



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



**“PROPIEDADES MECÁNICAS DE ACEROS
BORURADOS AISI 1018 EVALUADAS POR
INDENTACIÓN A ESCALA MICRO Y
NANOMÉTRICA”**

T E S I S

Que para obtener el grado de:

DOCTOR EN CIENCIAS EN INGENIERÍA MECÁNICA

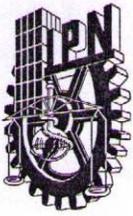
Presenta:

**INSTITUTO POLITÉCNICO NACIONAL
1936 - 2011**

Enrique Hernández Sánchez

Director: Dr. Iván Enrique Campos Silva

Noviembre 2011



INSTITUTO POLITÉCNICO NACIONAL
SECRETARÍA DE INVESTIGACIÓN Y POSGRADO

SIP-14

ACTA DE REVISIÓN DE TESIS

En la Ciudad de México, D.F. siendo las 12:00 horas del día 13 del mes de Octubre del 2011 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:

“PROPIEDADES MECÁNICAS DE ACEROS BORURADOS AISI 1018 EVALUADAS POR INDENTACIÓN A ESCALA MICRO Y NANOMÉTRICA”.

Presentada por el alumno:

HERNÁNDEZ

Apellido paterno

SÁNCHEZ

Apellido materno

ENRIQUE

Nombre(s)

Con registro:

A	0	9	0	4	3	8
---	---	---	---	---	---	---

aspirante de:

DOCTOR EN CIENCIAS EN INGENIERIA 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. IVÁN ENRIQUE CAMPOS SILVA

Presidente

DR. ALEXANDER BALANKIN

Segundo Vocal

DR. HEBERTO BALMORI RAMÍREZ

Tercer Vocal

DR. GERMÁN ANÍBAL RODRÍGUEZ CASTRO

Secretario

DR. ORLANDO SUSARREY HUERTA

EL PRESIDENTE DEL COLEGIO

DR. JAIME ROBLES GARCÍA



SECRETARÍA DE INVESTIGACIÓN Y POSGRADO E INVESTIGACIÓN

Cita



INSTITUTO POLITÉCNICO NACIONAL
SECRETARÍA DE INVESTIGACIÓN Y POSGRADO

CARTA CESIÓN DE DERECHOS

En la Ciudad de México, D. F., el día 24 del mes de **octubre** del año **2011**, el que suscribe **Enrique Hernández Sánchez**, alumno del Programa de

Doctorado en Ciencias en Ingeniería Mecánica

Con número de registro A090438, adscrito a la Sección de Estudios de Posgrado e Investigación de la ESIME Unidad Zacatenco, manifiesta que es autor (a) intelectual del presente trabajo de Tesis bajo la dirección del

Dr. Iván Enrique Campos Silva

y cede los derechos del trabajo intitulado

**“PROPIEDADES MECÁNICAS DE ACEROS BORURADOS AISI 1018 EVALUADAS
POR INDENTACIÓN A ESCALA MICRO Y NANOMÉTRICA”,**

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 autor y/o director del trabajo. Este puede ser obtenido escribiendo a la siguiente dirección enhernandezs@ipn.mx, icampos@ipn.mx. Si el permiso se otorga, el usuario deberá dar el agradecimiento correspondiente y citar la fuente del mismo.

M. en I. Enrique Hernández Sánchez

Nombre y firma

Dedicatorias

Dedico este trabajo a mi amada esposa Irma que se ha esforzado tanto o más que yo para ayudarme a llegar a la meta, no tengo con que pagarte amor.

A mis amados hijos Erika y Andrés, las personas que me enseñaron el verdadero significado de la palabra "éxito" en la vida.

A mis padres Gerito y Enrique ejemplo de vida, paciencia y amor.

A mis queridos Hermanos

Rosy

Chabe

Fran

Jaime

Cachito

Florentino

Daniel

Elías

Enock

Cada uno de ellos con un lugar especial en mi corazón.

A la memoria de mis amigos Víctor y Alejandro.

Agradecimientos

Quiero agradecer a las personas e instituciones que de una u otra manera han contribuido a la realización de este trabajo:

A mis padres Gerito y Enrique por su incansable lucha por hacer de mí un hombre de bien.

A mi esposa Irma por su apoyo incondicional, “gracias amor”.

A mis hijos Erika y Andrés, por su comprensión y amor.

A mis hermanos Jaime y Daniel por las muestras de apoyo.

Al Instituto Politécnico Nacional

A la Escuela Superior de Ingeniería Mecánica y Eléctrica Unidad Zacatenco.

Al Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología (CONACyT) por su valioso apoyo.

Al Centro de Nanociencias y Micro y Nanotecnología

Al Grupo “Ingeniería de Superficies”

A los miembros del jurado, Dr. Alexander Balankin, Dr. Heberto Balmori, Dr. Iván Enrique Campos Silva, Dr. Orlando Susarrey Huerta, Dr. José Martínez Trinidad y Dr. Germán Aníbal Rodríguez Castro, por sus valiosos comentarios.

A la Dra. Alicia Rodríguez Pulido, por todo el apoyo recibido.

A los buenos amigos, José Luis Nava, Germán Aníbal Rodríguez, Alfonso Meneses, Rafael Carrera, Raúl Tadeo y Claudio López.

Al Dr. José Martínez Trinidad por sus comentarios siempre atinados y por su amistad.

A Alfredo Torres por su apoyo en el laboratorio.

A Anita de control escolar.

Un agradecimiento especial al Dr. Iván Enrique Campos Silva, por creer en mí, pero sobre todo por enseñarme a creer en mí mismo, “Gracias Dr. Campos”

Índice

Contenido	Página
Lista de figuras	I
Lista de tablas	X
Resumen	XIV
Abstract	XVI
Introducción	XVII
Antecedentes	XX
Justificación	XXII
Objetivo general	XXIII
Metodología	XXV

Capítulo 1

Cinética de crecimiento de capas Fe₂B en la superficie de un acero AISI 1018	1
1.1 Introducción	2
1.1.1 Propiedades físicas, químicas y mecánicas de los boruros de hierro	4
1.1.2 Influencia de los elementos de aleación en el crecimiento de los boruros	7
1.1.3 Aplicaciones del tratamiento termoquímico de borurización	9
1.2 Cinética de crecimiento de los boruros de hierro	10
1.2.1 Influencia de las condiciones experimentales en la formación de las capas de boruros de hierro	10
1.2.2 Modelo de difusión	11

1.3	Diseño experimental	17
1.3.1	Condiciones de tiempo y temperatura en el proceso de borurización	17
1.3.2	Selección del material	17
1.3.3	Geometría de las probetas	18
1.3.4	Tratamiento termoquímico de borurización en polvo	19
1.3.5	Requerimientos del horno de tratamiento	20
1.3.6	Caracterización física de los aceros endurecidos	25
1.3.7	Preparación metalográfica	26
1.3.8	Medición de espesores de capa	26
1.4	Resultados y discusiones	27
1.4.1	Micrografías de la capa Fe_2B , obtenidas sobre un acero AISI 1018	27
1.4.2	Espesores de capa Fe_2B .	31
1.4.3	Cantidad de boro aportado por la mezcla borurante y en la capa Fe_2B .	33
1.4.4	Estimación de la energía de activación durante el proceso de borurización.	34
1.4.5	Diagrama de contorno.	36
1.5	Conclusiones	39
1.6	Referencias	40

Capítulo 2

Tenacidad a la fractura y Efecto del Tamaño de Huella producida por microindentación Vickers en la capa superficial Fe₂B	43
2.1 Introducción	44
2.2 Tenacidad a la fractura por microindentación Vickers	45
2.2.1 Modelo matemático para evaluar la tenacidad a la fractura en el régimen de agrietamiento tipo Palmqvist	47
2.3 Efecto de tamaño de huella (ISE, <i>por sus siglas en inglés</i>)	49
2.3.1 Ley de Meyer	50
2.3.2 Aproximación de Hays y Kendall	51
2.3.3 Modelo de Resistencia Proporcional del Espécimen (PSR, <i>por sus siglas en inglés</i>)	52
2.3.4 Modelo Modificado de Resistencia Proporcional del Espécimen (MPSR, <i>por sus siglas en inglés</i>)	53
2.3.5 Modelo de Recuperación Elástica (ERM, <i>por sus siglas en inglés</i>)	54
2.4 Diseño experimental	56
2.4.1 Evaluación de la microdureza de la capa Fe ₂ B obtenida sobre un acero AISI 1018 mediante el proceso de borurización	56
2.4.2 Evaluación de la tenacidad a la fractura de la capa Fe ₂ B por microindentación Vickers	59
2.5 Resultados y discusiones	60
2.5.1 Microdureza Vickers	60

2.5.2	Tenacidad a la fractura de la capas Fe ₂ B obtenidas sobre un acero AISI 1018 borurado	67
2.5.3	Efecto de tamaño de indentación (ISE <i>por sus siglas en inglés</i>)	73
2.5.3.1	Ley de Meyer	73
2.5.3.2	Aproximación de Hays y Kendall	77
2.5.3.3	Modelo de Resistencia Proporcional del Espécimen (PSR, <i>por sus siglas en inglés</i>)	80
2.5.3.4	Modelo Modificado de Resistencia Proporcional del Espécimen (MPSR, <i>por sus siglas en inglés</i>)	83
2.5.3.5	Modelo de Recuperación Elástica (ERM, <i>por sus siglas en inglés</i>).	87
2.6	Conclusiones	90
2.7	Referencias bibliográficas	92
 Capítulo 3		
Ensayo de nanoindentación Berkovich en la zona de interfase Fe₂B/substrato		
		95
3.1	Introducción	96
3.1.1	Indentador Berkovich	97
3.2	Curvas carga – desplazamiento	98
3.2.1	Curva de carga	99
3.2.2	Curva de descarga	99
3.2.3	El método de Oliver y Pharr	100

3.3	Diseño experimental	105
3.3.1	Material de evaluación	105
3.3.2	Ensayo de dureza por nanoindentación	106
3.4	Resultados y discusiones	108
3.5	Conclusiones	121
3.6	Referencias bibliográficas	122
Capítulo 4		
Efecto de la profundidad de indentación en los valores de dureza obtenidos en la interfase Fe₂B/substrato		
		124
4.1	Introducción	125
4.2	Modelos propuestos para la evaluación del Efecto de Tamaño de Huella (ISE, <i>por sus siglas en inglés</i>)	127
4.2.1	Ley de Meyer.	127
4.2.2	Aproximación de Hays y Kendall.	128
4.2.3	Modelo de resistencia proporcional del espécimen (PSR, <i>por sus siglas en inglés</i>).	129
4.2.4	Modelo Modificado de Resistencia Proporcional del Especimen (MPSR, <i>por sus siglas en inglés</i>).	130
4.2.5	Modelo de recuperación elástica (ERM, <i>por sus siglas en inglés</i>).	131

4.3	Diseño experimental	132
4.3.1	Técnica de caracterización	132
4.4	Resultados y discusiones	133
4.4.1	Ley de Meyer	133
4.4.2	Aproximación de Hays y Kendall	137
4.4.3	Modelo de Resistencia Proporcional del Espécimen (PSR, <i>por sus siglas en inglés</i>)	139
4.4.4	Modelo Modificado de Resistencia Proporcional del Espécimen (MPSR, <i>por sus siglas en inglés</i>)	142
4.4.5	Modelo de Recuperación Elástica. (ERM, <i>por sus siglas en inglés</i>)	145
4.5	Conclusiones	147
4.6	Referencias bibliográficas	149
Capítulo 5		
Estimación de la tenacidad a la fractura y esfuerzos residuales a partir del ensayo de nanoindentación Berkovich en la zona interfase Fe₂B/substrato		
		150
5.1	Introducción	151
5.2	Tenacidad a la fractura y esfuerzos residuales	154
5.2.1	Modelo de Marshall y Lawn	154

5.3	Diseño experimental	155
5.3.1	Selección de las cargas de indentación para la generación de grietas	155
5.3.2	Medición de grietas	157
5.4	Resultados y discusiones	158
5.5	Conclusiones	163
5.6	Referencias bibliográficas	164
	Perspectivas de trabajo	166
	Publicaciones y distinciones	167

Lista de figuras

Figura 1.1 Diagrama de fases Hierro – Boro.	4
Figura 1.2 Representación esquemática de la celda unitaria de boruro de hierro a) tipo FeB y b) tipo Fe ₂ B.	5
Figura 1.3 Morfología de capas boruradas para diferentes aleaciones ferrosas: a) acero borurado AISI H13, b) acero borurado AISI 1018, c) acero borurado AISI 316 (Cortesía: Dr. Iván Enrique Campos Silva Profesor del IPN SEPI-ESIME ZACATENCO).	8
Figura 1.4 Representación esquemática del perfil de concentración de boro en la capa Fe ₂ B.	12
Figura 1.5 Representación esquemática de las concentraciones de boro en la capa Fe ₂ B.	12
Figura 1.6 Representación esquemática de la geometría de las probetas de acero AISI 1018.	19
Figura 1.7 a) Contenedor de acero inoxidable b) empaquetamiento de las probetas dentro del contenedor.	21
Figura 1.8 Representación esquemática de la colocación de las probetas dentro de la mezcla borurante.	22
Figura 1.9 Representación esquemática del volumen de mezcla borurante durante el proceso termoquímico.	24
Figura 1.10 Esquema para la caracterización en la superficie de aceros borurados AISI 1018.	25
Figura 1.11 Metodología para la medición de la capa de boruro de hierro Fe ₂ B.	27
Figura 1.12 Sección transversal del acero AISI 1018 borurado a 1193 K con tiempos de exposición de: a) 4h, b) 6h y c) 8h.	28

Figura 1.13 Sección transversal del acero AISI 1018 borurado a 1243 K con tiempos de exposición de: a) 4 h, b) 6 h y c) 8h.	29
Figura 1.14 Sección transversal del acero AISI 1018 borurado a 1273 K con tiempos de exposición de: a) 4h, b) 6h y c) 8h.	30
Figura 1.15 Evolución de crecimiento de la capa Fe ₂ B sobre el acero AISI 1018 en función de las diferentes condiciones de tratamiento.	32
Figura 1.16 Comportamiento de la constante de crecimiento parabólico en función de las temperaturas de tratamiento para un acero AISI 1018 borurado.	35
Figura 1.17 Diagrama de contorno para estimar los espesores de capa Fe ₂ B en función de las condiciones de tiempo y temperatura de tratamiento.	37
Figura 2.1 Representación esquemática de los dos grupos de agrietamiento generados por microindentación Vickers.	46
Figura 2.2 Representación esquemática del efecto de tamaño de indentación (ISE), H_0 es el valor de la dureza independiente de la carga.	49
Figura 2.3 Representación esquemática de la distancia permitida entre microindentaciones Vickers: a) cuando no existe agrietamiento presente en los vértices de indentación: b) cuando existe agrietamiento presente en el material en los vértices de indentación (ASTM E-384, 2005, ASTM C-1327, 99).	57
Figura 2.4 Ensayo de microindentación Vickers establecido a cargas variables de indentación sobre un acero AISI 1018 borurado a tiempo constante de 8 h con temperaturas de tratamiento de: a) 1243 K y b) 1193 K.	58
Figura 2.5 Microindentaciones generadas sobre la capa Fe ₂ B formada sobre un acero AISI 11018 borurado con una carga de indentación de 1000 g a una temperatura de 1193 K, y tiempos de tratamiento de: a) 4 h, b) 6 h y c) 8 h.	60
Figura 2.6 Microindentaciones generadas sobre la capa Fe ₂ B formada sobre un acero AISI 11018 borurado con una carga de indentación de 1000 g a una temperatura de 1243 K, y tiempos de tratamiento de: a) 4 h, b) 6 h y c) 8 h.	61

Figura 2.7 Microindentaciones generadas sobre la capa Fe ₂ B formada sobre un acero AISI 1018 borurado con una carga de indentación de 1000 g a una temperatura de 1273 K y tiempos de tratamiento de: a) 4 h, b) 6 h y c) 8 h.	62
Figura 2.8 Comportamiento de la microdureza en función de las cargas aplicadas para la capa Fe ₂ B obtenida sobre la superficie de un acero AISI 1018 endurecido a una temperatura de 1193 K.	65
Figura 2.9 Comportamiento de la microdureza en función de las cargas aplicadas para la capa Fe ₂ B obtenida sobre la superficie de un acero AISI 1018 endurecido a una temperatura de 1243 K.	65
Figura 2.10 Comportamiento de la microdureza en función de las cargas aplicadas para la capa Fe ₂ B obtenida sobre la superficie de un acero AISI 1018 endurecido a una temperatura de 1273 K.	66
Figura 2.11 Microindentaciones realizadas sobre la capa Fe ₂ B a una distancia de 30 µm desde la superficie, para un acero AISI 1018 endurecido a una temperatura de 1193 K y 8 h de tratamiento, con cargas de: a) 50 g, b) 100 g, c) 200 g y c) 300 g.	67
Figura 2.12 Relación entre la carga P (l/g) versus $(l^2 g^{1/2})$ obtenidas para la capa Fe ₂ B formada sobre un acero AISI 1018 endurecido a una temperatura de 1193 K y tiempos de exposición de: a) 4 h y b) 8 h.	69
Figura 2.13 Relación entre la carga P (l/g) versus $(l^2 g^{1/2})$ obtenidas para la capa Fe ₂ B frmada sobre un acero AISI 1018 endurecido a una temperatura de 1243 K y tiempos de exposición de: a) 4 h y b) 8 h.	70
Figura 2.14 Relación entre la carga de indentación P y la diagonal de la huella de indentación d conforme a la Ley de Meyer, para el conjunto de cargas aplicadas durante el ensayo de microdureza Vickers realizado sobre la capa Fe ₂ B formada sobre un acero AISI 1018 endurecido a 1193 K.	73
Figura 2.15 Relación entre la carga de indentación P y la diagonal de la huella de indentación d conforme a la Ley de Meyer, para el conjunto de cargas aplicadas durante el ensayo de microdureza Vickers realizado sobre la capa Fe ₂ B formada sobre un acero AISI 1018 endurecido a 1243 K.	74

Figura 2.16 Relación entre la carga de indentación P y la diagonal de la huella de indentación d conforme a la Ley de Meyer, para el conjunto de cargas aplicadas durante el ensayo de microdureza Vickers realizado sobre la capa Fe_2B formada sobre un acero AISI 1018 endurecido a 1273 K.	74
Figura 2.17 Carga de indentación (P_{max}) versus cuadrado de la diagonal de la huella (d^2) de acuerdo con el modelo de Hays y Kendall para las capas Fe_2B obtenidas sobre un acero AISI 1018 borurado a una temperatura de 1193 K.	77
Figura 2.18 Carga de indentación (P_{max}) versus cuadrado de la diagonal de la huella (d^2) de acuerdo con el modelo de Hays/Kendall para las capas Fe_2B obtenidas sobre un acero AISI 1018 borurado a una temperatura de 1243 K.	78
Figura 2.19 Carga de indentación (P_{max}) versus cuadrado de la diagonal de la huella (d^2) de acuerdo con el modelo de Hays/Kendall para las capas Fe_2B obtenidas sobre un acero AISI 1018 borurado a una temperatura de 1273 K.	78
Figura 2.20 Razón de la carga de indentación y el tamaño de huella (P/d) versus el tamaño de huella (d) conforme al modelo PSR para el conjunto de cargas aplicadas durante el ensayo de microindentación sobre la capa Fe_2B formada sobre un acero AISI 1018 borurado a una temperatura de 1193 K.	80
Figura 2.21 Razón de la carga de indentación y el tamaño de huella (P/d) versus el tamaño de huella (d) conforme al modelo PSR para el conjunto de cargas aplicadas durante el ensayo de microindentación sobre la capa Fe_2B formada sobre un acero AISI 1018 borurado a una temperatura de 1243 K.	81
Figura 2.22 Razón de la carga de indentación y el tamaño de huella (P/d) versus el tamaño de huella (d) conforme al modelo PSR para el conjunto de cargas aplicadas durante el ensayo de microindentación sobre la capa Fe_2B formada sobre un acero AISI 1018 borurado a una temperatura de 1273 K.	81
Figura 2.23 P versus d conforme al MPSR, para el conjunto de cargas aplicadas durante un ensayo de microindentación, sobre la capa Fe_2B formada sobre un acero AISI 1018 borurado a una temperatura de 1193 K.	84

Figura 2.24 P versus d conforme al MPSR, para el conjunto de cargas aplicadas durante un ensayo de microindentación, sobre la capa Fe_2B formada sobre un acero AISI 1018 borurado a una temperatura de 1243 K.	84
Figura 2.25 P versus d conforme al MPSR, para el conjunto de cargas aplicadas durante un ensayo de microindentación, sobre la capa Fe_2B formada sobre un acero AISI 1018 borurado a una temperatura de 1273 K.	85
Figura 2.26 Raíz cuadrada de la carga de indentación ($P^{1/2}$) versus el tamaño de huella (d) conforme al ERM, para el conjunto de cargas aplicadas durante un ensayo de microdureza, sobre la capa Fe_2B formada sobre un acero AISI 1018 borurado a una temperatura de 1193 K.	87
Figura 2.27 Raíz cuadrada de la carga de indentación ($P^{1/2}$) versus el tamaño de huella (d) conforme al ERM, para el conjunto de cargas aplicadas durante un ensayo de microdureza, sobre la capa Fe_2B formada sobre un acero AISI 1018 borurado a una temperatura de 1243 K.	87
Figura 2.28 Raíz cuadrada de la carga de indentación ($P^{1/2}$) versus el tamaño de huella (d) conforme al ERM, para el conjunto de cargas aplicadas durante un ensayo de microdureza, sobre la capa Fe_2B formada sobre un acero AISI 1018 borurado a una temperatura de 1273 K.	88
Figura 3.1 Representación esquemática de la geometría del indentador Berkovich. A es el área de contacto proyectado, α es el ángulo entre caras (65.27°), y h_c es la profundidad de contacto medido del ápice del indentador.	97
Figura 3.2 Representación esquemática de un ciclo completo de un ensayo de nanoindentación.	98
Figura 3.3 Ciclo de nanoindentación en un material con comportamiento: a) elástico y b) elasto-plástico.	100
Figura 3.4 Representación esquemática de una huella producida por un indentador Berkovich durante y después de la aplicación de la carga.	100
Figura 3.5 Representación esquemática de una curva de carga versus desplazamiento para estimar la plasticidad del material.	104

Figura 3.6 Morfología de la capa Fe ₂ B, formada sobre un acero AISI 1018 formada sobre un acero AISI 1018 borurado a 1273 K y 6 h de tratamiento.	105
Figura 3.7 Nanoindentador TTX-NHT, CSM Instruments (Centro de Nanociencias y Micro y Nanotecnología, del Instituto Politécnico Nacional).	106
Figura 3.8 a) Representación esquemática de la posición de las indentaciones sobre la zona de interfase Fe ₂ B/substrato y b) Indentaciones realizadas en la zona de interfase Fe ₂ B/substrato con cargas de 10 mN y 400 mN.	107
Figura 3.9 Nanoindentaciones Berkovich realizadas en la zona de interfase Fe ₂ B/substrato de un acero AISI 1018 borurado a una temperatura de 1193 K y cargas de indentación de: a) 400 mN, y 4 h de tratamiento, b) 500 mN y 6 h de tratamiento y c) 500 mN y 8 h de tratamiento.	108
Figura 3.10 Nanoindentaciones Berkovich realizadas en la zona de interfase Fe ₂ B/substrato de un acero AISI 1018 borurado a una temperatura de 1243 K y cargas de indentación de: a) 500 mN, y 4 h de tratamiento, b) 300 mN y 6 h de tratamiento y c) 50 mN y 8 h de tratamiento.	109
Figura 3.11 Nanoindentaciones Berkovich realizadas en la zona de interfase Fe ₂ B/substrato de un acero AISI 1018 borurado a una temperatura de 1273 K y cargas de indentación de: a) 500 mN, y 4 h de tratamiento, b) 500 mN y 6 h de tratamiento y c) 50 mN y 8 h de tratamiento.	110
Figura 3.12 Curvas carga-desplazamiento obtenidas durante un ensayo de nanoindentación para el conjunto total de cargas aplicadas en la zona de interfase Fe ₂ B/substrato a las condiciones de tratamiento de 1193 K y 8 h de exposición.	111
Figura 3.13 Curvas carga-desplazamiento obtenidas durante un ensayo de nanoindentación para el conjunto total de cargas aplicadas en la zona de interfase Fe ₂ B/substrato a las condiciones de tratamiento de 1243 K y 8 h de exposición.	111
Figura 3.14 Curvas carga-desplazamiento obtenidas durante un ensayo de nanoindentación para el conjunto total de cargas aplicadas en la zona de interfase Fe ₂ B/substrato a las condiciones de tratamiento de 1273 K y 8 h de exposición.	112

Figura 3.15 Comportamiento de la dureza (H) en función de la carga aplicada (P) para las diferentes condiciones de temperatura de tratamiento con tiempos de exposición de: a) 4 h, b) 6 h y c) 8 h.	113
Figura 3.16 Comportamiento del módulo de elasticidad (E) evaluado en las puntas de las aserraciones de la zona de interfase capa/substrato, en función de la carga de indentación para las diferentes condiciones de tiempo y temperatura de tratamiento de borurización.	114
Figura 3.17 Comportamiento de la razón (E/H) en función de la carga de indentación (P) para una temperatura de tratamiento de: a) 1193 K, b) 1243 K y c) 1273 K.	115
Figura 3.18 Comportamiento del esfuerzo de fluencia (Y) en función de la carga de indentación (P) para los diferentes tiempos de exposición y temperaturas de: a) 1193 K, b) 1243 K y c) 1273 K de tratamiento.	116
Figura 3.19 Comportamiento de la plasticidad de la capa Fe_2B evaluada en las puntas de las aserraciones de la interfase capa/substrato, en función de la carga de indentación para los diferentes tiempos de tratamiento y temperaturas de: a) 1193 K, b) 1243 K y c) 1273 K.	117
Figura 4.1 Representación esquemática de una indentación Berkovich donde se muestra el efecto de hundimiento del material (sink-in).	126
Figura 4.2 Representación esquemática del efecto de tamaño de indentación (ISE), H_0 es el valor de la dureza independiente de la carga.	128
Figura 4.3 Nanindentaciones realizadas con una carga de 25 mN en la punta de la interfase Fe_2B /substrato de una capa formada sobre un acero AISI 1018 endurecido por difusión de boro bajo una temperatura de 1243 K y exposición de 6 h.	132
Figura 4.4 Relación entre la carga de indentación (P) y la profundidad de contacto (h_c) conforme a la Ley de Meyer en la zona Fe_2B /substrato formada a las temperaturas de: a) 1193 K, b) 1243 K y c) 1273 K.	134

-
- Figura 4.5 Relación entre la carga de indentación (P_{\max}) y el cuadrado de la profundidad de contacto (h_c^2) de acuerdo con el modelo de Hays and Kendall (1973), en la zona Fe₂B/substrato formada sobre un acero AISI 1018 endurecido superficialmente por difusión de boro a las temperaturas de tratamiento de: a) 1193 K, b) 1243 K y c) 1273 K. 137
- Figura 4.6 Relación entre la razón de (P/h_c) y la profundidad de contacto (h_c) conforme al modelo PSR en la zona de interfase Fe₂B/substrato formada a temperaturas de exposición de: a) 1193 K, b) 1243 K y 1273 K. 139
- Figura 4.7 Relación entre la carga de indentación (P) y la profundidad de contacto (h_c), conforme al MPSR, en la zona de interfase Fe₂B/substrato formada a temperaturas de exposición de: a) 1193 K, b) 1243 K, y c) 1273 K. 142
- Figura 4.8 Relación entre la raíz cuadrada de la carga de indentación ($P^{1/2}$) en función de la profundidad de contacto (h_c) conforme al ERM, en la zona de interfase Fe₂B/substrato formada a las temperaturas de exposición de: a) 1193 K, b) 1243 K y c) 1273 K. 145
- Figura 5.1 Grietas generadas por indentación tipo a) Radial media (half-penny), b) Palmqvist y c) Radial media en indentaciones Berkovich, a es la mitad de la diagonal de indentación, l es la longitud de la grieta y $c = a + l$. 151
- Figura 5.2 Indentaciones Berkovich realizadas en las puntas de las aserraciones de la zona de interfase Fe₂B/substrato, con cargas de: a) 10 mN, b) 25 mN, c) 50 mN y d) 100 mN. 156
- Figura 5.3 Medición de grietas y diagonales de indentación de las huellas generadas por nanoindentación Berkovich en las puntas de las aserraciones de la capa Fe₂B empleando una carga de 500 mN. 157
- Figura 5.4 Relación entre $PX_r/c^{3/2}$ y $2(c/\pi)^{1/2}$ para la estimación de σ y K_c en la zona de interfase Fe₂B/substrato formada a una temperatura de 1193 K. 159
- Figura 5.5 Relación entre $PX_r/c^{3/2}$ y $2(c/\pi)^{1/2}$ para la estimación de σ y K_c en la zona de interfase Fe₂B/substrato formada a una temperatura de 1243 K. 160
-

Figura 5.6 Relación entre $PX_r / c^{3/2}$ y $2(c/\pi)^{1/2}$ para la estimación de σ y K_c en la zona de interfase Fe₂B/substrato formada a una temperatura de 1273 K. 160

Lista de tablas

Tabla 1.1 Propiedades químicas y mecánicas de los boruros de hierro.	6
Tabla 1.2 Aplicaciones industriales de diferentes aceros borurizados.	9
Tabla 1.3 Espesores de capa Fe ₂ B obtenidas para las diferentes condiciones de tiempo y temperatura de tratamiento.	31
Tabla 1.4 Constantes de crecimiento parabólico y tiempos de incubación obtenidos para las 3 diferentes temperaturas de tratamiento.	33
Tabla 1.5 Contenido de boro en la capa Fe ₂ B en función del tiempo y la temperatura de tratamiento.	33
Tabla 1.6 Valores de energía de activación obtenida para diferentes aceros expuestos al tratamiento de borurización.	36
Tabla 1.7 Comparativo de los espesores de capa experimentales y los estimados por el modelo de difusión.	38
Tabla 2.1 Valores de resistencia a la compresión y a la tracción de diferentes materiales cerámicos.	44
Tabla 2.2 Valores de microdureza Vickers de la capa Fe ₂ B formada sobre un acero AISI 1018 endurecido a una temperatura de 1193 K.	63
Tabla 2.3 Valores de microdureza Vickers de la capa Fe ₂ B formada sobre un acero AISI 1018 endurecido a una temperatura de 1243 K.	64
Tabla 2.4 Valores de microdureza Vickers de la capa Fe ₂ B formada sobre un acero AISI 1018 endurecido a una temperatura de 1273 K.	64
Tabla 2.5 Valores de tenacidad a la fractura (K_c) de la capa Fe ₂ B obtenida sobre un acero AISI 1018 borurado, para el conjunto de condiciones experimentales.	71
Tabla 2.6 Valores de tenacidad a la fractura (K_c) de aceros borurados publicados por diferentes autores.	72

Tabla 2.7 Parámetros de Meyer obtenidos para la capa Fe ₂ B formada sobre un acero AISI 1018 borurado a una temperatura de 1193 K.	75
Tabla 2.8 Parámetros de Meyer obtenidos para la capa Fe ₂ B formada sobre un acero AISI 1018 borurado a una temperatura de 1243 K.	75
Tabla 2.9 Parámetros de Meyer obtenidos para la capa Fe ₂ B formada sobre un acero AISI 1018 borurado a una temperatura de 1273 K.	75
Tabla 2.10 Valores de los parámetros de Hays y Kendall obtenidos para la capa Fe ₂ B formada sobre un acero AISI 1018 borurado a una temperatura de 1193 K de tratamiento.	79
Tabla 2.11 Valores de los parámetros de Hays y Kendall obtenidos para la capa Fe ₂ B formada sobre un acero AISI 1018 borurado a una temperatura de 1243 K de tratamiento.	79
Tabla 2.12 Valores de los parámetros de Hays y Kendall obtenidos para la capa Fe ₂ B formada sobre un acero AISI 1018 borurado a una temperatura de 1273 K de tratamiento.	79
Tabla 2.13 Valores de los parámetros del modelo PSR para las capas de Fe ₂ B formadas sobre un acero AISI 1018 borurado a una temperatura de 1193 K.	82
Tabla 2.14 Valores de los parámetros del modelo PSR para las capas de Fe ₂ B formadas sobre un acero AISI 1018 borurado a una temperatura de 1243 K.	82
Tabla 2.15 Valores de los parámetros del modelo PSR para las capas de Fe ₂ B formadas sobre un acero AISI 1018 borurado a una temperatura de 1273 K.	82
Tabla 2.16 Parámetros del MPSR y valores de la dureza real H_0 obtenidos para las capas Fe ₂ B formadas sobre un acero AISI 1018 borurado a una temperatura de 1193 K.	85

Tabla 2.17 Parámetros del MPSR y valores de la dureza real H_0 , obtenidos para las capas Fe ₂ B formadas sobre un acero AISI 1018 borurado a una temperatura de 1243 K.	86
Tabla 2.18 Parámetros del MPSR y valores de la dureza real H_0 , obtenidos para las capas Fe ₂ B formadas sobre un acero AISI 1018 borurado a una temperatura de 1273 K.	86
Tabla 2.19 Valores de los parámetros del modelo de Recuperación Elástica obtenidos para las capas Fe ₂ B formadas sobre un acero AISI 1018 borurado a una temperatura de 1193 K.	88
Tabla 2.20 Valores de los parámetros del modelo de Recuperación Elástica obtenidos para las capas Fe ₂ B formadas sobre un acero AISI 1018 borurado a una temperatura de 1243 K.	89
Tabla 2.21 Valores de los parámetros del modelo de Recuperación Elástica obtenidos para las capas Fe ₂ B formadas sobre un acero AISI 1018 borurado a una temperatura de 1273 K.	89
Tabla 3.1 Valores de plasticidad de algunas capas duras obtenidas por diferentes técnicas de deposición.	119
Tabla 4.1 Parámetros de Meyer obtenidos para la zona de interfase Fe ₂ B/substrato formada sobre un acero AISI 1018 endurecido superficialmente por difusión de boro para las diferentes condiciones de tiempo y temperatura de tratamiento.	135
Tabla 4.2 Valores de los parámetros de Hays y Kendall (1993) obtenidos para la zona de interfase Fe ₂ B/substrato formada sobre un acero AISI 1018 endurecido por difusión de boro a las diferentes condiciones de tiempo y temperatura.	138
Tabla 4.3 Valores de los parámetros del modelo PSR para la zona de interfase Fe ₂ B/substrato formada sobre un acero AISI 1018 endurecido por difusión de boro a las diferentes condiciones de tiempo y temperatura de tratamiento.	140

Tabla 4.4 Parámetros del modelo MPSR y valores de la dureza real H_0 obtenidos en la zona de interfase Fe_2B formada sobre un acero AISI 1018 endurecido por difusión de boro a las diferentes condiciones de tiempo y temperatura de tratamiento.	143
Tabla 4.5 Valores de los parámetros del ERM, obtenidos para la zona de interfase Fe_2B /substrato formada sobre un acero AISI 1018 endurecido superficialmente por difusión de boro para las diferentes condiciones de tiempo y temperatura de tratamiento.	146
Tabla 5.1 Valores de los parámetros para el modelo de Marshall y Lawn (1977) en función de las cargas de indentación aplicadas en las puntas de las aserraciones de la zona de interfase Fe_2B /substrato formada a una temperatura de tratamiento de 1193 K.	158
Tabla 5.2 Valores de los parámetros para el modelo de Marshall y Lawn (1977) en función de las cargas de indentación aplicadas en las puntas de las aserraciones de la zona de interfase Fe_2B /substrato formada a una temperatura de tratamiento de 1243 K.	158
Tabla 5.3 Valores de los parámetros para el modelo de Marshall y Lawn (1977) en función de las cargas de indentación aplicadas en las puntas de las aserraciones de la zona de interfase Fe_2B /substrato formada a una temperatura de tratamiento de 1273 K.	159
Tabla 5.4 Valores de σ y de K_c de acuerdo con el modelo de Marshall y Lawn (1977) evaluados en las puntas de las aserraciones de la zona de interfase Fe_2B /substrato para las diferentes temperaturas de borurización.	161

Resumen

En el presente estudio, se evaluaron las propiedades mecánicas de las capas Fe_2B obtenidas sobre la superficie de un acero AISI 1018, mediante el proceso termoquímico de difusión de boro, utilizando la técnica de empaquetamiento en polvo. El estudio se realizó tanto en la zona compacta de las capas, utilizando la técnica de microindentación Vickers, como en las puntas de las aserraciones de la zona de interfase Fe_2B /substrato, mediante la técnica de nanoindentación Berkovich. El tratamiento termoquímico se realizó a las temperaturas de 1193, 1143 y 1273 K con tiempos de exposición de 4, 6 y 8 h por cada temperatura. Las capas Fe_2B resultantes del proceso de borurización, son aserradas, este tipo de morfología de las capas resultantes, puede ser atribuida a un elevado campo de esfuerzos localizado y distorsiones en la red cristalina. Debido a esto, el estudio de las propiedades mecánicas obtenidas en las puntas de las aserraciones de la capa Fe_2B , es de gran importancia en el comportamiento de los aceros borurados, ya que en esta zona se define la adherencia de la capa con el material base.

El ensayo de microindentación se realizó en la zona compacta de la capa utilizando cargas en el rango de 10 a 1000 g y fueron aplicadas a una distancia constante de 50 μm desde la superficie. Esta prueba permite evaluar propiedades mecánicas tales como dureza y tenacidad a la fractura, a través de la medición de las diagonales de la huella de indentación y de las grietas generadas en los vértices de la misma. Por otro lado, el ensayo de nanoindentación se realizó en las puntas de las aserraciones de la zona de interfase Fe_2B /substrato, utilizando un rango de cargas de 10 a 500 mN. El ensayo de nanoindentación por sus características, permitió evaluar las propiedades mecánicas tales como dureza, modulo de elasticidad, esfuerzo de fluencia, plasticidad, etcétera, en una zona de la capa, en donde la evaluación mecánica mediante otras técnicas resulta muy complicada. Ambos ensayos se realizaron para las diferentes condiciones experimentales de tiempo y temperatura de tratamiento. Los resultados obtenidos

muestran que la dureza es altamente dependiente de la carga aplicada, lo que evidencia la presencia del efecto conocido como “Efecto de Tamaño de Indentación” (ISE, *por sus siglas en inglés*). La dureza dependiente de la carga fue analizada con cinco modelos empíricos, la clásica Ley de Meyer, la aproximación de Hays y Kendall, el Modelo de Recuperación Elástica (ERM, *por sus siglas en inglés*), el Modelo de Resistencia Proporcional del Espécimen (PSR, *por sus siglas en inglés*) y el Modelo Modificado de Resistencia Proporcional del Espécimen (MPSR, *por sus siglas en inglés*). La dureza real en la zona de interfase Fe_2B /substrato y en la zona compacta de la capa Fe_2B , fue obtenida con cada uno de los modelos. El valor de la dureza fue dependiente de los parámetros experimentales del tratamiento de borurización y de los modelos empleados.

Finalmente, la técnica de nanoindentación fue utilizada para estimar el estado de esfuerzos residuales y la tenacidad a la fractura en la zona crítica de interfase Fe_2B /substrato, a través de la longitud de las grietas generadas en los vértices de las indentaciones producidas por la técnica de nanoindentación Berkovich. Los resultados indicaron un estado de esfuerzos residuales compresivos en las aserraciones de la capa Fe_2B .

Abstract

The present study evaluated the indentation size effect on the Fe_2B layer at micrometric scale, using the Vickers technique and on the Fe_2B /substrate interface, at nanometric scale by means of the Berkovich nanoindentation technique. First, the Fe_2B layers were obtained at the surface of AISI 1018 borided steels by the powder-pack boriding method. The thermochemical treatment was carried out at temperatures of 1193, 1243 and 1273 K with 4, 6 and 8 h of exposure times for each temperature. The boriding of AISI 1018 steel resulted in the formation of saw-toothed Fe_2B surface layers. The formation of a jagged boride coating interface can be attributed to the enhanced growth at the tips of the coating fingers, due to locally high stress fields and lattice distortions. For that reason, the evaluation of the mechanical properties at the tips of the boride layer is of great importance in order to understand the behavior of borided steel.

In the case of the microindentation, the applied loads were set in the range of 10 to 1000 g, and were applied at 50 μm from the surface, in order to evaluate the hardness of the Fe_2B layer. On the other hand, loads in the range of 10 to 500 mN, were employed to characterize the hardness in the tips of the Fe_2B /substrate interface at nanometric scale, for the different conditions of the boriding process. The results achieved in both cases, showed that the measured hardness depended critically on the applied load, which indicated the influence of the Indentation Size Effect (ISE). The load dependence of hardness was analyzed by means of five empirical models, the classical power law approach, the Hays/Kendall approach, the Elastic Recovery model, the Proportional Specimen Resistance (PSR) model, and the Modified Proportional Specimen Resistance (MPSR) model. The true hardness in the tips of the Fe_2B /substrate interface and in the pure zone of the Fe_2B layer was obtained for each model, and the hardness value depended on the boriding parameters and the model adopted. Finally, the nanoindentation technique was used to estimate the state of residual stresses in this critical zone of the Fe_2B /substrate interface.

Introducción

El presente trabajo de investigación está dividido en cinco Capítulos.

El Capítulo 1 describe el proceso de borurización mediante la técnica de empaquetamiento en polvo y los parámetros que lo gobiernan, así como las características de las capas que se generan mediante dicho proceso y las principales aplicaciones de los materiales sometidos a este proceso de endurecimiento superficial. El Capítulo describe además, la cinética de crecimiento de la capa Fe_2B a través de un modelo matemático en el que se asume que la evolución de crecimiento de las capas borurizadas es controlada por la difusión de boro, mediante un análisis dimensional de la segunda Ley de Fick (Villa Velázquez, 2009).

La evolución del crecimiento de la capa Fe_2B sobre la superficie de un acero AISI 1018 borurado se expresa a través de un diagrama de contorno que involucra las variables experimentales de temperatura y tiempo de tratamiento. La utilidad de este tipo de diagramas se refleja en estimar el rango de valores del espesor de capa Fe_2B en función de las variables experimentales de tiempo y temperatura del proceso de borurización.

En el Capítulo 2 se evalúa el comportamiento de la dureza en la zona compacta de las capas Fe_2B mediante la técnica de microindentación Vickers, en función de las cargas de indentación en un rango de 10 a 1000 g. Los resultados obtenidos fueron utilizados para evaluar el fenómeno conocido como Efecto de Tamaño de Indentación (ISE, *por sus siglas en inglés*) y su influencia sobre la dureza aparente de las capas Fe_2B obtenidas sobre un acero AISI 1018 mediante difusión de boro, a través de diferentes modelos empíricos. Los modelos permiten estimar un valor de dureza independiente de la carga, conocido como dureza real (H_0), que puede ser considerado en situaciones de diseño para elementos mecánicos borurados.

El Capítulo presenta además, la evaluación de la tenacidad a la fractura a través de la técnica de fractura por microindentación, utilizando un modelo que relaciona la longitud de la grieta g , la mitad de la diagonal de la huella producida por el indentador l y de la longitud medida desde el centro de la huella hasta la punta de la grieta c . La medición experimental de estos parámetros, permite determinar la resistencia del material a la propagación de grietas, a través de modelos matemáticos propuestos por diferentes autores. Este estudio permitió evidenciar la anisotropía de crecimiento de las capas Fe_2B .

El Capítulo 3 describe la técnica de indentación instrumentada también conocida como ensayo de nanoindentación se plantean las características del indentador Berkovich, así como las curvas de carga y descarga generadas durante un ensayo de nanoindentación. Se presenta la Ley de Oliver y Pharr, como la principal herramienta para interpretar los resultados obtenidos mediante el ensayo de nanoindentación. Así mismo, la morfología que presentan las capas de boruros de hierro, obtenidas sobre aceros de bajo contenido de carbono como es el caso del acero AISI 1018 es altamente aserrada, lo que supone una buena adherencia entre el sistema capa/substrato. Sin embargo, esta suposición debe ser demostrada mediante la evaluación de las propiedades mecánicas, precisamente en la zona de interface Fe_2B /substrato.

La técnica de nanoindentación debido a la escala tan baja de cargas que maneja (del orden de 1mN) permitió evaluar algunas propiedades mecánicas, tales como dureza, módulo de elasticidad, plasticidad, esfuerzo de fluencia, etc., en función de la profundidad de contacto (h_c) en las puntas de las aserraciones en la zona de interface Fe_2B /substrato, utilizando un rango de cargas de 10 a 500 mN.

En el Capítulo 4 se evalúa el Efecto de Tamaño de Huella (ISE, *por sus siglas en inglés*) en la zona de interfase Fe₂B/substrato, mediante la técnica de nanoindentación Berkovich. Durante los ensayos de nanoindentación, la profundidad de contacto entre el indentador y el espécimen (h_c) es considerada como el tamaño de huella, debido a la dificultad para medir las diagonales de las indentaciones. Aunado a esto, a escala nanométrica, el efecto conocido como hundimiento (sink-in) genera distorsiones en las huellas, lo que ocasiona errores al medir las diagonales de la huella de indentación. La dureza real en las aserraciones de la capa Fe₂B es determinada por diferentes modelos que contemplan el comportamiento de las cargas de aplicación en función de la profundidad de contacto del indentador sobre la capa borurada.

En el Capítulo 5 se evalúa la tenacidad a la fractura K_c y los esfuerzos residuales σ , en las puntas de las aserraciones de la zona de interfase Fe₂B/substrato, mediante la aplicación de un modelo propuesto por Marshall y Lawn. El modelo utilizado, relaciona la carga de indentación P y la longitud de las grietas radiales c generadas en los vértices de las indentaciones, a partir de los datos experimentales obtenidos durante los ensayos de nanoindentación Berkovich, Se determina un estado de esfuerzos residuales compresivos en las aserraciones de la capa Fe₂B y la tenacidad a la fractura entre 2.41 a 2.72 MPa m^{1/2} en función de las temperaturas de tratamiento.

Antecedentes

Una de las principales preocupaciones de la industria metalmecánica, es disminuir costos de producción sin afectar la calidad de sus materiales ni de sus productos. Una opción para lograr este propósito, es a través de incrementar las propiedades mecánicas, físicas y químicas de los materiales con que se fabrican algunos componentes empleados en diferentes áreas de la industria, tales como manufactura de partes automotrices, componentes de maquinaria en la industria alimentaria, elementos para la industria del vidrio, etc.

Los procesos de endurecimiento superficial que actualmente se utilizan en México, como parte esencial para mejorar las propiedades superficiales de los componentes mecánicos, continúan utilizando las metodologías tradicionales de nitruración por disociación de amoníaco, carburización tradicional generada a través de gas L.P., y aún en el mejor de los casos, procesos por baño de sales, con alto costo económico y con efectos ambientales altamente contaminantes.

En los últimos diez años, Campos *et al.*, (2010) han realizado diversos estudios en el área de tratamientos termoquímicos empleados en la industria nacional, e implementado diferentes metodologías experimentales en investigación aplicada para automatizar y optimizar los tratamientos de borurización y nitruración, bajo técnicas alternativas que van desde métodos tradicionales como métodos en polvos, hasta técnicas innovadoras realizadas por post-descarga de microondas. Particularmente, en la borurización, se propicia la formación de compuestos intermetálicos a través de la reacción química de un medio rico en boro y la subsecuente difusión de átomos de boro, generando capas duras, resistentes al desgaste, abrasión y corrosión.

Dentro del Grupo “Ingeniería de Superficies” de la SEPI-ESIME Zacatenco del Instituto Politécnico Nacional, se han desarrollado diferentes trabajos de investigación para evaluar las propiedades mecánicas de las capas de boruros de hierro, obtenidas sobre

la superficie de diferentes aceros sometidos al proceso termoquímico de borurización, tales como dureza, módulo de elasticidad, tenacidad a la fractura, esfuerzo de fluencia, etc., utilizando técnicas de microindentación Vickers y Knoop. Así mismo, los esfuerzos residuales generados dentro de las capas de boruros de hierro, han sido evaluados mediante la técnica de Difracción de Rayos X (XRD, *por sus siglas en inglés*). La evaluación del estado de esfuerzos residuales de las capas de boruro de hierro es de gran importancia, ya que es considerado como un parámetro de diseño que influye directamente sobre el comportamiento mecánico de aceros borurados.

Dentro del Grupo “Ingeniería de Superficies”, se han realizado además estudios de adherencia de las capas de boruros de hierro, empleando técnicas cualitativas como es el caso de indentación Rockwell-C, en donde la adherencia de las capas se establece mediante mapas cualitativos previamente establecidos. A través de dichos ensayos, se ha establecido que las capas de boruro de hierro, tienen una buena adherencia con respecto a la matriz base.

Para el caso de los aceros de bajo y medio contenido de carbono sometidos al tratamiento de borurización, Campos *et al.* (2008), establecieron algunas propiedades mecánicas tales como dureza y tenacidad a la fractura por microindentación, utilizando la técnica de microdureza Vickers, en donde se establece que la dureza de las capas de boruros de hierro se incrementa conforme se incrementan la temperatura y/o el tiempo de tratamiento.

Justificación

El presente estudio plantea la evaluación de las propiedades mecánicas de un acero AISI 1018 borurado, tanto en la zona compacta de la capa Fe_2B , como en la zona de interfase Fe_2B /substrato, ya que debido a la composición química de este acero, se obtienen capas de morfología altamente aserrada. Bajo este contexto, la técnica de microindentación Vickers estaría limitada, en la zona de aserración, debido al tamaño de las indentaciones, siendo problemático obtener un perfil de microdureza con cargas variables. En este caso, la técnica de dureza por nanoindentación es la más recomendada, puesto que emplea cargas que van desde 1 mN hasta 500 mN, las cuales permiten realizar indentaciones en las puntas de las aserraciones de la zona de interface Fe_2B /substrato y de esa forma evaluar las propiedades mecánicas de la capa en esa zona crítica.

El presente estudio plantea además la evaluación del “Efecto de Tamaño de Indentación” (ISE, *por sus siglas en inglés*), así como el valor real de la dureza para un conjunto de cargas determinados, tanto por microindentación Vickers en la zona compacta de la capa Fe_2B (zona pura), como por nanoindentación Berkovich en la zona de interfase Fe_2B /substrato. Cabe señalar que el estudio del efecto de tamaño de huella ISE en capas de boruros de hierro, no ha sido desarrollado excepto por estudiantes de maestría y doctorado pertenecientes al grupo “Ingeniería de Superficies” de la SEPI ESIME-Zacatenco del IPN y solo en forma parcial, aunado a esto, no se ha encontrado evidencia en la literatura, de estudios previos de las propiedades mecánicas a escala nanométrica en las puntas de las aserraciones de la zona de interfase Fe_2B /substrato, a pesar de ser una zona crítica, y ser precisamente una zona donde se define el grado de adherencia del sistema capa/substrato.

Objetivo general

Realizar la caracterización mecánica tanto en la zona compacta de la capa Fe_2B como en la zona crítica de la interfase Fe_2B /substrato obtenidas sobre la superficie de un acero AISI 1018 mediante la difusión de boro, empleando las técnicas de microindentación Vickers y nanoindentación Berkovich respectivamente, para evaluar la variación de las propiedades mecánicas en función de las cargas aplicadas.

Objetivos particulares

1. Endurecer superficialmente un acero AISI 1018 mediante el tratamiento termoquímico de borurización en polvo utilizando temperaturas de 1193, 1243 y 1273 K, con tiempos de exposición de 4, 6, y 8 h para cada temperatura, para determinar la evolución de la cinética de crecimiento de la capa Fe_2B
2. Estimar los espesores de capa del boruro Fe_2B en función de los parámetros experimentales de tratamiento considerando diagramas de contorno que permitan manipular los tiempos y temperaturas del proceso para obtener espesores de capa para una aplicación en particular.
3. Realizar un perfil de microdureza, mediante la técnica de microindentación Vickers, a una distancia constante de 50 μm desde la superficie, utilizando cargas variables de 10, 25, 50, 100, 200, 300, 500 y 1000 g, para evaluar la tenacidad a la fractura y el efecto de la carga aplicada sobre la dureza de la capa Fe_2B .
4. Evaluar la dureza en la zona crítica de interfase Fe_2B /substrato, mediante la técnica de nanoindentación Berkovich, aplicando cargas variables, para determinar el efecto que tiene el tamaño de la huella de indentación sobre las propiedades mecánicas en las aserraciones de la capa.
5. Evaluar la tenacidad a la fractura y el estado de esfuerzos residuales en la zona de interfase Fe_2B /substrato mediante el ensayo de nanoindentación Berkovich empleando un modelo que relaciona la geometría del indentador y la longitud de la grieta emanada de los vértices de la indentación para establecer dichos parámetros en función de las temperaturas de borurización.

Metodología

La metodología bajo la cual se desarrolló el presente trabajo de investigación se describe en cinco etapas:

- a) Endurecer superficialmente un acero AISI 1018 mediante el proceso termoquímico de borurización, a través de la técnica de empaquetamiento en polvo. Se propusieron tres temperaturas 1193 K, 1243 K y 1273 K, con tiempos de tratamiento de 4, 6 y 8 h para cada temperatura. Los espesores de las capas Fe_2B fueron estimados a través de la digitalización de las imágenes de microscopio óptico mediante un software especializado (Image Pro-Plus). La cinética de crecimiento de las capas Fe_2B fue establecida en función de los parámetros experimentales mediante la ecuación de crecimiento parabólico.
- b) Desarrollo de un diagrama de contorno en función de las constantes de crecimiento parabólico utilizando una ecuación tipo Arrhenius. Los diagramas de contorno permiten estimar de manera rápida y confiable, los espesores de capa deseados para una aplicación en particular y en función de los parámetros experimentales del tratamiento.
- c) Aplicación del ensayo de microdureza Vickers en la zona compacta de la capa Fe_2B , a una distancia constante de 50 μm desde la superficie, utilizando cargas variables de 10, 25, 50, 100, 200, 300, 500 y 1000 g, haciendo uso de un equipo WOLPERTWGROUPE, modelo 402 MVD. Se realizaron 5 indentaciones por cada distancia en aceros borurados a las temperaturas de 1193, 1243 y 1273 K con tiempos de tratamiento de 4, 6 y 8 h. El empleo del ensayo de microdureza Vickers con cargas variables, permite evaluar el efecto que tiene la carga aplicada sobre la dureza de la capa Fe_2B .

-
- d) Aplicación del ensayo de nanodureza Berkovich en la zona de interfase Fe_2B /substrato aplicando cargas variables de 10, 25, 50, 100, 200, 300, 400 y 500 mN, utilizando un nanoindentador TTX-NHT, CSM Instruments. Se realizaron al menos 5 indentaciones por cada carga en las muestras boruradas a las temperaturas de 1193, 1243 y 1273 K con tiempos de tratamiento de 4, 6 y 8 h. El empleo del ensayo de nanodureza Berkovich, permite evaluar directamente propiedades mecánicas tales como dureza, modulo de elasticidad, plasticidad y esfuerzo de fluencia en las puntas de las aserraciones.
- e) Evaluación la tenacidad a la fractura y el estado de esfuerzos residuales en la zona de interfase Fe_2B /substrato utilizando los datos experimentales obtenidos durante el ensayo de nanoindentación Berkovich bajo cargas de indentación de 200, 300, 400 y 500 mN en el conjunto experimental del tratamiento de borurización. La estimación de los parámetros mecánicos se estableció mediante un modelo que relaciona la geometría del indentador Berkovich, la longitud de la grieta emanada de los vértices de indentación y las cargas de indentación.

Referencias bibliográficas

Villa Velázquez Mendoza Carlos Ignacio (2009), “Estudio del agrietamiento tipo Palmqvist y evaluación de esfuerzos residuales en aceros borurados AISI 1018”, Tesis de Doctorado en Ingeniería de Mecánica, SEPI-ESIME Zacatenco, México.

Campos I, Ramírez G, Villa Velázquez C, Figueroa U and Rodríguez G (2008), “Study of microcracks morphology produced by Vickers indentation on AISI 1045 borided steels”, Mater. Sci Eng A, 475, 285-292.

Capítulo 1

Cinética de crecimiento de capas Fe₂B en la superficie de un acero AISI 1018

El presente Capítulo describe el proceso de borurización y los parámetros que lo gobiernan, las características de las fases que se obtienen y las principales aplicaciones de los materiales sometidos a este proceso de endurecimiento superficial. Se describe además, la cinética de crecimiento de la capa Fe₂B a través de un modelo matemático en el que se asume que la evolución de crecimiento de las capas boruradas es controlada por la difusión de boro, mediante un análisis dimensional de la segunda Ley de Fick.

La evolución del crecimiento de la capa Fe₂B sobre la superficie de un acero AISI 1018 se esquematiza a través de un diagrama de contorno que involucra las variables del tiempo de exposición y las temperaturas de tratamiento. La utilidad de este diagrama se refleja en la optimización del proceso en función de las variables empleadas.

1.1 Introducción

La borurización es un tratamiento termoquímico alternativo para la obtención de superficies extremadamente duras, resistentes al desgaste, a la abrasión y a la corrosión en medios ácidos o alcalinos. La difusión de boro en la superficie de un metal o aleación, crea una densa zona de boruros del metal base. Este proceso genera una superficie con elevadas propiedades mecánicas.

El boro es un elemento de tamaño relativamente pequeño, lo que le permite difundir en una gran variedad de metales, incluyendo aleaciones ferrosas, níquel, aleaciones de cobalto y la mayoría de las aleaciones refractarias (Sen *et al.*, 2005 a).

El boro reacciona con estos metales para formar compuestos intermetálicos que elevan la dureza superficial del material e incrementan la resistencia al desgaste (Hernández, 2008 y referencias contenidas en este documento).

La formación de boruros de hierro durante la aplicación del proceso de borurización en aleaciones de acero, consiste en dos reacciones principales. En primer lugar, ocurre la nucleación de las partículas de boruro de hierro en la superficie del sustrato, posteriormente se lleva a cabo un proceso difusivo en donde se inicia el crecimiento de la capa en la superficie metálica. El espesor de la capa obtenida dependerá en gran medida, de la temperatura a la que se realice el proceso y del tiempo de exposición del material. Durante la difusión y la subsecuente absorción de átomos, se forman soluciones sólidas intersticiales conocidas como FeB y Fe₂B.

La presencia de las fases FeB y Fe₂B se explica porque el boro atómico tiene una pequeña solubilidad sólida en el acero; entonces mientras ésta no sea excedida, solamente podrá hacerse presente el boro en la matriz ferrosa en solución sólida. Sin embargo, si el límite de solubilidad es alcanzado, se formará la fase Fe₂B, la cual pudiera crecer con un frente plano durante el tratamiento de borurización si se provee suficiente boro atómico en la superficie (Hernández, 2008 y referencias contenidas en este documento). Durante el proceso de difusión, las fronteras de grano contribuyen llevando a cabo una formación de boruros localizada en dichas fronteras, asimismo, el

transporte de átomos de boro a través de ellas es mayor, y entonces las fronteras de grano pudieran perturbar la formación de un frente plano y el boruro Fe_2B formado tendría una morfología irregular, o en forma aserrada. Sin embargo, el punto que debe enfatizarse no es el hecho de que la aparición de Fe_2B ocurra con una morfología aserrada, sino el hecho de que una vez formado una capa de Fe_2B continua, ésta actuará como una barrera de difusión, ya que algunas de las propiedades de éste boruro, como su alto punto de fusión y estabilidad, son características de compuestos conocidos como buenos inhibidores de difusión, por lo tanto, se espera que la fase Fe_2B pudiera ser una barrera para la difusión de boro o hierro. Por otro lado, para que la capa Fe_2B continúe creciendo ininterrumpidamente, se requiere un flujo continuo de hierro o boro, dependiendo en qué lado de la interfase Fe_2B ocurra el crecimiento. Si se asume que el crecimiento de este boruro es hacia el interior del substrato, es decir, en la interfase $\text{Fe}/\text{Fe}_2\text{B}$, y que el flujo de boro proviene por la ya existente barrera de difusión Fe_2B , la relación Fe-B no se encontrará al nivel requerido para continuar formando Fe_2B . Dicha relación será menor, ya que el boro atómico se irá acumulando detrás de la capa Fe_2B . Esta secuencia de eventos explica porque la fase encontrada en la superficie es generalmente FeB en aceros tratados durante largos periodos de tiempos y a elevadas temperaturas en donde la velocidad de difusión es mayor. De manera similar, una matriz metálica con alta concentración de elementos aleantes puede propiciar la formación de una bicapa $\text{FeB}/\text{Fe}_2\text{B}$, como resultado de que el boruro Fe_2B ha alcanzado un crecimiento continuo y puede actuar como una barrera de difusión.

1.1.1 Propiedades físicas, químicas y mecánicas de los boruros de hierro

La estructura de los boruros está determinada por el tamaño relativo de los átomos de boro y los átomos del material sobre el cual difunde, además de su fuerte tendencia a combinarse entre ellos. El boro es altamente soluble en metales con un volumen atómico pequeño, tales como hierro puro y sus aleaciones.

Dependiendo de las características del sustrato y del potencial de boro que se empleó durante el tratamiento, pueden generarse capas de una fase (Fe_2B) o de dos fases (FeB y Fe_2B) sobre la superficie, que corresponden a capas duras y de una morfología aserrada. Según Matushka (1980), la composición de los dos boruros de hierro formados en la superficie del sustrato se obtiene del diagrama de fases Fe-B, como se muestra en la figura 1.1.

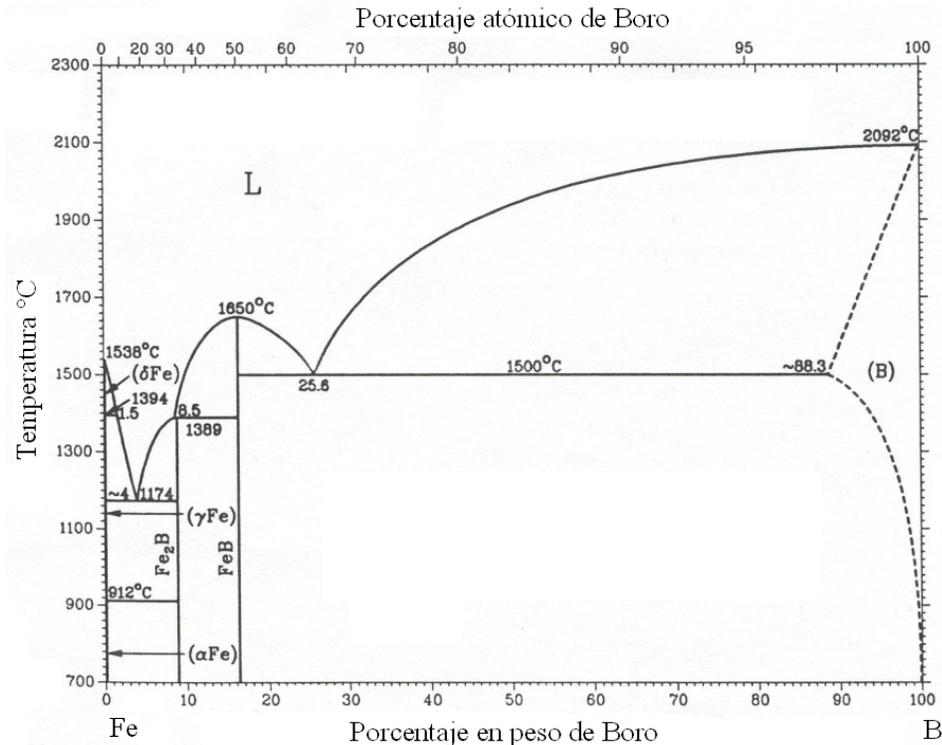


Figura 1.1 Diagrama de fases Hierro – Boro (Matushka 1980).

La capa FeB tiene aproximadamente 16.2% en peso de boro con una estructura cristalina ortorrómbica, cuyas dimensiones en la celda unitaria son $a=0.4053$ nm, $b=0.5495$ nm, $c=0.2946$ nm. Por otro lado, la capa Fe₂B posee aproximadamente 8.83% en peso de boro con una estructura tetragonal, siendo las dimensiones de la estructura cristalina de $a=0.5978$ nm y $c=0.4249$ nm. En la figura 1.2 se presentan las estructuras cristalinas de las fases FeB y Fe₂B.

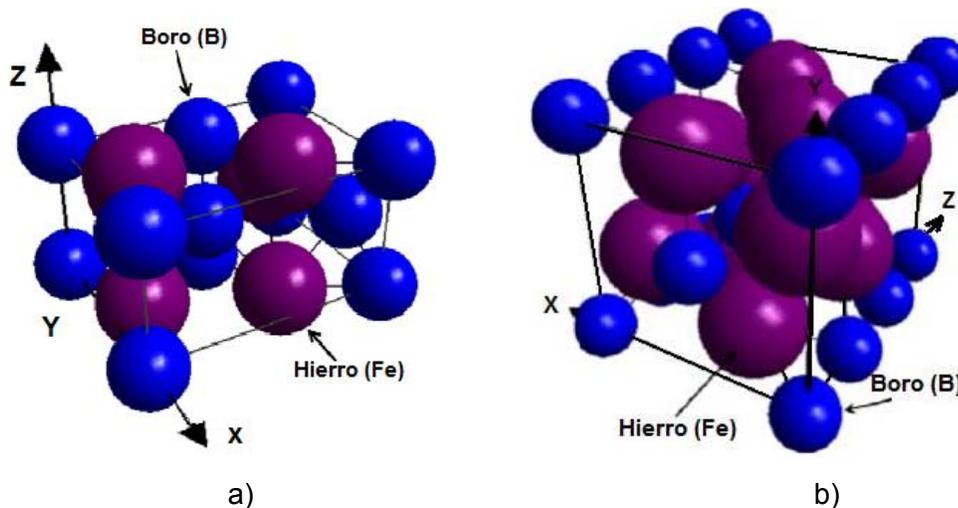


Figura 1.2 Representación esquemática de la celda unitaria de boruro de hierro a) tipo FeB y b) tipo Fe₂B.

Ambos compuestos intermetálicos tienen una dirección cristalográfica preferencial de crecimiento [001], debido a que la densidad atómica es mayor en esta dirección.

El recubrimiento formado depende del potencial de boro que rodea a la muestra, en donde se ha establecido que con potenciales de boro bajos a intermedios, se establece un crecimiento preferencial de la fase Fe₂B (Campos, 1994). La formación de la fase FeB requiere de un alto potencial de boro aunado a la influencia de los elementos de aleación que contiene el acero, especialmente con cantidades altas de cromo, níquel, vanadio, tungsteno y molibdeno (Campos *et al.*, 2007 a).

La presencia de oxígeno en la atmósfera de tratamiento favorece la formación de porosidad en los boruros, debido a que reacciona con el carbono del agente borurante B_4C , formando CO y un óxido que obstaculiza el proceso de borurización, consumiendo el boro activo en la forma de B_2O_3 (Palombarini *et al.*, 1993). La porosidad de las capas representa puntos de concentración de esfuerzos, lo que significa un decremento en las propiedades mecánicas de las mismas.

La Tabla 1.1 presenta algunas propiedades químicas y mecánicas de los boruros de hierro.

Tabla 1.1 Propiedades químicas y mecánicas de los boruros de hierro (Ramírez 2006).

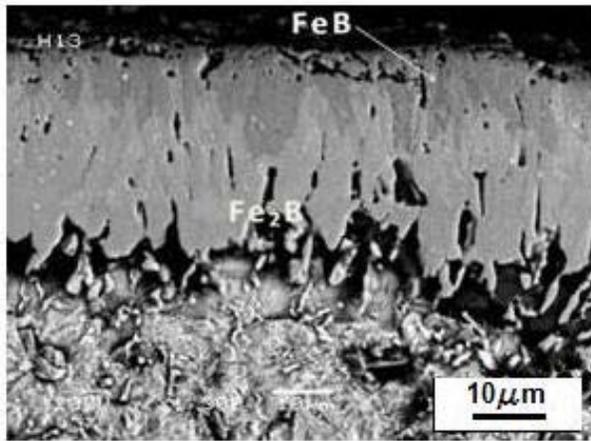
Propiedades	FeB	Fe ₂ B
Densidad (g/cm ³)	6.75	7.43
Coefficiente de expansión térmica (ppm/K)	23 en un rango de 200 a 873 K	7.65 – 9.2 en un rango de 373 a 1073 K
Dureza (HV)	1900 a 2200	1800 a 2000
Módulo de elasticidad (GPa)	590	285 a 295
Resistencia a la fatiga		Puede incrementar hasta en un 33% para capas con espesores mayores a 40 μm (185 a 245 N/mm ²)

1.1.2 Influencia de los elementos de aleación en el crecimiento de los boruros

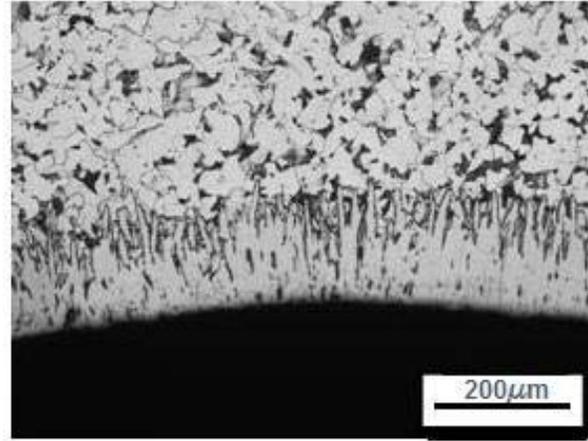
La morfología aserrada de las capas de boruro de hierro, es ocasionada principalmente por los elementos de aleación presentes en el sustrato y no por el crecimiento cristalino preferencial en la dirección [001] como se planteó inicialmente (Matuschka, 1980, Fischer and Schaaber, 1976). Las aserraciones se acentúan en hierros puros y en aceros de bajo a medio carbono. Cuando el contenido de carbono en el sustrato es muy alto, el espesor de las capas tiende a reducirse, debido a que los átomos de carbono no se difunden en las fases boruradas por lo que tienden a dirigirse hacia la matriz del sustrato, formando así una zona de difusión justo por debajo de la capa. Elementos de aleación como el níquel y cromo, en concentraciones mayores al 9 y 6 % en peso respectivamente, favorecen la formación de los boruros de hierro con frentes de crecimiento con morfología plana.

La segregación de los elementos aleantes se lleva a cabo del sustrato hacia la capa de boruros, formando compuestos intermetálicos con el boro. Los átomos de los elementos aleantes se difunden en la capa sustitucionalmente, y tienden a concentrarse en las puntas de las columnas de los boruros ocasionando una caída en el flujo de boro activo en esta zona, por lo que las reacciones hierro-boro pierden importancia y las aserraciones decrecen progresivamente.

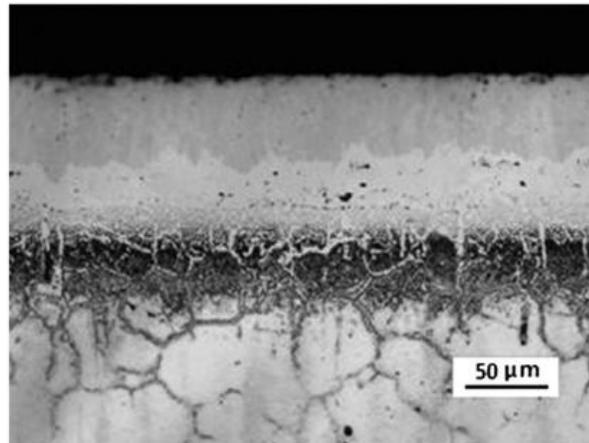
La figura 1.3 muestra tres microfotografías de capas de boruros de hierro obtenidas sobre tres sustratos ferrosos, donde se pueden observar diferentes morfologías de los frentes de crecimiento, en función de los elementos aleantes de cada material.



a)



b)



c)

Figura 1.3 Morfología de capas boruradas para diferentes aleaciones ferrosas: a) acero borurado AISI H13, b) acero borurado AISI 1018, c) acero borurado AISI 316 (Cortesía: *Dr. Iván Enrique Campos Silva Profesor del IPN SEPI-ESIME ZACATENCO*).

1.1.3 Aplicaciones del tratamiento termoquímico de borurización

La borurización es un método que mejora considerablemente las propiedades mecánicas, físicas y químicas de la superficie de materiales expuestos a este proceso. En la Tabla 1.2 se muestran algunas de las aplicaciones industriales para diferentes tipos de aceros borurados.

Tabla 1.2 Aplicaciones industriales de diferentes aceros borurados (Alwart and Ulrich, 1998)

Acero	Aplicación
1015	Ejes, engranes y diversos elementos de maquinaria
1045	Pernos y discos abrasivos
4140	Pistones
E52100	Cojinetes y guías
D2, D3	Bujes y herramientas para estampado
H11, H13	Herramientas para moldes de inyección
L6	Pernos y dados para forja
O2, O7	Rodillos para grabados
302, 316	Partes para la industria química y textil
410	Moldes

En aplicaciones industriales, la presencia de una sola fase Fe_2B es deseable en comparación con una policapa tipo FeB/Fe_2B debido a la formación de grietas en la interfase de crecimiento. Esto es provocado por la diferencia en los coeficientes de dilatación térmica de ambas fases, que generan esfuerzos residuales de compresión y tensión durante el crecimiento de los boruros.

1.2 Cinética de crecimiento de los boruros de hierro

1.2.1 Influencia de las condiciones experimentales en la formación de las capas de boruros de hierro

Para controlar el proceso de borurización y lograr la automatización del mismo, es esencial conocer los parámetros cinéticos que lo gobiernan (Campos *et al.*, 2003). Algunos modelos matemáticos se han desarrollado para establecer las variables que afectan el proceso cinético de formación de las capas boruradas, y así obtener espesores de capa de acuerdo a las necesidades de operación (Meléndez *et al.*, 2002). El espesor de las capas deberá ser determinado en función del material base, así como de la aplicación industrial, de tal forma que las capas delgadas (15 a 20 μm) son utilizadas como protección contra el desgaste adhesivo (dados de estampado, herramientas de extrusión, etc.), mientras que para aplicaciones en fenómenos de erosión-corrosión, se recomienda trabajar con capas relativamente gruesas (entre 50 y 250 μm), formadas sobre aceros de baja aleación. Para aceros de alta aleación el espesor de capa óptimo está entre 25 y 76 μm . (Campos-Silva *et al.*, 2009 a).

En el presente estudio, la difusión de boro en la fase Fe_2B es evaluada tomando en cuenta los datos experimentales del crecimiento de la capa obtenida durante un proceso de borurización en polvo aplicado a un acero AISI 1018. La cinética de crecimiento de la capa Fe_2B es analizada mediante la medición de su espesor, como una función del tiempo de borurización dentro de un rango de temperaturas de 1193 a 1273 K.

1.2.2 Modelo de difusión

Durante el proceso de borurización, el espesor de las capas boruradas crece conforme se aumenta la temperatura y el tiempo de tratamiento, manteniendo una relación parabólica entre el espesor de capa y el tiempo de tratamiento (Sen, 2005 a). A partir de los datos experimentales de espesor de capa, es posible conocer las constantes de crecimiento parabólico.

Se asume que la velocidad de crecimiento de las capas boruradas es controlada por la difusión de boro, a través de un análisis dimensional de la segunda Ley de Fick:

$$\frac{\partial C}{\partial t} = D \frac{\partial^2 C}{\partial X^2} \quad (1.1)$$

Por lo general, la deducción de las soluciones de la segunda Ley de Fick es compleja, sin embargo, particularmente, se considera que:

$$C_{(x,t)} = A + Berf\left(\frac{x}{2\sqrt{Dt}}\right) \quad (1.2)$$

La expresión (1.2) considera un caso donde el perfil de concentración de boro en la fase Fe₂B es una función lineal, como se muestra en la figura 1.4.

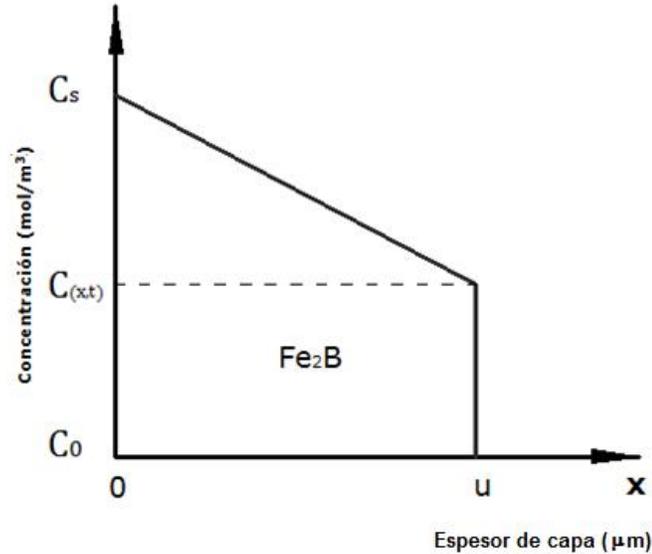


Figura 1.4 Representación esquemática del perfil de concentración de boro en la capa Fe_2B .

El perfil de concentración de boro en la capa Fe_2B considera una pequeña solubilidad de aproximadamente 1% en peso de boro, la cual puede ser observada en la figura 1.5.

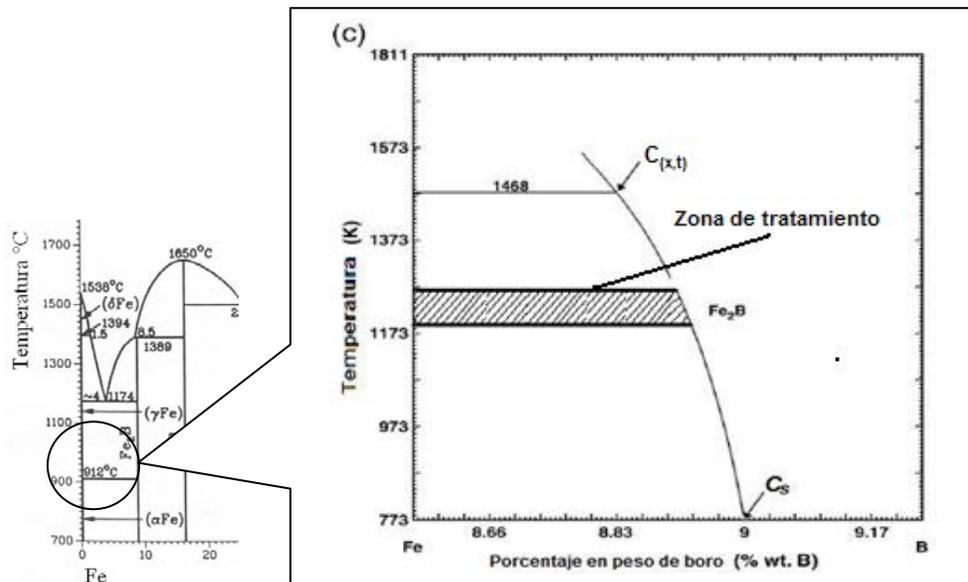


Figura 1.5 Representación esquemática de las concentraciones de boro en la capa Fe_2B .

A partir del perfil de concentración de la figura 1.4, se establecen las condiciones iniciales y de frontera para el intervalo $0 \leq x \leq u$

Las condiciones iniciales son:

$$x = 0, C_{(x,t)} = C_s \quad (1.3)$$

Por lo tanto, sustituyendo x y $C_{(x,t)}$ en la ecuación (1.2), se tiene que:

$$C_s = A + B(0), A = C_s \quad (1.4)$$

Las condiciones de frontera se establecen como:

$$x = u; C_{(x,t)} = C_0 \quad (1.5)$$

Sustituyendo la ecuación (1.5) en la ecuación (1.2) se establece que:

$$C_0 = C_s + B \operatorname{erf} \left(\frac{u}{2\sqrt{Dt}} \right) \quad (1.6)$$

Despejando B de la ecuación (1.6) se tiene:

$$B = \left(\frac{C_0 - C_s}{\operatorname{erf} \left(\frac{u}{2\sqrt{Dt}} \right)} \right) \quad (1.7)$$

Sustituyendo A y B en la ecuación (1.4) se obtiene:

$$C_{(x,t)} = C_s + \left(\frac{C_0 - C_s}{\operatorname{erf}\left(\frac{u}{2\sqrt{Dt}}\right)} \right) \operatorname{erf}\frac{x}{2\sqrt{Dt}} \quad (1.8)$$

Se sabe que:

$$\lim_{u \rightarrow 0} \operatorname{erf}\left(\frac{u}{2\sqrt{Dt}}\right) \Rightarrow 0$$

$$\lim_{u \rightarrow \infty} \operatorname{erf}\left(\frac{u}{2\sqrt{Dt}}\right) \Rightarrow 1$$

Finalmente, la concentración de boro en cualquier punto x de la capa Fe_2B se expresa de la siguiente forma:

$$C_{(x,t)} = C_s + (C_0 - C_s) \operatorname{erf}\left(\frac{x}{2\sqrt{Dt}}\right) \quad (1.9)$$

Despejando x de la ecuación (1.9):

$$x^2 = \left[2\sqrt{D} \operatorname{erf}^{-1}\left(\frac{C_{(x,t)} - C_s}{C_0 - C_s}\right) \right]^2 t \quad (1.10)$$

$C_{(x,t)}$ es la concentración de boro a una distancia x para un tiempo t (mol/m^3)

C_s es la concentración de boro en la superficie (mol/m^3)

C_0 es la concentración inicial de boro en el sustrato. (mol/m^3) ≈ 0

x es espesor de de la capa borurada [μm]

t es el tiempo de tratamiento [s]

t_0 es el tiempo de incubación necesario para el inicio de la difusión de boro en la capa

Fe_2B [s]

D es el coeficiente de difusión del boro en la capa Fe_2B [m^2/s].

erf es la función error de Gauss.

Si se considera que para una distancia x en cualquier tiempo t , la relación entre las concentraciones y el coeficiente de difusión se mantiene constante, como se presenta en la ecuación (1.11), entonces la ecuación (1.10) queda como:

$$K = \left[2\sqrt{D} \operatorname{erf}^{-1} \left(\frac{C_{(x,t)} - C_s}{C_0 - C_s} \right) \right]^2 \quad (1.11)$$

K es la constante de crecimiento parabólico expresada por la ecuación (1.12)

$$x^2 = Kt \quad (1.12)$$

Finalmente, al incluir el tiempo de incubación (t_0) en la ecuación (1.12), la ecuación de crecimiento parabólico se expresa como:

$$x^2 = K(t - t_0) \quad (1.13)$$

x es el espesor de capa [μm], K es la constante de crecimiento parabólico, [$\text{m}^2 \text{s}^{-1}$], que depende del coeficiente de difusión de boro en la capa Fe_2B y de los gradientes de concentración de boro a lo largo del espesor de la capa Fe_2B , t es el tiempo de

tratamiento [s] y t_0 es el tiempo de incubación del boruro de hierro sobre la superficie del acero [s].

Se considera que para las condiciones de tratamiento (tiempo y temperatura), el cuadrado del espesor de capa cambia en forma lineal con respecto al tiempo de exposición, y la relación entre la constante de crecimiento parabólico, la energía de activación y la temperatura del proceso, pueden ser expresados mediante la ecuación de Arrhenius:

$$K = K_o \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right) \quad (1.14)$$

K_o es un factor pre-exponencial que depende del potencial de boro del agente borurante que rodea al substrato durante el tratamiento termoquímico [$\text{m}^2 \text{s}^{-1}$], R es la constante universal de los gases ideales, cuyo valor es de $8.3114 \text{ [J mol}^{-1} \text{ K}^{-1}]$.

Tomando el logaritmo natural de la ecuación (1.14), la ecuación (1.15) puede reescribirse como:

$$\ln K = \ln K_o - \left(\frac{Q}{RT}\right) \quad (1.15)$$

La energía de activación necesaria para que se lleve a cabo el proceso de difusión de boro en la capa borurada Fe_2B , se determina por la pendiente obtenida de la gráfica $\ln K$ vs $1/T$. La constante pre-exponencial K_o se determina de la intersección de la línea recta con el eje de las ordenadas ($\ln K$), cuando $1/T = 0$

Por otro lado, Sen *et al.* (2005 a) presenta diagramas de contorno representativos de la variación de los espesores de capa, y se establecen algunas relaciones empíricas entre los parámetros del proceso y los espesores de capas boruradas.

Estos diagramas de contorno son especialmente útiles cuando se desea optimizar el proceso de borurización, ya que los parámetros experimentales pueden ser estimados en función de un espesor de capa dado.

1.3 Diseño experimental

Durante el proceso termoquímico de borurización, las principales variables independientes son el tiempo, la temperatura de tratamiento y el potencial de boro que es suministrado por el agente borurante. Sin embargo, existen algunas otras variables independientes que son consideradas en el diseño experimental, tales como:

- Tipo de acero.
- Geometría de las probetas.
- Método de borurización y agente borurante.

1.3.1 Condiciones de tiempo y temperatura en el proceso de borurización

Para el desarrollo del presente trabajo se propusieron tres temperaturas 1193 K, 1243 K y 1273 K, con tiempos de tratamiento de 4, 6 y 8 h para cada temperatura, dando un total de 9 probetas.

1.3.2 Selección del material

Todos los materiales ferrosos como el acero estructural, los aceros grado maquinaria, los aceros grado herramienta, aceros colados, los hierros y aceros sinterizados y materiales no ferrosos como el níquel, tungsteno, molibdeno, cobalto y titanio son susceptibles de ser borurados.

Debido a que la capa borurada es la que está sujeta a desgaste y no el substrato, éste debe coincidir en su composición con los siguientes puntos:

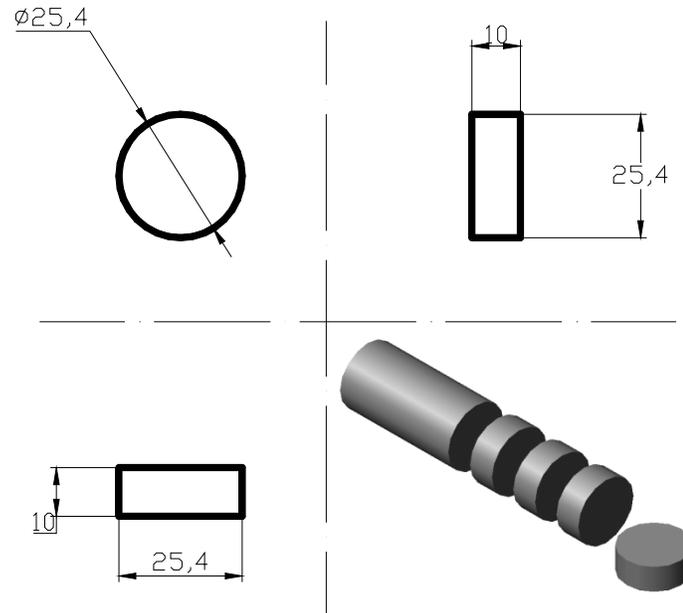
- Ser extremadamente duro y resistente al desgaste.
- Tratable térmicamente.
- Tener las características necesarias para resistir la aplicación de altos esfuerzos de compresión.

El material seleccionado para el presente trabajo fue un acero de bajo contenido de carbono AISI 1018 (acero estructural), cuya composición química nominal es de 0.15-0.20% en peso de C, 0.6 – 0.90% en peso de Mn, 0.04% en peso máximo de P, 0.15 – 0.30% en peso de Si y 0.05% en peso máximo de S. Su resistencia a la tracción es de 440 MPa y su dureza nominal en estado recocido es de 126 HB.

El acero AISI 1018 es un material de bajo costo con una amplia gama de aplicaciones industriales, tales como la fabricación de partes que requieran un formado en frío (recalcado, doblado, estampado, etc.), en flechas, pernos, tensores, etc. Una vez sometido al tratamiento termoquímico de borurización, se obtiene un material con elevada dureza superficial (2000 Hv) y un substrato tenaz, el cual podría ser utilizado para fabricar piezas como engranes, espárragos, sinfines, piñones, tornillos, ductos de transporte, etc.

1.3.3 Geometría de las probetas

Para el desarrollo del presente trabajo, se fabricaron probetas cilíndricas de acero AISI 1018 de 25.4 mm de diámetro y 10 mm de espesor, con una rugosidad de 20 μm proporcionada por papel de lija de grado 600 para eliminar defectos superficiales. En la figura 1.6 se muestran las dimensiones de las probetas.



Material: acero AISI 1018
acotaciones en mm

Figura 1.6 Representación esquemática de la geometría de las probetas de acero AISI 1018

1.3.4 Tratamiento termoquímico de borurización en polvo

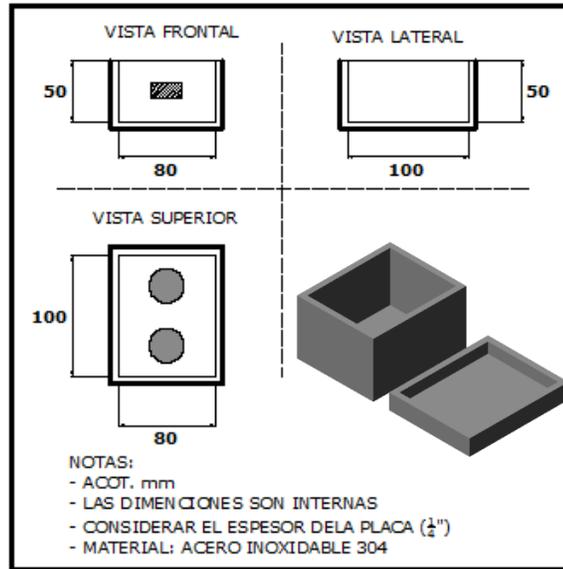
El método de borurización seleccionado fue el empaquetamiento en polvo que consiste en empaquetar las probetas con una mezcla de polvo rica en boro, dentro de una caja de acero preferentemente inoxidable (figura 1.7 a), previamente saturado con la mezcla borurante, para evitar la difusión de boro hacia las paredes del contenedor durante el tratamiento. Este método ofrece algunas ventajas, ya que no se requiere de la presencia de atmósfera inerte. La mezcla de El polvo consiste de una mezcla con una composición química de 5 % de B_4C , que actúa como donador de boro, 5 % de KBF_4 , que actúa como activador y 90 % de SiC , que actúa como diluyente. (Jain and Sundararajan, 2002).

1.3.5 Requerimientos del horno de tratamiento

El tratamiento térmico de las piezas a ser boruradas, se lleva a cabo en muflas, cámaras de alta temperatura, hornos de inducción, entre otros. Se deben considerar los siguientes aspectos durante el tratamiento:

- Se crean mejores condiciones durante el tratamiento, si el horno tiene un perfil constante de temperatura, donde todas las piezas al ser introducidas serán calentadas simultáneamente. Por esta razón, no debe existir una caída considerable de temperatura en el área de trabajo interna del horno.
- El horno deberá tener una regulación estable de temperatura con una máxima desviación de ± 1 °C de la temperatura requerida.
- Un sistema de extracción de gases deberá ser empleado para grandes cargas de piezas.

Para el empaquetamiento de las probetas con el polvo de carburo de boro, se diseñaron contenedores de acero inoxidable AISI 304, de geometría rectangular. Las dimensiones del contenedor se determinan en función del tamaño de los especímenes. La figura 1.7 muestra las dimensiones nominales del contenedor, así como la colocación de las probetas dentro del mismo.



a)

b)

Figura 1.7 a) Contenedor de acero inoxidable b) Empaquetamiento de las probetas dentro del contenedor.

La colocación de las probetas dentro del contenedor es de especial interés, ya que la cantidad de boro que difunde hacia las probetas, dependerá de la cantidad de agente borurante que las rodea (Jain and Sundararajan, 2002). Además, una cantidad insuficiente de agente borurante puede facilitar la presencia de oxígeno, lo que permitiría la formación de óxidos de hierro en la superficie del material. Se estima que espesores de polvo menores a 2 mm permiten que el oxígeno entre en contacto con la superficie del material, mientras que con espesores de 10 mm, el oxígeno del ambiente, no logra penetrar hasta la superficie de las muestras (Jain and Sundararajan, 2002). Para el presente trabajo, las probetas fueron cubiertas por una capa de mezcla borurante con un espesor constante de 12 mm, como se muestra en la figura 1.8

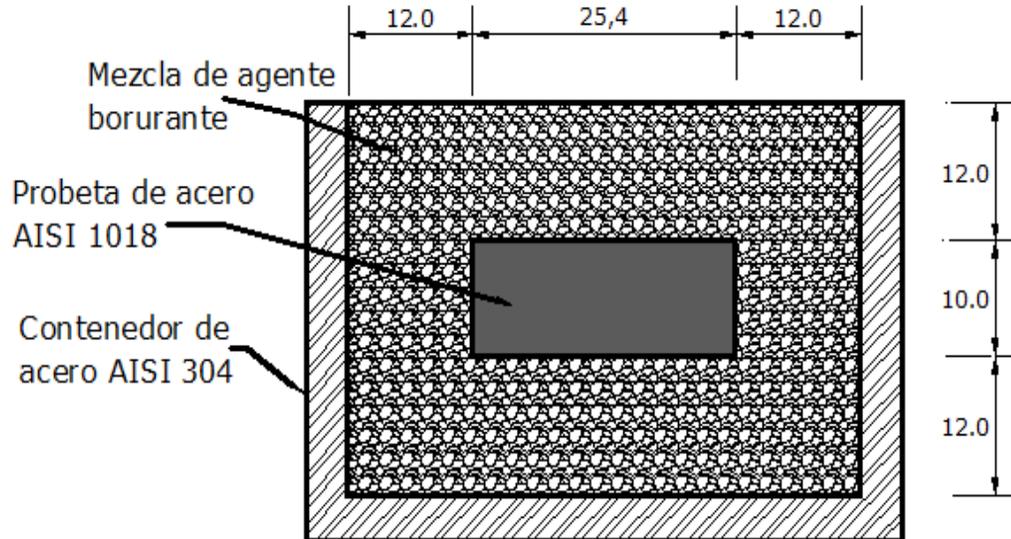
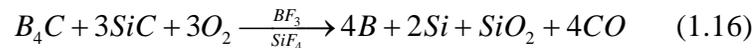


Figura 1.8 Representación esquemática de la colocación de las probetas dentro de la mezcla borurante. Las acotaciones están dadas en mm.

La reacción que se lleva a cabo durante el proceso de borurización en polvo es como sigue:



Es claro que el KFB_4 agregado como activador, no interviene en la reacción química por lo que no aporta boro libre durante el tratamiento termoquímico. De tal forma que utilizando la ecuación (1.16), la fracción en peso de boro activo que aporta el B_4C $[f(B)_{B_4C}]$, se puede estimar a través de la siguiente expresión (1.17) (Jain and Sundararajan, 2002).

$$f(B)_{B_4C} = 4a_B / [(4a_B) + a_C] \quad (1.17)$$

a_B es el peso atómico del boro [10.818 g/mol], y a_C es el peso atómico del carbono [12.011 g/mol].

Dado que la mezcla de agente borurante contiene 5 % en peso de B_4C y su peso por unidad de área durante el empaquetamiento es W_{mezcla} [kg/m²], el contenido de boro disponible en la mezcla del agente borurante $W(B)_{mezcla}$ puede ser obtenido como:

$$W(B)_{mezcla} = W_{mezcla} 0.05 f(B)_{B_4C} \quad (1.18)$$

W_{mezcla} está en función del espesor del agente borurante x , como se observa en la figura 1.9.

El contenido en peso de boro en la capa $[W(B)_{Fe_2B}]$, puede ser estimado a través de la ecuación (1.19):

$$W(B)_{Fe_2B} = d \rho_{Fe_2B} f(B)_{Fe_2B} \quad (1.19)$$

donde:

d es el espesor de la capa Fe_2B (medido experimentalmente) [μm]

ρ_{Fe_2B} es la densidad de la capa Fe_2B (7430 kg/m³)

$f(B)_{Fe_2B}$ está dada por la relación:

$$f(B)_{Fe_2B} = a_B / (2a_{Fe} + a_B) \quad (1.20)$$

a_{Fe} es el peso atómico del hierro (55.847 g/mol)

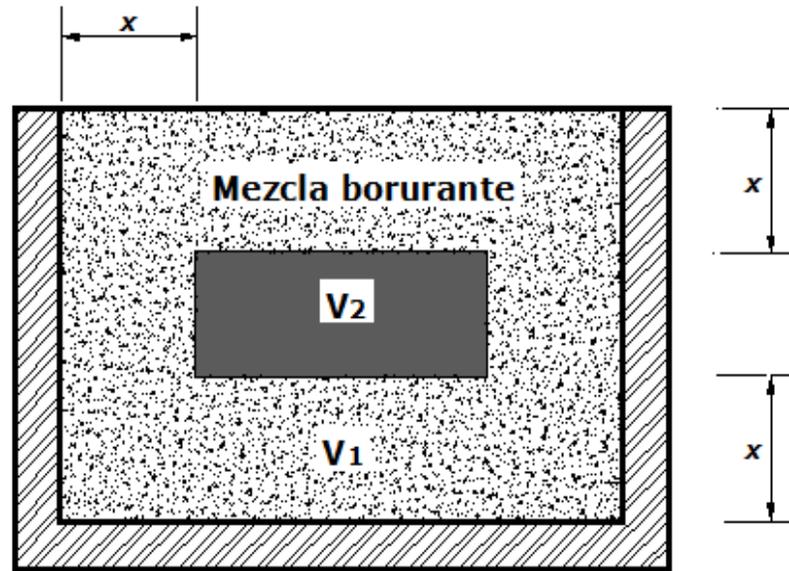


Figura 1.9 Representación esquemática del volumen de mezcla borurante durante el proceso termoquímico.

El peso de la mezcla borurante por unidad de área W_{mezcla} [kg/m²] queda definido por la relación:

$$W_{mezcla} = \left(\frac{\text{Peso de la mezcla}}{V_T} \right) x \quad (1.21)$$

$$W_{mezcla} = \rho_{mezcla} x \quad (1.22)$$

ρ_{mezcla} es la densidad de la mezcla borurante [1243.5 kg/m³], V_T es el volumen que ocupa la mezcla borurante dentro del contenedor [m³], x es el espesor de la mezcla borurante [m].

1.3.6 Caracterización física de los aceros endurecidos

El diagrama de proceso para la caracterización físico-química de la capa Fe_2B obtenida sobre la superficie del acero AISI 1018 se presenta en la figura 1.10

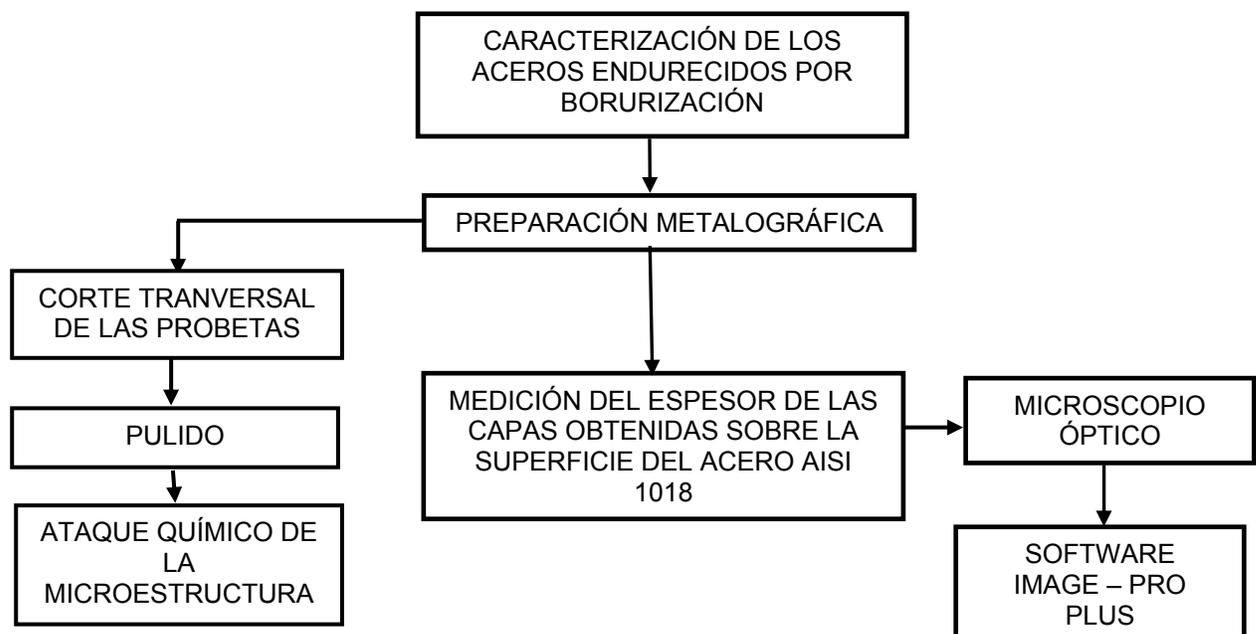


Figura 1.10 Esquema para la caracterización superficial de los aceros borurados AISI 1018

1.3.7 Preparación metalográfica

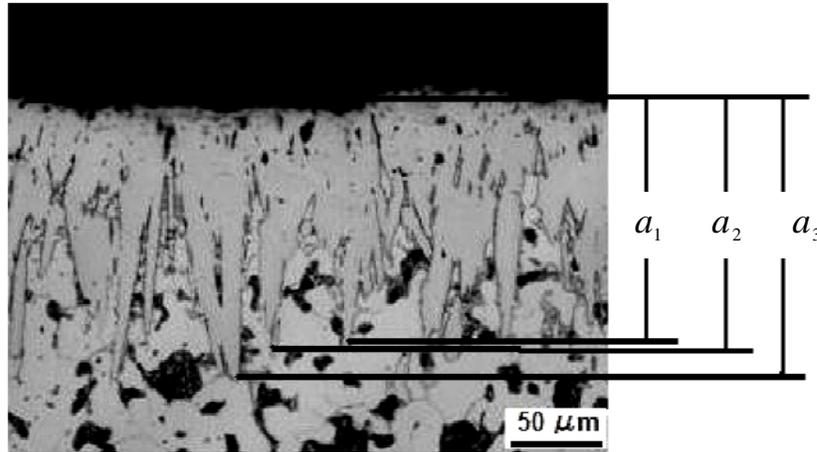
La preparación metalográfica de las piezas boruradas, se realizó través de la siguiente secuencia:

- (a) Corte transversal de las probetas.
- (b) Montaje en baquelita.
- (c) Desbaste con papel de lija grado 80 al 2000.
- (d) Pulido inicial con alúmina de 0.5 μm en combinación con agua sobre un paño Microcloth.
- (e) Pulido final con pasta de diamante sintética de 0.25 μm empleando un paño Microcloth.
- (f) Ataque químico con nital al 3% (solución de 97 ml de alcohol etílico y 3 ml de ácido nítrico).
- (g) Las capas formadas en la superficie del acero borurado AISI 1018 fueron digitalizadas con la ayuda de un microscopio óptico metalográfico Olympus GX-51.

1.3.8 Medición de espesores de capa

La medición de los espesores de las capas obtenidas en la superficie del material, se realizó utilizando el software *Image Pro-Plus* a través de la digitalización de las imágenes obtenidas por microscopía óptica. Únicamente se tomaron en cuenta las puntas de las aserraciones, para establecer un espesor de capa promedio.

En la figura 1.11 se muestra la metodología utilizada para la medición del espesor de la capa Fe_2B obtenida sobre la superficie del acero AISI 1018 endurecido. Se realizaron un mínimo de 50 mediciones de las penetraciones máximas de la capa, para tener un valor estadísticamente confiable.



$$\text{Espesor de capa} = \frac{\sum_{i=1}^n a_i}{n}$$

Figura 1.11 Metodología para la medición de la capa de boruro de hierro Fe_2B .

1.4 Resultados y discusiones

1.4.1 Micrografías de la capa Fe_2B , obtenidas sobre un acero AISI 1018

La secuencia de micrografías obtenidas con las diferentes condiciones experimentales se muestra en las figuras 1.12, 1.13 y 1.14, en donde se observa que la morfología de la capa Fe_2B formada en la superficie de un acero borurado AISI 1018 presenta un alto grado de aserración, producida por la alta anisotropía de crecimiento de las capas, donde el crecimiento preferencial del boruro de hierro se desarrolla sobre la dirección cristalográfica [001]. Así mismo, la presencia de defectos en el acero tales como microgrietas, porosidad y las fronteras de grano entre los cristales del boruro, deben considerarse para la explicación de esta morfología aserrada.

Martini C *et al.* (2004), explica que el crecimiento aserrado de las capas boruradas, es consecuencia de un campo de esfuerzos muy localizado y elevado frente a las puntas

de los núcleos del boruro, cuyo crecimiento es acicular, provocando igualmente, altas distorsiones de la red cristalina del boruro. Asimismo, conforme el potencial de boro se incrementa sobre la superficie del material, la aserración es mucho más pronunciada en la interfase Fe_2B /substrato. El aumento del potencial del boro permite la formación de compuestos intermetálicos ricos en boro, que pueden propiciar la generación de la capa FeB . Sin embargo, para aplicaciones industriales la presencia de un sistema $\text{FeB}/\text{Fe}_2\text{B}$ no es deseable, debido a que se incrementan los esfuerzos residuales en la interfase entre estos dos compuestos, lo que reduce su capacidad de adhesión con el sustrato por contacto mecánico (Martini, 2004)

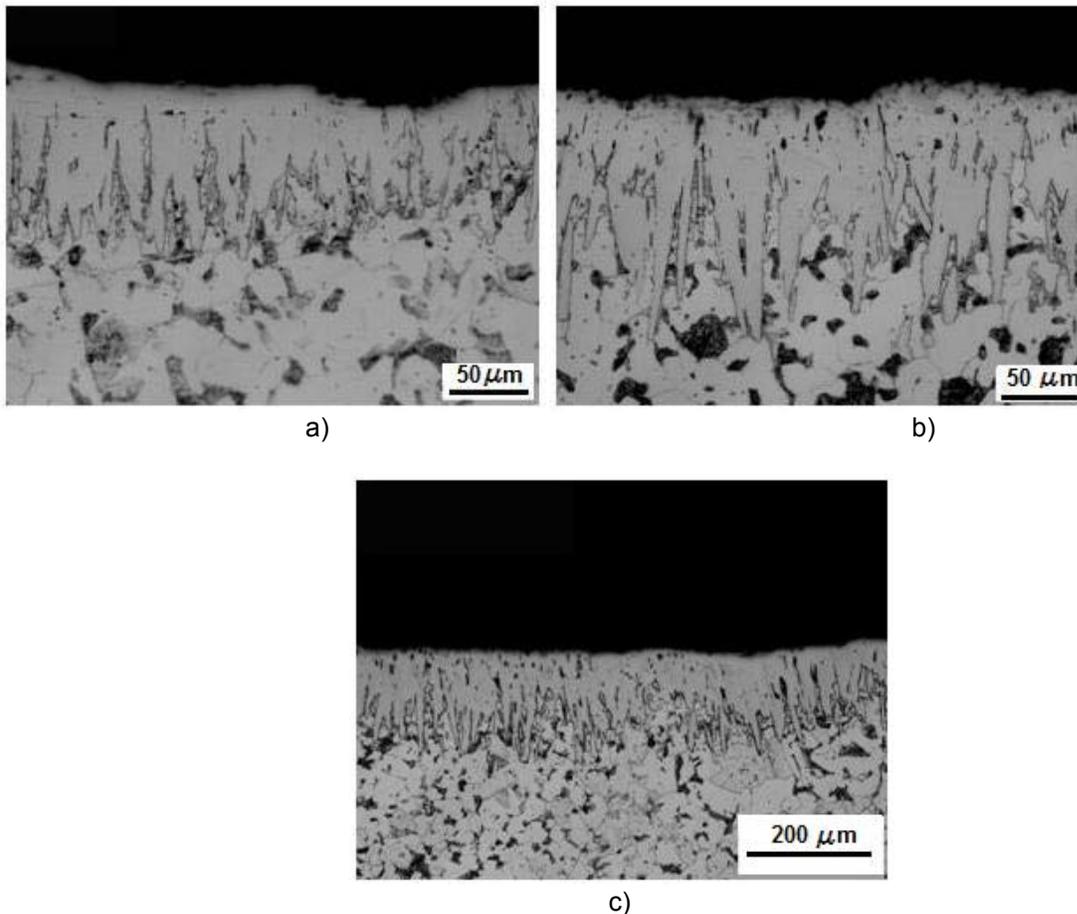


Figura 1.12 Sección transversal del acero AISI 1018 borurado a 1193 K con tiempos de exposición de: a) 4h, b) 6h y c) 8h.

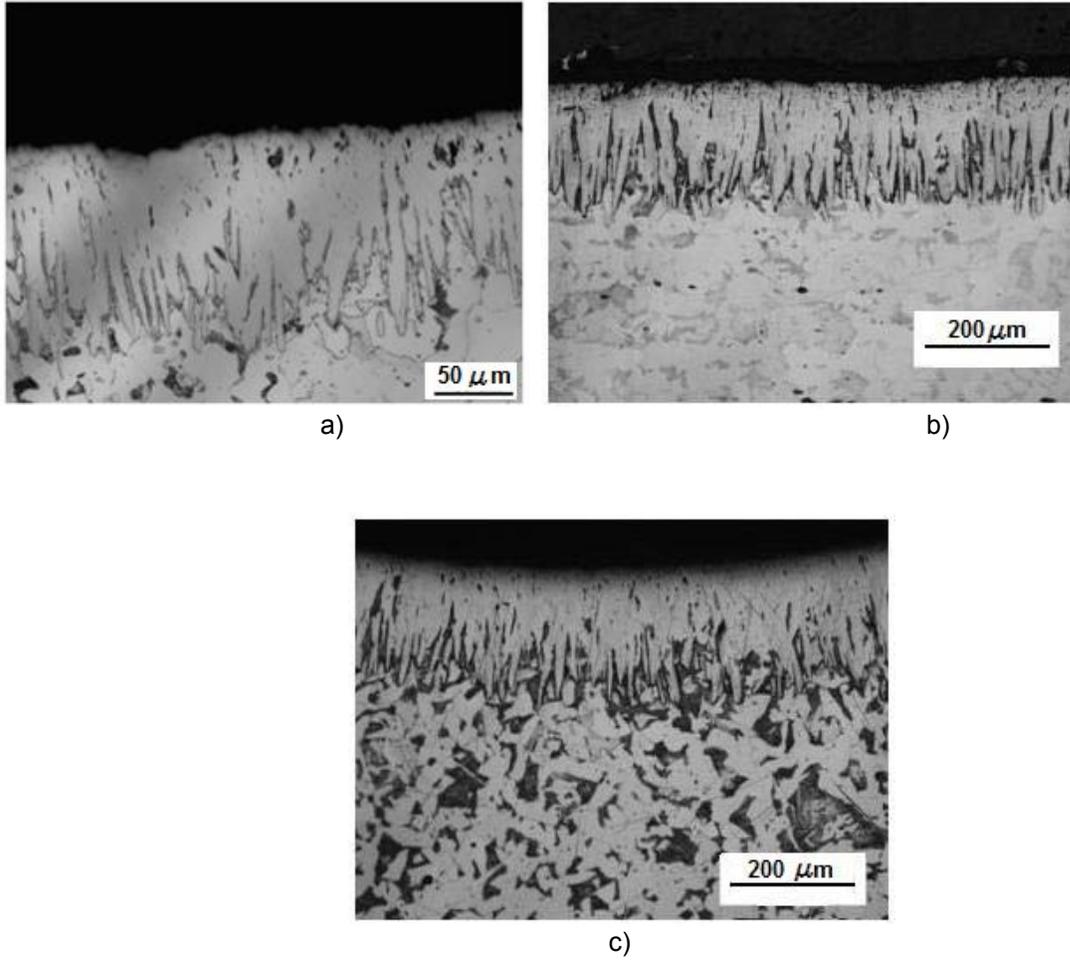


Figura 1.13 Sección transversal del acero AISI 1018 borurado a 1243 K con tiempos de exposición de: a) 4 h, b) 6 h y c) 8h.

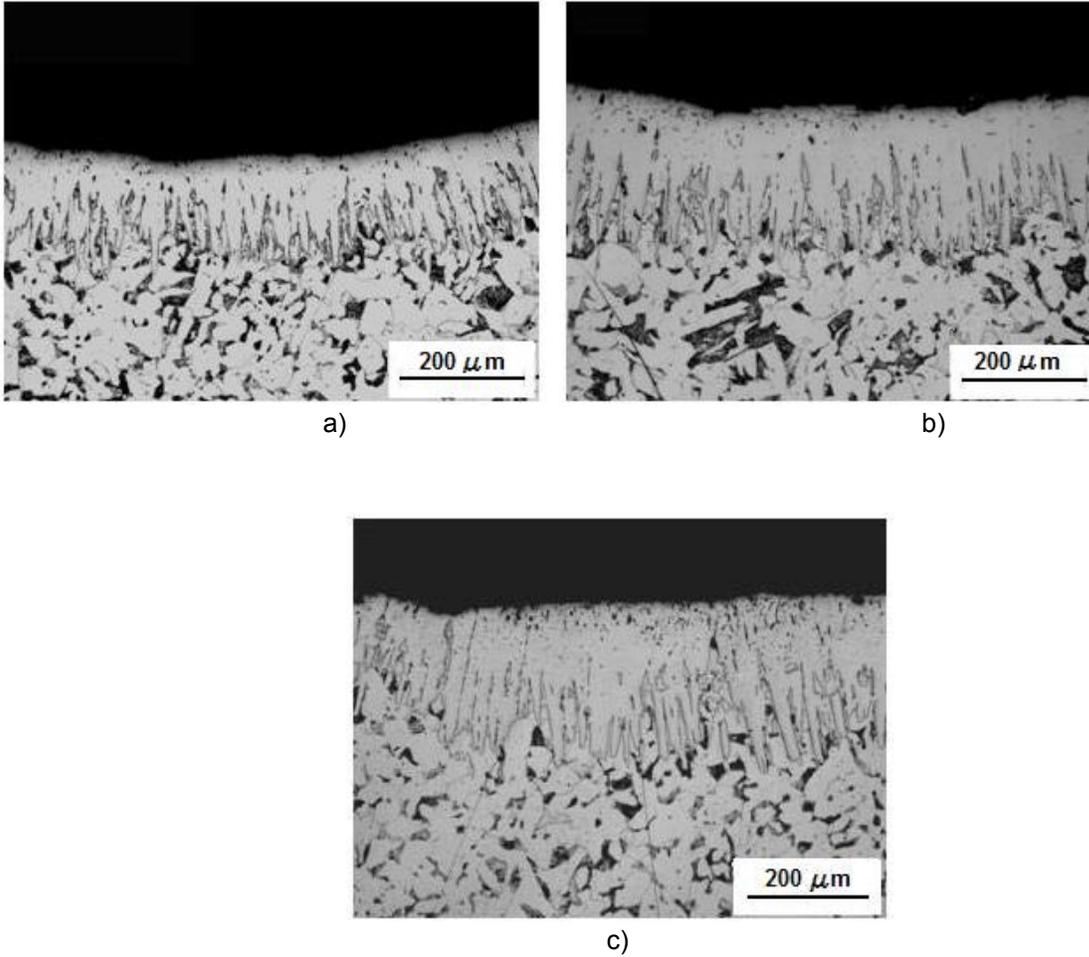


Figura 1.14 Sección transversal del acero AISI 1018 borurado a 1273 K con tiempos de exposición de: a) 4 h, b) 6 h y c) 8 h.

1.4.2 Espesores de capa Fe₂B

Conforme a los resultados presentados en la figuras 1.12, 1.13 y 1.14, es visible la presencia de una capa monofásica tipo Fe₂B formada en la matriz del acero AISI 1018, mediante el tratamiento termoquímico de borurización.

Los espesores de las capas son el promedio de 50 mediciones realizadas en diferentes secciones de las piezas, los cuales se presentan en la Tabla 1.3

Tabla 1.3 Espesores de capa Fe₂B en obtenidas para las diferentes condiciones de tiempo y temperatura de tratamiento.

Temperatura. (K)	Espesor de capa (µm)		
	4 h	6 h	8h
1193	83.5±10.2	129.4±6.3	146.9±14.1
1243	124±11.3	181.20±13.7	205.8±11.6
1273	169.5±12.2	231.10±12.8	258.9±10.3

La figura 1.15 muestra la evolución del crecimiento de la capa Fe₂B en función del tiempo de tratamiento para las diferentes temperaturas de exposición sobre la superficie del acero AISI 1018.

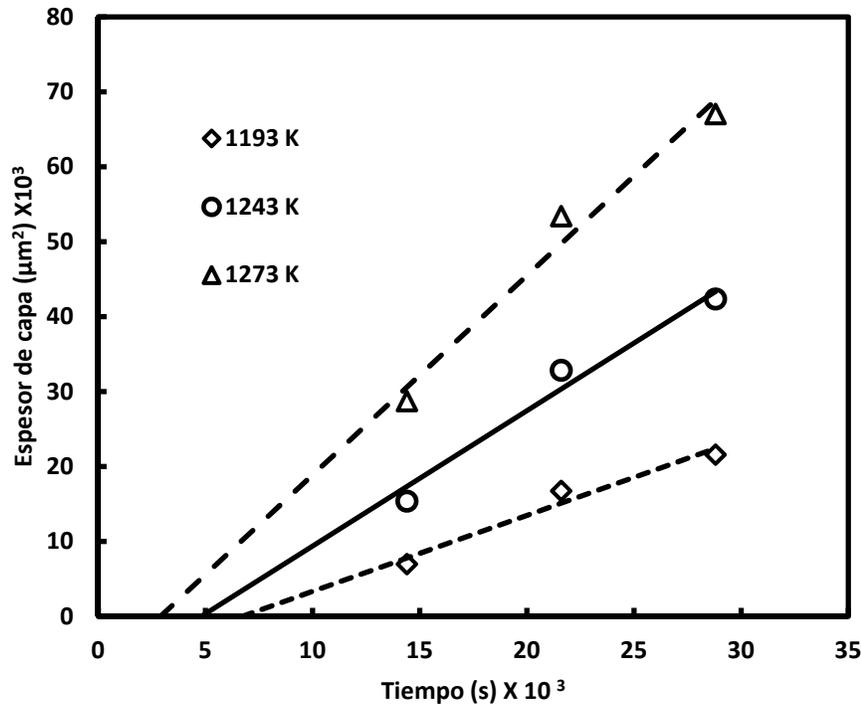


Figura 1.15 Evolución de crecimiento de la capa Fe₂B sobre el acero AISI 1018 en función de las diferentes condiciones de tratamiento.

Conforme a los resultados obtenidos del espesor de capa Fe₂B en función de la temperatura y tiempo de tratamiento, su crecimiento es establecido por la función de crecimiento parabólico $d^2 = Kt$. Las pendientes obtenidas de la gráfica de la figura 1.15 representan la constante de crecimiento parabólico K que indica un proceso de difusión controlado (Sen *et al.*, 2005 a, Campos *et al* 2007 b, Campos *et al* 2006, Campos *et al.*, 2009 b). Los tiempos de incubación de los boruros de hierro se estiman a través de la intersección de las líneas rectas sobre el eje de las abscisas, tal y como lo han establecido Brackman *et al.*, (1989). En la Tabla 1.4 se muestran los valores obtenidos de las constantes de crecimiento parabólico y los tiempos de incubación de la fase Fe₂B, en función de las temperaturas de tratamiento. Asimismo, los resultados presentados en la Tabla 1.4 indican que los tiempos de incubación del boruro de hierro disminuyen conforme al incremento de temperatura.

Tabla 1.4 Constantes de crecimiento parabólico y tiempos de incubación obtenidos para las 3 diferentes temperaturas de tratamiento.

Temperatura (T)	Tiempo de incubación (t_0)	Constante de crecimiento parabólico (K)
(K)	(s)	(m^2/s)
1193	6715.59	1.014×10^{-12}
1223	5485.05	1.873×10^{-12}
1273	2909.13	2.660×10^{-12}

1.4.3 Cantidad de boro aportado por la mezcla borurante y en la capa Fe_2B

La cantidad de boro disponible en la mezcla borurante $W(B)_{mezcla}$, de acuerdo a la ecuación (1.17), es de 0.584 kg/m^2 , este valor representa la cantidad de boro susceptible de incorporarse a la capa Fe_2B .

En la Tabla 1.5 se muestran los valores de la cantidad de boro que se encuentra en la capa Fe_2B , que fueron calculados en función de los espesores medidos para las diferentes condiciones de tiempo y temperatura de tratamiento.

Tabla 1.5 Contenido de boro en la capa Fe_2B en función del tiempo y la temperatura de tratamiento.

Temperatura (K)	Contenido de boro en la capa Fe_2B (kg/m^2)		
	4 (h)	6 (h)	8 (h)
1193	0.06 ± 0.007	0.08 ± 0.004	0.09 ± 0.009
1243	0.08 ± 0.007	0.13 ± 0.009	0.14 ± 0.008
1273	0.11 ± 0.008	0.16 ± 0.009	0.17 ± 0.007

Conforme a los resultados obtenidos, se observa que la cantidad de boro dentro de la capa Fe_2B está en función de la temperatura y el tiempo de tratamiento. Además, de acuerdo con los resultados presentados en la Tabla 1.5, es evidente que la cantidad de

boro disponible en la mezcla borurante $W(B)_{mezcla}$ es suficiente para la formación adecuada de la capa Fe_2B .

1.4.4 Estimación de la energía de activación durante el proceso de borurización

La difusión intersticial tiene lugar cuando los átomos van de una posición intersticial a otra vecina desocupada, sin desplazar permanentemente a ninguno de los átomos de la red cristalina del solvente. En general, se requiere menos energía para desplazar un átomo intersticial a través de los intersticios entre los átomos que lo rodean. En consecuencia, las energías de activación son menores para la difusión intersticial que para la difusión de vacancias o sustitucional.

Durante la difusión intersticial, los átomos que se difunden deben empujar o forzar a los átomos que los rodean en su paso para alcanzar su nuevo sitio. Para que esto suceda, se debe suministrar la energía necesaria para forzar al átomo a su nueva posición. Esta energía es conocida con el nombre de energía de activación para la difusión intersticial de boro en hierro. En el caso de la borurización, la energía de activación Q se interpreta como la difusión de boro en la capa Fe_2B en una dirección cristalográfica preferencial [001]. (Farah Abud, 2006).

La energía de activación necesaria para que se lleve cabo el proceso de difusión, es obtenida a través de las constantes de crecimiento parabólico utilizando una expresión de tipo Arrhenius como lo muestra la figura 1.16.

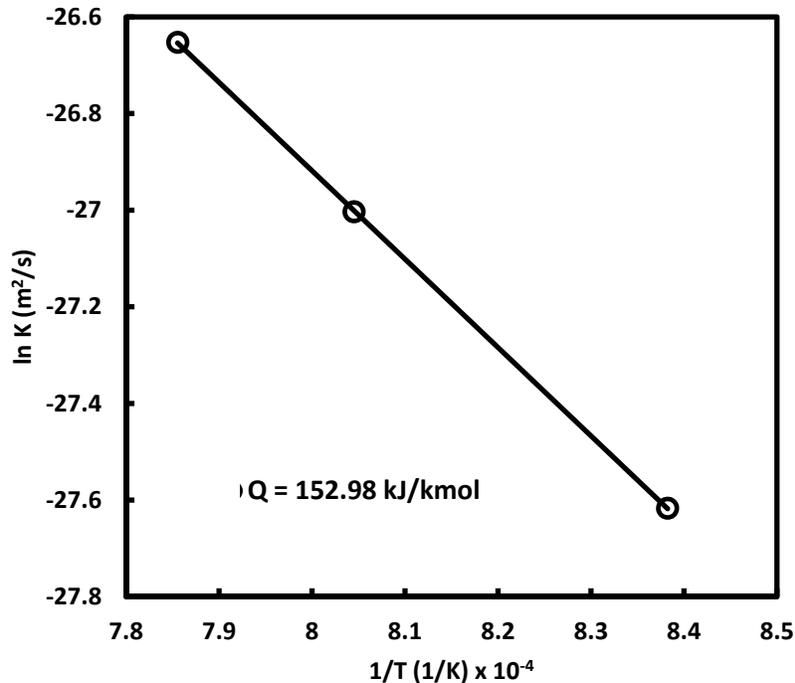


Figura 1.16 Comportamiento de la constante de crecimiento parabólico en función de las temperaturas de tratamiento para un acero AISI 1018 borurado.

El valor estimado para la energía de activación necesaria para la formación de la capa Fe_2B sobre la superficie del acero AISI 1018 es de 152.98 kJ/mol , valor que se compara con los obtenidos para diferentes aceros sometidos al tratamiento de borurización (Tabla 1.6). La energía de activación es una función de la composición química del sustrato sometido al tratamiento termoquímico de borurización, ésta se incrementa conforme al aumento de los elementos de aleación presentes en el sustrato.

Tabla 1.6 Valores de energía de activación obtenidas para diferentes aceros expuestos al tratamiento de borurización.

Material	Método de borurización	Fases en la capa borurada	Morfología de capa	Energía de activación kJ/mol	Referencia
AISI W1	Polvo de B ₄ C	FeB, Fe ₂ B	Plana	171.2	(Genel, 2003)
AISI 5140	Baño de sales	FeB, Fe ₂ B, CrB, Cr ₂ B	Aserrada	223	(Sen 2005 a)
AISI 4340			Aserrada	234	
AISI D2			Plana	170	
AISI H13	Pasta B ₄ C	FeB, Fe ₂ B, CrB, Cr ₂ B	Plana	186.2	(Genel, 2006)
AISI 4140	Baño de sales	FeB, Fe ₂ B, CrB	Aserrada	218.4	(Sen. 2005 b)
AISI 1018	Pasta de B ₄ C	Fe ₂ B	Aserrada	161.82	(Villa Velázquez C, 2009)
AISI 1018	Polvo de B ₄ C	Fe ₂ B	Aserrada	152.98	Presente trabajo

1.4.5 Diagrama de contorno

El espesor de capa en función de la temperatura y los tiempos de tratamiento puede ser estimado a través de un diagrama de contorno (Sen, *et al.*, 2005 a) como lo muestra la figura 1.17. Los diagramas de contorno son especialmente útiles en los procesos industriales, donde se requiere de esquemas representativos del proceso que permitan estimar de manera rápida y confiable, los espesores de capa deseados para una aplicación en particular.

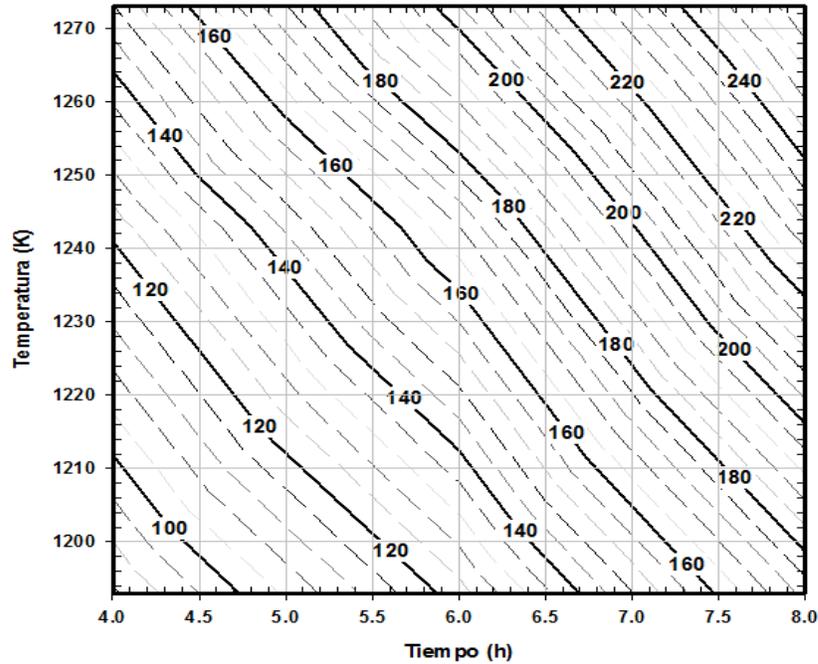


Figura 1.17 Diagrama de contorno para estimar los espesores de capa Fe_2B en función de las condiciones de tiempo y temperatura de tratamiento.

La figura 1.17 muestra el comportamiento del espesor de capa en función del tiempo y la temperatura de tratamiento, en donde seleccionando un espesor, es factible estimar los parámetros experimentales (tiempo y temperatura) que requiere el proceso para alcanzar un espesor determinado.

Por otro lado, al sustituir el valor de la constante de crecimiento parabólico K propuesto en la ecuación (1.12), es posible obtener una ecuación práctica que permita estimar el espesor de la capa (x) en función del tiempo y la temperatura de tratamiento:

$$x^2 = K_o \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right) (t - t_0) \quad (1.23)$$

$$x = \sqrt{K_o \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right) (t - t_0)} \quad (1.24)$$

La Tabla 1.7 muestra los valores experimentales de los espesores de capa y los valores estimados a través de la ecuación (1.24), conociendo la energía de activación Q y la constante pre exponencial K_0 para las condiciones de tiempo y temperatura de tratamiento preestablecidas.

Tabla 1.7 Comparativo de los espesores de capa experimentales y los estimados por el modelo de difusión

Temperatura (K)	4 h		6 h		8 h	
	Experimental (μm)	Estimado (μm)	Experimental (μm)	Estimado (μm)	Experimental (μm)	Estimado (μm)
1193	83.5±10.2	87.2	129.4±6.3	121.4	146.9±14.1	147.8
1243	124±11.3	122.2	181.20±13.7	167.9	205.8±11.6	203.7
1273	169.5±12.2	173.4	231.10±12.8	221.1	258.9±10.3	260.2

Los valores presentados en la Tabla 1.7 muestran una buena concordancia entre los valores experimentales del espesor de capa con los valores establecidos a partir de la ecuación (1.24). Estos resultados indican que es factible la optimización del proceso en aplicaciones industriales.

1.5 Conclusiones

El tratamiento de borurización en polvo fue empleado para la formación de una capa Fe_2B sobre la superficie de un de acero AISI 1018. Conforme a los resultados obtenidos a través de la caracterización física de las piezas, se puede observar que el espesor de capa aumenta conforme se incrementa la temperatura y el tiempo de tratamiento, lo que indica un proceso de difusión controlado. El comportamiento de la constante de crecimiento parabólico se estableció en función de las temperaturas de tratamiento, para determinar la energía de activación requerida para la formación de la capa borurada sobre la superficie del acero AISI 1018. De igual manera, la mezcla borurante utilizada para la formación de la capa superficial fue suficiente para abastecer los requerimientos de boro a las diferentes condiciones de tiempo y temperatura de tratamiento.

En adición, el crecimiento de las capas Fe_2B sobre la superficie del acero AISI 1018, fue representado por un diagrama de contorno que establece las condiciones de tiempo y temperatura del proceso de borurización, lo que garantiza la optimización del proceso para aceros de bajo carbono endurecidos superficialmente.

1.6 Referencias bibliográficas

Alwart S and Ulrich C (1998), "Abrasive Resistant Hard Steel Surfaces produced by Boriding", Industrial Heating; Career and Technical Education, 65 47.

Brackman C M, Gommers A W J and Mittemeijer E J (1989), "Boriding of Fe and Fe-C, Fe-Cr, and Fe-Ni alloys; Boride layer growth kinetics", J Mater Res, 4, 1354-1370.

Campos I, Oseguera J, Figueroa U, García J A, Bautista O and Kelemenis G (2003), "Kinetic study of boron diffusion in the paste boriding process", Mater Sci Eng, A 352, 261.

Campos I, Ramírez G, Figueroa U, Martínez J and Morales O (2007 a), "Evaluation of boron mobility on the phases FeB, Fe₂B and diffusion zone in AISI 1045 and M2 steels", Appl Surf Sci, 253, 3469-3475.

Campos I, Ramírez G, Figueroa U and Villa Velázquez C (2007 b), "Paste boriding process evaluation of boron mobility on borided steels", Surf Eng, 23, 216-222.

Campos I, Torres R, Bautista O, Ramírez G and Zuñiga L (2006), "Effect of boron paste thickness on the growth kinetics of polyphase boride coatings during the boriding process", Appl Surf Sci, 252, 2396-2403.

Campos Silva I E (1994), "Cinética de difusión en el proceso termoquímico de borurización en aceros estructurales, de baja aleación, herramientas e inoxidables". Tesis de grado en Ingeniería Metalúrgica, UAM-A, México.

Campos-Silva I, Ortiz-Domínguez M, Cimenoglu H, Escobar-Galindo R, Keddám M, Elías-Espinosa M and López-Perrusquia N (2009 a), "A simple model for the growth kinetics of Fe₂B iron boride on pure iron substrate", Applied Surface Science 256 3128–3132.

Campos-Silva I, Ortíz-Domínguez M, López-Perrusquia N, Escobar-Galindo R, Gómez-Vargas O A and Hernández-Sánchez E (2009 b), “Determination of boron diffusion coefficients in borided tool steels”, Defect Diffus Forum, 283-286, 681-686

Farah Abud M (2006), “Determinación de la vida útil en herramientas de corte endurecidos por el proceso de borurización en pasta, Tesis de Maestría en Sistemas de Manufactura”, ITESM-CCM , México.

Fischer C and Schaaber R (1976), “Proceedings of Heat Treatment”. The Metals Society. 27 – 30.

Genel K (2006), “Boriding kinetics of H13 steel Vacuum”, 80, 451–457

Genel K Ozbek I and Bindal C, (2003), “Kinetics of boriding of AISI W1 steel”, Mater Sci, Eng A 347, 311 - 314

Hernández Sánchez E (2008), “Caracterización de aceros borurados AISI H13”, Tesis de Maestría en Ingeniería de Manufactura, SEPI-ESIME Azcapotzalco.

Jain Vipin and, Sundararajan G (2002), “Influence of the pack thickness of the boronizing mixture on the boriding”, Surf Coat Tech, 149, 21–26.

Martini C, Palombarini G and Carbucicchio M (2004), “Mechanism of thermochemical growth of iron borides on iron”. J Mater Sci, 39, 933-937.

Matuschka A Graf Von (1980), “Boronizing”, Carl Hanser Verlag. Munich, FRG.

Meléndez E, Campos I, Rocha E and Barrón M A (1997), “Structural and strength characterization of steels subjected to boriding thermochemical process”, Mater Sci Eng, A 234– 236, 900-903.

Palombarini G, Sambogna G and Carbucicchio M (1993), “Role of oxygen in iron boriding using boron carbide”, J Mater Sci, 741-742.

Ramírez Sandoval Giselle (2006), “Caracterización de grietas auto afines en capas boruradas para aceros estructurales AISI 1045” Tesis de Maestría en Ingeniería mecánica SEPI ESIME Zacatenco, México.

Sen S, Sen U and Bindal C (2005 a), “An approach of kinetic study of borided steels”, Surf Coat Technol 191, 274-285.

Sen Saduman, Sen Ugur and Bindal Cuma (2005 b), “The growth kinetics of borides formed on boronized AISI 4140 steel”, Vacuum 77, 195–202.

Villa Velázquez Mendoza Carlos Ignacio (2009), “Estudio del agrietamiento tipo Palmqvist y evaluación de esfuerzos residuales en aceros borurados AISI 1018”, Tesis de Doctorado en Ingeniería de Mecánica, SEPI-ESIME Zacatenco, México.

Capítulo 2

Tenacidad a la fractura y efecto del tamaño de huella producida por microindentación Vickers en la capa superficial Fe₂B

El Capítulo 2 describe la evaluación de la dureza de las capas Fe₂B, mediante la técnica de microindentación Vickers así como la evaluación de la tenacidad a la fractura a través de la técnica de fractura por microindentación Vickers. Se presentan además diferentes modelos empíricos para explicar la existencia del fenómeno conocido como Efecto de Tamaño de Indentación (ISE, *por sus siglas en inglés*) y su influencia sobre la dureza real de las capas Fe₂B, obtenidas sobre un acero AISI 1018 borurado.

2.1 Introducción

La limitación principal de los materiales cerámicos en aplicaciones industriales es su fragilidad, consecuencia de su escasa capacidad para deformarse plásticamente y para soportar cargas tensiles. Esta limitante se incrementa cuando existen defectos en la microestructura del material tales como porosidad, agrietamientos, etc. (Quinn, 1991), que se refleja en una baja tenacidad a la fractura y en una marcada diferencia entre la resistencia a la tracción y la resistencia a la compresión, como se aprecia en la Tabla 2.1.

Tabla 2.1 Valores de resistencia a la compresión y a la tracción de diferentes materiales cerámicos (Quinn, 991).

Material	Resistencia a compresión (MPa)	Resistencia a tracción (MPa)
Al ₂ O ₃ 85%	1930	155
Al ₂ O ₃ 90%	2480	220
Al ₂ O ₃ 99.9%	3790	310
ZrO ₂ (Mg-PSZ)	1758	352
SiC α	2500	307
B ₄ C	2855	155 (a 1253 K)
TiB ₂	5700	300 - 400

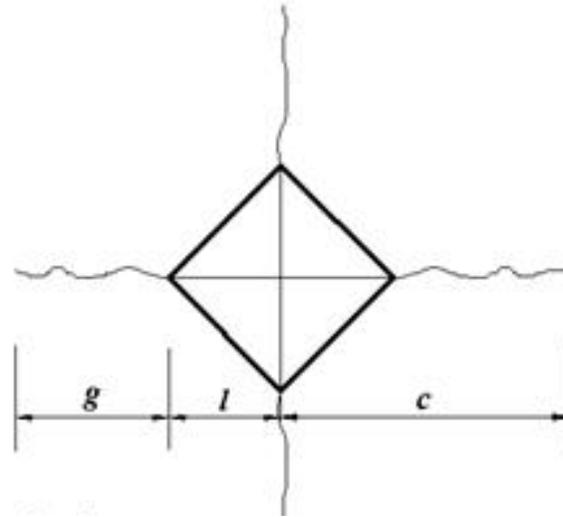
La marcada tendencia de los materiales frágiles a agrietarse cuando son sometidos a esfuerzos, indica que es esencial considerar la tenacidad a la fractura de dichos materiales, como elemento fundamental de diseño.

2.2 Tenacidad a la fractura por microindentación Vickers

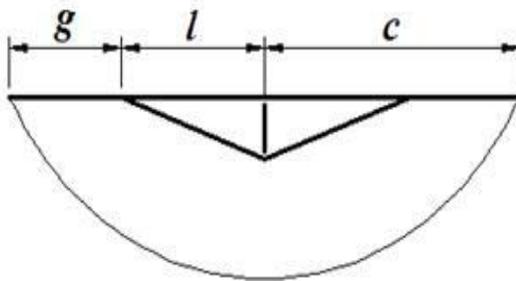
Uno de los métodos más utilizados para la evaluación de la tenacidad a la fractura en materiales frágiles es el método de fractura inducida por microindentación Vickers. Las grietas producidas por contacto mecánico entre el indentador y la superficie del material, dependen esencialmente de la geometría del indentador y de la carga aplicada durante el ensayo. Los modelos de geometría de grieta tales como Palmqvist y radial media (figura 2.1), han sido los más utilizados para la determinación de la tenacidad a la fractura en materiales cerámicos. El fundamento teórico se basa en los conceptos de Mecánica de la Fractura Lineal Elástica (LEFM, *por sus siglas en inglés*) (Matuschka, 1980, Campos *et al.*, 2003 y referencias contenidas en este documento).

Los modelos basados en grietas tipo radial se aplican para materiales frágiles, en donde el agrietamiento generado por la microindentación, no sólo se presenta sobre la superficie, sino que además crece en dirección normal al plano de indentación formando un perfil de agrietamiento radial en el material, como se muestra en la figura 2.1 b).

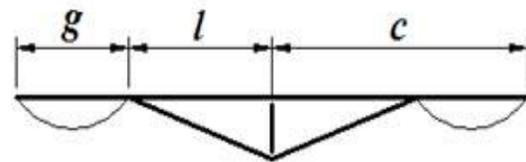
Los modelos basados en grietas tipo Palmqvist son empleados comúnmente en materiales cerámicos frágiles; por ejemplo, fases intermetálicas precipitadas en una aleación ferrosa mediante algún tratamiento termoquímico como la cementación, la nitruración o la borurización. Se considera que el perfil de agrietamiento no puede ser del tipo radial, ya que la superficie se encuentra en un estado de esfuerzos diferente al substrato, el cual no se ve considerablemente afectado al momento del impacto del indentador (figura 2.1 c).



a)



b)



c)

Figura 2.1 Representación esquemática de los dos grupos de agrietamiento generados por microindentación Vickers: a) Ejemplo de una indentación superficial (vista superior). b) Agrietamiento tipo radial (vista en sección transversal). c) Agrietamiento tipo Palmqvist (vista en sección transversal), l es la mitad de la diagonal de la huella de indentación, g es la longitud de la grieta y c es la longitud de la grieta, medida desde el centro de la huella, $c = l + g$

La presencia de agrietamiento en el régimen de grietas tipo Palmqvist se puede verificar a través de las siguientes observaciones (Liang *et al.*, 1990):

- Las grietas tipo Palmqvist se originan en superficies cuyo estado de esfuerzos es diferente al del sustrato.
- Cuando se obtienen pendientes con valores entre 0.5 y 1, al graficar en forma logarítmica la carga de indentación (P) versus la longitud de grieta (g).
- Si el cociente entre la mitad de la huella de indentación (l) y la longitud de la grieta (g) es ≤ 3 .

Diferentes autores han desarrollado modelos matemáticos para evaluar la tenacidad a la fractura en el régimen de agrietamiento Palmqvist. En el presente Capítulo, se evalúa la tenacidad a la fractura mediante un modelo matemático desarrollado por Shetty *et al* (Laugier, 1987)

2.2.1 Modelo matemático para evaluar la tenacidad a la fractura en el régimen de agrietamiento tipo Palmqvist

El cálculo del factor de intensidad de esfuerzos K_c que define la tenacidad a la fractura de un material, está en función del tamaño de la grieta g , la mitad de la diagonal de la huella producida por el indentador l y de la longitud medida desde el centro de la huella hasta la punta de la grieta c . La medición experimental de estos parámetros, permite determinar la resistencia del material a la propagación de grietas, a través de modelos matemáticos propuestos por diferentes autores.

Exner (1969), introdujo la expresión (2.1) como una definición de la resistencia al agrietamiento de un material, basándose en una relación lineal entre la carga aplicada y la suma de las longitudes de las grietas en los vértices del indentador.

$$W = \frac{P}{4g} \quad (2.1)$$

W es la resistencia del material al agrietamiento [N/m], \bar{g} es el promedio de las grietas medidas en las cuatro esquinas del indentador [m], P es la carga de indentación [N].

Basándose en la ecuación (2.1), Shetty *et al.* (Laugier *et al.*, 1987) propusieron el siguiente modelo para la evaluación de la tenacidad a la fractura:

$$K_c = 0.0937(HvW)^{1/2} \quad (2.2)$$

El modelo es establecido a través de un ajuste lineal de $(HvW)^{1/2}$ vs K_c . Este modelo se considera válido debido a la mínima desviación entre la línea de tendencia y los valores verdaderos de K_c tomados del trabajo de otros autores (Exner, 1969).

Shetty *et al.*, (Laugier, 1987) demostraron a través de estudios experimentales, que el agrietamiento en la superficie de un material tiene una dependencia lineal con respecto a la carga del indentador, tal y como Exner, lo publicó en 1969.

Finalmente, sustituyendo la ecuación (2.3) que determina la dureza del material,

$$HV = 0.4636 \frac{P}{l^2} \quad (2.3)$$

en la ecuación (2.2), el cálculo del factor de intensidad de esfuerzos para materiales frágiles que presenten agrietamiento en el régimen tipo Palmqvist puede expresarse como:

$$K_c = 0.0319 \left(\frac{P}{l\sqrt{g}} \right) \quad (2.4)$$

2.3 Efecto de tamaño de huella (ISE, *por sus siglas en inglés*)

Las propiedades mecánicas de las capas boruradas obtenidas sobre la superficie de diferentes aceros sometidos al proceso termoquímico de borurización, tales como dureza, módulo de elasticidad, tenacidad a la fractura, esfuerzo de fluencia, etc., han sido ampliamente evaluadas por diferentes investigadores utilizando técnicas de microindentación Vickers, Knoop y nanoindentación Berkovich.

Para el caso de los aceros de bajo y medio contenido de carbono, Campos *et al.*, (2009 c, 2008 a), determinó algunas propiedades mecánicas tales como dureza y tenacidad a la fractura por microindentación, utilizando la técnica de microdureza Vickers, sobre la capa Fe_2B obtenida sobre un acero AISI 1018 (Campos *et al.*, 2009 c) y AISI 1045 (Campos *et al.*, 2008 a), donde se establece que la dureza de las capas boruradas es altamente influenciada por la aparición de grietas durante el ensayo. Por otro lado, la experiencia ha mostrado que a niveles bajos de carga, la dureza de los materiales frágiles es claramente dependiente de la carga de indentación, así como del tamaño de la indentación que se genera durante una prueba de micro dureza, como se observa en la figura 2.2.

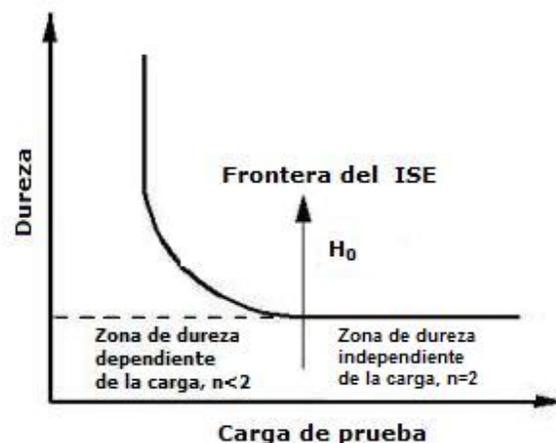


Figura 2.2 Representación esquemática del efecto de tamaño de indentación (ISE, *por sus siglas en inglés*), H_0 es el valor de la dureza independiente de la carga.

Este efecto conocido como “Efecto de Tamaño de Indentación” (ISE, *por sus siglas en inglés*), involucra generalmente un decremento en el valor medido de la dureza aparente del material, a medida que se incrementa el valor de la carga de prueba y el subsecuente incremento del tamaño de la huella producida por el indentador. La existencia del ISE, significa que al considerar un valor puntual de dureza como único criterio de diseño, es muy probable que se cometan errores y por consiguiente, posibles fallas en los elementos o componentes diseñados para fines específicos.

Algunos modelos empíricos se han desarrollado para describir las causas que originan este efecto. El presente trabajo analiza el efecto de tamaño de huella a través de cinco diferentes modelos empíricos, así como la utilización de los mismos para encontrar un valor en el que la dureza sea independiente de la carga de prueba, conocido como dureza real o dureza independiente de la carga H_0 .

2.3.1 Ley de Meyer

El modelo empírico más utilizado para describir el ISE, es la Ley de Meyer, que correlaciona la carga de prueba utilizada durante el ensayo, con el tamaño de la indentación producida, mediante una sencilla ecuación potencial.

$$P = Ad^n \quad (2.5)$$

P es la carga de prueba [N], d es el tamaño de la indentación [μm], A y n son constantes asociadas a las propiedades del material y son obtenidos al graficar la carga de prueba versus el tamaño de la indentación, en escala bilogarítmica.

n es conocido como el índice de Meyer y es considerado como una medida del ISE.

Esta ecuación fue originalmente desarrollada para indentadores esféricos, donde n está relacionada directamente con el coeficiente de resistencia a la tensión del material (coeficiente de endurecimiento por deformación). Sin embargo, Onitsch, (1947, citado

en Mukhopadhyaya, 2005) extendió dicha Ley para indentadores no esféricos, encontrando que en el rango de macrodureza ($n=2$), no se presenta el ISE, mientras que para el rango de microdureza ($n<2$), la dureza es dependiente de la carga aplicada sobre la superficie del material.

Por último, si se obtienen valores en donde $n > 2$, entonces se presenta el efecto conocido como Reverso del Efecto de Tamaño de Indentación (RISE, *por sus siglas en inglés*) que indica que la dureza se incrementa conforme se incrementa la carga de prueba.

2.3.2 Aproximación de Hays y Kendall

Hays y Kendall (1993) desarrollaron el concepto de que existe un nivel mínimo de carga de indentación W , por debajo del cual no existe deformación plástica. De acuerdo con este concepto, las mediciones experimentales del tamaño de las indentaciones, no está directamente relacionado con la carga máxima de indentación P_{\max} , sino con una carga efectiva de indentación que se expresa como ($P_{\text{eff}} = P_{\max} - W$), W es la resistencia que opone el material al inicio del flujo plástico. Hays y Kendall (1993) sugieren que la relación entre la carga y el tamaño de la indentación no es la descrita por la Ley Potencial propuesta originalmente por Meyer, sino que está definida por:

$$P_{\text{eff}} = P_{\max} - W \quad (2.6)$$

$$(P_{\max} - W) = A_1 d^2 \quad (2.7)$$

W y A_1 son constantes independientes de la carga para un material dado, A_1 está dada en unidades de esfuerzo [$\text{N}/\mu\text{m}^2$], y W tiene las mismas unidades de la carga aplicada [N].

En este modelo, el valor de $n=2$, es propuesto conforme a lo planteado originalmente por Kick (Li and Bradt, 1993), sin tener ningún significado físico.

2.3.3 Modelo de Resistencia Proporcional del Espécimen (PSR, *por sus siglas en inglés*)

El modelo propuesto por Li and Bradt (1993), se presenta como una alternativa para el análisis del ISE, en el que se considera que la resistencia que opone el espécimen al inicio de la deformación plástica W , no es constante como fue propuesto por Hays y Kendall, sino que se incrementa de forma directamente proporcional con el tamaño de la indentación. El modelo es una aproximación lógica para evaluar la resistencia que opone el espécimen al inicio de la deformación plástica P_r .

Li y Bradt (1993), observaron en sus estudios realizados en materiales tales como óxido de magnesio, silicio, aluminio y acero, que la resistencia del espécimen es proporcional a la profundidad de penetración del indentador, así como del tamaño de la indentación. Esos resultados confirman la hipótesis de que la resistencia del espécimen, es directamente proporcional al tamaño de la indentación y se expresa como:

$$P_r = a_1 d \quad (2.8)$$

La carga efectiva de indentación se expresa como:

$$P_c = P_{\max} - P_r = P_{\max} - a_1 d = a_2 d^2 \quad (2.9)$$

El valor de la dureza real, independiente de la carga se obtiene mediante la ecuación (2.10).

$$H_0 = 1.854 \frac{P_c}{d^2} = 1.854 \frac{(P_{\max} - a_1 d)}{d^2} = 1.854 a_2 \quad (2.10)$$

P_r es la resistencia proporcional del espécimen [N], H_0 es la dureza real [GPa], P_c es la carga efectiva de indentación [N], a_1 es el coeficiente de resistencia proporcional del espécimen [N/ μm] y a_2 es una constante relacionada con la dureza real [N/ μm^2].

1.854 es un factor relacionado con la geometría del indentador Vickers.

2.3.4 Modelo Modificado de Resistencia Proporcional del Especimen (MPSR, por sus siglas en inglés)

Gong *et. al.* (1998) proponen que al someter un espécimen de prueba a un maquinado superficial y/o al proceso de pulido, se introducen en la superficie esfuerzos que pueden ser de compresión o tensión, ocasionando que el material se comporte como un resorte comprimido, y no como un material libre de esfuerzos superficiales. Conforme a Gong *et al.*, (1998) la desviación que existe en la linealidad de la gráfica (P/d) vs d , en el modelo de PSR, sugiere una incorrecta interpretación de la resistencia del espécimen a la deformación plástica, puesto que, el PSR asume que siempre que el tamaño de la huella de indentación sea igual a cero ($d=0$), la resistencia del espécimen será también igual a cero ($P_r = a_1d = 0$), de acuerdo con la ecuación (2.8). Esta suposición no siempre es válida para materiales cerámicos donde existe una carga mínima diferente de cero, por debajo de la cual la deformación permanente no se ha iniciado. Gong *et. al.* (1998) propusieron el Modelo Modificado de Resistencia Proporcional del Especimen (MPSR, por sus siglas en inglés) que se muestra en la ecuación (2.11) sugiere que el esfuerzo inducido por el maquinado de las probetas, tiene un efecto sobre la carga efectiva de indentación y consecuentemente, sobre la dureza real del material.

$$P_{\max} = a_0 + a_1d + a_2d^2 \quad (2.11)$$

El valor de la dureza independiente se expresa como:

$$(H_0)_1 = 1.854 \frac{P_{\max} a_0 - a_1 d}{d^2} \quad (2.12)$$

$$(H_0)_2 = 1.854 a_2 \quad (2.13)$$

donde:

a_0 es una constante relacionada con los esfuerzos residuales en la superficie [N]

a_1 es el coeficiente de resistencia proporcional del espécimen [N/ μm]

a_2 es una constante relacionada con la dureza real del espécimen [N/ μm^2]

$[H_0]_1$ y $[H_0]_2$ son dos maneras para obtener la dureza independiente de la carga.
[GPa]

El factor 1.854 corresponde al factor geométrico del indentador Vickers.

2.3.5 Modelo de Recuperación Elástica (ERM, por sus siglas en inglés)

Tarkanian *et al.* (1973), establecen en el modelo de recuperación elástica (ERM, por sus siglas en inglés), que, cuando el indentador ha sido removido de la superficie de la probeta, el material experimenta una recuperación elástica en la zona que rodea la indentación remanente. Ésta recuperación parcial implica que el tamaño de la huella disminuye en cierto grado. Considerando este efecto, Tarkanian *et al.* (1973) plantean una corrección del tamaño de la huella, para obtener un valor aceptable de dureza independiente de la carga, como se presenta en la ecuación (2.14):

$$H_0 = k \frac{P}{(d + d_0)^2} \quad (2.14)$$

$$P_{\max}^{1/2} = X^{1/2}d + X^{1/2}d_0 \quad (2.15)$$

La dureza independiente se obtiene de la ecuación (2.16)

$$X = \frac{H_0}{k} \quad (2.16)$$

H_0 es la dureza real [GPa]

d_0 es un factor de corrección para d [μn]

$X = \frac{H_0}{k}$ es una constante relacionada con la dureza real independiente de la carga [GPa].

k es una constante relacionada con la geometría del indentador Vickers (1.854).

2.4 Diseño experimental

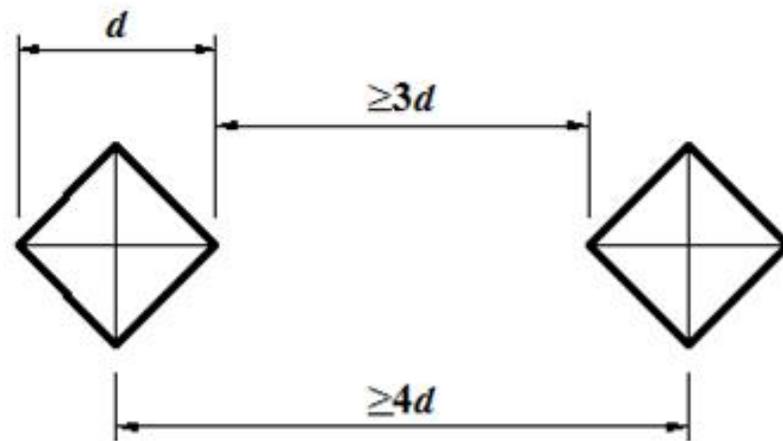
El presente Capítulo se desarrollo en tres etapas que se describen a continuación:

- Evaluación de la microdureza de la capa Fe_2B obtenida sobre un acero AISI 1018 mediante el proceso de borurización a temperaturas de tratamiento de 1193, 1243 y 1273 K y tiempos de 4, 6 y 8 h para cada temperatura, utilizando un conjunto de cargas de 10 a 1000 g aplicadas a una distancia constante de 50 μm desde la superficie.
- Evaluación de la tenacidad a la fractura de la capa Fe_2B obtenida sobre un acero AISI 1018 a temperaturas de 1193 y 1243 K, con tiempos de exposición de 4 y 8 h para cada temperatura. Se utilizaron cargas variables de 50 a 300g, aplicadas a 15 y 30 μm desde la superficie de la capa.
- Evaluación del efecto del tamaño de huella (ISE) sobre la microdureza de la capa Fe_2B , obtenida sobre un acero AISI 1018 mediante el proceso de borurización a temperaturas de tratamiento de 1193, 1243 y 1273 K y tiempos de 4, 6 y 8 h para cada temperatura, utilizando un conjunto de cargas de 10 a 1000 g aplicadas a una distancia constante de 50 μm desde la superficie.

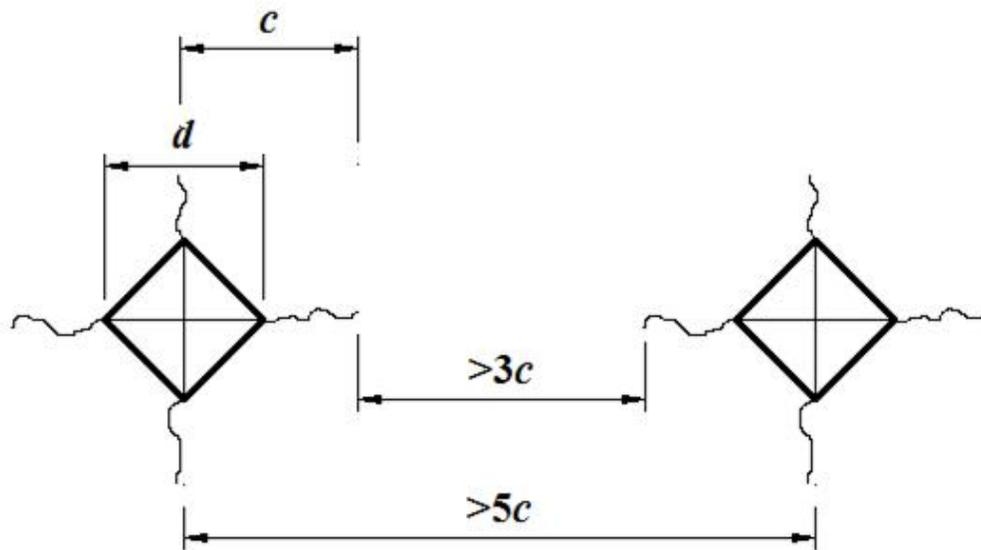
2.4.1 Evaluación de la microdureza de la capa Fe_2B obtenida sobre un acero AISI 1018 mediante el proceso de borurización

La evaluación de la microdureza Vickers, se realizó con un microdurómetro (WOLPERTWGROUPO 402 MVD), semi automático, respetando los lineamientos establecidos por las normas ASTM-E384, (2005) y ASTM C1327, (1999), para la determinación de dureza por microindentación y para pruebas de dureza Vickers en materiales cerámicos avanzados, respectivamente. Ambas normas recomiendan tener en cuenta la limpieza previa del indentador, alineación de la muestra perpendicular al indentador, aplicación de la carga durante 15 s.

La distancia entre indentaciones será definida en función del tamaño de la diagonal, como se muestra en la figura 2.3, eliminando las muestras deformadas por asimetrías de la impresión residual.



a)



b)

Figura 2.3 Representación esquemática de la distancia permitida entre microindentaciones Vickers: a) cuando no existe agrietamiento presente en los vértices de indentación; b) cuando existe agrietamiento presente en el material en los vértices de indentación (ASTM E-384, 2005, ASTM C-1327, 99).

Las cargas de prueba se establecieron en 10, 25, 50, 100, 200, 300, 500 y 1000 g y fueron aplicadas a una distancia constante de 50 μm desde la superficie de la capa Fe_2B , obtenida sobre un acero AISI 1018, a las diferentes condiciones experimentales de tiempo y temperatura, como lo muestra la figura 2.4. Esta distancia se estableció en función del espesor total de la capa dada. Se realizaron un mínimo de cinco indentaciones por cada carga para obtener un valor promedio.

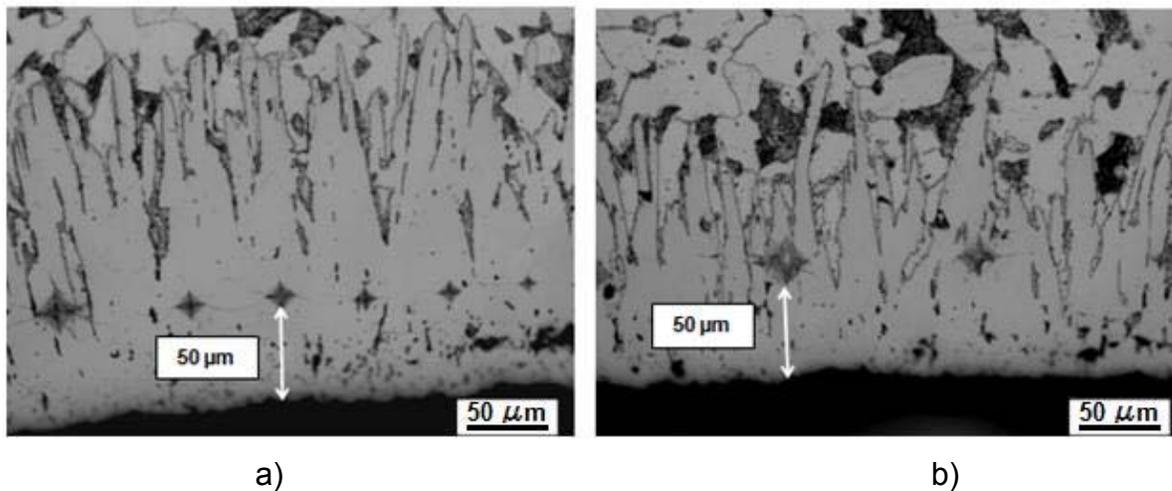


Figura 2.4 Ensayo de microindentación Vickers establecido a cargas variables de indentación sobre un acero AISI 1018 borurado a tiempo constante de 8 h con temperaturas de tratamiento de: a) 1243 K y b) 1193 K.

2.4.2 Evaluación de la tenacidad a la fractura de la capa Fe₂B por microindentación Vickers

La tenacidad a la fractura de la capa Fe₂B fue evaluada bajo tiempos de tratamiento de 4 y 8 h para dos temperaturas diferentes (1193 y 1243 K), considerando la longitud de las grietas paralelas a la superficie que se originaron en los vértices de la huella de indentación. Se utilizaron cargas variables de 50, 100, 200 y 300 g, con distancias de 15 y 30 μm desde la superficie del acero endurecido.

El número de indentaciones se estableció por tres parámetros experimentales: el espesor de las capas Fe₂B, el tamaño de la huella de indentación y la carga aplicada. Además, con el fin de obtener valores representativos de la microdureza de la capa Fe₂B las indentaciones no deben ser cercanas a la interfase capa/substrato.

2.5 Resultados y discusiones

2.5.1 Microdureza Vickers

Las micrografías mostradas en las figuras 2.5 a 2.7 presentan las microindentaciones realizadas, para la evaluación mecánica de la capa Fe_2B , formada sobre un acero AISI 1018, a las temperaturas y tiempos de tratamiento establecidos.

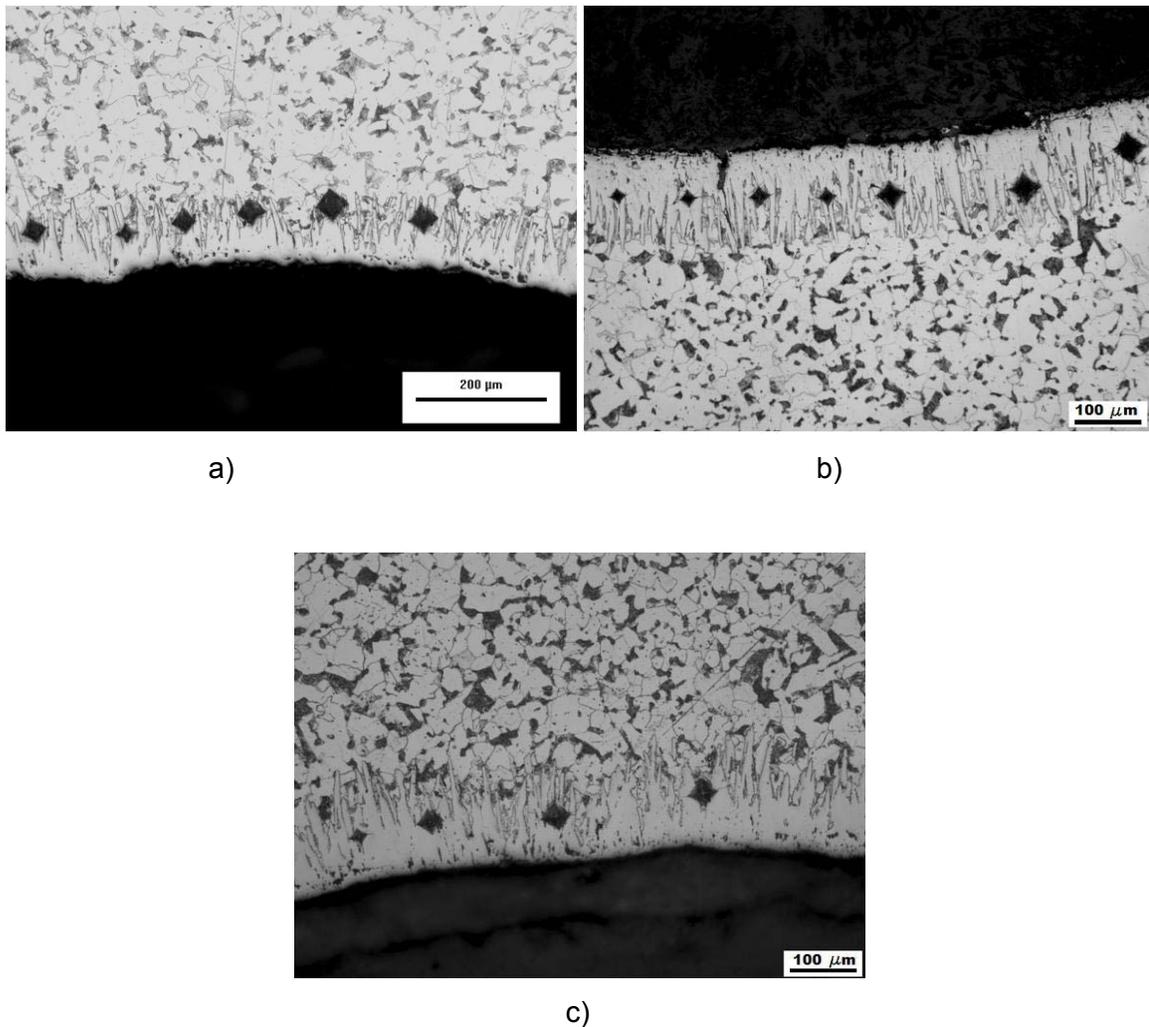
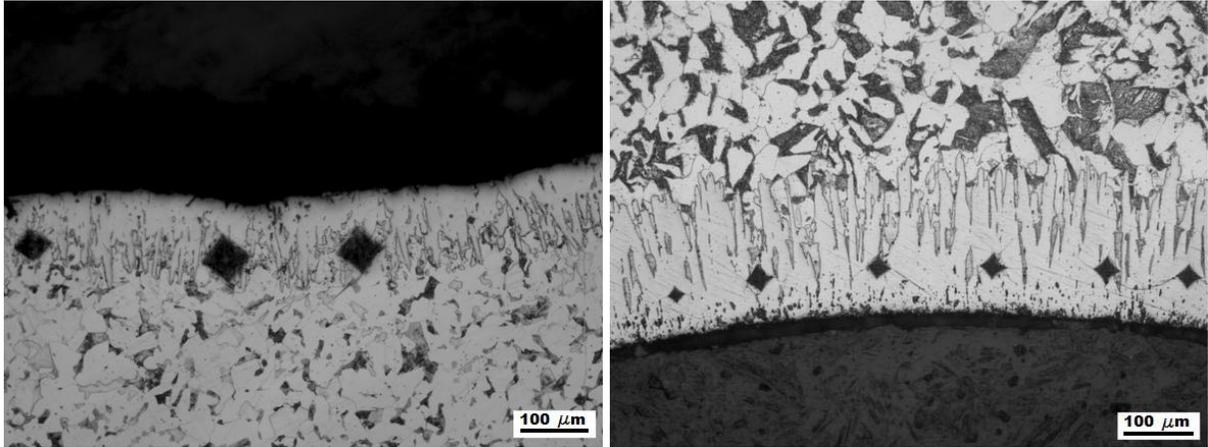
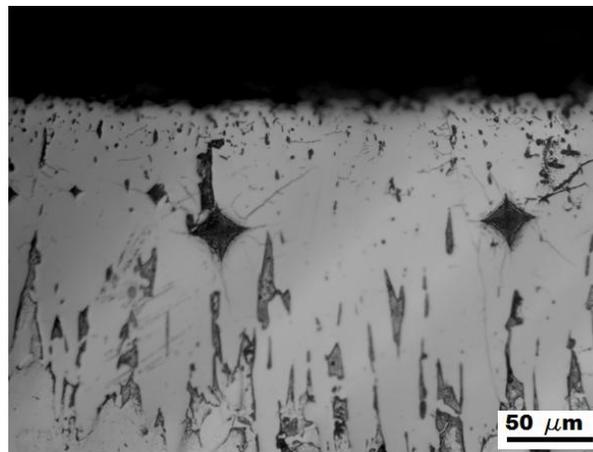


Figura 2.5 Microindentaciones generadas con una carga de indentación de 1000 g sobre la capa Fe_2B formada en un acero AISI 1018 endurecido a una temperatura de 1193 K y tiempos de tratamiento de: a) 4 h, b) 6 h y c) 8 h.



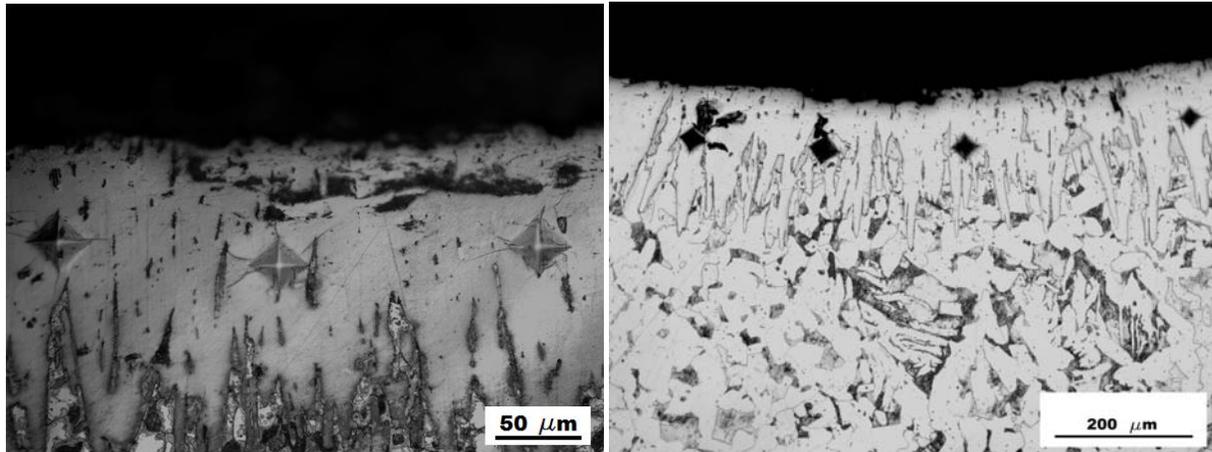
a)

b)



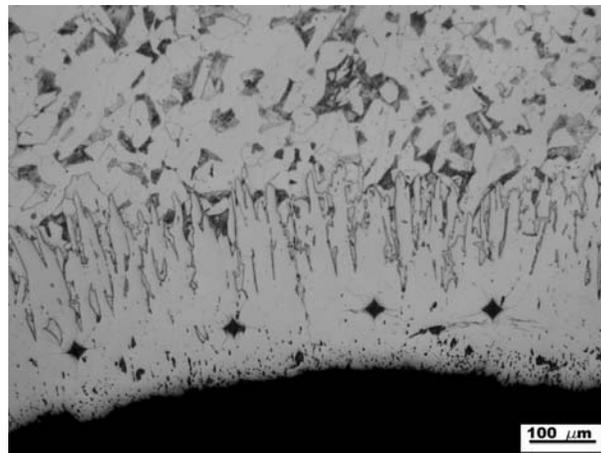
c)

Figura 2.6 Microindentaciones generadas con una carga de indentación de 1000 g sobre la capa Fe₂B formada en un acero AISI 1018 endurecido a una temperatura de 1243 K y tiempos de tratamiento de: a) 4 h, b) 6 h y c) 8 h.



a)

b)



c)

Figura 2.7 Microindentaciones generadas con una carga de indentación de 1000 g sobre la capa Fe₂B formada en un acero AISI 1018 endurecido a una temperatura de 1273 K y tiempos de tratamiento de: a) 4 h, b) 6 h y c) 8 h

Los valores de microdureza obtenidos en la capa Fe₂B formada sobre el acero AISI 1018 borurado se encuentran en el intervalo de 440 a 2000 HV, dependiendo de la carga aplicada (Tablas 2.2 a 2.4) mientras que la dureza convencional de un acero comercial AISI 1018 en condiciones normales, se encuentra alrededor de los 126 HV. Comparando la dureza máxima de las capas boruradas, esta se incrementa entre 10 a 15 veces con respecto al núcleo del material. Los valores de dureza obtenidos con las cargas de 1000 g reflejan una gran influencia del substrato ya que el tamaño de huella es demasiado grande en comparación con el espesor de las capas, lo que se manifiesta en una drástica reducción de su valor. La carga de 1000 g no fue considerada para la evaluación del ISE.

Tabla 2.2 Valores de microdureza Vickers (HV), de la capa Fe₂B formada sobre un acero AISI 1018 endurecido a una temperatura de 1193 K.

Microdureza Vickers (HV)			
Carga (g)	4 h	6 h	8 h
10	2023.6±49.9	1985.6±72.0	2022.3±36.5
25	1955.8±35.4	1926.1±58.3	1930.9±51.3
50	1848.4±44.0	1875.3±34.3	1839.3±19.8
100	1801.2±79.8	1823.4±77.6	1843.3±39.3
200	1416.8±50.2	1652.4±49.8	1825.6±33.2
300	1321.0±61.0	1496.5±61.0	1541.1±85.1
500	838.2±38.1	1160.5±55.2	1507.5±11.8
1000	441.8±63.5	845.5±61.9	980.50±13.4

Tabla 2.3 Valores de microdureza Vickers de la capa Fe₂B formada sobre un acero AISI 1018 endurecido a una temperatura de 1243 K.

Carga (g)	4 h	6 h	8 h
10	1985.4±32.3	2033.24±72.0	1974.3±46.5
25	1980.3±36.5	1930.86±19.9	1932.0±39.5
50	1790.5±89.6	1834.1578.5	1902.0±55.9
100	1645.3±45.4	1812.12±76.9	1862.4±85.0
200	1560.3±76.9	1648.36±84.9	1715.3±59.1
300	1440.4±94.6	1541.05±66.0	1612.4±64.5
500	1270.5±44.5	1396.26±47.7	1424.5±61.9
1000	960.60±61.6	1270.80±34.1	1165.8±22.67

Tabla 2.4 Valores de microdureza Vickers de la capa Fe₂B formada sobre un acero AISI 1018 endurecido a una temperatura de 1273 K.

Carga (g)	4 h	6 h	8 h
10	1811.4±41.6	1817.2±60.8	2033.8±45.9
25	1821.0±38.5	1800.4±64.9	1970.0±71.1
50	1805.0±19.5	1814.4±84.6	1936.6±42.8
100	1513.8±56.5	1636.0±75.7	1563.6±44.5
200	1515.8±35.7	1465.2±16.9	1552.2±30.1
300	1497.2±53.7	1298.2±32.2	1510.5±38.0
500	1275.6±46.4	1279.0±35.4	1428.2±24.6
1000	1275.6±39.1	1104.6±93.5	1299.0±44.4

Las gráficas de las figuras 2.8 a 2.10, presentan el comportamiento de la dureza en función de las cargas de indentación, para las diferentes condiciones de tratamiento.

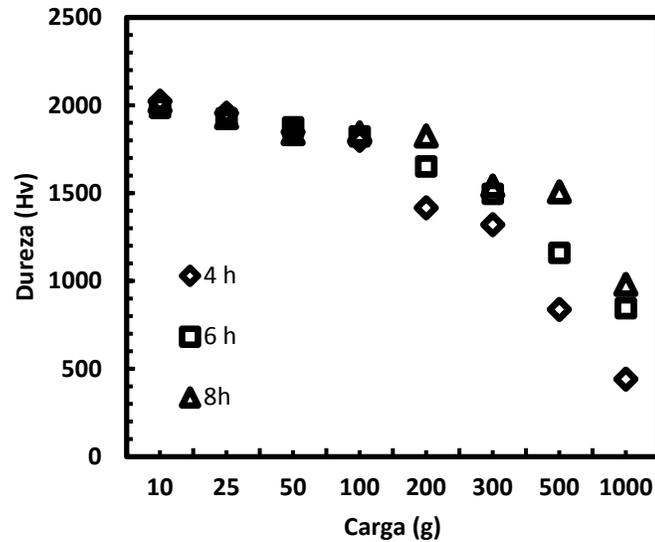


Figura 2.8 Comportamiento de la microdureza en función de las cargas aplicadas para la capa Fe_2B obtenida sobre la superficie de un acero AISI 1018 endurecido a una temperatura de 1193 K.

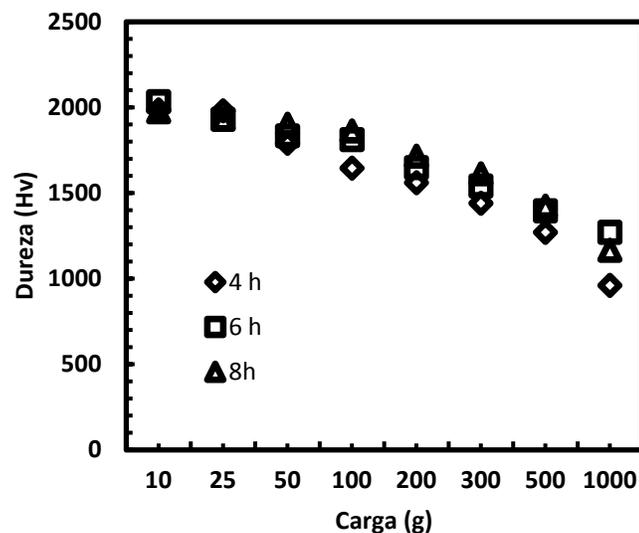


Figura 2.9 Comportamiento de la microdureza en función de las cargas aplicadas para la capa Fe_2B obtenida sobre la superficie de un acero AISI 1018 endurecido a una temperatura de 1243 K.

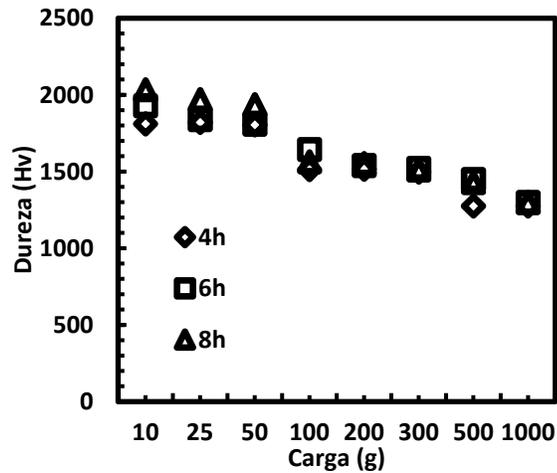


Figura 2.10 Comportamiento de la microdureza en función de las cargas aplicadas para la capa Fe_2B obtenida sobre la superficie de un acero AISI 1018 endurecido a una temperatura de 1273 K.

Los resultados obtenidos del ensayo de microdureza indican que a medida que se incrementan el tiempo y la temperatura de tratamiento, los valores de dureza se incrementan también, lo que es un indicativo de capas más compactas y continuas (Campos I *et al.* 2008). Diversos estudios (Byakova *et al.*, 1986, Golanski *et al.*, 1995) han establecido que la dureza de la fase borurada depende de la presencia de esfuerzos residuales térmicos ocasionados por el crecimiento del boruro de hierro, de la temperatura y tiempo de tratamiento, de la composición química del sustrato y del grado de anisotropía de crecimiento de la capa. Por otro lado, de acuerdo con Galibois *et al.* (1980), la presencia de esfuerzos residuales térmicos de compresión propiciados por el crecimiento de la capa de boruro de hierro y la diferencia del volumen específico entre el sustrato y las capas boruradas, son factores que deben ser considerados para explicar la diferencia de los valores de microdureza obtenidos en la capa. Se observa además, una marcada influencia del sustrato sobre todo en tiempos cortos y temperaturas bajas de tratamiento, esto debido a que el espesor de las capas es menor en estas condiciones de tratamiento, y las cargas mayores generan huellas de mayor tamaño.

2.5.2 Tenacidad a la fractura de la capas Fe_2B obtenidas sobre un acero AISI 1018 borurado

En la figura 2.11, se muestran las microindentaciones realizadas sobre la capa Fe_2B a las diferentes condiciones experimentales, para la evaluación de la tenacidad a la fractura.

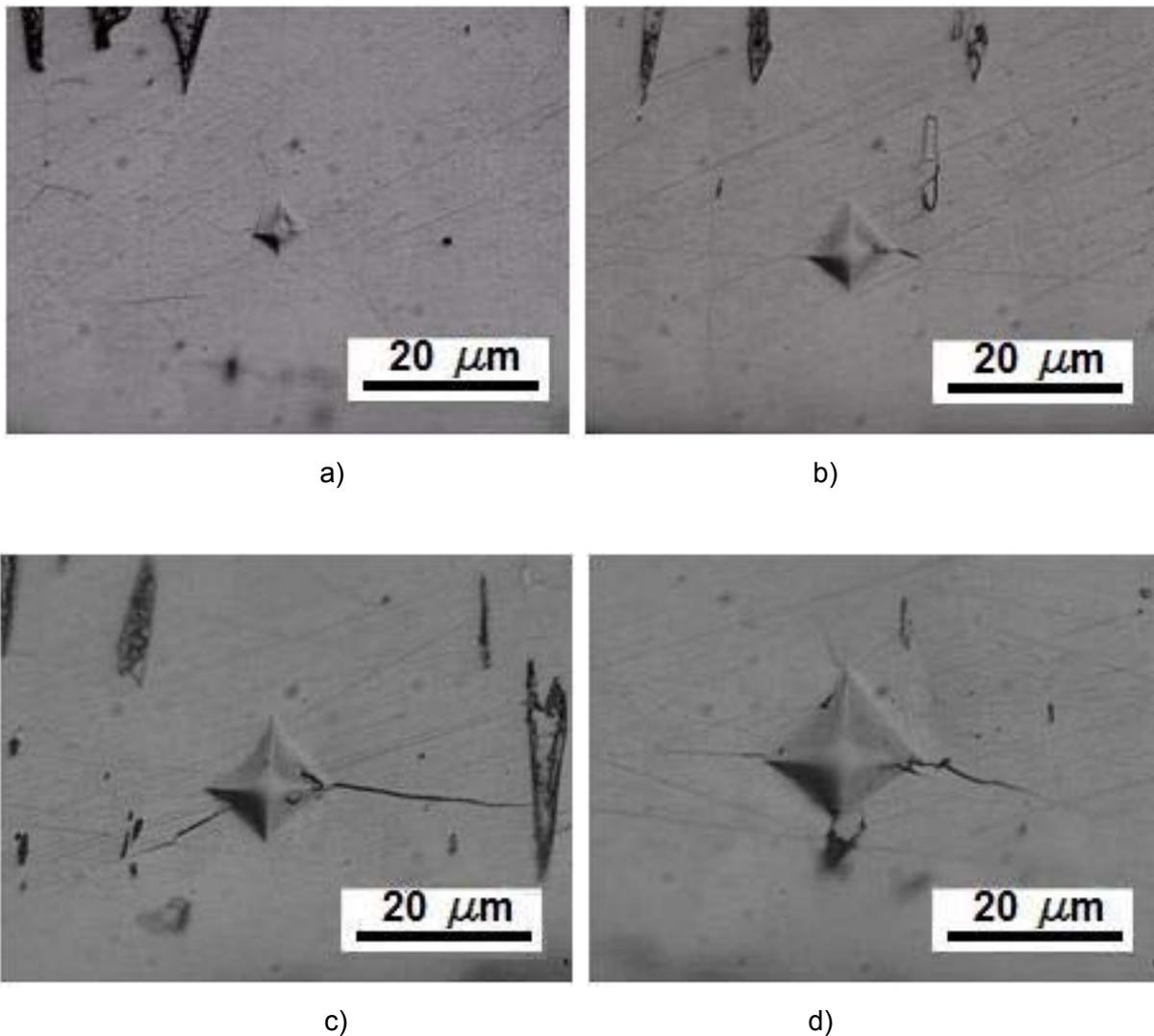


Figura 2.11 Microindentaciones realizadas sobre la capa Fe_2B a una distancia de 30 μm desde la superficie, para un acero AISI 1018 endurecido a una temperatura de 1193 K y 8 h de tratamiento, con cargas de: a) 50 g, b) 100 g, c) 200 g y c) 300 g.

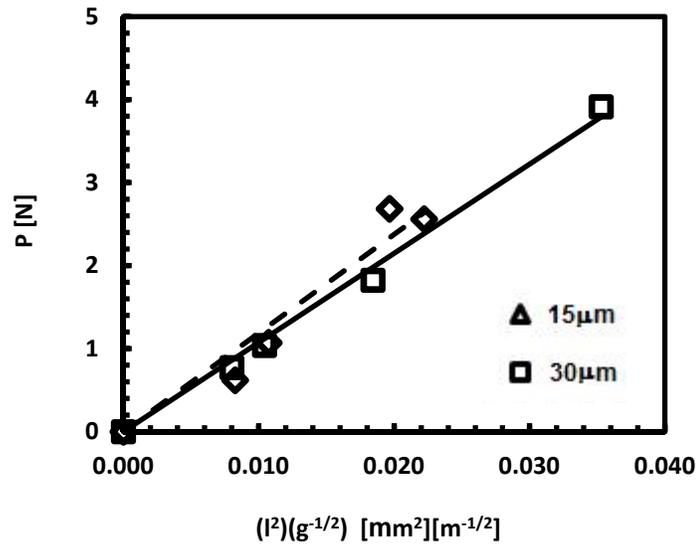
De la ecuación (2.4), la carga de indentación puede ser expresada como:

$$P = \left(\frac{K_c}{0.0319} \right) l \sqrt{g} \quad (2.17)$$

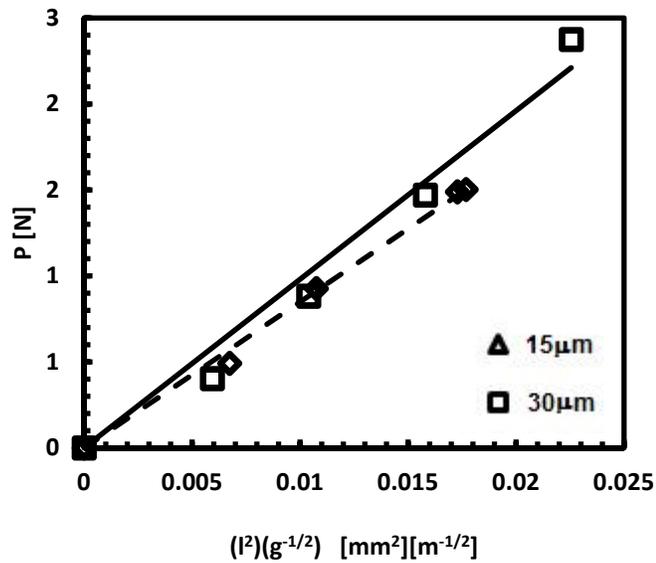
Multiplicando ambos términos por el factor $\left(\frac{l}{g} \right)$, la ecuación (2.17), se reescribe como:

$$P \left(\frac{l}{g} \right) = \frac{K_c}{0.0319} l^2 g^{-1/2} \quad (2.18)$$

K_c se obtiene de la pendiente de la gráfica $P \left(\frac{l}{g} \right)$ versus $l^2 g^{-1/2}$ (ver figuras 2.12 y 2.13).

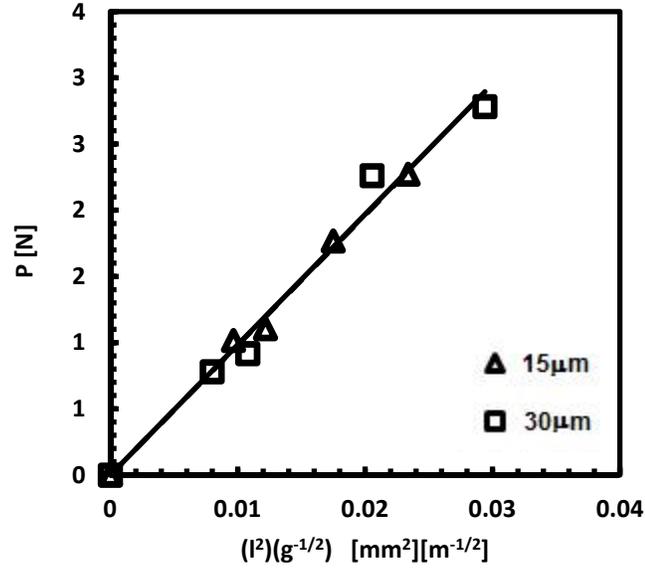


a)

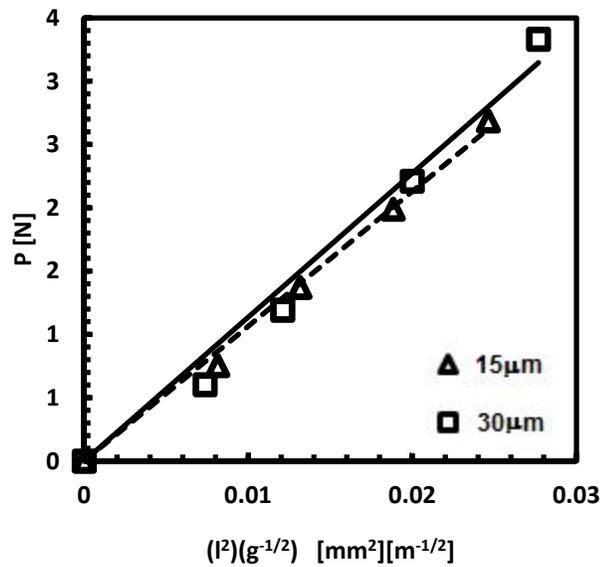


b)

Figura 2.12 Relación entre la carga $P\left(\frac{l}{g}\right)$ versus $l^2g^{-1/2}$ obtenidas para la capa Fe_2B formada sobre un acero AISI 1018 endurecido a una temperatura de 1193 K y tiempos de exposición de: a) 4 h y b) 8 h.



a)



b)

Figura 2.13 Relación entre la carga $P\left(\frac{l}{g}\right)$ versus $l^2 g^{-1/2}$ obtenidas para la capa Fe_2B formada sobre un acero AISI 1018 endurecido a una temperatura de 1243 K y tiempos de exposición de: a) 4 h y b) 8 h.

Los resultados de la tenacidad a la fractura se resumen en la Tabla 2.5.

Tabla 2.5 Valores de tenacidad a la fractura (K_c) de la capa Fe_2B obtenida sobre un acero AISI 1018 borurado, para el conjunto de condiciones experimentales.

Temperatura (K)	Tiempo de exposición (h)	Distancia desde la superficie (μm)	K_c ($MPa m^{1/2}$)
1193	4	15	3.79
		30	3.42
	8	15	2.71
		30	3.12
1243	4	15	3.13
		30	3.14
	8	15	3.39
		30	3.63

Los valores de tenacidad a la fractura de la capa Fe_2B , se encuentran en un rango de 2.7 a 3.8 $MPa\sqrt{m}$, como puede observarse en la Tabla 2.5. Estos valores parecen ser influenciados por la anisotropía de la capa superficial y el efecto de la composición química del sustrato, observando que dichos valores se incrementan a medida que se incrementa la distancia desde la superficie de indentación. De acuerdo con valores obtenidos de literatura, la tenacidad a la fractura de la capa Fe_2B obtenida sobre la superficie de diferentes aceros borurados, se encuentra entre 2 y 6 $MPa\sqrt{m}$, como se muestra en la Tabla 2.6.

Tabla 2.6 Valores de tenacidad a la fractura (K_c) de aceros borurados publicados por diferentes autores.

Acero borurado	K_c [MPa m ^{1/2}]	Tipo de agrietamiento	Referencia
AISI H13	3.8±0.6	Palmqvist	(S. Stach <i>et al.</i> 2001)
AISI M2	2.1±0.3	Palmqvist	(Campos I <i>et al.</i> 2008)
AISI 1045	3.9±0.8	Palmqvist	(Campos I <i>et al.</i> 2008)
AISI P20	3.7±0.9	Radial media	(Chaudhari A <i>et al.</i> , 2004)

Los valores presentados en la Tabla 2.6, indican que los valores obtenidos en el presente trabajo, se encuentran dentro de los valores reportados en la literatura. Las diferencias pueden estar basadas en los diferentes modelos utilizados para la evaluación de la tenacidad a la fractura y a la composición química del acero. Este último punto, se explica en términos de la difusión de los elementos de aleación que se disuelven en las capas boruradas, incrementando la dureza superficial, y modificando, por ende, la resistencia al agrietamiento de la capa borurada.

2.5.3 Efecto de tamaño de indentación (ISE *por sus siglas en inglés*)

2.5.3.1 Ley de Meyer

Los valores de los parámetros A y n , de acuerdo con la Ley de Meyer, son obtenidos a través de graficar $\ln P$ versus $\ln d$ como se muestra en las gráficas de las figuras 2.14 a la 2.16.

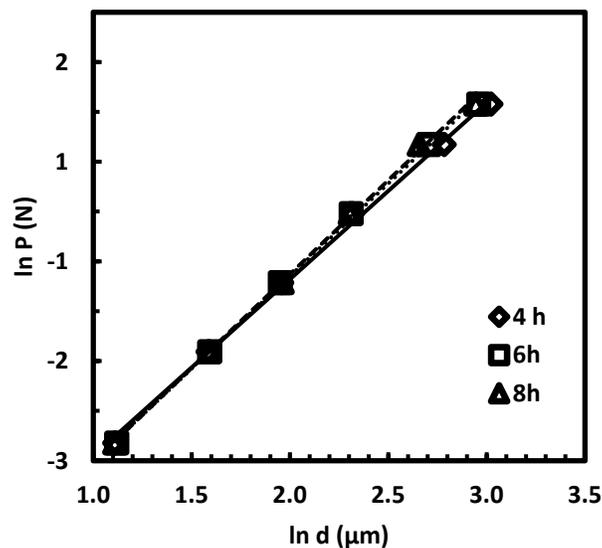


Figura 2.14 Relación entre la carga de indentación P y la diagonal de la huella de indentación d conforme a la Ley de Meyer, para el conjunto de cargas aplicadas durante el ensayo de microdureza Vickers realizado sobre la capa Fe_2B , formada sobre un acero AISI 1018 endurecido a 1193 K.

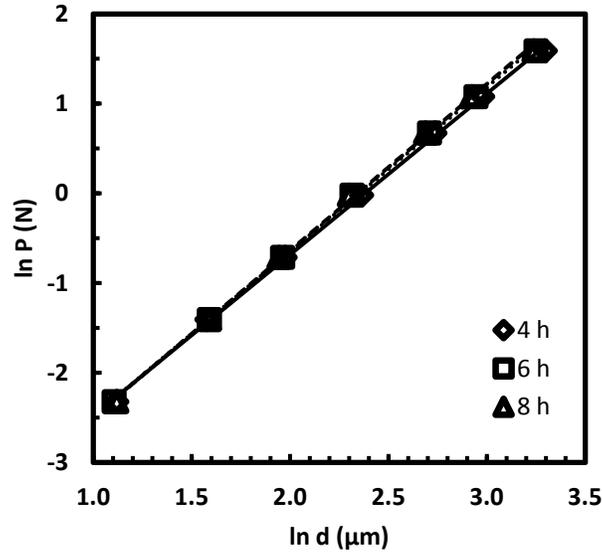


Figura 2.15 Relación entre la carga de indentación P y la diagonal de la huella de indentación d conforme a la Ley de Meyer, para el conjunto de cargas aplicadas durante el ensayo de microdureza Vickers realizado sobre la capa Fe_2B , formada sobre un acero AISI 1018 endurecido a 1243 K.

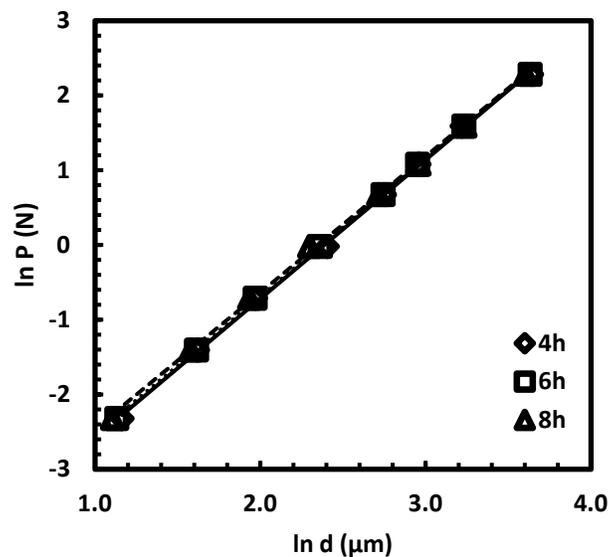


Figura 2.16 Relación entre la carga de indentación P y la diagonal de la huella de indentación d conforme a la Ley de Meyer, para el conjunto de cargas aplicadas durante el ensayo de microdureza Vickers realizado sobre la capa Fe_2B , formada sobre un acero AISI 1018 endurecido a 1273 K.

Los valores de los parámetros n y A obtenidos para las diferentes condiciones experimentales, se presentan en las Tablas 2.7 a 2.9.

Tabla 2.7 Parámetros de Meyer obtenidos para la capa Fe_2B formada sobre un acero AISI 1018 borurado a una temperatura de 1193 K.

Tiempo (h)	n	A ($N/\mu m^n$) $\times 10^{-2}$	R^2
4	1.77±.043	1.46±.095	0.9970
6	1.85±0.028	1.27±0.062	0.9991
8	1.88±0.034	1.24±0.074	0.9987

Tabla 2.8 Parámetros de Meyer obtenidos para la capa Fe_2B formada sobre un acero AISI 1018 borurado a una temperatura de 1243 K.

Tiempo (h)	n	A ($N/\mu m^n$) $\times 10^{-2}$	R^2
4	1.79±.022	1.34±.0453	0.9992
6	1.83±.020	1.33±.048	0.9994
8	1.85±0.028	1.29±0.067	0.9988

Tabla 2.9 Parámetros de Meyer obtenidos para la capa Fe_2B formada sobre un acero AISI 1018 borurado a una temperatura de 1273 K.

Tiempo (h)	n	A ($N/\mu m^n$) $\times 10^{-2}$	R^2
4	1.86±.021	1.18±.0551	0.9992
6	1.83±.020	1.33±.048	0.9994
8	1.82±0.028	1.38±0.067	0.9991

Las gráficas de las figuras 2.14 a 2.16 muestran una buena correlación entre los datos experimentales. La pendiente de la recta representa el valor de n , mientras que el valor de A es obtenido a través de la ordenada en el origen.

Los valores mostrados en las Tablas 2.7, 2.8 y 2.9 representan los parámetros de Meyer para las diferentes condiciones de tiempo y temperatura de tratamiento. De acuerdo con los resultados obtenidos, se observa que el valor de n es en todos los casos, menor que dos, este comportamiento indica la presencia del ISE para el conjunto de datos experimentales propuesto. La existencia de dicho efecto puede ser ocasionado por defectos microestructurales de la capa, principalmente por porosidad e inclusiones no metálicas, así como por el agrietamiento causado en los vértices de la indentación. Por otra parte, la presencia de esfuerzos residuales inducidos por la formación de las capas, puede influir en la presencia del ISE. La fricción del indentador con el material al momento de realizar la indentación, así como la recuperación elástica que experimenta el material al retirar la carga, son algunos de los factores que pueden ocasionar el ISE. Además, en los resultados mostrados, se observa que el valor de n parece ser independiente de los parámetros experimentales de tiempo y temperatura. El valor del parámetro A , tiene un comportamiento inverso al de n , es decir que se incrementa cuando n disminuye y viceversa.

Es claro que la Ley de Meyer proporciona una idea de la existencia del ISE, sin embargo, no aporta elementos para explicar el origen del mismo.

2.5.3.2 Aproximación de Hays y Kendall

De acuerdo con el concepto desarrollado por Hays y Kendall (1973), el valor de la resistencia que opone el espécimen de prueba durante el ensayo (W) y del parámetro A_1 pueden ser obtenidos a través de graficar P_{\max} vs d^2 como lo muestran la figuras 2.17 a 2.19.

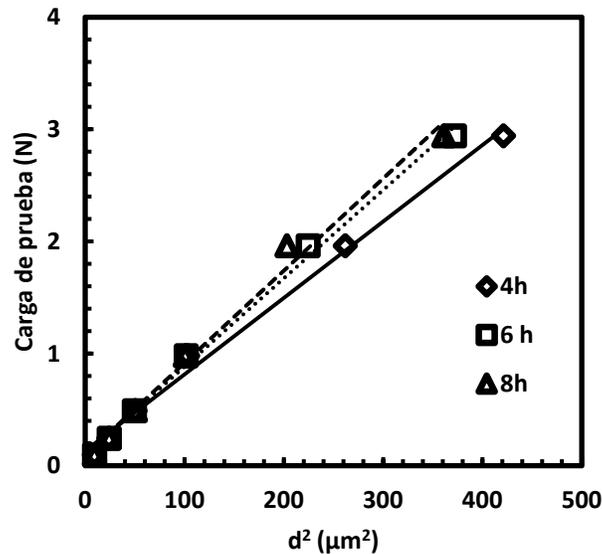


Figura 2.17 Carga de indentación (P_{\max}) versus cuadrado de la diagonal de la huella (d^2) de acuerdo con el modelo de Hays y Kendall para las capas Fe_2B obtenidas sobre un acero AISI 1018 borurado a una temperatura de 1193 K.

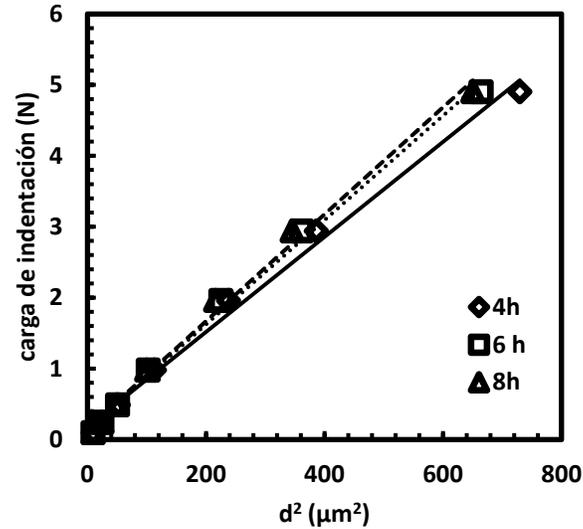


Figura 2.18 Carga de indentación (P_{max}) versus cuadrado de la diagonal de la huella (d^2) de acuerdo con el modelo de Hays y Kendall para las capas Fe_2B obtenidas sobre un acero AISI 1018 borurado a una temperatura de 1243 K.

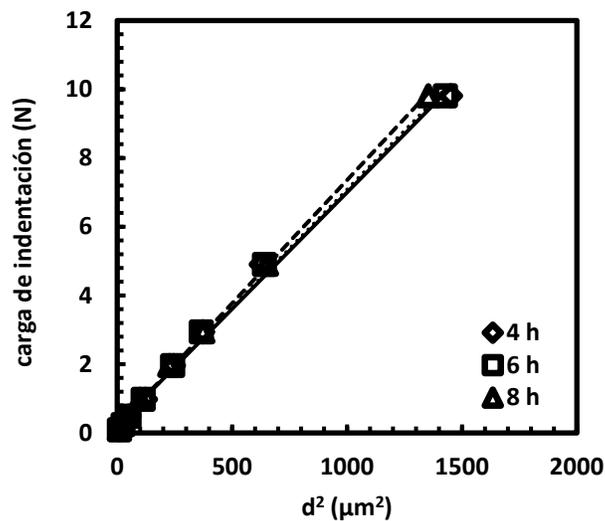


Figura 2.19 Carga de indentación (P_{max}) versus cuadrado de la diagonal de la huella (d^2) de acuerdo con el modelo de Hays y Kendall para las capas Fe_2B obtenidas sobre un acero AISI 1018 borurado a una temperatura de 1273 K.

De acuerdo con la aproximación de Hays y Kendall (1973), el valor de la pendiente de la curva nos indica el valor de A_1 , mientras que el valor de W se obtiene a través de la ordenada al origen.

Las Tablas 2.10 a 2.12 muestran los valores de ambos parámetros, para el conjunto de condiciones experimentales.

Tabla 2.10 Valores de los parámetros de Hays y Kendall (1973) obtenidos para la capa Fe_2B formada sobre un acero AISI 1018 borurado a una temperatura de 1193 K.

Tiempo (h)	W (N)	A_1 ($N/\mu m^2$) $\times 10^{-3}$	n_w	R^2
4	0.1328±.056	6.8±0.0003	2.17±0.17	0.9937
6	0.0953±0.05	7.9±0.0003	2.13±0.11	0.9952
8	0.0943±0.74	8.2±0.0004	2.18±0.11	0.9897

Tabla 2.11 Valores de los parámetros de Hays y Kendall (1973) obtenidos para la capa Fe_2B formada sobre un acero AISI 1018 borurado a una temperatura de 1243 K.

Tiempo (h)	W (N)	A_1 ($N/\mu m^2$) $\times 10^{-3}$	n_w	R^2
4	0.18±.081	6.7±.0002	2.15±0.11	0.9932
6	0.15±0.068	7.4±0.0002	2.3±0.16	0.9952
8	0.0943±0.74	8.2±0.0004	2.07±0.09	0.9897

Tabla 2.12 Valores de los parámetros de Hays y Kendall (1973) obtenidos para la capa Fe_2B formada sobre un acero AISI 1018 borurado a una temperatura de 1273 K.

Tiempo (h)	W (N)	A_1 ($N/\mu m^2$) $\times 10^{-3}$	n_w	R^2
4	0.218±.011	6.8±.0002	2.7±0.3	0.9952
6	0.220±0.091	6.9±0.0002	2.67±0.29	0.9968
8	0.180±0.053	7.2±0.0001	2.36±0.19	0.9989

Las Tablas 2.10 a 2.12 muestran que el valor n_w es mayor de 2 para todas las condiciones de tratamiento, lo que hace inaceptable la aplicación del modelo para la explicación de la existencia del ISE. Por otro lado, el valor estimado de la resistencia del espécimen W , se encuentra en un rango de 0.09 a 0.22 N, siendo valores mayores a la carga mínima utilizada dentro del conjunto de cargas de experimentación propuestas para este trabajo (0.098 N).

2.5.3.3 Modelo de Resistencia Proporcional del Espécimen (PSR, *por sus siglas en inglés*)

De acuerdo con Li y Bradt (1993), los valores de los parámetros a_1 y a_2 (descritos anteriormente), son obtenidos de la gráfica P/d versus d , como se muestra en la figuras 2.20 a 2.22, a_2 está dado por la pendiente de la curva mientras que a_1 es la ordenada al origen.

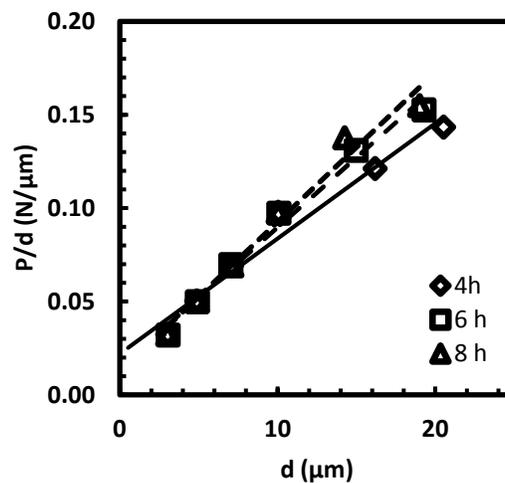


Figura 2.20 Razón de la carga de indentación y el tamaño de huella (P/d) versus el tamaño de huella (d) conforme al modelo PSR para el conjunto de cargas aplicadas durante el ensayo de microindentación sobre la capa Fe_2B formada sobre un acero AISI 1018 borurado a una temperatura de 1193 K.

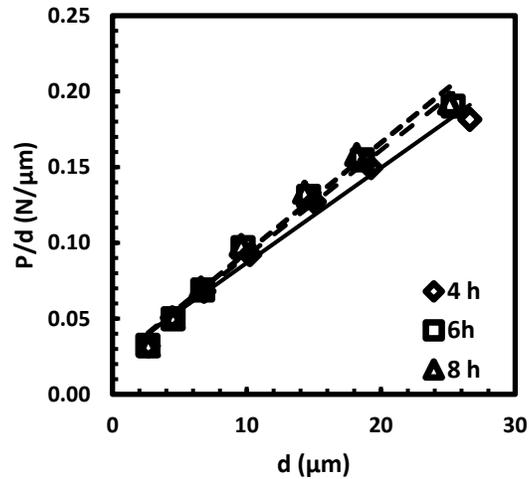


Figura 2.21 Razón de la carga de indentación y el tamaño de huella (P/d) versus el tamaño de huella (d) conforme al modelo PSR para el conjunto de cargas aplicadas durante el ensayo de microindentación sobre la capa Fe_2B formada sobre un acero AISI 1018 borurado a una temperatura de 1243 K.

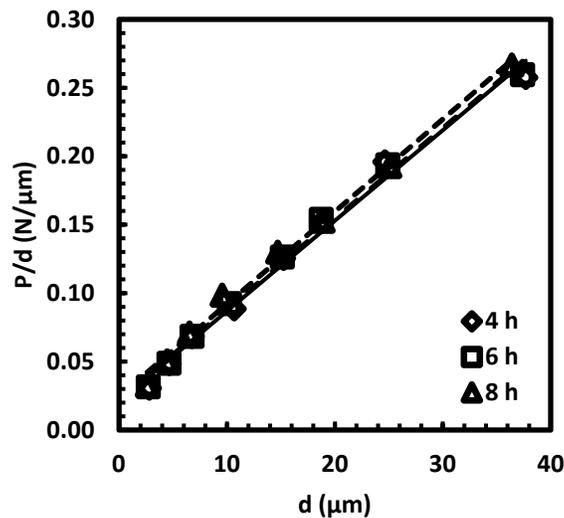


Figura 2.22 Razón de la carga de indentación y el tamaño de huella (P/d) versus el tamaño de huella (d) conforme al modelo PSR para el conjunto de cargas aplicadas durante el ensayo de microindentación sobre la capa Fe_2B formada sobre un acero AISI 1018 borurado a una temperatura de 1273 K.

Los resultados obtenidos para el conjunto de datos experimentales, se presentan en las Tablas 2.13 a 2.15.

Tabla 2.13 Valores de los parámetros del modelo PSR para las capas Fe₂B formadas sobre un acero AISI 1018 borurado a una temperatura de 1193 K.

Temperatura (K)	Tiempo (h)	a_1 (N/μm)	a_2 (N/μm ²) X 10 ⁻³	P_c (N)	d_c (μm)	H_0 (GPa)	R ²
1193	4	0.022±0.006	6.2±0.0005	2.61	20.52	11.50	0.9717
	6	0.015±0.006	7.5±0.0005	2.78	19.28	13.91	0.9868
	8	0.013±0.006	8.0±0.0005	2.89	19.00	14.83	0.9779

Tabla 2.14 Valores de los parámetros del modelo PSR para las capas Fe₂B formadas sobre un acero AISI 1018 borurado a una temperatura de 1243 K

Temperatura (K)	Tiempo (h)	a_1 (N/μm)	a_2 (N/μm ²) X 10 ⁻³	P_c (N)	d_c (μm)	H_0 (GPa)	R ²
1243	4	0.022±0.005	6.3±0.0004	4.96	27.01	11.68	0.9839
	6	0.019±0.005	7.0±0.0004	4.64	25.77	12.98	0.9873
	8	0.019±0.006	7.2±0.0004	4.68	25.52	13.35	0.9821

Tabla 2.15 Valores de los parámetros del modelo PSR para las capas Fe₂B formadas sobre un acero AISI 1018 borurado a una temperatura de 1273 K.

Temperatura (K)	Tiempo (h)	a_1 (N/μm)	a_2 (N/μm ²) X 10 ⁻³	P_c (N)	d_c (μm)	H_0 (GPa)	R ²
1273	4	0.018±0.0054	6.6±0.0003	4.81	27.01	12.24	0.9891
	6	0.019±0.0045	6.6±0.0002	4.38	25.77	12.24	0.9925
	8	0.022±0.0040	6.8±0.0002	4.29	25.77	12.61	0.9939

Los valores obtenidos para los parámetros a_1 y a_2 , así como la correlación que existe entre los puntos de las gráficas mostradas en las figuras 2.20 a 2.22, indican que el modelo de PSR es aplicable para la explicación del ISE en aceros borurados, ya que los valores de a_1 son en todos los casos positivos y son razonablemente bajos comparados con la carga mínima aplicada para el conjunto de datos experimentales. Los resultados mostrados en las Tablas 2.13 a 2.15, indican que la dureza de la capa Fe_2B depende claramente de la carga aplicada, hasta un valor crítico P_c donde H_0 se vuelve independiente de la carga P . Una vez que este valor de carga es superado, la dureza del material se vuelve independiente de la carga de prueba, siempre que se respeten las consideraciones descritas por la norma ASTM-384 (2005) y se evite la influencia del sustrato.

La dureza independiente de la carga H_0 , se encuentra en el rango de 11.5 GPa para una temperatura de 1193 K, con un tiempo de tratamiento 4 h y de 14.8 GPa para una temperatura de 1193 K con un tiempo de tratamiento 8 h, estos valores de dureza indican que la dureza real (H_0) de la capa Fe_2B se incrementa conforme aumenta el tiempo y la temperatura de exposición. La reducción en los valores de dureza es ocasionada por el efecto.

2.5.3.4 Modelo Modificado de Resistencia Proporcional del Espécimen (MPSR, por sus siglas en inglés)

De acuerdo con Gong *et al.*, (1998), los parámetros a_0 , a_1 , y a_2 (descritos con anterioridad), correspondientes al modelo MPSR, son obtenidos a través de graficar en forma polinomial la carga de prueba P contra el tamaño de la indentación d , como se presenta en las figuras 2.23 a 2.25.

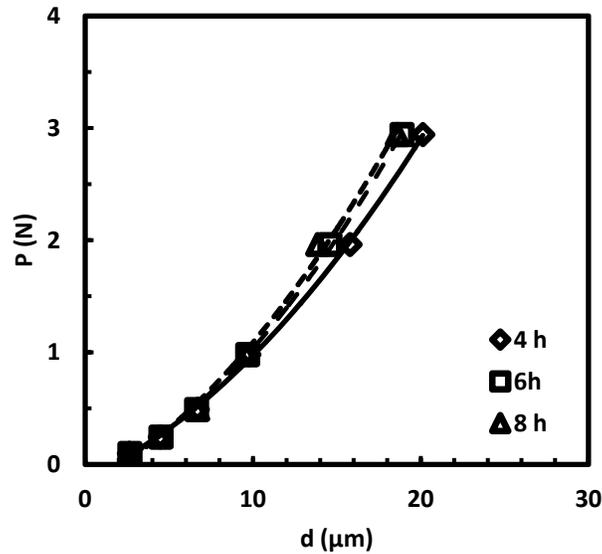


Figura 2.23 P versus d conforme al MPSR, para el conjunto de cargas aplicadas durante un ensayo de microindentación, sobre la capa Fe_2B formada sobre un acero AISI 1018 borurado a una temperatura de 1193 K.

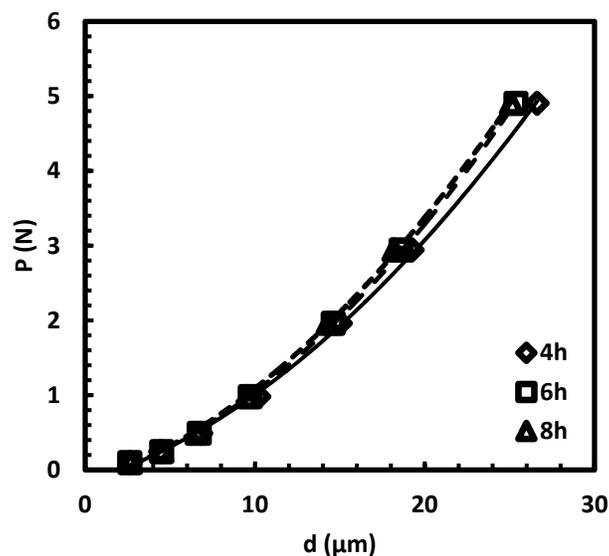


Figura 2.24 P versus d conforme al MPSR, para el conjunto de cargas aplicadas durante un ensayo de microindentación, sobre la capa Fe_2B formada sobre un acero AISI 1018 borurado a una temperatura de 1243 K.

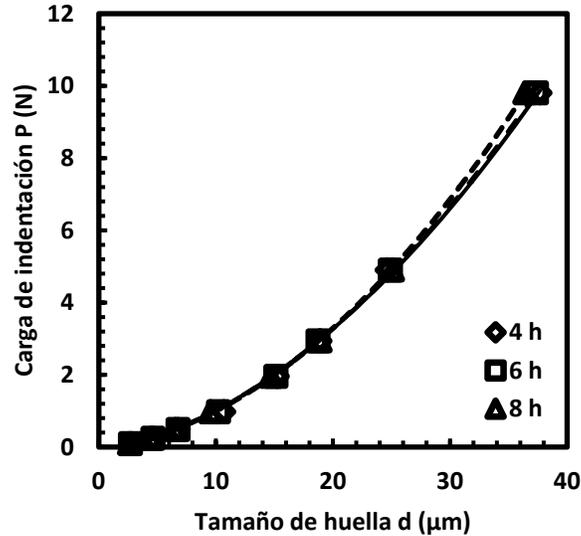


Figura 2.25 P versus d conforme al MPSR, para el conjunto de cargas aplicadas durante un ensayo de microindentación, sobre la capa Fe_2B formada sobre un acero AISI 1018 borurado a una temperatura de 1273 K.

Los valores de los parámetros del MPSR, obtenidos para las diferentes condiciones de tratamiento, se muestran en las Tablas 2.16 a 2.18.

Tabla 2.16 Parámetros del modelo MPSR y valores de la dureza real H_0 obtenidos para las capas Fe_2B formadas sobre un acero AISI 1018 borurado a una temperatura de 1193 K

Temperatura (K)	Tiempo (h)	a_1 (N/ μ m)	a_2 (N/ μ m ²) X 10 ⁻³	a_0 (N)	H_0 (GPa)	R ²
1193	4	0.065±0.012	4.2±0.0005	-0.15±0.06	7.79	0.9993
	6	0.06±0.013	5.3±0.0006	-0.16±0.06	9.82	0.9994
	8	0.074±0.033	5.0±0.0015	-0.22±0.15	9.27	0.9962

Tabla 2.17 Parámetros del modelo MPSR y valores de la dureza real H_0 obtenidos para las capas Fe_2B formadas sobre un acero AISI 1018 borurado a una temperatura de 1243 K.

Temperatura (K)	Tiempo (h)	a_1 (N/ μ m)	a_2 (N/ μ m ²) X 10 ⁻³	a_0 (N)	H_0 (GPa)	R ²
1243	4	0.069±0.011	4.5±0.0004	-0.19±0.066	8.34	0.9994
	6	0.063±0.008	5.2±0.0003	-0.18±0.046	9.64	0.9997
	8	0.075±0.011	5.0±0.004	-0.23±0.047	9.27	0.9994

Tabla 2.18 Parámetros del modelo MPSR y valores de la dureza real H_0 obtenidos para las capas Fe_2B formadas sobre un acero AISI 1018 borurado a una temperatura de 1273 K

Temperatura (K)	Tiempo (h)	a_1 (N/ μ m)	a_2 (N/ μ m ²) X 10 ⁻³	a_0 (N)	H_0 (GPa)	R ²
1273	4	0.065±0.016	5.3±0.0004	-0.24±0.13	9.83	0.9988
	6	0.058±0.009	5.5±0.0002	-0.19±0.07	10.20	0.9997
	8	0.035±0.005	6.3±0.0001	-0.05±0.04	11.68	0.9998

En las gráficas presentadas en las figuras 2.23 a 2.25, se observa que existe una buena correlación entre la carga de indentación y el tamaño de huella por arriba del 0.999. Este comportamiento indica que el MPSR puede ser aceptable para la explicación del ISE. En adición, los valores obtenidos para la constante a_0 son negativos en todas las condiciones de tratamiento, lo que sugiere que los esfuerzos residuales producidos por el efecto del trabajo mecánico en la superficie de las capas Fe_2B , son de tipo compresivo. La dureza real (H_0) estimada mediante el modelo MPSR parece estar influenciada por el tiempo de tratamiento y se encuentra en el rango de 7.8 GPa para una temperatura de 1193 K con un tiempo de tratamiento de 4 h y de 11.7 GPa para una temperatura de 1273 K y un tiempo de tratamiento de 8 h. La correlación de los datos experimentales se encuentra en un valor muy cercano a 1(0.999), esos resultados son un indicativo de que el MPSR proporciona una explicación satisfactoria para el ISE en la capa Fe_2B , formada sobre un acero AISI 1018 borurado.

2.5.3.5 Modelo de Recuperación Elástica (ERM, *por sus siglas en inglés*)

De acuerdo con Tarkanian *et. al.* (1973), los valores de los parámetros del modelo de recuperación elástica X y d_0 son obtenidos al graficar $P^{1/2}$ vs d , como se muestra en las figuras 2.26 a 2.28.

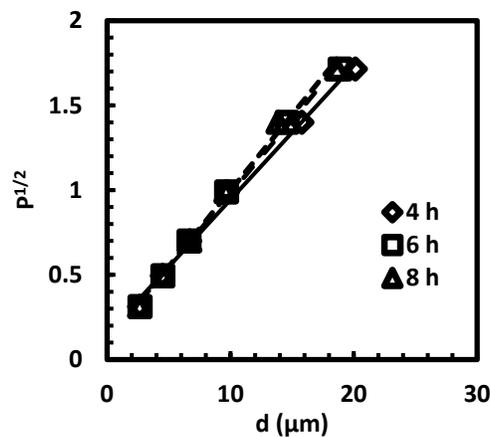


Figura 2.26 Raíz cuadrada de la carga de indentación ($P^{1/2}$) versus el tamaño de huella (d) conforme al ERM, para el conjunto de cargas aplicadas durante un ensayo de microdureza, sobre la capa Fe_2B formada sobre un acero AISI 1018 borurado a una temperatura de 1193 K.

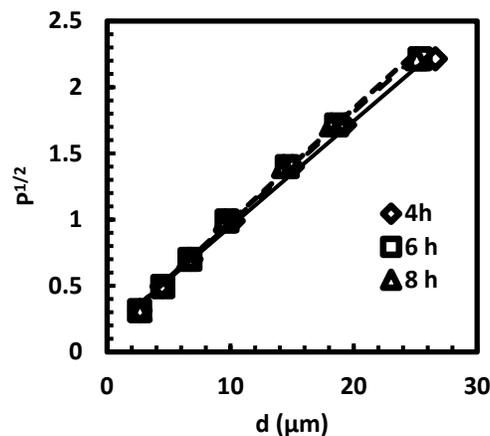


Figura 2.27 Raíz cuadrada de la carga de indentación ($P^{1/2}$) versus el tamaño de huella (d) conforme al ERM, para el conjunto de cargas aplicadas durante un ensayo de microdureza, sobre la capa Fe_2B formada sobre un acero AISI 1018 borurado a una temperatura de 1243 K.

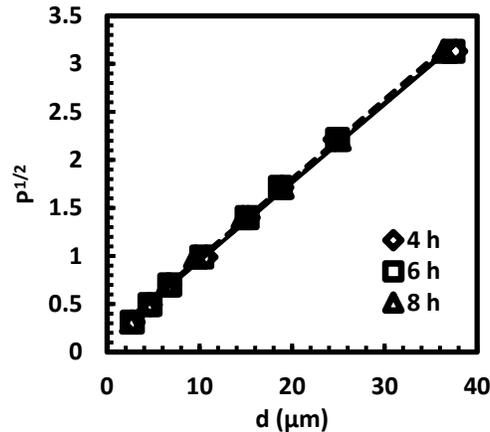


Figura 2.28 Raíz cuadrada de la carga de indentación ($P^{1/2}$) versus el tamaño de huella (d) conforme al ERM, para el conjunto de cargas aplicadas durante un ensayo de microdureza, sobre la capa Fe_2B formada sobre un acero AISI 1018 borurado a una temperatura de 1273 K.

Los valores de los parámetros del modelo de recuperación elástica se muestran en las Tablas 2.19 a 2.21.

Tabla 2.19 Valores de los parámetros del modelo de Recuperación Elástica obtenidos para las capas Fe_2B formadas sobre un acero AISI 1018 borurado a una temperatura de 1193 K

Temperatura (K)	Tiempo (h)	X_i ($\text{mN}/\mu\text{m}^2$) $\times 10^{-3}$	h_0 (μm)	H_0 (GPa)	R^2
1193	4	6.3 \pm 0.0030	1.503 \pm 0.04	11.68	0.9945
	6	7.5 \pm 0.0024	0.894 \pm 0.03	13.91	0.9971
	8	8.0 \pm 0.0030	0.732 \pm 0.04	14.83	0.9949

Tabla 2.20 Valores de los parámetros del modelo de Recuperación Elástica obtenidos para las capas Fe₂B formadas sobre un acero AISI 1018 borurado a una temperatura de 1243 K

Temperatura (K)	Tiempo (h)	X (mN/μm ²) X 10 ⁻³	h_0 (μm)	H_0 (GPa)	R ²
1243	4	6.4±0.002	1.506±0.03	11.87	0.9964
	6	7.0±0.002	1.201±0.03	12.98	0.9972
	8	7.3±0.002	1.163±0.03	13.53	0.9960

Tabla 2.21 Valores de los parámetros del modelo de Recuperación Elástica obtenidos para las capas Fe₂B formadas sobre un acero AISI 1018 borurado a una temperatura de 1273 K

Temperatura (K)	Tiempo (h)	X (mN/μm ²) X 10 ⁻³	h_0 (μm)	H_0 (GPa)	R ²
1273	4	6.3±0.0017	1.26±0.03	11.68	0.9975
	6	6.7±0.0014	1.35±0.03	12.42	0.9982
	8	6.8±0.0012	1.43±0.02	12.61	0.9987

Los resultados mostrados en las Tablas 2.19 a 2.21, indican que la dureza real (H_0) de la capa Fe₂B obtenida sobre la superficie de un acero AISI 1018, es independiente de la temperatura de tratamiento y se ve más influenciada por el tiempo de exposición., La correlación que presentan los puntos de las gráficas esta en un rango de 0.9945 a 0.9987, que son valores muy aceptables. Los valores obtenidos para el factor de corrección h_0 , son positivos para todas las condiciones de tratamiento, además, su valor es de aproximadamente el 30% del valor de la diagonal de la huella producida por las cargas mínimas aplicadas durante el ensayo. Este comportamiento indica que el Modelo de Recuperación Elástica propuesto por Tarkanian *et. al.*, (1973), puede proporcionar una buena explicación a la existencia del ISE. Los valores de dureza real o independiente de la carga, obtenidos mediante este modelo, se encuentran en el rango de 11.7 GPa, para una temperatura 1193 K y un tiempo de tratamiento de 4 h y de 14.9 GPa para una temperatura de 1193 K y un tiempo de tratamiento de 8 h.

2.6 Conclusiones

La técnica de fractura por indentación se aplicó en la superficie de un acero AISI 1018 borurado. Los valores de tenacidad a la fractura fueron obtenidos utilizando un modelo de agrietamiento en el régimen Palmqvist. Los resultados fueron estimados en el rango de 2.7 a 3.8 $MPa\sqrt{m}$ para el conjunto de parámetros experimentales del proceso de borurización (cargas y distancias de indentación). Los resultados muestran buena concordancia en comparación con los datos obtenidos en la literatura.

La dureza de la capa Fe_2B obtenida sobre un acero AISI 1018 borurado a diferentes condiciones de tiempo y temperatura, fue evaluada a través de la técnica de microindentación Vickers, los resultados obtenidos, mostraron una gran dependencia entre la dureza y la carga de prueba, lo que refleja la presencia del efecto de tamaño de huella (ISE, *por sus siglas en inglés*). Este comportamiento de la dureza, fue evaluado mediante cinco diferentes modelos empíricos.

La Ley de Meyer evidenció la presencia del ISE en relación a los resultados obtenidos, donde los valores de n fueron menores a dos. Sin embargo, este modelo no permite determinar un valor de dureza independiente.

Los valores de carga mínima requerida para el inicio de la deformación permanente, obtenidos mediante la aproximación de Hays y Kendall, son demasiado altos respecto a la carga mínima aplicada durante el ensayo, lo que indica que este modelo no puede ser aceptado para la evaluación del ISE en capas boruradas tipo Fe_2B .

Los valores obtenidos de los parámetros a_1 y a_2 indican que el PSR proporciona una explicación aceptable para la existencia del ISE. Por un lado, los valores del parámetro a_1 son positivos en todos los casos, y razonablemente bajos en comparación con la carga mínima aplicada para el conjunto de datos experimentales. El parámetro a_2 está

directamente relacionado con la dureza real del material H_0 , los cuales se encuentran en un rango de 11.5 GPa para una temperatura de 1193 K, con un tiempo de tratamiento de 4 h y de 14.8 GPa para una temperatura de 1193 K con un tiempo de tratamiento de 8 h.

Conforme al modelo MPSR, los valores obtenidos para la constante (a_0), que relaciona el ISE con los esfuerzos residuales en la superficie del material, presentan valores negativos en todos los casos, que indica la presencia de esfuerzos residuales compresivos en la superficie del boruro de hierro. La correlación entre los valores de la carga de indentación y el tamaño de huella de indentación presentan una excelente linealidad en comparación con el modelo PSR, lo que permite la confiabilidad del modelo para este estudio en particular.

El factor de corrección h_0 obtenido para el modelo de recuperación elástica, se encuentra en valores aceptables en función del tamaño de las huellas de indentación, los valores de dureza real (H_0) obtenidos se encuentran dentro de un rango de 7.7 a 13.4 MPa, estos valores de dureza se consideran aceptables, ya que los datos experimentales graficados, presentan una buena correlación.

Por último, se puede concluir que en función de los factores de correlación existente entre los datos graficados los modelos que presentan la mayor confiabilidad son el MPSR y el ERM que presentan correlaciones de 0.9962 a 0.9997 y de 0.9949 a 0.9987, respectivamente.

2.7 Referencias bibliográficas

Byakova A V, Gorbach V G and Vlasov A A (1986), "Evaluation of the strength of boride coatings on metals and alloys based on fracture criteria", *Sverkhverd Mater* 3, 51-53.

Campos I, Farah M, López N, Bermúdez G, Rodríguez G and VillaVelazquez C (2008), "Evaluation of the tool life and fracture toughness of cutting tools boronized by the paste boriding process", *Appl Surf Sci* 254, 2967–2974.

Campos I, Oseguera J., Figueroa U., García J.A., Bautista O. and Kelemenis G (2003), Kinetic study of boron diffusion in the paste boriding process *Mater. Sci. Eng. A* 352, 261–265.

Campos I, Ramírez G, Villa Velázquez C, Figueroa U and Rodríguez G (2008), "Study of microcracks morphology produced by Vickers indentation on AISI 1045 borided steels", *Mater Sci Eng, A*, 475, 285-292.

Campos I, Rosas R, Figueroa U, Villa Velázquez C, Meneses A and Guevara A (2008), "Fracture toughness evaluation using Palmqvist crack models on AISI 1045 borided steels", *Mater Sci Eng A*, 488, 562–568.

Campos-Silva I López-Perrusquia N, Ortiz-Domínguez M, Figueroa-López U and Hernández-Sánchez E (2009), "Measurement of fracture toughness in AISI 1018 borided steels by Vickers indentation", *Defect Diffus Forum*, 283-286, 675-680.

Chaudhari A, Sanders Ch-Ch Yan and Lee Sh-L (2004), "Multifractal analysis of growing surfaces", *Appl Surf Sci*, 238, 513– 517.

Exner H E (1969), "The influence of sample preparation on Palmqvist method for toughness testing of cemented carbides", *Trans Metal Soc AIME* 245, 677-683.

Galibois A, Boutenko O and Voyzelle B (1980), “Mécanisme de formation des couches borurées sur les aciers a haut carbone-I. Technique des pates”, *Acta Metall Mater* 28, 1753-1763.

Golanski D, Marczuk A and Wierzchon T (1995), “Numerical modeling of the residual stresses in borided layers on steel substrate”. *J Mater Sci Lett* 14, 1499-1501.

Gong J H, Wu J J and Guam Z D (1998), “Description of the indentation size effect in hot-pressed silicon-nitride-based ceramics”, *J Mater Sci Lett* 17, 473–475.

Hays C and Kendall E G (1973), “An analysis of Knoop microhardness”, *Metall*, 6, 275–282.

Laugier M T (1987), “New formula for indentation toughness in ceramics”, *J Mater Sci Lett* 6, 355-356.

Li H and Bradt R C (1993), “The microhardness indentation load/size effect in rutile and cassiterite single crystals”, *J Mater Sci*, 28, 917–926.

Liang K M, Orange G and Fantozzi G, (1990), “Evaluation by indentation fracture toughness of ceramic materials”, *J Mater Sci*, 23, 207-214.

Matuschka A Graf von (1980), “Boronising”, Carl Hanser Verlag, Munich, FRG.

Mukhopadhyay N K (2005), “Analysis of microhardness data using the normalized power law equation and energy balance model”, *J Mater Sci*, 40, 241– 244.

Quinn G D (1991), “Strength and proof testing”, *Engineering Materials Handbook, Ceramic and Glasses. Vol. 4*, ASM International.

Ramírez Sandoval Giselle (2006), “Caracterización de grietas auto-afines en capas borurizadas para aceros estructurales AISI 1045”, Tesis de Maestría en Ingeniería Mecánica, SEPI-ESIME Zacatenco.

Stach S, Cybo J and Chmiela J (2001), “Fracture surface — fractal or multifractal?”
Mater Charact, 26, 163–167.

Standard Test Method for Microindentation Hardness of Materials ASTM E384 - 2005.

Standard Test Method for Vickers Indentation Hardness of Advanced Ceramics, ASTM
C 1327 – 1999.

Tarkanian, M L, Neumann J P and Raymond L (1973), “Determination of the
temperature dependence of {100} and {112} slip in tungsten from Knoop hardness
measurements”. In The Science of Hardness Testing and Its Research Applications, ed
J H Westbrook and H Conrad American Society for Metals, Metal Park, OH, 187–198.

Capítulo 3

Ensayo de nanoindentación Berkovich en la zona de interfase Fe₂B/substrato

El Capítulo 3 describe la técnica de indentación instrumentada también conocida como ensayo de nanoindentación, así como su aplicación para evaluar las propiedades mecánicas en las puntas de las aserraciones de la interfase Fe₂B/substrato, formadas sobre un acero AISI 1018 borurado. Se describe además el indentador Berkovich y las curvas de carga y descarga generadas durante un ensayo de nanoindentación.

Por último, se presenta la metodología de Oliver y Pharr como la principal herramienta para interpretar los resultados obtenidos mediante el ensayo de nanoindentación.

3.1 Introducción.

Las propiedades mecánicas de los materiales frágiles han sido siempre objeto de estudio, especialmente la dureza. Ésta propiedad, así como el módulo de elasticidad y la tenacidad a la fractura, se utilizan frecuentemente para estimar la resistencia a la abrasión y erosión (Leyland *et al.*, 2000 y Beake *et al.*, 2006). La necesidad de caracterización de estos materiales se ha extendido a nuevas aplicaciones como consecuencia del desarrollo tecnológico en campos como la ingeniería de superficies (recubrimientos resistentes al desgaste), en las que las dimensiones de las capas a evaluar oscilan entre los cientos de micras y las decenas de nanómetros. En la mayoría de los casos, las dimensiones son demasiado pequeñas para caracterizar el material por técnicas convencionales, como consecuencia de ello, ha sido necesario desarrollar nuevas técnicas de caracterización a escala nanométrica. (Lucchini *et al.*, 2009)]

Los equipos de nanoindentación permiten aplicar cargas del orden de los [mN] y medir penetraciones del orden de los [nm], lo que facilita la aplicación de esta técnica para evaluar películas obtenidas por deposición por arco catódico (CAD, *por sus siglas en ingles*), por deposición física de vapor (PVD, *por sus siglas en ingles*), deposición química de vapor (CVD, *por sus siglas en ingles*) y capas duras obtenidas mediante tratamientos termoquímicos.

3.1.1 Indentador Berkovich

Los indentadores más comunes y utilizados para ensayos de nanoindentación son los indentadores Vickers, Berkovich y cube-corner. Sin embargo, los indentadores Vickers tienen forma de pirámide de cuatro caras, lo que los hace difíciles de fabricar, ya que siempre queda una línea en la punta. Esto resulta en huellas asimétricas, sobre todo para indentaciones pequeñas, complicando la determinación de un área de contacto correcta. Por esta razón los indentadores Vickers suelen ser utilizados principalmente en ensayos de microindentación. Por otro lado, los indentadores Berkovich y cube-corner tienen tres caras, siendo más sencillo producir una punta bien definida. Esto los hace convenientes para realizar ensayos de nanoindentación. El ángulo del cono equivalente entre la normal a la superficie de la muestra y la cara del indentador es de 35.3° para cube-corner y de 65.27° para Berkovich (fig.3.1). Como el indentador cube-corner es mucho más agudo que el Berkovich, este induce grietas radiales con más facilidad. Las grietas radiales pueden ser útiles en la determinación de la tenacidad a la fractura en láminas/capas. Sin embargo, para medir la dureza y el módulo elástico las grietas son indeseables puesto que pueden inducir errores en los resultados obtenidos.

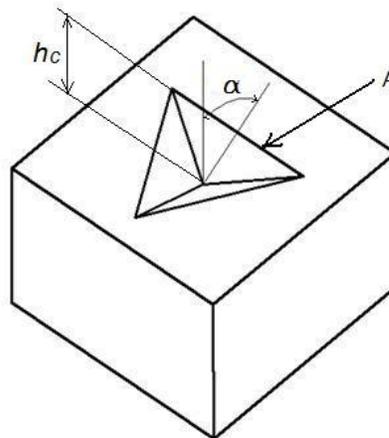


Figura 3.1 Representación esquemática de la geometría del indentador Berkovich. A es el área de contacto proyectada, α es el ángulo entre caras (65.27°), y hc es la profundidad de contacto medido desde la punta del indentador.

3.2 Curvas carga – desplazamiento

La nanoindentación o ensayo de dureza instrumentado como también se le conoce, permite registrar de forma continua y con elevada precisión, la carga P , y el desplazamiento h , que experimenta un indentador cuando penetra sobre la superficie de un material. En la figura 3.2 se muestra un ciclo completo de carga y descarga (curva P vs h) de un ensayo de dureza por nanoindentación. En el análisis se considera que la curva de descarga es completamente elástica.

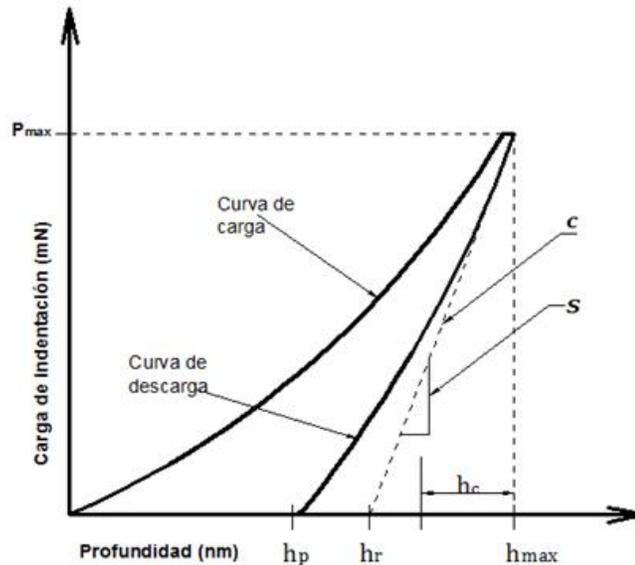


Figura 3.2 Representación esquemática de un ciclo completo de un ensayo de nanoindentación.

c es la tangente de la curva de descarga a carga máxima, h_p es la profundidad proyectada después de retirar la carga, su valor es dado por el instrumento en nanómetros, h_r es el punto de contacto de la tangente c con el eje horizontal (de profundidad) [nm], h_c es la profundidad de contacto del indentador con el espécimen a carga máxima [nm], h_{max} es la profundidad máxima de indentación a carga máxima, su valor es medido directamente por el instrumento en nanómetros, S es la rigidez de contacto a carga máxima [mN/nm].

3.2.1 Curva de carga

Durante la etapa de carga la respuesta del material puede ser elástica o elasto-plástica dependiendo del tipo de indentador que se utilice. Sin embargo, para cargas muy bajas, la curva de carga es elástica independientemente del tipo de indentador que se utilice (Bistos y Katerina, 2008). Sneddon (Larsson *et al.*, 1996), ha demostrado que para la mayoría de los indentadores, la relación de carga-desplazamiento se puede expresar como:

$$P = \alpha h^m \quad (3.1)$$

P es la carga aplicada, h es el desplazamiento elástico, α y m son constantes, el valor de m suele considerarse de 1 para el caso de indentadores cilíndricos planos, 2 para cónicos y 1.5 para esféricos.

3.2.2 Curva de descarga

La curva de descarga generada durante un ensayo de nanoindentación, depende del tipo de deformación que ocurra durante la prueba. Cuando se trata de una deformación elástica, las curvas de carga y descarga serán iguales, es decir que la curva de descarga sigue la misma trayectoria que la curva de carga y una vez retirado el indentador, el material no presentará ninguna huella de indentación. Para el caso de una deformación elasto-plástica, las curvas serán diferentes entre sí, ya que la curva de descarga ya no regresará hasta la posición de cero, debido a que existe una deformación permanente en el material de prueba. La figura 3.3 muestra los casos de deformación elástica y elasto-plástica.

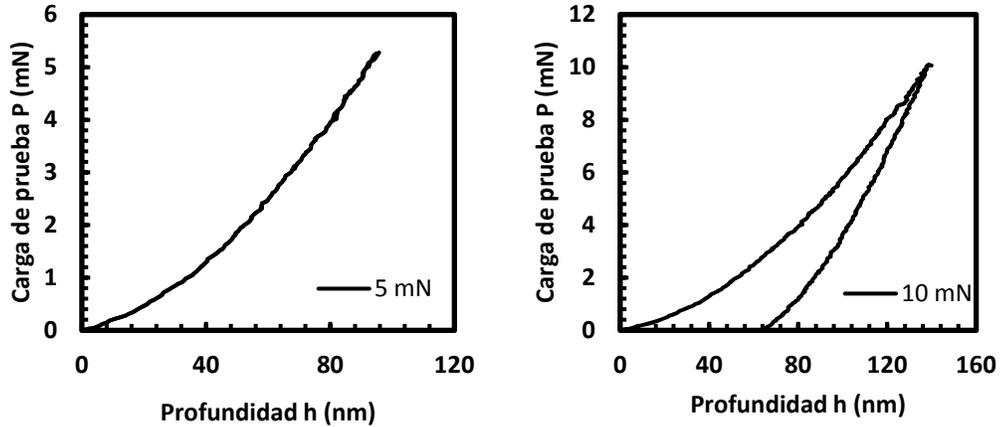


Figura 3.3 Ciclo de nanoindentación en un material con comportamiento: a) elástico y b) elasto-plástico

3.2.3 El método de Oliver y Pharr

En los ensayos de indentación instrumentada, el área de contacto A_c , es deducida a partir de los datos de carga y desplazamiento y de la geometría del indentador empleado. La curva (P versus h), generada durante ensayo, permite calcular la dureza y el módulo de Young entre otras propiedades mecánicas. En la figura 3.4, se muestra el esquema de un ensayo de nanoindentación, así como los parámetros más importantes para la obtención del área de contacto a carga máxima,

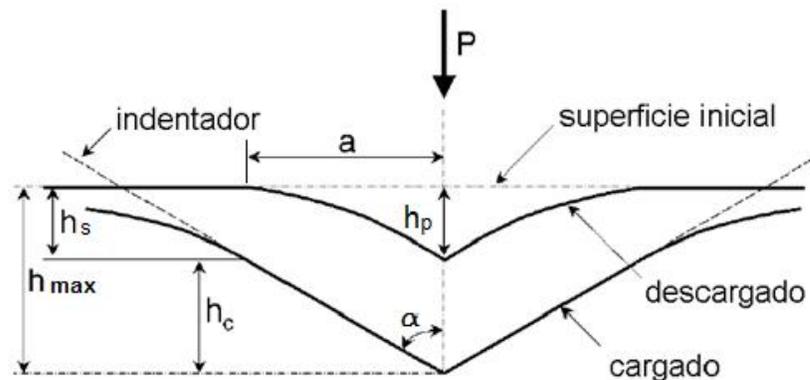


Figura 3.4 Representación esquemática de una huella producida por un indentador Berkovich durante y después de la aplicación de la carga.

La curva de descarga depende del tipo de deformación que se genere en el material durante la indentación. (Oliver y Pharr, 1992).

Oliver y Pharr relacionan la carga, P con el desplazamiento, h mediante la expresión:

$$P = k(h - h_p)^m \quad (3.2)$$

donde:

P es la carga aplicada durante la prueba [mN].

k es una constante que depende de la geometría del indentador. (24.5 para indentador Berkovich).

h_p es determinada mediante mínimos cuadrados [nm]

m depende de la geometría del indentador, para indentadores planos es 1, para indentadores cónicos 2 y 1.5 para indentadores esféricos.

La profundidad de contacto está determinada por la ecuación:

$$h_c = h_{\max} - \varepsilon(h_{\max} - h_r) \quad (3.3)$$

La rigidez de contacto, S a profundidad máxima está dada por:

$$S = mP_{\max} (h_{\max} - h_p)^{-1} \quad (3.4)$$

ε es una constante que depende de la geometría del indentador. Para un indentador Berkovich o esférico ε es igual a 0.75, mientras para el indentador cónico es igual a 0.72.

La tangente de la curva de descarga a carga máxima c está dada por la ecuación (3.5):

$$c = P_{\max} (h_{\max} - h_r)^{-1} \quad (3.5)$$

La intersección de c con el eje horizontal (profundidad), está definida por la ecuación (3.6).

$$h_r = h_{\max} - P_{\max} / S \quad (3.6)$$

La dureza del material se puede calcular dividiendo la carga máxima entre el área de contacto proyectada:

$$H = \frac{P_{\max}}{A_c} \quad (3.7)$$

donde A_c es el área de contacto entre el indentador y el material de prueba a carga máxima, que se determina de forma indirecta a partir de la geometría del indentador y de parámetros directamente medidos de la curva $P-h$, β es un factor de corrección que en el caso del indentador Berkovich, tiene un valor de 1.034 y para el indentador esférico de 1. Así para un indentador Berkovich, A_c está dada por la siguiente expresión:

$$A_c = 24.5 \left[h_c - \frac{2(\pi - 2)}{\pi} \frac{P_{\max}}{S} \right]^2 \quad (3.8)$$

$$A_c = 24.5 h_c^2 \quad (3.9)$$

A_c es el área de contacto entre el indentador y el espécimen a carga máxima [nm^2]. 24.5 es una constante relacionada con la geometría del indentador Berkovich.

El módulo de elasticidad es obtenido a través de un modelo combinado que relaciona el módulo de Poisson del indentador con el del material, de acuerdo con la ecuación (3.10).

$$E = \frac{1 - \nu_s^2}{\frac{1}{E_r} - \frac{1 - \nu_i^2}{E_i}} \quad (3.10)$$

$$E_r = \frac{\sqrt{\pi} \cdot S}{2\beta \sqrt{A_p(h_c)}} \quad (3.11)$$

E es el módulo de elasticidad del material de prueba [GPa], E_i es el módulo de elasticidad del indentador [1141 GPa], E_r es el módulo reducido de contacto de indentación [GPa], ν_i es la relación de Poisson del indentador (0.07), ν_s es la relación de Poisson para el material de prueba ($\nu_s \approx 0.3$ para boruros de hierro), β es un factor geométrico del indentador (1.034 para el indentador Berkovich).

El esfuerzo de fluencia Y , se obtiene indirectamente dividiendo la dureza entre el factor de constricción C (Tabor, 1951), para el caso de materiales dúctiles $c \approx 3$, por lo que el esfuerzo de fluencia esta dado por:

$$Y = \frac{H}{C} \quad (3.12)$$

Otros investigadores han desarrollado alternativas para explicar el factor de constricción C . En el caso de materiales frágiles, (Shaw and DeSalvo, 1970, citados en Anthony C and Fischer-Cripps, 2007), trabajaron con vidrio cerámico y determinaron un valor de $C \approx 2.2$

A través de las curvas carga-desplazamiento, es posible estimar el porcentaje de plasticidad del material de prueba, que se define como la razón entre la deformación plástica y la deformación máxima del material durante la indentación, como se muestra en la figura 3.5

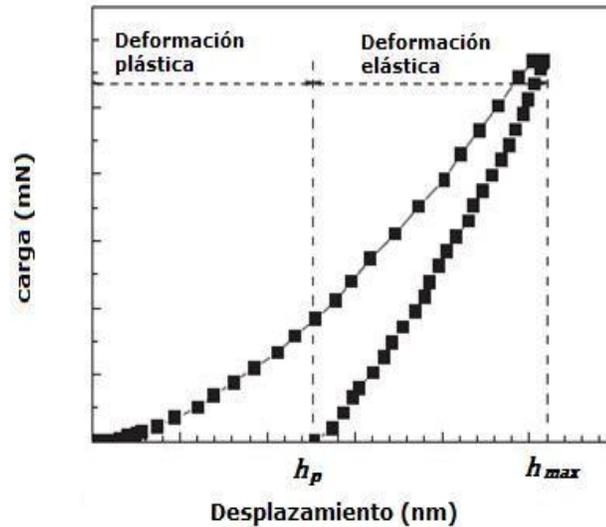


Figura 3.5 Representación esquemática de una curva carga versus desplazamiento para estimar la plasticidad del material.

$$Plasticidad = \frac{h_p}{h_m} \quad (3.13)$$

Para el caso de películas duras como el Carbono tipo Diamante (DLC, *por sus siglas en ingles*) que presenta una dureza de 60 GPa, su plasticidad es de tan solo 10% (Zhang *et al.*, 2005).

3.3 Diseño experimental

Durante el ensayo de nanoindentación Berkovich, debe ponerse especial cuidado en la preparación de las probetas, ya que la falta de planicidad en los bordes de las mismas puede generar distorsiones en la geometría de las indentaciones, lo que ocasionaría errores en los valores de las propiedades mecánicas estimadas. La secuencia recomendada para la preparación metalográfica, se describe ampliamente en el Capítulo 1 (sección 1.3.7).

El material de evaluación, así como la metodología utilizada para realizar los ensayos de nanoindentación, se describen a continuación.

3.3.1 Material de evaluación

El ensayo de dureza por nanoindentación se realizó en las puntas de las aserraciones de la zona de interfase capa/substrato obtenidas sobre un acero AISI 1018, endurecido superficialmente mediante un tratamiento termoquímico de borurización en polvo, a diferentes condiciones de tiempo y temperatura de tratamiento (ver Capítulo 1). Las capas obtenidas a través de este tratamiento presentaron una morfología aserrada, como se puede observar en la figura 3.6.

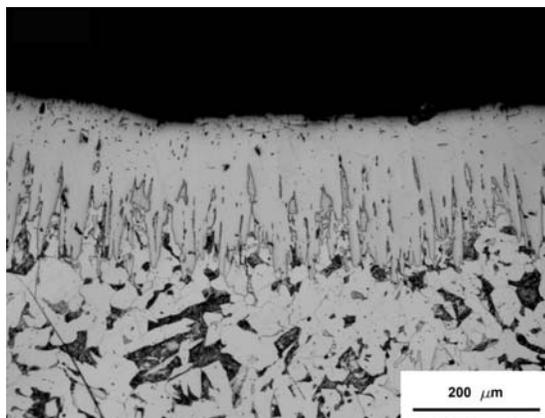


Figura 3.6 Morfología de la capa Fe₂B, formada sobre un acero AISI 1018 borurado a 1273 K y 6 h de tratamiento.

La naturaleza aserrada de las capas Fe_2B (Campos *et al.*, 2010 a) supone una buena adherencia con respecto del sustrato, sin embargo, la marcada diferencia en cuanto a las propiedades mecánicas entre la capa y el sustrato, hacen necesaria la caracterización de las puntas de las aserraciones de la zona de interfase Fe_2B /sustrato. Dicha caracterización se realizó utilizando la técnica de nanoindentación Berkovich.

3.3.2 Ensayo de dureza por nanoindentación

El ensayo de dureza se realizó en un nanoindentador TTX-NHT, CSM Instruments (figura 3.7). Este equipo es de alta precisión y sensibilidad, por lo que debe ser colocado sobre una mesa neumática anti vibratoria para evitar la transmisión de vibraciones del piso al equipo.



Figura 3.7 Nanoindentador TTX-NHT, CSM Instruments (Centro de Nanociencias y Micro y Nanotecnología, del Instituto Politécnico Nacional).

Los ensayos de nanoindentación se realizaron en las puntas de las aserraciones de la zona de la interfase Fe_2B /substrato, utilizando cargas variables de 10, 25, 50, 100, 200, 300, 400 y 500 mN. Se realizaron un mínimo de cinco indentaciones en dirección perpendicular a la superficie y cinco indentaciones en dirección paralela a la superficie por cada una de las cargas, así como para cada una de las condiciones de tratamiento (tiempo y temperatura). Este número de indentaciones se propuso para tener un número de datos estadísticamente confiable. En la figura 3.8 se muestra un esquema de la metodología de indentación.

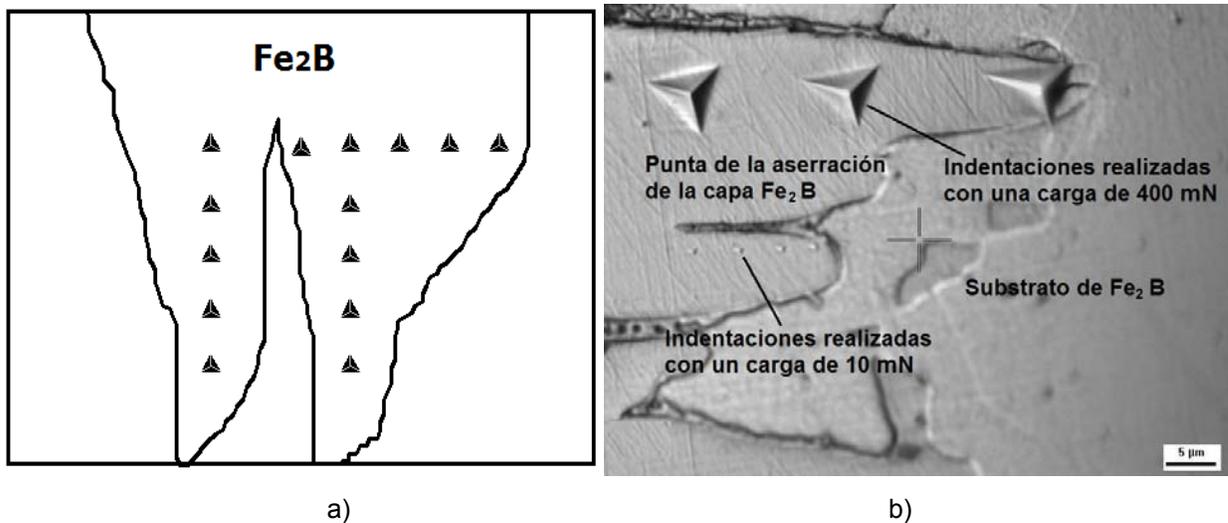


Figura 3.8 a) Representación esquemática de la posición de las indentaciones sobre la zona de interfase Fe_2B /substrato y b) Indentaciones realizadas en la zona de interfase Fe_2B /substrato con cargas de 10 mN y 400 mN.

3.4 Resultados y discusiones

Las microfotografías presentadas en las figuras 3.9 a 3.11 muestran las nanoindentaciones realizadas en las puntas de las aserraciones de la zona de interfase Fe_2B /substrato para las diferentes condiciones de tiempo y temperatura de tratamiento.

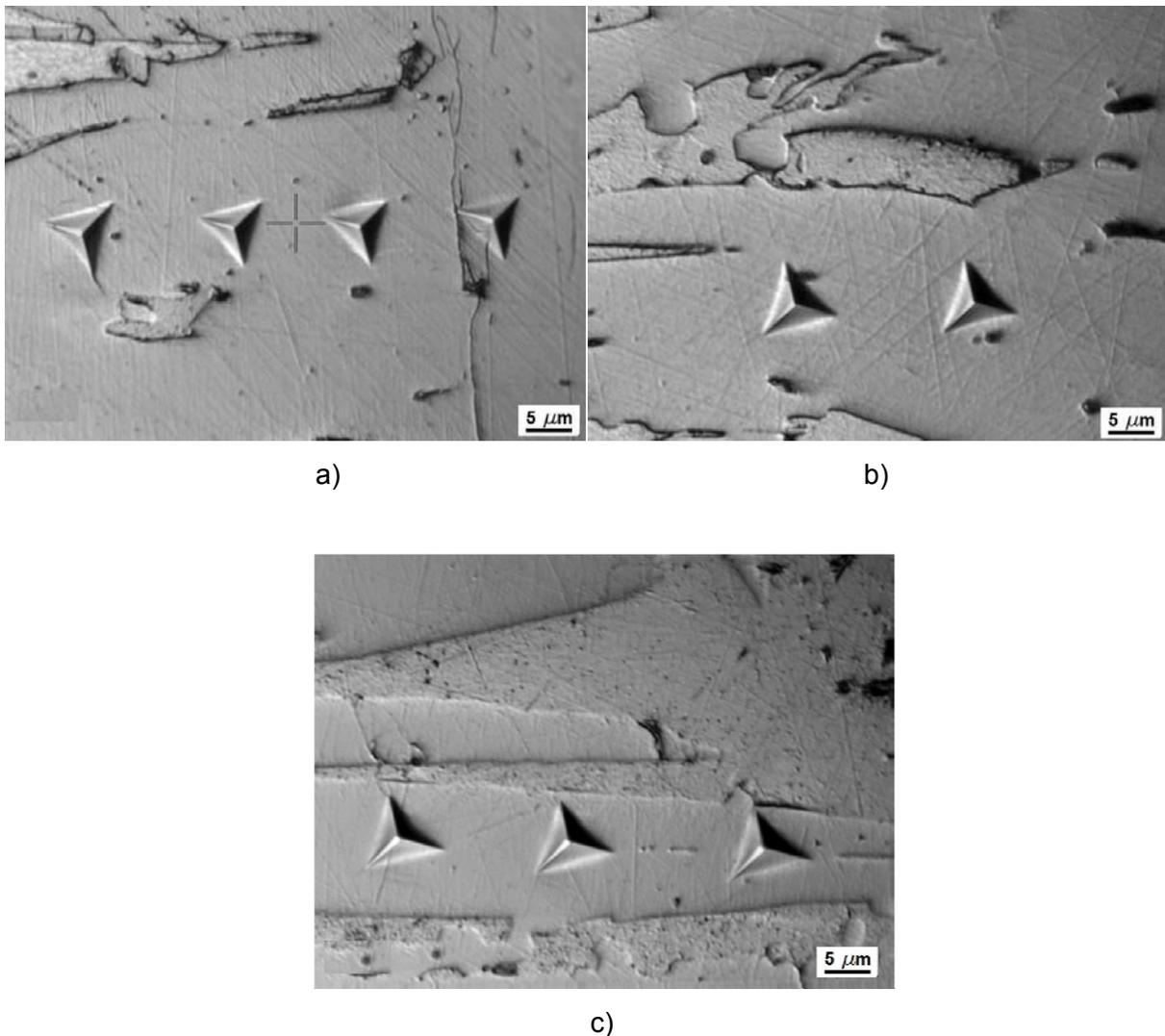
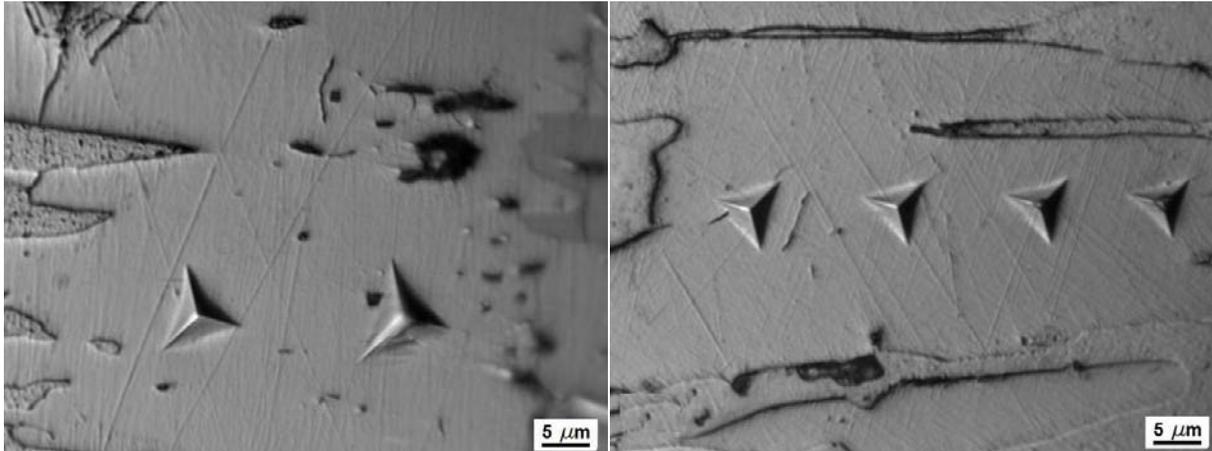
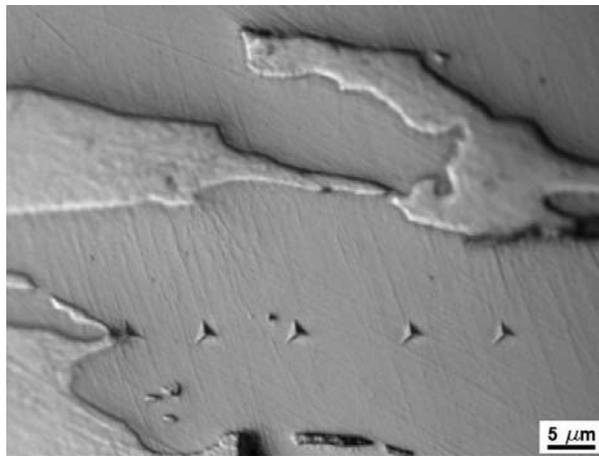


Figura 3.9 Nanoindentaciones Berkovich realizadas en la zona de interfase Fe_2B /substrato de un acero AISI 1018 borurado a una temperatura de 1193 K y cargas de indentación de: a) 400 mN y 4 horas de tratamiento, b) 500 mN y 6 horas de tratamiento y c) 500 mN y 8 horas de tratamiento.



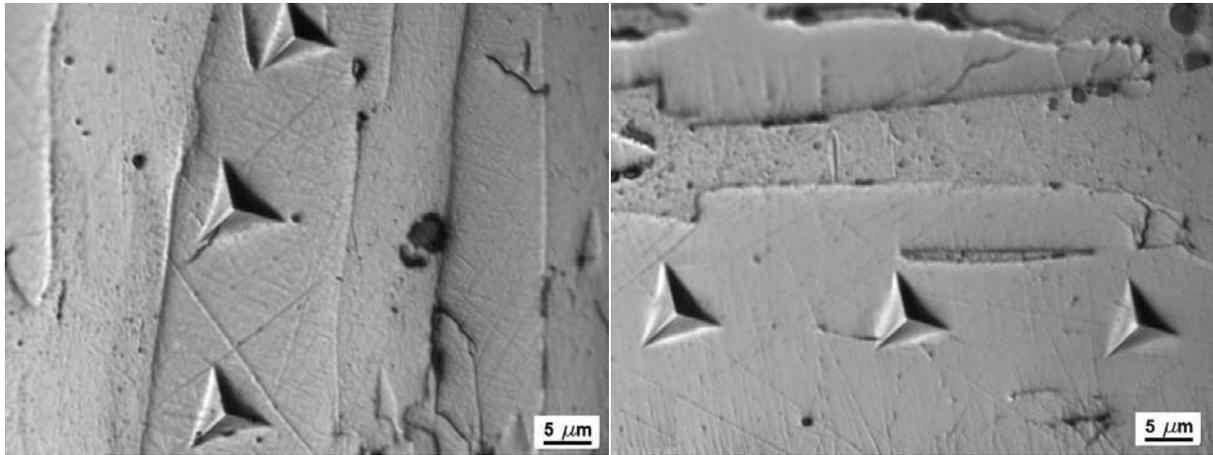
a)

b)



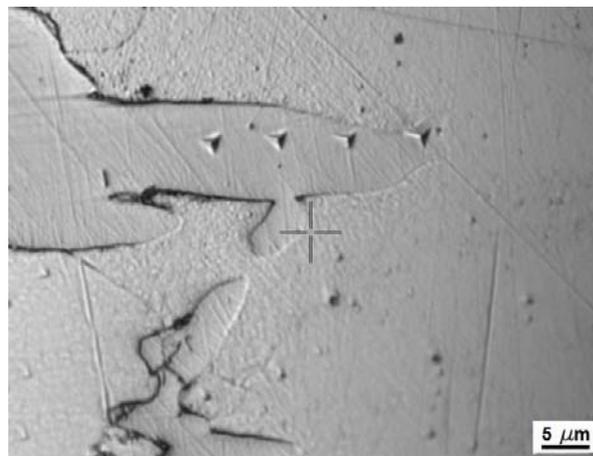
c)

Figura 3.10 Nanoindentaciones Berkovich realizadas en la zona de interfase Fe_2B /substrato de un acero AISI 1018 borurado a una temperatura de 1243 K y cargas de indentación de: a) 500 mN y 4 horas de tratamiento, b) 300 mN y 6 horas de tratamiento y c) 50 mN y 8 horas de tratamiento.



a)

b)



c)

Figura 3.11 Nanoindentaciones Berkovich realizadas en la zona de interfase Fe_2B /substrato de un acero AISI 1018 borurado a una temperatura de 1273 K y cargas de indentación de: a) 500 mN y 4 horas de tratamiento, b) 500 mN y 6 horas de tratamiento y c) 50 mN y 8 horas de tratamiento.

Las indentaciones que presentaron geometría irregular o que quedaron demasiado cercanas al substrato, no fueron tomadas en cuenta para la evaluación de la dureza.

En las figuras 3.12 a 3.14 se muestran las curvas carga-desplazamiento obtenidas durante los ensayos de nanoindentación, para las diferentes condiciones de tiempo y temperatura de tratamiento de borurización.

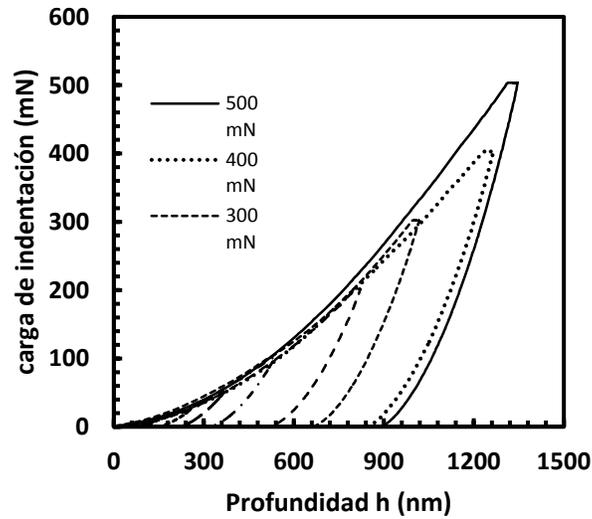


Figura 3.12 Curvas carga-desplazamiento obtenidas durante un ensayo de nanoindentación para el conjunto total de cargas aplicadas en la zona de interfase Fe_2B /substrato, a las condiciones de tratamiento de 1193 K y 8 h de exposición.

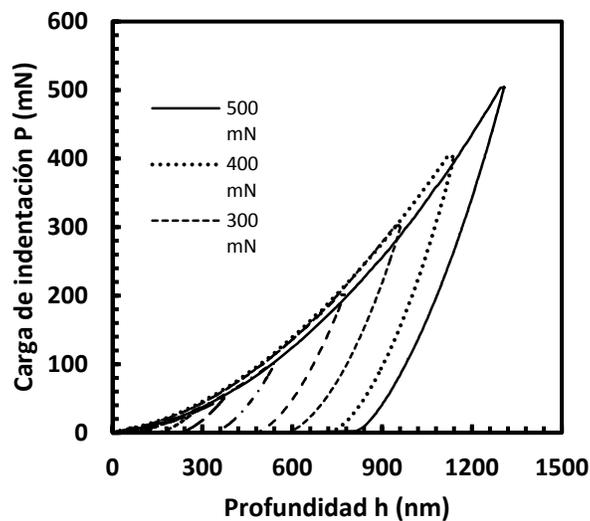


Figura 3.13 Curvas carga-desplazamiento obtenidas durante un ensayo de nanoindentación para el conjunto de cargas aplicadas en la zona de interfase Fe_2B /substrato, a las condiciones de tratamiento de 1243 K y 8 h de exposición.

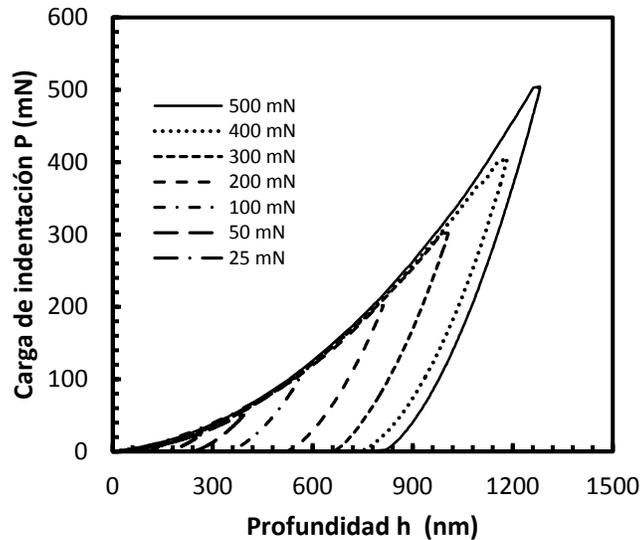
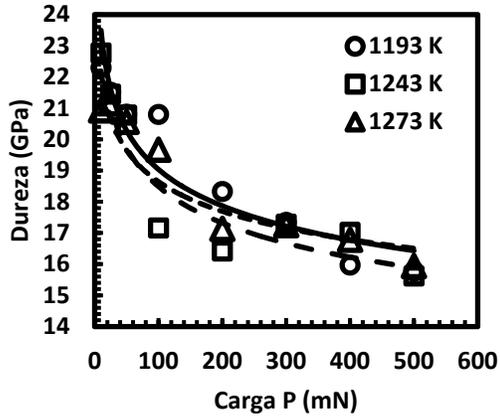


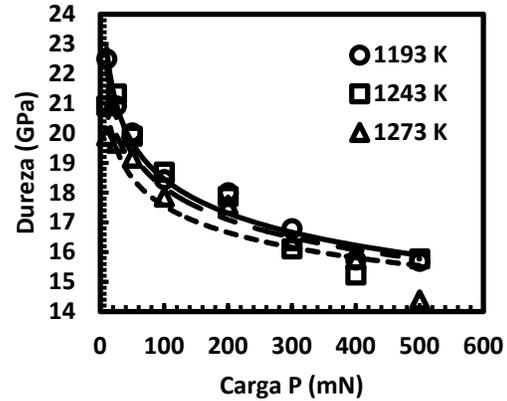
Figura 3.14 Curvas carga-desplazamiento obtenidas durante un ensayo de nanoindentación para el conjunto total de cargas aplicadas en la zona de interfase Fe_2B /substrato, a las condiciones de tratamiento de 1273 K y 8 h de exposición.

Las gráficas mostradas en las figuras 3.11 a 3.14 muestran el comportamiento elasto-plástico del boruro de hierro tipo Fe_2B evaluado en las puntas de las aserraciones de la zona de interfase capa/substrato. La diferencia entre las curvas de carga y descarga es lo que define la plasticidad del material evaluado.

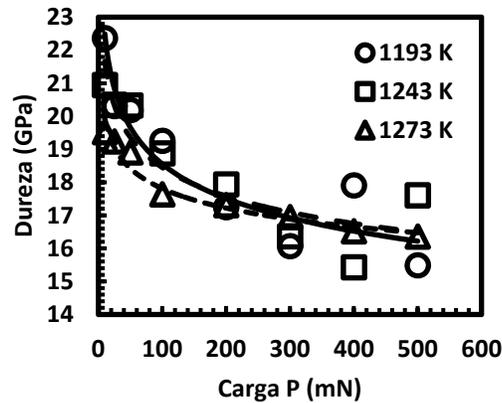
El comportamiento de la dureza de la zona evaluada, en función de la carga de indentación para las diferentes temperaturas de tratamiento, a tiempo de exposición constante, se presenta en la figura 3.15. Estas graficas son útiles porque permiten evaluar la influencia de las condiciones de tratamiento (tiempo y temperatura) sobre la dureza de la capa Fe_2B .



a)



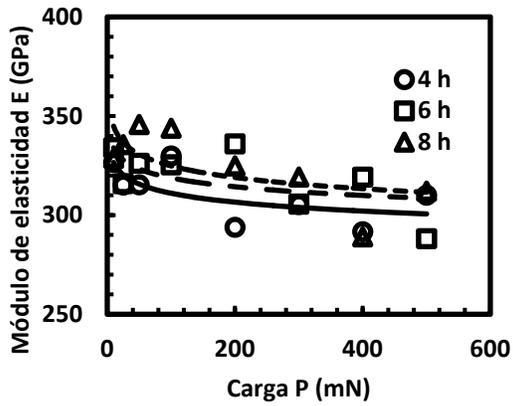
b)



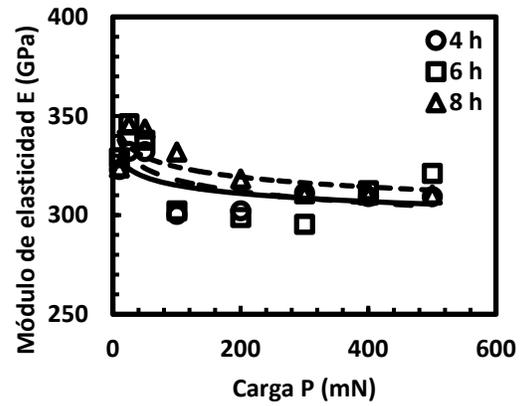
c)

Figura 3.15 Comportamiento de la dureza (H) en función de la carga aplicada (P) para las diferentes condiciones de temperatura de tratamiento con tiempos de exposición de: a) 4 h, b) 6 h y c) 8 h.

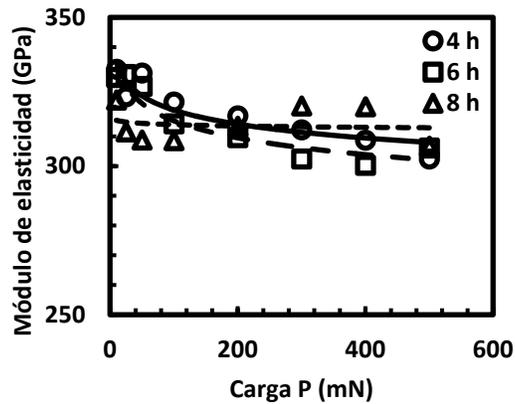
Las gráficas de la figura 3.16 presentan el comportamiento del módulo de elasticidad evaluado en las puntas de las aserraciones de la zona de interfase Fe_2B /substrato, en función de la carga de indentación para las diferentes condiciones de tiempo y temperatura de tratamiento de borurización.



a)



b)



c)

Figura 3.16 Comportamiento del módulo de elasticidad (E) evaluado en las puntas de las aserraciones de la zona de interfase capa/substrato, en función de la carga de indentación para las diferentes condiciones de tiempo y temperatura de tratamiento de borurización.

Las graficas presentadas en la figura 3.17 muestran el comportamiento de la razón entre el módulo de elasticidad y la dureza de la zona evaluada (E/H) en función de la carga de indentación para las diferentes condiciones de tiempo y temperatura de tratamiento de borurización.

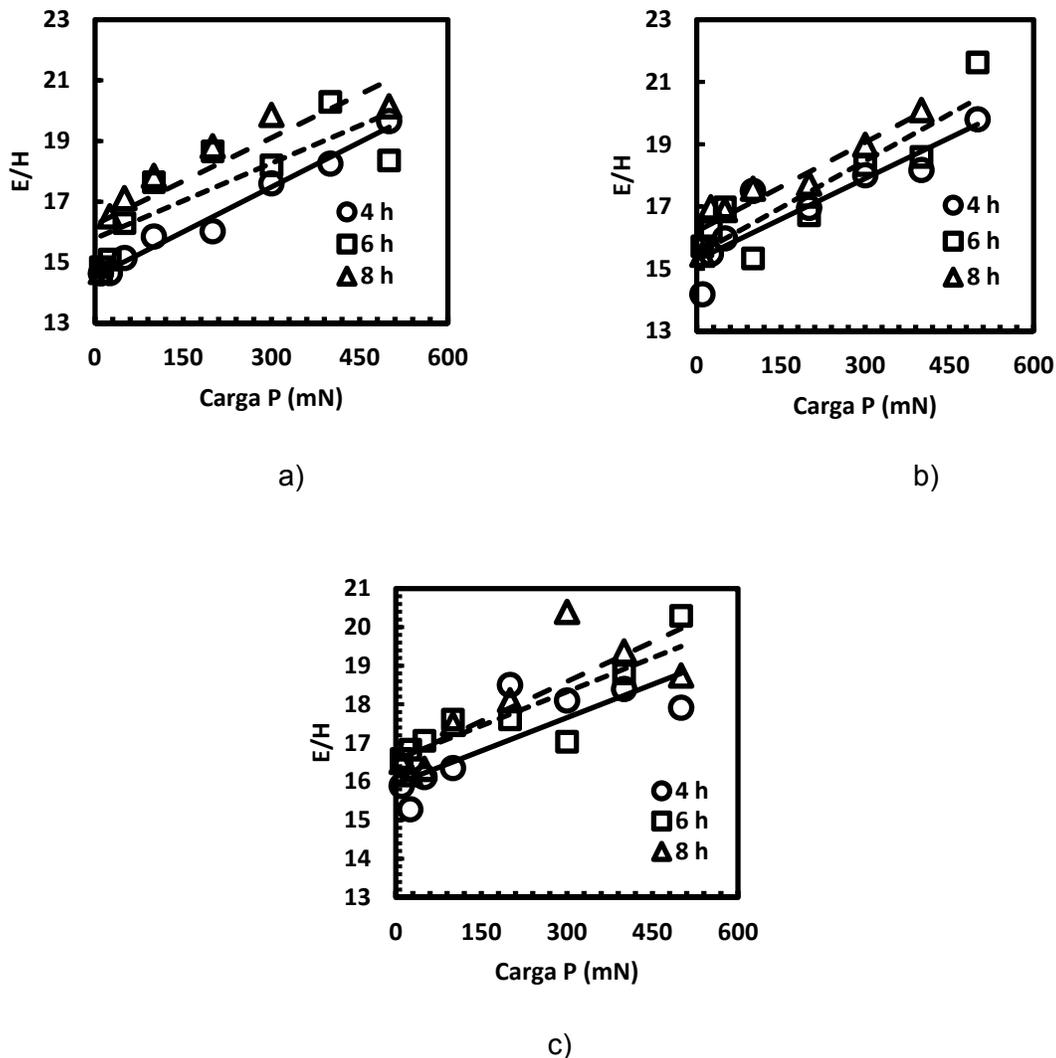
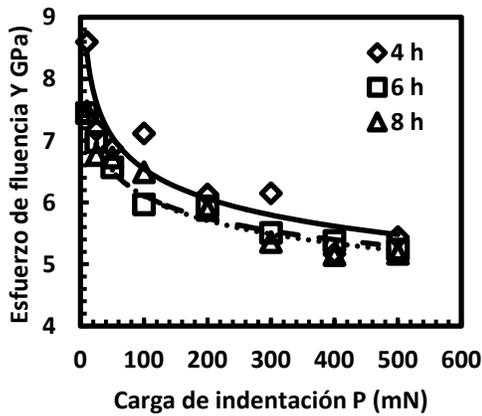
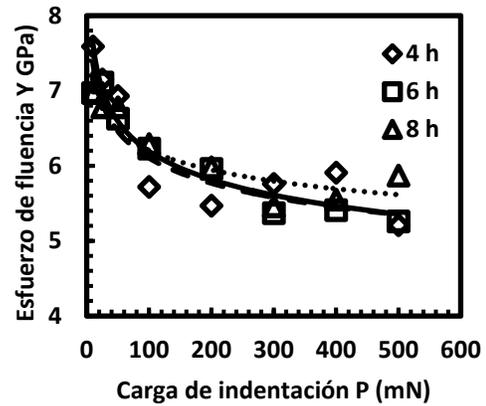


Figura 3.17 Comportamiento de la razón (E/H) en función de la carga de indentación (P) para una temperatura de tratamiento de: a) 1193 K, b) 1243 K y c) 1273 K.

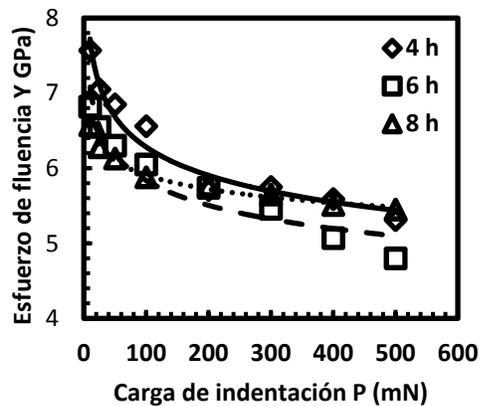
En la figura 3.18 se presenta el comportamiento del esfuerzo de fluencia en función de las cargas de nanoindentación para las diferentes condiciones de tiempo y temperatura de tratamiento de borurización.



a)



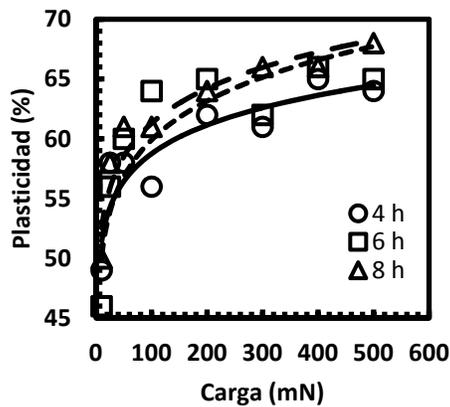
b)



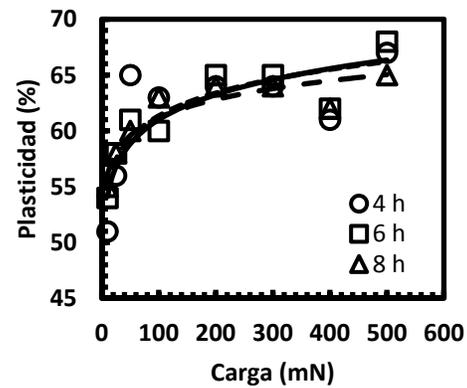
c)

Figura 3.18 Comportamiento del esfuerzo de fluencia (Y) en función de la carga de indentación (P) para los diferentes tiempos de exposición y temperaturas de: a) 1193 K, b) 1243 K y c) 1273 K de tratamiento.

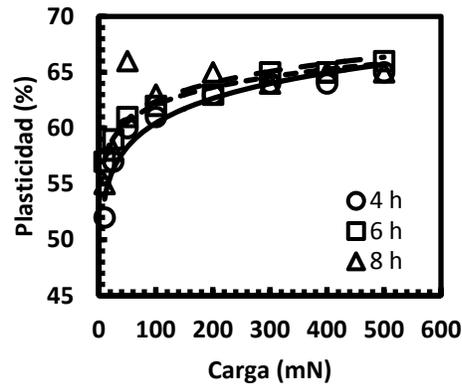
Las gráficas de la figura 3.19 muestran el comportamiento de la plasticidad en función de la carga de indentación para las diferentes condiciones de tiempo y temperatura de tratamiento de borurización.



a)



b)



c)

Figura 3.19 Comportamiento de la plasticidad de la capa Fe_2B evaluada en las puntas de las aserraciones de la interfase capa/substrato, en función de la carga de indentación para los diferentes tiempos de tratamiento y temperaturas de: a) 1193 K, b) 1243 K y c) 1273 K.

De acuerdo con las gráficas de la figura 3.15, los valores de dureza se encuentran en el intervalo de 22.50 a 15.00 GPa (2000 a 1400Hv), mientras que la dureza convencional de un acero comercial AISI 1018 sin endurecer, se encuentra alrededor de los 126 Hv. Comparando la dureza de las capas boruradas con respecto al substrato del material, esta incrementa más de 10 veces su valor en la superficie. La influencia de las condiciones de tratamiento, (tiempo y temperatura) es reflejada en el incremento de dicha propiedad, conforme se incrementan tanto el tiempo como la temperatura de tratamiento. La disminución tan marcada en los valores de dureza, está relacionada con las cargas aplicadas durante el ensayo. Esta dependencia de la dureza con respecto de la carga evidencia la existencia del Efecto de Tamaño de Huella (ISE, *por sus siglas en inglés*); el significado de este efecto fue descrito ampliamente en el Capítulo 2.

Los valores obtenidos para el módulo de elasticidad están en un intervalo de 290 a 330 GPa, estos valores se encuentran en un rango aceptable de acuerdo con los datos tomados de literatura, 290 GPa (Frantzevich *et al.*, 1982). Conforme a las gráficas de la figura 3.16, el valor del módulo de elasticidad E depende de la carga de indentación aplicada durante el ensayo, este comportamiento se observa sobre todo en la zona de cargas más bajas (10-200 mN). La dureza del material tiende a ser constante una vez que se alcanza la carga crítica de indentación (Capítulo 2). La influencia de las condiciones de tratamiento (tiempo y temperatura) sobre esta propiedad mecánica, se ve reflejada en la separación que muestran las curvas entre sí con respecto al tiempo de tratamiento. Esta tendencia indica que a medida que se incrementa el tiempo de tratamiento, el valor del modulo de elasticidad se incrementa de igual forma. Estos valores indican que el módulo de elasticidad está directamente relacionado con la dureza del material como lo muestran las gráficas de la figura 3.17, donde la razón entre el módulo de elasticidad y la dureza de la zona evaluada representa un parámetro de la resistencia a la deformación plástica del material de prueba (E/H) que se incrementa conforme se incrementa la carga de indentación.

Los valores de esfuerzo de fluencia obtenidos en la zona evaluada se encuentran entre 5 y 8 GPa, lo que representa un considerable incremento en el valor de esta propiedad mecánica, respecto del valor del acero AISI 1018 sin tratamiento que es de 0.370 GPa. Este aumento tan drástico en el esfuerzo de fluencia, es debido al incremento de la dureza en la superficie. De acuerdo con las gráficas de la figura 3.18, el esfuerzo de fluencia tiende a disminuir conforme se incrementa la carga de indentación.

La plasticidad de la capa Fe_2B en la zona evaluada se encuentra entre 49 y 68 %, como se observa en las gráficas de la figura 3.19. Estos valores son característicos de materiales cerámicos como se muestra en la tabla 3.1 (Zhang *et. al.* 2005).

Tabla 3.1 valores de plasticidad de algunas capas duras obtenidas por diferentes técnicas de deposición.

Material	Dureza (GPa)	Plasticidad (%)
DLC	60	10
Nc-TiC	32	40
Carbono amorfo	50 a 60	31
$T_{1-x}Al_xN$	32	31
Fe_2B	15.0 a 22.5	68 a 49

Los resultados obtenidos mediante los ensayos de nanoindentación Berkovich indican que las propiedades mecánicas en las puntas de las aserraciones de la zona de interfase Fe_2B /substrato, se encuentran en un rango similar a las evaluadas en la zona pura de la capa Fe_2B mediante la técnica de microindentación Vickers.

La evaluación de las propiedades mecánicas en las puntas de las aserraciones de la zona de interfase Fe_2B /substrato, proporciona información importante para la estimación de la adherencia del sistema capa/substrato. A través de los datos obtenidos, pueden ser evaluadas las propiedades adhesivas de las capas de boruros de hierro obtenidas sobre aceros de bajo carbono, a través del método conocido como nanoindentación de la sección transversal (CSN, *por sus siglas en inglés*), desarrollado por Sánchez *et al.* (1999). La técnica consiste en la observación directa de la trayectoria de las grietas generadas por la nanoindentación, siendo posible evaluar la adhesión interfacial mediante el cálculo de la tasa de Energía Crítica Liberada durante la indentación (G_{ci}).

3.5 Conclusiones

La técnica de dureza por nanoindentación, fue empleada para evaluar las propiedades mecánicas de la zona de interfase Fe₂B/substrato, en un acero AISI 1018 borurado, utilizando cargas variables en el rango de 10 a 500 mN. Los valores de dureza obtenidos se encuentran en el rango de 22.5 GPa para una temperatura de 1193 K y un tiempo de tratamiento de 8 h y de 14.5 GPa para una temperatura de 1243 K y un tiempo de tratamiento de 6 h. Estos valores son muy similares a los obtenidos en la zona compacta de la capa Fe₂B. Los valores de dureza obtenidos, indican que las características de la zona de interfase Fe₂B/substrato, son muy similares a las evaluadas en la zona compacta de la capa Fe₂B.

Los valores de dureza obtenidos por la técnica de nanoindentación, son altamente influenciados por las condiciones de tratamiento (tiempo y temperatura), en donde se observa que la dureza en las puntas de las aserraciones de la capa Fe₂B se incrementa conforme se incrementa la temperatura y el tiempo de exposición.

La variación tan drástica en los valores de dureza obtenidos por la técnica de nanoindentación (22.5 a 14.5 GPa) es ocasionada principalmente por la variación en los valores de las cargas aplicadas que fueron de 10 a 500 mN. Esta variación en la dureza evidencia la presencia del efecto de tamaño de indentación (ISE, *por sus siglas en inglés*), que fue ampliamente explicado en el Capítulo 2.

El valor de la razón entre el módulo de elasticidad y la dureza (E/H) que representa un parámetro de la resistencia a la deformación plástica, tiende a incrementarse a medida que se incrementa la carga de indentación. Este comportamiento indica que el efecto de tamaño de huella tiene mayor influencia sobre la dureza que sobre el módulo de elasticidad de la zona evaluada a través de la técnica de nanoindentación Berkovich.

3.6 Referencias bibliográficas

Anthony C and Fischer-Cripps (2007), "Introduction to Contact Mechanics", Second Edition, Fischer-Cripps Laboratories Pty Ltd. New South Wales, Australia

Beake B D and Ranganathan N (2006), "An investigation of the nanoindentation and nano/micro-tribological behaviour of monolayer, bilayer and trilayer coatings on cemented carbide" *Mat Sci Eng A*, 423 46-51.

Bitsos Katerina (2008), "Efecto de la concentración de itria en el comportamiento bajo nanoindentación de mono-cristales de circonita dopados con itria", Tesis de Maestría, Universidad Politécnica de Cataluña.

Campos-Silva I, López-Perrusquia N, Hernández-Sánchez E, Ortiz-Domínguez M, Bravo-Bárceñas D and Martínez-Trinidad J (2010 a), "Anisotropy of Boride Layers: Effect on the Mechanical Properties of AISI 4140 Borided Steels", *Defect Diffus. Forum.* 297-301, 142-147.

Frantzevich N, Voronov F F and Bakuta S A (1982), "Elastic constants and elastic modulus for metals and non-metals" Handbook Naukova Dumka Press, Kiev

Karsten D, Björn B, Oliver F, and Mathias Göken (2006), "Indentation size effect in metallic materials: Modeling strength from pop-in to macroscopic hardness using geometrically necessary dislocations". *Acta Mater*, 54, 2547–2555.

Kurosaki K, Setoyama D, Matsunaga J and Yamanaka S (2005), "Nanoindentation tests for TiO₂, MgO, and YSZ single crystals", *J Alloy Compd*, 386, 261-264.

Larsson P, Giannakopoulos A, Söderlund E, Rowcliffe D and Vestergaard R (1996), "Analysis of Berkovich Indentation", *Int J Solids Struct* 33 (2), 221-248

Leyland A and Matthews A (2000), “On the significance of H/E ratio in wear control: a nanocomposite coating approach to optimised tribological behavior”, Res Centre in Surf Eng, The University of Hull, Cottingham Road, Hull HU6 7RX, UK, 246 1-11.

Lucchini Romain and Jimenez Pique Emilio (2009), “Nanoindentación de capas finas de ZrW”, Engineer of Mater, Titulación Europea.

Oliver W C and Pharr G M, (1992), “An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments,” J Mater Res, 7, 1564-1583

Sanchez J M, El-Mansy S, Sun B, Scherban T, Fang N and Pantuso D (1999) “Cross-sectional nanoindentation a new technique for thin film interfacial adhesion characterization”, Acta Mater, 47, 4405–4413.

Tabor D (1951), “The Hardness of Metals”. Oxford University Press, Oxford, UK.

Zhang S, Sun D, Fu Y and Du H (2005), “Toughness measurement of thin films: a critical review”, Surf Coat Tech, 198, 74–84.

Capítulo 4

Efecto de la profundidad de indentación en los valores de dureza obtenidos en la interfase Fe₂B/substrato

En el Capítulo 2 se describió el efecto de tamaño de huella, mejor conocido como ISE, este efecto fue evaluado aplicando la técnica de microindentación Vickers.

En el presente Capítulo, se evalúa el ISE en las puntas de las aserraciones de la zona de interfase Fe₂B/substrato de un acero AISI 1018 endurecido superficialmente por difusión de boro, así como las causas que lo originan utilizando la técnica de nanoindentación Berkovich. Durante la aplicación de esta técnica, se considera la profundidad de contacto entre el indentador y el espécimen para evaluar las propiedades mecánicas de la interfase Fe₂B/substrato.

4.1 Introducción

En el Capítulo 3, quedó de manifiesto que la dureza aparente H , de las puntas de las aserraciones de la zona de interfase Fe_2B /substrato, evaluada por nanoindentación Berkovich, está en función de la carga (P_{\max}), aplicada durante el ensayo. Este fenómeno se conoce como efecto de tamaño de huella (ISE), y se manifiesta independientemente del tipo de indentador que se utilice (Vickers o Berkovich).

Las causas que originan el ISE no están del todo definidas, más aún existe algo de controversia entre los diferentes investigadores que han intentado dar una explicación al fenómeno. Sin embargo, para el caso de dureza por nanoindentación, los estudios coinciden en que el área de contacto del material con el indentador, debe ser calculada a través de la profundidad de contacto (h_c) y no mediante la diagonal de la huella, como en el caso de la técnica de dureza por microindentación. El cambio se debe a que en la escala nanométrica, la medición de la huella presenta algunas dificultades, principalmente por el tamaño de las indentaciones, además del hundimiento que sufre el material alrededor del indentador al momento de la indentación (sink-in). Este fenómeno indica que los materiales frágiles al ser indentados, no siguen el contorno del indentador, sino que presentan un cierto grado de hundimiento en los alrededores de la huella, por lo que la profundidad de contacto (h_c) entre el indentador y el material de prueba resulta menor que la profundidad máxima (h_{\max}). La figura 4.1 el efecto de hundimiento (sink-in) durante un ensayo de nanoindentación.

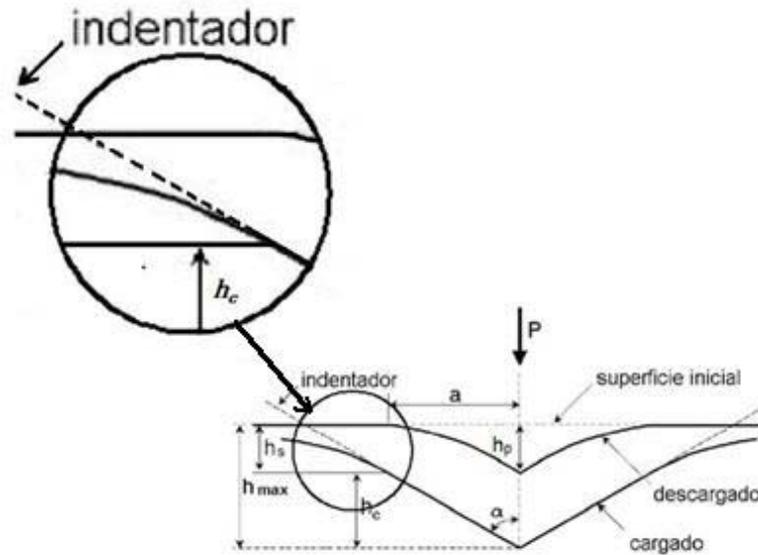


Figura 4.1 Representación esquemática de una indentación Berkovich donde se muestra el efecto de hundimiento del material.

Durante un ensayo de nanoindentación, la carga aplicada (P) y la profundidad de penetración (h) son registradas mientras el indentador penetra y se retira del material. Las curvas de carga versus desplazamiento permiten calcular la dureza, H y el módulo de elasticidad E , del material sin necesidad de visualizar la huella a través de la metodología desarrollada por Oliver y Pharr (Capítulo 3).

4.2 Modelos propuestos para la evaluación del efecto de tamaño de huella (ISE)

Para la evaluación del ISE a partir de datos generados por ensayos de nanoindentación Berkovich se utilizaron los modelos descritos en el Capítulo 2, únicamente teniendo cuidado de hacer las adecuaciones correspondientes con relación al tamaño de huella.

4.2.1 Ley de Meyer

El efecto de tamaño de huella (ISE) es típicamente representado a través de gráficas de dureza H como una función de la carga de indentación P , en donde se observa que el valor de la dureza disminuye a medida que se incrementa la carga, (figura 4.2), hasta alcanzar un valor en el que la dureza se vuelve independiente de la carga. Este efecto ha sido tradicionalmente descrito mediante la aplicación de Ley de Meyer (Gong *et al.*, 1998) y se representa por la ecuación (4.1).

$$P_{\max} = Ah_c^n \quad (4.1)$$

A y n son constantes derivadas de la gráfica bilogarítmica de la carga P versus la profundidad de contacto h_c , el parámetro n es conocido como el índice de Meyer y es considerado como una medida del ISE, de tal forma que un valor de $n < 2$, indica la presencia del ISE, un valor de $n > 2$, indica que la dureza se incrementa a medida que se incrementa la carga de prueba y finalmente, cuando $n = 2$, la dureza es independiente de la carga de indentación. Para este último concepto, la carga de prueba está definida por la Ley de Kick (Zewen and Wanqi, 2007).

$$P_{\max} = Ah_c^2 \quad (4.2)$$

A es una constante que está relacionada con la dureza del material.

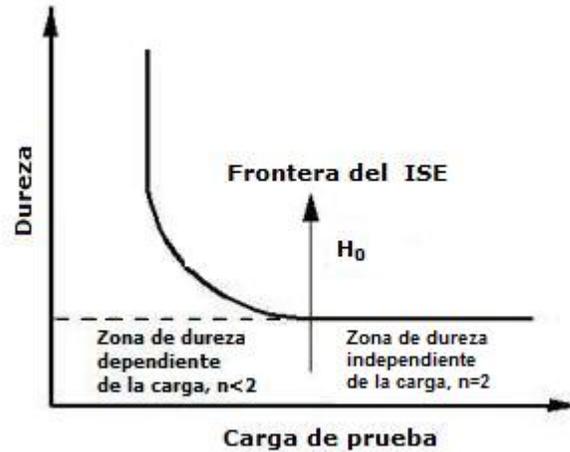


Figura 4.2 Representación esquemática del efecto de tamaño de indentación (ISE), H_0 es el valor de la dureza independiente de la carga.

4.2.2 Aproximación de Hays y Kendall

El modelo de Hays y Kendall es una extensión de la Ley de Kick (Hays and Kendall, 1973). La carga efectiva de indentación (P_{eff}) es descrita por la diferencia entre la carga máxima de indentación (P_{max}) y la carga mínima necesaria para que se inicie la deformación plástica (W), de esta forma, la ecuación (4.2) se reescribe como:

$$P_{eff} = P_{max} - W = A_1 h_c^2 \quad (4.3)$$

La aproximación de Hays y Kendall sugiere que al existir una carga efectiva de indentación (P_{eff}) y esta ser menor que la carga máxima aplicada durante el ensayo (P_{max}), la dureza real del material (H_0) necesariamente será menor que la dureza aparente (H) medida por el instrumento.

4.2.3 Modelo de resistencia proporcional del espécimen (PSR)

A través del modelo PSR (Li and Bradt, 1993) es posible establecer la dependencia de la dureza (H) respecto de la carga de indentación, en donde la carga mínima necesaria para producir la deformación plástica (W) es directamente proporcional a la profundidad de contacto h_c , y la carga efectiva de indentación se define como se muestra en la ecuación (4.4 a).

$$W = a_1 h_c \quad (4.4)$$

$$P_{eff} = P_{max} - W \quad (4.4 a)$$

a_1 está relacionada con la resistencia elástica del espécimen y la fricción en la interfase indentador/espécimen. La relación entre la carga efectiva de indentación y la profundidad de contacto se establece como:

$$P_{max} - a_1 h_c = a_2 h_c^2 \quad (4.5)$$

Substituyendo la ecuación (4.4) en la ecuación (4.5) se reescribe como:

$$P_{max} = a_1 h_c + a_2 h_c^2 \quad (4.6)$$

La ecuación (4.6) puede ser evaluada de manera valida mediante una regresión lineal de P_{max} / h_c versus h_c , la ecuación (4.6) se reescribe como:

$$\left(\frac{P_{max}}{h_c} \right) = a_1 + a_2 h_c \quad (4.6a)$$

a_2 está relacionada con la dureza independiente de la carga (H_0) que puede ser obtenida directamente de la ecuación (4.7).

$$H_0 = \frac{P_{\max} - a_1 h_c}{24.5 h_c} = \frac{a_2}{24.5} \quad (4.7)$$

4.2.4 Modelo Modificado de Resistencia Proporcional del Espécimen (MPSR)

Luego de observar un amplio rango de cargas de indentación en diferentes materiales cerámicos, Gong *et al.* (1998) consideran que el modelo PSR es insuficiente para evaluar los datos experimentales, y que además, tiene algunas inconsistencias ya que la linealidad en la ecuación (4.6), es válida únicamente para un reducido rango de cargas de indentación. Gong *et al.*, (1998) sugirieron que el modelo PSR podría ser modificado de tal forma que se considere el efecto de los esfuerzos residuales en la superficie (a_0) del material de prueba, por lo que la carga de indentación puede ser evaluada como sigue:

$$P_{\max} = a_0 + a_1 h_c + a_2 h_c^2 \quad (4.8)$$

a_1 y a_2 tienen el mismo significado que en el caso del modelo PSR.

4.2.5 Modelo de recuperación elástica (ERM)

El modelo de recuperación elástica se basa en la recuperación que sufre el material al momento que el indentador es removido de la superficie. Esta recuperación elástica indica que el tamaño de la indentación se reduce un cierto grado (Atkinson *et al.*, 1995, Peng *et al.*, 2004), cuando se retira la carga de indentación, lo que hace necesaria una corrección en la medición del tamaño de la indentación para obtener la dureza real del material, como se muestra en la ecuación (4.9).

$$H_0 = k \frac{P_{\max}}{(h_c + h_0)^2} \quad (4.9)$$

h_0 representa la recuperación elástica del material después de la indentación, (h_c) debido a la recuperación elástica [nm], k es una constante que depende de la geometría del indentador [1/24.5] para el caso del indentador Berkovich.

La ecuación (4.9) puede ser modificada como sigue:

$$P_{\max}^{1/2} = X^{1/2} h_c + X^{1/2} h_0 \quad (4.10)$$

$X = H_0/k$, h_0 y X , son obtenidas a partir de la gráfica $P^{1/2}$ versus h_c

4.3 Diseño experimental

En el presente Capítulo, se establece la relación que existe entre la dureza aparente del material en la zona de estudio (H) y la profundidad de contacto entre el indentador y el material de prueba (h_c). La metodología utilizada para establecer dicha relación, se describe a continuación.

4.3.1 Técnica de caracterización

La evaluación de las propiedades mecánicas en las puntas de las aserraciones de la zona de interfase Fe_2B /substrato formada sobre un acero AISI 1018 endurecido superficialmente por difusión de boro, se realizó mediante la técnica de nanoindentación Berkovich (Capítulo 3). La figura 4.3 muestra la forma en que se realizaron realizadas las nanoindentaciones en el material de prueba.

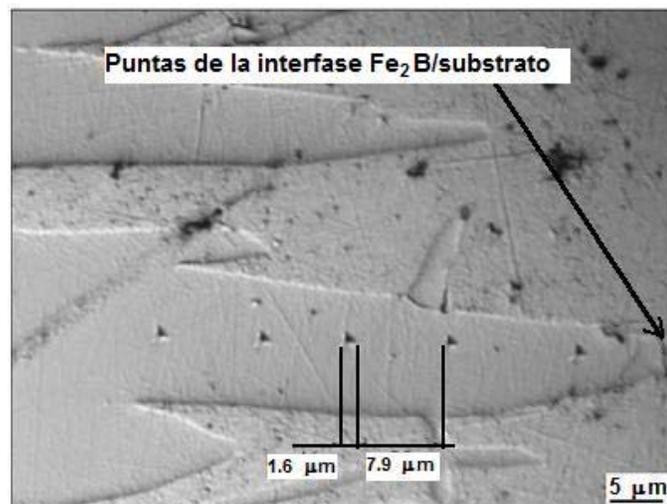


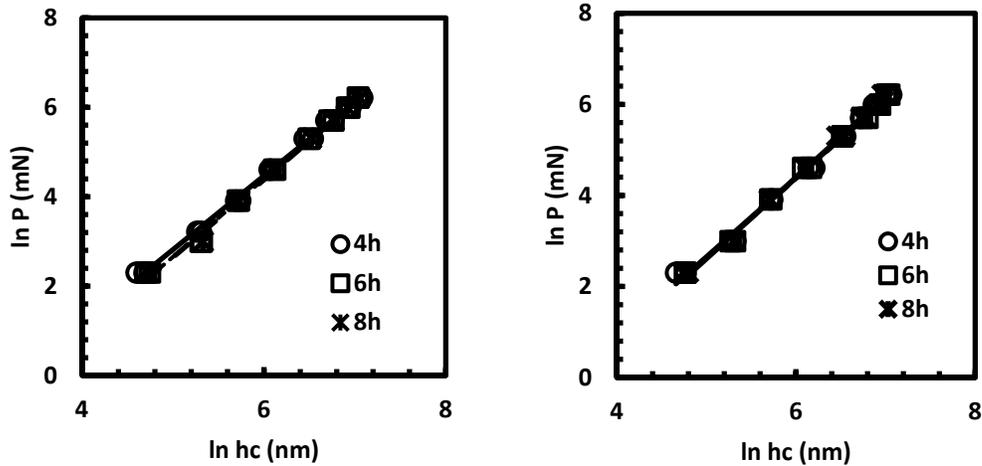
Figura 4.3 Nanoindentaciones realizadas con una carga de 25 mN en la punta de la aserración en la zona de interfase Fe_2B /sustrato de una capa formada sobre un acero AISI 1018, endurecido por difusión de boro, bajo una temperatura de 1243 K y exposición de 6 h

El uso de cargas variables en un rango de 10 a 500 mN, permitió evidenciar la dependencia de la dureza aparente H en las puntas de las aserraciones de la zona de interfase Fe_2B /substrato, en función de la profundidad de contacto h_c entre el indentador y el material de prueba. Es precisamente por dicha dependencia, que se hace necesaria la evaluación del efecto de tamaño de huella (ISE), para determinar un valor de dureza independiente de la carga, que pueda ser considerado como la dureza real (H_0) de la zona de interfase Fe_2B /substrato.

4.4 Resultados y discusiones

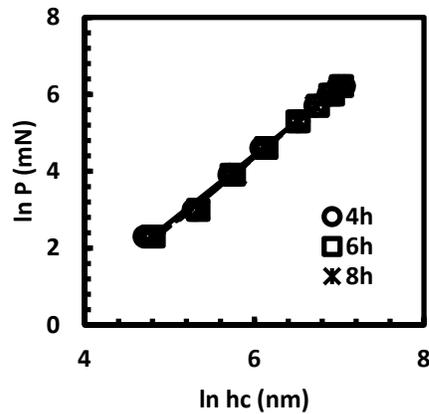
4.4.1 Ley de Meyer

Las gráficas de la figura 4.4 muestran la relación que existe entre la carga de indentación P y la profundidad de contacto h_c graficados en escala bilogarítmica. Los parámetros de la Ley de Meyer A y n son obtenidos a través de estas gráficas, donde la pendiente de las rectas representa el parámetro n , mientras que A se obtiene a través de la intersección de la recta con el eje de las ordenadas.



a)

b)



c)

Figura 4.4 Relación entre la carga de indentación (P) y la profundidad de contacto (h_c) conforme a la Ley de Meyer en la zona Fe_2B /substrato formada a las temperaturas de: a) 1193 K, b) 1243 K y c) 1273 K.

Los valores de los parámetros n y A correspondientes a la Ley de Meyer para las diferentes condiciones experimentales del tratamiento de borurización están resumidos en la Tabla 4.1

Tabla 4.1 Parámetros de Meyer obtenidos para la zona de interfase Fe₂B/substrato formada sobre un acero AISI 1018 endurecido superficialmente por difusión de boro, para las diferentes condiciones de tiempo y temperatura de tratamiento.

Temperatura (K)	Tiempo (h)	n	A (mN/nm ^{n}) X 10 ⁻⁴	R ²
1193	4	1.65	4.40	0.9970
	6	1.70	3.06	0.9992
	8	1.69	3.11	0.9994
1243	4	1.73	2.41	0.9942
	6	1.74	2.28	0.9969
	8	1.78	1.87	0.9956
1273	4	1.73	2.30	0.9917
	6	1.80	1.60	0.9975
	8	1.82	1.40	0.9974

Las gráficas de la figura 4.4 muestran una buena correlación entre los datos experimentales.

Los resultados mostrados en la Tabla 4.1 indican que el valor de n es en todos los casos, menor que dos, este comportamiento evidencia la presencia del ISE para el conjunto de datos experimentales propuesto. La existencia de dicho efecto puede ser atribuido a muchos factores relacionados con las características de la zona evaluada, tales como: defectos microestructurales de la capa, principalmente por porosidad e inclusiones no metálicas, así como por el agrietamiento que sufre el material en los vértices de la indentación. Por otra parte, la presencia de esfuerzos residuales inducidos por la formación de las capas, especialmente en esta zona crítica del frente

de crecimiento, puede influir en la presencia del ISE. El efecto de la fricción del indentador con el material al momento de realizar la indentación, así como la recuperación elástica que experimenta el material al retirar la carga, son algunos de los factores que pueden ocasionar el ISE. Además, en los resultados mostrados, se observa que el valor de n parece incrementarse de manera directa en función de la temperatura de tratamiento. Este comportamiento puede atribuirse a que las capas se vuelven más compactas conforme se incrementa la temperatura de tratamiento, lo que ocasiona que la dureza aparente del material sea más homogénea y más aproximada al valor de la dureza real del material de estudio.

4.4.2 Aproximación de Hays y Kendall

De acuerdo con el concepto desarrollado por Hays y Kendall (1973), el valor de la resistencia que opone el espécimen de prueba durante el ensayo (W) y del parámetro A_1 se obtienen a través de graficar P_{max} vs d^2 como lo muestra la figura 4.5.

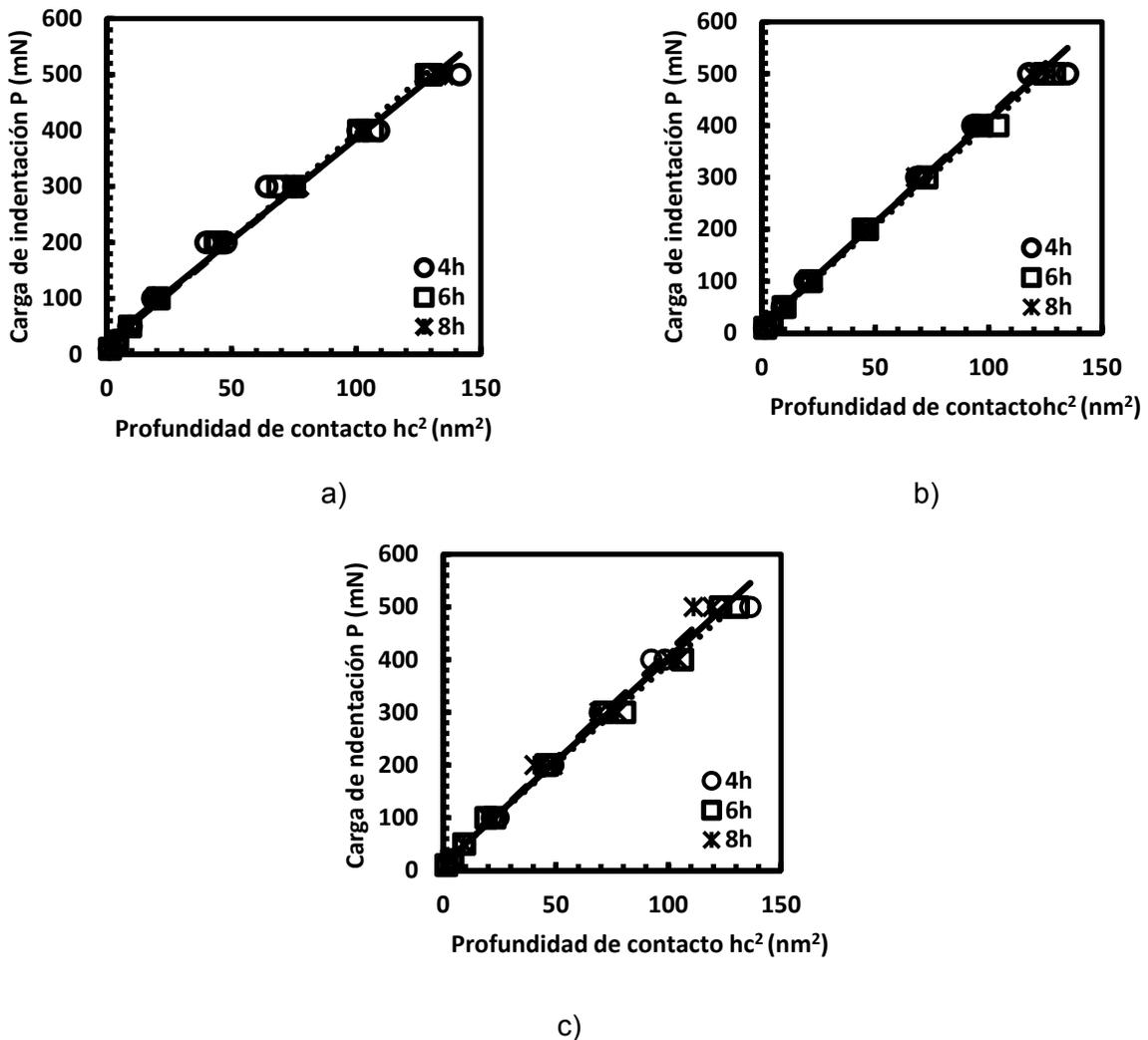


Figura 4.5 Relación entre la carga de indentación (P_{max}) y el cuadrado de la profundidad de contacto (hc^2) de acuerdo con el modelo de Hays y Kendall (1973), en la zona Fe_2B /substrato formada sobre un acero AISI 1018 endurecido superficialmente por difusión de boro a las temperaturas de tratamiento de: a) 1193 K, b) 1243 K y c) 1273 K.

A_1 es la pendiente de la recta, mientras que W se obtiene de la intersección de la recta con el eje de las ordenadas conforme a la figura 4.5.

La Tabla 4.2 resume los valores de los parámetros de la aproximación de Hays y Kendall.

Tabla 4.2 Valores de los parámetros de Hays y Kendall (1973) obtenidos para la zona de interfase Fe_2B /substrato formada sobre un acero AISI 1018 endurecido por difusión de boro a las diferentes condiciones de tiempo y temperatura de tratamiento.

Temperatura (K)	Tiempo (h)	W (mN)	A_1 (mN/nm ² × 10 ⁻⁴)	n_w	H_0 (GPa)	R^2
1193	4	22.90	3.63	2.07	14.81	0.9873
	6	16.64	3.78	2.004	15.42	0.9957
	8	16.47	3.69	1.927	15.06	0.9973
1243	4	11.41	3.91	2.15	15.95	0.9925
	6	13.05	3.91	2.20	15.95	0.9950
	8	9.95	4.04	2.17	16.48	0.9904
1273	4	14.58	3.95±.	1.98	16.16	0.9956
	6	11.07	3.89	1.96	15.87	0.9971
	8	8.65	4.08	1.98	16.65	0.9961

Los resultados mostrados en la Tabla 4.2 indican que los valores n_w se encuentran muy cercanos a dos para todas las condiciones de tratamiento. Sin embargo, el valor estimado de la resistencia del espécimen al inicio de la deformación plástica (W), resulta en un rango de 8.65 a 22.9 mN. Estos valores son muy elevados en relación con la carga mínima utilizada dentro del conjunto de cargas de experimentación propuestas para este trabajo (10 mN), por lo que no pueden ser aceptados como válidos. Por tal motivo, el modelo de Hays y Kendall (1973), no es válido para la evaluación del ISE en la zona de las aserraciones de la capa Fe_2B .

4.4.3 Modelo de Resistencia Proporcional del Espécimen (PSR)

Los valores de los parámetros a_1 y a_2 (descritos anteriormente), son obtenidos de la gráfica P/h_c versus h_c , de acuerdo con el modelo de PRS, como se muestra en la figura 4.6 a_2 está representado por la pendiente de la recta, mientras que a_1 se obtiene de la intersección de la recta con en eje de las ordenadas.

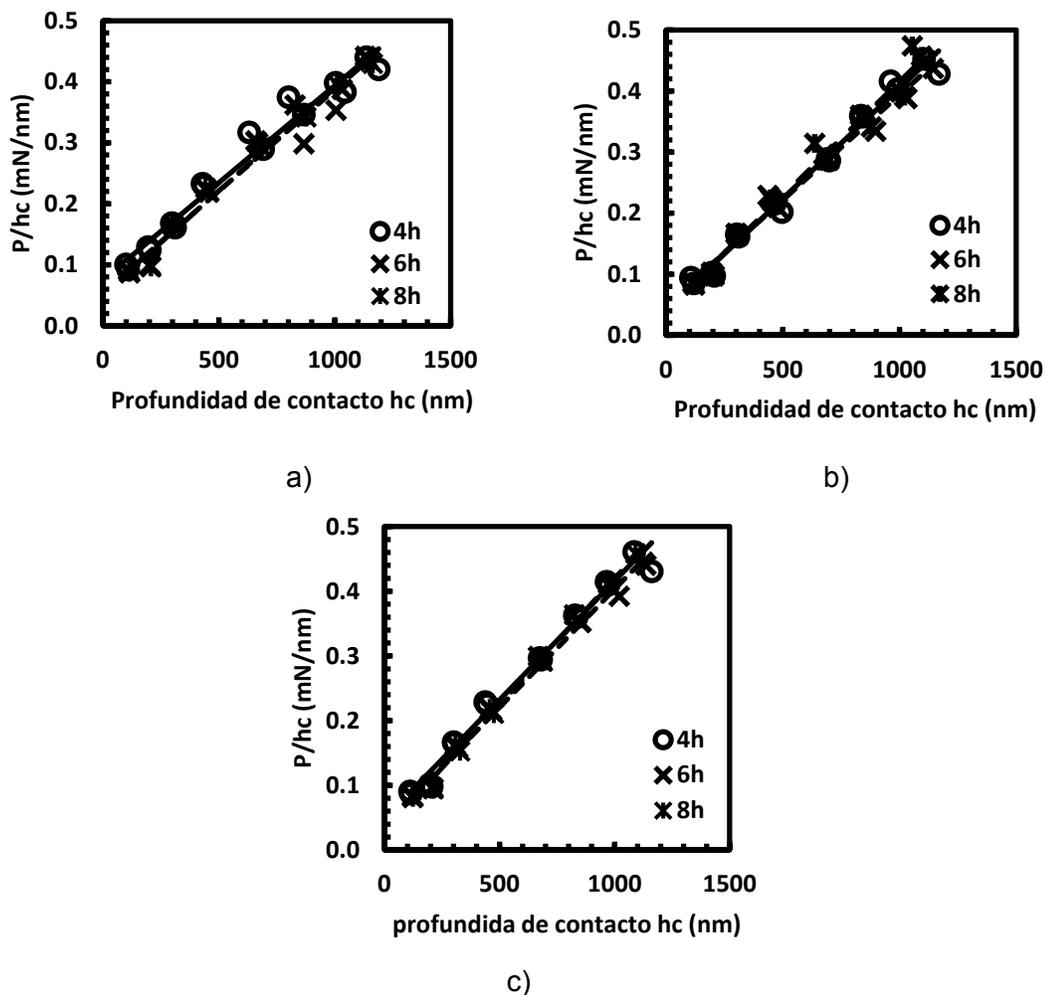


Figura 4.6 Relación entre la razón de (P/h_c) y la profundidad de contacto (h_c) conforme al modelo PSR en la zona de interfase Fe_2B /substrato formada a temperaturas de exposición de: a) 1193 K, b) 1243 K y 1273 K

Los resultados obtenidos para el conjunto de datos experimentales, se resumen en la Tabla 4.3.

Tabla 4.3 Valores de los parámetros del modelo PSR para la zona de interfase Fe₂B/substrato formada sobre un acero AISI 1018 endurecido por difusión de boro, a las diferentes condiciones de tiempo y temperatura de tratamiento.

Temperatura (K)	Tiempo (h)	a_1 (mN/nm)	a_2 (mN/nm ² X 10 ⁻⁴)	P_c (mN)	h_{oc} (nm)	H_0 (GPa)	R ²
1193	4	0.0751	3.2	433.9	1189.4	12.5	0.9691
	6	0.060	3.2	417.5	1132.1	13.3	0.9916
	8	0.060	3.3	429.8	1163.9	12.9	0.9946
1243	4	0.042	4.0	489.5	1104.4	16.32	0.9851
	6	0.049	3.0	391.9	1143.9	12.24	0.9848
	8	0.041	4.0	479.8	1093.0	16.32	0.9767
1273	4	0.048	4.0	470.8	1084.9	16.32	0.9845
	6	0.038	4.0	386.8	1135.5	16.32	0.9919
	8	0.029	4.0	475.6	1090.4	16.32	0.9934

Los valores obtenidos para los parámetros a_1 y a_2 , así como la correlación que existe entre los puntos de las gráficas mostradas en la figura 4.6, indican que el modelo PSR es aplicable para la explicación del ISE en aceros borurados, ya que los valores de a_1 son en todos los casos positivos y son razonablemente bajos, lo que sugiere que la resistencia del espécimen al inicio de la deformación plástica estará en todos los casos por debajo de la carga mínima aplicada para el conjunto de datos experimentales. Los resultados mostrados en la Tabla 4.3, indican que la dureza en las puntas de las aserraciones de la zona de interfase Fe₂B/substrato depende claramente de la carga aplicada, hasta un valor crítico P_c donde H_0 se vuelve independiente de la carga de prueba P , siempre que se respeten las consideraciones descritas por la norma ASTM-E 384, 2005 y se tenga cuidado de evitar la influencia del substrato.

La dureza independiente de la carga H_0 , se encuentra en el rango de 12.5 GPa para una temperatura de 1193 K con un tiempo de tratamiento de 4 h, y de 16.32 GPa para las condiciones de temperatura de 1243 y 1273 K en todos los tiempos de exposición. Los valores de dureza obtenidos se encuentran dentro del rango esperado para la zona compacta de la capa Fe_2B . Este comportamiento indica que las propiedades mecánicas en las puntas de las aserraciones de la zona de interfase Fe_2B /substrato, evaluadas mediante la técnica de nanoindentación Berkovich, parecen ser similares a las obtenidas por microindentación Vickers, en la zona compacta de la capa Fe_2B (valores presentados en el Capítulo 2).

4.4.4 Modelo Modificado de Resistencia Proporcional del Espécimen (MPSR)

De acuerdo con Gong *et al.*, (2009), (citado en Peng *et al.*, 2004), los parámetros a_0 , a_1 , y a_2 (descritos con anterioridad), correspondientes al modelo MPSR, son obtenidos a través de graficar en forma polinomial la carga de prueba P contra la profundidad de contacto h_c , como se presenta en la figura 4.7.

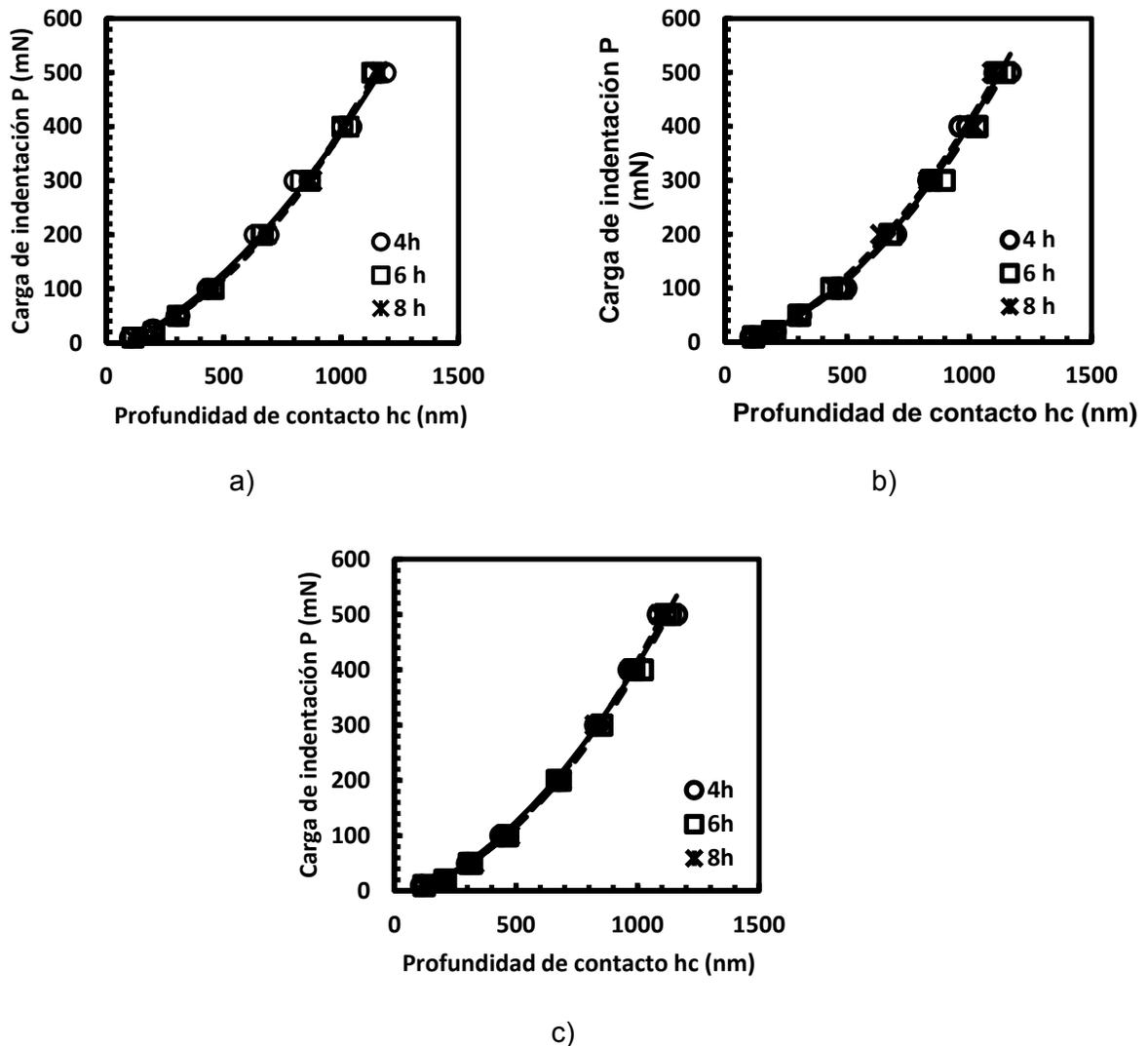


Figura 4.7 Relación entre la carga de indentación (P) y la profundidad de contacto (h_c), conforme al MPSR, en la zona de interfase Fe_2B /substrato formada a temperaturas de exposición de a) 1193 K, b) 1243 K, y c) 1273 K.

Los valores de los parámetros del MPSR, obtenidos para las diferentes condiciones de tratamiento, se resumen en la Tabla 4.4.

Tabla 4.4 Parámetros del modelo MPSR y valores de la dureza real H_0 obtenidos en la zona de interfase Fe_2B /substrato formada sobre un acero AISI 1018 endurecido por difusión de boro a las diferentes condiciones de tiempo y temperatura de tratamiento.

Temperatura (K)	Tiempo (h)	a_1 (mN/nm)	a_2 (mN/nm ²) $\times 10^{-4}$	a_0 (mN)	H_0 (GPa)	R^2
1193	4	0.18	2.2	-18.7	8.74	0.9937
	6	0.11	2.9	-9.7	11.29	0.9981
	8	0.10	2.9	-7.9	11.25	0.9987
1243	4	0.10	3.0	-9.9	12.24	0.9943
	6	0.08	3.0	-4.2	12.24	0.9961
	8	0.13	3.0	-13.0	12.24	0.9907
1273	4	0.13	3.0	-14.8	12.24	0.9950
	6	0.09	3.0	-8.6	12.24	0.9988
	8	0.08	3.0	-8.9	12.24	0.9984

En las gráficas presentadas en la figura 4.7, se observa una buena correlación entre la carga de indentación y el tamaño de huella por arriba del 0.99. Estos valores avalan la credibilidad del MPSR para la explicación del ISE. Los valores obtenidos para la constante a_0 , que representa los esfuerzos residuales ocasionados por el efecto del trabajo mecánico sobre la superficie del material evaluado, son negativos en todas las condiciones de tiempo y temperatura de tratamiento. El signo negativo sugiere que dichos esfuerzos, son de tipo compresivo. La dureza real (H_0) estimada mediante este modelo, se encuentra en un rango de 8.7 a 11.29 GPa para la temperatura de 1193 K. Sin embargo, para el resto de las condiciones de temperatura y tiempo de tratamiento, la dureza real (H_0) permanece constante en 12.24 GPa. Los resultados evidencian la

dependencia de las propiedades mecánicas de la zona Fe_2B /substrato en relación a los parámetros experimentales de tiempo y temperatura de tratamiento. Este comportamiento se explica porque a medida que se incrementan el tiempo y la temperatura de tratamiento, aumenta la orientación de los granos de Fe_2B en dirección con el substrato, obteniendo una textura cristalográfica preferencial de crecimiento [001]. Esta orientación de crecimiento preferencial del boruro de hierro contribuye a que la capa Fe_2B sea más homogénea, y por ende, incrementa su dureza (Byakova, 1993). Los resultados obtenidos, indican que el MPSR proporciona una explicación satisfactoria para el ISE evaluado en las puntas de las aserraciones de la interfase Fe_2B /substrato.

4.4.5 Modelo de Recuperación Elástica (ERM)

De acuerdo con Tarkanian *et al.* (1973), los valores de los parámetros del modelo de recuperación elástica X y h_0 son obtenidos al graficar $P^{1/2}$ vs h_c , como se muestra en la figura 4.8.

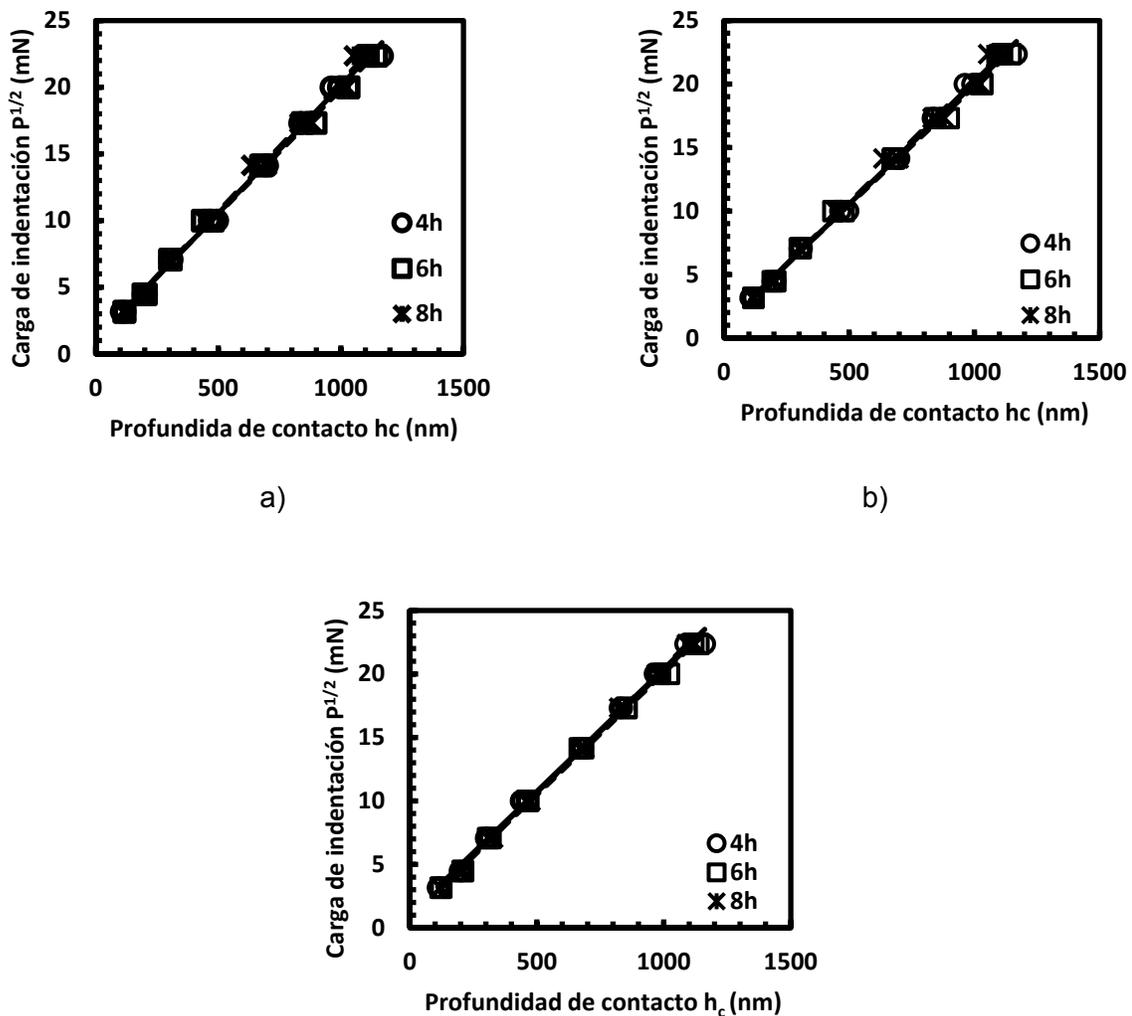


Figura 4.8 Relación entre la raíz cuadrada de la carga de indentación ($P^{1/2}$) en función de la profundidad de contacto (h_c) conforme al ERM, en la zona de interfase Fe_2B /substrato formada a las temperaturas de exposición de: a) 1193 K, b) 1243 K y c) 1273 K.

Los valores de los parámetros del modelo de recuperación elástica están resumidos en la Tabla 4.5.

Tabla 4.5 Valores de los parámetros del ERM, obtenidos para la zona de interfase Fe₂B/substrato formada sobre un acero AISI 1018 endurecido superficialmente por difusión de boro para las diferentes condiciones de tiempo y temperatura de tratamiento.

Temperatura (K)	Tiempo (h)	X (mN/nm ² X 10 ⁻⁴)	h_0 (nm)	H_0 (GPa)	R ²
1193	4	3.24	93.0	13.22	0.9945
	6	3.24	75.3	13.22	0.9984
	8	3.24	76.7	13.22	0.9995
1243	4	3.61	49.9	14.73	0.9969
	6	3.50	60.4	14.27	0.9968
	8	3.61	48.5	14.73	0.9949
1273	4	3.61	55.9	14.73	0.9966
	6	3.61	45.3	14.73	0.9985
	8	3.61	33.8	14.27	0.9986

Conforme a los resultados mostrados en la Tabla 4.5, la dureza real (H_0) en la zona de interfase Fe₂B/substrato, parece estar influenciada por la temperatura de tratamiento. Este comportamiento se explica porque la orientación cristalográfica en el plano [001] aumenta conforme se incrementan el tiempo y la temperatura de tratamiento, por lo que la capa Fe₂B se vuelve más homogénea, contribuyendo a que se incremente su dureza (Byakova, 1993).

La correlación que presentan los puntos de las gráficas está en un rango de 0.9945 a 0.9986, lo que es indicativo de que el modelo es aceptable. Los valores obtenidos para el factor de corrección por la recuperación elástica del material (h_0) son en todos los casos, menores que el valor de la profundidad de contacto (h_c). Estos resultados indican que el modelo de recuperación elástica propuesto por Tarkanian *et al.* (1973),

proporciona una buena explicación al origen del ISE, en donde dicho efecto es originado por la recuperación elástica que sufre el material al una vez que el indentador es removido..

Los valores de dureza real o independiente de la carga (H_0), obtenidos mediante este modelo, se encuentran en el rango de 13.22 GPa, para una temperatura 1193 K y un tiempo de tratamiento de 4 h y de 14.73 GPa para el resto de las condiciones de tratamiento.

4.5 Conclusiones

Los valores de dureza obtenidos mediante la técnica de nanoindentación Berkovich evaluada en las puntas de las aserraciones de la zona de interfase capa/substrato, mostraron ser altamente dependientes de la profundidad de contacto (h_c) entre el indentador y el material de prueba, generada durante el ensayo.

La dureza independiente o dureza real (H_0) evaluada en las puntas de las aserraciones de la zona de interfase Fe_2B /substrato, a través de los modelos ER, PSR y MPSR son dependientes de los parámetros experimentales de tiempo y temperatura y del modelo que se utilice para su evaluación.

El modelo propuesto por Hays y Kendall, (1973), no fue aceptable para la evaluación del ISE, debido a que los valores de la carga mínima necesaria para el inicio de la deformación plástica (W), resultaron demasiado elevados en comparación con los valores de la carga mínima aplicada durante el ensayo (10 mN).

Los valores de dureza real (H_0) evaluados por la técnica de nanoindentación Berkovich en las puntas de las aserraciones de la zona de interfase Fe_2B /substrato, a través de los diferentes modelos seleccionados se encuentran en un rango de 8.7 a 16.7 GPa mientras que en la zona pura de la capa la dureza está en un rango de 7.6 a 15.8 GPa

(ver Capítulo 2). Estos valores sugieren que las propiedades mecánicas de ambas zonas de la capa Fe_2B son semejantes.

En base a los resultados obtenidos se puede concluir que el modelo MPSR y el ERM son los que proporcionan la mejor explicación para la existencia del ISE. Por una parte, el modelo MPSR, incluye los esfuerzos residuales inducidos por el trabajo mecánico, así como la resistencia del material a la deformación plástica, lo que parece ocasionar una disminución en la carga efectiva de indentación, y por ende, una disminución en la dureza de la capa. El modelo de Recuperación Elástica por su parte, basa su explicación en función de la recuperación elástica del material al momento que la carga es retirada del indentador. Los resultados de dureza obtenidos a través de este modelo son consistentes en el sentido de que la dureza alcanza un valor independiente de la carga.

Estos resultados adquieren relevancia, ya que no se ha encontrado en la literatura, evidencia de estudios previos realizados en esta zona crítica de las capas de boruro de hierro tipo Fe_2B .

4.6 Referencias bibliográficas

Atkinson M (1995), "Examination of reported size effects in ultra-micro-indentation testing", *J Mater Sci*, 30, 1728-1732.

Byakova, A V (1993) "Influence of texture on the strength and supporting capacity of boride coatings", *Powder Metall Met C+*, 32, 314-320.

Gong J, Wu J and Guan Z (1998), "Description of the indentation size effect in hot-pressed silicon-nitride-based ceramics", *J Mater Sci Lett* 17, 473–475.

Gong J, Wu J and Guan Z (1999), "Examination of the Indentation Size Effect in Low-load Vickers Hardness Testing of Ceramics", *J Eur Ceram Soc*, 19, 2625-2631.

Hays C and Kendall E G (1973), "An analysis of Knoop microhardness", *Metallography*, 6, 275–282.

Li H and Bradt R C (1993), "The microhardness indentation load/size effect in rutile and cassiterite single crystals", *J Mater Sci*, 28, 917–926.

Peng Z, Gong J and Miao H (2004), "On the description of indentation size effect in hardness testing for ceramics: Analysis of the nanoindentation data", *J Eur Ceram Soc*, 24, 2193-2201

Standard Test Method for Microindentation Hardness of Materials ASTM E384 - 2005.

Tarkanian M L, Neumann, J P and Raymond L (1973), "Determination of the temperature dependence of {100} and {112} slip in tungsten from Knoop hardness measurements". In *The Science of Hardness Testing and Its Research Applications*, ed. J H Westbrook and H. Conrad American Society for Metals, Metal Park, OH, 187–198.

Zewen W and Wanqi J (2007), "Microhardness of $Hg_{1-x}Mn_xTe$ ", *Mater Sci Eng, A*, 452-453, 508-511.

Capítulo 5

Estimación de la tenacidad a la fractura y los esfuerzos residuales a partir del ensayo de nanoindentación Berkovich en la zona de interfase Fe₂B/substrato

El Capítulo 5 presenta una metodología que permite evaluar la tenacidad a la fractura K_c y los esfuerzos residuales a través de la longitud de las grietas generadas en los vértices de las indentaciones producidas por la técnica de nanoindentación Berkovich. El ensayo fue aplicado en las puntas de las aserraciones de la zona de interfase Fe₂B/substrato de un acero AISI 11018 endurecido superficialmente por difusión de boro.

5.1 Introducción

La tenacidad a la fractura de las capas de boruros de hierro tipo FeB y Fe₂B formados sobre la superficie de diferentes aceros, mediante la difusión de boro, ha sido ampliamente analizada por diferentes investigadores (Campos-Silva *et al.*, 2010 a) mediante el método de microfractura por indentación (IM). La utilización de indentadores agudos durante las pruebas de indentación, permite inducir grietas de tamaño y forma controladas. La morfología de las grietas dependerá de la carga de indentación, la geometría del indentador y la tenacidad del material. El tipo de grieta más común cuando se están evaluando materiales frágiles, es del tipo radial media o half-penny (figura 1a) (Anstis *et al.*, 1981); mientras que en materiales con una tenacidad muy alta o cuando se aplican cargas de indentación muy bajas, las grietas que se generan serán del tipo Palmqvist (figura 1b). La transición entre estas dos configuraciones tiene lugar cuando la carga de indentación se incrementa.

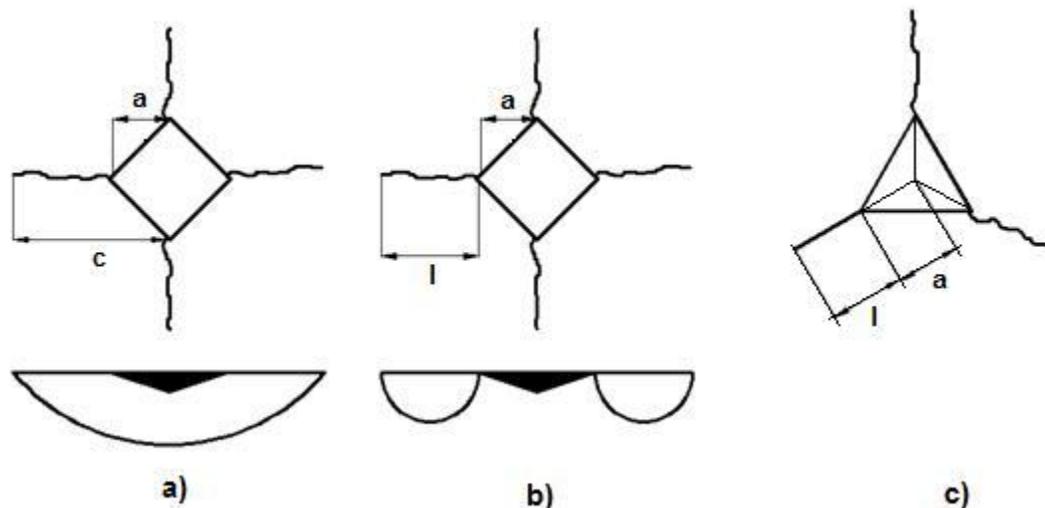


Figura 5.1 Grietas generadas por indentación tipo a) Radial media (half-penny), b) Palmqvist y c) Radial-media en indentaciones Berkovich, a es la mitad de la diagonal de indentación, l es la longitud de la grieta y $c = a + l$.

Las grietas generadas en los vértices de una indentación Vickers o Berkovich se detienen cuando la tensión residual en la punta de la grieta alcanza el equilibrio con K_c , por lo que, en materiales frágiles, K_c puede ser estimada midiendo la longitud de las grietas (l) inducidas por la indentación.

Una de las expresiones utilizadas para determinar K_c mediante el método de fractura por indentación para grietas radiales, es la propuesta por Anstis *et al.*, (1981), que relaciona la geometría del indentador y la morfología de la grieta (Anstis *et al.*, 1981, Niihara *et al.*, 1983, Laugier, 1987):

$$K_c = X \frac{P}{c^{3/2}} = \zeta_v^R \left(\frac{E}{H} \right)^{1/2} \frac{P}{c^{3/2}} \quad (5.1)$$

P es la carga de indentación (mN), c es la longitud de la grieta desde el centro de la indentación [μm], E el modulo de elasticidad (GPa), H es la dureza (GPa) y ζ_v^R es una constante relacionada con la geometría del indentador y con la geometría de la grieta. Los valores para la constante ζ_v^R que han sido propuestos por Anstis *et al.* (1981) para indentadores Vickers y Berkovich es de 0.016 ± 0.004 .

Para el caso de un sistema de agrietamiento tipo Palmqvist, Laugier, (1987) propuso la expresión (5.2) para evaluar K_c

$$K_c = X_v \left(\frac{a}{l} \right)^{1/2} \left(\frac{E}{H} \right)^{2/3} \frac{P}{c^{3/2}} \quad (5.2)$$

a es la mitad de la diagonal de la huella de indentación (μm), l es la longitud de la grieta (μm) (figura 1b) y X_v es una constante evaluada en 0.015 a partir del ajuste de la

ecuación (5.2) para los datos previamente generados por Anstis *et al.*, (1981) utilizando indentadores Vickers.

La aplicación de la expresión (5.1) está limitada a grietas radiales, por lo que deberá cumplir la condición $c \geq 2a$. Este sistema de grietas es fácilmente aplicable a la geometría simétrica de un indentador Vickers. Sin embargo, para el caso de indentadores agudos tales como Berkovich o cubico, con geometría no simétrica, la aplicación de la ecuación de Anstis *et al.* (1981) en este caso, resulta dudosa. Hay que destacar que las expresiones anteriores fueron desarrolladas y aplicadas para indentación en materiales frágiles policristalinos, por lo que su empleo en nanoindentación de fases cristalinas aisladas no es directo. En este sentido, Casellas *et. al.* (2007) han evaluado las propiedades mecánicas de carburos primarios de varios aceros grado herramienta, demostrando que la expresión de Laugier, (1987) con $X_v = 0.016$, permite mejores resultados para su evaluación mediante el uso de indentadores tipo Berkovich.

5.2 Tenacidad a la fractura y esfuerzos residuales

5.2.1 Modelo de Marshall y Lawn

Marshall y Lawn, (1981) sugieren un modelo matemático que relaciona la carga de indentación P , la longitud de la grieta radial c , los esfuerzos residuales en la superficie σ y la tenacidad a la fractura K_c mediante la expresión:

$$\frac{PX_r}{c^{3/2}} = K_c - 2\sigma(c/\pi)^{1/2} \quad (5.3)$$

σ es el esfuerzo residual en la superficie (GPa), X_r es una constante relacionada con la geometría del indentador, para el caso del indentador Berkovich es de $0.016\left(\frac{E}{H}\right)^{1/2}$. P , E , H y c son obtenidos experimentalmente a través de los ensayos de nanoindentación.

Los valores de σ y K_c son obtenidos de la gráfica $\frac{PX_r}{c^{3/2}}$ versus $2(c/\pi)^{1/2}$, en donde σ es la pendiente de la recta, mientras que K_c es el punto de intersección de la recta con el eje de las abscisas.

5.3 Diseño experimental

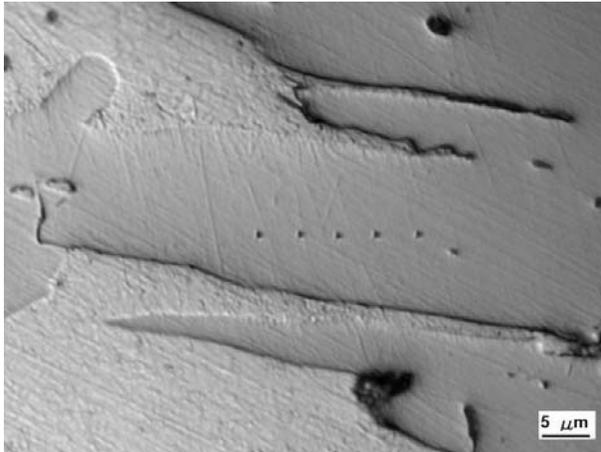
Para la evaluación de la tenacidad a la fractura K_c y los esfuerzos residuales σ mediante el modelo de Marshall y Lawn (1977), es imprescindible la generación de grietas durante los ensayos de indentación.

El análisis de las huellas de indentación reveló que las cargas entre 10 y 100 mN, no generaron grietas, por lo que no fueron consideradas para la evaluación de la tenacidad a la fractura (K_c) y los esfuerzos residuales (σ). Únicamente se utilizaron las huellas generadas con cargas de 200, 300, 400 y 500 mN.

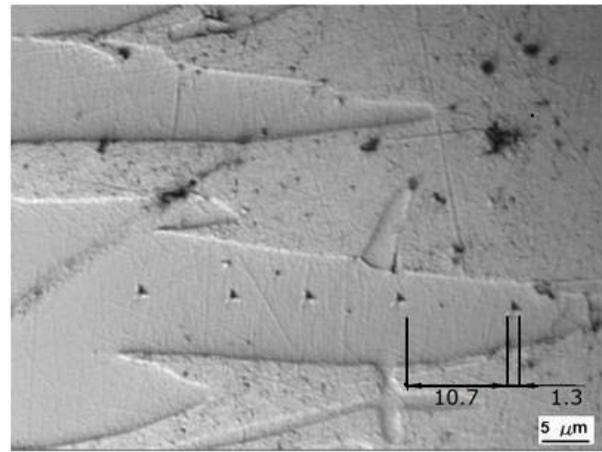
La metodología para la realización del análisis de tenacidad a la fractura y esfuerzos residuales se describe a continuación.

5.3.1 Selección de las cargas de indentación, para la generación de grietas

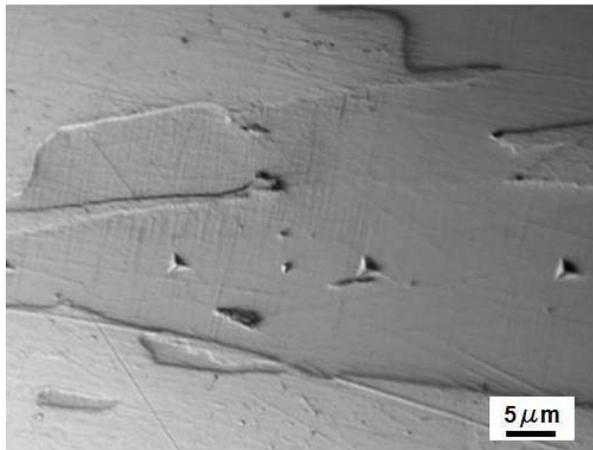
En el Capítulo 3 de este trabajo de tesis, se describió la técnica de nanoindentación Berkovich, así como su utilización para la evaluación de la dureza en las puntas de las aserraciones de la zona de interfase Fe_2B /sustrato. Las cargas que se utilizaron fueron de 10, 25, 50, 100, 200, 300, 400 y 500 mN. Se remarca que las cargas de 10 a 100 mN (figura 5.2), no generaron grietas en la superficie del material, por lo que fueron descartadas para la aplicación del modelo. Así mismo, se realizó la observación de grietas, tomando en consideración todos los tiempos de tratamiento por cada temperatura de borurización.



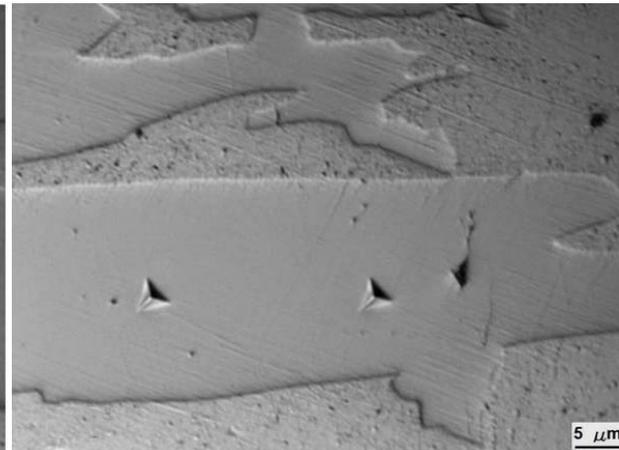
a)



b)



c)



d)

Figura 5.2 Indentaciones Berkovich realizadas en las puntas de las aserraciones de la zona de interfase Fe_2B /substrato, con cargas de: a) 10 mN, b) 25 mN, c) 50 mN y d) 100 mN.

5.3.2 Medición de grietas

La medición de las grietas generadas en los vértices de las indentaciones Berkovich se realizó con la ayuda de un analizador de imágenes utilizando el software especializado Image Pro-Plus, como se observa en la figura 5.3.

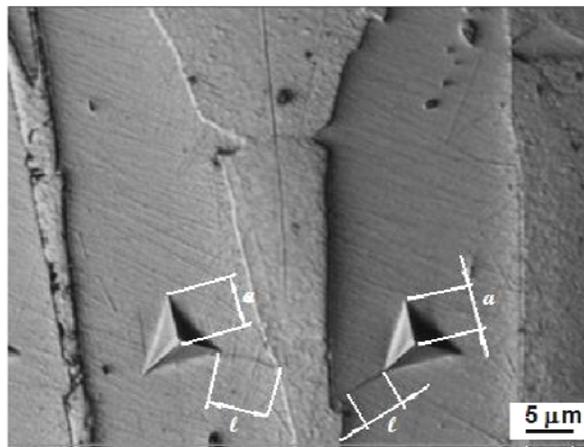


Figura 5.3 Medición de grietas y diagonales de indentación de las huellas generadas por nanoindentación Berkovich en las puntas de las aserraciones de la capa Fe_2B empleando una carga de 500 mN.

5.4 Resultados y discusiones

Los resultados de las mediciones de las grietas generadas en los vértices de las indentaciones se resumen en las tablas 5.1 a 5.3.

Tabla 5.1 Valores de los parámetros para el modelo de Marshall y Lawn (1977) en función de las cargas de indentación aplicadas en las puntas de las aserraciones de la zona de interfase Fe₂B/substrato formada a una temperatura de tratamiento de 1193 K.

Carga (mN)	a (μm)	l (μm)	c (μm)	X_r	$\frac{PX_r}{c^{3/2}}$ (mN/ $\mu\text{m}^{3/2}$)	$2\left(\frac{c}{\pi}\right)^{1/2}$ ($\mu\text{m}^{1/2}$)
200	2.92±0.16	1.25±0.28	4.17±0.13	0.067	1.57	2.30
300	3.66±0.57	2.54±0.32	6.20±0.38	0.071	1.38	2.81
400	4.5±0.17	2.79±0.45	7.29±0.61	0.069	1.40	3.04
500	5.5±0.67	4.3±0.57	9.80±0.43	0.071	1.16	3.53

Tabla 5.2 Valores de los parámetros para el modelo de Marshall y Lawn (1977) en función de las cargas de indentación aplicadas en las puntas de las aserraciones de la zona de interfase Fe₂B/substrato formada a una temperatura de tratamiento de 1243 K.

Carga (mN)	a (μm)	l (μm)	c (μm)	X_r	$\frac{PX_r}{c^{3/2}}$ (mN/ $\mu\text{m}^{3/2}$)	$2\left(\frac{c}{\pi}\right)^{1/2}$ ($\mu\text{m}^{1/2}$)
200	2.60±0.14	1.49±0.21	4.09±0.005	0.068	1.64	2.28
300	3.72±0.14	2.11±0.29	5.83±0.31	0.068	1.45	2.72
400	4.30±0.21	2.82±0.24	7.12±0.06	0.065	1.37	3.01
500	5.39±0.85	4.61±0.65	10.00±0.57	0.073	1.15	3.57

Tabla 5.3 Valores de los parámetros para el modelo de Marshall y Lawn (1977) en función de las cargas de indentación aplicadas en las puntas de las aserraciones de la zona de interfase Fe₂B/substrato formada a una temperatura de tratamiento de 1273 K.

Carga (mN)	a (μm)	l (μm)	c (μm)	X_r	$\frac{PX_r}{c^{3/2}}$ (mN/μm ^{3/2})	$2\left(\frac{c}{\pi}\right)^{1/2}$ (μm ^{1/2})
200	2.52±0.11	1.50±0.09	4.02±0.01	0.067	1.67	2.26
300	3.81±0.33	2.61±0.40	6.42±0.29	0.072	1.33	2.86
400	5.14±0.77	3.17±0.42	8.31±0.83	0.071	1.19	3.25
500	5.49±0.17	4.34±0.27	9.83±0.24	0.066	1.07	3.54

Con los resultados obtenidos de la medición de las grietas (l) y de las diagonales (a) generadas en los vértices de las huellas de indentación, es posible realizar las gráficas

$\frac{PX_r}{c^{3/2}}$ versus $2\left(\frac{c}{\pi}\right)^{1/2}$ para evaluar los esfuerzos residuales σ y la tenacidad a la fractura

K_c , como se muestra en las graficas de las figuras 5.4 a 5.6.

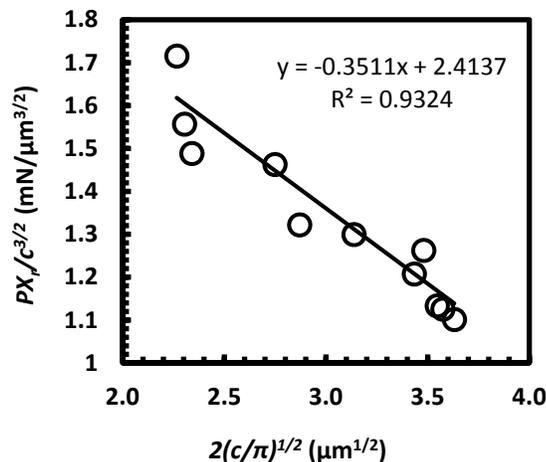


Figura 5.4 Relación entre $PX_r/c^{3/2}$ y $2\left(c/\pi\right)^{1/2}$ para la estimación de σ y K_c en la zona de interfase Fe₂B/substrato formada a una temperatura de 1193 K.

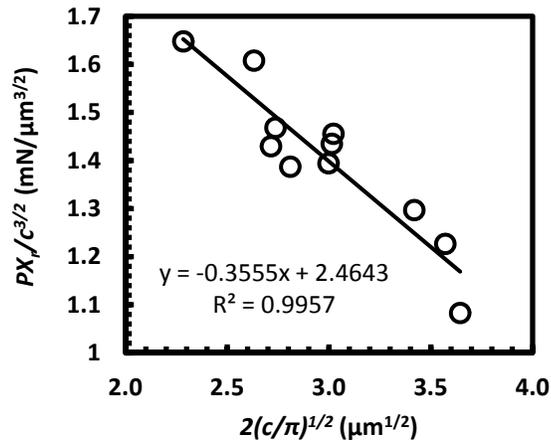


Figura 5.5 Relación entre $PX_r/c^{3/2}$ y $2(c/\pi)^{1/2}$ para la estimación de σ y K_c en la zona de interfase Fe_2B /substrato formada a una temperatura de 1243 K.

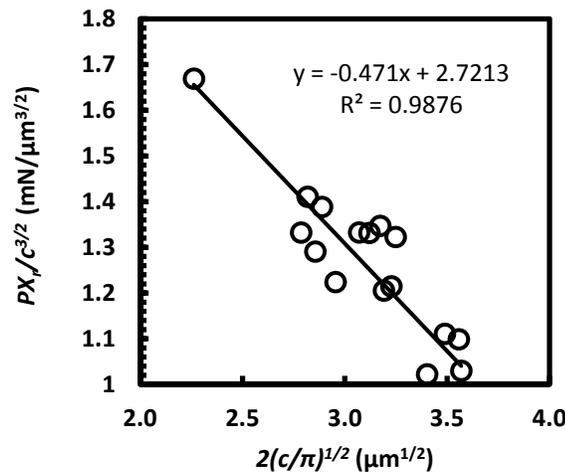


Figura 5.6 Relación entre $PX_r/c^{3/2}$ y $2(c/\pi)^{1/2}$ para la estimación de σ y K_c en la zona de interfase Fe_2B /substrato formada a una temperatura de 1273 K.

Los resultados obtenidos para los esfuerzos residuales σ y la tenacidad a la fractura K_c en las puntas de las aserraciones de la zona de interfase Fe₂B/substrato, se resumen en la tabla 5.4.

Tabla 5.4 Valores de σ y de K_c de acuerdo con el modelo de Marshall y Lawn (1977) evaluados en las puntas de las aserraciones de la zona de interfase Fe₂B/substrato para las diferentes temperaturas de borurización.

Temperatura (K)	σ (MPa)	K_c (MPa m ^{1/2})
1193	-351	2.41
1243	-355	2.46
1273	-471	2.72

La transformación estructural y de fase en la superficie del acero AISI 1018 borurado, se ve acompañada por cambios en su volumen específico, derivados de la incorporación de boro en su estructura, dichos cambios originan esfuerzos residuales (Dukarevich *et al.*, 1968). La magnitud y la distribución de dichos esfuerzos depende en gran medida, de la composición de la fase borurada (FeB y/o Fe₂B), la técnica empleada para la generación de las capas y los parámetros experimentales de tiempo y temperatura de tratamiento (Campos-Silva *et al.*, 2010 b). La naturaleza de los esfuerzos residuales estimados mediante la técnica de nanoindentación en las puntas de las aserraciones de la zona de interfase Fe₂B/substrato resultó de tipo compresivo y se establecieron en el rango de -323 a -466 MPa. Estos resultados fueron comparados con los obtenidos por Payne *et al.*, (2008) y Prummer *et al.*, (1986), en la capa Fe₂B utilizando el método de Sincrotrón y de análisis por rayos X respectivamente. Sus resultados de esfuerzos residuales de tipo compresivo en la “zona pura” de la capa Fe₂B formada en la superficie de un acero AISI 1018 y hierro puro Armco, se establecieron entre 237 y 250 MPa, respectivamente.

Se estableció además que la tenacidad a la fractura en las puntas de las aserraciones de la zona de interfase Fe₂B/substrato permaneció constante para cada temperatura de tratamiento (Tabla 5.4). Este parámetro se ve influenciado por la longitud aparente de las grietas superficiales, la anisotropía de la razón entre E/H calculada para las diferentes cargas aplicadas y los esfuerzos residuales pre-existentes en la capa (Ozbek y Bindal, 2002). Los resultados de tenacidad a la fractura K_c fueron comparables con los valores obtenidos para materiales cerámicos tales como vidrio cerámico (2.4-4.2 MPa m^{1/2}), TiO₂ (2.5 MPa m^{1/2}), TiB (6-8 MPa m^{1/2}) y alúmina pura (2.7-4.2 MPa m^{1/2}), (Ozbek y Bindal 2002).

5.5 Conclusiones

A partir de los resultados obtenidos de tenacidad a la fractura y esfuerzos residuales, se pueden emitir las siguientes conclusiones:

El modelo de Marshall y Lawn (1977) se presenta como una metodología experimental y de análisis válida para la estimación de la tenacidad a la fractura (K_c) en materiales frágiles, así como los esfuerzos residuales (σ), mediante la técnica de nanoindentación utilizando un indentador tipo Berkovich.

Las cargas extremadamente bajas (menores a 200 mN) no generaron grietas en la superficie del material evaluado, por lo que no es posible utilizarlas dentro del modelo propuesto.

La validez de los resultados de los esfuerzos residuales (σ) y de la tenacidad a la fractura (K_c) evaluados en las puntas de las aserraciones de la zona de interfase Fe_2B /substrato, mediante la técnica de nanoindentación Berkovich fue avalada por la concordancia con los valores propuestos en la literatura, obtenidos a través de diferentes métodos de análisis tales como el método de Sincrotrón (Payne *et al.*, 2008) y de análisis por rayos X (Prummer *et al.*, 1986).

La evaluación de los esfuerzos residuales σ y de la tenacidad a la fractura K_c mediante la técnica de nanoindentación Berkovich, se presenta como una alternativa práctica y sencilla en comparación con otros métodos que requieren de equipos especializados.

5.6 Referencias bibliográficas

Anstis G R, Chantikul P, Lawn B R and Marshall D B (1981), "A critical evaluation of indentation techniques for measuring fracture toughness I. Direct crack measurements", *J Am Ceram Soc*, 64, 533-538.

Campos I, Rosas R, Figueroa U, Villa Velázquez C, Meneses A and Guevara A (2008 c), "Fracture toughness evaluation using Palmqvist crack models on AISI 1045 borided steels", *Mater Sci Eng, A*, 488, 562-568.

Campos-Silva I, Ortiz-Domínguez M, Hernández-Sánchez E, Bravo-Bárceñas D, Bravo-Bárceñas O, Doñu-Ruíz M A, Martínez-Trinidad J, Jiménez-Bernal J A and Domínguez-Galicia Y (2010 b), "Fracture indentation on AISI 1018 borided steels", *Key Eng Mat*, 449, 9-14.

Campos-Silva I, Ortiz-Domínguez M, López-Perrusquia N, Meneses-Amador A, Escobar-Galindo R and Martínez-Trinidad J (2010 b), "Characterization of AISI 4140 borided steels", *Appl Surf Sci*, 256, 2372-2379.

Casellas D, Caro, J, Molas S, Prado J M and Valls I (2007), "Fracture toughness of carbides in tool steels evaluated by nanoindentation", *Act Mater*, 55, 4277-4286.

Cuadrado N, Casellas D, Caro J and Llanes L (2009), "Caracterización mecánica mediante la técnica de nanoindentación de partículas duras", *Anales de Mecánica de la Fractura*, 2, 566-571.

Dukarevich I S (1968), "Efect of phase composition of boride case on residual stresses" *Metallovedenie I Termicheskaya Obrabotka Metallov*, 10, 774-776.

Laugier, M T (1987), "Palmqvist indentation toughness in WC-Co composites", *J Mater Sci*, 6, 897-900.

Marshall D B and Lawn B R (1977), "An Indentation Technique for Measuring Stresses in Tempered Glass Surfaces" J Am Ceramic Sci-Discussions and Notes, 60, 1-2, 86-87

Niihara K, Morena R and Hasselman D P H (1983), "A fracture mechanics analysis of indentation induced Palmqvist crack in ceramics", J Mater Sci, 2, 221-223.

Ozbek I and Bindal C (2002), "Mechanical Properties of Boronized AISI W4 Steel", Surf Coat Tech, 154, 14-20.

Payne J A, Petrova R S, White H J, Chauhan A and Bai J (2008), "Residual stresses analysis of boronized AISI 1018 steel by synchtron radiation" J Mater Eng Perform, 17, 730-732.

Prummer R, Pfeiffer W and Less J (1986), "Residual stresses in borided layers", Common Met, 117, 411-414.

Sam Z, Deen S, Yongqing F and Hejun D (2005), "Toughness measurement of thin films: a critical review", Surf Coat Tech, 198, 74-84.

Perspectivas de trabajo

Como perspectivas de trabajos a futuro se plantean las siguientes:

- I. Evaluar las propiedades mecánicas de las capas de boruros de hierro tipo FeB y Fe₂B obtenidas por difusión de boro sobre diferentes aceros, utilizando la técnica de nanoindentación Berkovich, para establecer la influencia de propiedades tales como módulo de Young, dureza, tenacidad a la fractura y esfuerzos residuales en función de la composición química del acero expuesto al proceso de borurización.
- II. Realizar ensayos de nanoindentación interfacial, tanto en la interfase FeB/Fe₂B como en la interfase Fe₂B/substrato en diferentes aceros borurados, para evaluar la adherencia de ambos sistemas en función de la morfología de las capas estudiadas.
- III. Establecer el estudio de esfuerzos residuales a lo largo de los espesores de capa FeB y Fe₂B considerando la anisotropía de crecimiento de las mismas, haciendo uso de la técnica de nanoindentación Berkovich.

Publicaciones y distinciones

Artículos publicados

Campos-Silva I, **Hernández-Sánchez E**, Rodríguez-Castro G, Rodríguez-Pulido A, López-García C and Ortiz-Domínguez M (2011) "Indentation size effect on the Fe₂B/substrate interface ". Aceptado. PII: S0257-8972(11)00713-4 DOI: doi: 10.1016/j.surfcoat.2011.07.029, Reference: SCT 16893 To appear in: *Surface & Coatings Technology*. Received date: 18 February 2011. Accepted date: 12 July 2011

Campos-Silva I, López-Perrusquia N, **Hernández-Sánchez E**, Ortiz-Domínguez M, Bravo-Bárceñas D and Martínez-Trinidad J (2010), "Anisotropy of boride layers "Effect in the mechanical properties of AISI 4140 borided steels", Defect Diffus Forum, 297-301, 142-147.

Campos-Silva I, López-Perrusquia N, Ortiz-Domínguez M, Figueroa-López U and **Hernández-Sánchez E** (2009), "Measurement of Fracture Toughness in AISI 1018 Borided Steels by Vickers Indentation", Defect Diffus Forum, 283-286, 675-680.

Campos-Silva I, Martínez-Trinidad J, Doñu-Ruíz M A, Rodríguez-Castro G, **Hernández-Sánchez E** and Bravo-Bárceñas O (2011), "Interfacial indentation test of FeB/Fe₂B coatings" Aceptado. PII: S0257-8972(11)00817-6, DOI: 10.1016/j.surfcoat.2011.08.017, Reference: SCT 16977.

Campos-Silva I, Ortiz-Domínguez M, **Hernández-Sánchez E**, Bravo-Bárceñas D, Bravo-Bárceñas O, Doñu-Ruíz M A, Martínez-Trinidad J, Jiménez-Bernal J A and Domínguez-Galicia Y (2010), "Fracture indentation on AISI 1018 borided steels" Key Engineering Mater, 449, 9-14 © Trans Tech Publications, Switzerland

Campos-Silva I, Ortiz-Domínguez M, López-Perrusquia N, Escobar-Galindo R, Gómez-Vargas O and **Hernández-Sánchez E** (2009), "Determination of boron diffusion coefficients in borided tool steels", Defect Diffus Forum, 283-286, 681-686.

Campos-Silva I, Ortíz-Domínguez M, Martínez Trinidad J, López Perrusquia N and **Hernández-Sánchez E** (2010), "Properties and characterization of hard coatings obtained by boriding: An overview", Defect Diffus Forum, 297-301, 1284-1289.

Ortiz-Domínguez M, Campos-Silva I, **Hernández-Sánchez E**, Nava Sánchez J L, Martínez-Trinidad, Jiménez-Reyes M Y and Damián-Mejía (2011) "Estimation of Fe_2B growth on low-carbon steel based on two diffusion models" Int J Mater Res, 102, 298-304.

Ortiz-Domínguez M, Campos-Silva I, Martínez-Trinidad J, Elías-Espinosa M, **Hernández-Sánchez E** and Bravo-Bárcenas (2010), "Dependence between the boron surface concentration and the growth kinetics of boride layers in AISI 4140 steels", Defect Diffus Forum, 297-301, 294-299.

Ortiz-Domínguez M, **Hernández-Sánchez E**, Martínez-Trinidad J, Keddám M and Campos-Silva I (2010) "A kinetic model for analyzing the growth kinetics of Fe_2B layers in AISI 4140 steel", Kovove Materialy Metallic Materials, accepted. Kovove Mater, 48, 285–290



Contents lists available at ScienceDirect

Surface & Coatings Technology

journal homepage: www.elsevier.com/locate/surfcoatIndentation size effect on the Fe₂B/substrate interfaceI. Campos-Silva ^{a,*}, E. Hernández-Sánchez ^a, G. Rodríguez-Castro ^a, A. Rodríguez-Pulido ^b, C. López-García ^a, M. Ortiz-Domínguez ^a^a Instituto Politécnico Nacional, Grupo Ingeniería de Superficies, SEPI-ESIME, U.P. Adolfo López Mateos, Zacatenco, México D.F., 07738, Mexico^b Instituto Politécnico Nacional, Centro de Nanociencias y Micro-Nano Tecnologías, U.P. Adolfo López Mateos, Zacatenco, México D.F., 07738, Mexico

ARTICLE INFO

Available online xxx

Keywords:

Boriding
 Indentation size effect
 Surface layers
 Hardness
 Residual stresses
 Fracture toughness

ABSTRACT

This study evaluated the indentation size effect on the Fe₂B/substrate interface using the Berkovich nanoindentation technique. First, the Fe₂B layers were obtained at the surface of AISI 1018 borided steels by the powder-pack boriding method. The treatment was conducted at temperatures of 1193, 1243 and 1273 K for 4, 6 and 8 h at each temperature. The boriding of AISI 1018 steel resulted in the formation of saw-toothed Fe₂B surface layers. The formation of a jagged boride coating interface can be attributed to the enhanced growth at the tips of the coating fingers, due to locally high stress fields and lattice distortions. Thus, the mechanical properties achieved at the tips of the boride layer are of great importance in the behavior of borided steel.

Applied loads in the range of 10 to 500 mN were employed to characterize the hardness in the tips of the Fe₂B/substrate interface for the different conditions of the boriding process. The results showed that the measured hardness depended critically on the applied load, which indicated the influence of the indentation size effect (ISE). The load-dependence of the hardness was analyzed with the classical power-law approach and the elastic recovery model. The true hardness in the tips of the Fe₂B/substrate interface was obtained and compared with the boriding parameters. Finally, the nanoindentation technique was used to estimate the state of residual stresses in this critical zone of the Fe₂B/substrate interface.

© 2011 Elsevier B.V. All rights reserved.

1. Introduction

Boriding is a thermochemical surface-hardening process in which boron diffuses into a well-cleaned base metal (steel) surface at a high temperature. The boriding process takes place at temperatures between 1123 and 1273 K over a period of 1 to 10 h. The resulting metallic boride has improved hardness, high wear resistance, high temperature resistance and high corrosion resistance [1]. Boriding steel alloys form either a single or double-phase layer with definite compositions. The outer layer is FeB (with an orthorhombic crystal structure), with a boron content of approximately 16.4 wt.%B, while the inner layer (Fe₂B) has a tetragonal crystal structure with a boron content of approximately 9 wt.%B [2]. In borided low-carbon steels, the morphology of the boride layers at the surface of the material displays a saw-toothed shape that reflects the anisotropic nature of the layers. The formation of a jagged boride coating interface can be

attributed to the enhanced growth at the tips of the coating fingers, due to locally high stress fields and lattice distortions [3] and this growth is expected to enhance the adhesion to the substrate steel [4]. Therefore, the evaluation of the mechanical properties at the tips of the coating/substrate interface is of great importance in the application of borided steel.

The indentation test has been used extensively to measure the mechanical properties of materials. Nanoindentation combines the process of recording an indentation at a high resolution and analyzing the accompanying data to determine the mechanical properties directly from the load–displacement data without imaging the indentation. In recent years, the depth-sensing indentation technique has been employed to estimate the mechanical properties of FeB layers produced on the surface of borided low-carbon steels [5,6]. The results obtained with the Berkovich nanoindenter showed the load-dependence of the Young's modulus, yield strength, and indentation depth on FeB layers over a constant boriding time.

Typically, the measured hardness is very high when a very low test load is applied to a ceramic material, while the measured hardness decreases as the load increases [7]. This phenomenon, known as the indentation size effect (ISE), depends on the size of the indentation that results from an applied load. Unfortunately, the existence of ISE

* Corresponding author. Tel.: +52 55 57296000x54768; fax: +52 55 57296000x54586.
 E-mail address: icampos@ipn.mx (I. Campos-Silva).

Anisotropy of Boride Layers: Effect on the Mechanical Properties of AISI 4140 Borided Steels

I. Campos-Silva ^a, N. López-Perrusquia ^b, E. Hernández-Sánchez ^c,
M. Ortíz-Domínguez ^d, D. Bravo-Bárceñas ^e, J. Martínez-Trinidad ^f

Instituto Politécnico Nacional, Grupo Ingeniería de Superficies, U. P. Adolfo López Mateos,
Zacatenco, México D.F., 07738, México

^aicampos@ipn.mx, ^bnlopezp0803@ipn.mx, ^cehernandezs@ipn.mx, ^dmortizd@ipn.mx,
^edbravob0200@ipn.mx, ^fjomartinez@ipn.mx

Keywords: boriding; anisotropy; fracture toughness; boride layers; adhesion; indentation.

Abstract. The growth of iron borides over the surface of different steels is of high anisotropy. It was determined that the anisotropy of borided phases reveals a significant instability of properties in service. One of the techniques to determine the effect of anisotropy on the mechanical properties of boride layers is the induced-fracture by Vickers microindentation. During the present work, the fracture toughness (K_C) of the Fe_2B hard coatings has been estimated at the surface of AISI 4140 borided steels. The force criterion of fracture toughness was determined from the extent of brittle cracks originating at the tips of an indenter impression. The indentation loads were established between 1.9 to 9.8 N at three different distances from the borided surface. The K_C values were expressed as a function of temperature, treatment time and the indentation distances from the surface. Likewise, the adherence of the coated system was evaluated by Rockwell-C indentation, where the borided steel showed sufficient adhesion.

Introduction

The use of AISI 4140 steels in different mechanical components like press tool dies, extruder screws, extruder barrels and non return valves is of great importance in different operation conditions. These components are subjected to high wear at the surface, and in many cases, reduces the life time of the material. Boriding has proved to be very effective in industrial practice for some years [1]. The boriding process takes place at temperatures between 1073 and 1273 K. The resulting metallic boride provides high hardness and wear resistance, high-temperature resistance and corrosion resistance [2]. The boriding of steel alloys results in the formation of either a single-phase or double-phase layer with definite compositions. Depending upon boron potential, the chemical composition of the substrate, temperature and treatment time, two phases can be identified on the layer: the outer, FeB (orthorhombic crystalline structure), with a boron content of ~ 16 wt.%, and an inner phase with tetragonal crystalline structure, Fe_2B , with a boron content of ~ 9 wt.% [3,4]. The morphology displayed by both layers is saw-toothed, with a columnarity extent of the layer-substrate interface which mainly depends on the nature and amount of alloying elements in the steel. Notice that, generally, the borided steel interface tends to be columnar for low or medium carbon steels and flat for high alloy steels [5-7]. Both sublayers exhibit a (001) texture, that leads a well-expressed anisotropy of the thermophysical properties of the layers [8].

Likewise, the wear resistance of borided layers is related to the fracture toughness of the borided phases. In brittle materials, when a hard particle interacts with the surface, the fracture is generated, causing the separation of particles from the surface (spalling), the formation of wear particles and scratched [9].

The use of cracking during the indentation technique is ideally suited for toughness evaluation. The method of microindentation induced-fracture in brittle materials is a nondestructive and simple technique, which requires solely a flat and polished surface. The cracks geometry models, radial-



Contents lists available at SciVerse ScienceDirect

Surface & Coatings Technology

journal homepage: www.elsevier.com/locate/surfcoatInterfacial indentation test of FeB/Fe₂B coatingsI. Campos-Silva^{*}, J. Martínez-Trinidad, M.A. Doñu-Ruíz, G. Rodríguez-Castro, E. Hernández-Sánchez, O. Bravo-Bárceñas

Instituto Politécnico Nacional, Grupo Ingeniería de Superficies, SEPI-ESIME, U.P. Adolfo López Mateos, Zacatenco, México D.F., 07738, Mexico

ARTICLE INFO

Available online xxxxx

Keywords:

Boriding
 Interfacial fracture toughness
 Adhesion
 Vickers microhardness
 Residual stresses
 Cracking

ABSTRACT

The present study uses interfacial indentation testing to estimate the adhesion of the FeB/Fe₂B coating formed on the surface of borided AISI 316 steel. This technique creates and propagates a crack along the FeB/Fe₂B interface and defines the apparent fracture toughness, which can then be related to the adhesion and mechanical support of the aforementioned interface. The boriding process was performed on the surface of AISI 316 steel by means of the powder-pack method at temperatures of 1123, 1173, 1223 and 1273 K with 2, 4, 6, 8 and 10 h for each temperature. The Young's modulus for each surface layer was obtained by Knoop microindentation at a constant indentation load. Vickers microindentation fracture technique was used to generate microcracks at the FeB/Fe₂B interface with varying indentation loads. The applied load, Young's modulus, hardness, and lateral crack lengths generated from the corners of the indentations, along with the depth of the FeB layer, were used to determine the apparent fracture toughness and adhesion of the FeB/Fe₂B interface. The apparent fracture toughness of the FeB/Fe₂B interface varied between 3.56 and 4.45 MPa \sqrt{m} . Finally, the intensity of residual stress at the FeB/Fe₂B interface was estimated as a function of the FeB layer thickness.

© 2011 Elsevier B.V. All rights reserved.

1. Introduction

Boriding is a thermochemical surface hardening process that diffuses boron into a well-cleaned base metal (steel) surface at a high temperature. The boriding process takes place at temperatures between 1123 and 1273 K over a period of 1 to 10 h. The resulting metallic boride improves hardness, high wear resistance, high temperature resistance and high corrosion resistance [1]. Boriding steel alloys form either a single or double-phase layer with definite compositions. The outer layer is FeB (with an orthorhombic crystal-line structure), and a boron content of approximately 16.4 wt.% B, while the inner layer (Fe₂B) has a tetragonal crystalline structure with a boron content of approximately 9 wt.% B [2].

The microstructure and mechanical properties of borided stainless steel depend strongly on the chemical composition, boriding temperature and exposure time [3]. Structural examinations of borided AISI 316 steel surfaces revealed the presence of FeB/Fe₂B layers with a smooth morphology or lesser degree of columnar growth, in comparison with jagged boride layers obtained on borided low-carbon and low-alloy steels [4]. When treatment times and temperatures are increased, FeB regions grow from compact and oriented crystals of Fe₂B, and extend more deeply into the Fe₂B layer. The layers grow

preferentially in the (002) plane, thereby increasing the mechanical stresses at the FeB/Fe₂B interface due to lattice distortions in this zone [5].

In recent years, the adherence of the boride layer/substrate system has been evaluated by the Rockwell-C indentation test [6–8]. Low-alloy borided steels showed high adherence with a saw-toothed layer morphology. Smooth FeB/Fe₂B layers on high-alloy borided steels exhibited lower adherence. However, the mechanical support at the FeB/Fe₂B interface by Vickers interfacial indentation has not been studied.

The interfacial indentation test has been proposed as an alternative for characterizing the adhesion properties of hard coatings [9]. This methodology requires Vickers indentation tests to be performed on the coating–substrate interface at varying applied loads. Once interfacial indentation tests have defined the critical load necessary to initiate a crack, the apparent fracture toughness can be used to describe the adhesion of a coating to its substrate.

In this study, the Vickers interfacial fracture toughness test is performed at the FeB/Fe₂B interface on the surface of borided AISI 316 steels. The model developed by Chicot et al. [10] is used to estimate the adhesion of the FeB/Fe₂B interface as a function of boriding conditions and applied loads. The resistance to propagation of the crack along the FeB/Fe₂B interface is then used as a measure of adhesion. As with the fracture of homogeneous brittle solids, this measure can be characterized by both a fracture resistance parameter and a strength parameter.

^{*} Corresponding author.

E-mail address: icampos@ipn.mx (I. Campos-Silva).

Measurement of Fracture Toughness in AISI 1018 Borided Steels by Vickers Indentation

I. Campos-Silva ^{1,a}, N. López-Perrusquia ^{1,b}, M. Ortiz-Domínguez ^{1,c},
U. Figueroa-López ^{2,d}, E. Hernández-Sánchez ^{1,e}

¹ Instituto Politécnico Nacional. SEPI-ESIME U.P. Adolfo López Mateos, Zacatenco. México D.F. 07738. México

² Tecnológico de Monterrey Campus Estado de México. Carretera al Lago de Guadalupe km. 3.5 Atizapán de Zaragoza Edo. de Mexico. 52926. México

^a icampos@ipn.mx, ^b nlopez@ipn.mx, ^c mortizd@ipn.mx, ^d ufiguero@itesm.mx,
^e enhernandezs@ipn.mx

Keywords: fracture toughness, paste boriding, microindentation, boride layers, Palmqvist cracks

Abstract. This study evaluates the fracture toughness of Fe₂B boride layers formed by the paste boriding thermochemical process on an AISI 1018 steel surface. The samples were placed in acrylic molds for the impregnation of boron carbide paste with thickness of 4mm over the sample surfaces to produce the diffusion into the steel. The aforementioned treatment considered one temperature, T= 1273 K, and three exposure times t=5, 6 and 8 h. Later, the borided samples were prepared metallographically to determine the mean values of the layer thicknesses and to produce Vickers microindentations at 45 μm from the surface, applying four loads (1.9, 2.9, 4.9 and 9.8 N). The microcracks generated at the corners of the Vickers microindentation were considered as experimental parameters, which are introduced into two Palmqvist cracks models to determine their corresponding fracture toughness K_C. As a result, the experimental parameters, such as exposure time and applied load are compared with the resulting fracture toughness of the borided phase.

Introduction

The term boriding means the enrichment of the surface of a work piece with boron by thermochemical treatment. By means of thermal energy, the boron atoms are transferred into the lattice of the parent material and, together with the atoms in that material, form the respective borides. Iron borides, of which there are two kinds, the FeB, which is rich in boron and Fe₂B, which is poor in boron are mainly formed in steel. So, the paste boriding process improves the mechanical properties, such as hardness, wear, abrasion and corrosion resistance of different kinds of steel components [1-5].

The fracture toughness of hard layers is commonly measured using the Vickers indentation tests. The indentation of diamond pyramid creates an irreversible mark in a brittle layer and a network of radial cracks (see Figure 1), whose shape and direction depend on the pyramid tip geometry. The numerous indentation fracture models reported in the literature [6] are classified into two groups. In one group it is assumed that the form of the Vickers indentation marks are well developed radial-median, half-penny shaped cracks, and in the other group it is assumed that radial Palmqvist cracks are formed. Within the Palmqvist cracks regime, for small loads the relation between the half diagonal length of the indentation (*I*) and the crack length generated at the tips of the indentation (*g*) must be ≤ 3. For this reason for hard brittle layers, such as the boride layer, placed on a relatively tough substrate, it is appropriate to use models based on the Palmqvist crack morphology, due to the fact that the crack initiation is at the surface where the material is more brittle.

Fracture indentation on AISI 1018 borided steels

I. Campos-Silva^{1,a}, M. Ortiz-Domínguez^{1,b}, E. Hernández-Sánchez^{1,c},
D. Bravo-Bárceñas^{1,d}, O. Bravo-Bárceñas^{1,e}, M. A. Doñu-Ruíz^{1,f},
J. Martínez-Trinidad^{1,g}, J. A. Jiménez-Bernal¹, Y. Domínguez-Galicia^{2,h}

¹ Instituto Politécnico Nacional, Grupo Ingeniería de Superficies, SEPI-ESIME, U. P. Adolfo López Mateos, Zacatenco, México D.F., 07738, México.

² Instituto Politécnico Nacional,UPIBI, Av. Acueducto s/n, Barrio La Laguna, Ticomán, México D.F., 07740, México

^aicampos@ipn.mx, ^bmortizd@ipn.mx, ^cenhernandezs@ipn.mx, ^ddbravob0200@ipn.mx,
^eobravob0800@ipn.mx, ^fmdonur0800@ipn.mx, ^gjomartinez@ipn.mx, ^hydominguez@ipn.mx

Keywords: boriding; boride layers; fracture indentation; mechanical properties; fracture toughness; Palmqvist cracks models.

Abstract. Fracture indentation was applied to estimate the fracture toughness of AISI 1018 borided steels. The Fe₂B hard layers were formed using the powder-pack boriding process for two temperatures with 4 and 8 h of exposure times. The fracture toughness of the iron boride layer of the AISI 1018 borided steels was estimated using a Vickers microindentation induced-fracture testing at distances of 15 and 30 μm from the surface, applying four loads (0.49, 0.98, 1.96 and 2.9 N). The microcracks generated at the corners of the Vickers microindentation were considered as experimental parameters, which are introduced in a Palmqvist crack model to determine their corresponding fracture toughness K_C . As a result, the experimental parameters, such as exposure time and boriding temperature are compared with the resulting fracture toughness of the borided phase.

1. Introduction

Maximum protection against wear and corrosion is becoming more and more important to a wide range of components. Apart from construction materials, which meet these high demands, processes have been developed which have a positive effect on the wear and corrosion resistance of the component surface. In the thermochemical treatment of steel, nitriding and boriding are the most important processes in use.

At the beginning of the last century, it had already become apparent that extremely hard and wear resistant surfaces could be obtained by the diffusion of boron into the surfaces of steel. Theoretically, liquid, gaseous and solid media can be used to supply the boron. However, due to difficulties with regard to the process, boriding in salt melts and out of the gas phase have still not gained ground. Also, the development of plasma boriding is still at the testing stage. At the present time, the only process which is financially worth using in practice is boriding in solid media, and its variants. The term boriding means the enrichment of the surface of a work piece with boron by thermochemical treatment. By means of thermal energy, the boron atoms are transferred into the lattice of the parent material and, together with the atoms in that material, form the respective borides. Iron borides, of which there are two kinds principally: the FeB, which is rich in boron and Fe₂B, which is poor in boron, and are mainly formed in steel [1]. Depending on the composition of the boriding medium, the boriding temperature and the treating time, mono-phase (only Fe₂B) or two-phase layers (FeB exterior, Fe₂B interior) can occur. Mono-phase layers have better properties. Fe₂B is more ductile and tougher than the very hard and brittle FeB. FeB should be avoided in a closed layer if the parts have to withstand a wear other than the abrasive kind. The thickness of

Determination of Boron Diffusion Coefficients in Borided Tool Steels

I. Campos-Silva^{1,a}, M. Ortiz-Domínguez^{1,b}, N. López-Perrusquia^{1,c}, R. Escobar-Galindo^{2,d}, O.A. Gómez-Vargas^{1,e}, E. Hernández-Sánchez^{1,f}

¹Instituto Politécnico Nacional SEPI-ESIME U.P. Adolfo López Mateos, Zacatenco. México D.F. 07738. México.

²Instituto de Ciencia de Materiales de Madrid (CSIC), E-28049 Cantoblanco, Madrid, Spain.

^aicampos@ipn.mx, ^bmortizd@ipn.mx, ^cnlopez@ipn.mx, ^dogomez@ipn.mx,

^erescobar@icmm.csic.es, ^fehernandezs@ipn.mx

Keywords: paste boriding process; boride layers; growth kinetics; diffusion coefficients; mass balance equation; boride incubation time.

Abstract. The boron diffusion in the Fe₂B and FeB borided phases formed at the surface of AISI H13 tool steels during the paste boriding process was estimated. The treatment was carried out at temperatures of 1173, 1223 and 1273 K with 2, 4, 6 and 8 h exposure times for each temperature using a 4 mm layer thickness of boron carbide paste over the material surface. The boride layers were characterized by the GDOES technique to determine in quantitative form the presence of the alloying elements on the borided phases. The boron diffusion coefficients D_{Fe_2B} and D_{FeB} were determined by the mass balance equation and the boride incubation time assuming that the boride layers obey the parabolic growth law. Also, the mass gain produced by both boride layers at the surface of the tool steels was determined. Finally, the boron diffusion coefficients were interpreted as a function of the treatment temperature, obtaining the activation energy values for the diffusion controlled growth of Fe₂B and FeB hard coatings.

Introduction

Boriding is the surface boron saturation of metals and alloys with the purpose of increasing their hardness, wear and corrosion resistance in engineering components where their industrial applications require those properties [1]. In solids, paste boriding is an alternative method of sample treatment. It minimizes manual work as compared to powder boriding [2]. It can be used with high work volumes and selective treatments. The paste consists of B₄C (approximately 76% wt boron) and cryolite as a principal activator. It is possible to control the boron potential by modifying the thickness of the paste that covers the sample [3,4]. On the other hand, the utilization of an inert atmosphere (pure argon) is necessary in order to produce diffusion.

The influence of boron potential, temperature and treatment time could produce two characteristic layers at the material surface: Fe₂B monolayer, applied to engineering components, and a FeB/Fe₂B bilayer. Although the boron-rich FeB phase is harder, it is more brittle than the iron sub-boride, Fe₂B phase [5]. Furthermore, these phases are formed according to the chemical composition of the material. It is more likely to observe Fe₂B growth in low carbon and low alloy steels, with a saw-toothed morphology. By contrast, flat growth fronts of FeB/Fe₂B bilayer are formed when the substrate has more carbon and alloying elements such as: molybdenum, tungsten, vanadium and chromium [6].

This study evaluates the boron diffusion coefficients on FeB and Fe₂B layers formed at the surface of AISI H13 steels considering the boride incubation time and the mass balance equations at the FeB/Fe₂B and Fe₂B/substrate interfaces. Likewise, the mass gain on the surface of the borided H13 steels was calculated in the range of the treatment temperatures.

Properties and Characterization of Hard Coatings obtained by Boriding: An Overview

I. Campos-Silva^{1,a}, M. Ortíz-Domínguez^{1,b}, J. Martínez Trinidad^{1,c},
N. López-Perrusquia^{1,d}, E. Hernández-Sánchez^{1,e},
G. Ramírez-Sandoval^{2,f}, R. Escobar-Galindo^{3,g}

¹ Instituto Politécnico Nacional, Grupo Ingeniería de Superficies, U. P. Adolfo López Mateos,
Zacatenco, México D.F., 07738, México

² Universidad Politécnica de Catalunya, C/Jordi Girona, 31, Barcelona, 08034, Spain

³ Instituto de Ciencia de Materiales de Madrid, E-28049, Cantoblanco, Madrid, Spain

^aicampos@ipn.mx, ^bmortizd@ipn.mx, ^cjomartinez@ipn.mx, ^dnlopezp0800@ipn.mx,
^eenhernandezs@ipn.mx, ^fgiselle.ramirez@upc.edu, ^gramon.escobar@uam.es

Keywords: boriding; boride layers; physicochemical methods; mechanical properties; fractal geometry.

Abstract. Some physicochemical and mechanical properties of surface hard coatings obtained by the paste-boriding process are summarized in this work. Different grades of borided ferrous alloys were used to develop the formation of surface layers type Fe₂B or FeB/Fe₂B. Furthermore, in order to characterize the nature of boride layers, some classical techniques are presented and discussed such as Glow Discharge Optical Emission Spectrometry (GDOES), Atomic Force Microscopy (AFM) and estimation of residual stresses by X-Ray Diffraction method. Also, the morphology of borided interfaces was evaluated by concepts of fractal theory.

Introduction

Maximum protection against wear and corrosion is becoming more and more important to a wide range of components. Apart from constructional materials, which meet these high demands, processes have been developed which have a positive effect on the wear and corrosion resistance of the component surface. In the thermochemical treatment of steel, nitriding and boriding are the most important processes in use.

At the beginning of the last century it had already become apparent that extremely hard and wear resistant surfaces could be obtained by the diffusion of boron into the surfaces of steel. Theoretically liquid, gaseous and solid media can be used to supply the boron. However, due to difficulties with regard to the process technology, boriding in salt melts and out of the gas phase have still not gained ground. Also, the development of plasma boriding is still at the testing stage. At the present time, the only process which is financially worth using in practice is boriding in solid media, plus its variants.

The term boriding means the enrichment of the surface of a work piece with boron by thermochemical treatment. By means of thermal energy, the boron atoms are transferred into the lattice of the parent material and, together with the atoms in that material, form the respective borides. Iron borides, of which there are two kinds principally, the FeB, which is rich in boron and Fe₂B, which is poor in boron are mainly formed in steel [1]. Depending on the composition of the boriding medium, the boriding temperature and the treating time, mono-phase (only Fe₂B) or two-phase layers (FeB exterior, Fe₂B interior) can occur. Mono-phase layers have better properties. Fe₂B is more ductile and tougher than the very hard and brittle FeB. FeB should be avoided in a closed layer if the parts have to withstand wear other than the abrasive kind. Some properties of borided phases are presented in Table 1. The thickness of boride layer is determined by the

M. Ortiz-Domínguez^a, I. Campos-Silva^a, E. Hernández-Sánchez^a, J. L. Nava-Sánchez^a,
J. Martínez-Trinidad^a, M. Y. Jiménez-Reyes^a, O. Damián-Mejía^b

^aInstituto Politécnico Nacional, Grupo Ingeniería de Superficies, SEPI-ESIME, U.P. Adolfo López Mateos, Zacatenco, México D.F., México

^bUniversidad Marista (UMA), Campus Ciudad de México, Av. Gral. Leandro Valle 928, México D.F., México

Estimation of Fe₂B growth on low-carbon steel based on two diffusion models

Two different approaches are used in the evaluation of Fe₂B growth and its kinetics over the surface of AISI 1018 steel. The first approach considers a diffusion model based on the mass balance at the growing Fe₂B/substrate interface. In the second approach, the method of dimensional analysis was applied to obtain an expression for the boride layer thickness as a function of dependence parameters involved in the boriding process. The Fe₂B layers were formed by the paste boriding process at temperatures of 1123 to 1273 K with 2, 4, 6, and 8 h of exposure using a boron carbide paste thickness of 4 mm over the surface of the steel. Another set of boriding temperatures with 5 h of exposure were used on the surface of the steel to compare the experimental values of Fe₂B layer thicknesses with the results obtained by both diffusion models. The predicted values showed good agreement with the experimental boride layer thicknesses achieved in this work.

Keywords: Boriding; Diffusion models; Kinetics; Boride layer thickness; Dimensional analysis

1. Introduction

The term boriding means the enrichment of the surface of a work piece with boron by thermochemical treatment. By means of thermal energy, the boron atoms are transferred into the lattice of the parent material and, together with the atoms in that material, form the respective borides. Iron borides are mainly formed on steel, and there are two kinds of iron borides: FeB, which is rich in boron, and Fe₂B, which is poor in boron [1]. Depending on the composition of the boriding medium, the boriding temperature, the treating time, and the chemical composition of the steel, mono-phase (only Fe₂B) or two-phase layers (FeB exterior and Fe₂B interior) can occur. The Fe₂B layer is more ductile and tougher than the very hard and brittle FeB. The FeB layer should be avoided in a closed layer if the parts have to withstand wear other than the abrasive kind [2].

Several attempts have been proposed to estimate the growth kinetics of boride layers in different borided steels [3–8]. By the application of Fick's First Law and the proper accounting of material balance at the growing interfaces, simple but comprehensive expressions are obtained for boron diffusion and the growth rate of the interfaces. Furthermore, alternative methods like dimensional analysis were applied to understand the kinetics of borided layers in

AISI 1045 and AISI M2 borided steels [9]. Based on experimental results, the kinetics of the FeB and Fe₂B surface layers follow a dimensional growth, $y = \alpha x^\beta$, where the constants α and β depend on the chemical composition of the substrate and the evolution of the surface layers as a function of exposure time.

The aims of this work are as follows:

- Based on the measurement of the boride layer thickness formed at the surface of AISI 1018 borided steel, the kinetics of the Fe₂B surface layer can be described by two diffusion models.
- First, the growth kinetics of Fe₂B layers and boron diffusion in the layer are estimated using the mass balance equation at the Fe₂B/substrate interface.
- Second, a dimensional analysis, using the *Pi* Buckingham theorem, is employed to determine the power value of the Fe₂B growth for a group of experimental parameters.
- Finally, the boride layer thicknesses are estimated by both diffusion models and compared with experimental data achieved at the temperatures of 1123 to 1273 K with 5 h of exposure.

2. Diffusion models

2.1. The mass balance equation

The boron concentration profile at the Fe₂B layer is assumed to be linear as depicted in Fig. 1. $C_{\text{up}}^{\text{Fe}_2\text{B}}$ represents the upper limit of boron content in the Fe₂B phase (9 wt.% B), and $C_{\text{low}}^{\text{Fe}_2\text{B}}$ is the lower limit of boron content in the Fe₂B phase (8.83 wt.% B). In this context, T. B. Massalski [10] reported that the Fe₂B iron boride has a narrow composition range of about 1 at.%

The term $C_{\text{ads}}^{\text{B}}$ denotes the absorbed boron concentration in the boride layer [11]. The boride incubation time is also included in the growth of the boride layer.

From Fig. 1, $a_1 = C_{\text{up}}^{\text{Fe}_2\text{B}} - C_{\text{low}}^{\text{Fe}_2\text{B}}$ defines the homogeneity range of the Fe₂B layer, $a_2 = C_{\text{low}}^{\text{Fe}_2\text{B}} - C_0$ is the miscibility gap and C_0 is the terminal solubility of the interstitial solute. The boron solubility in the γ phase is $35 \cdot 10^{-4}$ wt.% B [12].

The change in the interface position in small intervals of time dt caused by the displacement of lines defining the homogeneity range and the miscibility gap is [13]:

$$\Delta_{\text{Fe}_2\text{B}} = J_{\text{Fe}_2\text{B}} dt \quad (1)$$

Dependence between the Boron Surface Concentration and the Growth Kinetics of Boride Layers in AISI 4140 Steels

M. Ortiz-Domínguez^a, I. Campos-Silva^b, J. Martínez-Trinidad^c,
M. Elías-Espinosa^d, E. Hernández-Sánchez^e and D. Bravo-Bárceñas^f

Instituto Politécnico Nacional, Grupo Ingeniería de Superficies, U. P. Adolfo López Mateos,
Zacatenco, México D.F., 07738, México

^amortizd@ipn.mx, ^bicampos@ipn.mx, ^cjomartinezt@ipn.mx, ^dmilton_elias@ipn.mx,
^eenhernandezs@ipn.mx, ^fdbravob0200@ipn.mx

Keywords: paste boriding process; boride layers; growth kinetics; diffusion coefficient; mass balance equation.

Abstract. The present work estimated the growth kinetics of Fe₂B layers formed at the surface of AISI 4140 steels. The thermochemical treatment was applied in order to produce the Fe₂B phase, considering temperatures of 1123, 1173, 1223 and 1273 K with five exposure times (2, 4, 5, 6, and 8 h), using a 4 mm thick layer of boron carbide paste over the material surface. The growth of boride layers was described by the mass balance equation between phases in thermodynamic equilibrium, assuming that the growth of boride layers obeys the parabolic growth equation $x(t) = u = k(t^{1/2} - t_0^{1/2}(T))$ and the boron concentration at the interfaces remains constant. Also, the boron diffusion coefficient at the Fe₂B (D_{Fe_2B}) was established as a function of boriding temperature. Likewise, the parabolic growth constant (k), the instantaneous velocity (v) of the Fe₂B/substrate interface and the weight-gain of borided steels were established as a function of the parameters $\tau(t)$ and $\alpha(C_S)$, which are related to the boride incubation time ($t_0(T)$) and boron surface concentration (C_S), respectively.

Introduction

Boriding is one important surface modification method of ferrous and non-ferrous alloys used to enhance their surface hardness, wear and corrosion resistance [1-3]. The paste boriding is an alternative method of work-piece treatment. It is a simple method and more economical compared with other boriding techniques such as powder-pack, gaseous media and molten oxides. It minimizes manual work and can be used with high work volumes and selective treatments [4]. The morphology of the layers depends fundamentally on the chemical composition of the substrate. Saw-toothed layers are obtained in low-alloy steels whereas in high-alloy steels these layers tend to be flat [5]. If the activation energy of Fe₂B boride phase is known, it would be possible to automate and optimize the boriding process. The present work estimated the boron diffusion coefficient in the Fe₂B boride phase (D_{Fe_2B}) formed at the surface of AISI 4140 steels. Also, the parabolic growth constants, the instantaneous velocity of the Fe₂B/substrate and the weight-gain $G(t)$ of borided samples were established as a function of $\tau(t)$ and $\alpha(C_S)$, parameters which depend essentially on boride incubation time and boron surface concentration, respectively.

Mathematical Model

The model studied the case where the substrate is saturated with atomic boron. The boron diffusion coefficient was obtained by the mass balance equation at the growth interphase, considering that the layer growth is given by the equation $x(t) = u = k(t^{1/2} - t_0^{1/2}(T))$, where u is the layer thickness

A kinetic model for analyzing the growth kinetics of Fe₂B layers in AISI 4140 steel

M. Ortiz-Domínguez¹, E. Hernández-Sánchez¹, J. Martínez-Trinidad¹, M. Keddam²,
I. Campos-Silva^{1*}

¹*Instituto Politécnico Nacional, Grupo Ingeniería de Superficies, SEPI-ESIME, U.P. Adolfo López Mateos, Zacatenco, Mexico D.F., 07738, Mexico*

²*Département de Sciences des Matériaux, Faculté de Génie Mécanique et Génie des Procédés, USTHB, B.P N° 32, 16111, El-Alia, Bab-Ezzouar, Algiers, Algeria*

Received 15 February 2010, received in revised form 6 July 2010, accepted 6 July 2010

Abstract

A kinetic model based on the mass balance at the growing interface and the effect of the boride incubation time was used to evaluate the growth of Fe₂B layers. The parabolic growth constant obtained by the model was expressed as a function of boron content in the Fe₂B layer and the process temperature. The simulated values were compared with experimental data derived from the literature, basically, for the boriding of AISI 4140 steel in the temperature range of 1123–1273 K. In addition, an expression of the Fe₂B layer thickness was obtained that showed good agreement with the experimental results. Finally, the instantaneous velocity of the Fe₂B/substrate interface and the weight gain produced by the formation of the Fe₂B layer were evaluated.

Key words: boriding, kinetic model, diffusion, layers, simulation

1. Introduction

The term “boriding” means the enrichment of the surface of a work piece with boron by thermochemical treatment. By means of thermal energy, the boron atoms are transferred into the lattice of the parent material and, together with the atoms in that material, form the respective borides [1]. The boriding treatment applies in the temperature range 1073–1273 K between 1 and 10 h and it can be carried out in gaseous, liquid and solid medium. Iron borides are mainly formed on steel, and there are two kinds of iron borides: FeB, which is rich in boron, and Fe₂B, which is poor in boron. The thickness of the layer formed (known as the case depth), which affects the mechanical and chemical behavior of borided steels, depends on the boriding temperature, the treatment time and the boron potential that surrounds the surface sample [2].

A monolayer Fe₂B with a particular morphology is suitable for practical use due to the difference between the specific volume and coefficient of thermal expansion

of the Fe₂B layer and the substrate. Saw-tooth shaped morphology of the boride layer/substrate interface is observed in low-alloy steels whereas in high-alloy steels the interface tends to be flat [3].

During the last decades, the modeling of the growth kinetics of boride layers has attracted much attention to understand the effect of process parameters (boron potential, temperature and time) on the kinetic behavior of boride layers. For this reason, various diffusion models [4–11] were proposed in the literature. These models do not take into account the effect of the boride incubation time on the kinetics. Recently, a certain number of published works have considered this fact [12–17].

In this work, a kinetic model was applied to simulate the growth kinetics of Fe₂B layer considering the effect of boride incubation time. In addition, the parabolic growth constant (k) was evaluated at the Fe₂B/substrate interface as a function of boron content in the Fe₂B layer and process temperature. As a fitting parameter of the model, the upper boron content ($C_{\text{up}}^{\text{Fe}_2\text{B}}$) in the Fe₂B layer was estimated in

*Corresponding author: tel.: (+52) (55) 57296000 ext. 54768; fax: (+52) (55) 57296000 ext. 54589; e-mail address: icampos@ipn.mx

Distinciones

Primer lugar en el concurso **“Premio de Ingeniería de La Ciudad de México”** con el trabajo **“Diseño y construcción de una Máquina Tribológica para pruebas de desgaste por Abrasión vía Seca y Húmeda para la Estimación de la Vida útil de Materiales”**

En la categoría de Trabajo de tesis o proyecto terminal cuya contribución a la ingeniería sea en beneficio de la población de la ciudad de México o del país en general de nivel posgrado, en el área de ingeniería industrial, en la modalidad de equipo.

Segundo lugar en el concurso **“Premio de Ingeniería de La Ciudad de México”** con el trabajo **“Análisis Numérico Experimental de Propiedades Mecánicas en la Zona Crítica de Interfase Fe₂B/substrato en Superficies Metálicas Endurecidas por Difusión de Boro”**

En la categoría de Trabajo de tesis o proyecto terminal cuya contribución a la ingeniería sea en beneficio de la población de la ciudad de México o del país en general de nivel posgrado, en el área de ingeniería industrial, en la modalidad de equipo.

Congresos

Participación en la 38th International Conference on Metallurgical Coatings and Thin Films (ICMCTF-2011) realizada en San Diego California, con la ponencia ***“Indentation Size Effect on Fe₂B/substrate interface”***

Participación en la 6th International Conference on Diffusion in Solids and Liquids (DSL 2010), en Paris Francia, con la ponencia ***“Indentation Size Effect on Fe₂B surface layers”*** julio del 2010

Participación en la 5th International Conference on Diffusion in Solids and Liquids (DSL 2009), en Roma Italia con la ponencia ***“Anisotropy of boride layers: effect in the mechanical properties of AISI 4140 borided steels”*** junio del 2009



El Gobierno del Distrito Federal

OTORGA EL PREMIO DE INGENIERÍA
DE LA CIUDAD DE MÉXICO 2011

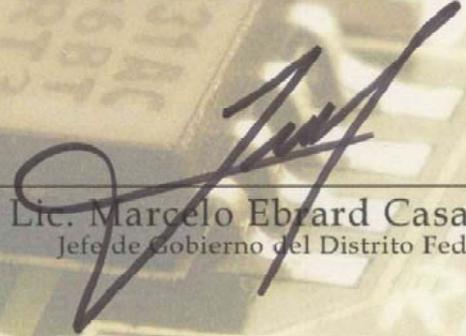
A:

Enrique Hernández Sánchez

PRIMER LUGAR EN LA CATEGORÍA DE:

Trabajo de tesis o proyecto terminal cuya contribución a la Ingeniería sea en beneficio de la población de la Ciudad de México o del País en general de Nivel Posgrado, en el área de Ingeniería Industrial en la modalidad de equipo

**"POR UNA CIUDAD TECNOLÓGICA
Y DEL CONOCIMIENTO"**


Lic. Marcelo Ebrard Casaubon
Jefe de Gobierno del Distrito Federal



El Gobierno del Distrito Federal

**OTORGA EL PREMIO DE INGENIERÍA
DE LA CIUDAD DE MÉXICO 2011**

A:

Enrique Hernández Sánchez

SEGUNDO LUGAR EN LA CATEGORÍA DE:

Trabajo de tesis o proyecto terminal cuya contribución a la Ingeniería sea en beneficio de la población de la Ciudad de México o del País en general de Nivel Posgrado, en el área de Ingeniería Industrial en la modalidad de equipo

**“POR UNA CIUDAD TECNOLÓGICA
Y DEL CONOCIMIENTO”**


Lic. Marcelo Ebrard Casaubon
Jefe de Gobierno del Distrito Federal



INTERNATIONAL CONFERENCE ON METALLURGICAL COATINGS AND THIN FILMS

Sponsored by Advanced Surface Engineering Division AVS
May 2-6, 2011, Town and Country Hotel, San Diego, California



2011 CERTIFICATE OF PARTICIPATION

TO: Instituto Politécnico Nacional ESIME Zacatenco

FROM: International Conference on Metallurgical Coatings and
Thin Films 2011 - (ICMCTF 2011)

RE: Enrique Hernández Sánchez

TO WHOM IT MAY CONCERN:

This is to certify that the above person did attend the International Conference of Metallurgical Coatings and Thin Films (ICMCTF 2011). The conference was held in San Diego, California, May 2-6, 2011.

If you have any questions please contact the Conference Administrator, Mary Gray via e-mail: icmctf@mindspring.com.

Sincerely,

Mary Gray
ICMCTF
Conference Administrator

American Vacuum
Society, ASED

ORIGINAL

Certificate of Participation

We certify that **Mr. Enrique Hernández-Sánchez** (DSL224) attended the **6th International Conference on Diffusion in Solids and Liquids** (DSL-2010) that will be held at **Hotel Concorde La Fayette** (Village 5, 50 place de l'Ellipse, CS 70050, 92081 / PARIS LA DEFENSE CEDEX) Paris, France, from 05-07 JULY, 2010. More details on the event can be found on our web page www.dsl2010-paris.com

During DSL2010, Mr. Enrique Hernández-Sánchez presented, as ORAL presentation, the contribution entitled:

Indentation size effect on Fe2B surface layers

E. Hernández-Sánchez, I. Campos-Silva, M. Ortiz-Domínguez, A. Rodríguez-Pulido



IRONIX - CONTINUING EDUCATION
DSL CONFERENCES HAS ALL LEGAL RIGHTS RESERVED BY IRONIX

Website: www.ironix-conferences.com
E-mail: contact@ironix-conferences.com
Rua Prior Urbino de Pinho, Nº 2, 2º DT,
3830-126 - Ilhavo
PORTUGAL
VAT: PT507 705 041



Professor Dr.-Ing. Andreas Öchsner (*)
Technical University of Malaysia, Malaysia
*DSL CONFERENCES CHAIR

DSL 2010
PARIS - FRANCE



Certificate of Participation (DSL092)

We certify that **Mr. Enrique Hernandez Sanchez** attended the **5th International Conference on Diffusion in Solids and Liquids (DSL 2009)** which has been held at Grand Hotel Palazzo Carpegna, Rome (Italy), during 24-26 June, 2009. During this Meeting, Mr. Enrique Hernandez Sanchez contributed with the work(s) entitled:

- 'Anistropy of boride layers: effect in the mechanical properties of AISI 4140 borided steels'**
I. Campos-Silva, E. Hernández-Sánchez, Y. Dávila-Montaño, J. Hernández-Lozada, J. López-Islas, C. Santos-Medina

Professor Andreas Öchsner (DSL- Chair)
Italy (Rome) 24 June, 2009

