



**INSTITUTO POLITÉCNICO NACIONAL
ESCUELA SUPERIOR DE INGENIERIA
MECÁNICA Y ELÉCTRICA
ZACATENCO**



SECCIÓN DE ESTUDIOS DE POSGRADO E INVESTIGACIÓN

**“EFECTO DEL NITRURADO Y MODOS DE
ENFRIAMIENTO EN LA RESISTENCIA A LA
FATIGA DE UN ACERO GRADO
HERRAMIENTA”**

TESIS

QUE PARA OBTENER EL GRADO DE MAESTRO EN CIENCIAS
EN INGENIERÍA MECÁNICA.

PRESENTA:
ING. MÁRQUEZ SÁNCHEZ DAVID

DIRECTOR:
DR. GERMAN ANIBAL RODRÍGUEZ CASTRO



MÉXICO D. F. Enero, 2016



INSTITUTO POLITÉCNICO NACIONAL
SECRETARÍA DE INVESTIGACIÓN Y POSGRADO

SIP-14

ACTA DE REVISIÓN DE TESIS

En la Ciudad de México, D. F. siendo las 12:30 horas del día 11 del mes de Diciembre del 2015 se reunieron los miembros de la Comisión Revisora de la Tesis, designada por el Colegio de Profesores de Estudios de Posgrado e Investigación de E.S.I.M.E. para examinar la tesis titulada:

“EFECTO DEL NITRURADO Y MODOS DE ENFRIAMIENTO EN LA RESISTENCIA A LA FATIGA DE UN ACERO GRADO HERRAMIENTA”.

Presentada por el alumno:

MÁRQUEZ

Apellido paterno

SÁNCHEZ

Apellido materno

DAVID

Nombre(s)

Con registro:

B	1	3	0	7	8	9
---	---	---	---	---	---	---

aspirante de:

MAESTRIA EN CIENCIAS EN INGENIERÍA MECÁNICA

Después de intercambiar opiniones los miembros de la Comisión manifestaron **SU APROBACIÓN DE LA TESIS**, en virtud de que satisface los requisitos señalados por las disposiciones reglamentarias vigentes.
LA COMISIÓN REVISORA

Director(a) de tesis

DR. GERMAN ANIBAL RODRÍGUEZ CASTRO

Presidente

DR. IVÁN ENRIQUE CAMPOS SILVA

Segundo Vocal

DR. ALFONSO MENESES AMADOR

Tercer Vocal

DR. ULISES FIGUEROA LÓPEZ

Secretario

DR. JOSÉ MARTÍNEZ TRINIDAD

PRESIDENTE DEL COLEGIO DE PROFESORES

DR. MAURO ALBERTO ENCISO AGUILAR

SECCION DE ESTUDIOS DE POSGRADO E INVESTIGACIÓN



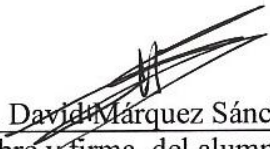


INSTITUTO POLITÉCNICO NACIONAL
SECRETARÍA DE INVESTIGACIÓN Y POSGRADO

CARTA CESIÓN DE DERECHOS

En la Ciudad de México, D.F. el día 11 del mes de Diciembre del año 2015 , el (la) que suscribe Ing. David Márquez Sánchez alumno(a) del Programa de Maestría en Ciencias en Ingeniería Mecánica, con número de registro B130789, adscrito(a) a la Sección de Estudios de Posgrado e Investigación de la E.S.I.M.E. Unidad Zacatenco, manifiesto(a) que es el (la) autor(a) intelectual del presente trabajo de Tesis bajo la dirección del (de la, de los) Dr. German Anibal Rodríguez Castro y cede los derechos del trabajo titulado **“EFECTO DEL NITRURADO Y MODOS DE ENFRIAMIENTO EN LA RESISTENCIA A LA FATIGA DE UN ACERO GRADO HERRAMIENTA”**, al Instituto Politécnico Nacional para su difusión, con fines académicos y de investigación.

Los usuarios de la información no deben reproducir el contenido textual, gráficas o datos del trabajo sin el permiso expreso del (de la) autor(a) y/o director(es) del trabajo. Este puede ser obtenido escribiendo a las siguientes direcciones garodriguezc@ipn.mx y dmarquezs1300@alumno.ipn.mx. Si el permiso se otorga, el usuario deberá dar el agradecimiento correspondiente y citar la fuente del mismo.


Ing. David Márquez Sánchez
Nombre y firma del alumno(a)



DEDICATORIAS

A Dios:

Por siempre guiarme de forma correcta y abrirme puertas durante toda mi vida, ofreciéndome las mejores oportunidades y conocer a las personas indicadas.

A mis padres:

Por haberme dedicado amor, tiempo y paciencia desde pequeño como nadie lo ha hecho. Por creer en mí y en todos mis proyectos, dándome las herramientas que siempre he necesitado e impulsándome siempre para ser una persona de bien, por medio de sus consejos y grandes enseñanzas de vida. Buscaré jamás fallarles en esta vida y siempre hacerlos sentir orgullosos, porque así como siempre me han enseñado a trabajar y buscar más allá del horizonte, ustedes se han convertido en mis más grande ejemplo y modelo a seguir de vida.

A mi hermana Hassibee:

Por ser la persona con la cual he convivido más años; en la cual he encontrado una amiga de vida, encontrando siempre tu apoyo y nuestro apoyo mutuo no tiene límites, estoy muy contento de ser tu hermano.

A mis abuelos Amado Márquez, Bertha Vázquez, Antonio Sánchez y Juana Luna:

Por darme tantos buenos momentos, por haberme querido tanto y haber confiado y creído siempre en mí, dándome amor muchas veces como a su propio hijo.

A mi abuelo Pedro Gazanini:

Por permitirme estar aquí, por permitirme vivir y disfrutar la vida, por ser un ejemplo de trabajo duro y dedicación.

A mis tíos y primos paternos y maternos:

Por haber cuidado a mis padres de pequeños y por haberme ofrecido ayuda y apoyo cuando más lo necesité, siempre les estaré eternamente agradecido, y por lo cual siempre encontrarán en mi apoyo y ayuda.

A mi director de tesis, Dr. German Anibal Rodríguez Castro:

Por permitirme trabajar con usted, por guiarme y siempre buscar como apoyarme en el posgrado. Por tenerme mucha paciencia y siempre darme las herramientas a su alcance para mi crecimiento y mi preparación. Por ser un ejemplo a seguir para mí y por darme una increíble guía durante esta etapa de mi vida. Sería un honor realizar el doctorado con usted.



AGRADECIMIENTOS

Al Instituto Politécnico Nacional, por volverse mi sueño cumplido.

Al CONACYT, por su valioso apoyo durante mi posgrado.

A la ESIME Zacatenco, por volverse mi segunda casa

A la SEPI, por apoyarme en este proyecto de mi formación.

A TERMITEC S.A. de C.V., por el increíble apoyo en mi proyecto.

Al Centro de Nanociencias y Micro y Nanotecnologías, por su apoyo.

A la ESIME Ticomán, por su apoyo.

Al Tecnológico de Estudios Superiores de Monterrey – CEM, por su gran apoyo.

A la SEDENA, por su apoyo y tiempo.

A los miembros de la comisión revisora: **Dr. Iván Campos Silva, Dr. José Martínez Trinidad, Dr. German Anibal Rodríguez Castro, Dr. Alfonso Meneses Amador, Dr. Ulises Figueroa López, Dr. Ezequiel Alberto Gallardo Hernández**, por su guía y sus atinados comentarios e ideas cuando me aportaban su invaluable apoyo.

Al **Dr. Iván Campos Silva**, por apoyarme con sus conocimientos y siempre ciertos comentarios, pero sobre todo permitirme formar parte del grupo de superficies y creer en mí al llegar al grupo, gracias.

Al **Dr. Ulises Figueroa**, por su invaluable apoyo, por darme muchos comentarios de su conocimiento los cuales considero muy importantes y por apoyarme con pruebas fundamentales para mi investigación, por aportarme gran parte de su tiempo y paciencia.

Al **Dr. Israel Arzate Vázquez, Ing. Alfonso Espinosa Picazo**, por su apoyo en pruebas necesarias para la realización de mi trabajo.

Al **Ing. Enrique Vogel**, por prestar las facilidades y el apoyo de su empresa para poder concretar la realización de este trabajo.

A los Capitanes **Juan Carlos Acosta Pavón y Juan Cesar Farías Aguilar**, por el enorme apoyo, las facilidades y tiempo aportado para que realizara mi investigación.

A los Sargentos **Fernando Castillo Marín y Mario Loperena**, por su tiempo y facilidades de apoyarme con mi trabajo siempre que lo necesite.

A mis compañeros de la maestría **Mario, Blancas, Diego, Daniel, Vanesa, Yamil, Arturo, Miguel, Orlando, Lupita, Regulo, Javier, Omar, Maldonado, Claudio** y el señor **Alfredo Torres**, por su amistad, por su ayuda y muchos consejos que me dieron.

A mis amigos de vida **Ángel, Josué, Luis, Gerardo, Mónica, Ulises y Ricardo**.

A **Shifu José Remis**, por mostrarme muchas veces de nuevo el camino y apoyarme.



ÍNDICE

CONTENIDO	PAG
Nomenclatura	VIII
Lista de figuras	XII
Lista de tablas	XVI
Resumen	XVII
Abstract	XIX
Introducción	XX
Antecedentes	XXII
Justificación	XXIV
Objetivo general	XXV
Estructura del trabajo	XXVII
Metodología	XXVIII
CAPÍTULO I – TRATAMIENTO TERMOQUÍMICO DE NITRURACIÓN.	
1.1. Métodos de endurecimiento superficial.	1
1.2. Nitruración.	4
1.2.1. Procesos de nitruración.	4
1.2.2. Nitruración líquida (Baño de sales).	6
1.2.3. Nitruración en baño de sales mediante el proceso Tenifer.	6
1.3. Aplicaciones del proceso de Nitruración.	7
1.3.1. Nitruración en aceros grado herramienta para trabajo en caliente y fatiga.	13
CAPÍTULO II – FATIGA EN MATERIALES METÁLICOS.	
2.1. Fatiga.	17
2.2. Fases en la vida a la fatiga.	17
2.2.1. Iniciación de grieta.	18
2.2.2. Crecimiento de grieta.	19
2.3. Curva S-N.	20
2.3.1. Propiedades determinadas a partir de la curva S-N.	21
2.3.2. Factores que influyen en el comportamiento de la curva S-N.	23
CAPÍTULO III – DISEÑO EXPERIMENTAL.	
3.1. Nitruración TENIFER, modos de enfriamiento y acabado superficial.	24
3.2. Preparación metalográfica del acero AISI H13 nitrurado.	26
3.3. Indentación instrumentada de acero AISI H13 nitrurado.	26
3.4. Ensayo de tensión en acero AISI H13 nitrurado.	29
3.5. Ensayo de fatiga en acero AISI H13 nitrurado.	31
3.6. Fractografía.	35



CAPÍTULO IV – RESULTADOS Y DISCUSIONES.	
4.1 Formación de nitruros.	37
4.2 Dureza por indentación instrumentada.	45
4.3. Curvas σ - ϵ .	47
4.3.1. Relaciones matemáticas de propiedades mecánicas a la tensión-límite de fatiga.	49
4.3.2. Fractografía.	51
4.3.3. Análisis superficial.	62
4.4. Curvas S-N.	63
4.4.1. Determinación de límite de fatiga.	70
4.4.2. Fractografía.	75
CONCLUSIONES.	83
PERSPECTIVAS DE TRABAJO.	85
REFERENCIAS.	86



NOMENCLATURA

$^{\circ}\text{C}$	Unidad de temperatura (grados Celsius).
%wt	Concentración percentual en peso
A%	Porcentaje de elongación.
AB1	Baño de sales oxidantes de proceso <i>Tenifer</i> .
A.I.S.I.	Instituto Americano del Hierro y el Acero (American Iron and Steel Institute).
Al	Símbolo del Aluminio.
A.M.S.	Especificaciones de Materiales Aeroespaciales (Aerospace Material Specifications).
A.S.M.	Sociedad Americana de los Metales (American Society for Metals).
A.I.S.I. H	Designación AISI de aceros para herramienta de trabajo en caliente.
A.S.T.M.	Sociedad Americana de Prueba de Materiales (American Society for Testing Materials).
B	Exponente de resistencia a la fatiga
CaCN_2	Molécula de cianuro de calcio.
Cr	Símbolo del Cromo.
Cr_xN	Designación química de nitruro de cromo.
C_{S_f}	Coficiente de variación del coeficiente de resistencia a la fatiga
C.V.D.	Deposición por Vapor Químico (Chemical Vapor Deposition).
D	Incremento de esfuerzos (Método Dixon-Mood).
$\Delta P(\Delta\sigma)$	Rango de cargas (rango de esfuerzos).
D.I.N.	Instituto Alemán de Normalización (Deutsches Institut für Normung)
F.A.C.	Fatiga de alto ciclaje.
Fase ϵ	Compuesto cerámico (Nitruro de hierro Fe_{2-3}N).
Fase γ'	Compuesto cerámico (Nitruro de hierro Fe_4N).



INSTITUTO POLITÉCNICO NACIONAL
ESCUELA SUPERIOR DE INGENIERÍA MECÁNICA Y ELECTRICA
SECCIÓN DE ESTUDIOS DE POSGRADO E INVESTIGACIÓN



Fase α'	Compuesto cerámico (Nitruro de hierro Fe_8N).
Fase α''	Compuesto cerámico (Nitruro de hierro Fe_{16}N_2).
F.B.C.	Fatiga de bajo ciclaje.
E.D.S.	Espectroscopia por dispersión de energía. (Energy Dispersion Spectroscopy)
Fe	Símbolo del Hierro.
F_{max}	Carga máxima.
Fe_xN	Designación química de nitruro de hierro
Fe-N	Diagrama Hierro-Nitrogeno.
FeN, Fe_{2-3}N, Fe_4N, Fe_{16}N_2	Nitruros de hierro.
FeO	Oxido ferroso.
Fe_2N	Oxido férrico.
Fe_3O_4	Oxido ferroso-diférrico.
GPa	Unidad de presión, 1×10^9 Pascales.
H_2O	Molécula de agua.
HV	Unidades de dureza, Hardness Vickers.
H_{IT}	Dureza por indentación.
I.S.O.	Organización Internacional de Normalización (International Organization for Standardization).
K	Factor de intensidad de esfuerzos
K_{IC}	Tenacidad a la fractura
KCN	Molecula de cianuro de potasio.
K_t	Factor de concentración de esfuerzos
λ	Longitud de onda.
μm	Micrómetros, 1×10^{-6} metros.
μ_s	Media.



INSTITUTO POLITÉCNICO NACIONAL
ESCUELA SUPERIOR DE INGENIERÍA MECÁNICA Y ELECTRICA
SECCIÓN DE ESTUDIOS DE POSGRADO E INVESTIGACIÓN



S.E.M.	Microscopía Electrónica de Barrido (Scanning Electron Miscroscopy).
MPa	Unidad de presión, 1×10^6 Pascales.
Mn	Símbolo del manganeso.
Mn_xN	Designación química de nitruro de manganeso.
Mo	Símbolo del molibdeno.
Mo_xN	Designación química de nitruro de molibdeno.
$n_{DM,i}$	Número de evento menos frecuente en el nivel de esfuerzos i .
NaCN	Molecula de cianuro de sodio.
NaCNO	Molécula de cianato de sodio.
N	Newtons, unidad de fuerza.
N_f	Número de ciclos hasta la falla por fatiga.
NH_3	Molecula de amoniaco.
NH_2	Molecula de amino derivado de amoniaco.
SiC	Carburo de silicio (Abrasivo).
Al_2O_3	Alúmina (Abrasivo).
Ti_xN	Designación química de nitruro de titanio.
R	Rango de esfuerzos.
R_e	Esfuerzo de cedencia.
R_m	Esfuerzo último
RT	Temperatura ambiente.
Σ	Esfuerzo normal.
σ	Esfuerzo
σ_D	Esfuerzo de límite de fatiga
$\sigma\text{-}\epsilon$	Curva esfuerzo-deformación.
σ_{amp}	Amplitud de esfuerzos.



INSTITUTO POLITÉCNICO NACIONAL
ESCUELA SUPERIOR DE INGENIERÍA MECÁNICA Y ELECTRICA
SECCIÓN DE ESTUDIOS DE POSGRADO E INVESTIGACIÓN



σ_m	Esfuerzo medio.
$\sigma_{m\acute{a}x}$	Esfuerzo máximo.
$\sigma_{m\acute{i}n}$	Esfuerzo mínimo.
σ_s	Desviación estándar.
S_{1000}	Esfuerzo de resistencia a la fatiga (1,000 ciclos)
S.A.E.	Sociedad de Ingenieros estadounidenses (Society of American Engineers).
S_{be}	Esfuerzo de resistencia a la fatiga (1,000,000 ciclos)
S'_f	Coficiente de resistencia a la fatiga
Si	Símbolo del Silicio.
σ -N	Curva esfuerzo-número de ciclos (Curva de Wöhler).
S_o	Nivel de esfuerzos (Método Dixon-Mood).
Tenifer	Proceso de nitruración.
TF1	Baño de sales nitrurantes de proceso <i>Tenifer</i> .
Tufftride	Proceso de nitruración.
V	Símbolo del Vanadio.
X40CrMoV-51	Nomenclatura alterna de AISI H13



LISTA DE FIGURAS

FIGURA	PAG.
Figura 1.1 Diagrama de Fases Fe-N. Tomada de ASM Handbook Volumen 4A, (2013).	5
Figura 1.2 Esquema de la sección transversal en la zona nitrurada de un componente ferroso. Se muestra la capa de compuestos y la zona de difusión con sus posibles constituyentes y principales aplicaciones. Tomada de ASM Handbook Vol. 4A (2013).	8
Figura 1.3 Efecto de los elementos aleantes en la dureza después del proceso termoquímico de nitruración. Aleación base: 0.35% C, 0.30% Si, 0.70% Mn (Thelning, 1984).	10
Figura 1.4 Efecto de elementos aleantes en la profundidad de nitrurado medido a una dureza de 400HV. El nitrurado se llevó a cabo a una temperatura de 520 °C durante 8 horas (Thelning, 1984).	11
Figura 2.1 Diferentes fases de la vida a la fatiga y factores relevantes (Barsom, 2009).	16
Figura 2.2 Sección transversal de una microgrieta (Fuchs & Stephens, 1980).	18
Figura 2.3. Imagen representativa de curva S-N para la mayoría de materiales ferrosos, mostrando los principales periodos de fatiga de bajo y alto número de ciclos y aproximadamente el número de ciclos a los cuales suele encontrarse el límite de fatiga.	19
Figura 2.4 Esquema comparativo de la variación del límite de fatiga del acero grado herramienta de trabajo en caliente X40CrMoV-51 a temperaturas entre RT y 600 °C a 2×10^6 ciclos- Tomada de R. Yesildal et al. (2002).	21
Figura 3.1 Curva P-h típica para un indentador Berkovich, en donde h_r es la profundidad residual de la huella impresa, h_{max} es la profundidad original del indentador en el espécimen a carga máxima P_{max} , h_e es el desplazamiento elástico durante la descarga y h_a es la distancia desde la orilla de inicio de contacto hasta la superficie del material a carga máxima (J.M. Meza et al., 2008).	28
Figura 3.2 Nano indentador marca CSM.	29



Figura 3.3 Probeta escala de la estándar según norma ASTM E8/E8M-09.	30
Figura 3.4 Probetas de tensión axial de condiciones a) 1AP, b) 1SP, c) 1A y d) 1S.	30
Figura 3.5 Máquina universal de pruebas mecánicas marca <i>INSTRON</i> modelo 8502.	31
Figura 3.6 Probeta a de fatiga mecánica para especificaciones de máquina <i>Fatigue Dynamics RBF-200HT</i> .	32
Figura 3.7 Imágenes de probetas de fatiga mecánica en acabado espejo después de proceso de lijado y pulido.	33
Figura 3.8 a) Imagen de algunas muestras después de los diferentes procesos, el conjunto de probetas a la izquierda son 1S y a la derecha 7S. b) Imagen de probeta condición 7S después del proceso de limpieza.	33
Figura 3.9 Micrómetro laser <i>Mitutoyo LSM-512S</i> y módulo de control.	34
Figura 3.10 Máquina para ensayo de fatiga por viga rotatoria en voladizo <i>Fatigue Dynamics RBF-200HT</i> .	35
Figura 3.11 a) Microscopio estereoscópico marca <i>LEICA</i> . b) Microscopio de barrido electrónico marca <i>JEOL</i> modelo <i>JSM-6490LV</i> .	36
Figura 4.1 Micrografía de acero AISI H13 nitrurado a 580°C durante 1 h. a) Enfriado en aire, b) Enfriado en aire y acabado pulido. Magnificación a 100X.	41
Figura 4.2 Micrografía de acero AISI H13 nitrurado 580°C durante 1 h. a) Enfriado en sales. b) Enfriado en sales y pulido. Magnificación 100X.	42
Figura 4.3 Micrografías del acero AISI H13 nitrurado a 580°C durante 7 h. a) Enfriado en aire, b) Enfriado en aire más pulido. Magnificación 50X.	43
Figura. 4.4 Micrografía de acero AISI H13 nitrurado a 580°C durante 7 horas. A) Enfriado en sales, b) Enfriamiento en sales y acabado pulido. Magnificación 50X.	44
Figura 4.5 Perfil de dureza para las condiciones de nitrurado a) Tiempo de exposición 1 hora, b) Tiempo de exposición 7 horas.	46
Figura 4.6 Curvas σ - ϵ del acero AISI H13 bonificado y nitrurado.	48



Figura 4.7 Fractografía de probeta de acero AISI H13. a) Magnificación de 25X, b) detalle de zona fibrosa, magnificación 500X.	52
Figura 4.8 Fractografía de probeta de acero AISI H13 (1A) a una magnificación de 16X.	53
Figura 4.9 Fractografía de probeta de acero AISI H13 (1AP) a una magnificación de 16X.	54
Figura 4.10 Fractografía de probeta de acero AISI H13 (1S) a una magnificación de 16X.	55
Figura 4.11 Fractografía de probeta de acero AISI H13 (1SP) a una magnificación de 16X.	56
Figura 4.12 Fractografía de probeta de acero AISI H13 (7A) a una magnificación de 16X.	57
Figura 4.13 Fractografía de probeta de acero AISI H13 (7AP) a una magnificación de 16X.	57
Figura 4.14 Fractografía de probeta de acero AISI H13 (7S) a una magnificación de 16X.	58
Figura 4.15 Fractografía de probeta de acero AISI H13 (7SP) a una magnificación de 16X.	59
Figura 4.16 Detalle de zona granular a magnificación de 500X de condiciones a) 1AP, b) 1SP, c) 7AP, d) 7SP.	60
Figura 4.17 Detalle de inicio de grieta a magnificación de 500X de condiciones a) 1AP, b) 1SP, c) 7AP, d) 7SP.	61
Figura 4.18 Imágenes obtenidas mediante MBE a una magnificación de 2000X de las condiciones a) 1A, b) 1AP, c) 7S y d) 7SP.	63
Figura 4.19 Curvas σ -N obtenidas mediante el ensayo de fatiga en viga rotatoria para las condiciones 1S y 7S.	65
Figura 4.20 Curvas σ -N linealizadas para norma ASTM E739-10 obtenida para condición 1S y 7S.	70
Figura 4.21 Prueba método de escalera para determinar esfuerzo límite de fatiga de condición 1S.	71
Figura 4.22 Prueba método de escalera para determinar esfuerzo límite de fatiga de condición 7S.	72
Figura 4.23 a) Fractografía de la probeta 1S sometida a fatiga a un nivel de 786 MPa. Magnificación 12.5X. b) Fractura intergranular, magnificación 500X. Magnificación detalle 2000X, c) Inicio de grieta, magnificación 500X. Magnificación de detalle 2000X.	76
Figura 4.24 a) Fractografía de la probeta 7S sometida a fatiga a un nivel de 814 MPa.	78



Magnificación 12.5X. b) Fractura intergranular, magnificación 500X. Magnificación detalle 2000X, c) Inicio de grieta, magnificación 500X. Magnificación de detalle 2000X.

Figura 4.25 a) Fractografía de la probeta 1S sometida a fatiga a un nivel de 486 MPa. **80**

Magnificación 12.5X. b) Fractura intergranular, magnificación 500X. Magnificación detalle 2000X, c) Inicio de grieta, magnificación 500X. Magnificación de detalle 2000X.

Figura 4.25 a) Fractografía de la probeta 7S sometida a fatiga a un nivel de 515 MPa. **81**

Magnificación 12.5X. b) Fractura intergranular, magnificación 500X. Magnificación detalle 2000X, c) Inicio de grieta, magnificación 500X. Magnificación de detalle 2000X.



LISTA DE TABLAS

TABLA	PAG.
Tabla 1.1 Métodos utilizados para endurecimiento superficial del acero. Tabla tomada de (Pye, 2003).	3
Tabla 1.2 Partes automotrices a las cuales el proceso termoquímico de nitruración en sales fundidas les aportó mejor desempeño para condiciones de servicio que otros procesos termoquímicos (A.S.M. Handbook Vol. 4A, 2013).	12
Tabla 3.1 Composición química del acero AISI H13. % wt.	24
Tabla 3.2 Condiciones de nitruración, enfriamiento y acabado en el acero AISI H13 nitrurado.	25
Tabla 4.1 Espesores de fases y zona de difusión en el acero AISI H13 nitrurado.	44
Tabla 4.2 Propiedades obtenidas de las curvas σ - ϵ de Acero AISI H13 nitrurado.	49
Tabla 4.3 Ecuaciones de relación propiedades mecánicas tensiles-límite de fatiga.* Para mayor referencia véase (Lalanne, 2009).	50
Tabla 4.4 Resultados de estimación del límite de fatiga para las condiciones de modificación superficial del acero AISI H13 mediante la ecuación de (Lequis et al., 1933).	51
Tabla 4.5 Valores de exponente de resistencia a la fatiga, coeficiente de resistencia a la fatiga y porcentaje de confiabilidad de condiciones 1S y 7S.	68
Tabla 4.6 Límite de fatiga estimados mediante método de escalera para condición 1S, 7S y H13 (R. Yesildal, 2002).	75



RESUMEN

En el presente trabajo se estudia el desempeño bajo condiciones de fatiga mecánica del acero AISI H13 nitrurado utilizando la curva σ -N y el límite de fatiga. El acero AISI H13 se sometió al proceso de nitruración en baño de sales (proceso TENIFER) durante 1 y 7 horas. Para evaluar el desempeño mecánico del nitrurado se utilizaron dos medios de enfriamiento (en aire y en sales oxidantes) y un pulido superficial por perla de vidrio. Las probetas nitruradas se trabajaron metalográficamente para determinar los espesores de compuestos, zona de difusión y características físicas del sistema. Los máximos espesores obtenidos para las zonas de compuestos y de difusión para 7 h fueron de 9 y 130 μm , respectivamente. Mediante indentación instrumentada se determinaron los perfiles de dureza para las ocho condiciones nitruradas, obteniéndose una dureza máxima alrededor de los 14 MPa. Bajo la norma ASTM E8/E8M se obtuvieron las curvas σ - ϵ para el acero AISI H13 nitrurado. Los resultados mostraron que las condiciones nitruradas reducen la tenacidad del material e incrementa el módulo de elasticidad del acero AISI H13. Entre las condiciones de 1 y 7 h de nitrurado, la tenacidad es mayor en las ultimas; el efecto del pulido por perla de vidrio parece reducir su desempeño en condiciones estáticas. Se estimó el límite de fatiga mediante la relación empírica de Lequis et al., tomando las propiedades mecánicas obtenidas en las pruebas de tensión. Se desarrollaron las pruebas de fatiga en viga rotatoria a las condiciones 1S y 7S que son las que presentaron un incremento en el límite de fatiga estimado por la ecuación de Lequis et al. Se utilizó la norma ASTM 739 y el método de escalera para realizar las pruebas de fatiga en viga rotatoria. Para las condiciones de 1S y



**INSTITUTO POLITÉCNICO NACIONAL
ESCUELA SUPERIOR DE INGENIERÍA MECÁNICA Y ELECTRICA
SECCIÓN DE ESTUDIOS DE POSGRADO E INVESTIGACIÓN**



7S se determinó un límite de fatiga de 477 y 507MPa, respectivamente. Los límites de fatiga determinados para las condiciones nitruradas del acero H13 presentan un aumento entre 10 y 15% en comparación con el obtenido por Yesildal (2002) para el acero H13. Finalmente, se realizó un estudio fractográfico para las pruebas de tensión y fatiga.



ABSTRACT

In this work, nitrided AISI H13 hot work tool steel is studied under conditions of mechanical fatigue. σ -N curve and fatigue limit are determined. The AISI H13 was submitted to salt bath nitriding process (TENIFER) during 1 y 7 h. Two methods of cooling (in air and oxidizing salts) and surface polished were used to evaluate the mechanical performance of nitriding steel. The thicknesses of compounds, diffusion zone and physical characteristics of the system were determined by optical microscopy. The maximum thickness obtained for compounds and diffusion zones for 7 h were 9 and 130 microns, respectively. Hardness profiles are made for conditions nitrided by instrumented indentation, obtaining a maximum hardness around 14 MPa. Curves σ - ε for nitriding steel were obtained base on the ASTM E8/E8M. The results showed that the nitrided conditions reduce the toughness and increases the Young's modulus of steel AISI H13. For conditions 1 and 7 h, the tenacity is greater in the last; the effect of polishing seems to reduce their performance in static conditions. The fatigue limit is estimated by Lequiz equation taking the mechanical properties obtained in stress tests. 1S and 7S conditions were studied under fatigue due to higher fatigue limit estimated by Lequiz et al. equation. The finite region and fatigue limit were determined by ASTM 739 standard and stair case method. The fatigue limits were founded at 477 and 507 MPa for 1S and 7S, respectively. Fatigue limits for nitriding H13 show an increase between 10 and 15% compared to that obtained by Yesildal (2002) for H13 steel. Finally, a fractographic study was developed in tensión and fatigue specimens.



INTRODUCCIÓN

Cuando los componentes y estructuras están sometidos a cargas cíclicas, los estudios de fatiga de materiales son de gran importancia para que los diseños cumplan con los requerimientos de forma óptima. Los componentes y estructuras son diseñados para alcanzar la mayor resistencia a la fatiga posible con el fin de tener diseños más esbeltos, ligeros y apropiados para determinadas aplicaciones. Por las altas solicitudes de los elementos ingenieriles, las modificaciones superficiales se han hecho importantes en el diseño de los mismos, ya que pueden incrementar sus propiedades a la fatiga, desgaste, corrosión y desencadenar en un mayor rendimiento mecánico. Un tratamiento que ha mostrado resultados bastantes satisfactorios para su aplicación en componentes ferrosos ha sido la nitruración, tanto para aplicaciones corrosivas y/o tribológicas mediante su principal constituyente, la fase ϵ (compuesto $Fe_{2-3}N$), o en el caso de las aplicaciones de fatiga mecánica es muy buscada la formación de la zona de difusión siendo generalmente sus principales constituyentes la fase γ' y α'' (compuestos Fe_4N y $Fe_{16}N_2$). En el presente trabajo se utiliza el acero AISI H13 por su facilidad de nitruración debido a sus elementos aleantes. En el trabajo se evalúan dos tiempos de nitruración y dos modos de enfriamiento, así como el efecto de pulido por perla de vidrio. El nitrurado se realiza en sales oxidantes mediante el proceso *TENIFER* y se selecciona la condición que aporte el mejor desempeño a fatiga estructural.

El presente trabajo consta de los siguientes capítulos:



En el capítulo I se aborda el proceso termoquímico de nitruración. Posteriormente se describirán de manera sucinta las características y propiedades de las fases formadas en los aceros por nitruración y finalmente se mencionarán las características de la nitruración líquida (baño de sales) utilizada en este trabajo. Se revisan las aplicaciones de este proceso en aceros, haciendo énfasis en aceros grado herramienta.

En el capítulo II se mencionan las principales características y razones por las que la fatiga es un tema importante a estudiar y a tomar en cuenta en el diseño mecánico. Se mencionan las fases presentes en la vida a la fatiga de los materiales, los principales factores que influyen en la vida a la fatiga y finalmente se mencionarán las características y comportamientos de los aceros grado herramienta sometidos al fenómeno de fatiga.

En el capítulo III se describen las condiciones experimentales de las técnicas utilizadas para el desarrollo de la presente investigación. Se describen las condiciones de nitruración, pruebas de tensión, pruebas de indentación instrumentada, la forma en que se determinaron las curvas σ -N y fractografía.

En el capítulo IV se estudiará la formación de las dos principales zonas de nitruración formadas durante el proceso; Se presentan las micrografías de las ocho diferentes condiciones experimentales de acero AISI H13 nitrurado. Se presentan los resultados de las pruebas de tensión y fatiga. Se analizan las curvas σ - ϵ , las curvas σ -N, se determinan los límites de fatiga y se estudian los mecanismos de fractura producidos en las probetas sometidas a tensión y fatiga.



ANTECEDENTES

El tratamiento termoquímico de nitruración se comenzó a utilizar a inicios de la década de 1920, pero su desarrollo y aplicación en la industria comenzó en Europa durante la segunda guerra mundial en Alemania; se buscaba mejorar las propiedades mecánicas de componentes de aplicación militar por medio de la nitruración gaseosa.

El proceso de nitruración basado en sales se desarrolló en este mismo país en la década de 1960 en donde Degussa Einteilung Durferrit, propone el proceso Tenifer o Tufftride el cual obtuvo gran aceptación. La Sociedad de Ingenieros Automotrices (SAE por sus siglas en inglés) designó al proceso como AMS 2755, destacándose por su bajo costo y menores tiempos de nitruración en comparación con el proceso en medio gaseoso.

El tratamiento termoquímico de nitruración por medio de sales es de interés debido a que en materiales ferrosos presenta principalmente 3 fases, siendo ϵ (Fe_{2-3}N), γ' (Fe_4N) y α'' (Fe_{16}N_2) formadas por compuestos conocidos como nitruros de hierro.

Existen diversas investigaciones sobre el nitrurado en sales, una que tiene relevancia por el proceso es la realizada por Martínez (2013), que enfocó el proceso en aleaciones ferrosas y a su consecuente caracterización superficial.

Los nitruros de hierro que componen la capa blanca proporcionan al acero mejoras en las propiedades mecánicas, como por ejemplo una mayor resistencia al desgaste y a la corrosión (López, 2013). Sin embargo, la zona restante conocida como de difusión en aceros aleados está constituida por una solución sólida de nitrógeno en hierro y nitruros formados por elementos que tienen afinidad con el nitrógeno (que en otros procesos son



responsables de también formar carburos), mejorando sustancialmente las propiedades a la fatiga del material.

La mayoría de las investigaciones realizadas en aceros grado herramienta (Ben, 2012; Kugler, et al., 2006; Şeyda et al., 2012) se enfocan en estudios sobre la resistencia al desgaste y buscan el mayor aumento de la dureza por medio de la formación de la fase ϵ , que es el principal constituyente de capa de compuestos y ubicada superficialmente. Cabe mencionar que estos estudios se han realizado en procesos alternos de nitruración como iónica, gaseosa entre otros.

Existen pocas investigaciones enfocadas a fatiga. Kundalkar et al. (2015) se enfocó a mejorar las propiedades de un acero grado herramienta para trabajo en caliente en relación a la resistencia a la fatiga térmica y por contacto mediante un proceso de nitruración gaseosa. Un trabajo destacada, es el de Yesildal et al. (2002) en el que estudiaron el comportamiento de un acero homologado al acero AISI H13 sometido a fatiga mecánica a diferentes condiciones de temperatura pero sin modificación superficial alguna.

Debido a que no existe información importante con respecto al AISI H13 nitrurado y sometido a condiciones de fatiga, se plantea este estudio considerando los modos de enfriamiento al aire y en sales oxidantes.



JUSTIFICACIÓN

Los aceros grado herramienta para trabajo en caliente son fabricados para operar eficientemente a alta temperatura, la cual exige a estos aceros una gran demanda a sus propiedades mecánicas. Dependiendo de la aplicación a la que esté sometido, el acero AISI H13 presenta una buena relación de propiedades mecánicas-aplicación. Las aplicaciones más comunes para estos aceros son corte en caliente, extrusión y forja. En particular el acero H13 está aleado con cromo, molibdeno, vanadio y silicio, estos elementos aleantes le proporcionan una buena resistencia a la corrosión, estabilidad a altas temperaturas y templabilidad e incluso posee buena resistencia al desgaste. Someter al acero H13 a nitruración es un proceso común para otorgarle una mejor resistencia al desgaste. Sin embargo, la ocurrencia de cargas cíclicas en elementos fabricados con este acero es común en operación produciendo agrietamientos por daño acumulado y la eventual fractura.

Sin embargo, existen pocos estudios de la aplicación del proceso de nitruración para prolongar la vida a la fatiga de este acero para herramienta; por esta razón se propone una investigación en donde se determine la profundidad de penetración, el efecto del medio de enfriamiento y el proceso de acabado superficial, para incrementar el tiempo de vida a fatiga.



OBJETIVO GENERAL

Estudiar el comportamiento bajo condiciones de fatiga en un acero H13 nitruración en sales mediante flexión en viga rotatoria para seleccionar el tiempo de tratamiento, modo de enfriamiento y profundidad de zona de difusión que ofrezca mayor vida a fatiga.

OBJETIVOS PARTICULARES.

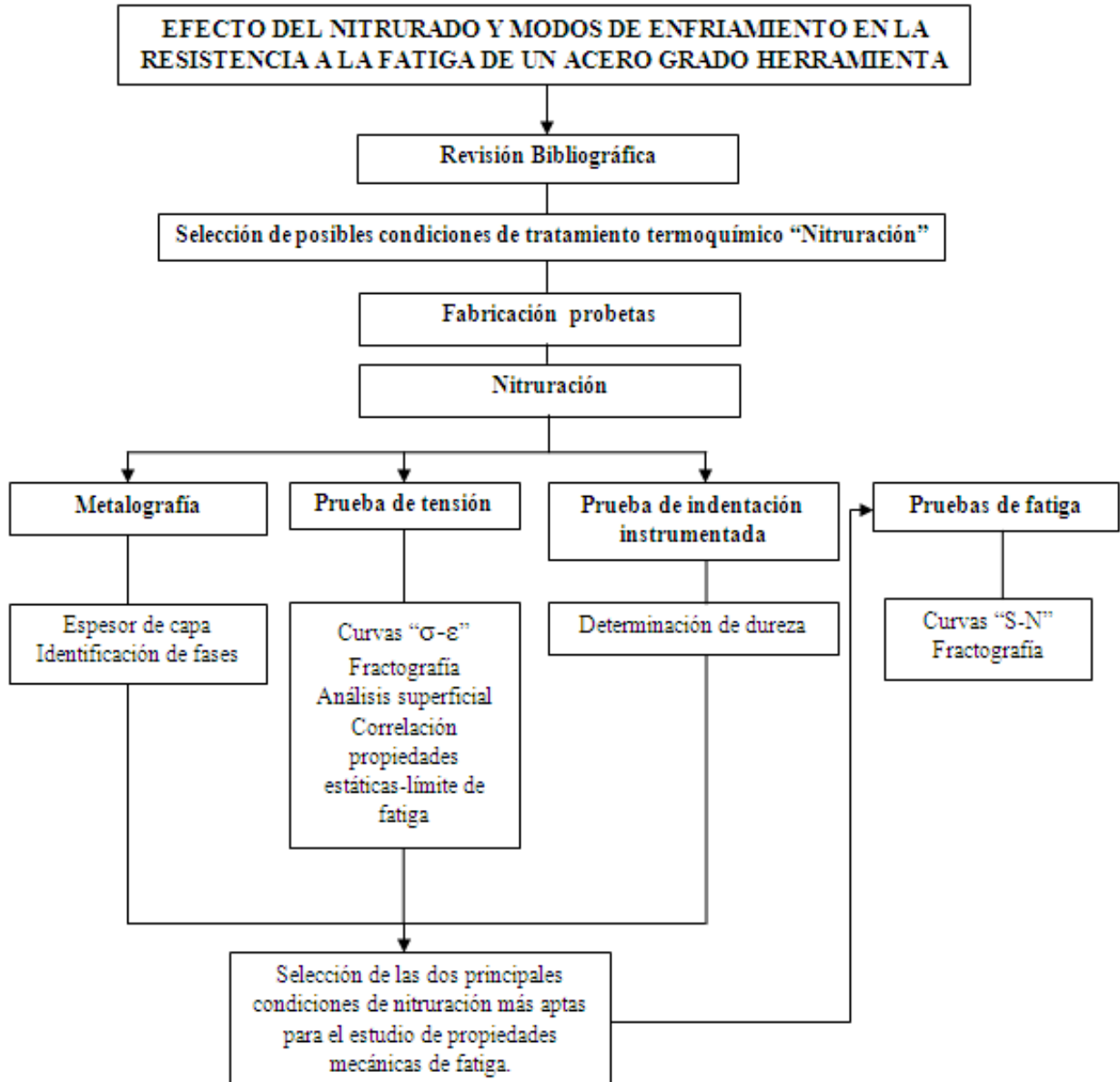
1. Endurecer el acero AISI H13 por medio del tratamiento termoquímico de nitruración en sales oxidantes TENIFER para mejorar sus propiedades superficiales mediante una capa de compuestos y zona de difusión.
2. Caracterizar los nitruros formados en el acero AISI H13 mediante microscopia óptica para identificar morfología y zonas del sistema capa/substrato.
3. Indentar los nitruros formados en el acero AISI H13 mediante indentación instrumentada Berkovich para determinar su dureza característica de las zonas de compuestos y difusión.
4. Obtener las curvas esfuerzo-deformación del acero AISI H13 bonificado y nitrurado mediante ensayos de tensión para estimar el efecto del tiempo y modo de enfriamiento en la nitruración, y pulido con perla de vidrio en las propiedades mecánicas estáticas.



5. Estimar el límite de fatiga mediante la relación propiedades estáticas/límite de fatiga para establecer las condiciones que incrementan mayormente el límite de fatiga.
6. Determinar las curvas σ -N correspondientes del acero AISI H13 nitrurado en las condiciones más favorables del punto anterior mediante el ensayo de fatiga por flexión en viga rotativa en voladizo, para establecer la región finita y el límite de fatiga real e intervalo de confianza.
7. Estudiar la fractura producida en las probetas de tensión y fatiga mediante microscopia electrónica de barrido para determinar los mecanismos de fractura característicos en función de las condiciones de modificación superficial.



ESTRUCTURA DEL TRABAJO.





METODOLOGÍA

La metodología y el planteamiento del proyecto se explican detalladamente a continuación:

1. El proceso de nitruración en baño de sales se realizó mediante el proceso llamado *TENIFER* (Durferrit GmbH).
 - a) Los tiempos de tratamiento son de 1 y 7 h. Para estudiar el efecto de los modos de enfriamiento en la nitruración del acero se manejó un enfriamiento en aire y enfriamiento en sales oxidantes durante 1 h a 380 °C. Posterior al tratamiento de nitruración y al enfriamiento, se aplicó un pulido con perla de vidrio de 0.5 mm de diámetro aproximadamente.
 - b) Se realizaron cortes de 5 mm de espesor en secciones cilíndricas de 12.7 mm de diámetro del acero AISI H13 utilizando una cortadora *Buehler*. Posteriormente, se prepararon superficialmente con papel lija de SiC hasta grado 1000.
2. Para preparación metalográfica se siguieron los lineamientos de las normas ASTM E7-03 y ASTM E3-11.
 - a) Se utilizaron la cortadora de precisión Leco Modelo CV-50, la montadora *Leco* modelo *PR-32*, una lijadora manual *Buehler* modelo *HandiMet*, una pulidora eléctrica para metalografías marca EXTEC. El pulido se realizó con silica coloidal diluida en alcohol.



- b) El ataque químico se realizó considerando la norma ASTM E407-07 utilizando “Nital” y se identifica con el número 74 en la norma antes mencionada.
 - c) Para la observación metalográfica y medición de espesores de la zona de compuestos y de difusión se empleó un microscopio óptico Olympus y el software Image Pro-Plus v6.0.
3. Para la obtención de la dureza, se realizaron perfiles de indentación instrumentada. Para cada indentación se realizaron al menos tres réplicas para considerar confiables los valores obtenidos.
- a) Se utilizó un equipo de nanoindentación marca *CSM Instruments* con una punta de indentación piramidal tipo Berkovich. La prueba se llevó a cabo utilizando un avance de penetración de 100 mN/min hasta alcanzar una carga máxima de 50mN y reteniendo la carga durante 10 s seguido de la descarga.
 - b) Se obtuvieron los datos de dureza a distintas profundidades caracterizando así un perfil de la zona nitrurada.
4. Los ensayos de tensión se utilizarán para caracterizar y comparar el efecto de las condiciones de nitrurado del acero AISI H13 y obtener datos estimados de límite de fatiga para cada condición.
- a) El acero AISI H13 y en sus condiciones endurecidas fueron caracterizados por pruebas de tensión siguiendo los lineamientos de la



norma ASTM E8/E8M-09. Las dimensiones de la probeta de tensión son las siguientes: $G=24\pm 0.1$, $D=6.0\pm 0.1$, $R=6$, $A=30$ mm.

- b) Las pruebas de tensión se realizaron con una máquina universal de pruebas mecánicas marca *INSTRON* modelo 8502 y se utilizó un avance de 0.015 ± 0.006 mm/min correspondiente al Tipo B.
 - c) Se caracterizaron las propiedades mecánicas tensiles de las ocho condiciones propuestas.
 - d) Se obtuvieron estimaciones del límite de fatiga mediante la ecuación de Lequis et al.
5. Los ensayos de fatiga se utilizaron para caracterizar el comportamiento a fatiga mecánica de dos condiciones seleccionadas a partir de un estudio completo de propiedades mecánicas macro y microscópicas, así como de otros datos obtenidos en el estudio.
- a) Las probetas de fatiga mecánica se fabricaron siguiendo los lineamientos del manual de la máquina *RBF-200HT* de *Fatigue Dynamics* y de la norma ASTM E606/E606M-12.
 - b) Las probetas para fatiga mecánica se fabricaron en torno CNC a partir de una barra de acero grado herramienta AISI H13 de 13mm de diámetro, se seleccionó el proceso de torneado CNC. Posterior al maquinado, las probetas se sometieron a un proceso de pulido para evitar concentradores de esfuerzos. El proceso se realizó en torno convencional y se utilizó lija de papel de SiC en grado ISO/FEPA 280 a 2000 y después de ello se



utilizaron esponjas abrasivas de 3M grado 3000 y 5000. Para el proceso de pulido se utilizaron lienzos de microcloth y pasta de diamante con secuencia de tamaño de partícula de 9, 6, 3, 1 y 0.25 μm .

- c) Al terminar el proceso pulido se realizó el proceso de nitrurado de las dos condiciones seleccionadas previamente.
 - d) Debido a la cantidad de residuos existente sobre la superficie a interés en las probetas fue necesario someterlas a un proceso de limpieza de la superficie, el cual se realizó mediante alcohol etílico y paño de microcloth.
 - e) Las pruebas de fatiga se utilizando una máquina para pruebas de fatiga mecánica tipo viga en voladizo por flexión rotatoria marca *Fatigue Dynamics* modelo *RBF-200HT*. El ensayo de fatiga mecánica se llevó a cabo a una velocidad de 6,000 r.p.m. para poder comparar los parámetros conocidos en cuanto a curva σ -N y límite de fatiga del acero AISI H13.
 - f) Se determinaron las curvas σ -N de ambas condiciones y se obtuvieron las propiedades mecánicas dinámicas del material.
6. Las fractografías de tensión y fatiga, así como el análisis superficial se realizaron utilizando un microscopio óptico estereoscópico marca *LEICA* y un microscopio de barrido electrónico que obtiene imágenes de alta definición mediante electrones electrodispersados, marca *JEOL* modelo *JSM-6490LV*.



CAPÍTULO I

TRATAMIENTO TERMOQUÍMICO DE NITRURACIÓN

En este capítulo se aborda a detalle el proceso termoquímico de nitruración; se describen otros tipos de tratamientos y recubrimientos. Posteriormente se describirán de manera sucinta las características y propiedades de las fases formadas en los aceros por nitruración y finalmente se mencionarán las características de la nitruración líquida (baño de sales) utilizada en este trabajo. Se revisarán las aplicaciones de este proceso en aceros, haciendo énfasis en aceros grado herramienta.

1.1 Métodos de endurecimiento superficial

Actualmente los requerimientos de calidad en componentes y materiales se han incrementado debido a condiciones de servicio más severas. Esto ha desencadenado la investigación exhaustiva de diversos tipos de aleaciones con el fin de modificar sus propiedades físicas, químicas y mecánicas mediante procesos de endurecimiento superficial. (Callister, 2013; Mangonon, 1999).

El endurecimiento superficial de los materiales cuenta con una gran variedad de técnicas para modificar las propiedades del material base (substrato) o sólo promover la formación de una capa superficial sin mayor interacción con el material base. La finalidad es mejorar la resistencia al desgaste, y la vida por fatiga mecánica, por ejemplo.



El endurecimiento superficial del acero tiene ventajas sobre el proceso de templado en aceros de bajo y medio contenido de carbono debido a que pueden ser endurecidos superficialmente sin problemas de deformaciones y agrietamiento asociado con el templado de secciones de grueso calibre. En el caso de los aceros aleados el endurecimiento superficial mediante tratamientos termoquímicos además de presentar la ventaja de existir nula deformación geométrica y/o agrietamiento, también tienden a formar diversos compuestos con los elementos aleantes disueltos en la estructura cristalina del acero. La Sociedad Americana de Materiales (ASM), cataloga en 2 formas la manera de llevar a cabo el endurecimiento superficial.

- Métodos que promueven la acumulación o adición de una nueva capa de material intencionalmente.
- Métodos en los que se modifica el material superficialmente y sub-superficialmente sin ninguna acumulación de material sobre o sin aumento de dimensión alguno de la pieza.

Una diferencia notoria entre los métodos de adición de capa y los métodos de tratamiento de sustrato es que los primeros tienden a ser menos efectivos en relación a costos de producción en altos volúmenes; además, la resistencia a la fatiga tiende a verse limitada debido a que depende de la interacción entre capa y sustrato.

En el caso de los de tratamientos de sustrato, al existir una modificación en la composición química de la superficie con elementos como el boro, carbono y/o nitrógeno existe una compactación de la red cristalina (en el acero, por ejemplo)



obteniendo un endurecimiento superficial. Este tipo de método es altamente efectivo para endurecer superficialmente en alto volumen dependiendo del tipo de proceso a utilizar (Pye, 2003).

En la Tabla 1.1 se muestran los distintos procesos de endurecimiento superficial en aceros.

Tabla 1.1 Métodos utilizados para endurecimiento superficial del acero. Tabla tomada de Pye (2003).

Adición de capa.		Tratamiento de sustrato.	
<i>Endurecimiento superficial.</i>	<i>Recubrimientos.</i>	<i>Métodos de difusión.</i>	<i>Métodos de endurecimiento selectivo.</i>
Adición por fusión (soldadura)	Revestimiento electroquímico	Carburación	Endurecimiento por flama
Rociado térmico	Deposición química de vapor (CVD)	Nitruración	Endurecimiento por inducción
	Películas delgadas (Deposición física de vapor "PVD", pulverización catódica, sedimentación iónica) Mezcla iónica	Carbonitruración	Endurecimiento por laser
		Nitrocarburización	Implantación de Iones Carburización,
		Borurización	Nitruración y Borurización selectivas
		Difusión de Titanio-Carbono	Uso de arco eléctrico
		Proceso de difusión "Toyota"	



1.2 Nitruración

1.2.1 Procesos de nitruración

La nitruración es un proceso de difusión atómica de nitrógeno en la red cristalina de la superficie de los materiales, Se ha utilizado en materiales metálicos (aceros), con la finalidad de modificar sus propiedades mecánicas y químicas superficialmente. El proceso se realiza entre 480°C y 980°C (Pye, 2003) dependiendo del proceso de nitruración a utilizar. La nitruración se aplica en aceros con un contenido en porcentaje en peso de carbono que varía entre 0.2 y 0.6; y con elementos aleantes como el aluminio (Al), cromo (Cr), molibdeno (Mo) y vanadio (V) (Sergeson, 1977).

El contenido de carbono (C) no influye en la dureza final obtenida mediante el proceso de nitruración, pero si tiene una leve influencia en el espesor de capa de compuestos y zona de difusión, disminuyendo el espesor al ser mayor el porcentaje del carbono. En la Figura 1.1 se muestra el diagrama de fases Fe-N en donde se aprecian los distintos compuestos a formar en función de la temperatura y contenido de nitrógeno en hierro.

El proceso de nitruración se ha convertido en una herramienta que cada año cobra más importancia, esto debido a que se siguen ampliando sus aplicaciones en el campo e investigación y a que se han desarrollado un gran número de variantes del procedimiento (ASM Handbook Vol. 4A, 2013).

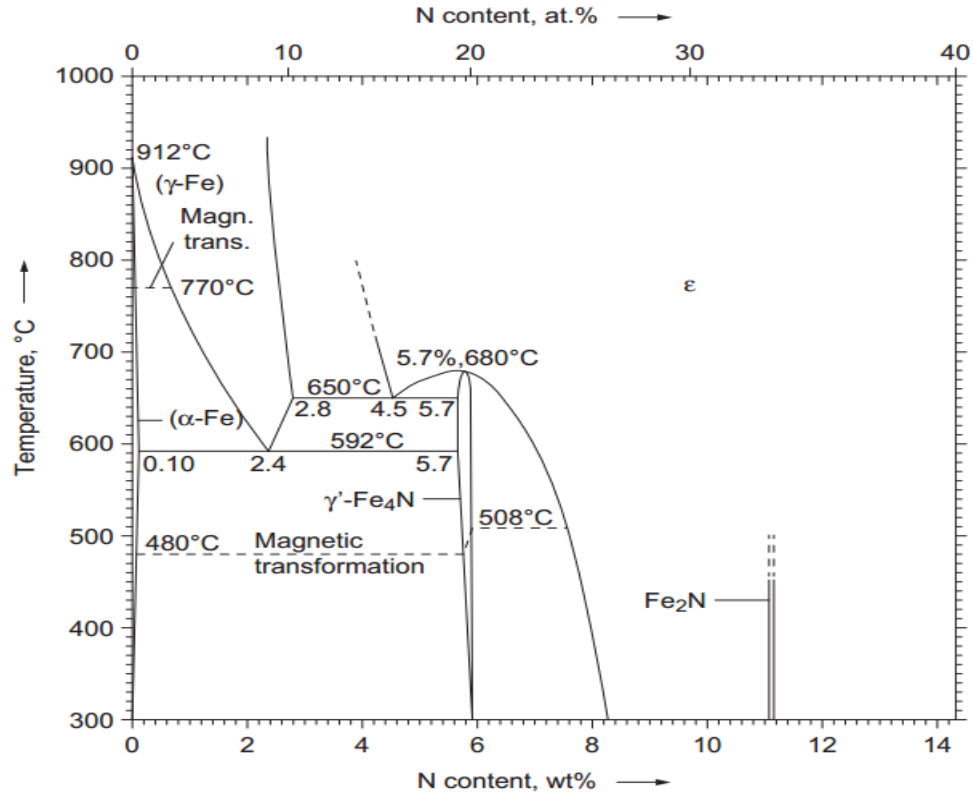


Figura 1.1 Diagrama de Fases Fe-N. Tomada de ASM Handbook Volumen 4A, (2013).

Existen diferentes métodos para depositar nitrógeno a nivel atómico en la superficie del acero, éstos son:

- Nitrurado por medio gaseoso (mezclas de gas $NH_3 - H_2$)
- Baño de sales “también llamada nitruración líquida” (utilizando cianatos y cianuros)
- Nitrurado por plasma (ionizando gases basados en mezclas de $NH_3 - H_2$).

En el caso de la nitruración a base de polvo (Mittemeijer et al., 1980) utilizó cianuro de calcio ($CaCN_2$), el cual libera NH_3 al reaccionar con H_2O . Por este método se ha



aplicado con éxito para investigación en laboratorio; sin embargo a la fecha no se le ha podido dar una aplicación práctica debido a los largos periodos necesarios para generar nitruros en un acero.

1.2.2 Nitruración líquida (Baño de Sales).

La nitruración en baño de sal fundida o también llamada nitruración líquida utiliza el mismo intervalo de temperatura de nitruración en medio gaseoso, entre 510 y 580 °C. El endurecimiento superficial es desarrollado en un medio que tiene alto contenido en nitrógeno (cianatos y cianuros). A diferencia de la carburación líquida y cianuración, en donde se utilizan compuestos similares para el proceso. La nitruración en baño de sales se realiza por debajo de la temperatura crítica del material manteniendo una estabilidad dimensional (A.S.M. Handbook Vol. 4A, 2013).

Además, la nitruración en baño de sales al ser un proceso de temperatura relativamente baja, añade más nitrógeno y menos carbono a los materiales ferrosos que los resultados obtenidos por difusión a mayor temperatura. Es posible realizar diversas modificaciones de propiedades al proceso de nitruración por baño de sales para poder aplicarse a una amplia variedad de aceros al carbono, de baja aleación, grado herramienta, inoxidable e hierros fundidos.

1.2.3 Nitruración en baño de sales mediante el proceso Tenifer.

El proceso de nitruración Tenifer deriva de la búsqueda de un proceso de nitruración más económico y de menor tiempo de proceso frente a otros tipos de proceso de nitruración.



El proceso de nitruración mediante baño de sales o nitruración líquida, consiste en una mezcla de sales de cianuro de sodio y cianuro de potasio, la composición utilizada en el proceso comprende entre el 60% y el 70% en peso de cianuro de sodio ($NaCN$), y del 30% al 40% en peso de cianuro de potasio (KCN). Este proceso requiere de precalentar el componente a nitrurar a $420\text{ }^{\circ}C$, después el componente es ingresado al baño de sales fundidas a $580\text{ }^{\circ}C$, por un periodo el cual depende directamente de la composición del material y el espesor de nitruración que se desea obtener. Durante el proceso, mientras el componente se encuentra sumergido en el baño de sales, se inyecta una corriente de aire desde la superficie hacia el interior, esto para agitar el baño y provocar una homogenización del baño de sales que interviene en el proceso, obteniendo como compuesto activo cianato de sodio ($NaCNO$), proveniente de la oxidación del cianuro de sodio ($NaCN$) (Futani, 2004).

1.3 Aplicaciones del proceso de nitruración

Las aplicaciones de la nitruración son variables y además, un campo bastante amplio. Sin embargo, cada tipo de proceso produce diferente homogeneidad de compuestos, espesores de capa y de zona de difusión para determinado material. La importancia de la nitruración se deriva del incremento de resistencia al desgaste, a la corrosión y a la fatiga. El incremento de las propiedades mecánicas antes mencionadas es debido a la alta dureza, los esfuerzos internos, y la composición química modificada en la zona de nitruración (A.S.M. Handbook Vol. 4A, 2013).

En materiales ferrosos durante el proceso de nitruración a temperaturas menores a 590 °C (dependiendo de la atmosfera de nitruración existente alrededor del componente, el contenido de carbono y de elementos aleantes), surgen las zonas indicadas en la Figura 1.2 y descritas a continuación:

- Capa de compuestos (con un espesor de 10µm), mayormente compuesta de nitruros de hierro, como γ' (Fe_4N) y ϵ ($Fe_{2-3}N$).
- Zona de difusión (espesor mayor a 100µm). En el caso de hierro puro o acero al carbono se forman nitruros de hierro en esta zona mediante un lento enfriamiento después de nitrurar. En el caso del acero que contiene elementos aleantes con afinidad por el nitrógeno (aluminio o cromo) se generan nitruros de estos elementos durante el proceso de nitruración.

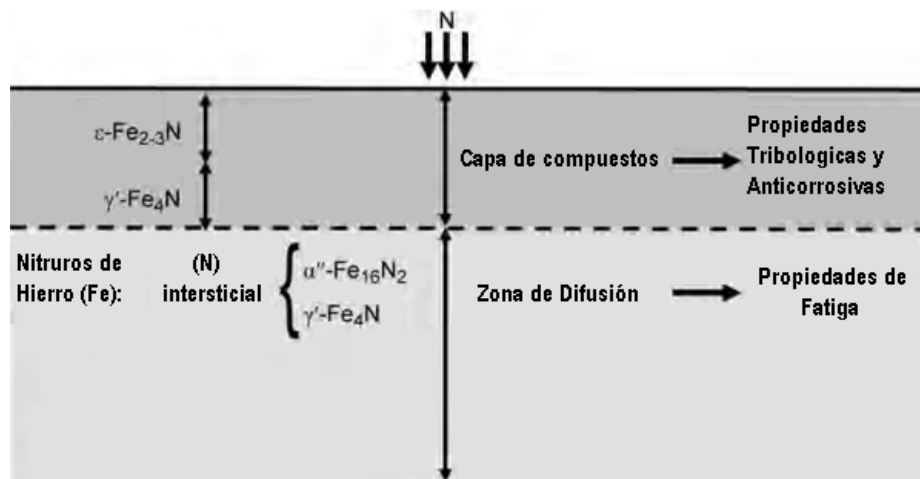


Figura 1.2 Esquema de la sección transversal en la zona nitrurada de un componente ferroso. Se muestra la capa de compuestos y la zona de difusión con sus posibles constituyentes y principales aplicaciones. Tomada de ASM Handbook Vol. 4A (2013).



Los aceros típicos para el proceso termoquímico de nitruración son los aceros de bajo carbono y bajo contenido de aleación. Sin embargo, el proceso es posible aplicarlo en aceros de medio y alto contenido de carbono con resultados metalúrgicos de aplicación industrial e investigación. Por lo tanto, es importante considerar el contenido de elementos aleantes existentes en el acero a nitrurar para obtener determinadas propiedades y comportamientos esperados en la aplicación. Diversos estudios muestran el efecto de los elementos aleantes en la dureza, los valores más altos de dureza se presentan junto a la existencia de varios elementos aleantes que presentándose solo uno. Igualmente, los elementos aleantes tienen una influencia importante en la profundidad de nitruración y las propiedades mecánicas después del proceso de difusión de nitrógeno. Por ejemplo, en la Figura 1.3 muestra el efecto de los elementos aleantes en la dureza, y en la Figura 1.4 muestra su influencia en la profundidad de nitruración. (Thelning, 1984).

El aluminio es el elemento químico que forma nitruros con las máximas durezas de entre todos los elementos aleantes (Val'skii et al., 1979; Krukovich, 2004). Sin embargo, es importante controlar sus cantidades y además debe estar acompañado de otros elementos aleantes como el V y el Cr para evitar capas nitruradas muy frágiles. El contenido de Al varía entre 1 y 1.5%, con mayor porcentaje presenta cambios en la dureza del material y propicia la presencia de fracturas en la superficie (Pye, 2001).

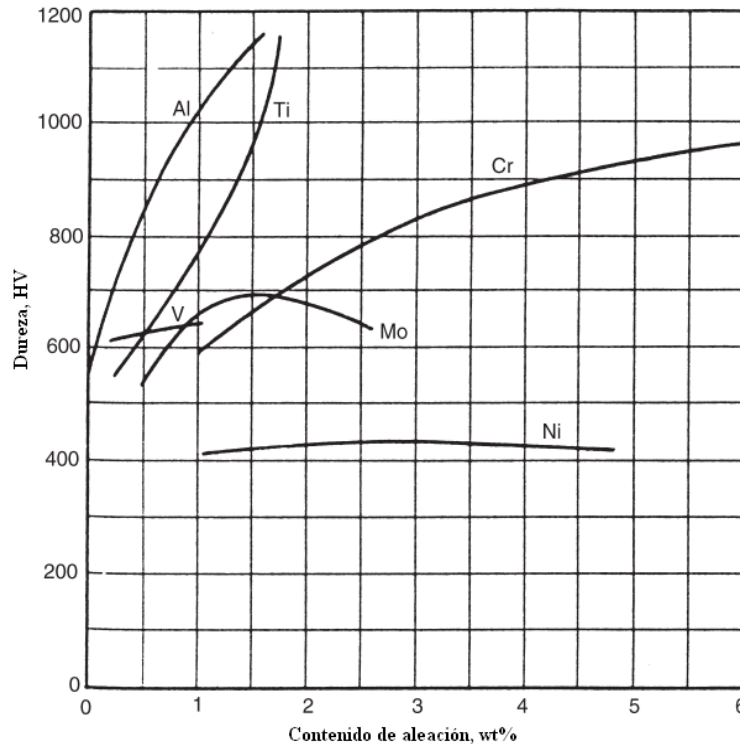


Figura 1.3 Efecto de los elementos aleantes en la dureza después del proceso termoquímico de nitruración. Aleación base: 0.35% C, 0.30% Si, 0.70% Mn (Thelning, 1984).

El molibdeno forma nitruros de dureza media, pero su importancia radica en la mejora de la tenacidad del sustrato y evita la fragilidad de la superficie de los aceros por altas temperaturas, ya que permite que tengan una estabilidad de la red cristalina cuando estos permanecen mucho tiempo a las temperaturas de tratamiento. En los aceros al carbono, el cromo y vanadio permiten una mayor homogeneidad de fases formadas (Jessner et al. 2009; Schwarz, 2014), disminuyendo estos la velocidad de difusión hacia el interior (Lightfoot y Jack, 1973). El cromo además es importante para formar nitruros estables a temperaturas relativamente bajas como la temperatura de proceso de nitruración en sales (510-580 °C). Sin embargo, un alto contenido en cromo (aceros inoxidables) provoca que estos sean difíciles de nitrurar.

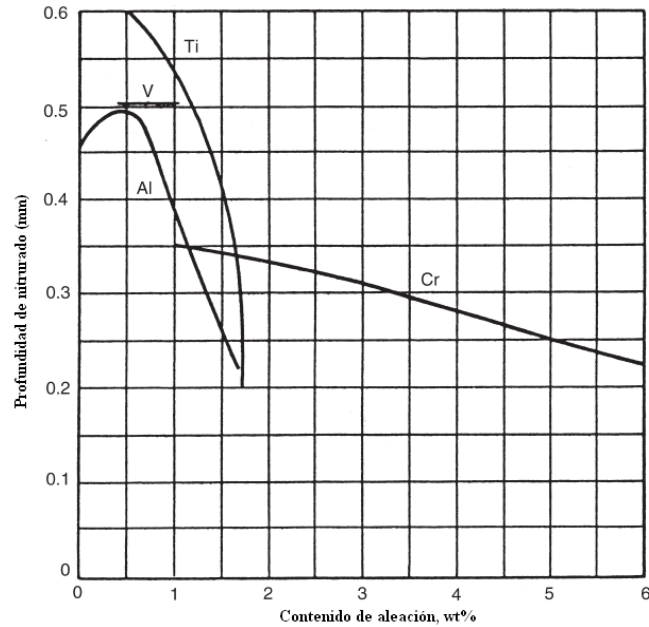


Figura 1.4 Efecto de elementos aleantes en la profundidad de nitrurado medido a una dureza de 400HV. El nitrurado se llevó a cabo a una temperatura de 520 °C durante 8 horas (Thelning, 1984).

En el caso del vanadio permite obtener nitruros estables, además de aportar una mejora en las propiedades mecánicas en granos de tamaño pequeño. El tungsteno promueve que el acero mantenga sus propiedades mecánicas a temperaturas de operación altas y dependiendo del contenido de este elemento en un acero nitrurado es capaz de operar a temperaturas de hasta 590 °C sin mostrar una caída apreciable en las propiedades mecánicas y con una mejora en la resistencia al desgaste.

El silicio se considera un elemento que tiene buena afinidad con el nitrógeno, formando fácilmente nitruros; pero aunque se presenta como un oxidante o un estabilizador en aceros, el volumen es bajo por lo que no se le considera como un fuerte generador de nitruros (Pye, 2003).



El tipo de proceso de nitruración utilizado dependerá del material y operación desempeñada por el componente. En general las propiedades de resistencia al desgaste, a la corrosión y a la fatiga son debidas a los distintos compuestos que se forman durante el proceso de nitruración. En la Tabla 1.2 se muestra las principales aplicaciones automotrices del proceso de nitruración líquida.

***Tabla 1.2** Partes automotrices a las cuales el proceso termoquímico de nitruración en sales fundidas les aportó mejor desempeño para condiciones de servicio que otros procesos termoquímicos (A.S.M. Handbook Vol. 4A, 2013).*

Componente	Requerimiento	Material y proceso originalmente usado	Problema resultante	Solución
Arandela de presión	Bronce y acero 1010 carbonitrurado.	Bronce y acero AISI 1010, carbonitrurado.	Bronce desgastado y deformado, acero deformado.	Acero AISI 1010 nitrurado por 90 minutos en baño de cianato-cianuro a 570°C.
Eje	Resistencia al desgaste en la zona estriada y el área de rodamientos.	Endurecido por inducción en las áreas requeridas.	Se requiere de una costosa inspección.	Nitrurado por 90 minutos a 570°C en un baño de sales fundidas de cianato-cianuro.
Base de asiento	Resistente al desgaste en la superficie.	Acero AISI 1020, Tratado con cianuro.	Distorsión, gran pérdida de resistencia.	Acero 1020 nitrurado durante 90 minutos en un baño de sales cianuro-cianato y templado en agua.
Eje de árbol de levas	Resistente a la corrosión por agua en la superficie y debe mantener la geometría.	ACERO AISI 1045,	Operaciones y material costosos	Uso de acero AISI 1010 nitrurado en baño de sales fundidas de bajo cianuro por 90 minutos a temperatura de 570 a 580°C.



1.3.1 Nitruración en aceros grado herramienta para trabajo en caliente y fatiga.

Los aceros grado herramienta para trabajo en caliente se utilizan para fabricar herramientas que estarán sometidas a temperaturas de trabajo superiores a los 200 °C. Debido a las condiciones de operación, estos aceros deben soportar cargas y esfuerzos térmicos que se derivan del continuo contacto entre las herramientas durante el proceso de conformado y además alta resistencia a la formación de grietas. Dentro de sus principales características están la buena resistencia y tenacidad en caliente, alta estabilidad dimensional, resistencia a altas temperaturas, al desgaste, a la erosión y oxidación a alta temperatura, así como buena resistencia al revenido. Debido a su contenido de elementos aleantes, toda esta serie de aceros pueden directamente tratarse termoquímicamente mediante nitruración en baño de sales, nitruración gaseosa y nitruración iónica.

Las aplicaciones típicas de estos aceros grado herramienta para trabajo en caliente son:

- Aceros para moldes de plástico.
- Aceros para alta presión moldes de fundición a presión.
- Aceros para herramientas de conformación en frío.
- Aceros para la forja en caliente.
- Aleaciones de acero para la extrusión en caliente.

Diversos estudios se han realizado al acero H13 nitrurado, Şeyda et al., (2012) realizaron la caracterización microestructural de un acero grado herramienta AISI H13 nitrurado por medio gaseoso de doble etapa. Los exámenes microscópicos revelan una capa de compuestos, zona de difusión y substrato; Se formó una capa blanca de espesor



5 μm , la zona de difusión comprende 70- 80 μm con menor concentración de nitrógeno, ambas zonas con presencia de nitruros estables. La dureza disminuye hacia el sustrato que presenta una estructura martensítica templada. Ben (2012), evaluó la resistencia al desgaste del acero H11 nitrurado por plasma y gas. Previo al nitrurado se aplicó un tratamiento térmico de fosfatado (F3T). Se realizó una caracterización tribológica mediante la observación de huellas de desgaste, volumen perdido y tasa de desgaste. El nitrurado por plasma presentó un mejor control de espesor de capa y evita la formación de fase ϵ la cual está compuesta por los compuestos $Fe_{2-3}N$ que fragilizan el recubrimiento.

Kugler, et al., (2006) realizaron un análisis de la eficiencia del tratamiento de nitruración iónica y gaseosa en un acero AISI H13 mediante la resistencia al desgaste en troqueles. El análisis de las microestructuras mostró la baja efectividad de la nitruración iónica y la eficacia de la nitruración gaseosa; las principales diferencias entre las microestructuras son la presencia de la capa de compuestos, su espesor, la relación existente entre las fases ϵ/γ' , la profundidad de nitruración y su microdureza. Las pruebas de desgaste revelaron que la capa de compuestos protege al sustrato de la reacción química formada con aluminio caliente. Pero en el caso de la eliminación de la capa de compuestos, el proceso de desgaste es acelerado por picadura y comienza en el sitio de contacto con el aluminio extruido.

También estudios de fatiga térmica se han realizados en aceros herramienta para trabajo en caliente. Kundalkar et al. (2015) analizan la influencia del tratamiento de nitruración gaseosa en el comportamiento a fatiga térmica en un acero herramienta para trabajo en



caliente con cromo en sus elementos aleantes. Se realizaron pruebas de fatiga térmica mediante un aparato de calentamiento por inducción y enfriamiento por pulverización de agua. Se demostró que la resistencia a la fatiga térmica de las muestras nitruradas mejoró después de realizar una austenización a 1020 °C que para las realizadas a 1100 °C. Se determinó que la fase γ' incrementa el límite de fatiga térmica.

Hoy en día existe muy poca información de aceros grado herramienta sometidos a fatiga mecánica, debido a que existe mayor interés en modificar las propiedades al desgaste de estos aceros y en menor medida existen investigaciones referentes a fatiga térmica. Sin embargo, la información encontrada relacionada a fatiga mecánica está enfocada a estudiar este fenómeno combinándolo con altas temperaturas para de este modo analizar la caída de las propiedades mecánicas, de estos aceros grado herramienta de trabajo en caliente. Yesildal et al., (2002) estudiaron el comportamiento a fatiga mecánica de un acero X40CrMoV-51 (AISI H13) a alta temperatura. Las temperaturas elegidas para los experimentos fueron a un rango de entre 50-600 ° C. Los experimentos se realizaron en una máquina de fatiga R.R. Moore (flexión en viga rotatoria), a alto ciclaje. Los intervalos de temperatura para los experimentos fueron establecidos desde temperatura ambiente hasta 600 ° C, determinando el límite de en 2×10^6 ciclos. Se observó que el límite de fatiga del material a temperatura ambiente fue de 432MPa, mientras que mostró una reducción a 383MPa a una temperatura de 400 ° C. De manera interesante, la resistencia a la fatiga y el límite a fatiga se mantienen casi constantes entre de 400 y 600 ° C, lo que indica que el material incluye los elementos que forman carburos duros tales como V, Mo y Cr, presentando muy buena estabilidad de la estructura a temperaturas



más altas. En la Figura 2.4 se puede apreciar una comparativa del límite de fatiga determinado mediante el graficado de la curva σ -N a cada rango de temperatura.

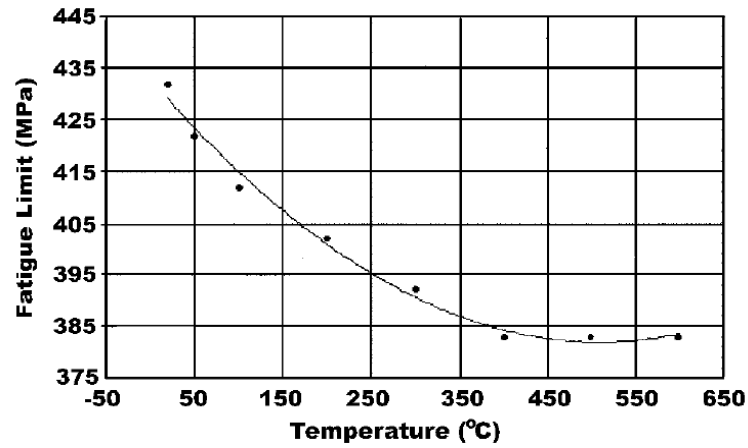


Figura 1.5 Esquema comparativo de la variación del límite de fatiga del acero grado herramienta de trabajo en caliente X40CrMoV-51 a temperaturas entre RT y 600 °C a 2×10^6 ciclos- Tomada de R. Yesildal et al. (2002).



CAPÍTULO II

FATIGA EN MATERIALES METÁLICOS

En este capítulo se mencionan las principales características y razones por las que la fatiga es un tema importante a estudiar y a tomar en cuenta en el diseño mecánico. Se mencionan las fases presentes en la vida a la fatiga de los materiales, los principales factores que influyen en la vida a la fatiga y finalmente se mencionarán las principales características y comportamientos de los aceros grado herramienta sometidos al fenómeno de fatiga.

2.1 Fatiga.

La fatiga se define como un proceso de acumulación de daño en el material, en donde se aplican cargas alternantes que generan ciclos fluctuantes (Almar-Naess, 1985). Una característica significativa de la fatiga es que las cargas aplicadas no son lo suficientemente grandes (menores al esfuerzo de fluencia) como para causar un fallo inmediato, ya que la falla se produce después de haber experimentado un cierto número de fluctuaciones de carga, es decir, después de que el daño acumulado ha llegado a un nivel crítico. La comprensión de la fatiga es esencial para considerar las condiciones técnicas que afectan la vida y crecimiento de grietas; este conocimiento es esencial para el análisis de las propiedades de fatiga en el diseño ingenieril.

2.2 Fases en la vida a la fatiga.

La vida por fatiga hasta la falla total consiste en dos periodos (Figura 2.1):

- El periodo de inicio de grieta

- El período de crecimiento de grieta

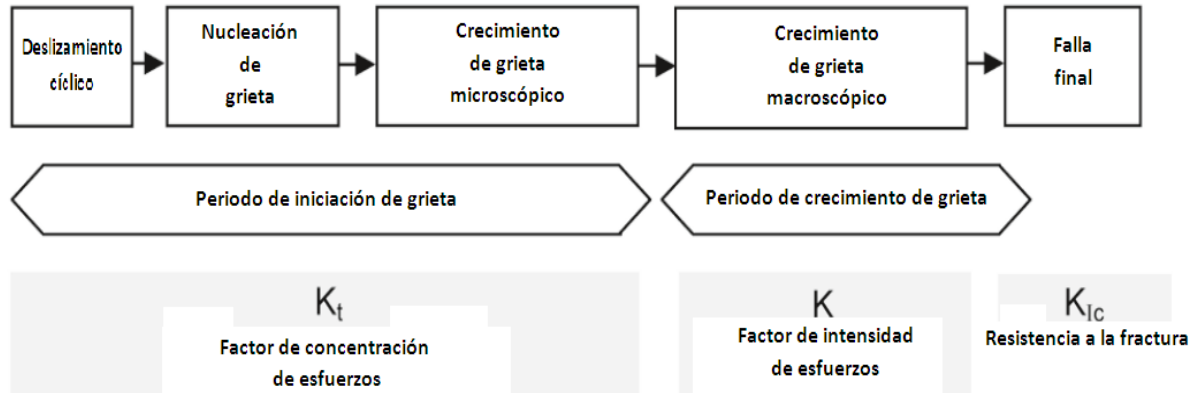


Figura 2.1 Diferentes fases de la vida a la fatiga y factores relevantes (Barsom, 2009).

2.2.1 Iniciación de grieta

La iniciación de grieta por fatiga y crecimiento de grieta son consecuencia del deslizamiento cíclico. Esto implica deformación plástica cíclica, o en otras palabras actividades de dislocación. La fatiga ocurre a amplitudes de esfuerzo por debajo del esfuerzo de cedencia. A un bajo nivel de esfuerzo, la deformación plástica se limita a un pequeño número de granos en el material. La microplasticidad ocurre preferentemente en los granos de la superficie ya que la deformación plástica tiende a tener menor restricción. El deslizamiento cíclico requiere del esfuerzo cortante cíclico que a una microescala no es homogéneamente distribuido a través del material, por lo que el esfuerzo cortante en planos de deslizamiento cristalográficos difiere de grano a grano dependiendo del tamaño y posición de los granos, y de la anisotropía elástica del material.

2.2.2 Crecimiento de grieta.

Mientras que la grieta se encuentre contenida en algunos cuantos granos, se comportará como en un material elásticamente anisotrópico con una estructura cristalina y un número de diferentes sistemas deslizamiento. La microgrieta contribuye a una distribución de esfuerzos no homogénea, con la concentración de esfuerzos en la punta de la grieta. Pero una vez sobre pasando un nivel microscópico de crecimiento, la grieta crecerá perpendicular a la dirección de la carga Figura 2.2.

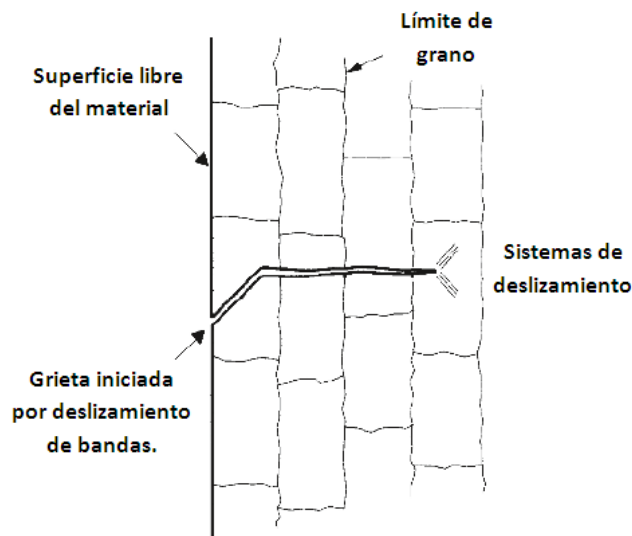


Figura 2.2 Sección transversal de una microgrieta (Fuchs & Stephens, 1980).

La grieta no puede crecer en dirección arbitraria y a cualquier velocidad en cada grano, esta continuidad evita grandes gradientes de velocidad de crecimiento de la grieta a lo largo del frente de la misma; el frente de la grieta se puede aproximar a una formación elíptica. La rapidez de crecimiento de grieta depende de la resistencia al crecimiento de grieta del material. En esta fase existen dos aspectos importantes de la superficie del



material: primero, la restricción del deslizamiento cíclico de la superficie ya no es aplicable en el interior del material y segundo, la rugosidad superficial y otras condiciones de la superficie no afectan el crecimiento de la grieta. Ahora, el crecimiento de grieta depende principalmente de las propiedades del material y el crecimiento de grieta deja de ser un fenómeno de superficie.

2.3 Curva σ -N.

El método básico de obtener información de fatiga de un material es por medio de la curva de Wöhler también llamada curva σ -N, (Wöhler, 1870). La curva σ -N es una gráfica del esfuerzo (σ) en función del número de ciclos hasta la falla (N_f). Se utiliza siempre una escala logarítmica para N_f y el valor del esfuerzo se gráfica en σ_{amp} , $\sigma_{m\acute{a}x}$ o $\sigma_{m\acute{i}n}$ y es el resultado de la realización de varios ensayos de fatiga a diferentes niveles de esfuerzo. Los ensayos de fatiga para formar las curva σ -N son desarrollados en una relación de esfuerzos totalmente reversible ($R=-1$) con cargas de flexión o axiales utilizando probetas sin muescas.

Muchos materiales metálicos no ferrosos, como el aluminio, magnesio y aleaciones de cobre, tienen una curva σ -N que desciende gradualmente conforme aumenta el número de ciclos. Estos materiales no tienen un límite de fatiga real, porque la curva σ -N jamás se vuelve horizontal (Dieter, 1986). En la Figura 2.3 se muestra un esquema representativo de la curva σ -N obtenida de las pruebas de fatiga en viga rotatoria y la

representación gráfica en ciclos aproximados para determinados periodos de vida a la fatiga y su comportamiento general.

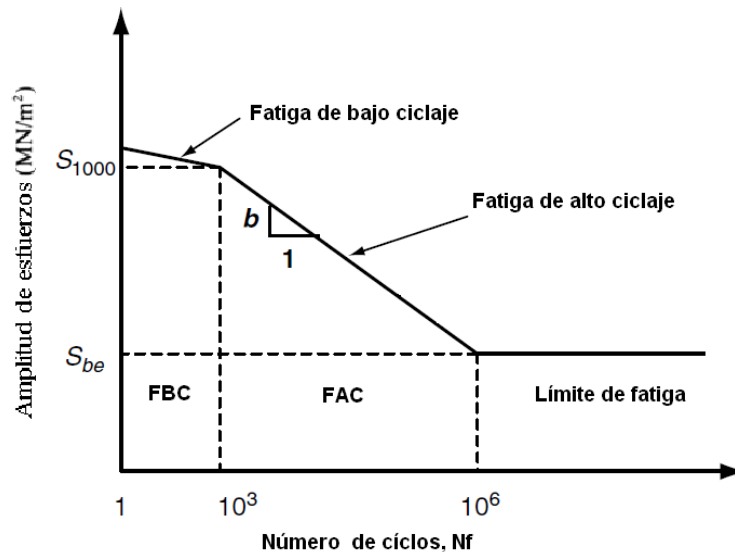


Figura 2.3. Imagen representativa de curva σ - N para la mayoría de materiales ferrosos, mostrando los principales periodos de fatiga de bajo y alto número de ciclos y aproximadamente el número de ciclos a los cuales suele encontrarse el límite de fatiga.

2.3.1. Propiedades determinadas a partir de la curva σ - N .

Mediante el desarrollo de la curva σ - N es posible determinar dos principales propiedades de los aceros sometidos a fatiga las cuales se mencionaran a continuación:

Límite de fatiga

El límite de fatiga es la relación entre el número de ciclos hasta la falla N_f y el esfuerzo aplicado σ , para probetas y muescas probadas mediante ensayos de flexión-rotativa o tensión-compresión. Generalmente es observable y aceptado que el límite de fatiga para varios materiales importantes para ingeniería se encuentra entre 1×10^5 y 1×10^7 ciclos,



(acero y titanio) en donde la curva σ -N se vuelve horizontal. El límite de fatiga se puede considerar de la siguiente manera: cuando es generado un esfuerzo por debajo de otro crítico, y presumiblemente el material podrá resistir un número infinito de ciclos sin alcanzar la falla total en ese nivel de esfuerzos (Cazaux, 1969). Esta relación es llamada curva σ -N y el cambio abrupto de la pendiente es llamado “punto de inflexión”. La amplitud de esfuerzo en el punto de inflexión es llamada límite de fatiga, a partir de este punto no existe signo de falla siempre y cuando el ensayo sea a un alto número de ciclos, según Murakami (2002) serán aproximadamente 10 millones de ciclos.

Resistencia a la fatiga.

Es el esfuerzo que se encuentra en un determinado número de ciclos en un ensayo de fatiga cuando es formada la curva σ -N; es el rango previo a la falla por fatiga en la probeta. Esta propiedad no debe confundirse con el límite a la fatiga, y es el esfuerzo al cual el material puede ser sometido para un número específico de ciclos. El término resistencia a la fatiga es usado para la mayoría de los materiales metálicos no ferrosos, ya que estos no muestra bien definido un límite a la fatiga. También es usado para mostrar el comportamiento de fatiga en aceros al carbono y de baja aleación a esfuerzos mayores del límite a la fatiga (Boardman, 1990).



2.3.2. Factores que influyen en el comportamiento de la curva σ -N.

Existen varios factores que modifican el comportamiento a la fatiga del material influyendo fuertemente en una curva σ -N obtenida en laboratorio en condiciones ideales.

Estos factores son:

- Microestructura.
- Dimensiones.
- Frecuencia cíclica.
- Esfuerzo medio.
- Concentradores de esfuerzo.
- Cargas de amplitud variable.
- Corrosión.
- Bajas o altas temperaturas.
- Tratamientos térmicos y termoquímicos.
- Esfuerzos residuales.
- Acabado superficial.

Los factores mencionados resaltan la importancia de las condiciones superficiales del material evaluado confirmando que el fenómeno de la fatiga mecánica inicia usualmente en la superficie de los materiales. Para mayor referencia de los factores que afectan el comportamiento de la curva σ -N consultar Schijve (2003), Pokluda & Šandera (2010), Bannantine et al. (1989).



CAPÍTULO III

DISEÑO EXPERIMENTAL.

En el capítulo III se describen las condiciones experimentales de las técnicas utilizadas para el desarrollo de la presente investigación. Se describen las condiciones de nitruración, pruebas de tensión, pruebas de indentación instrumentada, la forma en que se determinaron las curvas σ -N y fractografía.

3.1. Nitruración TENIFER, modos de enfriamiento y acabado superficial.

El proceso de nitruración en baño de sales se realizó en la empresa **TERMITEC** mediante el proceso llamado *TENIFER* (Durferrit GmbH). El acero AISI H13 sometido a la nitruración en sales tiene la composición mostrada en la Tabla 3.1.

Tabla 3.1 Composición química del acero AISI H13. %wt.

Elemento	%wt.
Carbono	0.32-0.45
Manganeso	0.2-0.5
Silicio	0.8-1.2
Cromo	4.75-5.5
Níquel	0.3
Molibdeno	1.1-1.75
Vanadio	0.8-1.2
Cobre	0.25
Fosforo	0.03
Azufre	0.03

La composición química de las sales fundidas utilizadas en el proceso *TENIFER* es la siguiente: 60-70 %wt de cianuro de sodio (NaCN) como elemento rico en nitrógeno y de



30-40 %wt de cianuro de potasio (KCN) como estabilizador para una descomposición del cianuro de sodio lenta y estable. La temperatura de tratamiento (sales fundidas) fue de 580°C con inyección de chorro de aire. Previo al tratamiento de nitruración, las probetas se precalentaron a 420°C durante una hora con el fin de evitar choques térmicos y la distorsión geométrica del material. Los tiempos de tratamiento son de 1 y 7 h; los tiempos se determinaron en base al trabajo desarrollado por López (2013). Para estudiar el efecto de los modos de enfriamiento en la nitruración del acero se manejó un enfriamiento en aire y enfriamiento en sales oxidantes durante 1 h a 380 °C, con asignación AB1 en el proceso *TENIFER*. Posterior al tratamiento de nitruración y al enfriamiento, se realizó un pulido con perla de vidrio de 0.5 mm de diámetro, aproximadamente. Durante este proceso, el golpeteo de la perla de vidrio en la superficie, elimina la concentración de sedimentos y deja un acabado aparentemente pulido. La Tabla 3.2 resumen las condiciones de nitruración y de superficie estudiadas.

Tabla 3.2 *Condiciones de nitruración, enfriamiento y acabado en el acero AISI H13 nitrurado*

Nomenclatura	Pulido	Modo de enfriamiento	Tiempo de tratamiento
1A	-	Aire	1 h
1AP	Pulido		
1S	-	Sales oxidantes	
1SP	Pulido		
7A	-	Aire	7 h
7AP	Pulido		
7S	-	Sales oxidantes	
7SP	Pulido		



3.2 Preparación metalográfica del acero AISI H13 nitrurado.

Se realizaron cortes de 5 mm de espesor en secciones cilíndricas de 12.7 mm de diámetro del acero AISI H13 utilizando una cortadora *Buehler*. Posteriormente, se prepararon superficialmente con papel lija de SiC hasta grado 1000; a continuación se sometieron al tratamiento de nitruración indicado en la Tabla 3.2. Para su preparación metalográfica se siguieron los lineamientos de las normas ASTM E7-03 y ASTM E3-11. Para este procedimiento se utilizaron la cortadora de precisión Leco Modelo CV-50, la montadora *Leco* modelo *PR-32*, una lijadora manual *Buehler* modelo *HandiMet*, una pulidora eléctrica para metalografías marca EXTEC. El pulido se realizó con silica coloidal diluida en alcohol. El ataque químico se realizó considerando la norma ASTM E407-07 utilizando “Nital” y se identifica con el número 74 en la norma antes mencionada. Para la observación metalográfica y medición de espesores de la zona de compuestos y de difusión se empleó un microscopio óptico Olympus y el software Image Pro-Plus v6.0. Se realizaron más de 30 mediciones para asegurar la validez estadística.

3.3. Indentación instrumentada en acero AISI H13 nitrurado.

La indentación consiste en la aplicación de una carga (P), con un indentador de geometría definida en la superficie del material a analizar. Las técnicas de indentación tradicionalmente requieren la medición del área de contacto (A_p) producida por la huella marcada por el indentador y así poder determinar la dureza (H), como el cociente entre la carga y el área (Suresh et al., 1997). Con el pasar de los años los ensayos de dureza



evolucionaron hasta lograr el desarrollo de las técnicas de indentación instrumentada, en las que se registra de forma continua la carga (P), y la profundidad de penetración del indentador en la muestra (h). El análisis de la curva $P-h$ permite determinar tanto la dureza como el módulo de Young (E), siendo a su vez una excelente herramienta para la caracterización de propiedades plásticas; por ejemplo, el límite de fluencia y el coeficiente de endurecimiento por deformación en sitios puntuales del material (Johnson, 1970). A partir de esta relativamente nueva técnica, ha existido un gran interés para la caracterización de propiedades mecánicas en sistemas de fases formadas mediante modificación superficial por tratamientos térmicos, termoquímicos, de deposición o por procesos de deformación así como en pequeños sitios puntuales del material, tomando de referencia la norma ISO 14577-1 (2002).

Dureza por indentación (H_{IT}).

La dureza por indentación. (H_{IT}) es definida como la presión de contacto promedio, la cual se determina mediante la relación de la carga entre el área de contacto proyectada y esta se representa cómo:

$$H_{IT} = \frac{F_{max}}{A_p}$$

En donde (F_{max}) es la carga máxima y (A_p) es el área proyectada de contacto al aplicar la carga, esta es determinada de la curva P-h. En la Figura 3.1 se muestra una curva P-h y sus principales características.

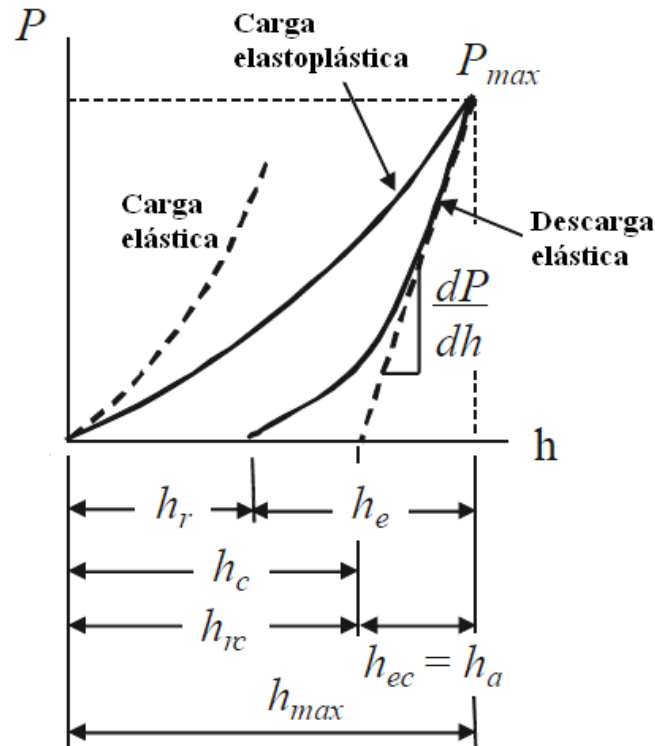


Figura 3.1 Curva P-h típica para un indentador Berkovich, en donde h_r es la profundidad residual de la huella impresa, h_{max} es la profundidad original del indentador en el espécimen a carga máxima P_{max} , h_e es el desplazamiento elástico durante la descarga y h_a es la distancia desde la orilla de inicio de contacto hasta la superficie del material a carga máxima (Meza et al., 2008).

Para la obtención de la dureza en las ocho condiciones nitruradas, se realizaron perfiles de indentación desde la superficie hasta el substrato. Para cada indentación se realizaron al menos tres réplicas para considerar confiables los valores obtenidos. En la Figura 3.2 se observa el equipo de nanoindentación marca CSM Instruments ubicado en el I.P.N. – Centro de Nanociencias y Micro y Nanotecnologías. La prueba se llevó a cabo utilizando un avance de penetración de 100 mN/min hasta alcanzar una carga máxima de 50mN y reteniendo la carga durante 10 s seguido de la descarga.



Figura 3.2 Nano indentador marca CSM.

3.4. Ensayo de tensión en el acero AISI H13 nitrurado.

El ensayo de tensión es un ensayo destructivo el cual permite conocer varias características y propiedades de los materiales. Los ensayos de tensión se utilizarán para caracterizar y comparar el efecto de las condiciones de nitrurado del acero AISI H13. A partir de los resultados obtenidos, es posible realizar una relación estático-dinámica para estimar el límite de fatiga.

El acero AISI H13 y en sus condiciones endurecidas (véase la Tabla 3.2) fueron caracterizados por pruebas de tensión siguiendo los lineamientos de la norma ASTM E8/E8M-09 (2009). Las dimensiones de la probeta de tensión son las siguientes: $G=24\pm 0.1$, $D=6.0\pm 0.1$, $R=6$, $A=30$ mm, (véase Figura 3.3).

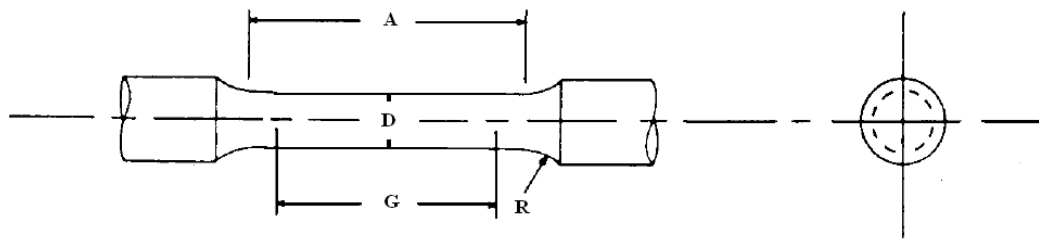


Figura 3.3 Probeta escala de la estándar según norma ASTM E8/E8M-09.

La Figura 3.4 muestra las 4 condiciones de nitruración realizadas durante 1 h.



Figura 3.4 Probetas de tensión axial de condiciones a) 1AP, b) 1SP, c) 1A y d) 1S.

Las pruebas de tensión se realizaron en *I.P.N.-E.S.I.M.E. Ticomán*, en una máquina universal de pruebas mecánicas marca *INSTRON* modelo 8502 con capacidad de carga de 250kN. La Figura 3.5 muestra la máquina y su respectivo módulo de control. Se

utilizó un avance de 0.015 ± 0.006 mm/min correspondiente al Tipo B, el cual es utilizado para aplicaciones aeroespaciales, aleaciones para trabajo a alta temperatura y aleaciones de titanio (ASTM E8/E8M-09, 2009).



Figura 3.5 Máquina universal de pruebas mecánicas marca *INSTRON* modelo 8502.

3.5. Ensayo de fatiga en acero AISI H13 nitrurado.

El estudio de fatiga se desarrolló en las condiciones con mejor límite de fatiga estimado a partir de las pruebas de tensión. Las probetas de fatiga mecánica se fabricaron siguiendo los lineamientos del manual de la máquina *RBF-200HT* de *Fatigue Dynamics* y de la norma ASTM E606/E606M-12 (2012). En la Figura 3.6 se muestra un esquema de la geometría y dimensiones utilizadas para la fabricación de las probetas.

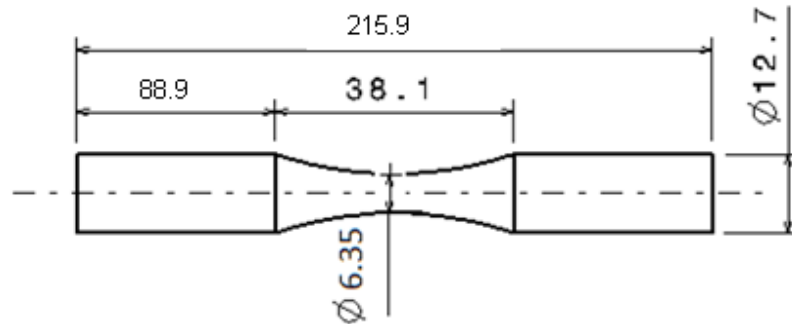


Figura 3.6 Probeta a de fatiga mecánica para especificaciones de máquina *Fatigue Dynamics RBF-200HT*.

Las probetas para fatiga mecánica se fabricaron en torno CNC a partir de una barra de acero grado herramienta AISI H13 de 13mm de diámetro. Posterior al maquinado, las probetas se sometieron a un proceso de pulido para evitar concentradores de esfuerzos. El proceso se realizó en torno convencional y se utilizó lija de papel de SiC en grado ISO/FEPA 280, 320, 360, 400, 500, 600, 1000, 1500, 2000 y después de ello se utilizaron esponjas abrasivas de 3M grado 3000 y 5000. Por su parte para el proceso de pulido se utilizaron lienzos de microcloth y pasta de diamante con secuencia de tamaño de partícula de 9, 6, 3, 1 y 0.25 μm . En la Figura 3.7 se muestra la probeta en acabado espejo.

Al terminar el proceso pulido fueron llevadas a *TERMITEC* para realizarle el proceso de nitrurado a las condiciones 1S y 7S. En la Figura 3.8a se aprecia su estado superficial al salir del tratamiento.



Figura 3.7 Imágenes de probetas de fatiga mecánica en acabado espejo después de proceso de lijado y pulido.

Debido a la cantidad de residuos existente sobre la superficie a interés en las probetas fue necesario someterlas a un proceso de limpieza de la superficie. En la Figura 3.8b se muestra una probeta de condición 7S después del proceso de limpieza, el cual se realizó mediante alcohol etílico y paño de microcloth.

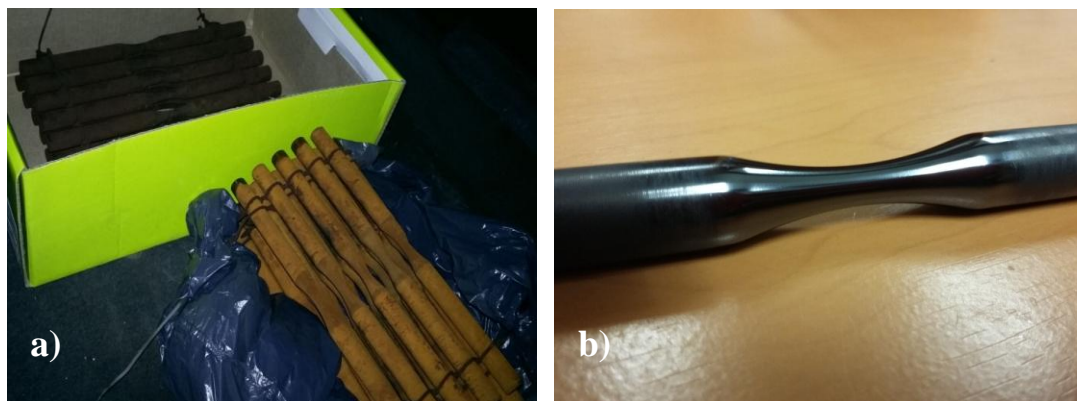


Figura 3.8 a) Imagen de algunas muestras después de los diferentes procesos, el conjunto de probetas a la izquierda son 1S y a la derecha 7S. b) Imagen de probeta condición 7S después del proceso de limpieza.

Fue necesario realizar la medición del diámetro de cada una de las probetas, ya que debido al proceso de lijado y pulido pudieron haber variado las dimensiones. La medición precisa se desarrolló mediante un micrómetro laser marca *Mitutoyo* modelo LSM-512S que se muestra en la Figura 3.9. Finalmente, previo a los ensayos de fatiga mecánica, cada una de las probetas se numeró para un correcto cálculo de esfuerzo aplicado en cada una de las pruebas.



Figura 3.9 Micrómetro laser *Mitutoyo LSM-512S* y módulo de control.

Las pruebas de fatiga se realizaron en el I.T.E.S.M. – C.E.M. utilizando una máquina para pruebas de fatiga mecánica tipo viga en voladizo por flexión rotatoria marca *Fatigue Dynamics* modelo *RBF-200HT* con capacidad de momento flexionante de hasta 200 libras-pulgada y una velocidad de rotación de hasta 10,000r.p.m (véase figura 3.10). El ensayo de fatiga mecánica se llevó a cabo a una velocidad de 6,000 r.p.m. para poder comparar los parámetros conocidos en cuanto a curva σ -N y límite de fatiga del acero

AISI H13, Se siguieron los lineamientos indicados en el manual de *Fatigue Dynamics* y siguiendo las condiciones indicadas anteriormente en el trabajo de Yesildal et al. (2002).



Figura 3.10 Máquina para ensayo de fatiga por viga rotatoria en voladizo *Fatigue Dynamics RBF-200HT*.

3.6 Fractografía.

Las probetas fracturadas, tanto de tensión como de fatiga, se estudiaron fractográficamente. Una vez fracturadas las probetas se guardaron en un recipiente con desecante de sílica para evitar el proceso de oxidación. Todos los especímenes antes del procedimiento fractográfico se limpiaron con alcohol isopropílico en una máquina de limpieza ultrasónica durante 10 min con el fin de remover cualquier contaminante adherido a la superficie.

Las fractografías y análisis superficial se realizaron en el laboratorio de microscopía de la *SEDENA* utilizando un microscopio óptico estereoscópico marca *LEICA* mostrado en la figura 3.11a y un microscopio de barrido electrónico que obtiene imágenes de alta definición mediante electrones electrodispersados, marca *JEOL* modelo *JSM-6490LV* mostrado en la Figura 3.11b.

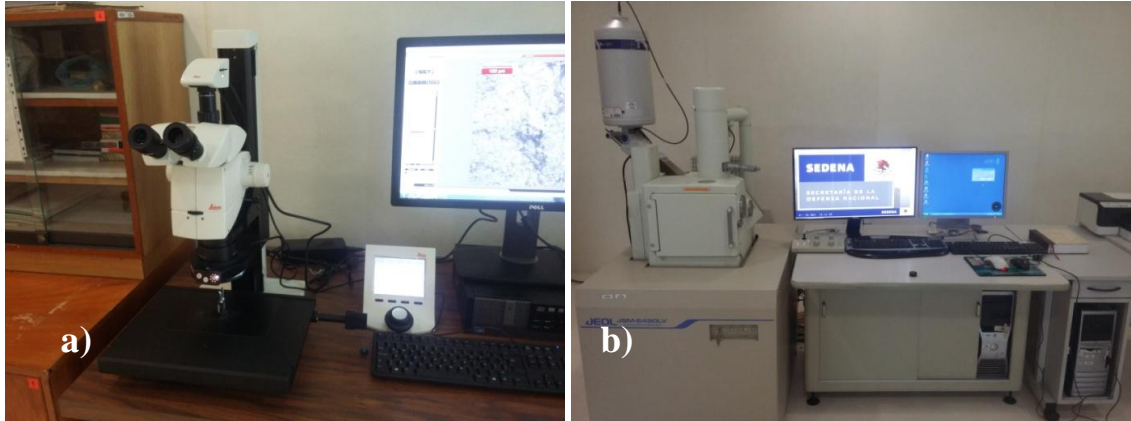


Figura 3.11 a) Microscopio estereoscópico marca *LEICA*. b) Microscopio de barrido electrónico marca *JEOL* modelo *JSM-6490LV*.



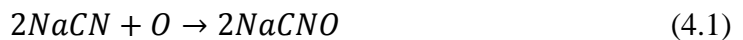
CAPÍTULO IV

RESULTADOS Y DISCUSIONES.

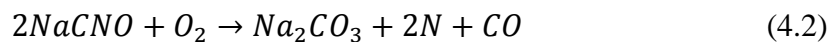
En el capítulo IV se estudiará la formación de las dos principales zonas de nitruración formadas durante el proceso. Se presentan las micrografías de las ocho diferentes condiciones experimentales de acero AISI H13 nitrurado. Se presentan los resultados de las pruebas de tensión y fatiga. Se analizan las curvas σ - ϵ , las curvas σ -N, se determinan los límites de fatiga y se estudian los mecanismos de fractura producidos en las probetas sometidas a tensión y fatiga.

4.1 Formación de nitruros.

La formación de los nitruros en la superficie del acero AISI H13 se lleva a cabo de la siguiente manera: primero, la mezcla al alcanzar la temperatura de fusión de 500 °C comienza a descomponerse lentamente mediante oxidación, en donde dos moléculas de cianuro de sodio reaccionan con algún átomo inestable de oxígeno formando dos moléculas de cianato de sodio.

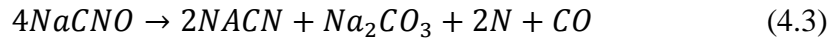


Así, las dos moléculas de cianato de sodio reaccionan mediante un proceso de descomposición por oxidación separándose en carbonato de sodio, nitrógeno y monóxido de carbono.





Por la reacción térmica, los productos de la Ec. (4.2) terminarán separándose obteniendo carbonato de sodio, nitrógeno y monóxido de carbono.



Debido a que la superficie del acero actúa como catalizador (lugar donde se presenta el fenómeno de difusión atómica del nitrógeno en el sustrato) se formarán compuestos cerámicos conocidos como nitruros. A continuación se mencionan las reacciones posibles de nitruros en el acero AISI H13 debido a su contenido de elementos aleantes (Pye, 2003).

Nitruros de hierro:



Nitruros de cromo:



Nitruros de manganeso:



Nitruros de molibdeno:



Nitruros de vanadio:





En el caso del acero AISI H13 no es posible la formación de la fase γ' formada por el compuesto Fe_4N debido a su composición y a las condiciones del proceso de nitruración en baño de sales (temperatura y potencial de nitrógeno).

El efecto del enfriamiento es sumamente importante ya que dependiendo del medio (aire o sales oxidantes) el material nitrurado obtendrá propiedades particulares, por ejemplo una mayor resistencia a la oxidación.

El caso del enfriamiento en sales oxidantes, además de promover el rellenado de las porosidades generadas al formarse la capa de compuestos, también provee de muy buena protección contra la corrosión al material, el mecanismo de funcionamiento químico se explica a continuación.

La siguiente reacción en la capa de óxido es posible cuando reacciona con el monóxido de carbono liberado en el proceso de nitruración en baño de sales:



Se forma hierro puro nuevamente (Fe) liberando dióxido de carbono (CO_2). Posteriormente, cuando el proceso termoquímico finaliza, las muestras ahora expuestas al baño de sales oxidantes a la temperatura de 380 °C reaccionan debido a que el proceso utiliza un comburente u oxidante de alto potencial, formándose primariamente óxido de hierro (III) o magnetita en la superficie:



Sin embargo también se forma óxido de hierro (II) en la superficie:



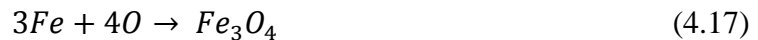
También existe la formación de óxido de hierro (I) por la descomposición de las sales oxidantes:



Debido a la temperatura del baño oxidante y a la continuidad del proceso de oxidación, los óxidos de hierro (I) y (II) reaccionan formando óxido de hierro (III):



Finalmente, aunque en menor medida, existe una reacción más debida a la descomposición de las sales oxidantes:



Una vez explicadas las reacciones para la formación de nitruros en el acero H13 y las reacciones del enfriamiento en sales oxidantes, se presentan las micrografías en las siguientes figuras. La Figura 4.1a, muestra la micrografía para la condición 1A, se aprecia la capa de compuestos formada principalmente por el nitruro de hierro $Fe_{2-3}N$. Debido a que no se utilizó el pulido por golpeteo de perla de vidrio, se observa una formación más uniforme y homogénea de la capa de compuestos en la zona más externa caracterizada por su porosidad. También se observa la formación de grano y la perlita esferoidal obtenida mediante el proceso de bonificado. En la Figura 4.1b, se muestra la micrografía obtenida para la condición 1AP, debido al pulido por golpeteo de perla de vidrio presenta una capa de compuestos bastante irregular, generando discontinuidades

que podrían provocar la nucleación de grietas si el componente en esta condición es sometido a cargas cíclicas de fatiga mecánica. Se observa un espesor similar de capa de compuestos siendo de $4.7\mu\text{m}$ para la condición 1A y $4.6\mu\text{m}$ para la condición 1AP; en el caso de la zona de difusión es de $55.6\mu\text{m}$ para la condición 1A y $55.5\mu\text{m}$ para la condición 1AP.

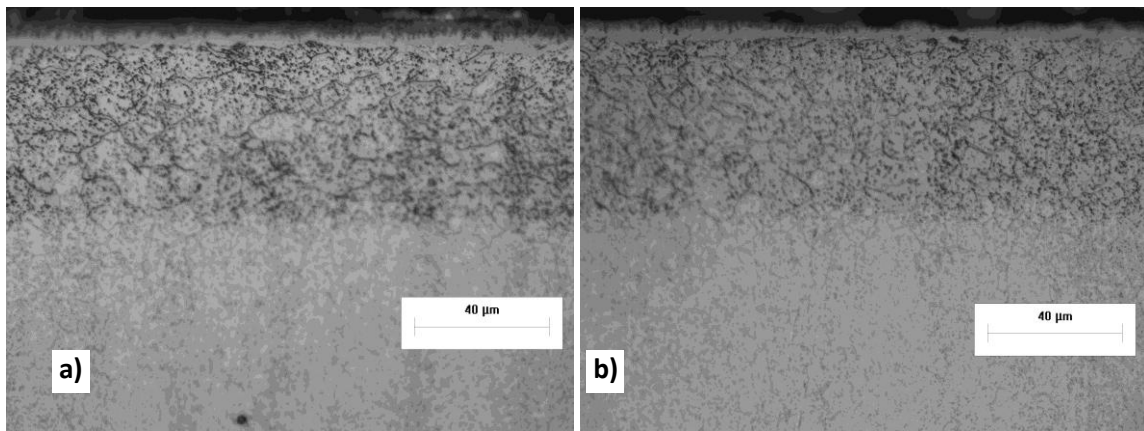


Figura 4.1 Micrografía de acero AISI H13 niturado a 580°C durante 1 h. a) Enfriado en aire, b) Enfriado en aire y acabado pulido. Magnificación a 100X.

En la Figura 4.2 se muestran las micrografías de las condiciones de 1 h de nitruración enfriada en sales oxidantes. En la Figura 4.2a, se muestra la micrografía para la condición 1S presentando una menor porosidad debido al enfriamiento en baño de sales oxidantes (M. Kurz, 1999; F. Cajner et al., 2003) rellenando la porosidad formada en la capa de compuestos durante el proceso de nitrurado con óxido, que en mayor parte está compuesto por óxido ferroso-diférrico (Fe_3O_4). Este óxido proporciona una buena resistencia a la corrosión. En la Figura 4.2b se muestra la micrografía obtenida para la condición 1SP, con cierto daño en la capa de compuestos debido al pulido por golpeteo

de perla de vidrio. Se observa un espesor similar entre las condiciones 1S y 1SP, la capa de compuestos para ambas condiciones es de $4.3\mu\text{m}$ y para las zonas de difusión de $56\mu\text{m}$, aproximadamente.

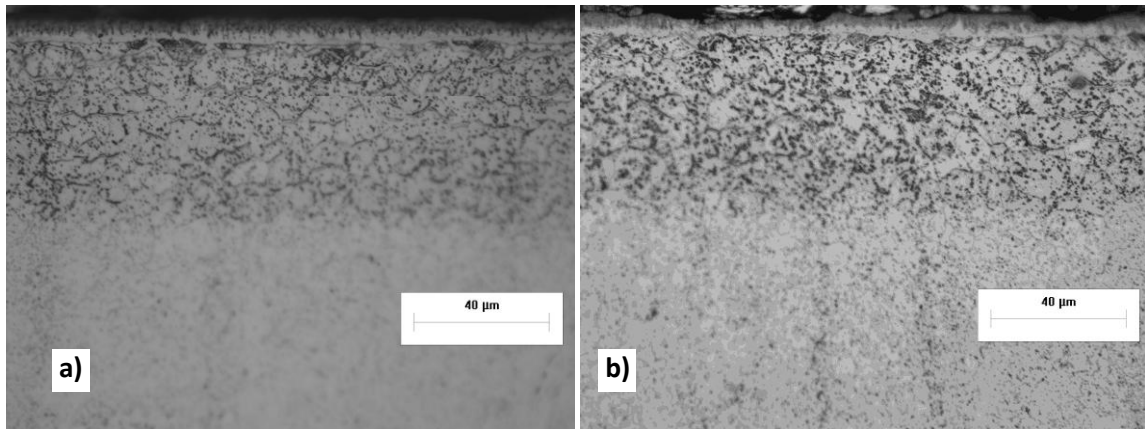


Figura 4.2 Micrografía de acero AISI H13 nitrurado 580°C durante 1 h. a) Enfriado en sales. b) Enfriado en sales y pulido. Magnificación 100X.

En la Figura 4.3 se muestran las micrografías de las condiciones 7A y 7AP, se aprecia la formación de una capa de compuestos y zona de difusión con espesores similares entre ambas condiciones, además de mostrar un espesor mayor al de las condiciones nitruradas durante 1 hora. En la Figura 4.3a se muestra la micrografía obtenida para la condición 7A que debido a la reacción de los nitruros con el *Nital* se observa una zona de difusión formada principalmente por el nitruros Fe_{16}N_2 y de la perlita esferoidal (observada por la diferencia de potencial electroquímico entre las fases de hierro α “ferrita” y Fe_3C “cementita”, de modo que aparece oscurecida la zona de contacto. En la Figura 4.3b se observa la condición 7AP mostrando una superficie muy irregular en la

capa de compuestos. Las condiciones de 7A y 7AP tienen espesores similares de 9 y 128 μm para zona de compuestos y zona de difusión, respectivamente.

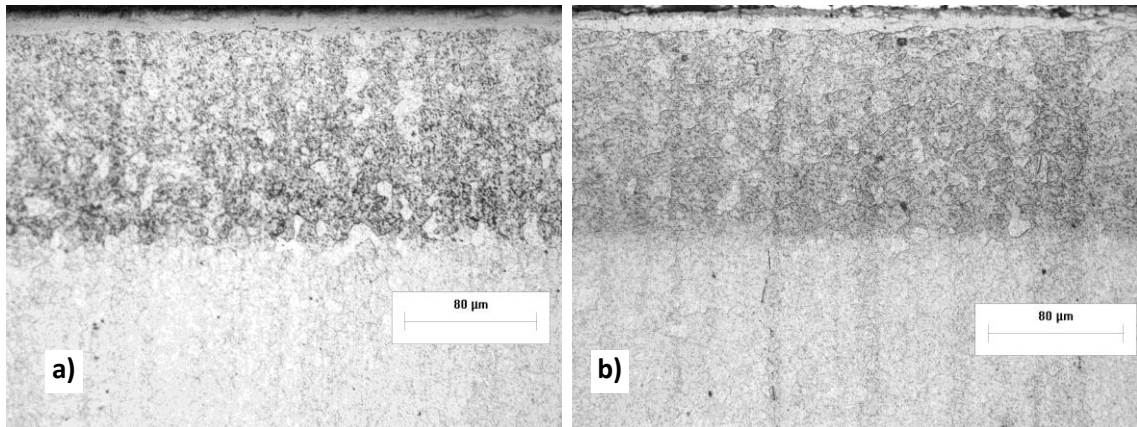


Figura 4.3 Micrografías del acero AISI H13 nitrurado a 580°C durante 7 h. a) Enfriado en aire, b) Enfriado en aire más pulido. Magnificación 50X.

En la Figura 4.4a se muestra la micrografía obtenida para la condición 7S, existente cierta consistencia uniforme de la zona porosa al rellenar los poros con oxido durante el proceso de enfriamiento por sales. La principal diferencia con la condición 7SP en esta condición al igual que en las demás que han sido sometidas al proceso de pulido por golpeteo de perla de vidrio, es que el espesor de capa de compuestos se ve ligeramente reducido y con una irregularidad en la superficie (Figura 4.4b). El espesor para estas condiciones es de 8 μm y 56 μm para la zona de difusión.

En la Tabla 4.1 se observa la importancia del tamaño de la zona de difusión y la relación capa/zona de difusión entre 6.4 y 8.4%. La descomposición de la fase ϵ en fase α'' , sea probablemente por el enfriamiento más lento de las muestras al realizarse en sales oxidantes (380°C). El pulido produce una superficie irregular formando micro

concentrador de esfuerzos, lo cual sería nocivo en aplicaciones de fatiga mecánica ya que estos podrían actuar más adelante como iniciadores de grieta.

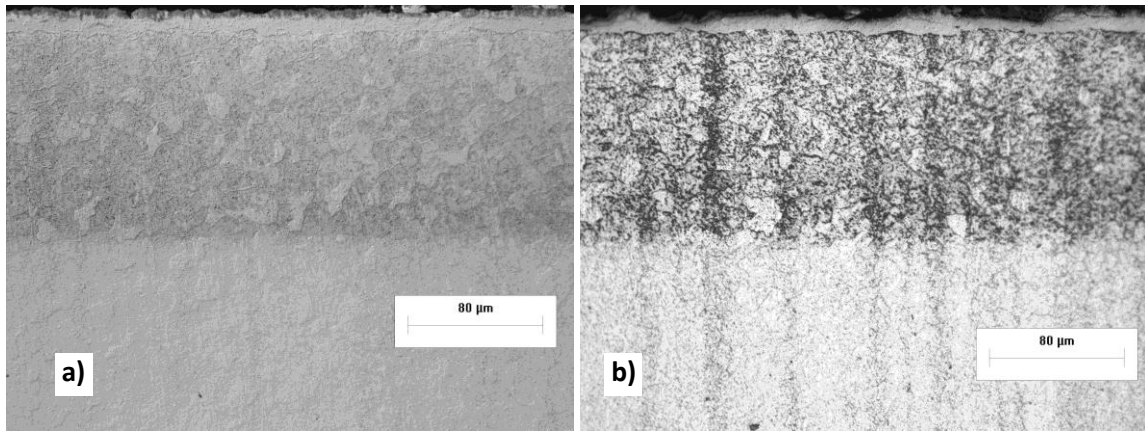


Figura. 4.4 Micrografía de acero AISI H13 nitrurado a 580°C durante 7 horas. a) Enfriado en sales, b) Enfriamiento en sales y acabado pulido. Magnificación 50X.

Tabla 4.1 Espesores de fases y zona de difusión en el acero AISI H13 nitrurado.

Condición de nitruración	Capa de compuestos (µm)	Zona de difusión (µm)	Capa compuestos/Zona de difusión (%)
1A	4.7±1.3	55.6±2.8	8.4
1AP	4.6±1.5	55.5±2.3	8.3
1S	4.4±1.2	56.4±3.3	7.8
1SP	4.3±1.4	56.4±3.8	7.6
7A	9.4±1.5	128.6±2.4	7.3
7AP	9.1±1.4	128.4±2.2	7
7S	8.8±1.3	131.9±3.4	6.6
7SP	8.6±1.8	131.5±3.9	6.5

En el trabajo de difracción de rayos X realizado por Wenceslao Jiménez, se estudia la composición de la superficie del acero AISI H13 bonificado y de las condiciones de nitruración mostradas en la Tabla 3.2. En el acero AISI H13 nitrurado, además de encontrarse la presencia de elementos aleantes como el cromo, molibdeno y vanadio



difundido en el hierro, también es posible constatar la presencia de la fase ϵ formada por el nitruro de hierro $Fe_{2-3}N$ constituyente primordial de la capa de compuestos en las condiciones enfriadas en aire, independientemente del tiempo de nitruración. Sin embargo, en las condiciones enfriadas en sales oxidantes, además de existir la presencia de la fase ϵ , existe la presencia de magnetita y óxido ferroso-diférrico (Fe_3O_4).

4.2 Dureza por indentación instrumentada.

Debido a la diferencia de espesores obtenidos entre las condiciones de 1 y 7 h, los perfiles realizados varían en la profundidad caracterizada. Para 1 hora se realizaron 6 indentaciones y 12 indentaciones para 7 h. La primera indentación se realizó a $5\ \mu\text{m}$, aproximadamente. Se observa que independientemente del tiempo de tratamiento de nitruración y el medio de enfriamiento existe un comportamiento de la curva de dureza similar (véase Figura 4.5).

Entre la condición de enfriamiento al aire y en sales oxidantes no existe un efecto importante en la dureza. El efecto del pulido produce una irregularidad en la parte más superficial de la probeta y por lo tanto a la distancia de $2-3\ \mu\text{m}$ no se puede evaluar la dureza. La máxima dureza alcanzada en la zona de compuestos es superior a los $15\ \text{GPa}$ a $5\ \mu\text{m}$; a partir de la zona de compuestos, la dureza disminuye gradualmente hasta $10-9\ \text{GPa}$ en la zona de difusión (50 y $130\ \mu\text{m}$ para condiciones de nitruración 1 y 7 horas, respectivamente). Finalmente en el substrato, la dureza característica es de $4\ \text{GPa}$. Este comportamiento es razonable ya que la difusión intersticial del nitrógeno disminuye

conforme es mayor la profundidad de difusión. La desviación estándar de los valores de dureza, no se incluyen en la gráfica debido a que en todos los casos es menor al 10%.

El estudio de indentación instrumentada se limitó a la obtención de la dureza, debido a que existe ya un estudio más exhausto en el trabajo López (2013) y solo se estableció la dureza máxima alcanzada en cada una de las condiciones como referencia en las pruebas de fatiga.

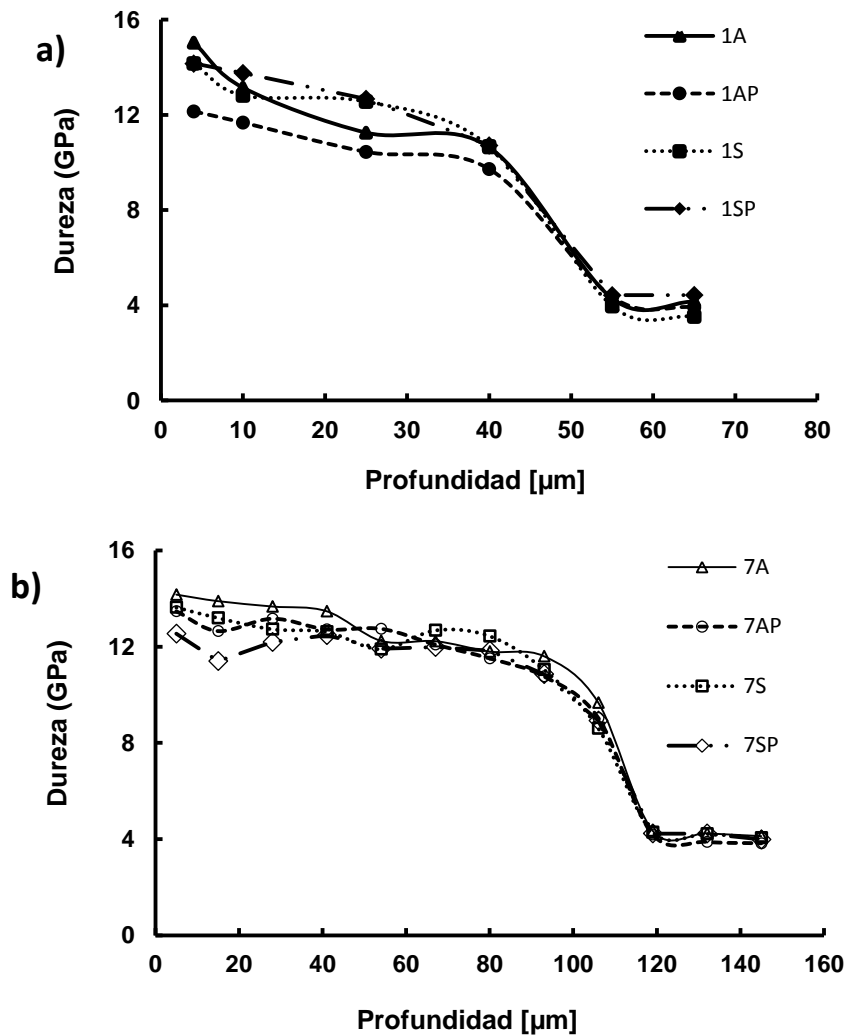


Figura 4.5 Perfil de dureza para las condiciones de nitruado a) Tiempo de exposición 1 hora, b) Tiempo de exposición 7 horas.



4.3. Curvas σ - ϵ .

En la Figura 4.6 se observan las curvas σ - ϵ del acero AISI H13 bonificado, y del AISI H13 nitrurado a 1 y 7 h con sus respectivos modos de enfriamiento y acabado superficial. En la región elástica se observa un cambio en la pendiente para el acero AISI H13 nitrurado en comparación con el bonificado (sin nitrurar), que se ve reflejado en la magnitud del módulo de elasticidad mayor a 300GPa para todos los casos de condición nitrurada; la capa de compuestos le otorga mayor rigidez al acero tratado y eleva la pendiente en la parte elástica. No hay un efecto importante en cuanto al tiempo de nitrurado en la zona elástica, los valores de módulo de elasticidad son cercanos. Para el esfuerzo de cedencia en las condiciones de 1 h nitrurado se elevó ligeramente tomando de referencia al acero H13 bonificado (726MPa), pero para las condiciones de 7 h aumento hasta valores cercanos a los 900MPa. El efecto del espesor de zona de difusión ya toma importancia en el esfuerzo de cedencia, ya que la diferencia entre 1 y 7 h de nitruración, es aproximadamente 100MPa, mayor para la segunda. También existe una tendencia de incrementar el esfuerzo de cedencia en el modo de enfriamiento en sales en comparación al aire. De la Figura 4.8 también se puede concluir que existe una mayor tenacidad para las condiciones nitruradas de 7 h que las de 1 h. Sin embargo, para todos los casos de nitruración, la deformación permisible previo a la ruptura es menor que el H13 bonificado; este comportamiento es cuantitativamente sustentado por el porcentaje de elongación con valores cercanos a 7.5, 6.1 y 4.6% para el acero AISI H13 bonificado, nitrurado 7 h y 1 h, respectivamente. La zona de difusión afecta probablemente la velocidad de crecimiento de grieta provocando que sea más lento

debido a la presencia de nitruros con dureza ligeramente menor provocando se incremente la ductilidad conforme se acerca al núcleo. Para las condiciones 1AP y 1SP existe un cambio en la estricción del material, comúnmente llamado “cuello de botella” después del endurecimiento por deformación influyendo considerablemente en la tenacidad del material.

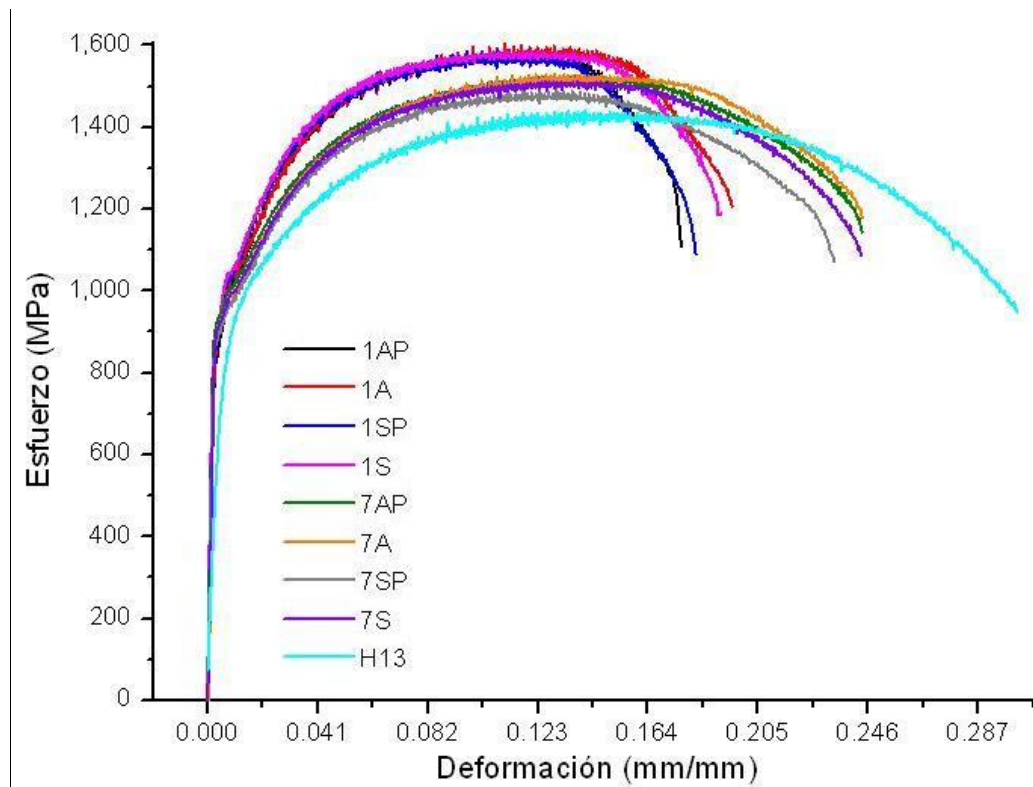


Figura 4.6 Curvas σ - ϵ del acero AISI H13 bonificado y nitrurado.

Para la nitruración a 7 h, no existe una diferencia a resaltar en cuanto al pulido y modo de enfriamiento; la condición 7SP presenta la menor tenacidad y por ende el menor porcentaje de elongación con valor de 5.9 %, esto probablemente debido a la relación de la falta de homogeneidad observada en análisis metalográfico lo cual se corroborará más



adelante mediante un análisis superficial realizado a la capa de compuestos y el posible daño existente debido al pulido por golpeteo de perla de vidrio.

Finalmente, se observa que para todas las condiciones nitruradas se incrementó el esfuerzo último en comparación con el acero AISI H13 bonificado. En general, el esfuerzo último para 1 h fue mayor ligeramente que para 7 h, esto posiblemente tenga relación con el porcentaje C.C. /Z.D.

Las propiedades mecánicas determinadas mediante el estudio de las curvas σ - ϵ se muestran en la Tabla 4.2.

Tabla 4.2 Propiedades obtenidas de las curvas σ - ϵ de Acero AISI H13 nitrurado.

Condición de nitruración	Esfuerzo de cedencia (MPa):	Módulo de elasticidad (GPa):	Resistencia a la tensión o esfuerzo último (MPa):	Porcentaje de elongación (%):
H13	726	195	1,406	7.5
1A	795	315	1,603	4.9
1AP	773	338	1,581	4.5
1S	836	362	1,586	4.7
1SP	808	380	1,588	4.5
7A	884	304	1,529	6.1
7AP	882	401	1,524	6.1
7S	903	306	1,511	6.5
7SP	867	384	1,495	5.9

4.3.1. Relación de las propiedades mecánicas a la tensión-límite de fatiga.

Para obtener un valor aproximado del límite de fatiga para las condiciones nitruradas a partir de las propiedades mecánicas obtenidas por las curvas σ - ϵ se optó por aplicar ocho ecuaciones analítico-empíricas. Sin embargo, la ecuación de Lequis, Buchholtz & Schultz fue la que mejor se aproxima al límite de fatiga del acero H13 bonificado



existente en literatura e incluye el mayor número de propiedades mecánicas estáticas haciendo la estimación más completa. La Tabla 4.3 se mencionan las ecuaciones utilizadas (Lalanne, 2009).

Tabla 4.3 Ecuaciones de relación propiedades mecánicas tensiles-límite de fatiga. Para mayor referencia véase Lalanne (2009).*

Ecuación de Brand.
Ecuación de Brand & Sutterlin.
Ecuación de Maylander.
Ecuación de Heywood.
Ecuación de Stribeck.
Ecuación de Houdremont & Maylander.
Ecuación de Rogers.
Ecuación de Lequis, Buchholtz & Schultz.

Ecuación de Lequis, Buchholtz & Schultz

La ecuación de relación de Lequis et al., (1933), es la primera en unificar tres parámetros, el esfuerzo de cedencia (R_e), el esfuerzo último (R_m) y el porcentaje de elongación ($A\%$), permitiendo a la ductilidad ser un parámetro el cual puede tender a estimar resultados más cercanos al límite de fatiga real. La ecuación de Lequis, Buchholtz & Schultz se expresa por medio de la Ec. (4.18):

$$\sigma_D = 0.175((R_e + R_m) - (A\% - 100)) \quad (4.18)$$

En la Tabla 4.4 se muestran los resultados obtenidos mediante la ecuación de relación de Lequis, Buchholtz and Schultz:



Tabla 4.4 Resultados de estimación del límite de fatiga para las condiciones de modificación superficial del acero AISI H13 mediante la ecuación de (Lequis et al., 1933).

Condición de nitruración	Esfuerzo de cedencia (MPa):	Resistencia a la tensión o esfuerzo último (MPa):	Porcentaje de elongación (%):	Límite de resistencia a la fatiga (MPa):	% Aumento "Límite de fatiga estimado"
H13	726.481	1,406.695	7.53	473.23	-
1A	795.7	1,603.31	4.9	519.778	9.836
1AP	773.325	1,581.873	4.57	512.114	8.216
1S	836.914	1,586.06	4.76	523.972	10.722
1SP	808.043	1,588.009	4.53	519.263	9.727
7A	884.862	1,529.911	6.15	522.524	10.416
7AP	882.668	1,524.886	6.12	521.260	10.149
7S	903.549	1,511.366	6.56	522.544	10.42
7SP	867.379	1,495.157	5.95	513.384	8.485

Como se observa las condiciones con los mayores porcentajes de aumento estimados mediante la ecuación de Lequis, Buchholtz & Schultz para la condición 1S y 7S es de 10.722% y 10.42% respectivamente en comparación con el acero AISI H13 bonificado. Esto permite seleccionar a estas dos condiciones como las dos principales para estudiar a fatiga mecánica. Sin embargo, es necesario comparar los resultados fractográficos y de análisis superficial para seleccionar las dos principales condiciones a estudiar.

4.3.2. Fractografía.

En la fractografía de acero AISI H13 bonificado Figura 4.7a se presenta una falla típica de aceros de alta resistencia. Se observa cierta deformación plástica y estricción del material; existe un mecanismo de fractura mixto dúctil-frágil, con una zona fibrosa en la parte central característico de la deformación plástica del material y la creación de típicas hondonadas; es considerada esta zona como el inicio de fractura. Posteriormente, cuando los esfuerzos no pudieron ser distribuidos perpendicularmente a la aplicación de

la carga, los esfuerzos cortantes se distribuyen iniciándose el proceso de estricción. Inmediatamente el material comenzó a fragilizarse debido al proceso de endurecimiento por deformación plástica y terminó teniendo una fractura súbita de apariencia semi-frágil generando las zonas de desgarre. La Figura 4.7b representa la zona fibrosa, se observa la formación de microvacíos debido a la separación del material en hondonadas (hollows), logrando deformar los granos. La separación se desarrolló en los límites de grano, por lo tanto es una fractura de tipo intergranular, e inclusive es posible apreciar también un carburo esférico (cementita globular), el cual se generó tras el proceso de bonificación del mismo acero.

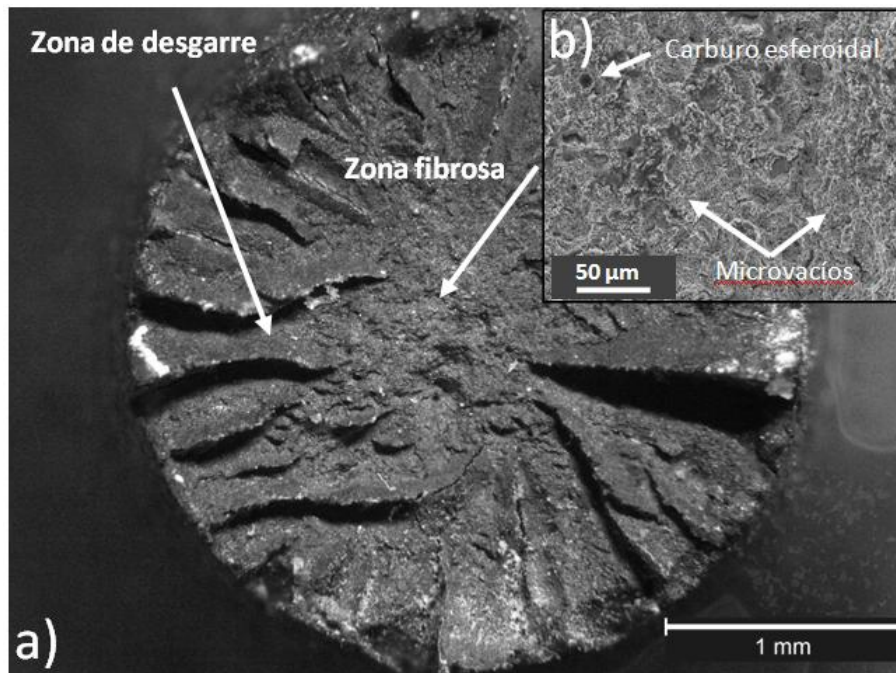


Figura 4.7 Fractografía de probeta de acero AISI H13. a) Magnificación de 25X, b) detalle de zona fibrosa, magnificación 500X.

En la Figura 4.8 se observa la fractografía de la condición 1A con una deformación transversal menor a la del acero AISI H13 bonificado, con inicio de grieta en la

superficie del material característica de fractura frágil debido a los nitruros de alta dureza. Se observa iniciaciones de grieta en diversos niveles de la probeta mostrando una superficie de fractura muy escalonada e irregular y teniendo en el final de la fractura una zona de desgarre con zonas granulares que indican un mecanismo de fractura dúctil.

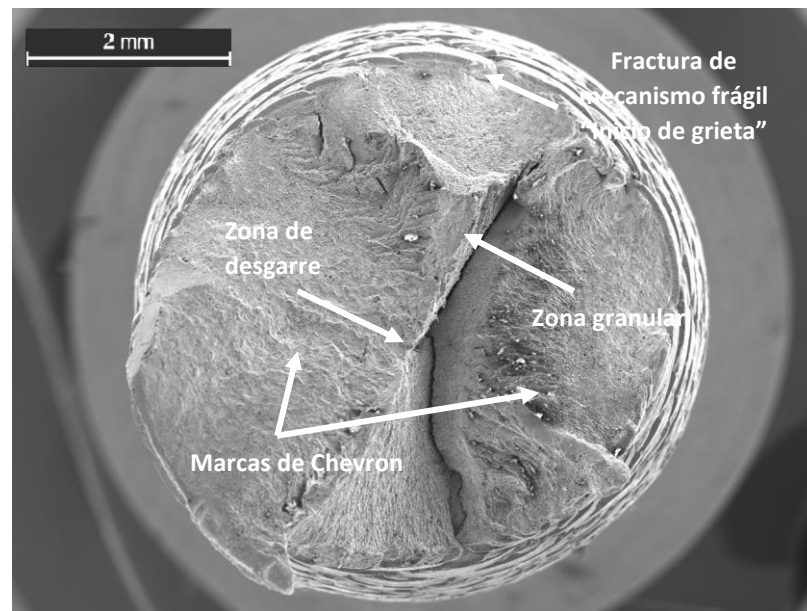


Figura 4.8 Fractografía de probeta de acero AISI H13 (1A) a una magnificación de 16X.

En la Figura 4.9 se observa la fractografía de la condición 1AP presenta menor estricción que el acero AISI H13 bonificado, y por ende mostrando una menor deformación del área transversal, aparentando a primera vista una fractura de tipo frágil; con avance de grieta transgranular (clivaje), permitiendo con ello una velocidad de fractura alta, posteriormente teniendo una reducción de velocidad de crecimiento, debido a la zona de difusión y substrato hasta terminar siendo una fractura de mecanismo dúctil en la zona granular.

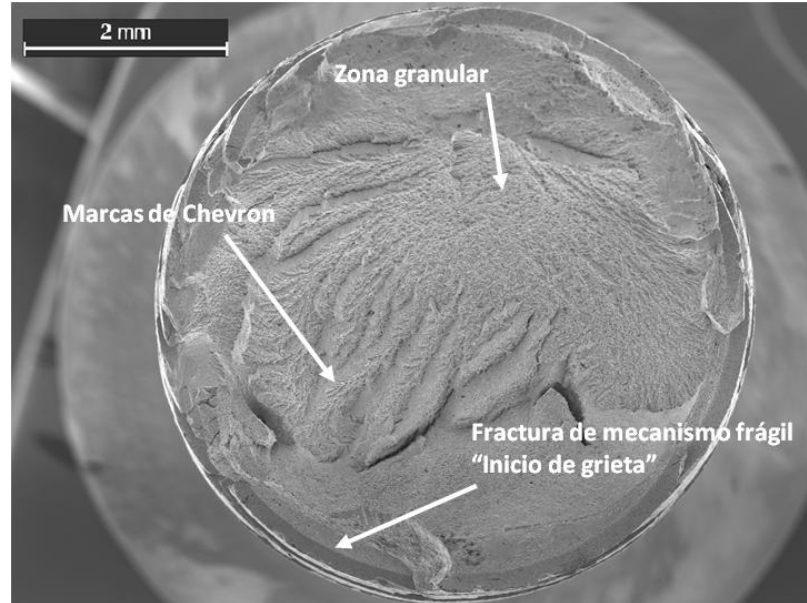


Figura 4.9 Fractografía de probeta de acero AISI H13 (1AP) a una magnificación de 16X.

En la Figura 4.10 se observa la fractografía de la condición 1S, al igual que en la condición 1A el crecimiento de grieta se identifica mediante las marcas de patrón de chevron, las cuales muestran una falla súbita de mecanismo mixto dúctil-frágil, siendo la iniciación de la grieta al igual que en la condición 1A a diferentes niveles de la probeta en la superficie del material teniendo un comportamiento totalmente frágil. Muestra una superficie de iniciación de grieta muy escalonada e irregular generando una zona de desgarre en el substrato, lo cual indica un mecanismo de fractura dúctil.

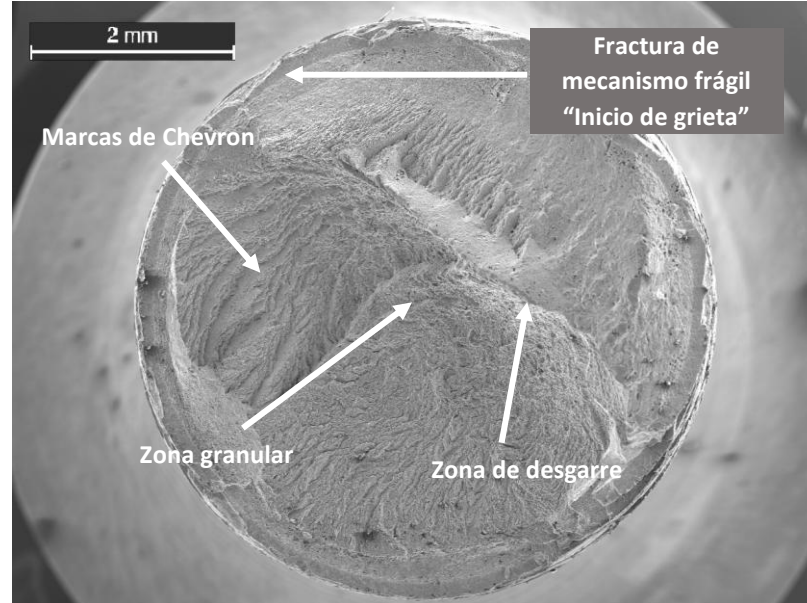


Figura 4.10 Fractografía de probeta de acero AISI H13 (1S) a una magnificación de 16X.

En la Figura 4.11 se observa la fractografía de la condición 1SP se observa una fractura más homogénea en donde puede apreciarse mediante las marcas de patrón de chevron la dirección de avance de grieta siendo el inicio de esta la superficie modificada del material mostrándose fractura de mecanismo frágil hasta llegar a la zona de difusión y substrato con mecanismos de arresto de grieta los cuales redujeron la velocidad permitiendo la existencia de zona granular.

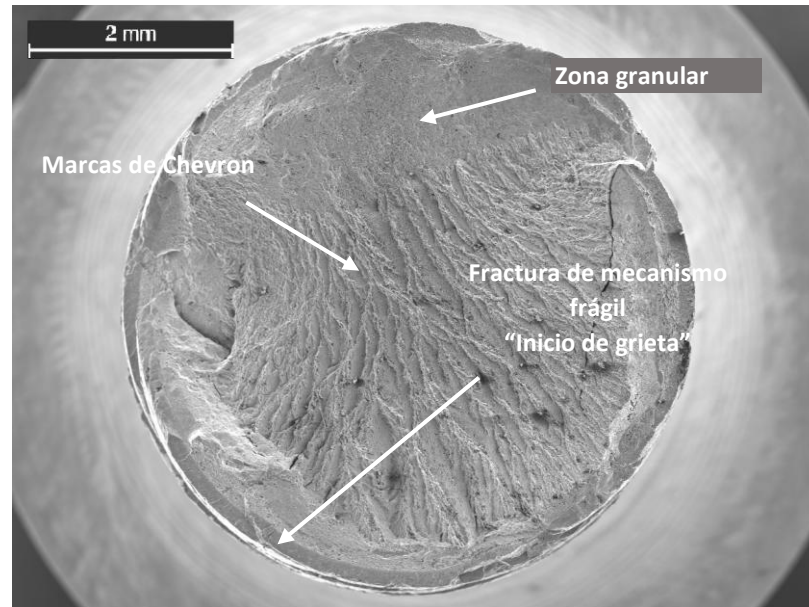


Figura 4.11 Fractografía de probeta de acero AISI H13 (1SP) a una magnificación de 16X.

En la Figura 4.12 se observa la fractografía de la condición 7A. En esta condición se aprecia una estricción mucho mayor que la condición 1A, lo cual es posible observarlo mediante la elongación (Tabla 4.2). Se observan marcas de patrón de río, mostrando una falla súbita de mecanismo mixto dúctil-frágil. En la superficie, que es la zona de iniciación de grieta se aprecia un mecanismo totalmente frágil con zonas de desgarre visibles, existiendo finalmente fractura de mecanismo dúctil en la zona granular

En la Figura 4.13 se observa la fractografía de la condición 7AP. Se aprecian marcas de chevron, las cuales muestran una falla súbita de mecanismo mixto dúctil-frágil. En la zona de iniciación de grieta, zona granular y zona de desgarre.



Figura 4.12 Fractografía de probeta de acero AISI H13 (7A) a una magnificación de 16X.



Figura 4.13 Fractografía de probeta de acero AISI H13 (7AP) a una magnificación de 16X.

En la Figura 4.14 se observa la fractografía de la condición 7S. Se aprecian marcas de patrón de chevron las cuales muestran una falla súbita de mecanismo mixto dúctil-frágil; el inicio de grieta al igual que en las demás condiciones fue en la superficie del material en donde se observa una fractura frágil, y teniendo en el final de la fractura una zona de desgarre con zonas granulares que indican un mecanismo de fractura dúctil.

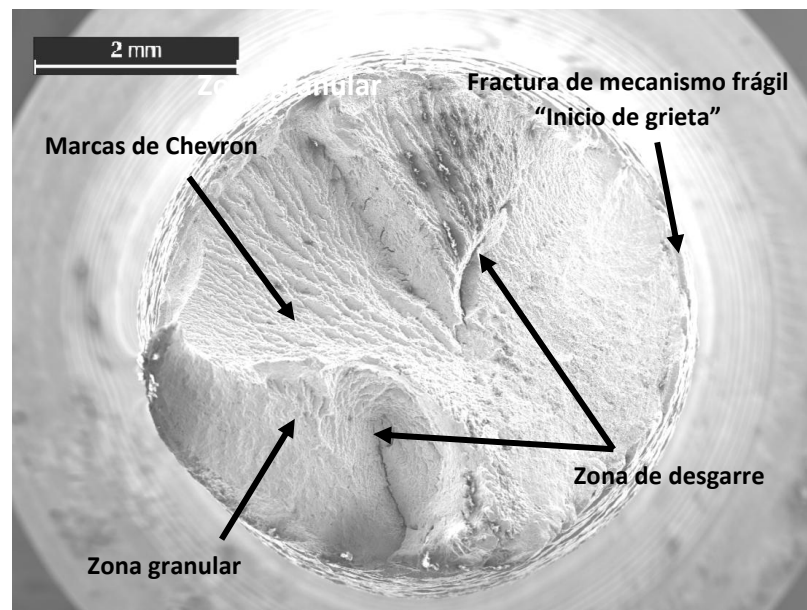


Figura 4.14 Fractografía de probeta de acero AISI H13 (7S) a una magnificación de 16X.

En la Figura 4.15 se observa la fractografía de la condición 7SP. Se puede observar como inicia la grieta en la superficie teniendo una apariencia de fractura de mecanismo frágil formándose marcas de río y patrón de chevron delimitando un patrón de crecimiento de grieta transgranular a intergranular, terminando en zonas de desgarre y zonas granulares con una apariencia de mecanismo de falla dúctil.

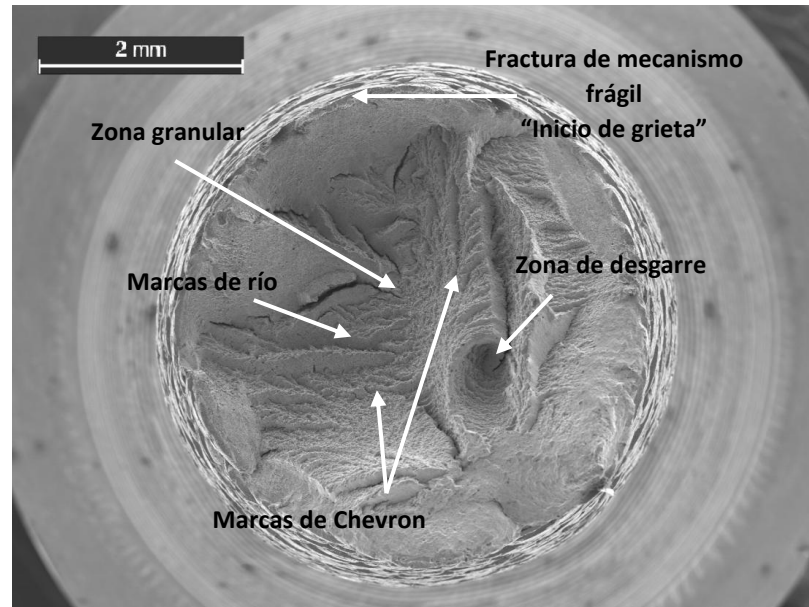


Figura 4.15 Fractografía de probeta de acero AISI H13 (7SP) a una magnificación de 16X.

En la Figura 4.16a y Figura 4.16b se observa el detalle de zona granular de la condición 1AP y 1SP, con un comportamiento muy similar entre ellas, siendo posible observar una fractura de mecanismo mixto, con zonas de fractura intergranular e inter-transgranular pero con una mayor tendencia a esta última. Se aprecia claramente los límites de grano en donde sucedió la formación de las superficies de fractura y también puede observarse una gran cantidad de formación de microvacíos en la zona intergranular y en la zona inter-transgranular.

En la Figura 4.16c y Figura 4.16d se observa el detalle de zona granular de la condición 7AP y 7SP, muestra una fractura intergranular además una gran cantidad de formación de microvacíos en zonas de límite de grano. También en algunas zonas es posible apreciar un mecanismo de fractura inter-transgranular, sin embargo es apreciablemente

menor en comparación a las condiciones de 1 hora de tratamiento, asemejando un comportamiento similar al del acero AISI H13 bonificado.

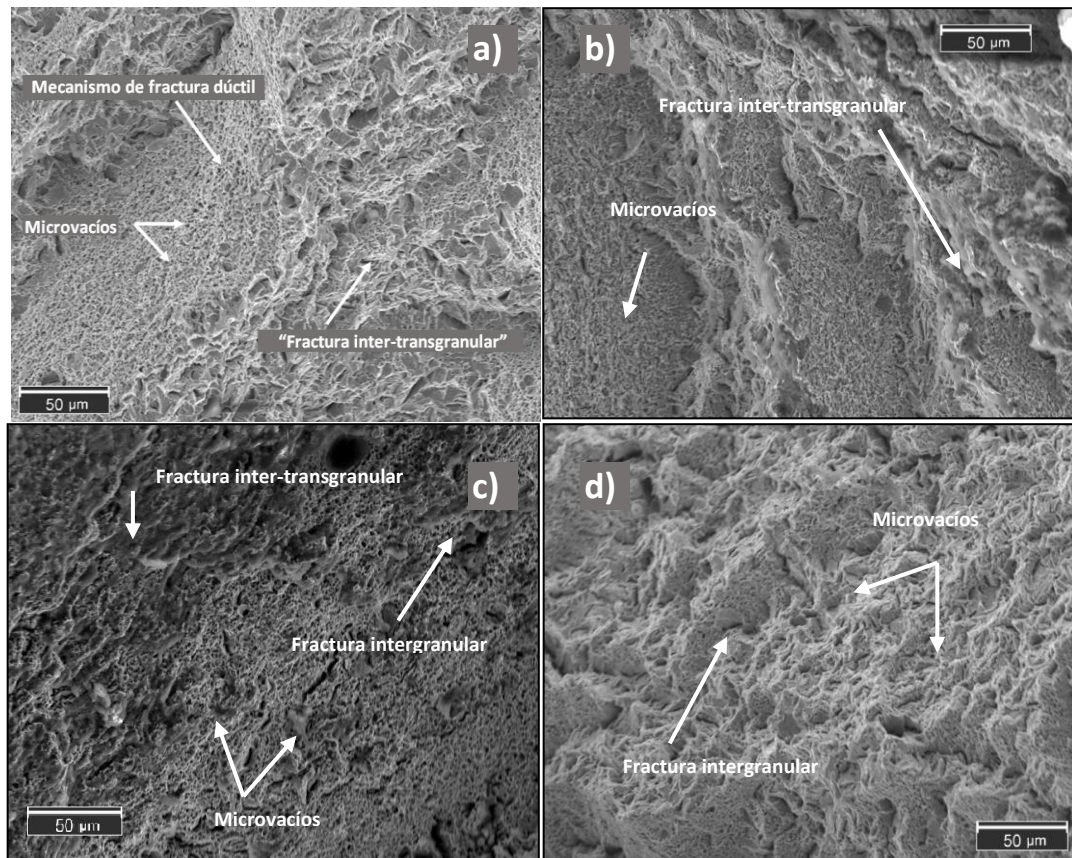


Figura 4.16 Detalle de zona granular a magnificación de 500X de condiciones a) 1AP, b) 1SP, c) 7AP, d) 7SP.

En la Figura 4.17a y Figura 4.17b se muestra el detalle de la iniciación de grieta para las condiciones 1AP y 1SP, respectivamente. Se observa un crecimiento de grieta transgranular, hasta llegar al sustrato y zona de difusión en donde se generaron ardetos de grieta debido a la existencia mayor tenacidad de estas zonas, y con ello reduciendo la

velocidad de fractura considerablemente, generándose una fractura de tipo trans-intergranular y por último un avance de tipo intergranular de la misma grieta.

En la Figura 4.17c y Figura 4.17d se muestra el detalle de la iniciación de grieta para las condiciones 7AP y 7SP, respectivamente. Se tiene un avance y comportamiento de grieta muy similar a las condiciones 1AP y 1SP. Sin embargo, en las condiciones de 7 h se observa un mecanismo transgranular más pequeño, posiblemente debido a un avance más lento de grieta y una mayor deformación plástica observado como crecimiento de grieta inter-transgranular e intergranular.

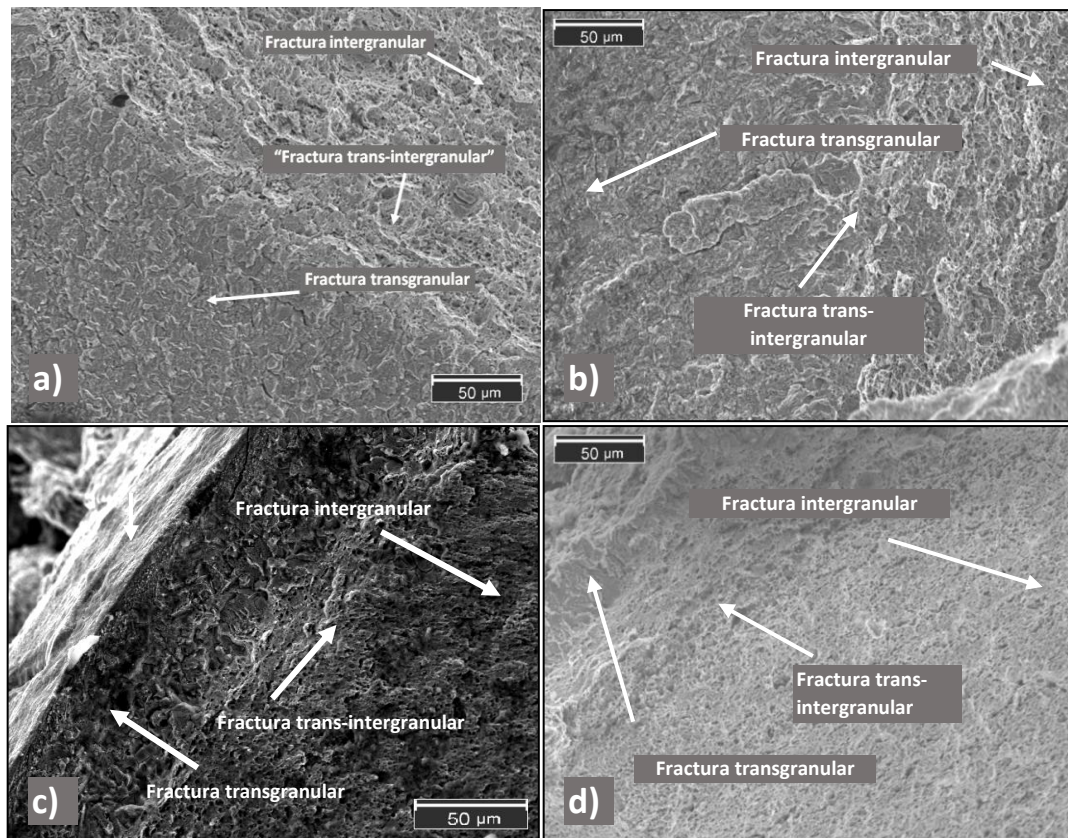


Figura 4.17 Detalle de inicio de grieta a magnificación de 500X de condiciones a) 1AP, b) 1SP, c) 7AP, d) 7SP.



4.3.3. Análisis superficial.

El Análisis de la superficie ha sido importante sobre todo para poder comprender el comportamiento diferente de las condiciones pulidas. Por ejemplo, para la condición 1A (Figura 4.18) se observa cierta porosidad normal y una línea de referencia regular en las metalografías (parte externa de la probeta). En cambio, para la condición 1AP se observa porosidad pero con algunos concentradores de esfuerzo producidos por el pulido con perla de vidrio, incluso la formación de micro-grietas en algunos casos (7SP). Las condiciones enfriadas en sales oxidantes presentan un relleno por óxido ferroso-diférrico como lo presenta la condición 7S. El pulido podría causar un efecto desfavorable en el comportamiento a fatiga resultado como concentradores de esfuerzo en la superficie del material. El efecto del pulido también parece afectar el comportamiento en tensión ya que 3 de las cuatro condiciones pulidas fueron de las de rendimiento más bajo; sin embargo, se necesitaría un estudio más profundo para confirmar esta hipótesis.

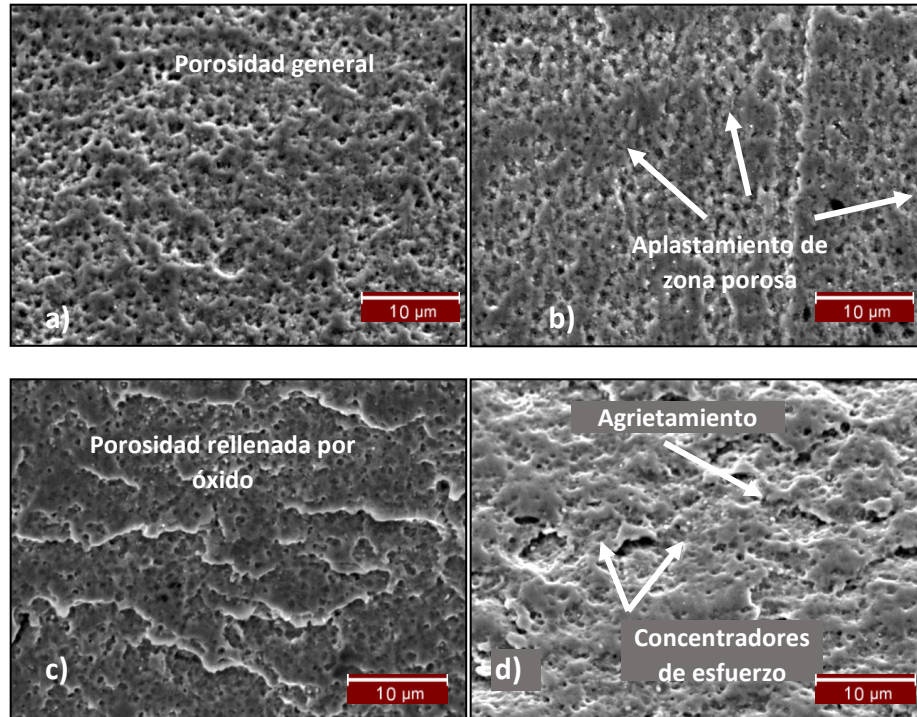


Figura 4.18 Imágenes obtenidas mediante MBE a una magnificación de 2000X de las condiciones a) 1A, b) 1AP, c) 7S y d) 7SP.

Al comparar los resultados de la ecuación Lequis et al., (1933) además de los resultados observados en los estudios metalográficos, de indentación instrumentada y los resultados a observar en el proceso de fractografía y análisis superficial se seleccionaron como las dos principales condiciones a estudiar a fatiga mecánica las condiciones 1S y 7S.

4.4. Curvas σ -N.

Después de la preparación de las probetas y tomándose en cuenta las condiciones de estudio se procedió a llevar a cabo la determinación de la curva σ -N. Para las condiciones de 1S y 7S se estimó el límite de fatiga a un ciclaje de 3×10^6 mediante el método de Nakazawa y Kodama (1987). La condición de bajo ciclaje es muy importante



para diseño de recipientes a presión, en el caso de la región de alto ciclaje es muy importante para el diseño de componentes y estructuras mecánicas. Y es por esto la gran importancia de considerar varios factores como el acabado y fragilidad superficial existente, la homogeneidad del material en relación a inclusiones no metálicas y la existencia de microvacíos los cuales actúan como concentradores de esfuerzo.

La curva σ -N obtenida para la condición 1S y 7S se muestra en la Figura 4.19. Ambas condiciones mostraron un comportamiento típico de aceros de alta resistencia teniendo una pendiente pronunciada en la zona de bajo ciclaje y gradualmente alcanzar el límite de fatiga. En la región finita de la curva el comportamiento es parecido, pero la condición 7S soportó mayor nivel de esfuerzos debido a la zona de difusión y probablemente al efecto de los esfuerzos residuales de mayor magnitud.

Por la naturaleza del ensayo de fatiga en donde pueden existir diferencias en la vida total a la fatiga entre los especímenes sometidos al mismo nivel de esfuerzo se optó por linealizar las curvas σ -N tomando en base la norma ASTM E739 la cual parte del trabajo estadístico y de regresión lineal realizado por (Lee et al., 1999; Wirshing, 1983). Esta dispersión en los resultados es debido a la heterogeneidad de la estructura cristalina del material, la anisotropía, esfuerzos residuales, imperfecciones, preparación, etc.

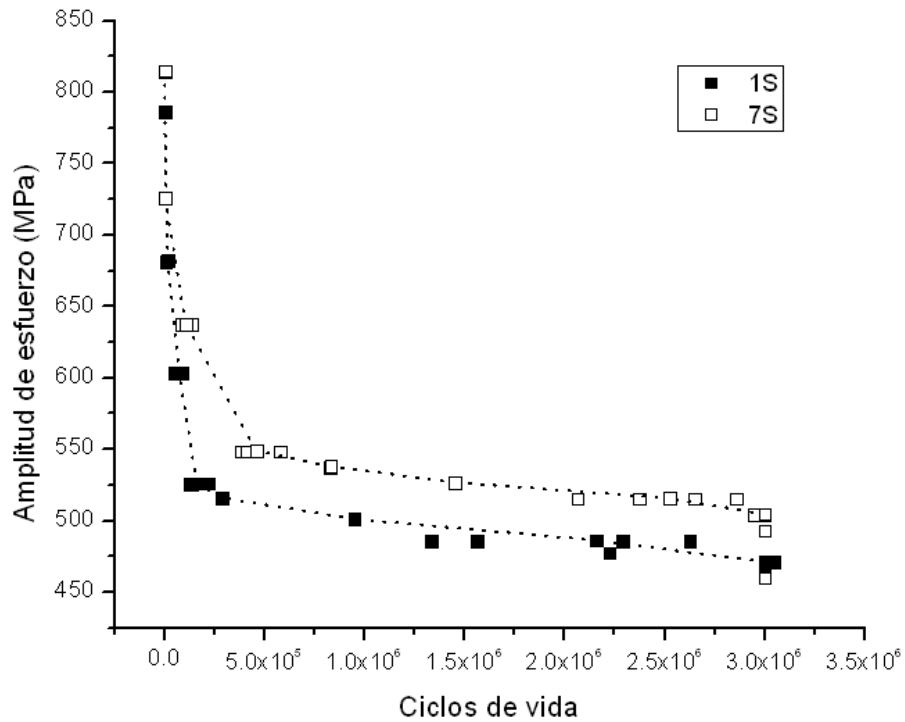


Figura 4.19 Curvas σ -N obtenidas mediante el ensayo de fatiga en viga rotatoria para las condiciones 1S y 7S.

A continuación se menciona brevemente el procedimiento para la determinación de las curvas σ -N linealizadas y factores determinados. El modelo de regresión lineal por mínimos cuadrados es el siguiente:

$$C_1X + C_2Y + \varepsilon = 0 \tag{4.19}$$

$$Y = C_2 + C_1X + \varepsilon \tag{4.20}$$

Donde ε es el error y que será calculado más adelante como un coeficiente de variación mediante la desviación estándar de los resultados, por lo tanto:

$$Y = C_2 + C_1X \tag{4.21}$$



Debido a que los valores a estimar de C_1 y C_2 son obtenidos mediante la minimización de la sumatoria del cuadrado de la desviación de los valores en función de Y entonces se sustituye y se incluye en la sumatoria a n_s (número de pruebas):

$$\Delta^2 = \sum_{i=1}^{n_s} C_2 + C_1 X \quad (4.22)$$

Se aplica el método de los mínimos cuadrados mediante el uso de derivadas parciales ya que se busca obtener la pendiente de una función en determinado eje. Se analiza la función Δ^2 respecto de la variable C_2 y se obtiene:

$$\frac{\partial \Delta^2}{\partial C_2} = \sum_{i=1}^{n_s} 2(Y_i - C_2 - C_1 X_i) (-1) = 0 \quad (4.23)$$

También se analiza la función Δ^2 respecto de la variable C_1 y se obtiene:

$$\frac{\partial \Delta^2}{\partial C_1} = \sum_{i=1}^{n_s} 2(Y_i - C_2 - C_1 X_i) (X_i) = 0 \quad (4.24)$$

Obteniendo como producto de las Ec. (4.23) y (4.24):

$$C_1 = \frac{n_s \sum X_i Y_i - \sum X_i \sum Y_i}{n_s \sum X_i^2 - (\sum X_i)^2} \quad (4.25)$$

$$C_2 = \frac{\sum Y_i - C_1 \sum X_i}{n_s} \quad (4.26)$$

Sustituyendo por datos obtenidos en la curva σ -N para la condición 1S se obtiene:

$$C_1 = -13.86 \quad (4.27)$$

$$C_2 = 43.29 \quad (4.28)$$



Sustituyendo por datos obtenidos en la curva σ -N para la condición 7S se obtiene:

$$C_1 = -18.15 \quad (4.29)$$

$$C_2 = 55.5 \quad (4.30)$$

Se calcula el exponente de resistencia a la fatiga (b) para la ecuación de Basquin en relación al número de ciclos, representándolo en la Ec. (4.31), y se sustituye para la condición 1S:

$$b = 1/C_1 \quad (4.31)$$

$$b = -0.07 \quad (4.32)$$

Sustituyendo datos de igual manera se calculó el exponente de resistencia a la fatiga para la para la condición 7S se obtiene:

$$b = -0.06 \quad (4.33)$$

El exponente de resistencia a la fatiga para materiales metálicos probados en probetas sin muescas su valor es de entre -0.05 a -0.2, sin embargo para probetas con un acabado superficial y preparación correcta su valor es de alrededor de -0.1.

Luego se procedió a calcular el coeficiente de resistencia a la fatiga mediante la Ec. (4.34) considerando los datos obtenidos y aplicando logarítmicos base 10.

$$S'_f = 10^{(-C_2 * b)} \quad (4.34)$$

Siendo el valor para la condición 1S de:

$$S'_f = 10^{(-43.29 * -0.07)} = 1322.45 MPa \quad (4.35)$$

Siendo el valor para la condición 7S de:

$$S'_f = 10^{(-55.5 * -0.06)} = 1138.5 MPa \quad (4.36)$$



Para la relación de la desviación estándar (σ_s), con la curva promedio se utilizó el coeficiente de variación del coeficiente de resistencia a la fatiga ($C_{S'_f}$), el cual se representa de la siguiente forma:

$$C_{S'_f} = \sqrt{10^{(b^2 * \sigma_s^2)}} \quad (4.37)$$

Sustituyendo se obtuvo el valor del coeficiente de variación de S'_f para la condición 1S de:

$$C_{S'_f} = \sqrt{10^{(-0.07^2 * s^2)}} = 0.012 \quad (4.38)$$

Sustituyendo se obtuvo el valor del coeficiente de variación de S'_f para la condición 7S de:

$$C_{S'_f} = \sqrt{10^{(-0.06^2 * \sigma_s^2)}} = 0.672 \quad (4.39)$$

Tabla 4.5 Valores de exponente de resistencia a la fatiga, coeficiente de resistencia a la fatiga y porcentaje de confiabilidad de condiciones 1S y 7S.

	<i>b.</i>	S'_f (MPa).	Porcentaje de confiabilidad (%).
1S	-0.07	1322.45	99.98
7S	-0.06	1138.5	99.32



El intervalo de confianza, el cual la ASTM lo estipula en un 95% para que exista confiabilidad en el desarrollo de la prueba y en los datos obtenidos mediante el cálculo logarítmico realizado anteriormente. Tenemos entonces que para la condición 1S sería de (99.98%) y para la condición 7S sería de (99.32%), datos considerablemente buenos y lo cual permite corroborar una confiabilidad bastante próxima de datos en las pruebas.

Mediante las curva σ -N se puede comprender la importancia de la zona de difusión en el nitrurado. En el caso de la condición 7S, la relación de zona de compuestos/ zona de difusión de 6.6% menor a 7.8% de 1S

Como generalidad, se observa un comportamiento en el cual a medio y alto número de ciclos la condición 7S tiene un mayor desempeño y es que cabe recordar que tiene un esfuerzo de cedencia mayor de 903MPa, contra 836MPa de la condición 1S; este valor indica una mayor tenacidad o capacidad de absorber energía mediante deformación, propiedad muy importante a nivel microscópico para condiciones de fatiga mecánica a alto ciclaje. Otro factor importante es la magnitud de los esfuerzos residuales que debido al tipo de enfriamiento cambiarán de tensiles a compresivos cuando el enfriamiento pasa de realizarse al aire a baño en sales oxidantes; además, la magnitud cambiará en función del tiempo de nitruración. El estudio de los esfuerzos residuales queda fuera del alcance del presente trabajo. En la Figura 4.20, se muestran las curvas σ -N linealizadas para las condiciones 1S y 7S.

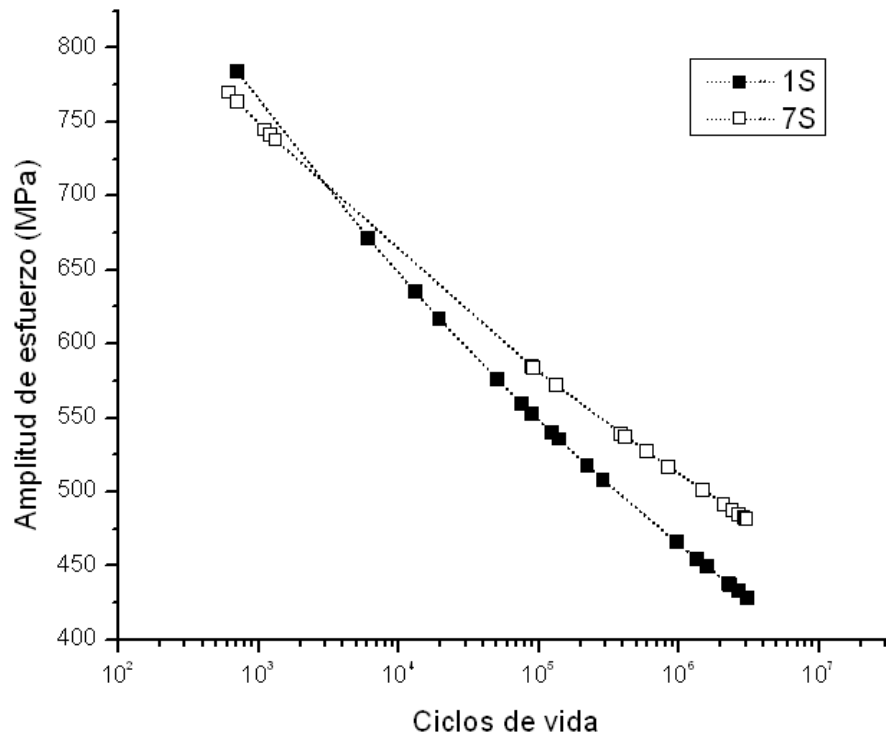


Figura 4.20 Curvas σ -N linealizadas para norma ASTM E739-10 obtenida para condición 1S y 7S.

4.4.1. Determinación de límite de fatiga.

El límite de fatiga se determinó mediante el método conocido comúnmente “de escalera” propuesto por Dixon-Mood, (1948) en donde los datos a tomar en cuenta son los eventos menos frecuentes, y al igual que en el método anterior se divide en determinados niveles para obtener una aproximación estocástica del límite de fatiga real del material. En la Figura 4.21 se muestran las pruebas realizadas para el método de escalera para la condición 1S.

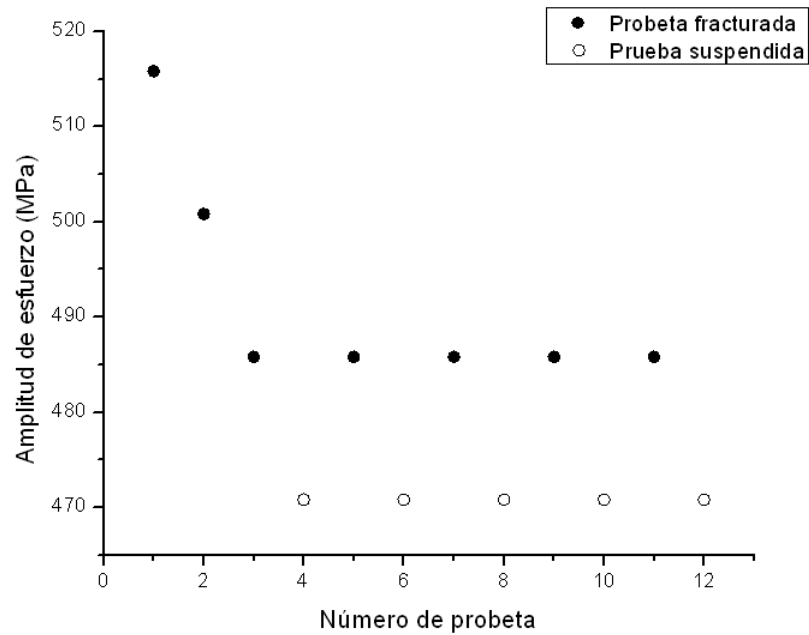


Figura 4.21 Prueba método de escalera para determinar esfuerzo límite de fatiga de condición 1S.

Para este método se utiliza la siguiente nomenclatura:

S_o = Nivel de esfuerzos.

d = Incremento de esfuerzos.

$n_{DM,i}$ = Número de evento menos frecuente en el nivel de esfuerzos i .

μ_s = Media.

σ_s = Desviación estándar.

A continuación se desarrolla el cálculo del método de escalera para las condiciones estudiadas en fatiga considerando un incremento de esfuerzo (d) = 15 MPa



$$i = 0 \quad S_0 = 470 \text{ MPa} \quad n_{DM,0} = 5$$

$$i = 1 \quad S_1 = 485 \text{ MPa} \quad n_{DM,1} = 0$$

$$i = 2 \quad S_2 = 500 \text{ MPa} \quad n_{DM,2} = 0$$

$$i = 3 \quad S_3 = 515 \text{ MPa} \quad n_{DM,3} = 0$$

$$\sum n_{DM} = 5$$

Primero se determina una estimación por el método estocástico el nivel de esfuerzo del límite de fatiga.

$$A_{DM} \sum_{i=0}^{i=3} (i)(n_{DM,i}) = (0)(5) + (1)(0) + (2)(0) + (3)(0) = 0 \quad (4.40)$$

$$B_{DM} = \sum_{i=0}^{i=3} (i)^2 (n_{DM,i}) = (0)^2(5) + (1)^2(0) + (2)^2(0) + (3)^2(0) = 0 \quad (4.41)$$

$$\mu_s = (S_o + d) \left(\frac{A_{DM}}{\sum n_{DM}} \pm \frac{1}{2} \right) = 470 \text{ MPa} + 15 \left(\frac{0}{5} + \frac{1}{2} \right) = 477.5 \text{ MPa} \quad (4.42)$$

Ahora se determinará la desviación estándar aproximada.

$$\frac{(B_{DM})(\sum n_{DM,i}) - A_{DM}^2}{(\sum n_{DM,i})^2} = \frac{(0)(5) - 0^2}{(5)^2} = 0 \quad (4.43)$$

Como:

$$0 < 0.3$$

Por lo tanto:

$$\sigma_s = (0.53)(d) = (0.53)(15) = 7.95 \text{ MPa} \quad (4.44)$$

En la Figura 4.22 se muestran las pruebas realizadas para el método de escalera para la condición 1S. Se considera un incremento de esfuerzo (d) = 11 MPa

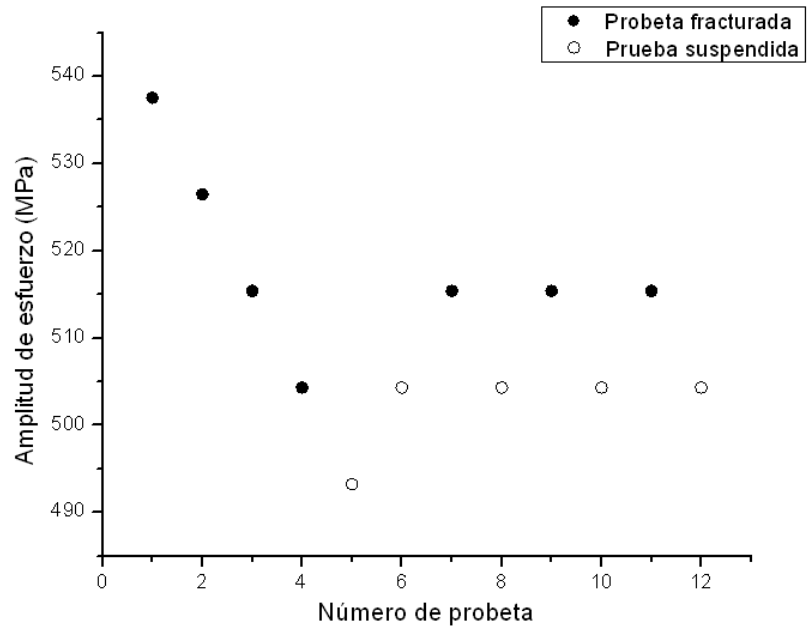


Figura 4.22 Prueba método de escalera para determinar esfuerzo límite de fatiga de condición 7S.

$$i = 0 \quad S_0 = 493 \text{ MPa} \quad n_{DM,0} = 1$$

$$i = 1 \quad S_1 = 504 \text{ MPa} \quad n_{DM,1} = 4$$

$$i = 2 \quad S_2 = 516 \text{ MPa} \quad n_{DM,2} = 0$$

$$i = 3 \quad S_3 = 527 \text{ MPa} \quad n_{DM,3} = 0$$

$$i = 4 \quad S_4 = 538 \text{ MPa} \quad n_{DM,4} = 0$$



$$\sum n_{DM} = 5$$

Se determina una estimación por el método estocástico el nivel de esfuerzo del límite de fatiga.

$$A_{DM} \sum_{i=0}^{i=3} (i)(n_{DM,i}) = (0)(1) + (1)(4) + (2)(0) + (3)(0) = 4 \quad (4.45)$$

$$B_{DM} = \sum_{i=0}^{i=3} (i)^2 (n_{DM,i}) = (0)^2(1) + (1)^2(4) + (2)^2(0) + (3)^2(0) = 4 \quad (4.46)$$

$$\mu_s = (S_o + d) \left(\frac{A_{DM}}{\sum n_{DM}} \pm \frac{1}{2} \right) = 493 \text{ MPa} + 11 \left(\frac{4}{5} + \frac{1}{2} \right) = 507.3 \text{ MPa} \quad (4.47)$$

Ahora se determinará la desviación estándar aproximada.

$$\frac{(B_{DM})(\sum n_{DM,i}) - A_{DM}^2}{(\sum n_{DM,i})^2} = \frac{(4)(5) - 4^2}{(5)^2} = 0.16 \quad (4.48)$$

Como:

$$0.16 < 0.3$$

Por lo tanto:

$$\sigma_s = (0.53)(d) = (0.53)(11) = 5.83 \text{ MPa} \quad (4.49)$$

En la Tabla 4.5 se muestra una comparativa de los límites de fatiga estimados y el porcentaje de aumento en relación al acero AISI H13 del estudio realizado por (R. Yesildal, 2002).



Tabla 4.6 Límite de fatiga estimados mediante método de escalera para condición 1S, 7S y H13 (R. Yesildal, 2002).

	σ_{lf} (MPa).	Aumento (%).	Desviación estándar.
H13	432	-	-
1S	477.5	10.53	7.95
7S	507.3	17.43	5.83

4.4.2. Fractografía.

Se realizaron estudios de fractografía a las probetas nitruradas 1S y 7S sometidas a bajo y alto ciclaje. En la Figura 4.23a se observa la fractografía de la condición 1S sometida a una amplitud de esfuerzo de 786MPa y que tuvo una vida total a la fatiga de 7×10^2 ciclos. La fractura por el alto nivel de esfuerzos aparenta en su totalidad un mecanismo de falla frágil. Pero es posible identificar las zonas de iniciación de grieta con fractura (transgranular), una zona de transición de grieta transgranular intergranular y en el resto de la probeta con fractura intergranular. Incluso se aprecia el avance de grieta entre los límites de grano del material hasta finalizar en una marca de patrón de Ratchet (formación que se genera cuando existen iniciaciones de grieta a niveles distintos y se encuentran en un mismo plano en determinado momento). En la Figura 4.23b se observa la fractura intergranular en donde se aprecia formación de microvacíos. En el detalle de la Figura 4.23b se aprecia la formación de microvacíos en el límite de grano, evidenciando una fuerte deformación microplástica de mecanismo dúctil. También se

muestra una direccionalidad de crecimiento en función de los esfuerzos generados durante la prueba. En la figura 4.23c se observa la fractografía de la iniciación de grieta, se aprecia una fractura totalmente transgranular. La grieta se inició entre la zona de difusión y el substrato. En el detalle de la Figura 4.23c se observa la formación de estrías debido al deslizamiento cíclico de las dislocaciones existentes en los granos, caracterizando una fuerte deformación microplástica. También se observa la direccionalidad del crecimiento de grieta por la formación de estrías (bandas de deslizamiento) difícilmente observables en aceros aleados debido a la resistencia al deslizamiento de dislocaciones (Möser, 2007).

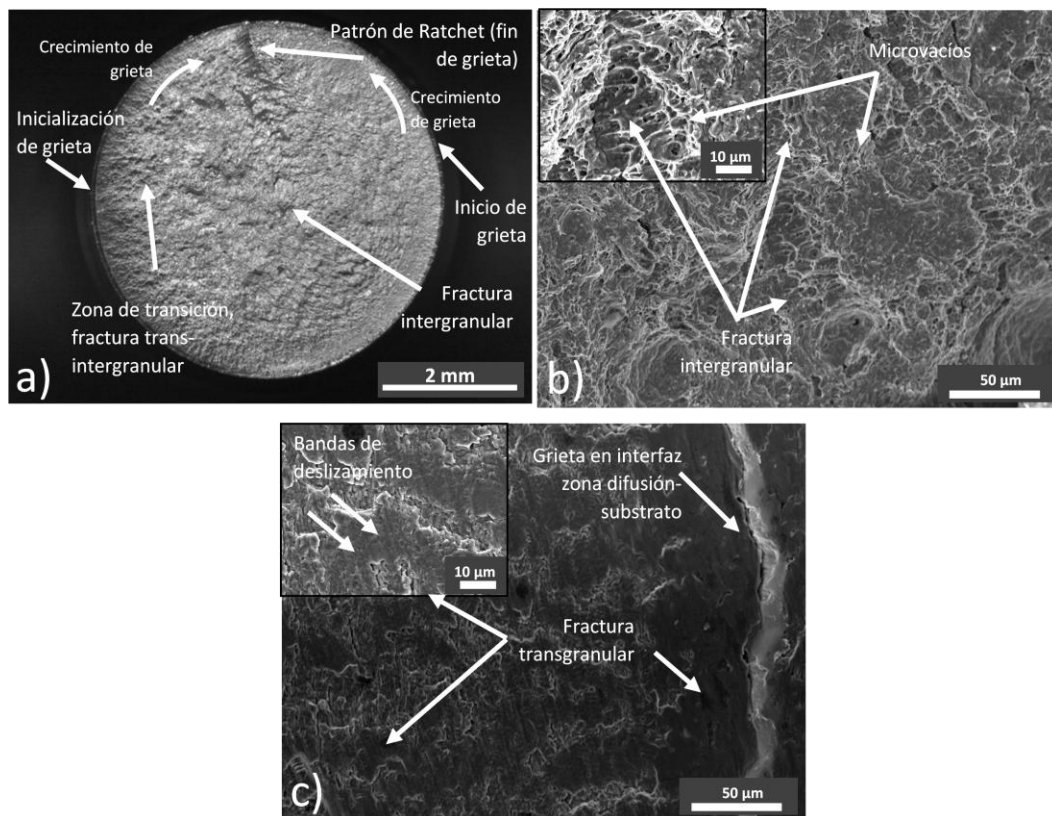


Figura 4.23 a) Fractografía de la probeta 1S sometida a fatiga a un nivel de 786 MPa. Magnificación 12.5X. b) Fractura intergranular, magnificación 500X. Magnificación detalle 2000X, c) Inicio de grieta, magnificación 500X. Magnificación de detalle 2000X.



Sin embargo, lo más remarcable es la nucleación de grieta en la interfaz de capa de compuestos y zona de difusión.

En la Figura 4.24a se observa la fractura de la probeta 7S sometida a una amplitud de esfuerzo de 814MPa con vida a la fatiga de 7×10^2 ciclos, la fractura presenta un mecanismo de falla frágil observándose un comportamiento completamente similar a la condición 1S. Sin embargo, a una mayor amplitud de esfuerzo. En la figura 4.24b se muestra la fractografía de zona de crecimiento de grieta trans-intergranular, este presenta formación diversa de microvacíos, e inclusive se observa cementita esferoidal en la matriz de ferrita. En el detalle de la Figura 4.24b se observan pequeñas secciones de crecimiento de grieta transgranular, con microvacíos en el límite de grano. En la figura 4.24c) se presenta la fractografía de iniciación de grieta, se observa que la iniciación de grieta fue en la superficie del material, agrietando el recubrimiento y provocando un crecimiento hacia el interior del material. En el detalle de la misma figura se observa la existencia de una inclusión, así como un agrietamiento general el cual provocó la iniciación y propagación de la grieta desde la superficie nitrurada hasta el sustrato y su consecuente propagación y falla total del material.

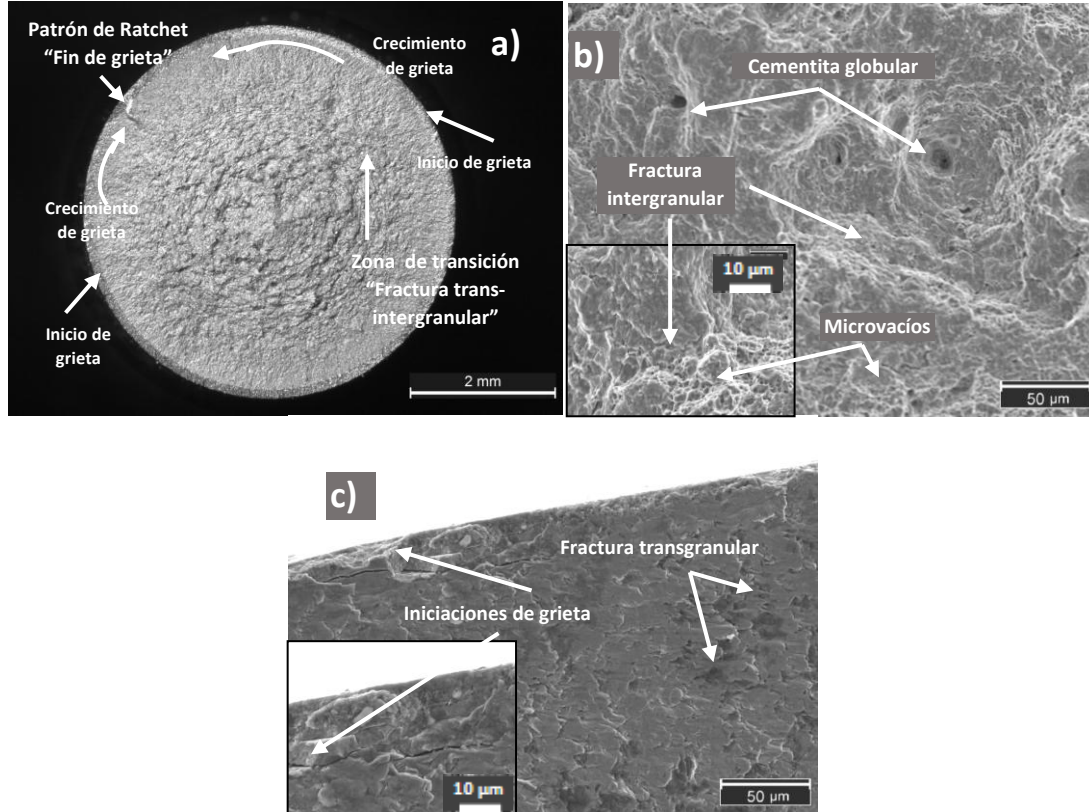


Figura 4.24 a) Fractografía de la probeta 7S sometida a fatiga a un nivel de 814 MPa. Magnificación 12.5X. b) Fractura intergranular, magnificación 500X. Magnificación detalle 2000X, c) Inicio de grieta, magnificación 500X. Magnificación de detalle 2000X.

En la Figura 4.25a se analizó fractográficamente una probeta de la condición 1S sometida a una amplitud de esfuerzo de 486MPa con una vida a la fatiga de 2.6×10^6 ciclos. La fractura macroscópicamente aparenta mecanismo de falla frágil, aunque es posible percibir la zona de iniciación de grieta debido a que presenta el típico patrón de fractura por alto ciclaje llamado ojo de pescado. En este caso se presenta una fractura de tipo transgranular, con una zona de transición de fractura transgranular a intergranular, y en el resto de la probeta el tipo de fractura es intergranular, pudiéndose apreciar también un pequeño patrón de Ratchet que puede considerarse parte final del proceso de fractura



y menos abrupto que en bajo ciclaje de la misma condición. En la Figura 4.25b se observa una fractografía de la zona de transición, se aprecia una fractura transgranular en toda la zona pero con una muy buena definición de la forma de los granos que fueron atravesados por el crecimiento de grieta, así como incluso se puede observar un fragmento de cementita globular con leve deformación plástica. En el detalle de la misma figura se observa la dirección de crecimiento de grieta mediante la apreciación de las estrías formadas en cada uno de los granos, las cuales son producto de los deslizamientos cíclicos. También se aprecia el comienzo de fractura intergranular y es posible observar la formación de microvacíos en el límite de grano. En la Figura 4.25c se observa una fractografía de la iniciación de grieta (ojo de pescado), siendo el nucleador de grieta una inclusión no metálica, lo cual es posible verlo debido a la sobresaturación de electrones en la imagen tomada por SEM. Además alrededor de esta inclusión se observa en el material una deformación totalmente plástica de los granos, cabe comentar que realmente la mayor parte de la vida a la fatiga en alto ciclaje de un material depende de la iniciación de grieta, ya que la grieta crece hasta alcanzar la superficie del material y en ese momento comienza la segunda etapa, la cual es de propagación de la grieta (Sláměcka, 2013). En el detalle de la misma figura se observa claramente la inclusión no metálica y la formación de importantes concentradores de esfuerzo alrededor de esta.

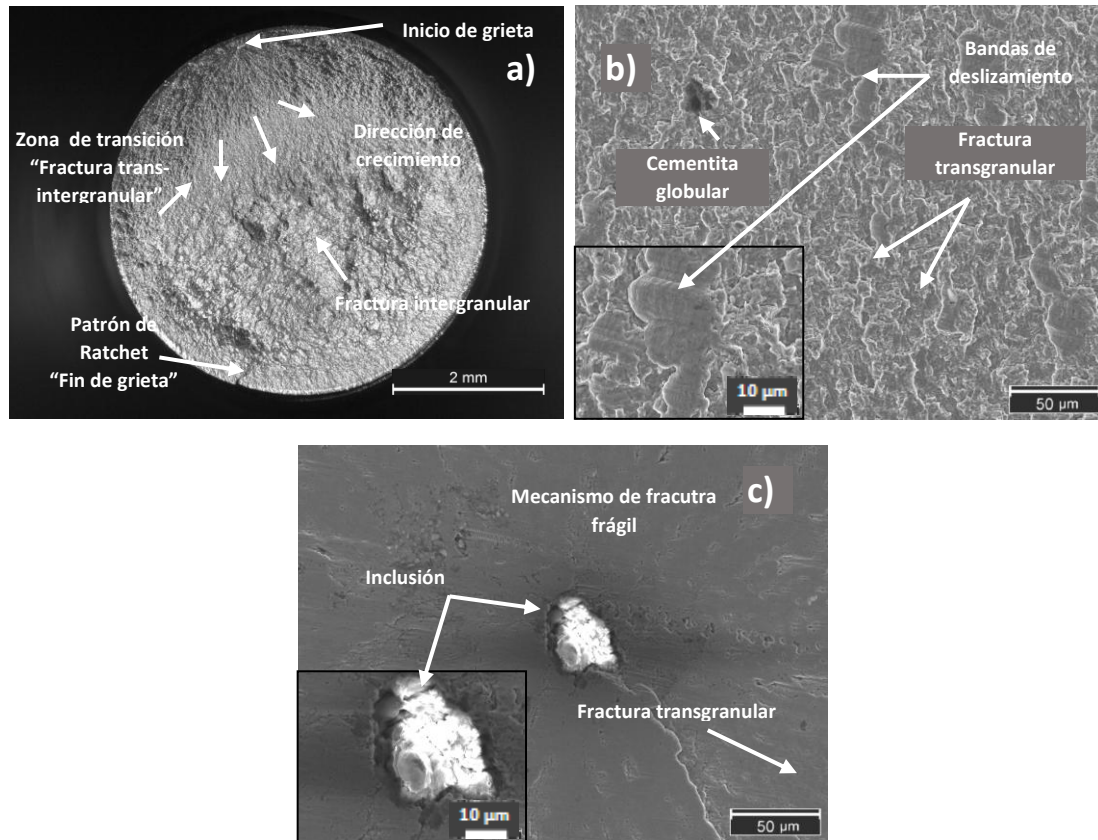


Figura 4.25 a) Fractografía de la probeta 1S sometida a fatiga a un nivel de 486 MPa. Magnificación 12.5X. b) Fractura intergranular, magnificación 500X. Magnificación detalle 2000X, c) Inicio de grieta, magnificación 500X. Magnificación de detalle 2000X.

En la Figura 4.26a se analizó fractográficamente una probeta de condición 7S sometida a una amplitud de esfuerzo de 515MPa y con vida a la fatiga de 2.8×10^6 ciclos. La fractura macroscópicamente aparenta un mecanismo de falla frágil. Sin embargo, es el efecto de un proceso de gran deformación plástica a nivel microscópico, presentando un comportamiento considerablemente similar a la condición 1S.

En la Figura 4.26b se observa una fractografía de zona de transición, es de interés esta zona debido a que es el final de la propagación de grieta transgranular y el inicio de zona

intergranular. En el detalle de la misma figura, la apreciación de las estrías observables en los granos, es un poco más complicado que en la condición 1S, debido a que los deslizamientos cíclicos se desarrollaron a un nivel de esfuerzos demasiado bajo como para apreciarse fácilmente, pero aún logran ser identificadas.

En la Figura 4.26c se observa la fractografía de iniciación de grieta (ojo de pescado), al igual que en la condición 1S es el nucleador de grieta una inclusión no metálica.

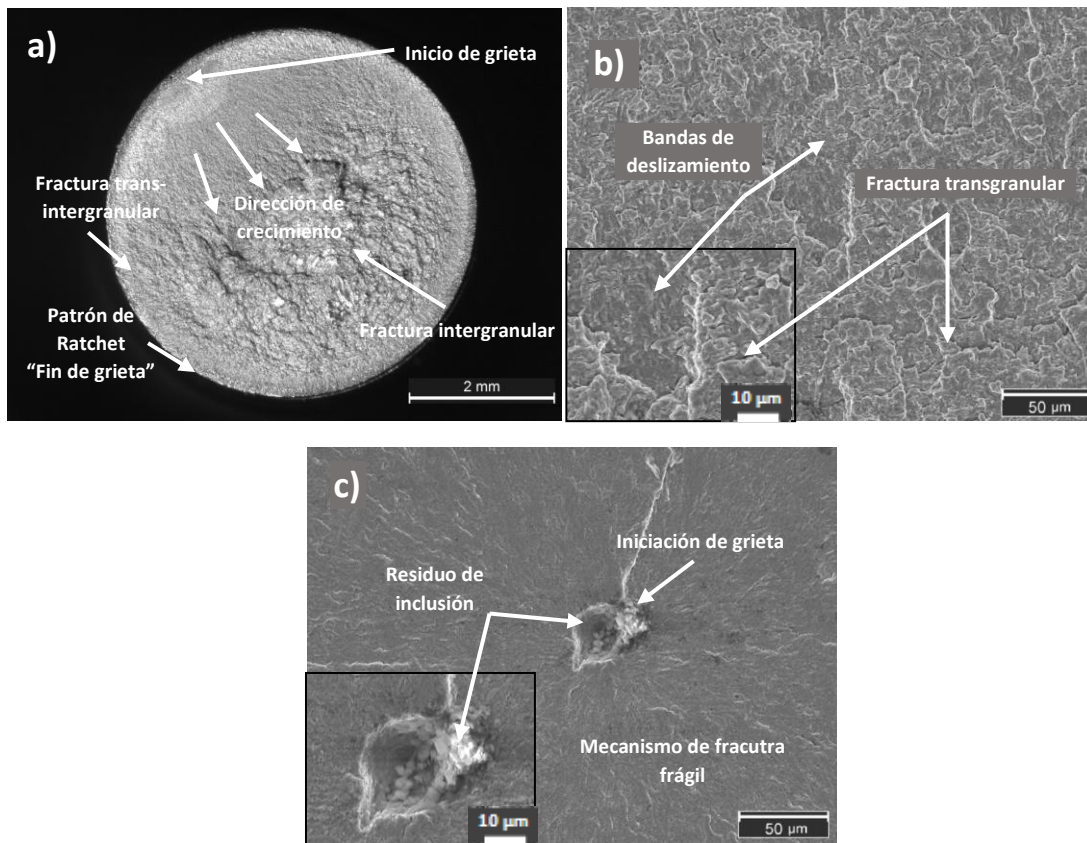


Figura 4.25 a) Fractografía de la probeta 7S sometida a fatiga a un nivel de 515 MPa. Magnificación 12.5X. b) Fractura intergranular, magnificación 500X. Magnificación detalle 2000X, c) Inicio de grieta, magnificación 500X. Magnificación de detalle 2000X.



La propagación de grieta en condición de bajo y alto ciclaje tiende a diferir mucho entre ellas. Esto debido a que en condiciones de bajo ciclaje existe menor posibilidad de que se desarrolle un mecanismo de fractura mayoritariamente por fragilización microplástica existiendo una fractura de tipo intergranular en la mayor parte de la superficie de fractura. La diferencia a bajo ciclaje entre condición 1S y 7S radica en el efecto de la zona de difusión en el mecanismo de fractura, esto debido a que en la condición 1S la iniciación de grieta se inició en la superficie y se propago entre la zona de difusión y substrato observándose una formación de superficies de fractura entre estas dos zonas. En el caso de la condición 7S se generaron agrietamientos en la superficie del material y luego estos se propagaron paulatinamente a zona de difusión y substrato observándose una mayor fractura transgranular que en condición 1S.

En condiciones de alto ciclaje la para ambas condiciones 1Sy 7S la iniciación de grieta sucedió en inclusiones no metálicas, las cuales actúan como concentradores de esfuerzo afectando la granos y permitiendo un menor deslizamiento cíclico por lo cual ocurre un endurecimiento plástico de los granos y una posterior fractura transgranular en la cual es posible observar los deslizamientos cíclicos a través de la formación de estrías.



CONCLUSIONES

- Mediante el análisis metalográfico fue posible apreciar una diferencia de espesores de capa de compuestos y zona de difusión, influenciadas por tiempo de nitruración en sales principalmente.
- El modo de enfriamiento no afecta importantemente la dureza de la zona de compuestos bajo las condiciones estudiadas.
- El efecto de tiempo de nitruración es reflejado por las curvas σ - ϵ demostrando que la zona de difusión juega un papel primordial en el rendimiento bajo condiciones estáticas. Además, el modo de enfriamiento no tiene una marcada influencia en las pruebas de tensión. El efecto del pulido por perla de vidrio posiblemente influya pero con el diseño experimental realizado no se logra confirmarlo.
- El análisis fractográfico de las probetas de tensión mostró para las condiciones de 1 hora un comportamiento de fractura de apariencia más frágil mostrando una estricción mucho menor, y un avance de grieta transgranular mayor que las condiciones de 7 horas.
- En el desarrollo de las curvas σ -N hechas mediante ensayos de fatiga de viga en voladizo por flexión rotatoria se observó una mejora considerable en el desempeño de las condiciones 1S (10.53%) y 7S (17.43%) respecto del acero AISI H13 bonificado.
- La ecuación de Lequis muestra un primer acercamiento para estimar el límite de fatiga para el acero H13 nitrurado.



- El análisis fractográfico de las probetas de fatiga la condición de 1 hora mostró un inicio de fractura en la superficie y una propagación de grieta a través de la interface existente entre la zona de difusión y sustrato, en el caso de la condición de 7 horas la falla apareció en capa de compuestos provocando agrietamientos en ella y finalmente generando pequeñas nucleaciones de grieta en esos concentradores de esfuerzos.



PERSPECTIVAS DE TRABAJO

- Estudio de la formación de óxidos después del tratamiento de enfriamiento mediante baño de sales mediante EDS o XPS con la finalidad de estudiar su formación y si existe un efecto en los resultados de fatiga.
- Evaluar por fatiga estructural el acero AISI H13 con un proceso que elimine la capa de compuestos y una consecuente comparación con los datos obtenidos en este trabajo para determinar la influencia de la zona de difusión en la vida total a la fatiga de este material.
- Desarrollo de un modelo numérico mediante software de elemento finito para estimar propiedades a la fatiga estructural de aceros mediante propiedades obtenidas por medio de indentación instrumentada.
- Estudio del efecto de la deposición de magnetita en la superficie porosa de la capa de compuestos mediante estudios de fatiga mecánica para considerar su influencia en su desempeño a alta temperatura.
- Desarrollo de una ecuación semi empírica exclusivamente para materiales nitrurados considerando espesores de capa de compuestos y zona de difusión para obtener valores estimados más precisos de límite de fatiga para materiales modificados bajo esta condición.



REFERENCIAS

A.S.M. Handbook Vol. 4, (2013) *Heat Treating*, Fundamentals of Nitriding and Nitrocarburizing, p607-609, 923, 880-882, 927.

A.S.T.M. E3–11, (2011) *Standard Guide for Preparation of Metallographic Specimens*.

A.S.T.M. E407–07, (2011) *Standard Practice for Microetching Metals and Alloys*.

A.S.T.M. E7–03, (2009) *Standard Terminology Relating to Metallography*.

A.S.T.M. E739-10, (2010) *Standard Practice for Statistical Analysis of Linear or Linearized Stress-Life (S-N) and Strain-Life (ϵ -N) Fatigue Data*.

A.S.T.M. E8/E8M–09, (2008) *Standard Test Methods for Tension Testing of Metallic Materials*.

Almar-Naess, A., (1985) *Fatigue Handbook: Offshore Steel Structures*, 3rd Edition, Tapir.

Askeland, D., R., (1998), *Engineering of materials*, 3rd Edition, PWS Publishing Company, pp. 140-148.

Bannantine, J., A., Comer, J., J., & Handrock, J., L., (1989) *Fundamentals of Metal Fatigue Analysis*, Prentice-Hall, New Jersey.

Barsom, (2009), *Fracture & fatigue control*, pp. 184-185.



Ben, S., S., (2012) *Ion and Gas Nitriding Applied to Steel Tool for Hot Work X38CrMoV5 Nitriding Type: Impact on the Wear Resistance*), Materials Sciences and Applications, 2012, 3, 640-644.

Boardman, B., (1990), *Fatigue resistance of steels*, ASM International, pp. 673-678.

Brand, A., and Sutterlin, R., (1980) *Calcul des pièces à la fatigue. méthode du gradient*, CETIM.

Callister, W., D., (2013) *Materials Science and Engineering: An Introduction*, 9th Edition, Department of materials Science and Engineering, The University of Utah, pp. 364-384.

Cazaux, R., Pomey, G., Rabbe, P., & Janssen, C., (1969) *La fatigue des Métaux*, Dunod, Paris.

Dieter, G., E., (1986) *Mechanical Metallurgy*, 3rd Edition, McGraw-Hill, pp 378-379.

Dieter, G., Kuhn, H., A., and Semiatin, S., L., (2003) *Handbook of Workability and Process Design*, Eds., ASM International, Materials Park, OH, pp. 291–315.

Dixon, W., J., & Mood, A., M., (1948) *Method for obtaining and analyzing sensitivity data*, Journal of the American Statistical Association, Vol. 43, pp. 109-126.

Dowling N., E., (1993) *Mechanical behavior of materials*, Engineering Methods for Deformation, Fracture and Fatigue, Prentice Hall, Virginia, pp 466-467.

Ewing, J., A., & Homfrey, J., C., W., (1903) *The fracture of metals under repeated alternations of stress*. Phil. Trans. Roy. Soc., Vol. A200, pp 241-250.



Fischer-Cripps, A., C., (2011), *Nanoindentation*, Mechanical Engineering Series, 3rd edition.

Frost, N., E., Marsh, K., J., & Pook, L., P., (1974) *Metal fatigue*. Clarendon Press, Oxford.

Fuchs, H., O.; Stephens, R., I., (1980) *Metal Fatigue in Engineering*, Wiley, pp 364-369.

Futani, K., (2004) *Low Temperature Salt Bath Nitriding of Steels*, Vol. 46, p 276-281.

Hertz, H., (1881) *On the contact of elastic solids*, J. Reine Angew. Math. 92, pp. 156–171.

Hussain, K., et al., (1999) *Influence of gas nitriding on fatigue resistance of maraging steel*, International Journal of Fatigue 21, p163–168.

ISO/FDIS 14577-1:2002 (2002); *Metallic materials - Instrumented indentation test for hardness and materials parameters*, ISO Central Secretariat, Rue de Varembé 1, 1211 Geneva, Switzerland.

Jessner, P., et al., (2009) *Investigations of the nitrated subsurface layers of an Fe–Cr-model alloy*.

Johnson, K., L., (1970) *The correlation of indentation experiments*, J. Mech. Phys. Solids, 18, 115-126.

Klesnil, M., Kukas, P., (1980) *Fatigue of metallic materials*. Elsevier, Amsterdam.

Kocanda, S., (1978) *Fatigue failures of metals*. Sijthoff and Noordhoff International



Publishers, Netherlands.

Krukovich, M., G., (2004) *Simulation of the nitriding process*, Metal Science and Heat Treatment.

Kugler, G., et al., (2006) *Wear behaviour of nitrided microstructures of AISI H13 dies for hot extrusion of aluminium*.

Kundalkar, D., Mavalankar, M., & Tewari, A., (2015), *Effect of gas nitriding on the thermal fatigue behavior of martensitic chromium hot-work tool steel*, Kalyani Centre for Technology and Innovation, Bharat Forge Limited, Keshavnagar, Pune 411036, India.

Lalanne, C., (2009) *Fatigue Damage*, Mechanical Vibration and Shock Analysis.

Lee, Y., Lu., M., Segar, Welch, C., & Rudy R., (1999) *A reliability-based cumulative fatigue damage assesment in crack initiaition*, International Journal of Materials and Product Technology, Vol. 14, No. 1, pp. 1-16.

Lequis, W., Buchholtz, K., & Schulz, E., H., (1933) *Biegeschwungungsfestigkeit und Kerbempfindlichkeit in ihrer Beziehung zu den übrigen Festigkeitseigenschaften bei Stahl*, Stahl und Eisen, v. 53, pp. 1133-1137.

Lightfoot, B., J., and Jack, D., H., (1973) *Kinetics of Nitriding With and Without White-Layer Formation*, Heat Treatment, The Metals Society, reprinted in Source Book on Nitriding, American Society for Metals, 1977, p 248–254.

López, A., (2013) *Endurecimiento Superficial por Nitruración en Baño de Sales en un Acero grado Herramienta AISI H13*, Ciudad de México, Pag IX, 4-8.



Mangonon, P., L., (1999) *The principles of materials selection for engineering design*, 1st Edition, Prentice-Hall, p264.

Martínez, J., V., (2013) *Caracterización Superficial de un Acero AISI 4140 Endurecido por Nitruración de Sales*, Ciudad de México.

Meza, J., M., et al., (2008), *Medición del módulo de elasticidad en materiales de ingeniería utilizando la técnica de indentación instrumentada y de ultrasonido*, Revista de metalurgia, 44 (1).

Mittemeijer, E., J., Vogels, A., B., P., and van der Schaaf, P., J., (1980) *Morphology and Lattice Distortions of Nitrided Iron, Iron- Chromium Alloys and Steels*, J. Mater. Sci., Vol 15, p 3129–3140.

Möser, M., (2007) *Fractography with the SEM (Failure Analysis)*, Materials Science Monographs 40: Electron Microscopy in Solid State Physics.

Murakami, Y., (2002) *Metal fatigue: Effect of small defects and non metallic inclusions*, 1st Edition, Elsevier, Japan.

Nakasawa, H., & Kodoma, S., (1987) *Statistical S-N Testing Method with 14 Specimens: JSME standard method for determination of S-N curve*, Statistical Research on Fatigue Fracture (Tanaka T., Nishijima S. & Ichikawa M., Eds.), Current Japanese Materials Research, Vol. 2, pp. 59-69.

Pokluda, J., & Šandera, P., (2010) *Micromechanisms of Fracture and Fatigue*, 2nd Edition, Springer, Czech Republic.

Pye, D., (2001) *Diffusion Surface Treatment Techniques: A Review*, Ind. Heat, pp. 39–



44.

Pye, D., (2003) *Practical Nitriding and Ferritic Nitrocarburizing*, ASM International, 1st Edition, USA.

Roberts, G., A., and Cary, R., (1998) *Tool Steels*, 4th ed., ASM International, Materials Park, OH.

Roberts, G., G. Krauss, and R. Kennedy, (1998) *Tool Steels*, 5th ed., ASM International, Materials Park, OH, pp. 7–28.

Schijve, J., (2003) *Fatigue of structures and materials in the 20th century and the state of the art*, International Journal of Fatigue 25 (2003) 679–702, Netherlands.

Schijve, J., (2009) *Fatigue of structures and materials*, 2nd Edition, Springer, pp20, 30-36.

Sláměčka, K., Pokluda, J., (2013) *Fractographically-Aided Analysis of Fish-Eye Crack Growth in Nitrided Steel*, Journal of Theoretical and Applied Mechanics 51, 2, pp. 439-446, Warsaw.

Schutz, W., (1996) *A history of fatigue*. Eng Fracture Mech 54:263–300.

Schwarz, B., (2014) *Nitriding of iron-based ternary Fe–V–Si alloy: The precipitation process of separate nitrides*.

Sergeson, R., (1929) *Investigation in Nitriding*, reprinted from American Society for Steel Treaters (ASST) *Nitriding Symposium*, Source Book on Nitriding, P.M. Unterweiser and A.G. Gray, Ed., American Society for Metals, 1977, p 26–55.



Şeyda, P., Ş., Atapek, H., and Gümüş, F., (2012) *Gas nitriding of a hot work tool steel and its characterization*, International Iron & Steel Symposium, 02-04 April 2012, Karabük, Türkiye.

Smith, W., F., (1998) *Fundamentos de la ciencia e ingeniería de los materiales*, 3er Edición, pp 195-233.

Suresh, S., Giannakopoulos, A., E., & Alcalá, J., (1997), *Spherical indentation of compositionally graded materials: theory and experiments*, Acta Mater., 45, 1307-132.

Tae-Ho Lee et al., (2010) *Nitride precipitation in salt-bath nitrified interstitial-free steel*, Materials characterization 61, pp. 975 – 981.

Thelning, K., -E., (1984), *Nitriding Steel and Its Heat Treatment*, 2nd edition, Butterworths, p 492–544.

Val'skii, E., G., et al., (1979) *Structure and properties of steel after nitriding in molten salts*, Ukrainian SSR.

Wegst, C., W., Hamaker, Jr., J., C., and Johnson, A., R., (1962) *Tool Steels*, 3rd ed., American Society for Metals, Materials Park, OH.

Wilmes, S., Becker, H-J., and Krumpholz, R., (1993) *Tool steel*, A Handbook for Materials Research and Engineering, Vol. 2, Applications, ed., Verein Deurscher Eisenhutenleute, pp. 302–373.

Wirshing P., H., *Statistical summaries of fatigue data for design purposes*, NASA



Contract Report 3697, N83-29731, 1983.

Wöhler, A., (1870) *Über die Festigkeitsversuche mit Eisen and Stahl*, Zeitschrift für Bauwesen, vol. 20, Deutschland, pp. 73-106.

Wulpi, D., J., (1999) *Understanding How Components Fail*, ASM International, Titanium: A Technical Guide, 2nd Edition.

Yeh, S.,-H., Chiu, L.,-H., & Chang, H., (2011) *Effects of gas nitriding on the mechanical and corrosion properties of SACM 645 steel*, Engineering, 2011, 3, 942-948.

Yesildal, R., Sen, S., & Kaymaz, I., (2002) *Fatigue Behavior of X40CrMoV 51 at High Temperatures*, JMEPEG (2003) 12:215-219.