficies de las probetas en el entorno del camino de rodadura fueron evaluadas mediante microscopía óptica, microscopía electrónica de barrido (SEM) y espectroscopía de rayos X por dispersión de energía (EDS). Las observaciones con microscopio óptico fueron realizadas en INTEMA con un equipo Olympus PMG 3. Para las observaciones mediante SEM y los análisis de EDS se utilizó un microscopio electrónico Carl Zeiss EVO MA10 equipado con detectores para electrones secundarios y reflejados, perteneciente a la Universidad Nacional del Sur (Bahía Blanca). El mismo equipo posee una sonda EDS Oxford x-act, con un software específico para la captura digital de imágenes, para registrar los espectros EDS para su posterior procesamiento.

## 5. Resultados Obtenidos

### 5.1 Caracterización de las muestras templadas y revenidas (G0)

#### 5.1.1 Microestructura

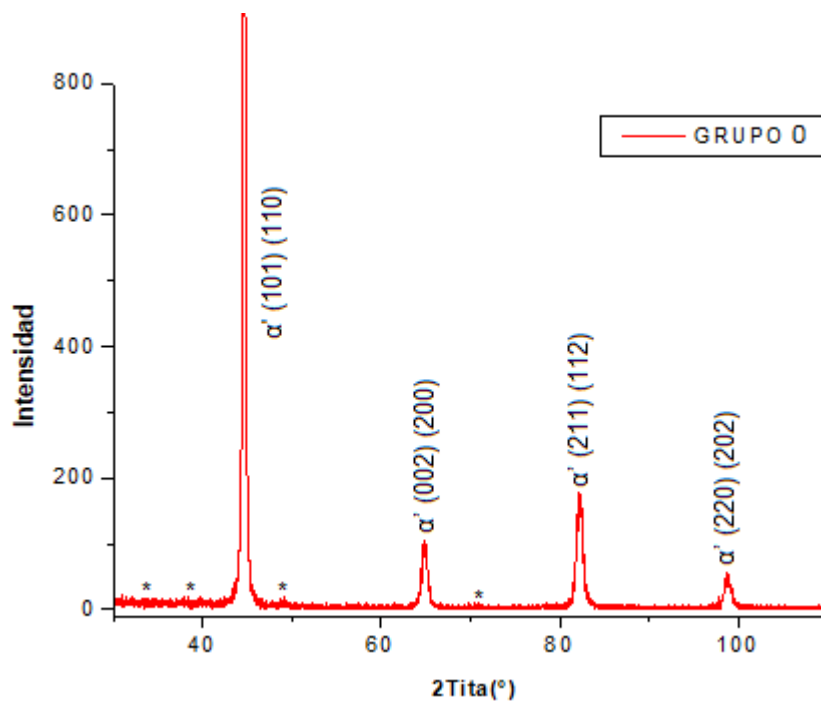
La Figura 33 muestra imágenes de la microestructura del acero SAE 4140 luego del tratamiento de temple y revenido. Se observa una microestructura de martensita revenida.



**Figura 33.** Microestructura del acero SAE 4140. a) Aumento x20. b) Aumento x50.

#### 5.1.2 Fases Presentes

En la Figura 34, se muestra un difractograma del acero SAE 4140 luego del tratamiento de temple y revenido. Se observan picos de difracción principales, correspondientes a la fase martensita ( $\alpha'$ ) y picos de menor intensidad que corresponden a los carburos (\*). Debido a que la tetragonalidad de la martensita es muy baja, se produce el solapamiento de picos para algunos planos de martensita y de ferrita. Los carburos identificados son del tipo  $Fe_3C$ .



**Figura 34.** Difractograma de una muestra del G0.

### 5.1.3 Dureza

La dureza obtenida para el acero SAE 4140 en estado de temple y revenido (a 520 °C) fue de  $36 \pm 3$  HRC. Este resultado se corresponde con el rango de durezas esperable, a partir de los parámetros del tratamiento térmico empleado.

Por otro lado, se midió la dureza mediante microindentación Vickers, con una carga de 4,9 N, arrojando un valor de  $574 \pm 41$  HV<sub>0,5</sub>.

### 5.1.4 Nanodureza y módulo elástico reducido

En la Tabla 10, se muestran los resultados de los ensayos de nanoindentación instrumentada efectuados sobre las probetas del G0, tanto para control por carga como por desplazamiento.

Tipo de control	Nanodureza [GPa]	Módulo Elástico [GPa]
Por carga	$8,9 \pm 0,8$	$207,4 \pm 10,0$
Por desplazamiento	$9,14 \pm 1,7$	$204,8 \pm 26,8$

**Tabla 10.** Nanodureza y módulo elástico del acero SAE 4140 templado y revenido, G0.

### 5.1.5 Topografía Superficial

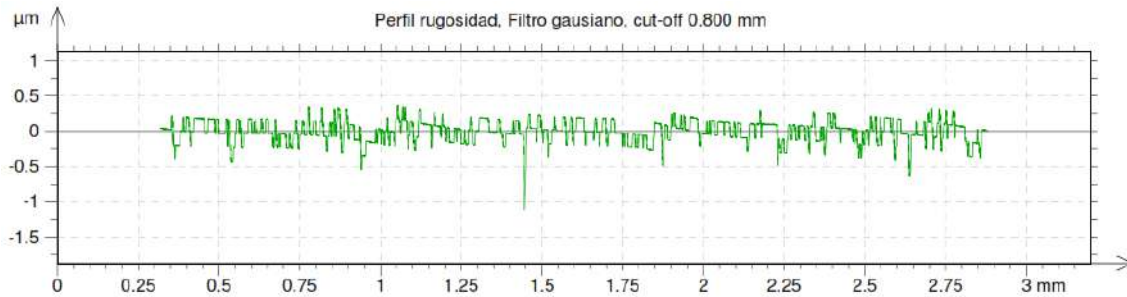
En la Tabla 11 se muestran los valores de Ra y Rsk obtenidos para las probetas de SAE 4140 luego de las operaciones de rectificado y de terminación manual con lija. Puede notarse que se obtuvieron perfiles de baja rugosidad y bastante simétricos respecto de la línea media,

es decir, sin preponderancia de picos muy altos o valles muy profundos, dado que el valor de Rsk es próximo a cero.

<b>Ra [<math>\mu\text{m}</math>]</b>	$0,09 \pm 0,01$
<b>Rsk</b>	$-0,59 \pm 0,05$

**Tabla 11.** Parámetros de rugosidad superficial, Ra y Rsk, del G0.

A modo de ejemplo, se muestra en la Figura 35 el perfil de rugosidad característico de una muestra del G0, donde se observa la simetría del perfil respecto a la línea media.



**Figura 35.** Perfil de rugosidad característico de una probeta del G0.

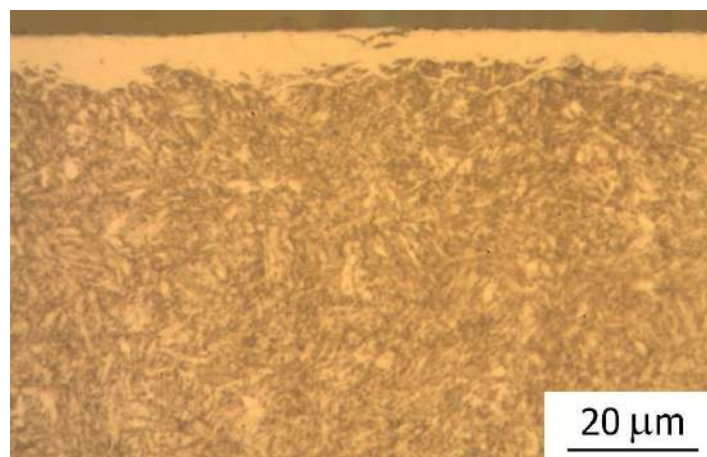
### 5.1.6 Tensiones residuales

Las tensiones residuales (TR) para el G0 resultaron compresivas, con un valor de  $-411,9 \pm 84,4$  MPa. Los valores obtenidos se encuentran dentro de un rango observado en trabajos previos (Colombo D. A. 2013, Tesis Doctoral).

## 5.2 Caracterización de las muestras nitruradas (G1)

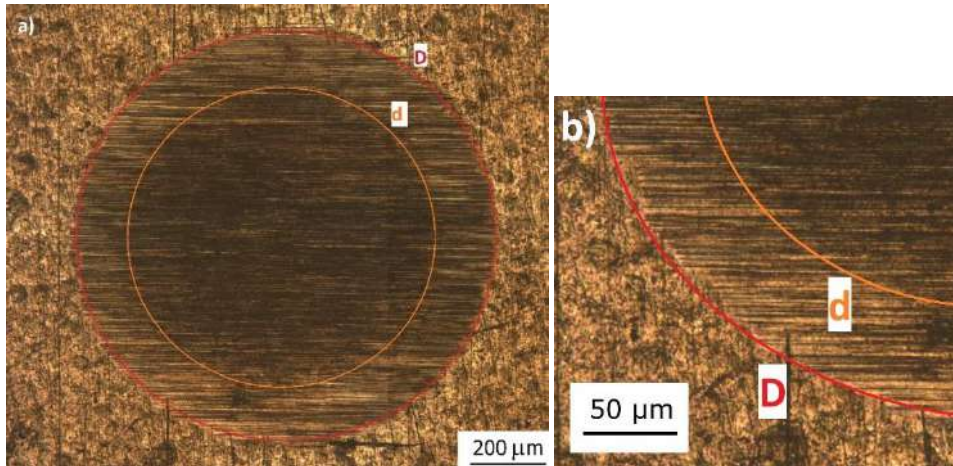
### 5.2.1 Espesor de la capa blanca

En la Figura 36 se muestra una imagen obtenida mediante microscopía óptica de una sección de probeta de SAE 4140 nitrurada. Se observa el sustrato templado y revenido y la capa blanca en la parte superior de la imagen (superficie), como resultado de la nitruración.



**Figura 36.** Microestructura del acero SAE 4140 nitrurado.

El espesor promedio de la capa blanca fue de  $6,0 \pm 0,3 \mu m$ . En la Figura 37 se muestra, a modo de ejemplo, una de las improntas generadas por el método de abrasión esférica, y un detalle de la misma donde se observa el anillo generado en el borde de la misma. En esta figura, se observan los diámetros necesarios para emplear el método de medición de espesores descrito previamente en el punto 4.3.6.



**Figura 37.** Impronta generada por el método de abrasión esférica, a) diámetros utilizados para el cálculo del espesor de la capa blanca, b) detalle de huella a mayores aumentos.

### 5.2.2 Fases presentes

En la Figura 38 se observa un difractograma de una probeta del G1 que muestra los distintos picos de difracción principales, correspondientes a la fase  $\epsilon$  ( $Fe_3N$ ) y a la fase  $\gamma'$  ( $Fe_4N$ ).



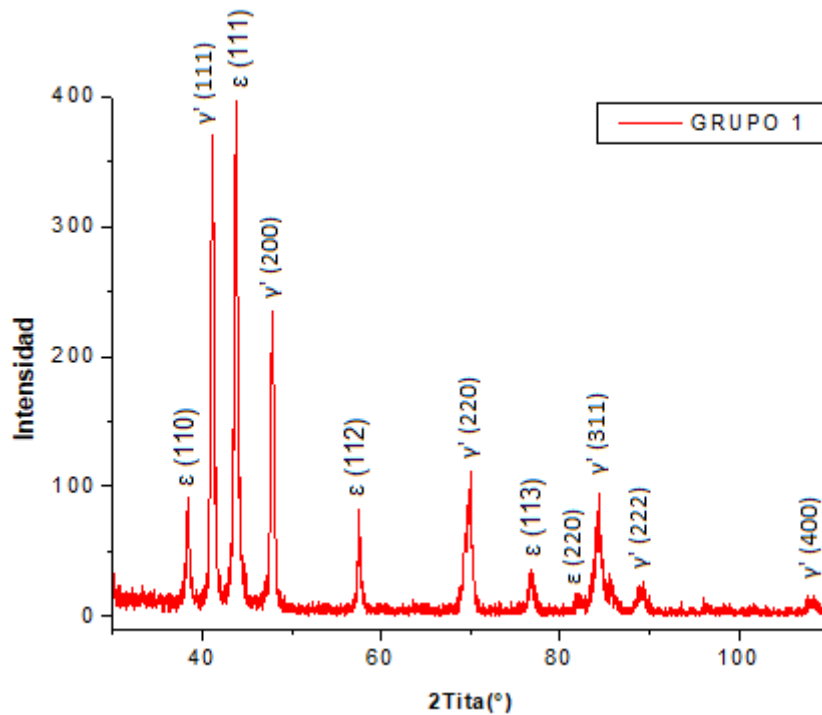


Figura 38. Difractograma de una muestra del G1.

### 5.2.3 Dureza

La dureza obtenida para las muestras de acero SAE 4140 luego del temple y revenido, y de la nitruración iónica, fue de  $41,3 \pm 0,6$  HRC.

Por otro lado, se midió la dureza mediante microindentación Vickers, con una carga de 4,9 N, arrojando un valor de  $837 \pm 76$  HV<sub>0,5</sub>.

### 5.2.4 Nanodureza y módulo elástico reducido

En la Tabla 12, se muestran los resultados de los ensayos de nano-indentación instrumentada sobre las probetas nitruradas, tanto para control por carga como por desplazamiento. Comparando estos resultados con los de las probetas sin nitrurar (Tabla 10, Sección 5.1.4), se nota que la dureza de la capa blanca es similar a la del sustrato original. Los valores obtenidos son coherentes con los reportados en la bibliografía para la nitruración iónica, y cabe destacar que el módulo elástico de la capa blanca con respecto del sustrato disminuyó, lo cual se justifica con una mayor presencia del nitruro  $\gamma'$  en la composición de la capa, tal como reportan *Arnaud P. et al. (2021)*.

Tipo de control	Nanodureza [GPa]	Módulo Elástico [GPa]
Por carga	$9,3 \pm 0,8$	$166,8 \pm 12,1$
Por desplazamiento	$7,7 \pm 1,2$	$165,2 \pm 17,9$

Tabla 12. Nanodureza y módulo elástico de acero SAE 4140 nitrurado (G1).

### 5.2.5 Topografía superficial

En la Tabla 13 se listan los valores de Ra y Rsk de las probetas de SAE 4140 del Grupo 1, observándose un aumento de Ra después de la nitruración. La rugosidad cambia por dos motivos, en primera instancia, siempre hay un sputtering (pulverización catódica) en la superficie, que remueve una fina capa de deformación plástica originada en el lijado o pulido. Por otro lado, cuando crece la capa blanca, que es un cerámico de estructura fcc (estructura diferente al sustrato), en general es un crecimiento columnar, por lo que es común que la rugosidad aumente, *Brühl, S. (2022)*. Además, el factor Rsk resultó negativo y de mayor valor absoluto que en el caso del G0, indicando una preponderancia de valles profundos.

<b>Ra [<math>\mu\text{m}</math>]</b>	$0,19 \pm 0,04$
<b>Rsk</b>	$-1,03 \pm 0,04$

**Tabla 13.** Parámetros de rugosidad superficial, Ra y Rsk, del G1.

El perfil de rugosidad característico de una muestra del G1, Figura 39, muestra la preponderancia de valles profundos mencionada.



**Figura 39.** Perfil de rugosidad característico de una probeta del G0.

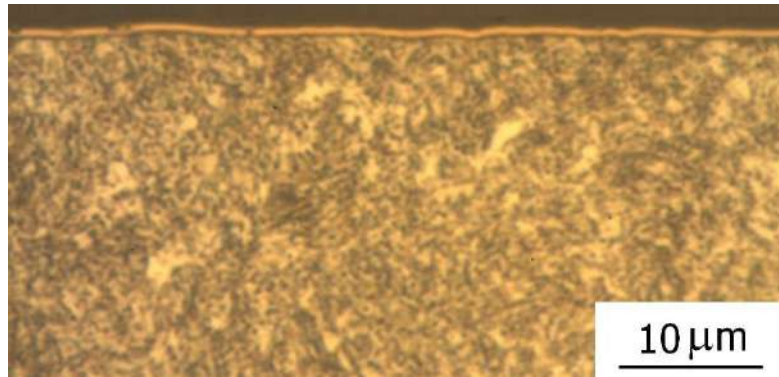
### 5.2.6 Tensiones residuales

Las tensiones residuales para el G1, sobre la capa blanca de la nitruración, resultaron compresivas, con un valor de  $-532,4 \pm 30,2$  MPa. Nuevamente, los valores obtenidos se encuentran próximos a los hallados en otras investigaciones, por ejemplo, aquellos reportados por *Mansilla C. et al. (2015)*.

## 5.3 Caracterización de las muestras recubiertas con TiN (G2)

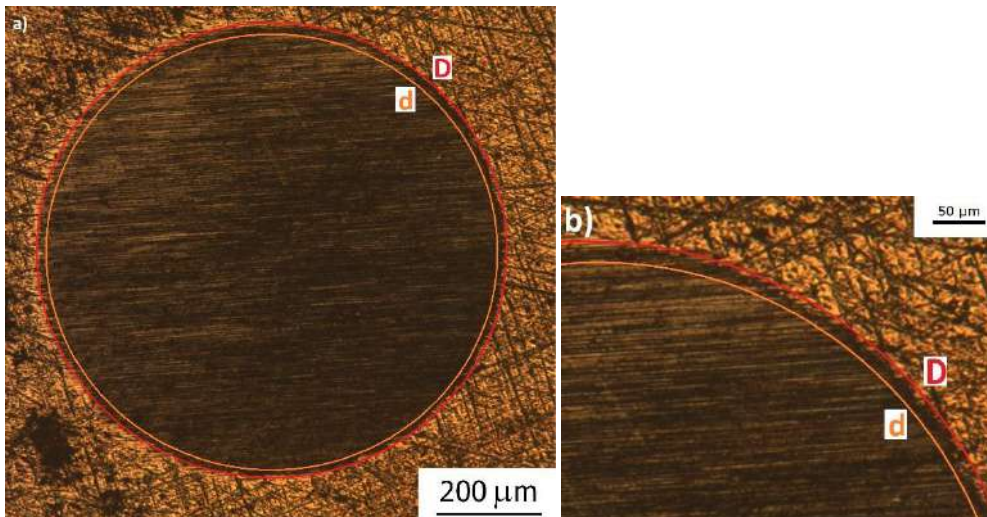
### 5.3.1 Espesor del recubrimiento

En la Figura 40 se muestra una imagen obtenida mediante microscopía óptica de una sección de probeta de SAE 4140 recubierta con TiN (G2), observándose el fino recubrimiento en la superficie, y por debajo la microestructura de martensita revenida.



**Figura 40.** Microestructura del acero SAE 4140 recubierto (G2).

El espesor promedio obtenido para el recubrimiento de TiN en las probetas del G2 fue de  $0,71 \pm 0,07 \mu m$ . En la Figura 41 a) se muestra una de las improntas generadas por el método de abrasión esférica para la medición del espesor del recubrimiento, mientras que en la Fig. 41 b) se observa una porción de la impronta, con más detalle del anillo generado en el borde de la misma.



**Figura 41.** Impronta generada por el método de abrasión esférica en G2,  
 a) diámetros utilizados para el cálculo del espesor del recubrimiento,  
 b) detalle de huella a mayores aumentos.

### 5.3.2 Fases presentes

La Figura 42 muestra el difractograma correspondiente al G2, donde se observan los picos de difracción principales del TiN junto con picos de  $\alpha'$  correspondientes al sustrato, debido a que la profundidad de penetración de los rayos X es mayor al espesor del recubrimiento. El difractograma indica que el recubrimiento de TiN creció con una estructura cúbica tipo NaCl y con una orientación preferencial en el plano (1 1 1).

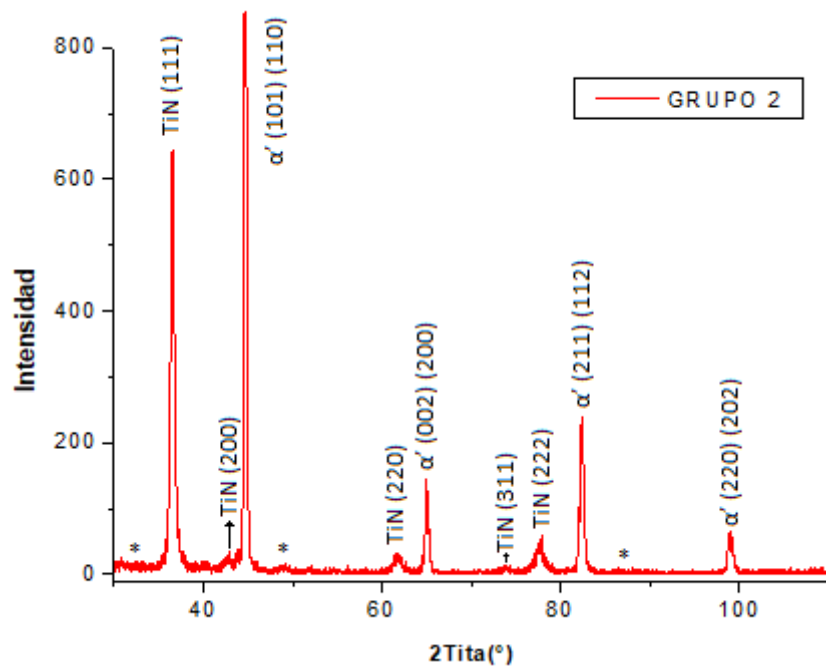


Figura 42. Difractograma de una muestra del G2.

### 5.3.3 Dureza

La dureza obtenida para las muestras de acero SAE 4140 luego del temple y revenido, y de la deposición del recubrimiento de TiN, fue de  $35,8 \pm 1,2$  HRC.

Por otro lado, la dureza, medida mediante microindentación Vickers, con una carga de 4,9 N, arrojó un valor de  $519 \pm 48$  HV<sub>0,5</sub>.

### 5.3.4 Nanodureza y módulo elástico reducido

En la Tabla 14, se muestran los resultados de los ensayos de indentación instrumentada sobre las probetas del G2, tanto para control por carga como por desplazamiento. Los valores obtenidos son coherentes con los reportados en la bibliografía para el mismo proceso de deposición por Quintana J. P. et al (2019). Si se comparan estos resultados con los de las probetas sin recubrir (Tabla 10, Sección 5.1.4), se nota que la dureza del recubrimiento de TiN es aproximadamente 2,75 veces la del sustrato. El módulo elástico del recubrimiento también es mayor que el del material base, (alrededor de un 50 % superior).

Tipo de control	Nanodureza [GPa]	Módulo Elástico [GPa]
Por carga	$25,1 \pm 3,8$	$306,7 \pm 28,6$
Por desplazamiento	$24,0 \pm 5,5$	$320,5 \pm 29,0$

Tabla 14. Nanodureza y módulo elástico de recubrimiento de TiN en muestras del G2.

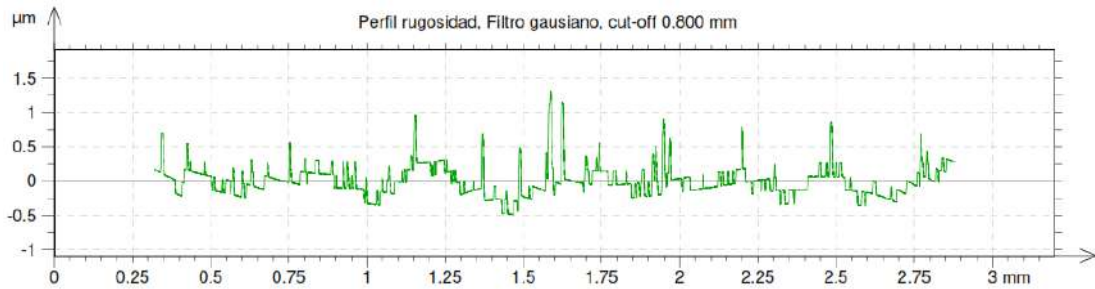
### 5.3.5 Topografía Superficial

En la Tabla 15 se muestran los valores de Ra y Rsk obtenidos para las probetas del G2, observándose un aumento de Ra respecto del G0. Además, se observa que el factor Rsk esta vez resultó positivo indicando una preponderancia a la presencia de picos más altos. Esto se atribuye a un fenómeno característico del proceso PVD por arco catódico, en que la evaporación del material a depositar va acompañada por el desprendimiento de macropartículas que se adhieren al recubrimiento y aumentan su rugosidad.

<b>Ra [<math>\mu\text{m}</math>]</b>	$0,18 \pm 0,02$
<b>Rsk</b>	$1,03 \pm 0,07$

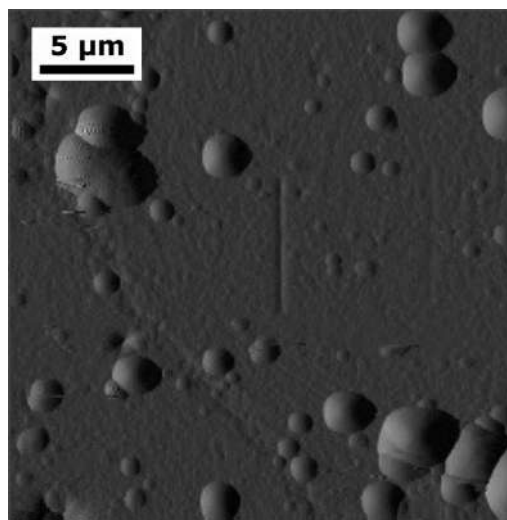
**Tabla 15.** Parámetros de rugosidad superficial, Ra y Rsk, del G2.

A modo de ejemplo, en la Figura 43 se muestra el perfil característico de una probeta recubierta, donde se ve la presencia de picos aislados de gran altura en comparación al resto del perfil, los cuales pueden ser relacionados a la presencia de macropartículas.



**Figura 43.** Perfil de rugosidad característico de una probeta del G2.

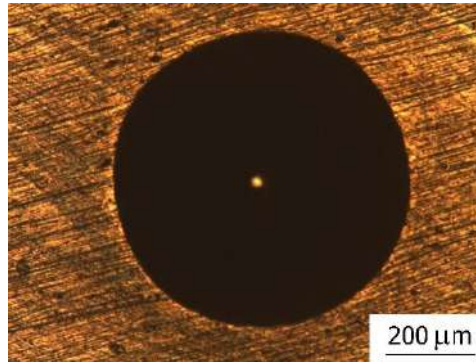
En la Figura 44, se muestra una imagen obtenida mediante un Microscopio de Sonda de barrido, con el que viene equipado el Triboindenter Hysitron perteneciente a INTEMA, donde se observan las macropartículas depositadas durante el crecimiento del recubrimiento de TiN.



**Figura 44.** Macropartículas adheridas a la película de TiN en G2.

### 5.3.6 Adherencia

La adherencia del recubrimiento de TiN a los sustratos de SAE 4140 resultó de muy buena calidad. La Figura 45 muestra, a modo de ejemplo, una de las improntas del ensayo de adherencia sobre las probetas del G2, en el que no se observa daño por fisuración del recubrimiento y, por lo tanto, le corresponde un índice HF1, de acuerdo a la norma VDI 3198 (sección 4.3.7).



**Figura 45.** Impronta de indentación Rockwell-C, para evaluar la adherencia del recubrimiento según la norma VDI 3198.

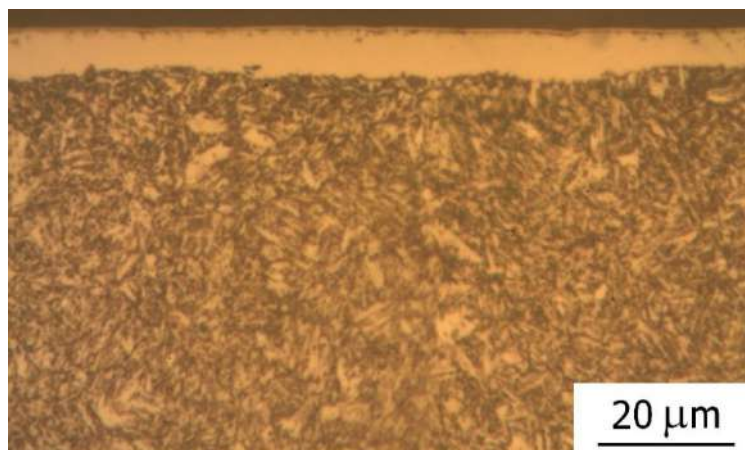
### 5.3.7 Tensiones residuales

Las tensiones residuales para el G2, sobre el recubrimiento de TiN, resultaron compresivas, con un valor de  $-2800 \pm 468$  MPa. Los valores obtenidos se encuentran dentro de un rango aceptable, tal como reportan *Oettel H. et al (1995)*.

## 5.4 Caracterización de las muestras nitruradas y recubiertas con TiN (G3)

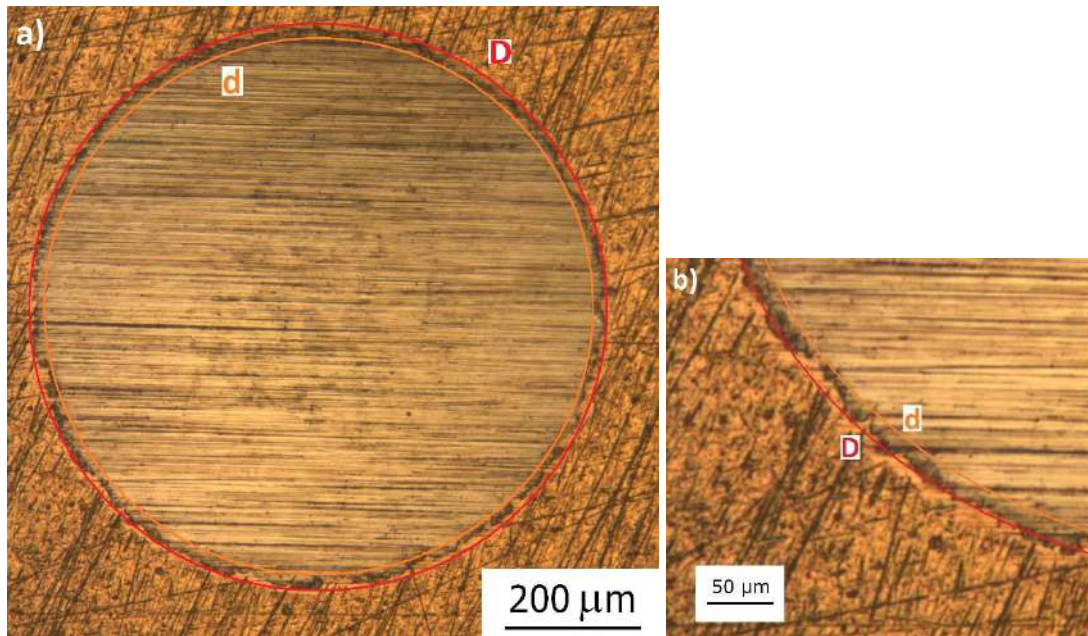
### 5.4.1 Espesor del recubrimiento

En la Figura 46 se muestra una imagen obtenida mediante microscopía óptica de una sección de probeta de SAE 4140 nitrurada y recubierta (G3). Se observa el recubrimiento en la superficie, y por debajo la capa blanca de la nitruración.



**Figura 46.** Microestructura del acero SAE 4140 nitrurado y recubierto (G3).

El espesor promedio obtenido del recubrimiento de TiN en las probetas del G3 fue de  $0,7 \pm 0,1 \mu m$ . En la Figura 47 a) se muestra, a modo de ejemplo, una de las improntas generadas por el método de abrasión esférica, con los diámetros  $d$  y  $D$  utilizados para el cálculo del espesor. En la Fig. 47 b) se observa una porción de la impronta, donde se ve en más detalle el anillo generado en el borde de la misma.



**Figura 47.** Impronta generada por el método de abrasión esférica en G3,  
a) diámetros utilizados para el cálculo del espesor del recubrimiento,  
b) detalle de huella a mayores aumentos.

#### 5.4.2 Fases presentes

La Figura 48 muestra un difractograma de una probeta de SAE 4140 nitrurada y posteriormente recubierta, en donde se observan distintos picos de difracción principales. Por un lado, los correspondientes a la fase  $\epsilon$  ( $Fe_3N$ ) y a la fase  $\gamma'$  ( $Fe_4N$ ) (capa blanca del nitrurado) y, por otro lado, los picos de TiN del recubrimiento. La profundidad de penetración de los RX no alcanza el sustrato de acero SAE 4140. El difractograma indica que el recubrimiento de TiN creció con una estructura cúbica tipo NaCl, al igual que aquel depositado en las probetas del grupo G2.

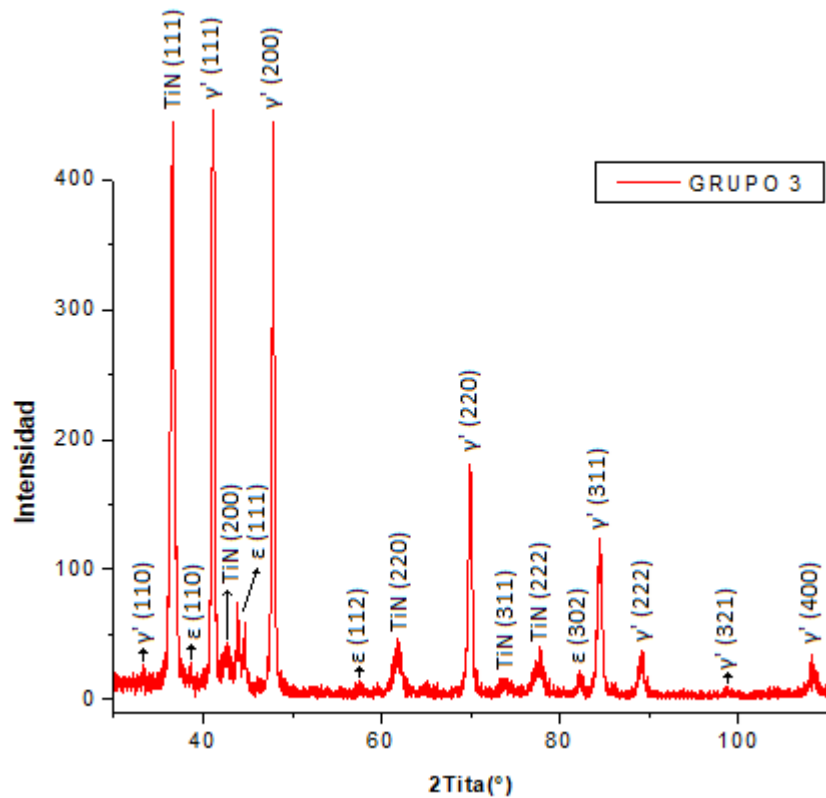


Figura 48. Difractograma de una muestra del G3.

### 5.4.3 Dureza

La dureza obtenida para las muestras de acero SAE 4140 luego del temple y revenido, de la nitruración iónica y de la deposición del recubrimiento de TiN, fue de  $41,6 \pm 0,8$  HRC.

Por otro lado, se midió la dureza mediante microindentación Vickers y carga de 4,9 N, con un valor de  $776 \pm 55$  HV<sub>0,5</sub>.

### 5.4.4 Nanodureza y módulo elástico reducido

En la Tabla 16, se muestran los resultados de los ensayos de indentación instrumentada sobre probetas del G3, tanto para control por carga como por desplazamiento. Los valores obtenidos son coherentes con los reportados en la bibliografía para el mismo proceso de deposición, tal como reportan Quintana J. P. et al (2019). Si se comparan estos resultados con los de las probetas nitruradas sin recubrir (Tabla 12, Sección 5.2.4), se nota que la dureza del recubrimiento de TiN es aproximadamente 2,7 veces la de la capa blanca. El módulo elástico del recubrimiento también es mayor al del material base, (alrededor de un 40 % superior).

Tipo de control	Nanodureza [GPa]	Módulo Elástico [GPa]
Por carga	$24,7 \pm 2,4$	$275,7 \pm 28,6$
Por desplazamiento	$26,0 \pm 5,3$	$332,8 \pm 29,0$

Tabla 16. Nanodureza y módulo elástico de recubrimiento de TiN en muestras del G3.



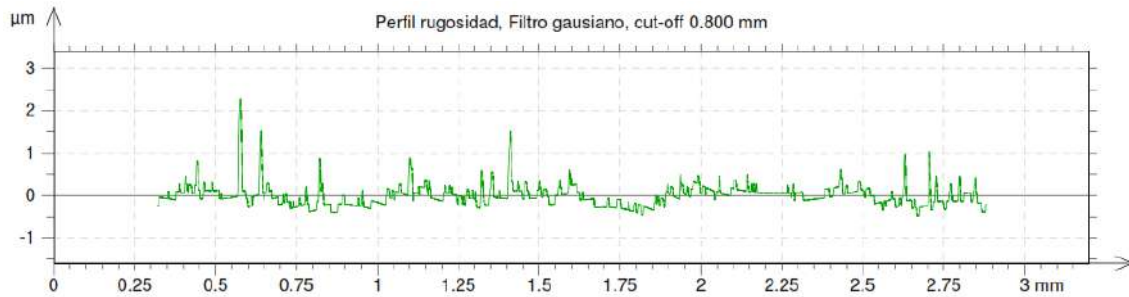
### 5.4.5 Topografía Superficial

En la Tabla 17 se muestran los valores de Ra y Rsk obtenidos para las probetas del G3. Puede notarse que no se incrementó Ra luego del proceso de deposición. Además, el parámetro Rsk indica la preponderancia a picos altos, correspondientes a las macropartículas depositadas durante el crecimiento del recubrimiento.

<b>Ra [<math>\mu\text{m}</math>]</b>	$0,17 \pm 0,03$
<b>Rsk</b>	$2,67 \pm 0,10$

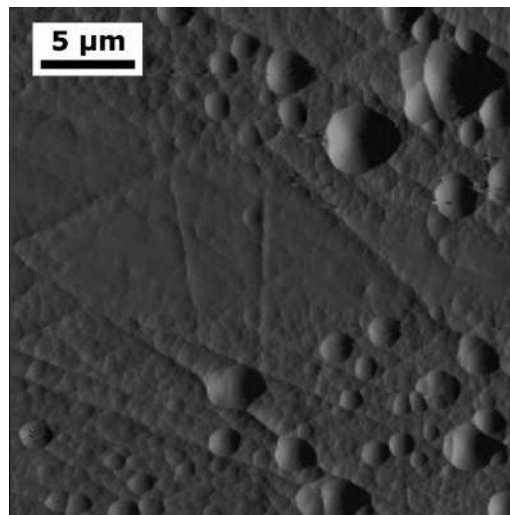
**Tabla 17.** Parámetros de rugosidad superficial, Ra y Rsk, del G3.

En la Figura 49 se muestra, a modo de ejemplo, el perfil característico de una probeta recubierta donde se observa la presencia de picos aislados de gran altura en comparación al resto del perfil, en coincidencia con la presencia de macropartículas.



**Figura 49.** Perfil de rugosidad característico de una probeta del G3.

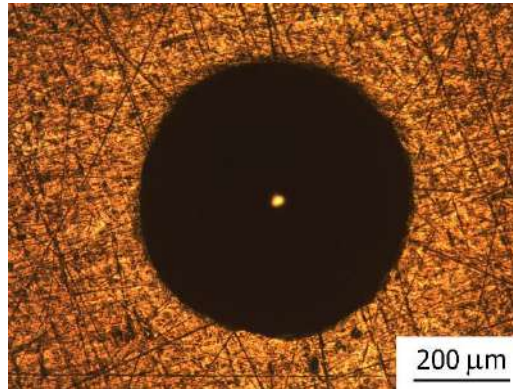
En la Figura 50, se muestra una imagen obtenida mediante el Microscopio de Sonda de barrido, donde se observan las macropartículas presentes en el recubrimiento de TiN.



**Figura 50.** Macropartículas presentes en la película de TiN en G3.

#### 5.4.6 Adherencia

La adherencia del recubrimiento de TiN a los sustratos nitrurados de SAE 4140 resultó de muy buena calidad. La Figura 51 muestra, a modo de ejemplo, una de las improntas del ensayo de adherencia sobre las probetas G3, en el que no se observa daño por fisuración del recubrimiento y, por lo tanto, le corresponde un índice HF1, de acuerdo a la norma VDI 3198 (sección 4.3.7).



**Figura 51.** Impronta de indentación Rockwell-C, para evaluar la adherencia del recubrimiento según la norma VDI 3198.

#### 5.4.7 Tensiones residuales

Se midieron las tensiones residuales para el G3 en dos fases distintas, primero sobre el recubrimiento, resultando compresivas, con un valor de  $-1576,4 \pm 41,5$  MPa, y luego sobre la capa blanca, donde resultaron también compresivas, con un valor de  $-421,9 \pm 64,9$  MPa. Los valores obtenidos se encuentran en un orden de magnitud y signo razonables, tal como reportan *Mansilla C. et al. (2015)* y *Oettel H. et al (1995)*.

## 5.5 Resumen Caracterización

En la Tabla 18, se listan gran parte de los resultados correspondientes a los ensayos de caracterización de propiedades de los distintos grupos de probetas.

	Grupo 0	Grupo 1	Grupo 2	Grupo 3
<b>Espesor (recubrimiento o capa blanca) [<math>\mu\text{m}</math>]</b>	-	$6,0 \pm 0,3$	$0,71 \pm 0,07$	$0,7 \pm 0,1$ $6,0 \pm 0,3$
<b>Dureza [HRC]</b>	$36 \pm 3$	$41,3 \pm 0,6$	$35,8 \pm 1,2$	$41,6 \pm 0,8$
<b>Dureza [<math>\text{HV}_{0,5}</math>] microindent.</b>	$573 \pm 41$	$837 \pm 76$	$519 \pm 48$	$776 \pm 55$
<b>Nanodureza [GPa]</b>	$8,9 \pm 0,8$	$9,3 \pm 0,8$	$25,1 \pm 3,8$	$24,7 \pm 2,4$
<b>Módulo elástico [GPa]</b>	$207,4 \pm 10,0$	$166,8 \pm 12,1$	$306,7 \pm 28,6$	$275,7 \pm 28,6$
<b>Parámetro Ra [<math>\mu\text{m}</math>]</b>	$0,09 \pm 0,01$	$0,19 \pm 0,04$	$0,18 \pm 0,02$	$0,17 \pm 0,03$
<b>Parámetro Rsk</b>	$-0,59 \pm 0,05$	$-1,03 \pm 0,04$	$1,03 \pm 0,07$	$2,67 \pm 0,10$
<b>Tensiones residuales [MPa]</b>	$-411,9 \pm 84,4$ (Martensita)	$-532,4 \pm 30,2$ (Capa blanca)	$-2800 \pm 468$ (TiN)	$-1576,4 \pm 41,5$ (TiN) $-421,9 \pm 64,9$ (Capa blanca)

**Tabla 18.** Resumen de la caracterización de los distintos grupos G0, G1, G2 y G3.

## 5.6 Resultados de ensayos FCR

En las Tablas 19, 20, 21 y 22 se presentan los resultados de los ensayos de FCR, resumiendo para cada una de las probetas de los grupos G0, G1, G2, y G3, la duración del ensayo y el tipo de falla o modo de finalización.

N° Ensayo	Duración (h)	Duración (Ciclos)	Modo de finalización / Tipo de falla
1	38,65	15537300	Un spall del orden del camino de rodadura
2	236	94872000	Un spall del orden del camino de rodadura
3	618	248436000	Un spall del orden del camino de rodadura
4	576	231552000	Un spall del orden del camino de rodadura
5	>650	261300000	Ensayo suspendido
6	92	36984000	Un spall del orden del camino de rodadura
7	632	254064000	Un spall del orden del camino de rodadura
8	33	13266000	Un spall del orden del camino de rodadura

**Tabla 19.** Duración de los ensayos de FCR correspondientes al G0.

N° Ensayo	Duración (h)	Duración (Ciclos)	Modo de finalización / Tipo de falla
1	>650	>395568000	Ensayo suspendido
2	>650	>406020000	Ensayo suspendido
3	>650	>417678000	Ensayo suspendido
4	>650	>710736000	Ensayo suspendido
5	>650	>528228000	Ensayo suspendido

**Tabla 20.** Duración de los ensayos de FCR correspondientes al G1.

N° Ensayo	Duración (h)	Duración (Ciclos)	Modo de finalización / Tipo de falla
1	394	158388000	Un spall del orden del camino de rodadura
2	221	88842000	Un spall del orden del camino de rodadura
3	26	10452000	Delaminación parcial del recubrimiento
4	>650	256000000	Ensayo suspendido
5	63	25326000	Un spall del orden del camino de rodadura
6	>650	429000000	Ensayo suspendido
7	80	32160000	Un spall del orden del camino de rodadura
8	620	249240000	Un spall del orden del camino de rodadura

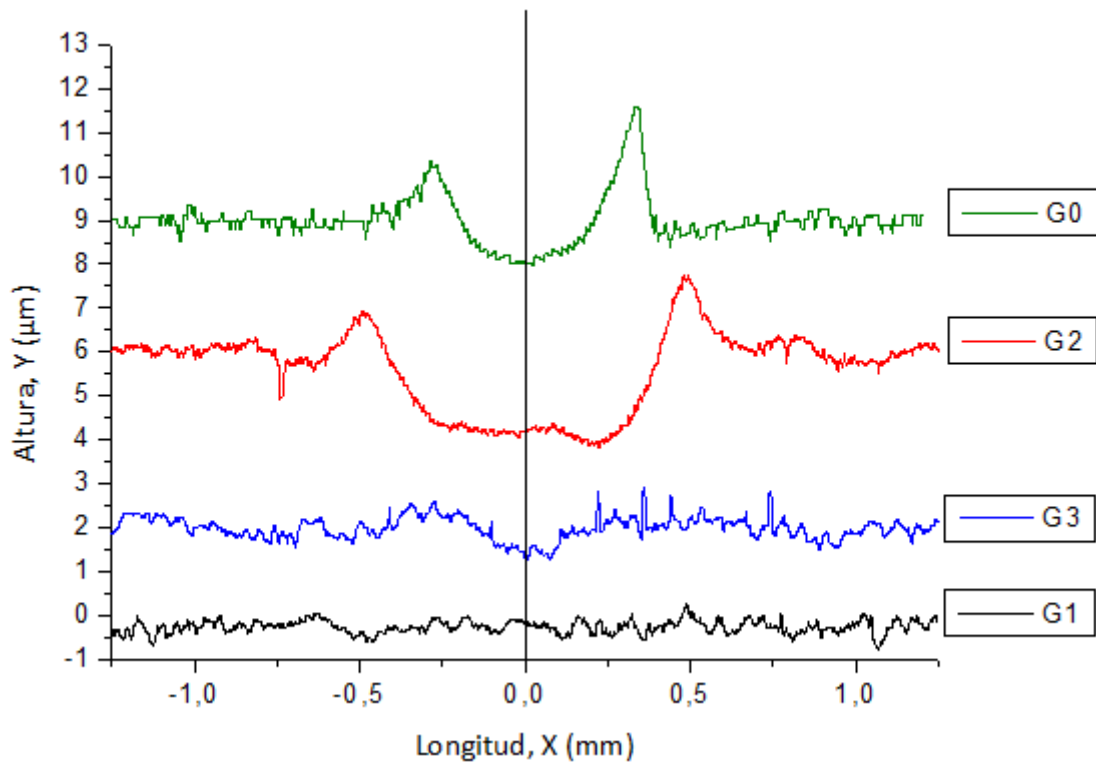
**Tabla 21.** Duración de los ensayos de FCR correspondientes al G2.

N° Ensayo	Duración (h)	Duración (Ciclos)	Modo de finalización / Tipo de falla
1	2,43	976860	Delaminación parcial del recubrimiento
2	4,83	1941660	Delaminación parcial del recubrimiento
3	0,93	373860	Delaminación parcial del recubrimiento
4	12,26	4928520	Delaminación parcial del recubrimiento
5	16,28	6544560	Un spall del orden del camino de rodadura
6	8,33	3348660	Delaminación parcial del recubrimiento
7	8,70	3497400	Delaminación parcial del recubrimiento
8	5,00	2010000	Delaminación parcial del recubrimiento

**Tabla 22.** Duración de los ensayos de FCR correspondientes al G3.

### 5.6.1 Perfil del camino de rodadura

La Figura 52 muestra en un mismo gráfico, los perfiles representativos del camino de rodadura de distintas probetas de cada uno de los grupos.



**Figura 52.** Perfiles de camino de rodadura de probetas de G0, G1, G2 y G3.

En el perfil del G0 se evidencia una porción de material acumulado en los bordes del camino de rodadura. La menor dureza del sustrato se traduce en un alto grado de deformación del camino. Se cumple que el ancho del camino de rodadura es varios órdenes de magnitud mayor a su profundidad, por lo que se considera que los ensayos son válidos.

En las muestras del G1, prácticamente no se evidencia el camino de rodadura en el perfil, esto se debe a la alta dureza relativa del sustrato (capa blanca), lo que también se refleja en elevados valores de vida a la FCR (todos ellos suspendidos) y en la baja deformación de las probetas.

Analizando al perfil del G2, el camino de rodadura se observa claramente, evidenciando material acumulado en los bordes del mismo como resultado de deformación plástica, similar a lo visto en G0. No obstante, el ancho del camino de rodadura es varios órdenes de magnitud mayor que su profundidad (notar que la escala del eje vertical es distinta a la del eje horizontal), por lo que la deformación que sufre el área de contacto se considera despreciable y, por consiguiente, los ensayos son válidos.

En cuanto al perfil del G3, no se evidencia material acumulado en el borde del camino de rodadura. Por otro lado, se observa que el ancho del camino de rodadura es varios órdenes de magnitud mayor a su profundidad, por lo que se puede considerar que la deformación que sufre el área de contacto es despreciable y, por consiguiente, que los ensayos son válidos.

Es interesante comparar ambos grupos recubiertos, ya que para el caso que las probetas sin nitruración (G2) la deformación del camino es mucho más notable que en aquellas que sí

fueron tratadas con nitruración iónica previa (G3). A la hora de emplear recubrimientos, se busca la mínima deformación posible, lo cual en este caso se consigue con una dureza del sustrato superior.

### 5.6.2 Análisis Weibull

A partir de los datos relevados de los resultados de ensayos de FCR, se graficaron las curvas de probabilidad de Weibull para los distintos grupos de probetas, indicando en las mismas la probabilidad de falla de cada grupo en función del número de ciclos de carga. A partir de este análisis, se puede comparar la vida a la FCR de los distintos grupos.

#### Grupo 0: probetas templadas y revenidas

Con respecto a las probetas de G0, se traza la curva Weibull con intervalos de confianza del 90 % en la Figura 53. Los parámetros característicos de esta curva se resumen en la Tabla 23.

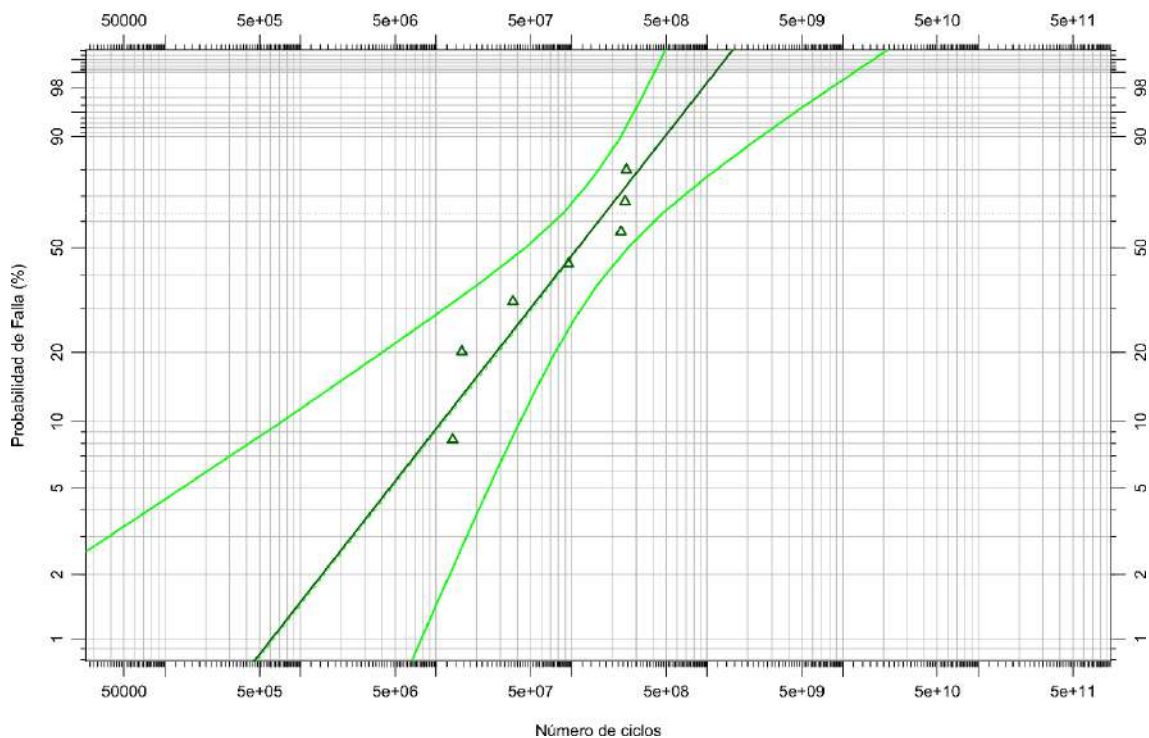
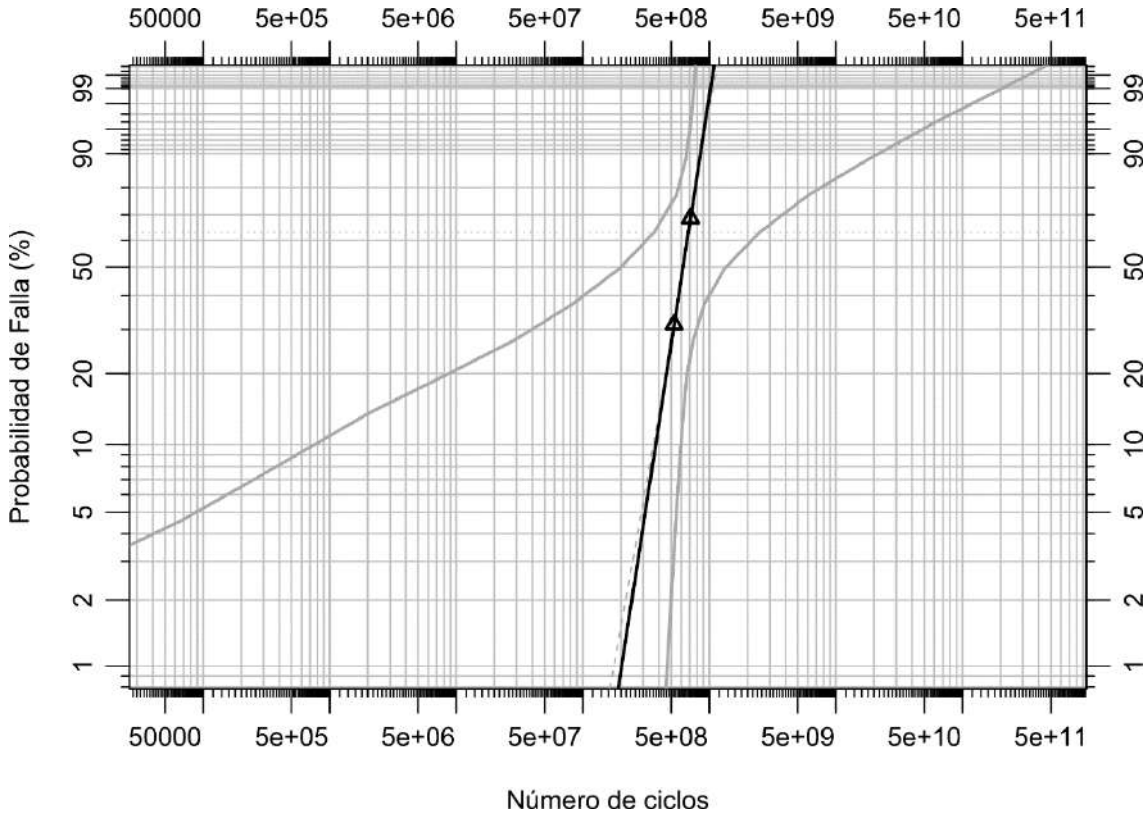


Figura 53. Curva de Weibull para el G0.

#### Grupo 1: probetas nitruradas

Como se indicó en la Tabla 19 (ver sección 5.5), bajo estas condiciones de ensayo, ninguna de las probetas presentó fallas y todos los ensayos se suspendieron pasadas las 650 horas sin presentar daño. Al tratarse de datos suspendidos en su totalidad (provenientes de los ensayos no finalizados), no es posible trazar una curva de probabilidad de Weibull, sin embargo, de la observación de las Tablas 19, 20, 21 y 22 surge que este grupo presenta el mejor desempeño.

Con el fin de reportar una curva de Weibull para todos los grupos, se tomaron de manera conservativa los dos ensayos de mayor duración como si hubieran fallado. Con estos puntos se graficó la curva de Weibull para el G1, con sus bandas de confiabilidad del 90%, Figura 54. El resto de los puntos se ingresaron como datos suspendidos, por lo que las curvas de confiabilidad resultan bastante abiertas.



**Figura 54.** Curva de Weibull para el G1.

**Grupo 2: probetas recubiertas con TiN**

En cuanto a las probetas de G2, se trazó la curva Weibull incluyendo los datos suspendidos y con sus respectivos intervalos de confianza del 90 %, Figura 55. Los parámetros característicos de esta curva se resumen en la Tabla 23.

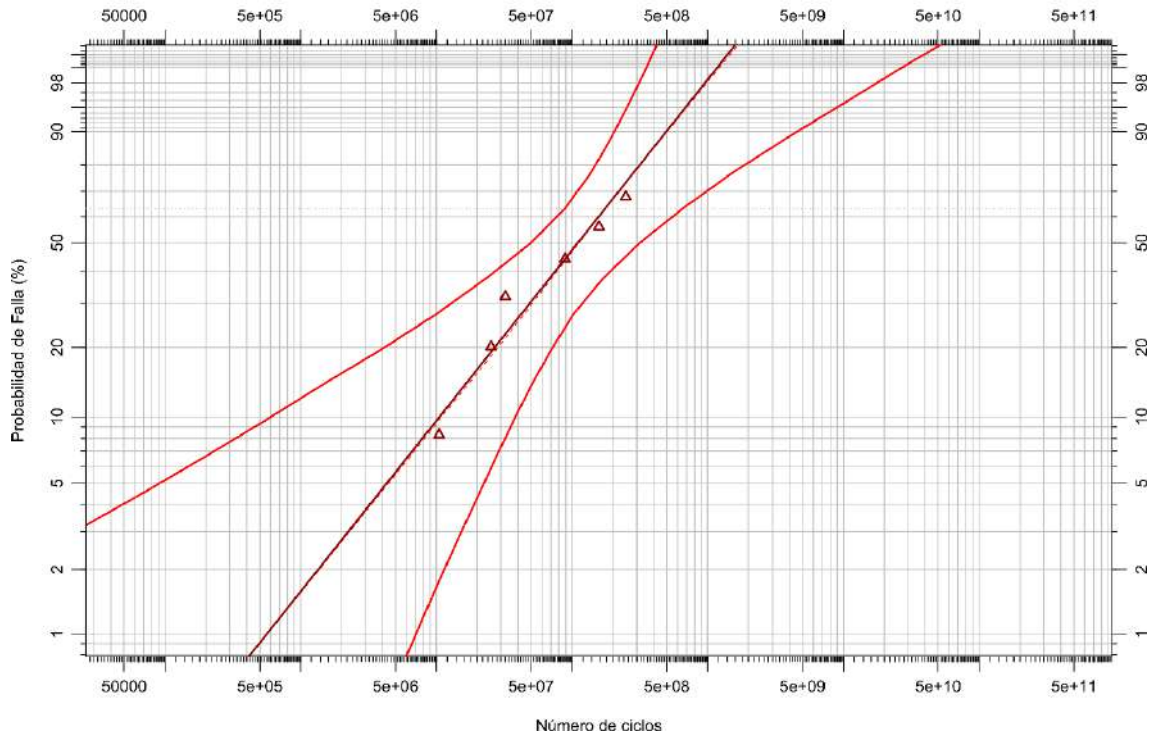


Figura 55. Curva de Weibull para el G2.

### Grupo 3: probetas nitruradas y recubiertas con TiN

La curva Weibull para las probetas G3, con sus respectivos intervalos de confianza del 90 %, se observa en la Figura 56. Los parámetros característicos de esta curva se resumen en la Tabla 23.

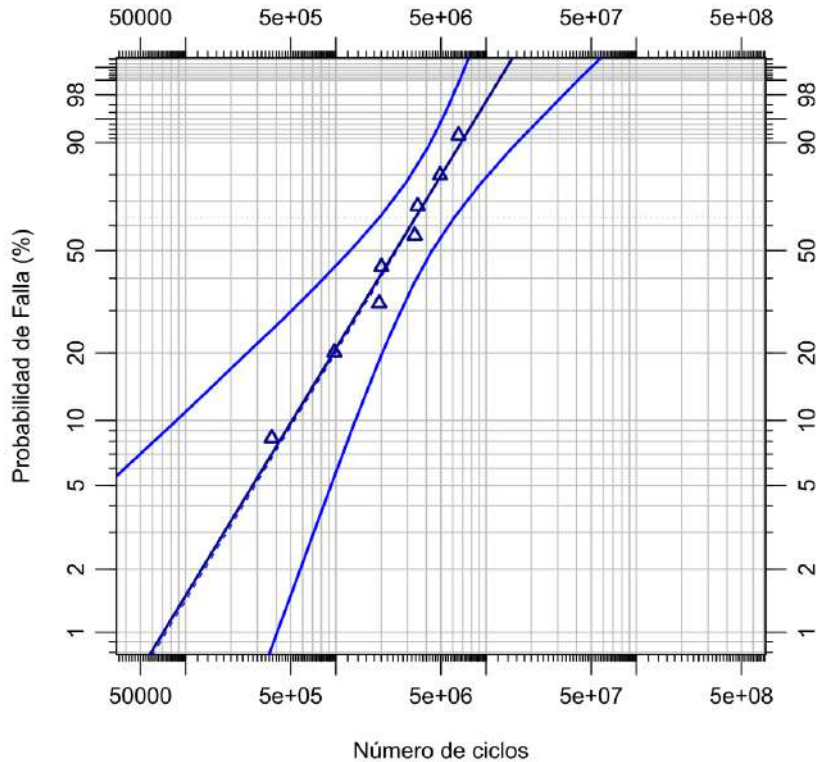


Figura 56. Curva de Weibull para el G3.



En la Figura 57 se observan las tres curvas de Weibull obtenidas para G0, G2 y G3. La Tabla 23 lista los parámetros característicos, tales como vida característica ( $\eta$ , vida estimada para una probabilidad de falla del 63,2 %), pendiente de la curva ( $\beta$ , también llamado parámetro de forma) y el factor de correlación  $R^2$ . Por otro lado, también se presenta la vida L10 (vida correspondiente a una probabilidad de falla del 10 %) y la vida L50 (vida correspondiente a una probabilidad de falla del 50 %).

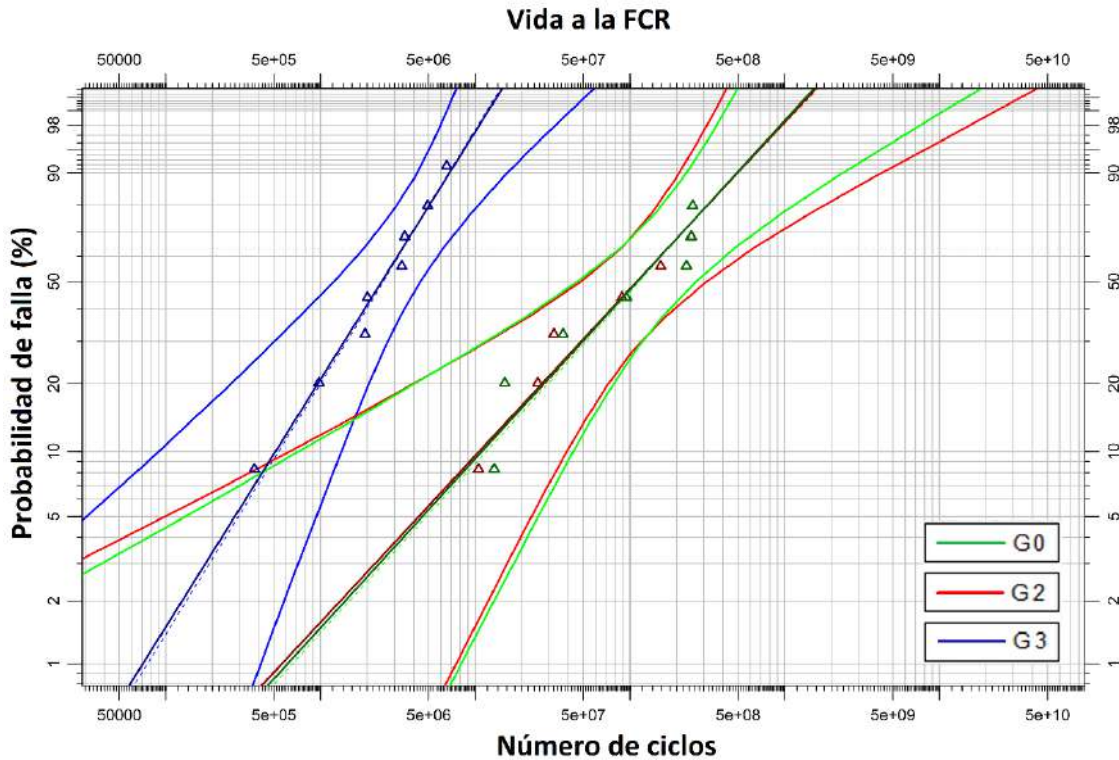


Figura 57. Curvas de Weibull para G0, G2 y G3. Con sus respectivas bandas de confiabilidad.

Grupo	L <sub>10</sub> [h] (N° de ciclos)	L <sub>50</sub> [h] (N° de ciclos)	$\eta$ - vida característica [h] (N° de ciclos)	$\beta$ - pendiente	$R^2$ - factor de correlación
G0	27,43 (11026860)	278,4 (111916800)	436,8 (175593600)	0,81	0,89
G2	26,26 (10556520)	275,4 (110710800)	435,1 (174910200)	0,80	0,94
G3	1,27 (510540)	6,2 (2492400)	8,4 (3376800)	1,19	0,97

Tabla 23. Valores característicos del análisis Weibull para los Grupos 2, 3 y 4.

Se observa comparando las curvas y los parámetros característicos, que el G2 no presenta ventajas significativas con respecto al G0. Poseen prácticamente la misma curva de probabilidad de falla con similares intervalos de confiabilidad, por lo que se puede decir que la

aplicación del recubrimiento de TiN sobre el SAE 4140 templado y revenido, no cambia la vida a la FCR, al menos para las condiciones de ensayo utilizadas en este trabajo

En cuanto al G3, este fue el grupo con peor desempeño en cuanto a vida a la FCR. Habiendo tomado como criterio de falla la generación de cráteres o el desprendimiento del recubrimiento, las probetas de G3 fallaron en pocos ciclos. Como se analiza más adelante, se sospecha que la nitruración dejó grandes valles superficiales en las probetas, donde luego se recubrió con TiN, dejando zonas con mayor tendencia a perder el recubrimiento, y por ende fallar.

A modo ilustrativo, se graficaron en simultáneo las curvas de Weibull correspondientes a los cuatro grupos, Figura 58. Aquí, se observa la ventaja del G1 respecto a las otras variantes.

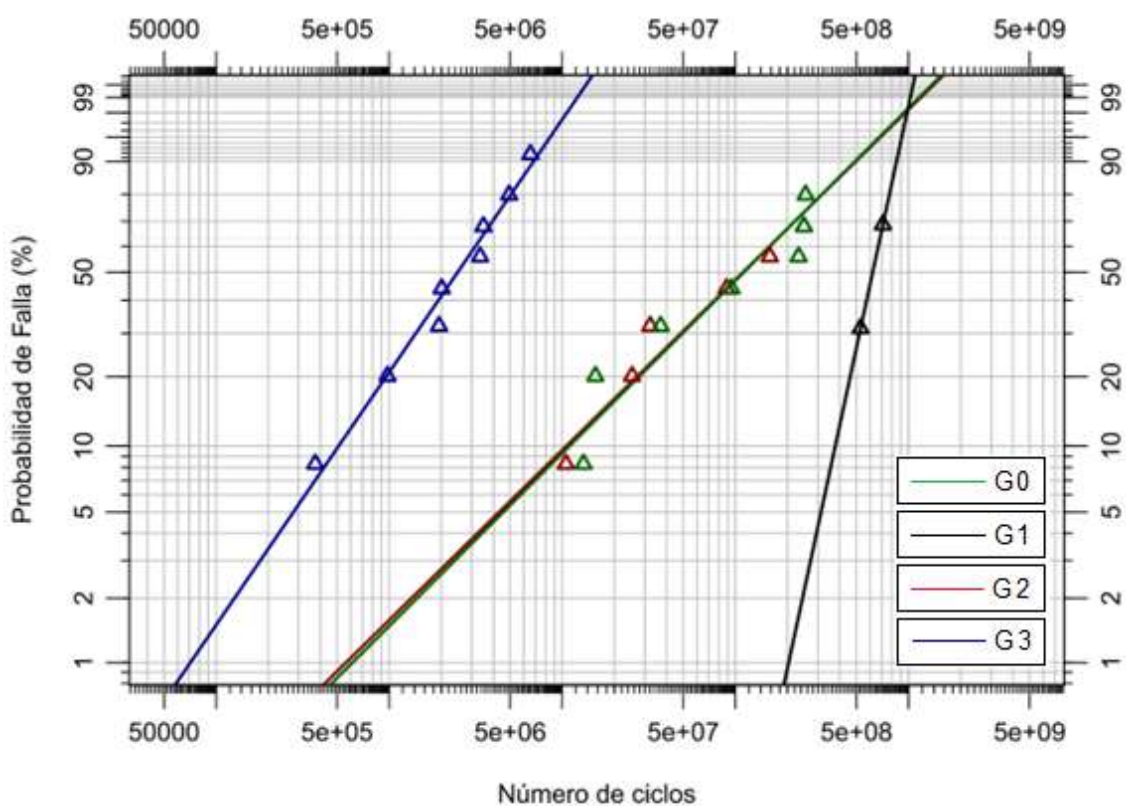


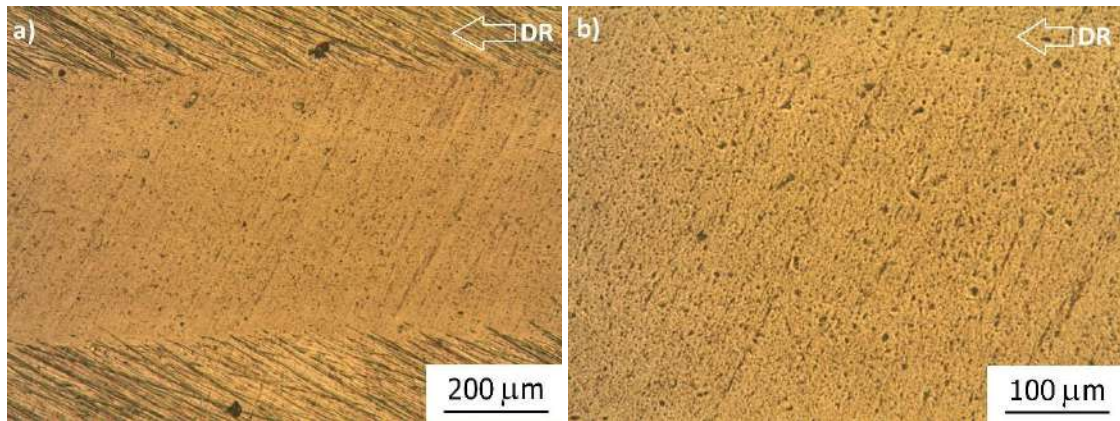
Figura 58. Curvas de Weibull para G0, G1, G2 y G3.

### 5.6.3 Análisis de falla

Una vez realizados los ensayos, se tomaron imágenes mediante microscopía óptica de los eventos tribológicos presentes en las muestras. La dirección de rodadura (DR) en todas las imágenes es de derecha a izquierda.

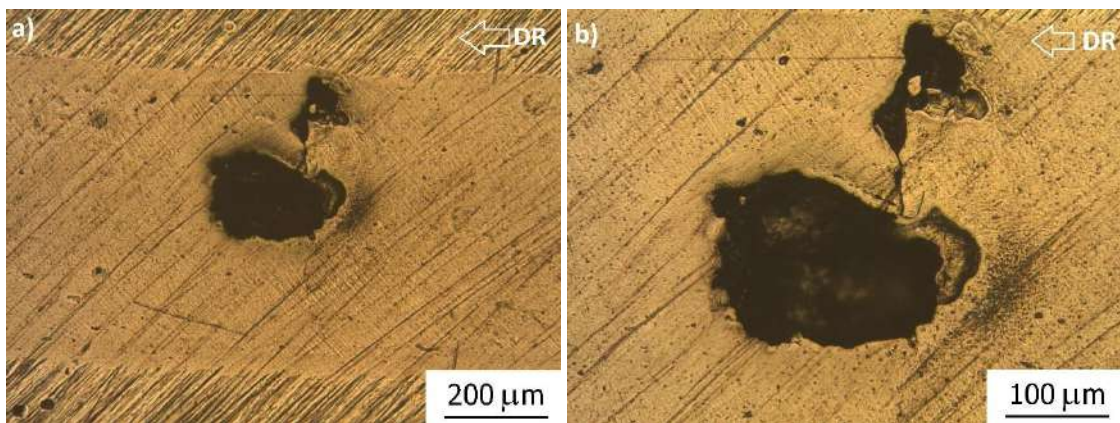
#### Grupo 0: probetas templadas y revenidas

En la Figura 59 se muestran imágenes de una porción del camino de rodadura de una probeta del G0. Se observa el CR gracias al efecto de la interacción de las asperezas superficiales tal como se había previsto (Ver 4.4.2.2).



**Figura 59.** Imágenes del camino de rodadura de una probeta de SAE 4140 templada y revenida. a) Aumento x5. b) Aumento x10. DR de derecha a izquierda.

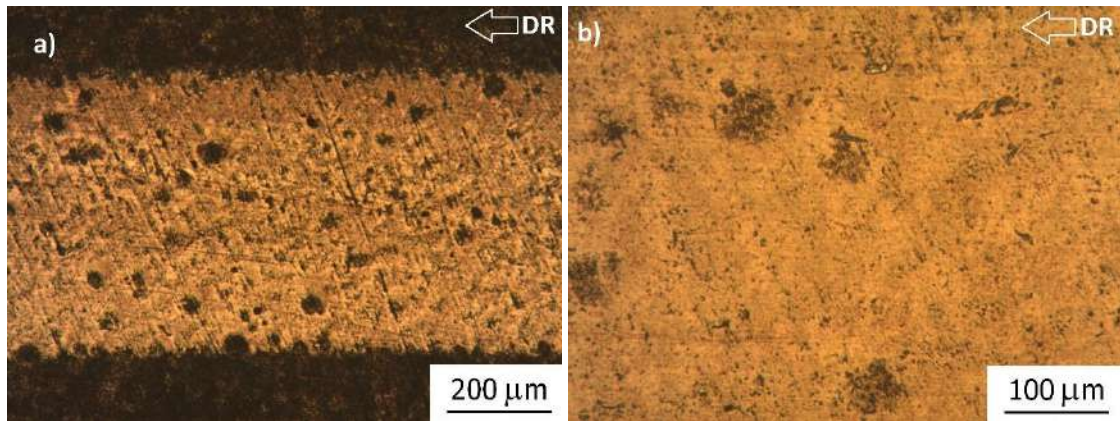
La mayoría de las muestras del G0 fallaron debido a la nucleación y crecimiento de una fisura, que derivó en la aparición de un cráter, Figura 60 a), y la finalización del ensayo. La Fig. 60 b) muestra una imagen ampliada del mismo cráter.



**Figura 60.** Imágenes de un cráter presente en una probeta de SAE 4140 templada y revenida. a) Aumento x5. b) Aumento x10.

### Grupo 1: probetas nitruradas

Como se detalló previamente, el grupo de probetas nitruradas no presentó fallas dentro del tiempo de ensayo establecido. En la Figura 61 se muestran imágenes de una porción del camino de rodadura de una probeta de SAE 4140 Nitrurada, luego de ser sometida a un ensayo de FCR, donde la zona más oscura corresponde a la superficie que no estuvo en contacto con los elementos rodantes, y la más clara al camino de rodadura, donde se observa el efecto de sobre el mismo.



**Figura 61.** Imágenes del camino de rodadura de una probeta de SAE 4140 Nitrurada.  
a) Aumento x5. b) Aumento x10.

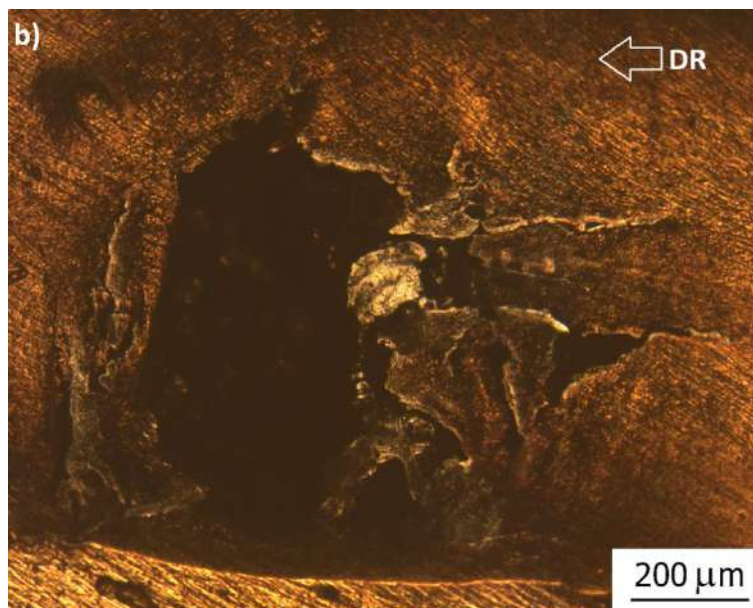
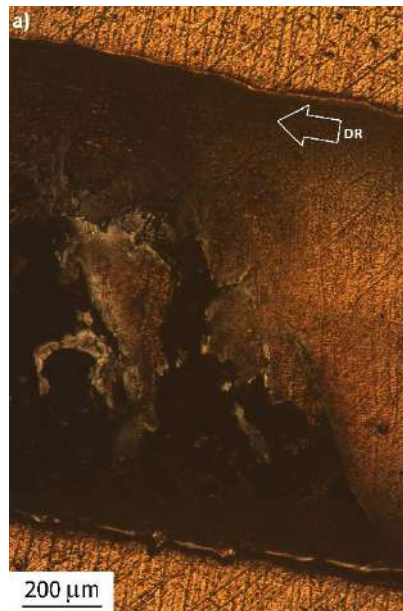
### Grupo 2: probetas recubiertas con TiN

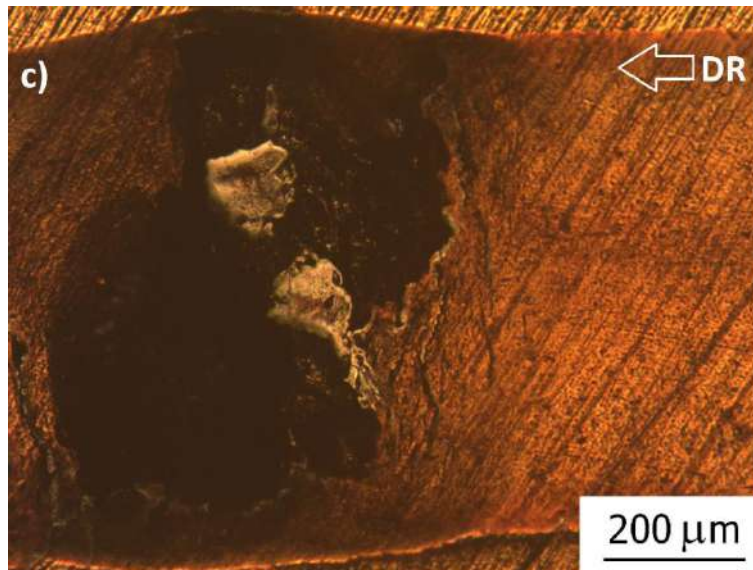
En la Figura 62 se observa una porción del camino de rodadura de una probeta del G2. En este caso no se distingue un pulido del camino de rodadura tan claro como en los grupos anteriores, probablemente debido al efecto protector que ofrece el recubrimiento hasta el momento de su delaminación. Como se mostró previamente en 5.6.1, las probetas del G2 presentan acumulación de material en los bordes del camino de rodadura. Además, se observan pequeñas indentaciones con una dimensión principal entre 30 y 50  $\mu\text{m}$ , presumiblemente originadas en la presencia de partículas contaminantes en el aceite, que son pisadas por los elementos rodantes e indentan el camino de rodadura.



**Figura 62.** Imagen del camino de rodadura de una probeta del G2, donde se distingue material desplazado hacia los bordes. Aumento x5.

Este grupo de probetas, falló por la aparición de spalls o cráteres que alcanzaron a desprender material del sustrato. En la Figura 63 a) - c) se muestran imágenes de distintos cráteres todos con un tamaño del orden del camino de rodadura. También se observa la deformación generada alrededor del cráter, que produce un ensanchamiento del camino de rodadura.



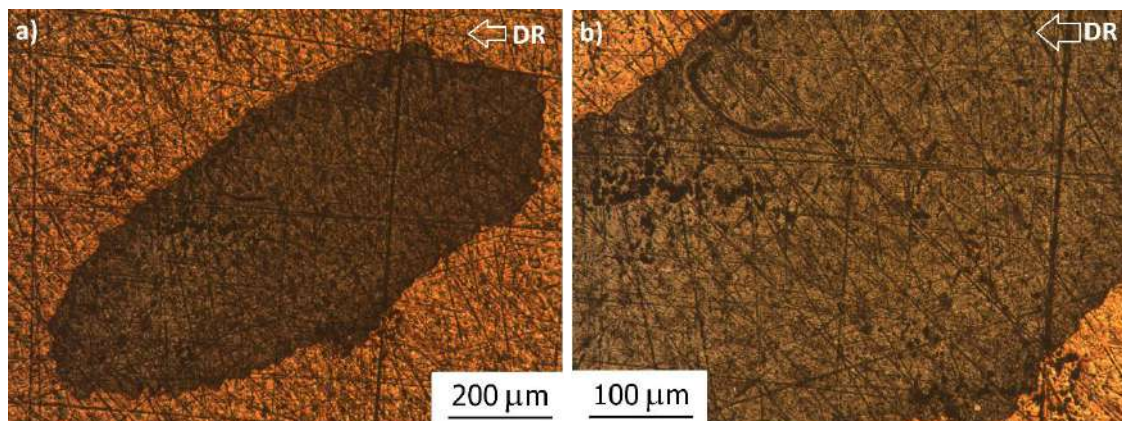


**Figura 63.** Imágenes de distintos cráteres originados por FCR en probetas del G2. Aumento x5.

### Grupo 3: probetas nitruradas y recubiertas con TiN

En cuanto a las muestras de SAE 4140 que fueron nitruradas y posteriormente recubiertas con TiN, se observaron dos modos de falla distintos: delaminación parcial del recubrimiento, y pulido severo con cráteres en el sustrato.

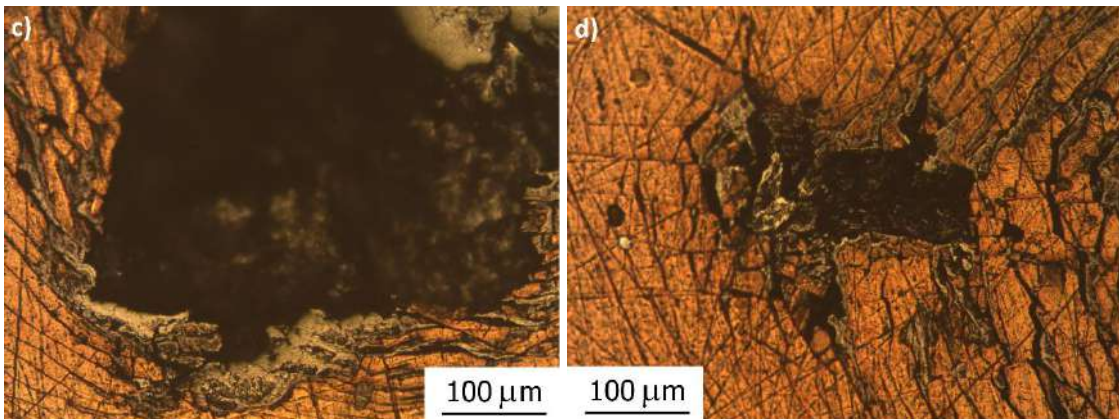
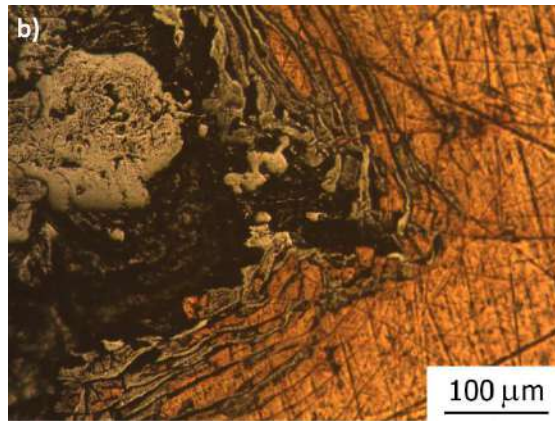
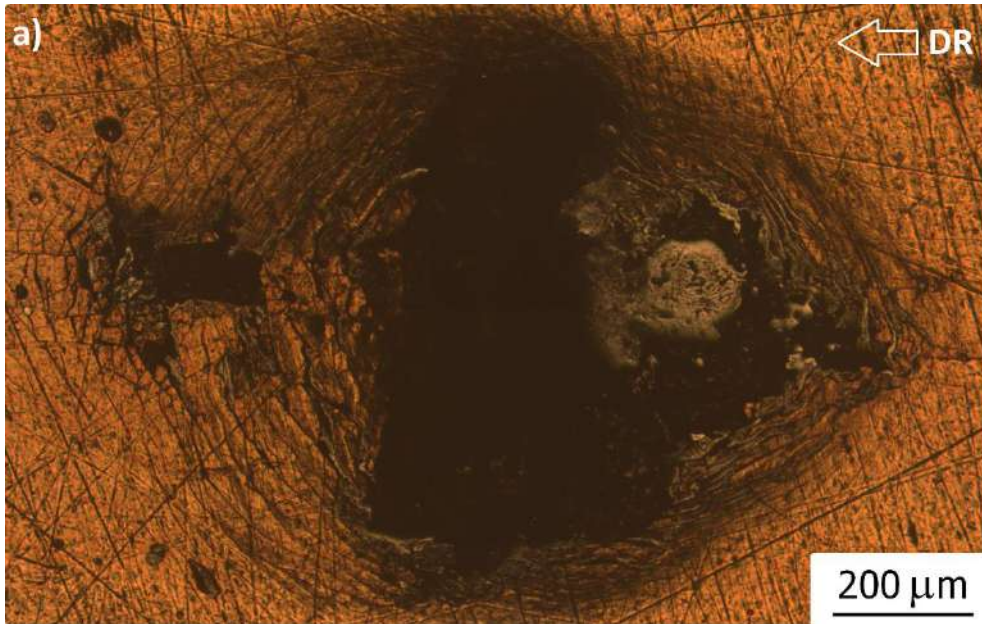
En la Figura 64, se observa una delaminación parcial del recubrimiento, donde la zona dorada corresponde al recubrimiento de la probeta, y la zona más grisácea corresponde al sustrato nitrurado.



**Figura 64.** Imágenes de una delaminación parcial del recubrimiento en una probeta del G3.

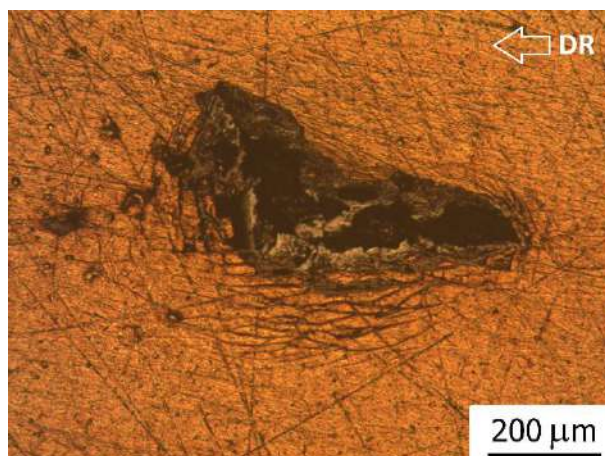
a) Aumento x5. b) Aumento x10.

Por otro lado, en la Figura 65 a) se muestra un cráter con un tamaño del orden del camino de rodadura. La dirección de rodadura es de derecha a izquierda. En la Fig. 65 b) se observa la zona donde se originó el cráter. En la Fig. 65 c) se percibe la profundidad del cráter, y el daño que el mismo significa para la probeta. En la Fig. 65 d) se observa un detalle secundario. Esto resulta interesante dado que se visualiza la progresión del daño a lo largo del crecimiento del cráter.



**Figura 65.** Imágenes de un cráter presente en una probeta G3  
a) Cráter completo x5. b) Detalle x10. c) Detalle x10. d) Detalle x10.

En la Figura 66, se muestra un cráter más pequeño que el anterior, también presente en una probeta del G3 ensayada a la FCR. Se observa que a pesar de ser un cráter de menor tamaño, se distinguen características similares a las del cráter mostrado en la Fig. 65 a).



**Figura 66.** Imagen de un cráter presente en una muestra del G3. Aumento x5.

#### 5.6.4 Análisis en SEM

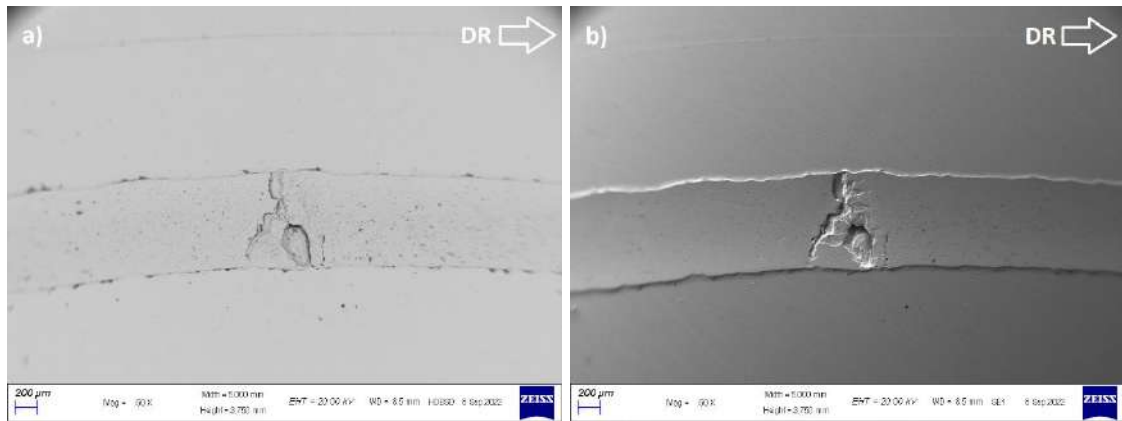
Luego de haber revisado todas las muestras mediante microscopía óptica, se seleccionó una muestra representativa de cada grupo para ser analizada con un microscopio de barrido electrónico (SEM) equipado con un Detector EDS. Esto permitió observar con mayor detalle el daño producido por la FCR y caracterizar, de manera semicuantitativa la composición química.

Se tomaron imágenes tanto por electrones secundarios como por electrones retrodifundidos (Backscattered). Los electrones secundarios, son electrones que han sido dispersados inelásticamente por la interacción de los electrones del haz incidente con la muestra. Están caracterizados por una energía baja, del orden de los 20-50 eV. Dada esta baja energía, sólo pueden llegar a la superficie los originados en una pequeña zona contigua a la superficie de la muestra. Las pequeñas dimensiones de esta zona son las que permiten obtener las imágenes de máxima resolución. Por otro lado, los electrones retrodifundidos, son los electrones del haz incidente que han sido dispersados en forma elástica por los átomos de la muestra. Su energía es próxima a la del haz incidente: 10-30 keV. Se originan en zonas más profundas del volumen de interacción y la resolución espacial de las imágenes correspondientes es peor. Pero dada la fuerte dependencia de la emisión de electrones retrodifundidos con el número atómico Z, este modo de visualización permite detectar variaciones de la composición en distintos puntos de la muestra analizada. Zonas de mayor número atómico son más eficientes en la emisión de electrones retrodifundidos y aparecen por lo tanto más brillantes en la imagen. *Iphorski M. et al. (2013).*

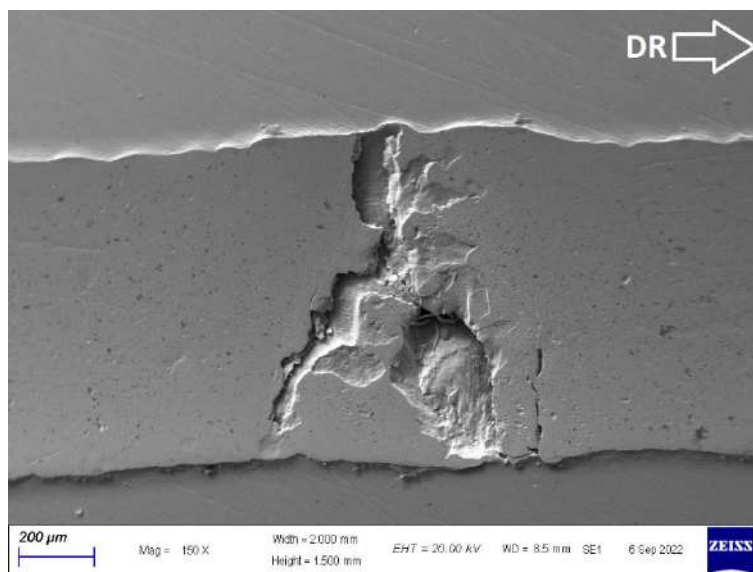
#### **Grupo 0: probetas templadas y revenidas**

Con respecto al G0, se analizó un cráter en particular, Figura 67. En esta imagen se aprecia claramente el CR, con un cráter que tiene un orden de magnitud similar mismo. En la Figura 68, se observa con mayor detalle este cráter.





**Figura 67.** Imágenes SEM de un cráter presente en G0.  
a) Electrones Retrodifundidos. b) Electrones secundarios.



**Figura 68.** Imagen SEM de un cráter presente en G0. Electrones secundarios.

### Grupo 1: probetas nitruradas

En la Figura 69, se muestran las zonas en que se evaluó por EDS la composición de la muestra G1, dentro y fuera del camino de rodadura. Las Figuras 70 y 71 muestran los resultados del análisis, donde se observa que los elementos identificados se corresponden con los componentes principales del SAE 4140 nitrurado. No se registraron variaciones significativas en el porcentaje de cada elemento dentro del camino de rodadura.

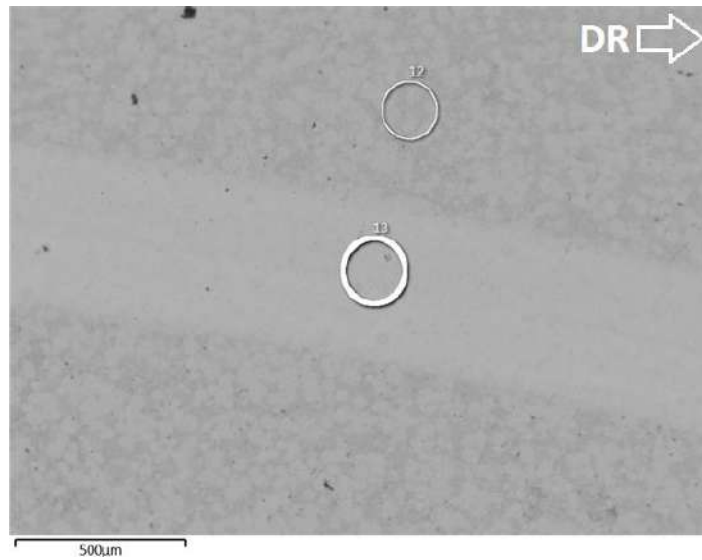
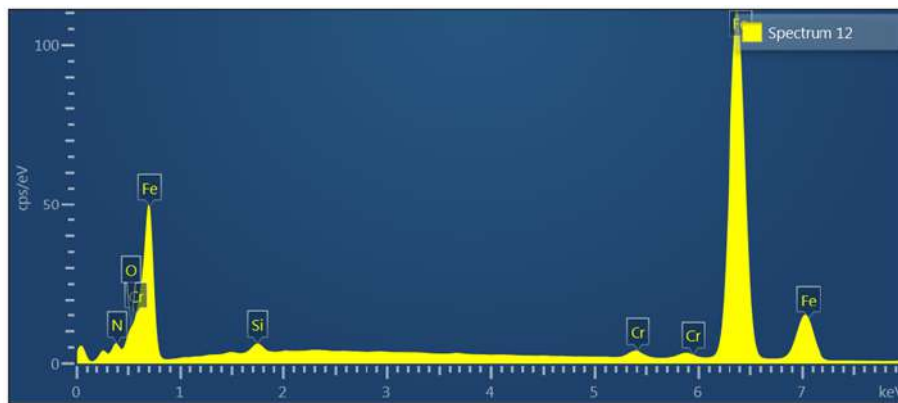
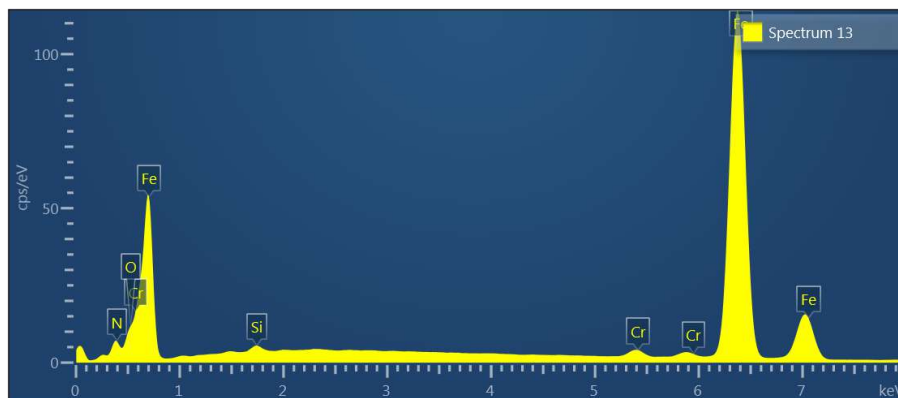


Figura 69. Áreas elegidas para el análisis por EDS, dentro y fuera del camino de rodadura, para G1.



Spectrum 12		
Elemento	% Peso	% Atómico
N	5,51	17,08
O	4,54	12,33
Fe	88,08	68,47
Cr	1,08	0,90
Si	0,79	1,22

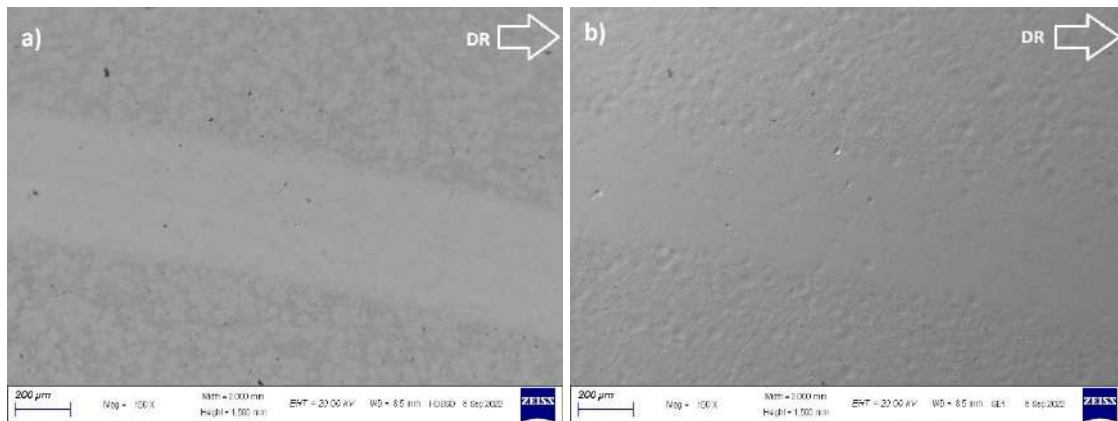
Figura 70. Análisis EDS del Acero SAE 4140 nitrurado, G1, fuera del camino de rodadura.



Spectrum 13		
Elemento	% Peso	% Atómico
N	6,89	20,62
O	4,81	12,60
Fe	86,59	65,02
Cr	1,17	0,94
Si	0,55	0,81

**Figura 71.** Análisis EDS del Acero SAE 4140 nitrurado, G1, dentro del camino de rodadura.

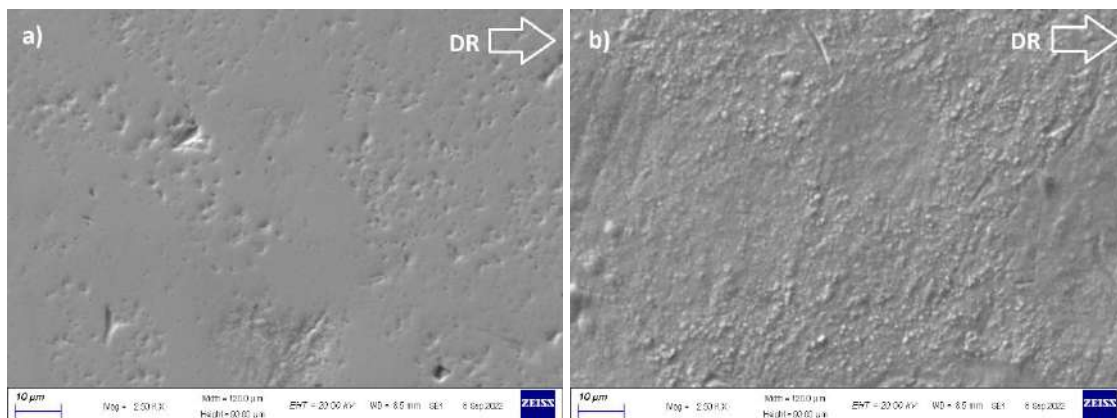
En las imágenes de la Figura 72, se muestra una porción del camino de rodadura, donde se observa un efecto de pulido sobre el mismo. Esto confirma la interacción entre las asperezas superficiales de los cuerpos en contacto, tal como lo predijo el cálculo del factor  $\lambda$  (Ver 4.4.2).



**Figura 72.** Imágenes SEM del camino de rodadura de una probeta del G1.

a)Electrones retrodifundidos. b)Electrones secundarios.

En la Figura 73 a) y b) se muestran imágenes SEM dentro y fuera del camino de rodadura, respectivamente. Se observa el efecto de pulido en el camino de rodadura y también cavidades o micropicado. Por otro lado, la superficie nitrurada fuera del camino de rodadura no es regular, presenta algunas zonas con depresiones y otros defectos. Esto podría ser de vital importancia para el análisis de los resultados de vida a la FCR obtenidos para el G3.

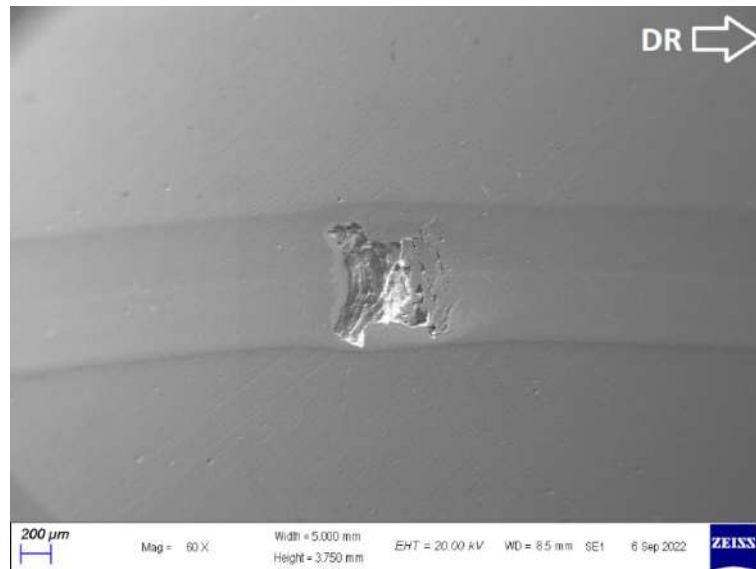


**Figura 73.** Imágenes SEM de una probeta del G1, electrones secundarios.

a)Dentro del CR. b) Fuera del CR.

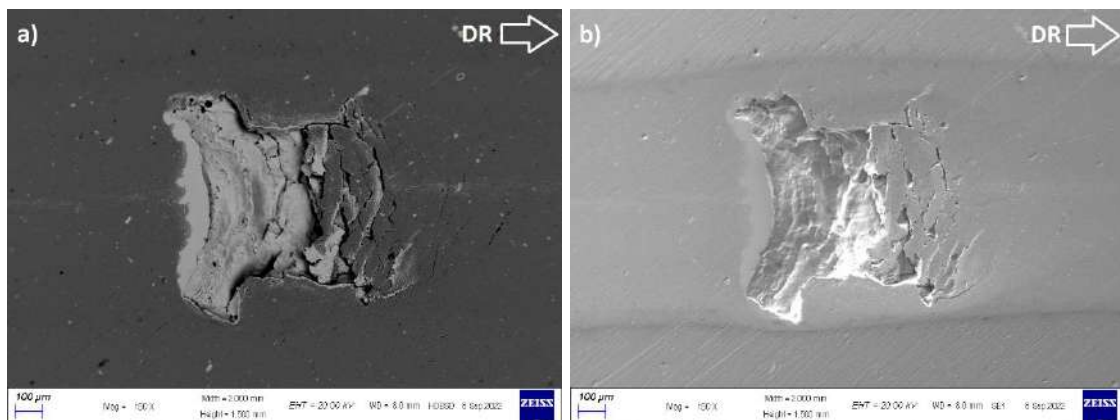
## Grupo 2: probetas recubiertas con TiN

Entre las muestras del G2, se analizó el cráter de la Figura 74, en el que se aprecia que ocupa todo el ancho del camino de rodadura, incluso llegando a deformar el mismo.

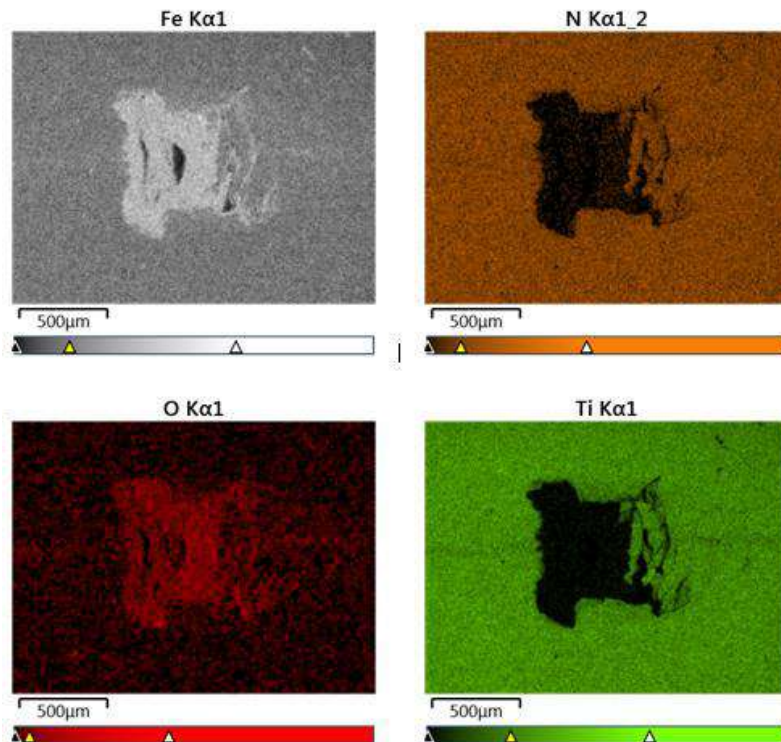


**Figura 74.** Imágen SEM de un cráter presente en G2.

En la Figura 75 a) y b), se muestra a mayores aumentos el cráter de la Fig. 74, tanto por electrones retrodifundidos como por electrones secundarios, respectivamente. Para este cráter en particular, se realizó un mapeo por EDS, Figura 76, para identificar los elementos hierro, nitrógeno, oxígeno y titanio. Se observa que alrededor del cráter predomina el nitrógeno y el titanio, correspondientes a la capa de TiN. Dentro del cráter, prevalece el hierro del sustrato y el oxígeno generado por oxidación.



**Figura 75.** Imágenes SEM de un cráter presente en G2.  
a) Electrones Retrodifundidos. b) Electrones secundarios.



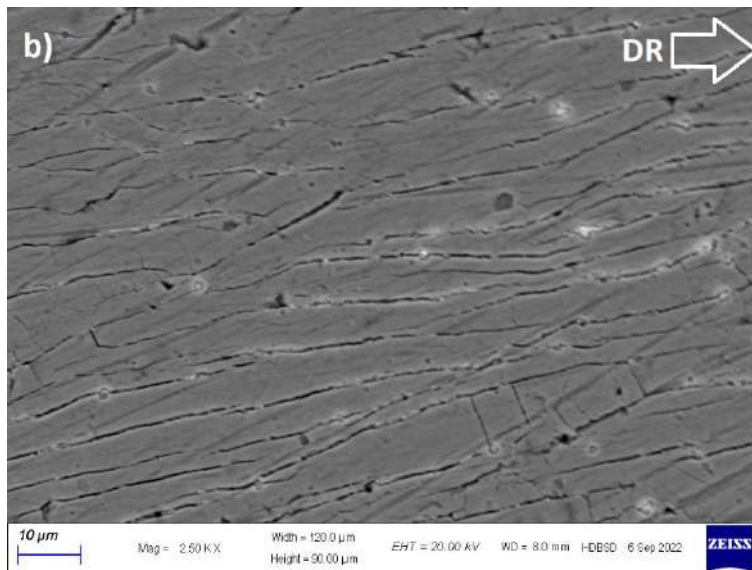
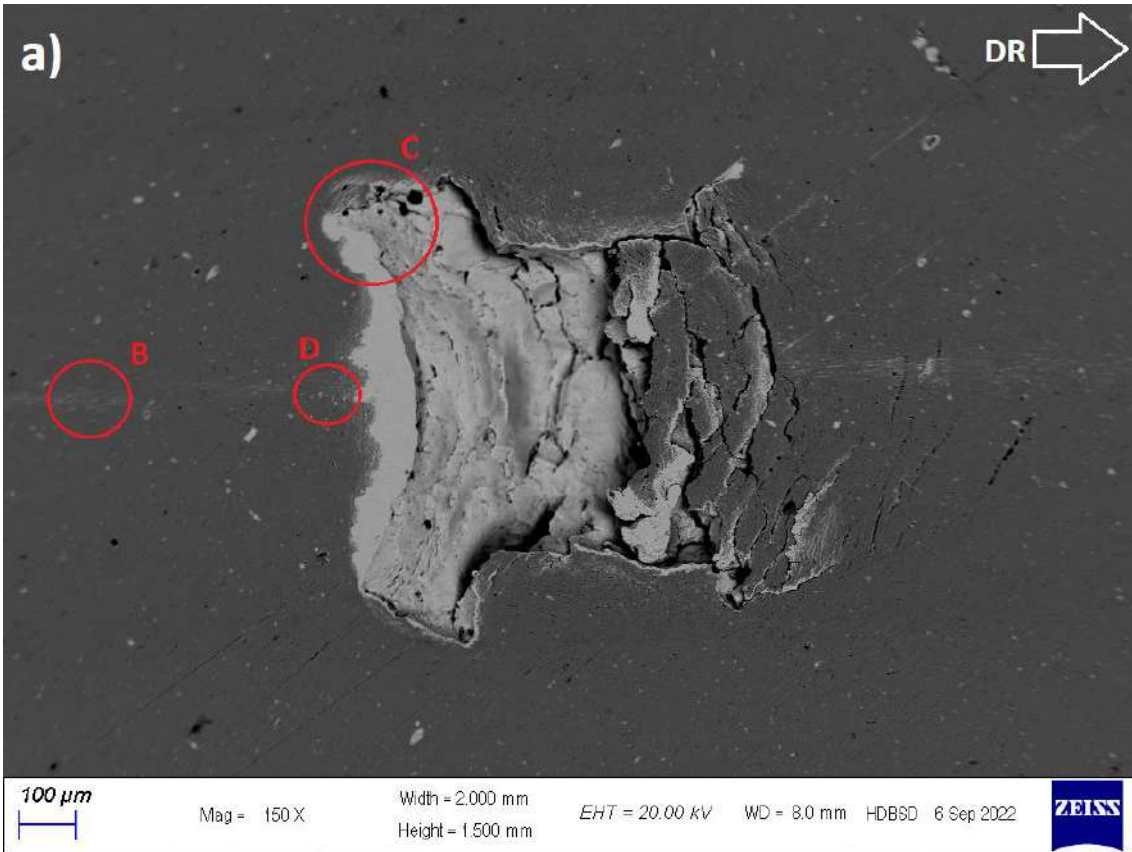
**Figura 76.** Mapeo por EDS en G2, de elementos presentes en un cráter y sus inmediaciones.

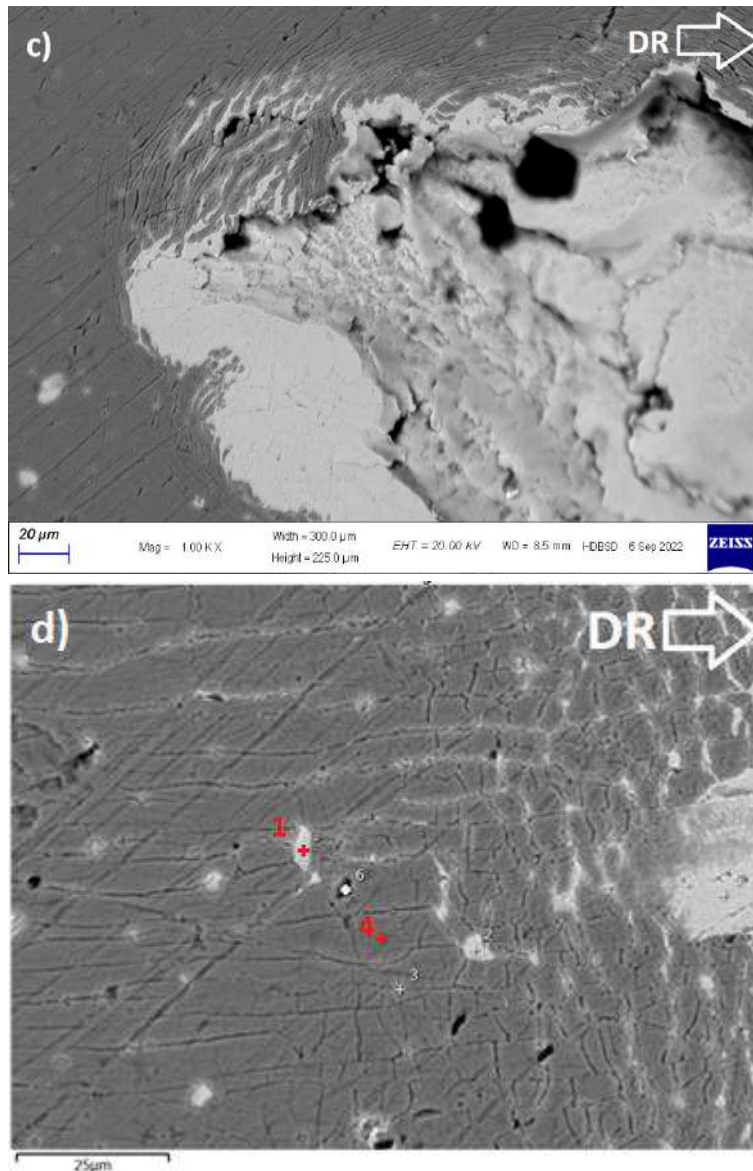
En la Figura 77 a), se observa el mismo cráter, con tres zonas de referencia B, C y D, que fueron observadas con mayor detalle en las Figuras 77 b), c) y d) respectivamente.

En cuanto la Figura 77 b), se observa una red de fisuras en el recubrimiento que se presentó a lo largo de todo el camino de rodadura, en la zona central del mismo. Al alejarse del centro, estas fisuras van desapareciendo. También se observan pequeños puntos blancos correspondientes a falta de recubrimiento e inclusiones del mismo material que fue removido.

Con respecto a la Figura 77 c), se aprecia en el inicio del cráter la presencia de desprendimientos de recubrimiento (zona blanca). Además, se observa en la parte superior del cráter una serie de fisuras y desprendimientos.

Siguiendo con la red de fisuras vistas en la Figura 77 b), al acercarse a la zona de nucleación del cráter, estas fisuras van progresando en pequeños desprendimientos. Esta progresión se observa en la Figura 77 d) donde además se señalan los puntos 1 y 4, donde se realizó el análisis EDS, cuyos resultados se reportan en las Figuras 78 y 79, respectivamente.





**Figura 77.** a) Imagen SEM del cráter presente en G2. Referencias para observar Detalles.

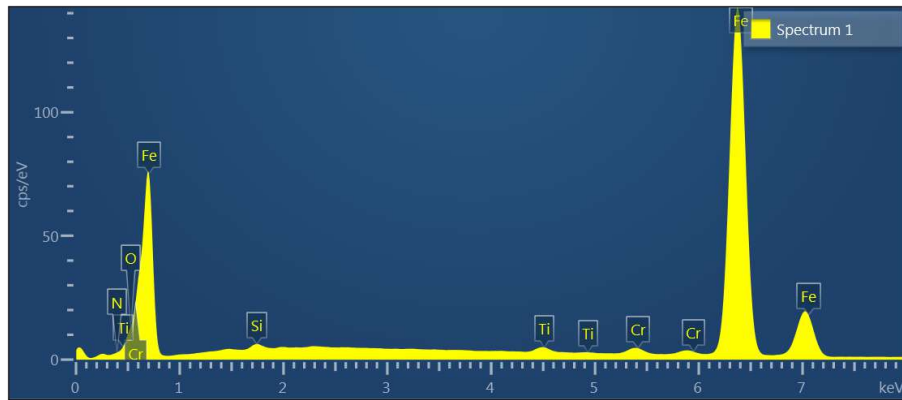
b) Detalle B: Red de fisuras presente en el CR, G2.

c) Detalle C: Red de fisuras y desprendimientos en el inicio del cráter, G2.

d) Detalle D: Red de fisuras y otros defectos presentes en el CR, G2.

Referencias para el análisis EDS.

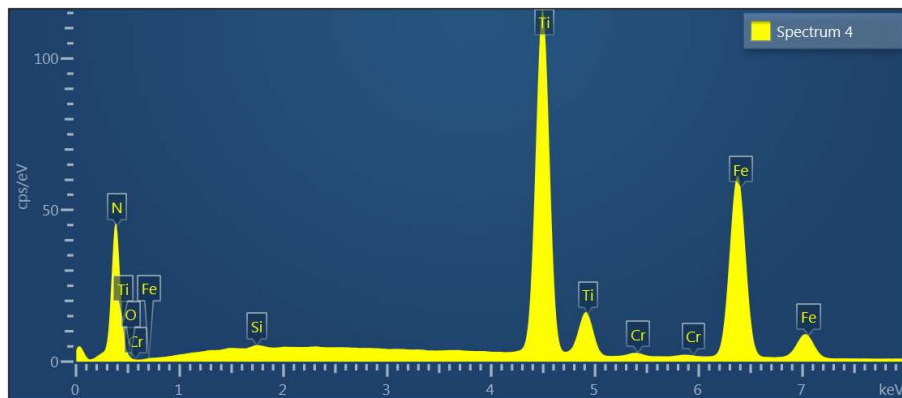
El análisis sobre el punto 1 Fig. 77 d), se eligió para verificar si el aspecto de la imagen SEM, se debe al desprendimiento del recubrimiento. El resultado del microanálisis, Figura 78, muestra que el elemento dominante es el Fe y que, por lo tanto, en este punto no hay presencia de TiN.



Spectrum 1		
Elemento	% Peso	% Atómico
Si	0,53	0,98
Cr	1,01	1,01
Fe	95,01	88,38
O	2,72	8,84
Ti	0,73	0,79

**Figura 78.** Análisis puntual de EDS en la Referencia 1, correspondiente a una zona sin recubrimiento del G2.

El punto 4, Fig. 77 d), en cambio, se eligió para disponer de un análisis de referencia sobre el recubrimiento de TiN. Los resultados, Figura 79, muestran un alto porcentaje atómico de titanio, comprobando la existencia de recubrimiento. Cabe destacar que, debido al bajo peso atómico del nitrógeno, los valores obtenidos mediante EDS no son confiables, y también que el alto peso atómico del hierro puede interferir en el volumen de control que utiliza esta técnica.



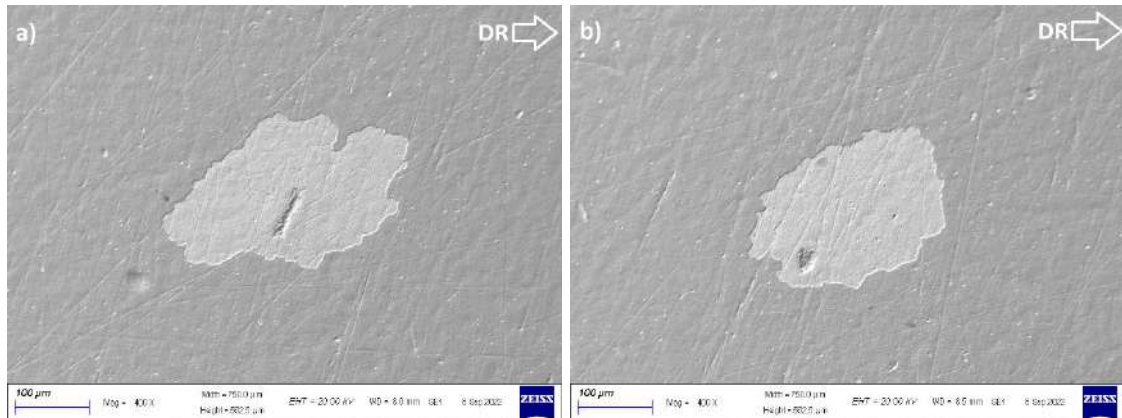
Spectrum 4		
Elemento	% Peso	% Atómico
Si	0,15	0,16
Fe	36,90	19,74
N	26,62	56,79
O	0,54	1,01
Ti	35,27	22,00

**Figura 79.** Análisis puntual de EDS en la Referencia 4, correspondiente a una zona con recubrimiento del G2.

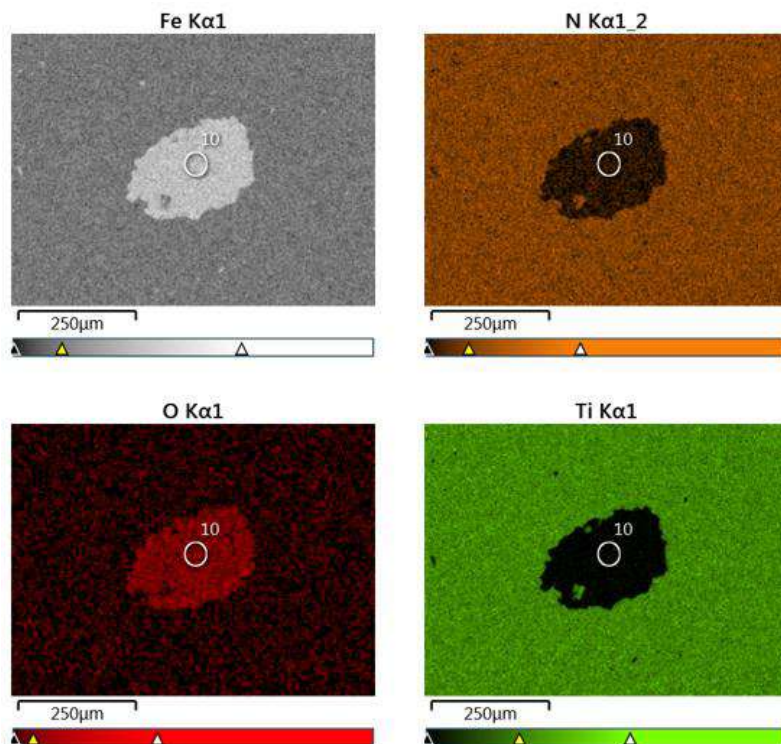


### Grupo 3: probetas nitruradas y recubiertas con TiN

En las muestras G3 la falla resultó tanto por aparición de un cráter como, principalmente, por el desprendimiento o delaminación del recubrimiento (ver punto 5.6.3). En la Figura 80 a) y b), se observan dos delaminaciones de TiN en la misma probeta, y en ambos casos existe un defecto (probablemente previo a la deposición del recubrimiento) a partir del cual se produce el daño. Esto se verificó mediante el análisis EDS, Figura 81, sobre el área de la Fig. 80 b), el que mostró que el daño corresponde a la delaminación del recubrimiento TiN, dejando expuesto el sustrato base Fe.

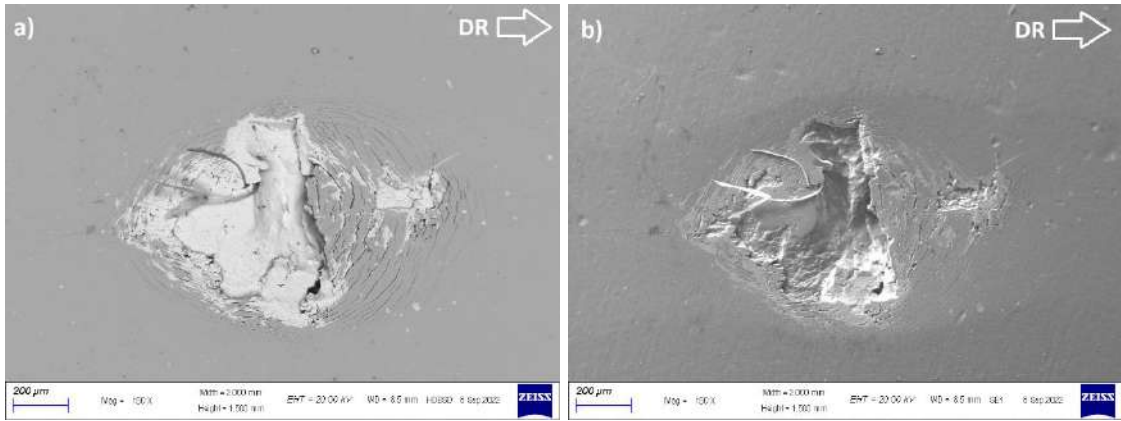


**Figura 80.** Imágenes SEM de desprendimientos presentes en G3. Electrones secundarios.



**Figura 81.** Mapeo por EDS de elementos presentes alrededor de un desprendimiento en G3.

En cuanto a los cráteres en el G3, se observó con mayor detalle el mismo cráter de la Figura 65, tanto con electrones retrodifundidos como secundarios, Figura 82 a) y b), respectivamente.



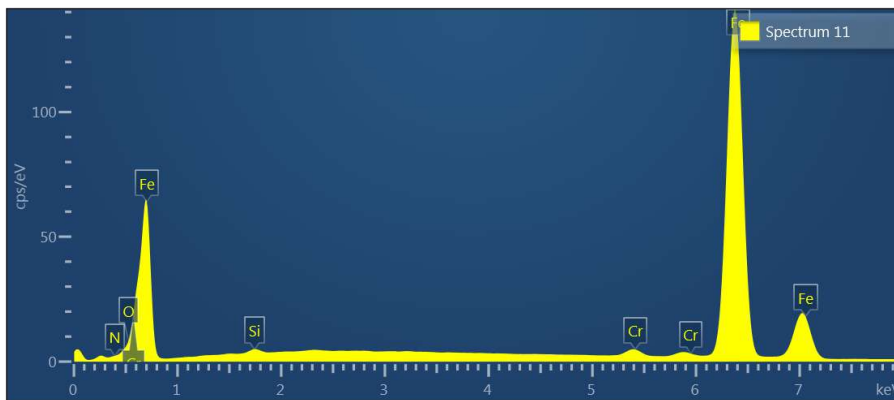
**Figura 82.** Imágenes SEM de un cráter del G3.

a) Electrones retrodifundidos. b) Electrones secundarios.

En la Figura 83, se muestra la zona en que se realizó el análisis por EDS, dentro del cráter de la Fig. 82. Se observa que los elementos identificados se corresponden con los componentes principales del sustrato, Figura 84.



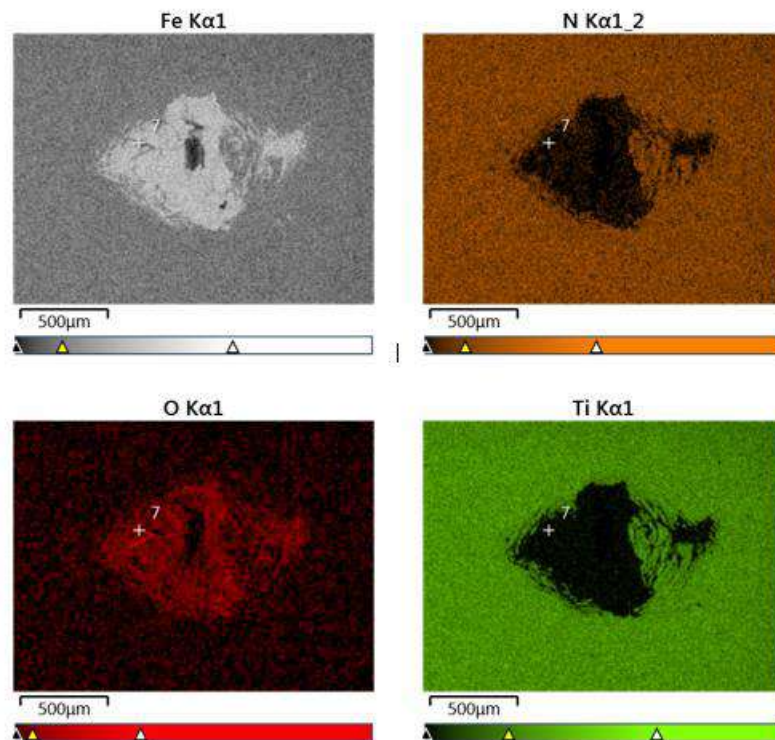
**Figura 83.** Referencia para el análisis EDS dentro del cráter para G3.



Spectrum 11		
Elemento	% Peso	% Atómico
Si	0,43	0,83
Cr	1,19	1,25
Fe	97,65	95,44
O	0,73	2,48

**Figura 84.** Análisis EDS del Acero SAE 4140 nitrurado y recubierto con TiN, dentro del cráter.

Además, se realizó un mapeo por EDS para identificar hierro, nitrógeno, oxígeno y titanio en esta imagen, Figura 85. Se observa que fuera del cráter predomina el nitrógeno y el titanio, correspondientes a la capa de TiN, y dentro del cráter prevalece el hierro y el oxígeno, este último como resultado de la oxidación.



**Figura 85.** Mapeo por EDS de elementos presentes alrededor de un cráter en G3.

## 6. Consideraciones Generales

En este trabajo final se estudió la resistencia a la FCR del acero SAE 4140 modificado superficialmente mediante nitruración iónica y/o la aplicación de un recubrimiento de TiN aplicado mediante el proceso PVD, cumpliendo satisfactoriamente con los objetivos.

Se completó la preparación de las probetas y su caracterización, logrando reunirse importante cantidad de información acerca de la microestructura, fases presentes, dureza a distintas escalas, módulo elástico reducido, topografía superficial, tensiones residuales y características de los recubrimientos. Toda esta información contribuyó a la explicación de los comportamientos observados en los ensayos de FCR, pero también resultará de utilidad para abordar futuros trabajos con estas mismas muestras.

## 7. Conclusiones

Se completaron los ensayos de FCR, observándose distintos comportamientos según cada variante de material. Las probetas del G0 fallaron por la formación de los típicos spalls de fatiga con un  $L_{50} = 278$  h. Las probetas del G2, que incorporan un recubrimiento de TiN, fallaron del mismo modo y su probabilidad de falla se describe estadísticamente de manera muy similar a la del grupo G0, con un valor  $L_{50} = 275$  h. Esto muestra que, para las condiciones de ensayo seleccionadas, la incorporación del recubrimiento de TiN no produjo modificaciones significativas. Mediante perfilometría, microscopía óptica y electrónica, se observó deformación plástica del CR en estos dos grupos de muestras, que no poseen nitruración.

En las probetas del G1 (templadas y revenidas, luego nitruradas) no se registraron fallas después de 650 horas de ensayo, detectándose solamente un efecto de pulido sobre el camino de rodadura. En las probetas del G3 (que incorporan el recubrimiento de TiN sobre la superficie nitrurada) se observaron tanto spalls de fatiga como desprendimiento del recubrimiento, con predominio de estos últimos, que aparecieron en forma prematura dando como resultado valores de vida sustancialmente menores a los de las demás variantes, con un  $L_{50} = 6,2$  h. Esta forma de falla prematura parece encontrar explicación en la existencia de valles profundos en la superficie nitrurada, sobre la cual se depositó el recubrimiento. Estos valles constituyen singularidades y es en torno a ellos donde se produjeron los desprendimientos. El parámetro de rugosidad  $R_{sk}$  pone en evidencia el predominio de valles en las superficies nitruradas. No se observó deformación plástica en torno al camino de rodadura en las probetas de estos grupos, en coincidencia con la dureza superior que proporcionó el tratamiento de nitruración.

## 8. Continuidad del trabajo de investigación

Nuevas muestras podrían fabricarse para estudiar otras variantes de material. Las superficies nitruradas proporcionaron mayor dureza y demostraron soportar mejor la carga de trabajo sin deformación plástica, sin embargo, no trabajaron bien como sustrato sobre el cual aplicar un recubrimiento. Sería de interés conseguir superficies nitruradas con un tratamiento posterior de pulido, con el fin de evaluar la influencia de la rugosidad superficial sobre la adherencia de un recubrimiento depositado sobre la capa blanca. Incluso el tratamiento podría consistir en eliminar la capa blanca de nitruros, dejando expuesta la zona de difusión, en donde la concentración de nitrógeno es menor pero la dureza permanece elevada.

Resultaría interesante obtener modelos computacionales para este tipo de materiales (con múltiples tratamientos, capas modificadas y/o depositadas) que permitan simular los esfuerzos involucrados en distintas condiciones de trabajo (rodadura, deslizamiento, con o sin lubricación, etc.), para luego contrastar con resultados experimentales.

## Referencias

- Abernethy, R.B., "The New Weibull Handbook", 4th Edition 2000, Florida, USA: R.B. Abernethy.
- Apalak, M.K. y Tasdemirci, A., "Non-linear elastic stresses in a thin hard coating/an elastic substrate system subjected to a surface pressure distribution", 2007, Journal of Materials Processing Technology. 190(1-3): p. 263-281.
- Arai, T. Et. Al. "ASM Handbook. Volume 4: Heat Treating.", 1991. ASM International.
- Arnaud, P., Heripre, E., Douit, F., Aubin, V., Fouvry, S., Guiheux, R., Branger, V., Michel, G., "Micromechanical tensile test investigation to identify elastic and toughness properties of thin nitride compound layers", 2021, Surface & Coatings Technology.
- Barovich, D., Kingsley, S.C., y Ku, T.C., "Stresses on a thin strip or slab with different elastic properties from that of the substrate due to elliptically distributed load", 1964, International Journal of Engineering Science. 2(3): p. 253-268.
- Bull, S. J., "Can scratch testing be used as a model for the abrasive wear of hard coatings?", 1999, Wear, 233-235(0), pp. 412-423.
- Chen, W.T. y Engel, P.A., "Impact and contact stress analysis in multilayer media", 1972, International Journal of Solids and Structures. 8(11): p. 1257-1281.
- Colombo, D. A., "Recubrimientos PVD de TiN y CrN sobre fundiciones de hierro con grafito esferoidal: influencia de las características del sustrato y del recubrimiento sobre las propiedades mecánicas y la resistencia al desgaste", 2013, Tesis doctoral, Universidad Nacional de Mar del Plata, Facultad de Ingeniería.
- Colombo, D. A., Echeverría, M. D., Laino, S., Dommarco, R. C., Massone, J. M., "Rolling contact fatigue resistance of PVD CrN and TiN coated austempered ductile iron", 2013, Wear.
- Cozza, R. C., Tanaka, D. K. y Souza, R. M., "Micro-abrasive wear of DC and pulsed DC titanium nitride thin films with different levels of film residual stresses", 2006, Surface and Coatings Technology, 201(7), pp. 4242-4246.
- Dalibona, E. L., Moscatellia, M., Simisonc, S., Escaladac, L. "Corrosion Behaviour of a SiOxNy Coated and Nitrided PH Stainless Steel" 2015. International Congress of Science and Technology of Metallurgy and Materials, SAM - CONAMET 2013.
- González, M. P., "Comportamiento al desgaste por rodadura de un acero inoxidable de alta resistencia recubierto con TiN.", Proyecto Final de Carrera, Universidad Nacional de Mar del Plata, Facultad de Ingeniería.
- Gupta, P.K., Walowit, J.A., "Contact Stresses Between an Elastic Cylinder and a Layered Elastic Solid. Journal of Lubrication Technology", 1974. 96(2): p. 250-257.
- Holmberg, K., Matthews, A., "Coatings Tribology. Properties, Mechanisms, Techniques and Applications in Surface Engineering.", 2009, Tribology and interface engineering series, No. 56. 2nd Edition.
- Ipohorski, M., Bozzano, P. B., "Microscopía electrónica de barrido en la caracterización de materiales.", 2013.

Kulchitsky-Zhyhailo, R. y Rogowski, G., Stresses in hard coating due to a rigid spherical indenter on a layered elastic half-space. *Tribology International*, 2010. 43(9): p. 1592-1601.

Li, J. y Chou, T.-W., "Elastic field of a thin-film/substrate system under an axisymmetric loading", 1997, *International Journal of Solids and Structures*. 34(35–36): p. 4463-4478.

Mansilla, C., Ocelík, V., De Hosson, J. Th. M., "Local residual stress measurements on nitride layers", 2015, *Materials Science & Engineering A*, Materials Innovation Institute M2i, Department of Applied Physics, University of Groningen, The Netherlands.

Modernel, K. "Estudio, Diseño y Construcción de Cojinetes Aerostático y Aerodinámico", 2021, Proyecto Final de Carrera, Universidad Nacional de Mar del Plata, Facultad de Ingeniería.

Neme, I. A., "Diseño, construcción y puesta en funcionamiento de un equipo para la medición del espesor de recubrimientos delgados mediante el método de abrasión esférica ("Calotester")", 2019, Proyecto Final de Carrera, Universidad Nacional de Mar del Plata, Facultad de Ingeniería.

Oettel, H., Wiedemann, R. "Residual stresses in PVD hard coatings", 1995, *Surface and Coatings technology*, Institute of Physical Metallurgy, University of Mining and Technology, Germany.

Ohring, M., "The Materials Science of Thin Films", 1992, San Diego, California, USA: Academic Press.

Olver, A. V., "The Mechanism of Rolling Contact Fatigue: An Update", 2005, *Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part J: Journal of Engineering Tribology*.

Prieto, G., Mandri, A., Dommarco, R. C., "Rolling contact fatigue resistance of cryogenically treated AISI 440C Steel", 2020, *Journal of Materials Engineering and Performance*.

Quintana, J. P., Massone, J. M., Márquez, A. B., Colombo, D. A., "Rolling contact fatigue behavior of TiN based coatings deposited on ADI by cathodic arc deposition and plasma-based ion implantation and deposition.", 2019, *Thin Solid Films*.

Sadeghi, F., Jalalahmadi, B., Slack, T. S., Raje, N., Arakere, N. K., "A Review of Rolling Contact Fatigue", 2009, *Journal of Tribology*.

Schwarzer, N., Richter, F., y Hecht, G., "The elastic field in a coated half-space under Hertzian pressure distribution", 1999, *Surface and Coatings Technology*. 114(2–3): p. 292- 303.

Stewart, S., Ahmed, R., "Rolling contact fatigue of surface coatings—a review", 2002, *Wear*.

Wang, G., Qu, S., Lai, F., Li, X., Fu, X., Yue, W. "Rolling contact fatigue and wear properties of 0.1C-3Cr-2W-V nitrided steel", 2015, *International Journal of Fatigue*.

Wollmann, D., Soares, G.P.P.P., Grabarski, M.I., Weigert, N.B., Escobar, J.A., Pintaude, G., Neves, J.C.K., "Rolling Contact Fatigue Failure Mechanisms of Plasma-Nitrided Ductile Cast Iron", 2017, *Journal of Materials Engineering and Performance*.

Zhang, G.A., Yan, P.X., Wang, P., Chen, Y.M., y Zhang, J.Y., "Influence of nitrogen content on the structural, electrical and mechanical properties of CrNx thin films", 2007, *Materials Science and Engineering*. 460–461(0): p. 301-305.

Zhang, X.C., Xu, B.S., Wang, H.D., Wu, Y.X., y Jiang, Y., "Hertzian contact response of single-layer, functionally graded and sandwich coatings", 2007, *Materials & Design*. 28(1): p. 47-54.