



# **INSTITUTO POLITÉCNICO NACIONAL**

**ESCUELA SUPERIOR DE INGENIERÍA MECÁNICA Y  
ELÉCTRICA**

**UNIDAD PROFESIONAL “ADOLFO LÓPEZ MATEOS”**

**SECCIÓN DE ESTUDIOS DE POSGRADO E INVESTIGACIÓN**



## **“EVALUACIÓN DE EROSIÓN POR PARTÍCULAS SÓLIDAS DEL SISTEMA CAPA/SUBSTRATO DE UN ACERO AISI 4140T BORURADO, EMPLEANDO LA NORMA ASTM G76-13”**

**T E S I S**

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

**PRESENTA**

**ING. RÉGULO MÁRQUEZ CORTES**

**DIRECTOR:**

**DR. JOSÉ MARTÍNEZ TRINIDAD**



Ciudad de México, 2016



## ÍNDICE

<b>ÍNDICE</b>	<b>I</b>
<b>LISTA DE FIGURAS</b>	<b>IV</b>
<b>LISTA DE TABLAS</b>	<b>VI</b>
<b>RESUMEN</b>	<b>VII</b>
<b>ABSTRACT</b>	<b>IX</b>
<b>INTRODUCCIÓN</b>	<b>XI</b>
<b>ANTECEDENTES</b>	<b>XII</b>
<b>JUSTIFICACIÓN</b>	<b>XIV</b>
<b>OBJETIVO GENERAL</b>	<b>XV</b>
<b>OBJETIVOS PARTICULARES</b>	<b>XV</b>
<b>METODOLOGÍA</b>	<b>XVII</b>
1   CAPÍTULO I. Estado del arte	1
1.1   Introducción	1
1.2   Erosión por partículas sólidas	1
1.3   Borurización	1
1.3.1   Ventajas y desventajas de la borurización	3
1.3.2   Influencia de los elementos de aleación	4
1.3.3   Borurización en polvo	6
1.3.4   Propiedades físicas, químicas y mecánicas de los boruros de hierro	7
1.3.5   Aplicaciones de los aceros borurados	8
1.4   Procesos de recocido por difusión en aceros borurados.	9
2   CAPÍTULO II. Erosión por Partículas Sólidas	12
2.1   Introducción	12
2.1.1   Tribología	12



---

2.1.2	Desgaste	13
2.1.3	Mecanismos de desgaste	13
2.2	Desgaste erosivo	14
2.3	Prueba de erosión por partículas Sólidas (ASTM G76-13)	15
2.3.1	Condiciones de la prueba	17
2.3.2	Estimación de la rugosidad en la superficie de las muestras base, boruradas y boruradas + PRD	18
2.4	Efecto del ángulo de impacto y su velocidad	19
2.5	Efecto de la partícula	20
2.5.1	Forma, dureza y tamaño	20
2.5.2	La dureza de la superficie	21
2.6	Desgaste erosivo por deformación	22
2.6.1	Mecanismo	22
2.7	Transición dúctil-frágil	23
2.7.1	La dureza de la superficie	24
3	CAPÍTULO III. Caracterización físico-química y mecánica de capas tipo FeB y Fe <sub>2</sub> B	25
3.1	Introducción	25
3.2	Tratamiento termoquímico de borurización y recocido por difusión	25
3.2.1	Tipo de acero, preparación y endurecimiento de las probetas	26
3.3	Microscopía óptica	28
3.3.1	Mediciones de los espesores de capa.	29
3.4	Difracción de rayos X	30
3.5	Espectroscopía por dispersión de energía	32
3.6	Indentación instrumentada Berkovich	33
4	CAPÍTULO IV. Análisis y discusión de resultados	34
4.1	Introducción	34

---



---

4.2	Caracterización físico-química de las capas formadas debido al proceso termoquímico de borurización del acero AISI 4140T	35
4.2.1	Microscopía óptica	35
4.2.2	Microscopía electrónica de barrido	36
4.2.3	Espectroscopía de energía dispersiva	37
4.2.4	Difracción de rayos X	41
4.3	Indentación instrumentada Berkovich en el acero AISI 4140T borurado	42
4.3.1	Dureza de las capas FeB-Fe <sub>2</sub> B	42
4.3.2	Módulo de elasticidad	43
4.3.3	Relación H/E y H <sub>3</sub> /E <sub>2</sub>	44
4.4	Erosión por partículas sólidas en el acero AISI 4140T borurado	46
4.4.1	Resultados del desgaste erosivo en el acero AISI 4140T atacado con Alúmina	46
4.4.2	Resultados del desgaste erosivo en el acero AISI 4140T atacado con carburo de silicio	47
4.4.3	Resultados del desgaste erosivo en el acero AISI 4140T atacado con granalla de acero	48
4.4.4	Microscopía electrónica de barrido	49
4.4.5	Perfilometría de la prueba de erosión	52
	<b>CONCLUSIONES</b>	<b>55</b>
	<b>PERSPECTIVAS DEL TRABAJO</b>	<b>57</b>
	<b>REFERENCIAS</b>	<b>58</b>
	<b>ANEXOS</b>	<b>60</b>

---

## LISTA DE FIGURAS

Figura 3.1 Dimensiones de la probeta

Figura 3.2 Representación esquemática de la preparación y colocación de probetas para el tratamiento de borurización.

Figura 3.3 Criterio de medición de la capa borurada

Figura 3.4 Criterio de medición para el espesor de las capas de boruros de hierro utilizando el analizador de imágenes Image Pro Plus V 6.0

Figura 3.5 Características básicas de un ensayo de DRX (M. Flores-Jiménez, 2013)

Figura 3.6 Difractómetro X'Pert Pro MRD PANalytical. Cortesía del Centro de Nanociencias y Micro Nanotecnologías del IPN

Figura 3.7 Microscopio Electrónico de Barrido de Ultra Alta Resolución JSM 7800F marca JEOL

Figura 3.8 Nanoindentador NHT, marca CSM. Cortesía del Centro de Nanociencias y Micro Nanotecnologías del IPN

Figura 4.1 Micrografía obtenidas mediante MO, del perfil de capas formadas en la superficie del acero AISI 4140T: a) Acero AISI 4140T borurado, b) Acero AISI 4140T borurado + PRD. Ambos tratamientos 6h - 1273K.

Figura 4.2 Micrografía obtenidas mediante MEB, del perfil de capas formadas en la superficie del acero AISI 4140T: a) Acero AISI 4140T borurado, b) Acero AISI 4140T borurado + PRD. Ambos tratamientos 6h-1273K.

Figura 4.3 Espectros de EDE obtenidos de la probeta borurada a 1273 K durante 6 h. a) Capa FeB; b) Capa Fe<sub>2</sub>B; c) Zona de difusión; d) Substrato.

Figura 4.4 Espectros de EDE obtenidos de la probeta borurada + PRD a 1273 K durante 6 h. a) Islotes presentes de FeB; b) Capa Fe<sub>2</sub>B; c) Zona de difusión; d) Substrato.

Figura 4.5 Difractograma de DRX obtenido de la probeta de acero AISI 4140T borurado; temperatura de 1273 K con tiempo de 6 h.

Figura 4.6 Difractograma de DRX obtenido de la probeta de acero AISI 4140T borurado + PRD; temperatura de 1273 K con tiempo de 6 h.

Figura 4.7 Perfil de dureza obtenido a una carga de 50 mN en el acero AISI 4140T bajo los tratamientos de borurado y borurado + PRD.

Figura 4.8 Comportamiento del módulo elástico obtenido a una carga de 50 mN a lo largo de las capas FeB-Fe<sub>2</sub>B en el acero AISI 4140T bajo los tratamientos de borurado y borurado + PRD.

Figura 4.4.9 Relaciones H/E y H<sub>3</sub>/E<sub>2</sub> evaluadas a lo largo de las capas de boruros formadas en el acero AISI 4140T bajo los tratamientos de borurado y borurado + PRD.

Figura 4.10 Grafica tasa de erosión vs ángulo de impacto para la condición alúmina

Figura 4.11 Grafica tasa de erosión vs ángulo de impacto para la condición carburo de silicio

Figura 4.12 Grafica tasa de erosión vs ángulo de impacto para las condicio granalla de acero

Figura 4.13 Micrografía de MEB identificando mecanismos de desgaste erosivo presente en probetas de acero AISI 4140T Borurado

Figura 4.14 Micrografía de MEB identificando mecanismos de desgaste erosivo presente en probetas de acero AISI 4140T Borurado+ PRD



Figura 4.15 Micrografía de MEB identificando mecanismos de desgaste erosivo presente en probetas de acero AISI 4140T borurado atacado con carburo de silicio

Figura 4.16 Micrografía de MEB identificando mecanismos de desgaste erosivo presente en probetas de acero AISI 4140T Borurado atacado con granalla de acero

Figura 4.17 Perfiles de profundidad a lo largo de la huella de erosión atacada con alúmina: a) 30° de incidencia, b) 90° de incidencia.

Figura 4.18 Perfiles de profundidad a lo largo de la huella de erosión atacada con carburo de silicio: a) 30° de incidencia, b) 90° de incidencia.

Figura 4.19 Perfiles de profundidad a lo largo de la huella de erosión atacada con granalla de acero: a) 30° de incidencia, b) 90° de incidencia.



---

## ***LISTA DE TABLAS***

- Tabla 1.1** Características generales de los agentes borurantes (C. Tapia-Quintero, 2010)
- Tabla 1.2** Propiedades químicas y mecánicas de los boruros de hierro (Matuschka, 1980)
- Tabla 1.3** Aplicaciones industriales de diferentes aceros borurados (E. Hernández-Sánchez, 2011)
- Tabla 3.1** Composición química en wt. % del acero AISI 4140 (ASM Metals Handbook, Vol 1, 2005)
- Tabla 4.1** Condiciones de tratamiento y espesores de capa obtenidos para las condiciones de borurado y borurado seguido del proceso de recocido por difusión.
- Tabla 4.2** Resultados obtenidos de tasa de erosión condición alúmina
- Tabla 4.3** Resultados obtenidos de tasa de erosión condición carburo de silicio
- Tabla 4.4** Resultados obtenidos de tasa de erosión condición granalla de acero



## RESUMEN

En el presente trabajo de investigación se evalúa la erosión en la superficie de un acero AISI 4140T sometido al tratamiento termoquímico de borurización en polvo y al proceso de recocido por difusión. La erosión es la pérdida de material en la superficie, debido a repetidos impactos de pequeñas partículas sólidas.

El tratamiento termoquímico de borurización se realizó a una temperatura de 1273 K con un tiempo de exposición de 6 h. Posteriormente se realizó un tratamiento de recocido por difusión para eliminar la capa FeB con las mismas condiciones de tiempo y temperatura. Mediante microscopía óptica se determinó el espesor total de las capas (FeB+ Fe<sub>2</sub>B y Fe<sub>2</sub>B) para ambas condiciones de tratamiento, las cuales presentaron una morfología aserrada. La microestructura y la composición química de las capas de boruros formadas en la superficie del acero AISI 4140T fueron verificadas mediante las técnicas de difracción de rayos X (DRX) y espectroscopía por dispersión de energía (EDE), mostrando la formación cualitativa y cuantitativa de capas de boruros FeB, Fe<sub>2</sub>B y la zona de difusión para el borurado y Fe<sub>2</sub>B y la zona de difusión para el proceso de recocido por difusión. En cuanto a la caracterización mecánica se realizó por medio de indentación instrumentada Berkovich, teniendo como resultados dureza y módulo de elasticidad a lo largo de la sección transversal. Con estos parámetros se hizo la estimación del límite a la deformación elástica (H/E) y parámetro de resistencia plástica (H<sup>3</sup>/E<sup>2</sup>).

La evaluación a la erosión por partículas sólidas se llevó a cabo variando el ángulo de impacto de la partícula erosiva (30°, 60° y 90°) y teniendo tres diferentes partículas erosivas: alúmina, carburo de silicio y granalla de acero. La tasa de erosión se determinó evaluando la pérdida de masa en la superficie cada 60 segundos de prueba durante 3 minutos. Para lo cual se utilizó la máquina de erosión del Grupo Ingeniería de Superficies® así como una balanza analítica. Se estimó la pérdida de masa, tasa de erosión; se identificaron los mecanismos de desgaste y profundidades residuales para



cada parámetro experimental del proceso de borurización y posterior al proceso de recocido por difusión. Los mecanismos de desgaste erosivo observados mediante microscopía electrónica de barrido (MEB) fueron: arado, debris, incrustaciones, labios, cuarteaduras, picaduras.

Finalmente, los resultados obtenidos en la evaluación de erosión por partículas sólidas, y las propiedades mecánicas resultantes en el acero AISI 4140T con y sin endurecimiento superficial, proporcionan información para la calidad en la disminución y cambio al desgaste del acero debido al ser sometido al proceso termoquímico de borurización.



## ABSTRACT

In the present research work is evaluated erosion on the surface of a steel AISI 4140T subjected to thermochemical treatment of borided powder and the diffusion annealing process. Erosion is the loss of material on the surface due to repeated impacts of small solid particles.

Boronizing thermochemical treatment was performed at a temperature of 1273 K with an exposure time of 6 h. Subsequently, an annealing treatment was conducted by diffusion to eliminate FeB layer with the same conditions of time and temperature. By optical microscopy the total thickness of the layers (FeB + Fe<sub>2</sub>B and Fe<sub>2</sub>B) was determined for both treatment conditions, which had a sawn morphology. The microstructure and chemical composition of the layers of borides formed in the surface of the steel AISI 4140T were verified using techniques XRD (XRD) spectroscopy and energy dispersive (EDE), showing the qualitative and quantitative Layering borides FeB, Fe<sub>2</sub>B and the diffusion zone for boriding and Fe<sub>2</sub>B and the diffusion zone for the diffusion annealing process. As for the mechanical characterization was performed using instrumented indentation Berkovich, with the results hardness and modulus of elasticity along the cross section. With these parameters the boundary estimate to elastic deformation ( $H / E$ ) and plastic resistance parameter ( $H^3 / E^2$ ) was made.

The evaluation to erosion by solid particles was carried out by varying the angle of impact of erosive particle (30 °, 60 ° and 90 °) and having three different erosive particles: alumina, silicon carbide and steel shot. The erosion rate was determined by evaluating the mass loss on the surface test every 60 seconds for 3 minutes. For which erosion machine Engineering Group Superficies® and an analytical balance was used mass loss, erosion rate was estimated; wear mechanisms and after the diffusion annealing process residual depths for each experimental boriding process parameter and identified. The erosive wear mechanisms observed by scanning electron microscopy (SEM) were: plow, debris, scale, lips, cracks, pinholes.



Finally , the results obtained in the evaluation of erosion by solid particles , and the resultant mechanical properties of the steel AISI 4140T with and without surface hardening , provide information for quality decrease and change wear steel due to being subjected to the process thermochemical of boronizing.



## **INTRODUCCIÓN**

Erosión por partículas sólidas es la pérdida progresiva de material que resulta del repetido impacto de pequeñas partículas sólidas o líquidas. En algunos casos resulta ser un fenómeno útil, como en la limpieza de superficies “sandblasting”, eliminación de rebaba por abrasión y corte por chorro de agua; pero es un serio problema en sistemas de ingeniería (ASM Metals Handbook, Vol 18, 1991) por otra parte se tienen los procesos de endurecimiento superficial como lo es el proceso de borurización que conlleva a una mejora en las propiedades mecánicas de los acero base.

El presente trabajo, evalúa la erosión por partículas sólidas en la superficie del acero AISI 4140T, antes y después de ser sometido al proceso termoquímico de borurización y posteriormente al proceso de recocido por difusión. Teniendo capas de tipo FeB+Fe<sub>2</sub>B y Fe<sub>2</sub>B con presencia de pequeños islotes de FeB en la superficie del acero, bajo las condiciones de tratamiento termoquímico con temperatura de 1273K y tiempo de exposición 6h para ambos casos.

Para realizar la prueba de erosión por partículas sólidas dentro de un ambiente controlado se utilizaron las condiciones de la norma ASTM G76-13 empleando la máquina de erosión por partículas sólidas del Grupo Ingeniería de Superficies® utilizando tres tipos de partículas erosivas con radio nominal específico; alúmina, carburo de silicio y granalla de acero con  $50 \pm 3 \mu\text{m}$ ,  $60 \pm 5 \mu\text{m}$  y  $500 \pm 10 \mu\text{m}$  respectivamente, con ángulos de impacto de 30°, 60° y 90°.



---

## **ANTECEDENTES**

Borurización es un proceso termoquímico basado en difusión de átomos de boro, que permite generar capas de boruros de hierro en la superficie del acero que pueden ser de tipo monofásicas o bifásicas las cuales tienen mejoras en las propiedades mecánicas, así como también se ha demostrado mediante algunas pruebas físicas, químicas y mecánicas la mejora en su resistencia al desgaste, corrosión y fatiga. Cualquier mejora que se tenga en cuanto a sus propiedades tendrá una mejora en prolongar la vida útil del material traducido en un beneficio económico.

Por otro lado la erosión por partículas sólidas es la degradación progresiva de la superficie del material debido al repetido impacto de pequeñas partículas sólidas y para casos de ingeniería es un serio problema. Se tienen pocos antecedentes de la evaluación del desgaste erosivo para aceros con recubrimiento superficial de boro;

Ninham y Hutchings, (1989), realizaron la evaluación del desgaste erosivo en la superficie de aceros AISI 1005 y 1055 sometidos al proceso de borurización en caja. El procedimiento experimental consistió en endurecer superficialmente probetas con dimensiones de 63.5 x 19 x 5 mm utilizando como medio borurante EKABOR™ III con una temperatura de exposición de 1173 K y un tiempo de 7h generando espesores promedio aproximadamente de 200  $\mu\text{m}$ .

La prueba de erosión se llevó a cabo en una erosionadora de aire por arena. Las partículas de erosivas utilizadas fueron arena de cuarzo y carburo de silicio de forma angular, ambas de 105  $\mu\text{m}$  de radio nominal; y cuentas de vidrio de entre 600 y 800  $\mu\text{m}$ . las velocidades de partícula fueron 44, 41 y 62 m/s respectivamente. Una balanza de 0.01 mg fue usada para determinar la masa pérdida. Las superficies fueron examinadas ópticamente y mediante microscopía electrónica de barrido después de la prueba de erosión.



En este estudio Ninham y Hutchings, (1989), observaron el comportamiento típico de materiales frágiles para la condición impactada con carburo de silicio, a través de la examinación de la superficie erosionada se muestra la formación de pequeños cráteres para un ángulo de impacto normal. Las repuestas dúctiles son mínimas más sin embargo se tiene la presencia de mecanismos de arado en condiciones de ángulo rasante.

Para la condición impactada con arena de cuarzo presenta un gráfico de la pérdida de masa vs ángulo de impacto con un comportamiento similar a la impactada con carburo de silicio, las imágenes tomadas mediante microscopía electrónica de barrido a 90° y 30° de impacto muestran mínimas diferencias entre ambas teniendo en su mayoría picaduras en la superficie.

Por último las muestras impactadas con cuentas de vidrio mostraron una mayor pérdida de masa en comparación con las condiciones anteriores y mediante MEB se presentó la generación de grietas en la superficie así como montículos por la pérdida de material.

Concluyendo que las capas boruradas presentan pobre resistencia a partículas erosivas demasiadas duras como es el carburo de silicio. Presenta un comportamiento erosivo de tipo frágil pero los mecanismos de erosión presentan flujo plástico así como cráteres y picaduras.

Se tiene poca información de la evaluación al desgaste mediante erosión por partículas sólidas en aceros con recubrimientos superficiales específicamente boruros de hierro, la mayor parte de la información reportada en literatura corresponde a aceros sin recubrimientos y otros pocos con recubrimientos como son PVD y CVD. La finalidad del presente trabajo de investigación es evaluar la resistencia al desgaste erosivo en un acero AISI 4140T y bajo condiciones de borurado teniendo un sistema monofásico y bifásico gracias a un tratamiento térmico posterior, evaluando con tres diferentes partículas erosivas, estimando las tasas de desgaste y los principales mecanismos de desgaste presente en cada caso.



## **JUSTIFICACIÓN**

El proceso termoquímico borurización en caja, es una opción en el endurecimiento superficial para componentes mecánicos sometidos a pruebas de desgaste, abrasión, corrosión y fatiga. El material estudiado en el presente trabajo de investigación, es un acero grado maquinaria AISI 4140T empleado comúnmente en piñones pequeños, tijeras, tornillos de alta resistencia, seguidores de leva y ejes reductores (componentes de turbinas y motores). Uno de los principales problemas de ingeniería en general es la degradación de las superficies de los componentes que posteriormente aumentaran las posibilidades de falla. Cualquier aumento en las propiedades mecánicas aumentara la vida útil de los componentes. Debido a esto se propone la implementación de un tratamiento termoquímico de borurización y un tratamiento térmico posterior denominado Proceso de recocido por difusión para generación de un sistemas bifásico y monofásico respectivamente, en los cuales algunas de las propiedades mecánicas son mejoradas.

Además, Comprender el fenómeno de erosión ayuda a predecir el tiempo de vida útil de los componentes, establecer el mantenimiento adecuado de los equipos y de esta manera evitar el paro programado que genera pérdidas de producción de energía y deterioro de elementos. Pocos antecedentes de erosión por partículas sólidas en aceros borurados y bajo condiciones controladas.



## **OBJETIVO GENERAL**

Evaluar la erosión por partículas sólidas del sistema capa/substrato de un acero AISI 4140T borurado, empleando la norma ASTM G76-13; para estimar pérdida de masa y tasa de erosión.

## **OBJETIVOS PARTICULARES**

- Endurecer superficialmente el acero AISI 4140T mediante el tratamiento termoquímico de borurización en polvo, empleando una temperatura de 1273 K, con tiempo de exposición de 6 h; para la formación de capas de boruros de hierro FeB/Fe<sub>2</sub>B.
- Realizar proceso de recocido por difusión sobre las muestras de acero AISI 4140T previamente boruradas, a una temperatura de 1273 K, con un tiempo de exposición de 6 h, empleando carburo de silicio; para eliminar la presencia de la fase FeB.
- Realizar caracterización físico-química de las capas de boruros de hierro formadas en la superficie del acero AISI 4140T mediante técnicas de microscopía óptica, MEB-EDE y DRX; para medición de capas, así como identificar y cuantificar la composición elemental de las muestras.
- Realizar caracterización mecánica de capas de boruros de hierro formadas en la superficie de un acero AISI 4140T mediante indentación instrumentada Berkovich; para determinar el comportamiento de la dureza y módulo de elasticidad a lo largo de la capa en función de las condiciones experimentales.



- Estimar pérdida de masa, tasa de erosión, medir los perfiles de profundidad e identificar los mecanismos de desgaste presentes en la prueba de erosión por partículas sólidas del acero AISI 4140T bajo las condiciones de borurado y proceso de recocido por difusión.



## **METODOLOGÍA**

La metodología del presente trabajo de investigación se describe a continuación:

Endurecimiento superficial de probetas de acero AISI 4140T, mediante el proceso termoquímico de borurización en polvo, empleando EKABOR™ II como medio borurante. Se propuso una temperatura de 1273 K, un tiempo de exposición de 6 h y enfriado a temperatura ambiente. Los espesores de las capas tipo FeB y Fe<sub>2</sub>B formadas se estimaron a través de la digitalización de las imágenes con un microscopio óptico marca Olympus GX51, y el analizador de imágenes Image Pro-Plus V. 6.0.

Realización del tratamiento de recocido por difusión, en las probetas previamente boruradas, empleado carburo de silicio SiC como medio diluyente. El proceso se realizó a una temperatura de 1273 K, un tiempo de exposición de 6 h. Los espesores de las capas tipo Fe<sub>2</sub>B se estimaron a través de la digitalización de las imágenes con un microscopio óptico marca Olympus GX51, y el analizador de imágenes Image Pro-Plus V. 6.0.

Realización de la caracterización física-química de las capas de boruros de hierro formadas en la superficie del acero AISI 4140T mediante técnicas como: microscopía electrónica de barrido, espectroscopía por dispersión de energía (MEB-EDE) y difracción de rayos X (DRX), para medición de capas, así como identificar y cuantificar la composición elemental de las muestras.

Realización de la caracterización mecánica de las capas de boruro de hierro formadas en la superficie del acero AISI 4140T mediante la técnica de indentación instrumentada Berkovich en capas FeB/Fe<sub>2</sub>B (probetas boruradas) y Fe<sub>2</sub>B (probetas boruradas)



---

seguidas del proceso de recocido por difusión) a una distancia constante de  $30 \mu\text{m}$  desde la superficie y una carga de 50 mN, evaluando la dureza y el módulo de elasticidad a lo largo de la sección transversal de las capas de boruros presentes en ambos casos.

Evaluación de la erosión por partículas sólidas del sistema capa/substrato del acero AISI 4140T, borurado y después del proceso de recocido por difusión. Estimando la pérdida de masa, tasa de erosión, perfiles de profundidad e identificando los mecanismos de desgaste. Se utilizó la máquina de erosión por partículas sólidas del Grupo Ingeniería de Superficies® bajo la norma ASTM G76-13, para la realización de las pruebas; teniendo tres diferentes tipos de partículas sólidas como son alúmina de  $50 \pm 3 \mu\text{m}$ , carburo de silicio de  $60 \pm 5 \mu\text{m}$  y granalla de acero de  $500 \pm 10 \mu\text{m}$  de radio nominal cada una.



## **CAPÍTULO I. ESTADO DEL ARTE**

### **1.1 INTRODUCCIÓN**

En este primer capítulo se describen las características del proceso termoquímico de borurización, comenzando con los principales procesos existentes, sus ventajas y desventajas del tratamiento, la influencia de los elementos de aleación del material base dentro del proceso de borurización, se describen las propiedades tanto físicas, químicas y mecánicas que se ven modificadas debido a la formación de los boruros de hierro en la superficie, se nombran algunas aplicaciones de los aceros borurados.

Por otro lado, se tiene la descripción del tratamiento del proceso de recocido por difusión, sus características y funcionalidad de un post tratamiento al proceso de borurización, así como los diferentes tipos de métodos por los que se lleva a cabo el proceso.

### **1.2 EROSIÓN POR PARTÍCULAS SÓLIDAS**

La erosión por partículas sólidas es la pérdida progresiva de material que resulta del repetido impacto de pequeñas partículas sólidas o líquidas sobre la superficie. En algunos casos resulta ser un fenómeno útil, como en la limpieza de superficies “sandblasting”, eliminación de rebaba por abrasión y corte por chorro de agua; pero es un serio problema en sistemas de ingeniería, incluidas turbinas de flujo y chorro, tuberías para la circulación de partículas y sistemas de combustión de lecho fluido (ASM Metals Handbook, Vol 18, 1991).

### **1.3 BORURIZACIÓN**

La borurización es un tratamiento termoquímico de endurecimiento superficial que involucra la difusión de átomos de boro en la superficie de un sustrato a alta temperatura. Como regla, el proceso de borurado toma lugar a temperaturas entre aproximadamente 1023 K y 1123 K. El acero borurado resultante provee alta dureza,



buena resistencia al desgaste, a la abrasión, a la corrosión y a la fatiga. Este tratamiento superficial puede llevarse a cabo usando reactivo en estado sólido, líquido y gaseoso.

En el tratamiento de borurización, la saturación de boro permite la generación de soluciones sólidas intersticiales de tipo  $(Fe,M)B$  y  $(Fe,M)_2B$ , donde M corresponde a los elementos de aleación presentes en el sustrato (C. Badini et al, 1988).

La fase  $(Fe, M)B$ , la cual es más rica en boro, con un contenido en peso de boro aproximadamente igual al 16%, constituye la capa externa del recubrimiento; en seguida sigue la fase  $(Fe,M)_2B$  teniendo un contenido en peso aproximado al 9%. Dependiendo del potencial de boro contenido en el agente borurante, la composición química del sustrato, temperatura y tiempo de exposición al tratamiento, se pueden formar ambas fases.

E. Meléndez???

Existen diversos métodos para la difusión de boro a la superficie del acero. Entre ellos se incluye:

**Borurización por empaquetamiento**, en el que el medio de borurización es un polvo sólido. Es el proceso de borurización más ampliamente utilizado, debido a su relativa facilidad de manipulación, seguridad, y la posibilidad de cambiar la composición de la mezcla, la necesidad que equipo limitado y el resultante económico.

**Borurización en pasta**, se usa comercialmente cuando el proceso de empaquetamiento es difícil, más caro o se necesita mucho tiempo de exposición. Ofrece la ventaja de aplicar una dureza superficial a ciertas secciones de la pieza, sin considerar la complejidad de su geometría. En este proceso una pasta de 45% de  $B_4C$  y 55% de criolita; o una mezcla convencional en polvo con un buen agente aglutinante es aplicada repetidamente a intervalos sobre la pieza o partes hasta que después del secado, una capa de 1 a 2 mm de espesor se obtiene.

**Borurización líquida**, este medio de borurización es por medio de un baño de sales de tetraborato de sodio ( $Na_2B_4O_7$ ). Este tratamiento no es de gran interés, debido a que la



remoción del excedente de tetraborato de sodio sobre la superficie de la pieza posterior al tratamiento, es un proceso costoso y se necesita alta precisión para evitar dañar la capa de boruros obtenida.

**Borurización gaseosa**, se lleva a cabo mediante un medio de borurización un gas rico en boro. Se hace pasar un gas (componentes orgánicos base boro como  $(\text{CH}_3)_3\text{B}$  y  $(\text{C}_2\text{H}_5)_3\text{B}$ ) a través de un cámara, permitiendo la difusión de átomos de boro. Presenta la desventaja a comparación de borurización en estado sólido. El problema radica en que estos compuestos son muy volátiles, el diborato es altamente tóxico y explosivo.

**Borurización por plasma**, en él también se usa un gas rico en boro, pero se lleva a cabo a temperaturas más bajas que las de la borurización gaseosa. Se lleva a cabo a temperaturas entre los 973 y 1123 K. Se requiere una bomba de vacío para el reactor y controladores de flujo másico que regulen la entrada de los gases protectores ( $\text{Ar}$  y  $\text{H}_2$ ), y de un agente borurante base gas ( $\text{BCl}_3$ ), el cual es depositados en la superficie del material.

### 1.3.1 VENTAJAS Y DESVENTAJAS DE LA BORURIZACIÓN

#### Ventajas

Las capas boruradas poseen una serie de ventajas sobre las capas endurecidas convencionalmente. Una ventaja básica es que las capas de acero borurado tiene extremadamente altos valores de dureza (entre 17 a 22 GPa).

Otras ventajas del borurado incluye:

- La dureza de las capas de boruros puede conservarse a temperaturas más elevadas que, por ejemplo, las capas creadas por el tratamiento de nitrurado.
- Una gran variedad de aceros, incluidos aquellos aceros previamente endurecidos, pueden ser compatibles con el proceso.
- El proceso de borurización puede aumentar considerablemente la resistencia a la corrosión-erosión de los materiales ferrosos dentro de ácidos diluidos no



oxidantes y medios alcalinos. Esta ventaja se utiliza con más frecuencia en diferentes aplicaciones industriales.

- Las superficies boruradas tienen una moderada resistencia a la corrosión y son bastante resistentes al ataque de metales fundidos.
- Las piezas boruradas tienen una alta resistencia a la fatiga y proveen un buen servicio en ambientes oxidantes y corrosivos.

### Desventajas

Dentro de este proceso también existen algunas desventajas tales como:

- Las técnicas utilizadas son inflexibles y requieren de mano de obra intensiva. El proceso resulta menos rentable que algunos otros como lo pueden ser la carburación de gas y nitruración por plasma.
- El crecimiento dimensional de piezas sometidas al proceso de borurización puede ser del 5 al 25% del espesor de la capa (por ejemplo de 25  $\mu\text{m}$  podría tener un incremento de 1.25 a 6.25  $\mu\text{m}$ ). Este incremento depende de la composición del sustrato pero se considera constante dada la combinación del material y el ciclo de tratamiento,
- La remoción parcial de una capa de boruros para el cumplimiento de las tolerancias del cliente es posible solo con un pulido con diamante, debido a que algún otro método de maquinado convencional puede causar la fractura del recubrimiento.

### 1.3.2 INFLUENCIA DE LOS ELEMENTOS DE ALEACIÓN

Las propiedades mecánicas de aleaciones boruradas dependen fuertemente de la composición y estructura de las capas de boruros. La característica de configuración “aserrada” de la capa borurada es dominante en acero puro, aceros de bajo carbono y aceros de baja aleación. A medida que los elementos de aleación y el contenido de carbón disminuyen, el desarrollo de las capas aserradas se suprime, formando una interfaz capa/sustrato más lisa o plana. Los elementos de aleación principalmente



retardan el espesor (o crecimiento) de la capa borurada, causada por la restricción de difusión de boro dentro del acero, debido a la formación de una berrera de difusión (ASM International, 2002).

En el presente trabajo de tesis se empleó un acero grado maquinaria AISI 4140T cuya composición química se muestra en la *tabla 1.1*:

C	Mn	Cr	Si	Mo	P	S
0.38-0.43	0.75-1.00	0.80-1.10	0.15-0.35	0.15-0.25	0.035 máx.	0.040 máx.

Se explica de manera breve la influencia de los elementos de aleación presentes en el acero AISI 4140T en la formación de los boruros de hierro.

**Carbono.** No se disuelve de manera significativa en la capa borurada y no difunde a través de la misma. Durante el borurado, es impulsado (o difundido) de la capa borurada hacia el acero base, junto con el boro forma borocementita  $Fe_3(B,C)$  como una capa separada entre la capa  $Fe_2B$  y el sustrato.

**Manganeso.** Este elemento se introduce en cualquier caso para desoxidar al acero (eliminar impurezas de óxido de hierro). La presencia de este elemento incrementa la solubilidad del carbono en la austenita, y con ello favorece la formación de carburos. Incrementa a la fatiga y a la fluencia, a la forja, la resistencia al desgaste, la templabilidad, la resistencia al revenido, la formación de carburos y la dilatación térmica. (Tapia-Quintero, 2010)

**Cromo.** Modifica considerablemente la estructura y propiedades del acero borurado. Cuando el contenido de cromo en el material base incrementa, se presentan los siguientes efectos: formación de productos ricos en boro, disminución en la profundidad de capa borurada, aplanado y/o suavizado de la interfaz capa/sustrato.

**Silicio.** Al igual que el carbono, el silicio no es soluble en la capa borurada, y este elemento es empujado desde la superficie por el boro y se desplaza por delante de la capa de boruro en el sustrato, formando acero silicioborurado debajo de la capa  $Fe_2B$ .



**Molibdeno.** También reduce el espesor de la capa borurada y aplanar la morfología dentada en aceros al carbono. Incrementa la resistencia a la tracción, resistencia mecánica en caliente, resistencia a la fatiga, límite elástico, dureza, resistencia a la templabilidad, resistencia al desgaste, tenacidad, resistencia al calor y al revenido.

**Fosforo y Azufre.** Mejía et al. (2015) determina que la presencia de los elementos P y S disminuyen la resistencia a la corrosión al formar nuevos compuestos con los boruros de hierro, por lo cual podemos concluir que estos elementos influyen en la composición de las capas formadas.

### 1.3.3 BORURIZACIÓN EN POLVO

La borurización en polvo es uno de los métodos más comunes para borurar, ya que requiere un equipo muy simple.

Las muestras son colocadas en un contenedor o caja de acero o bien, en un crisol de cerámica con el agente borurante (reactivo), a continuación, se calientan en un horno a 1123-1273 K durante 2 o hasta 8 h. Los agentes borurantes se constituye de un reactivo el cual puede ceder átomos de boro (boro amorfo o carburo de boro  $B_4C$ ), un activador (generalmente  $KBF_4$ ) y un diluyente inerte (carburo de silicio y/o grafito). Debido a las altas temperaturas alcanzadas durante el tratamiento de borurado, el  $KBF_4$  descompone al fluoruro de boro gaseoso que se restauró por el carburo de boro.

Comercialmente es posible encontrar agentes borurantes con las siguientes composiciones:

- 5%  $B_4C$ , 90%  $SiC$ , 5%  $KBF_4$
- 50%  $B_4C$ , 45%  $SiC$ , 5%  $KBF_4$
- 85%  $B_4C$ , 15%  $Na_2CO_3$
- 95%  $B_4C$ , 5%  $Na_2B_4O_7$
- 84%  $B_4C$ , 16%  $Na_2B_4O_7$



Los agentes borurantes de mayor importancia industrial son los basados en carburo de boro activo. Se pueden adquirir en forma de polvo fino, con granos de varios tamaños, así como en pasta. Los agentes borurantes EKABOR™ se enumeran en la tabla 1.2

**Tabla 1.1** Características generales de los agentes borurantes (C. Tapia-Quintero, 2010)

Agente borurante	Tamaño de grano	Características
EKABOR™ I	<150µm	Alta calidad de capa en la superficie
EKABOR™ II	<850µm	Muy buena capa superficial; el substrato es fácil de desempacar después del tratamiento
EKABOR™ III	<1400µm	Buena capa superficial; el polvo aún tiene buenas propiedades después del tratamiento
EKABOR™ HM	<150µm	Para metales muy aleados, ofrece capas muy gruesas en barrenos muy pequeños
EKABOR™ Pasta	--	Aplicaciones universales: inmersión, cepillado y aspersion
EKABOR™ Ni	<150µm	Para borurización en metales base níquel.

### 1.3.4 PROPIEDADES FÍSICAS, QUÍMICAS Y MECÁNICAS DE LOS BORUROS DE HIERRO

Las propiedades físicas, químicas y mecánicas de los boruros de hierro se describen en la tabla 1.3:

**Tabla 1.2** Propiedades químicas y mecánicas de los boruros de hierro (Matuschka, 1980)

PROPIEDADES	FeB	Fe <sub>2</sub> B
Densidad (g/cm <sup>3</sup> )	6.75	7.43
Coefficiente de expansión térmica (ppm/°C)	23 en un rango de 200 a 873 K	7.65-9.2 en un rango de 373 y 1073 K



PROPIEDADES	FeB	Fe <sub>2</sub> B
Microdureza (GPa)	18 a 22	17 a 19
Módulo de elasticidad (GPa)	590	285 a 295
Estructura cristalina	Ortorrónica con cuatro átomos de (Fe) y cuatro átomos de (B)-parámetros; a=4.053 Å; b=5.495 Å; c=2.946 Å.	Tetragonal con ocho átomos de (Fe) y cuatro átomo de (B)-parámetros; a=5.078 Å; c=4.249 Å.
Composición de boro (wt.%)	16.23	8.83
Relación de Poisson	0.25	0.28
Deformación elástica	3.24	3.93
Otros	Incrementan la resistencia a la corrosión en materiales ferrosos sometidos a medios alcalinos y ácidos no oxidantes. Resistencia al desgaste por su baja tendencia para difundirse en frío y a su elevada dureza.	
Resistencia a la fatiga	Puede incrementar un 33% para capas con espesores mayores a 40 μm (p.e. de 185 a 245 N/mm <sup>2</sup> )	

### 1.3.5 APLICACIONES DE LOS ACEROS BORURADOS

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 1.4 se muestran algunas de las aplicaciones industriales para diferentes tipos de aceros borurados.

**Tabla 1.3** Aplicaciones industriales de diferentes aceros borurados (E. Hernández-Sánchez, 2011)

Acero	Aplicaciones
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	Perno y dados para forja



---

Acero	Aplicaciones
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 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. (E. Hernández-Sánchez, 2011)

#### 1.4 PROCESOS DE RECOCIDO POR DIFUSIÓN EN ACEROS BORURADOS.

La capa de boruros de hierros bifásica ( $FeB+Fe_2B$ ) ofrece alguna ventajas tribológicas debido a que la dureza va en decremento desde la superficie, pasando por las capas de boruros de hierro hasta llegar al sustrato. Sin embargo, se ha visto que en las muestras de aceros borurados, la fase con mayor contenido en boro ( $FeB$ ) puede ser no ideal para aplicaciones mecánicas y tribológicas; a pesar de ser más dura, la capa superior  $FeB$  es muy frágil y tiene un coeficiente de expansión térmica sustancialmente diferente. Además de la fragilidad de la capa  $FeB$  a la delaminación severa y desprendimiento cuando se aplica una alta carga normal o tangencial. Consecuentemente, una simple capa de  $Fe_2B$  es más deseable que un sistema de capa dual  $FeB+Fe_2B$  (Kartal, et al., 2011).

Se tienen diferentes métodos del proceso de recocido por difusión, por medio de los cuales es posible llegar a diluir por completo la capa  $FeB$  partiendo de un sistema dual ( $FeB+Fe_2B$ ) empleando técnicas de borurización en caja, gas y sales.

Matuschka (1980) establece que es posible convertir la fase  $FeB$  a  $Fe_2B$  mediante un proceso de recocido por difusión. Este proceso lo desarrolla mediante una masa fundida, que consiste en una mezcla en polvo de  $NaCl$  y  $KCl$  con oxígeno y aditivos aglutinantes; en donde la capa  $FeB$  es diluida, aumentando el espesor de la capa  $Fe_2B$ .



Fichtl (1981) propuso un proceso de recocido por difusión en polvo, para diluir la capa FeB presente en un acero inoxidable borurado por 6 h con 1173 K con EKABOR™ I. El proceso de recocido por difusión se llevó a cabo a 1273 K con 2 h de tiempo de exposición en un medio inerte, una atmosfera de gas inerte (argón). Resultando una capa Fe<sub>2</sub>B más homogénea y menos propensa a la formación de grietas y delaminaciones. Además un incremento en el espesor del 20% es producido.

Kartal et al (2011) desarrollan un proceso de recocido por difusión mediante un método electroquímico de borurización, lo llevan a cabo primero en un acero AISI 1018, el método denominado método “fase de homogenización en borurización electroquímica” consiste en un primera etapa 1223 K con 15 minutos de exposición, empleando un electrolito fundido de 90% de bórax y 10% de carbonato de sodio, con una densidad de corriente de 200 mA/cm<sup>2</sup>. Generando 20 μm de capa de FeB y 40 μm de capa de Fe<sub>2</sub>B.

Posterior a ello se realiza la “fase de homogenización adicional” la cual se lleva a cabo durante 45 minutos, donde se obtiene la disolución de la capa de FeB teniendo un espesor total de Fe<sub>2</sub>B de 75 μm. El comportamiento de fractura y la adhesión de capas boruradas antes y después del El proceso de recocido por difusión (PRD) fue evaluado mediante el método Daimler-Benz Rockwell C.

Kulka et al. (2013) desarrollan un proceso de recocido por difusión sobre probetas de hierro puro previamente boruradas mediante la técnica de borurización en gas, cuyos tiempos de exposición y temperaturas fueron: 1073 K, 1173 K y 1273 K, tiempos de 2 a 10 h utilizando una atmosfera de BCl<sub>2</sub>-H<sub>2</sub>. El proceso de recocido por difusión (PRD) fue llevado a cabo mediante una atmosfera inerte de H<sub>2</sub> con rangos de exposición de 2 a 10 h, posterior al tratamiento fueron enfriadas en un atmosfera de nitrógeno. Demostrando que el mayor tiempo de exposición llevo a la disolución completa de la capa FeB.

Dentro del Grupo Ingeniería de Superficies ® se tienen dos estudios sobre el proceso de recocido por difusión:

M. Flores-Jiménez (2013) realiza un proceso de recocido por difusión, en el cual diluye la capa FeB formada en un acero AISI 1045 cuyas condiciones de tratamiento son 1223



K y tiempos de exposición de 8, 10 y 12 h; empleando una mezcla base 95% SiC y 5% de bentonita como aglutinante con una condición de tratamiento de 1223 K y 8 h.

Concluyendo que con la difusión de la capa FeB se tiene la disminución en un 10% de los valores de dureza real comparados con los obtenidos en el proceso de borurización; finalmente, los valores de tenacidad a la fractura de las capas de boruros de hierro generados en la superficie del acero exhibieron un incremento de aproximadamente 53%, en comparación con los valores de tenacidad a la fractura obtenidos en el proceso de borurización.

Por otra parte S. Bernabé-Molina (2015) desarrollo un proceso de recocido por difusión, a muestras de acero AISI 316L previamente boruradas (4.6 y 8 h a 1173 K de exposición), haciendo uso de EKABOR™ II diluido a una temperatura de 1273 K con 2 h de exposición, lo que permitió disminuir la fragilidad de la capa de boruros de hierros, además de un incremento en el espesor de la fase Fe<sub>2</sub>B.

En cuanto al efecto que tuvo el proceso de recocido por difusión en los valores de esfuerzos residuales fue un cambio a un estado completamente compresivo, ya el sistema se conformó principalmente de Fe<sub>2</sub>B.



## **CAPÍTULO II. EROSIÓN POR PARTÍCULAS SÓLIDAS**

### **2.1 INTRODUCCIÓN**

En este capítulo se describen las propiedades y condiciones de la prueba de erosión por partículas sólidas, la cual se utiliza para medir de forma cualitativa la respuesta del material base, borurado y borurado + PRD al desgaste erosivo. Para dicha evaluación se describen la influencia de factores como son: tasas de erosión, perfiles de profundidad, bajo diferentes partículas erosivas, esta prueba está adecuada a las condiciones de la norma ASTM G76-13.

#### **2.1.1 TRIBOLOGÍA**

Tribología, que se centra en la fricción, desgaste y lubricación de las superficies que interactúan en movimiento relativo, es un nuevo campo de la ciencia definida en 1967 por un comité de la Organización para la Cooperación y el Desarrollo Económico. “**Tribología**” se deriva a la palabra griega “*tribos*” es decir, *frotar* o *deslizar*. Después de un periodo inicial de escepticismo, como es inevitable para cualquier palabra o concepto introducido recientemente, la palabra “tribología” ha ganado aceptación gradualmente.

El *desgaste* es la principal causa de desperdicio de material y la pérdida de rendimiento mecánico, por ende, cualquier reducción en el desgaste puede dar lugar a un ahorro considerable. La *fricción* es la principal causa del desgaste y disipación de energía. Ahorros considerables se pueden hacer por un mejor control de fricción. Se estima que es necesaria una tercera parte de los recursos energéticos del mundo en el uso actual para superar la fricción de una forma u otra. La *lubricación* es un medio eficaz de controlar el desgaste y reducción de la fricción, La tribología es un campo de la ciencia que se aplica en análisis operacional de problemas de gran importancia económica, como fiabilidad, mantenimiento y desgaste de equipos técnicos que van desde electrodomésticos hasta naves espaciales. Stachowiak, G.W. (2000).



### 2.1.2 DESGASTE

Desgaste es la pérdida progresiva de material de la superficie de un cuerpo provocado por la acción mecánica de otro cuerpo. En la mayoría de casos, el desgaste ocurre debido a la interacción de superficies. Durante el movimiento relativo, el material de la superficie en contacto puede ser desplazado de modo que las propiedades del cuerpo sólido cercano a la superficie sean alteradas, a continuación el material puede ser removido de la superficie y puede resultar en la transferencia a la superficie soldada o se puede separar como partículas de desgaste.

El desgaste, como la fricción no es una propiedad del material; esto es una respuesta del sistema tribológico. Las condiciones de funcionamiento afectan el proceso de desgaste. A veces se asume que la alta fricción se correlaciona con una tasa de desgaste alta. Esto no es necesariamente cierto. El desgaste es cuantificado en términos de “tasa de desgaste” la cual es definida como la masa, volumen o alta pérdida de material removido por unidad de tiempo o distancia de deslizamiento.

### 2.1.3 MECANISMOS DE DESGASTE

Los mecanismos de desgaste más importantes son: desgaste adhesivo, desgaste abrasivo, desgaste por delaminación, desgaste erosivo, desgaste por rozamiento, desgaste por rozamiento, desgaste por fatiga y desgaste por corrosión/oxidación. Rasgos característicos y definiciones de los diferentes mecanismos de desgaste se presentan en la tabla 2.1. En general dos tercios de todos los procesos de desgaste se encuentran en situaciones industriales debido a mecanismos como desgaste adhesivo y abrasivo. En algunos casos, el desgaste es iniciado por un mecanismo de desgaste y puede proceder por otro mecanismo. Los componentes del desgaste son examinados para determinar el tipo de mecanismo mediante el uso de microscopio o técnicas analíticas de análisis. Menezes P. et al (2013)



**Tabla 2. 1** Diferentes tipos de mecanismos de desgaste, definiciones y características

Mecanismo	Definición	Características
Adhesión	Desgaste debido a la transferencia de material de una superficie a otra por cizallamiento de uniones soldadas de asperezas	Unión-adhesión, cizallamiento y transferencia de material
Abrasión	Desgaste debido a partículas duras o protuberancias deslizándose a lo largo de superficie solida	Arado, acuñamiento y corte
Delaminación	Desgaste causado por la delaminación de capas delgadas de material debajo de la interface en la subsuperficie	Deformación plástica, crack nucleación y propagación
Erosión	Desgaste debido la interacción mecánica entre una superficie sólida y un fluido, impacto de líquidos o partículas sólidas	Ángulo de incidencia, gran escala de deformación, iniciación y propagación de cráteres
Rozamiento	Desgaste debido a la pequeña amplitud de movimiento tangencial entre dos superficies	Relativo amplitud de movimiento y retenimiento de partículas de desgaste
Fatiga	Desgaste causado por la fractura que surge de la fatiga superficial	Carga cíclica y propagación de grieta por fatiga
Corrosión-oxidación	Este desgaste ocurre cuando un deslizamiento toma lugar en un ambiente de corrosión/oxidación	Formación de desgaste, capa de corrosión/oxidación mecánicamente incompatible

## 2.2 DESGASTE EROSIVO

Erosión es una forma de daño experimentado por un cuerpo cuando partículas sólidas o líquidas impactan en su superficie. Hay básicamente dos tipos denominadas erosión sólida y erosión fluida.

Erosión por partículas sólidas (SPE, *por sus siglas en inglés*) es la perdida de material de la superficie que resulta de repetidos impactos de pequeñas partículas sólidas. En algunos casos la SPE es un fenómeno útil, como en la limpieza por *sandblasting* y corte abrasivo a alta velocidad, pero es un serio problema en sistemas de ingeniería,



incluyendo turbinas de vapor y de chorro de aire, tuberías y válvulas para el transporte de materia y sistemas de combustión mediante lecho fluidizado.

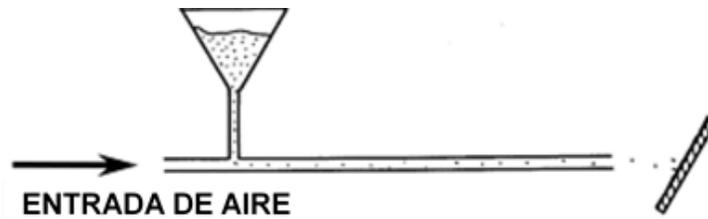
La erosión por partículas sólidas se puede esperar cuando partículas sólidas son arrastradas en un medio líquido o gaseoso se encuentran impactando con una velocidad significativa (mayor que 1 m/s). Algunos ejemplos de la manifestación de SPE en condiciones de servicio usualmente incluyen adelgazamiento de componentes, apariencia macroscópica de “efecto de pala” seguido flujo de gas/partículas, rugosidad superficial (de van desde el pulido hasta la rugosidad severa, dependiendo del tamaño de partícula y la velocidad de impacto), carencia de crecimiento dirección característico de abrasión, y, en algunos casos, la formación de patrones de ondulación sobre metales J.R. Davis (2001).

### **2.3 PRUEBA DE EROSIÓN POR PARTÍCULAS SÓLIDAS (ASTM G76-13)**

La prueba del sistema de erosión por partículas sólidas (SPE) involucra repetidos impactos de partículas erosivas fluyendo a través de aire presurizado golpeando la superficie de una muestra de prueba. La cantidad de masa pérdida de la muestra dividida por la masa del erosivo puede presentar la tasa de erosión, o el volumen perdido puede ser también evaluado para clasificar la resistencia a la erosión de una gama completa de materiales: cerámicos, metales, recubrimientos, capas delgadas y compuestos. Los ángulos de impacto pueden variar desde 15° hasta los 90°.

La norma ASTM G76-13, nos da la pauta para realizar este ensayo en el laboratorio y de esta manera medir la erosión por partículas sólidas de diferentes tipos de materiales y es por ello que se ha utilizado como una prueba de detección para la clasificación de tasas de erosión de materiales en entornos de servicio simuladas. El servicio de erosión implica tamaños de partícula, velocidad, ángulos de ataque, ambientes, que varían por un amplio rango de condiciones. En la figura 2.1 se muestra esquemáticamente el principio básico de la prueba, en el que se muestra la alimentación de partícula erosiva, la entrada de aire a presión a través de la tubería que dará el sentido del impacto a la

superficie y además la mordaza de sujeción de la probeta de prueba, que permite la variación en el ángulo de incidencia.



**Figura 2. 1** Representación esquemática de la prueba de erosión.

Una prueba consiste de los siguientes pasos:

- Establecer y verificar la velocidad de impacto y velocidad de alimentación de partícula abrasiva.
- Preparación de la superficie del espécimen a ensayar, cuidando que la rugosidad no sea mayor a  $1 \mu\text{m}$ . Limpiar la superficie, y pesar con una balanza analítica de  $\pm 0.1 \text{ mg}$ , realizando como mínimo tres pesados.
- Montar el espécimen con ubicación y orientación adecuada. Someter la muestra a la prueba de impacto por un intervalo de tiempo de 60 s. Sacar la muestra, limpiarla cuidadosamente, repesar y estimar la pérdida de masa.
- Repetir este proceso hasta que el tiempo total de prueba sean 180 s
- Someter a otro ensayo la probeta, repetir la limpieza y repesado de la probeta hasta haber completado los 180 segundos, teniendo cuidado que entre ensayo y ensayo no se cambie el lugar de impacto.
- Estimar la tasa de erosión dividiendo la pérdida de masa total la muestra entre la cantidad total de partícula erosiva utilizada en la prueba.
- Repetir esta serie de pruebas generando 10 repeticiones o más si es necesario.

Las pruebas de desgaste erosivo fueron realizadas en la máquina de erosión por partículas sólidas del Grupo Ingeniería de Superficies®, en la cual se pueden realizar pruebas con diferentes tamaños de partículas erosivas y que permiten un tamaño máximo de espesor de la probeta de 6 mm.



**Figura 2. 2** Máquina de erosión por partícula sólida, del Grupo Ingeniería de Superficies © SEPI Unidad Zacatenco

En la figura 2.2 se puede observar la máquina de erosión por partículas sólidas utilizada para los ensayos de desgaste erosivo, que junto con una balanza analítica nos serán útiles para poder medir el material removido en cada ensayo.

La máquina cuenta con un porta muestra para la sujeción de las probetas cuya limitante son 6 mm de espesor, además que mediante ese porta muestras se tiene el cambio para el ángulo de incidencia. Mediante una llave de paso colocada enseguida de la tolva de alimentación se puede tener el cambio de diámetro para el cambio de la partícula erosiva,

### 2.3.1 CONDICIONES DE LA PRUEBA

Este método de prueba define las siguientes condiciones estándar:

- La distancia entre la boquilla y la superficie de la prueba a ensayar debe ser de  $10 \pm 1$  mm
- La prueba se lleva a cabo con aire, indicando la humedad presente así como la presión del aire (para nuestro caso 2 bar de presión).

- Radio nominal de las partículas a erosionar, en este caso se trabajan con alúmina, carburo de silicio y granalla de acero,
- Velocidad de partícula  $30 \pm 2 \text{ m/s}$
- El tiempo de prueba debe ser de 180 s, para no generar daño más allá del recubrimiento.
- El ángulo entre el eje de la boquilla y el espécimen no debe sobre pasar  $\pm 2^\circ$  de tolerancia.
- Velocidad de alimentación de partícula abrasiva  $40 \pm 3 \text{ g/min}$

### 2.3.2 ESTIMACIÓN DE LA RUGOSIDAD EN LA SUPERFICIE DE LAS MUESTRAS BASE, BORURADAS Y BORURADAS + PRD

Para la estimación de la rugosidad sobre las muestras antes de ser sometidas a la prueba de erosión por partículas sólidas, se utilizó un perfilómetro óptico de la marca Bruker, modelos ContourGT y el software analizador de superficies: Vision64, este perfilómetro al ser óptico no permite que el equipo tenga contacto directo con la superficie de la muestra por lo que se evita un posible daño en las superficies dañadas.

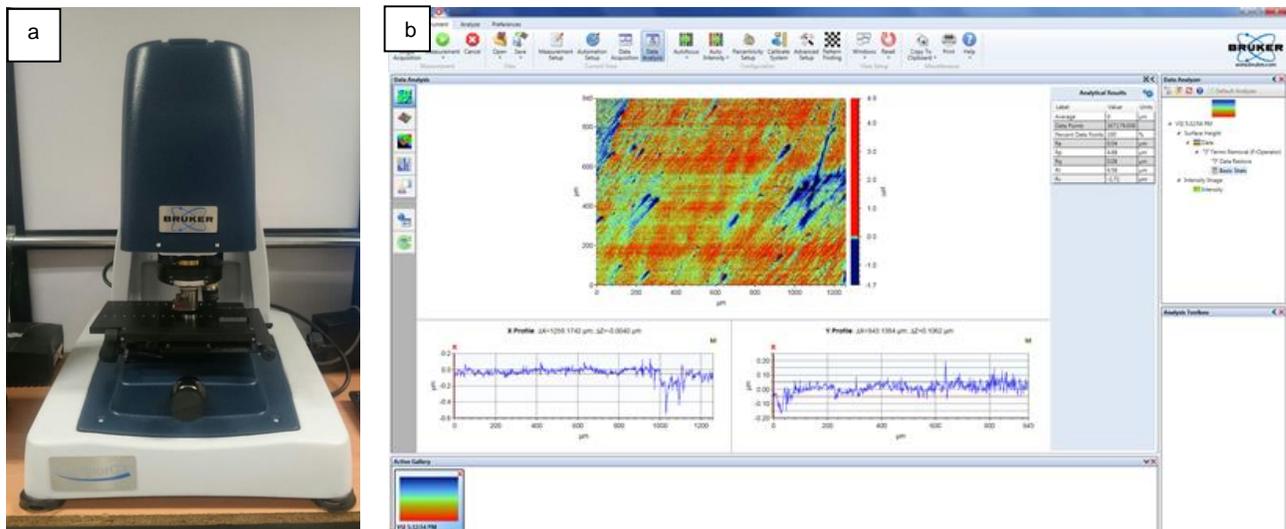


Figura 2. 3 a) Perfilómetro marca Bruker, modelo ContourGT b) software vision64



Las mediciones de la rugosidad en la superficie de las muestras fueron realizadas, con un objetivo de cinco aumentos (5x), de lo que se obtiene un área de medición de 945 x 1200  $\mu\text{m}$  aproximadamente, de esta zona de se obtiene una rugosidad aritmética ( $R_a$ ) proporcionada por el software, fueron realizados cuatro mediciones de  $R_a$  en diferentes zonas para poder estimar un valor promedio de  $R_a$  en cada una de las muestras. La norma ASTM G76-13 nos indica que la superficie de la muestra a ensayar debe contar con una rugosidad menor a 1  $\mu\text{m}$ , indicando que un valor menor es recomendable. En la tabla 2.2 se muestran los resultados promedio de las mediciones de rugosidad tomadas en la superficie de las muestras antes de ser sometidas a la prueba de erosión.

**Tabla 2. 2** Resultados de la medición de rugosidad aritmética ( $R_a$ ) en la superficie del acero AISI 4140T sobre las condiciones de: material base, borurado y borurado+PRD.

Condición de la muestra	Rugosidad aritmética promedio ( $R_a$ ) de la muestra [ $\mu\text{m}$ ]
4140T	0.04 $\pm$ 0.001
4140T borurado a 1273 K durante 6 h.	0.13 $\pm$ 0.017
4140T borurado + PRD 1273K durante 6	0.27 $\pm$ 0.018

## 2.4 EFECTO DEL ÁNGULO DE IMPACTO Y SU VELOCIDAD

La inclinación a la cual el gas de combustión entra en contacto con la superficie de la TC determina como responde dicha TC, es decir, como procede el mecanismo de desgaste erosivo. En general el ángulo de impacto se puede variar de 0° a 90°, pero existen principalmente dos criterios para determinar los ángulos de interés para la erosión en una TBC: el tipo de material (frágil o dúctil) y el dispositivo en el cual va aplicada (álabe, liner y pieza de transición). Los materiales dúctiles presentan una rapidez de desgaste mayor en ángulos de impacto cercanos a 30°, presenta desgaste erosivo dúctil, y los materiales frágiles, entre ángulo de impacto los 80° y 90°

Ángulo de apilamiento: ángulo de ubicación de los álabes, es la diferencia entre la cuerda o eje de alineación y el eje horizontal



Ángulo de Impulso: es el ángulo específico de arrastre, se define de acuerdo a la geometría cóncava del álabe.

Ángulo de entrada: Es el ángulo de entrada de los gases de combustión desde la pieza de transición con respecto a los anillos de álabes  $60^\circ$

Ángulo de incidencia: Es el ángulo que está entre la inclinación del flujo entrante y la posición de los álabes en su entrada, visto de otra manera, es la resta entre el ángulo de entrada del flujo y el ángulo de entrada del álabe de la turbina.

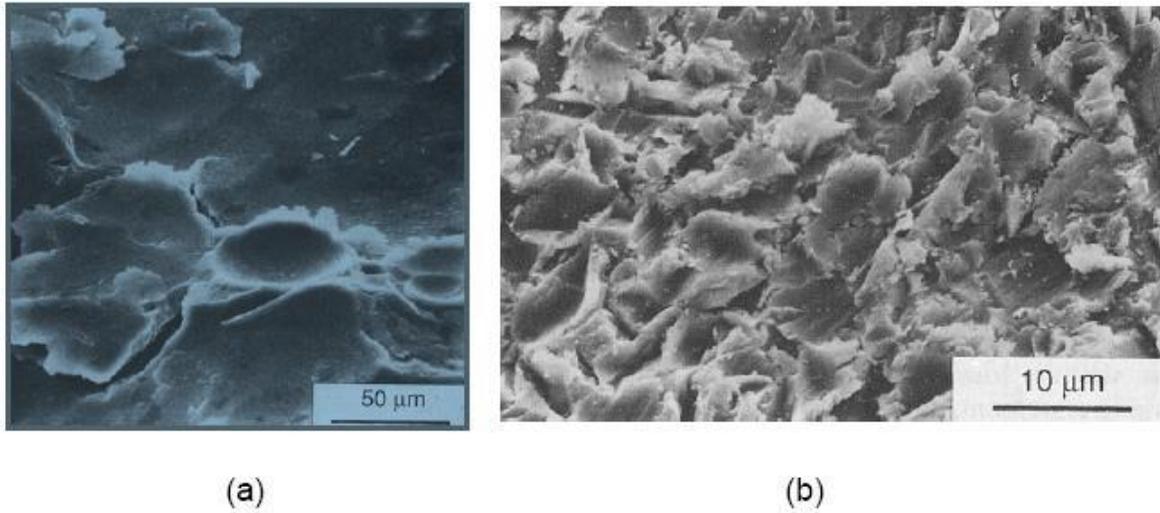
Ángulo de salida o de fuga: ángulo de salida de los gases de combustión, este tipo de ángulo es rasante y va de  $0$  a  $25^\circ$ .

## 2.5 EFECTO DE LA PARTÍCULA

A continuación se nombrarán algunos factores que influyen en la erosión por partículas solidas ajenos a las propiedades del material o bien, en este caso de la superficie:

### 2.5.1 FORMA, DUREZA Y TAMAÑO

La forma de las partículas influye en los patrones de deformación plástica alrededor de la indentación. Para partículas redondas, dicha deformación es menor y más impactos son necesarios para remover los fragmentos de material de la superficie. Un incremento en el ángulo de impacto tiene efectos similares. En un caso extremo donde el impacto a un ángulo de  $90^\circ$ , el material es removido por colisiones vecinas, después de una serie de impactos que generarán un ciclo de deformaciones plásticas. En la figura 2.\_va), se puede apreciar una superficie de aluminio, la cual fue erosionada por partículas esféricas de vidrio a un ángulo de  $90^\circ$  y una velocidad de  $60 \text{ m s}^{-1}$ . La erosión a ángulos pequeños es mayor, aunado a esto, si se utiliza una partícula angular, el proceso es de corte como fue ilustrado en la figura 4.11 y depende en gran parte en el sentido de giro de la partícula antes y durante el impacto. Una superficie erosionada en estas condiciones puede verse en la figura 2.\_ b), en donde partículas angulares de carburo de silicio fueron impactadas a un ángulo de  $30^\circ$  y a una velocidad de  $55 \text{ m s}^{-1}$  en acero de bajo carbono.



*Figura 2. 4 influencia del ángulo de erosión*

## 2.5.2 LA DUREZA DE LA SUPERFICIE

Una consideración que se tienen que hacer es que predice una erosión inversamente proporcional a la dureza. Finnie llegó a la conclusión de que si al elevar la dureza de un material se incrementaba su resistencia al desgaste en mecanismos como abrasión o deslizamiento, premisa que no se aplica para materiales sometidos al fenómeno de la erosión. Encontrando solamente esta relación para metales puros en estado recocido (siendo la excepción el molibdeno y el tungsteno)

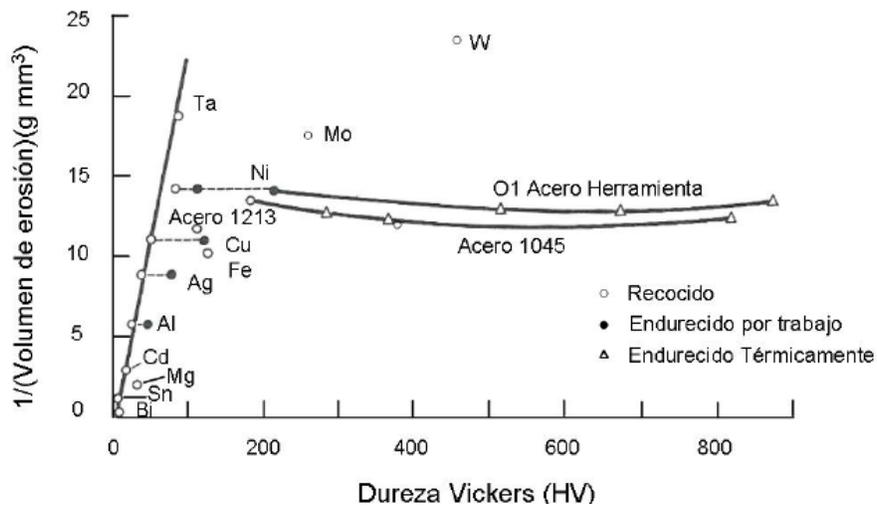


Figura 2. 5 Resistencia a la erosión contra dureza del material

## 2.6 DESGASTE EROSIVO POR DEFORMACIÓN

### 2.6.1 MECANISMO

Los mecanismos de erosión pueden actuar combinados y sinérgicamente, varios autores han subdividido la erosión de acuerdo a la acción del medio sobre la superficie y de ahí se determinan los submecanismos:

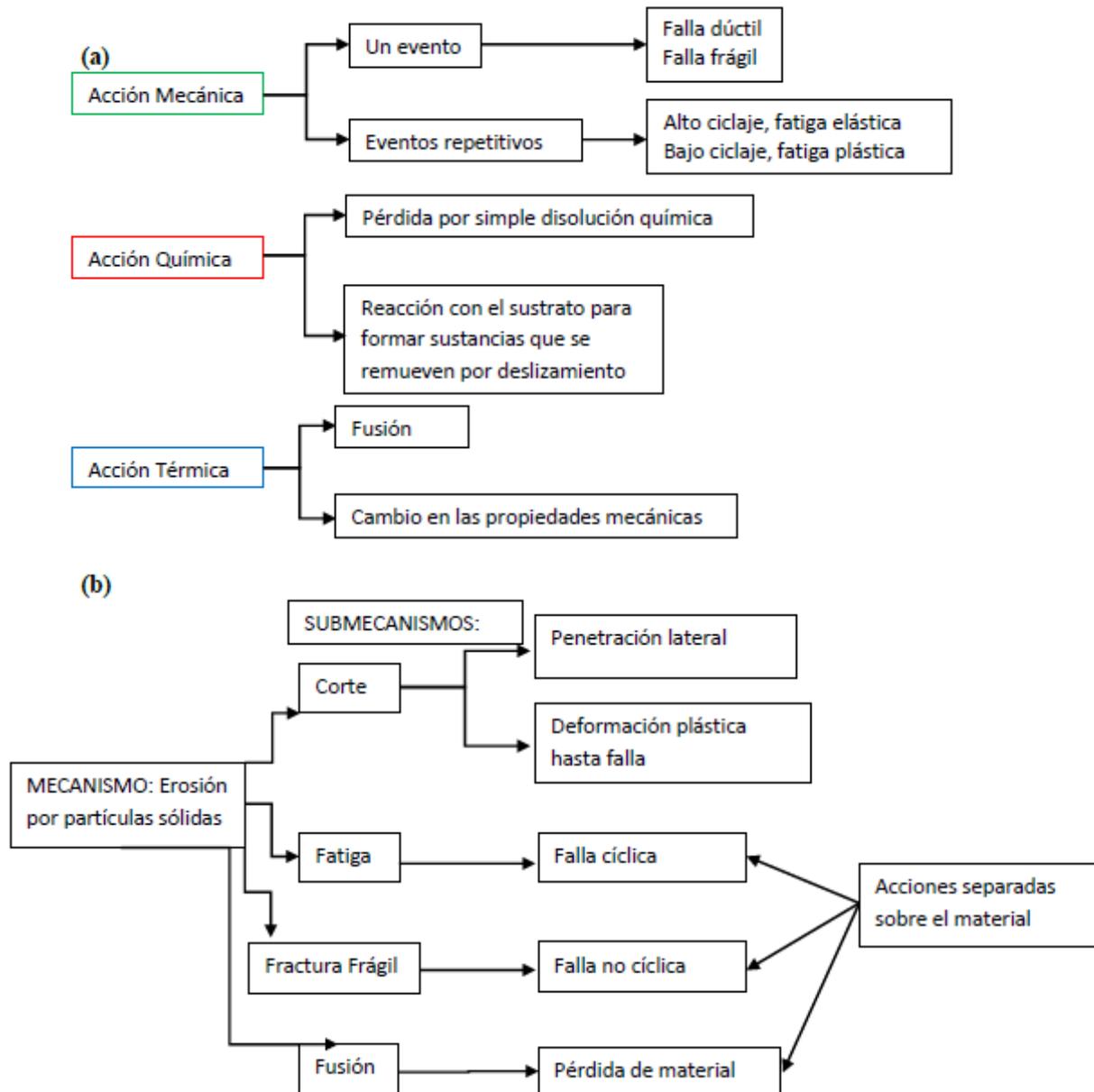


Figura 2. 6 a) Eventos que pueden actuar en la erosión y b) submecanismos de erosión reportados en literatura

## 2.7 TRANSICIÓN DÚCTIL-FRÁGIL

A continuación serán descritos los factores que conducen a un cambio de mecanismo en la erosión

## 2.7.1 LA DUREZA DE LA SUPERFICIE

Los materiales dúctiles al incrementarles su dureza, muestran un comportamiento aparentemente frágil. Aleaciones de alta dureza y baja ductilidad muestran su máximo intervalo de erosión a ángulos normales de impacto. Guilden llevó a cabo pruebas en el acero AISI 52100 con cuatro diferentes tratamientos térmicos, en donde el acero con la mayor ductilidad y la muy poca dureza (30 HRC) mostró un comportamiento dúctil, mientras que para el acero con alto valor de dureza (martensita sin revenir), mostró un comportamiento aparentemente frágil

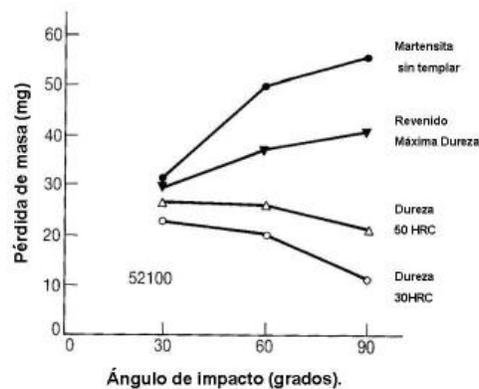


Figura 2. 7 transición dúctil-frágil de acero AISI 52100 con diferentes tratamientos térmicos



## **CAPÍTULO III. CARACTERIZACIÓN FÍSICO-QUÍMICA Y MECÁNICA DE CAPAS TIPO FEB Y $FE_2B$**

### **3.1 INTRODUCCIÓN**

En el presente capítulo se desarrolla el tratamiento termoquímico de borurización en polvo y el tratamiento de recocido por difusión en probetas de acero AISI 4140T. Posterior a los tratamientos, las probetas fueron seccionadas y preparadas metalográficamente para ser caracterizadas físico-química y mecánicamente. La caracterización comprende: microscopía óptica a la sección transversal de las probetas, ensayos de difracción de rayos X (DRX) sobre la superficie, espectroscopía por dispersión de energía (EDE) en sección transversal y ensayos de indentación instrumentada Berkovich sobre la sección transversal de las probetas con condición de tratamiento y recocido (6 h-1273 K).

### **3.2 TRATAMIENTO TERMOQUÍMICO DE BORURIZACIÓN Y RECOCIDO POR DIFUSIÓN**

Durante el proceso termoquímico, las principales variable dependientes 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:

- Composición del sustrato
- Geometría de las probetas
- Método de borurización

A continuación se describe la metodología utilizada para la preparación y endurecimiento de las probetas.

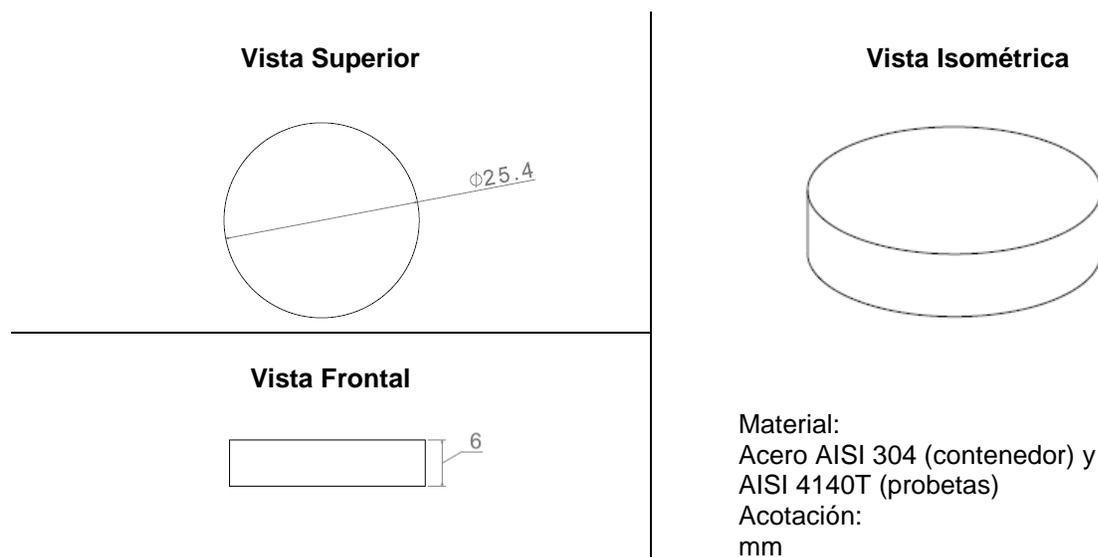
### 3.2.1 TIPO DE ACERO, PREPARACIÓN Y ENDURECIMIENTO DE LAS PROBETAS

Para la realización del tratamiento termoquímico se fabricaron 140 probetas circulares de acero comercial AISI 4140T con una composición química que se presenta en la tabla 3.1

**Tabla 3.1** Composición química en wt. % del acero AISI 4140 (ASM Metals Handbook, Vol 1, 2005)

C	Mn	Cr	Si	Mo	P	S
0.38-0.43	0.75-1.00	0.80-1.10	0.15-0.35	0.15-0.25	0.035 máx.	0.040 máx.

Las dimensiones de las probetas se muestran en la figura 3.1, para darles un buen acabado a lo largo de las secciones longitudinales, las probetas se desbastaron utilizando hojas abrasivas de carburo de silicio (*SiC*) de granulometría 80 hasta 2500 y posteriormente pulidas con alúmina de  $0.05\ \mu\text{m}$ , con el propósito de eliminar imperfecciones, impurezas y óxido presente en la superficie.



**Figura 3.1** Dimensiones de la probeta

Las probetas fueron sometidas al tratamiento termoquímico de borurización por el método de empaquetamiento en polvo, el cual consiste en colocar las probetas en un contenedor de acero inoxidable AISI 304 con un agente borurante EKABOR™ II cuya composición es carburo de boro ( $B_4C$ ), carburo de silicio ( $SiC$ ) y tetrafluoruro de potasio ( $KBF_4$ ). El contenedor fue previamente saturado con el agente borurante a una temperatura de 1273 K durante 8 h de exposición.

Las figuras 3.1 y 3.2 muestran las dimensiones del contenedor así como la colocación de las muestras dentro del mismo, respectivamente.

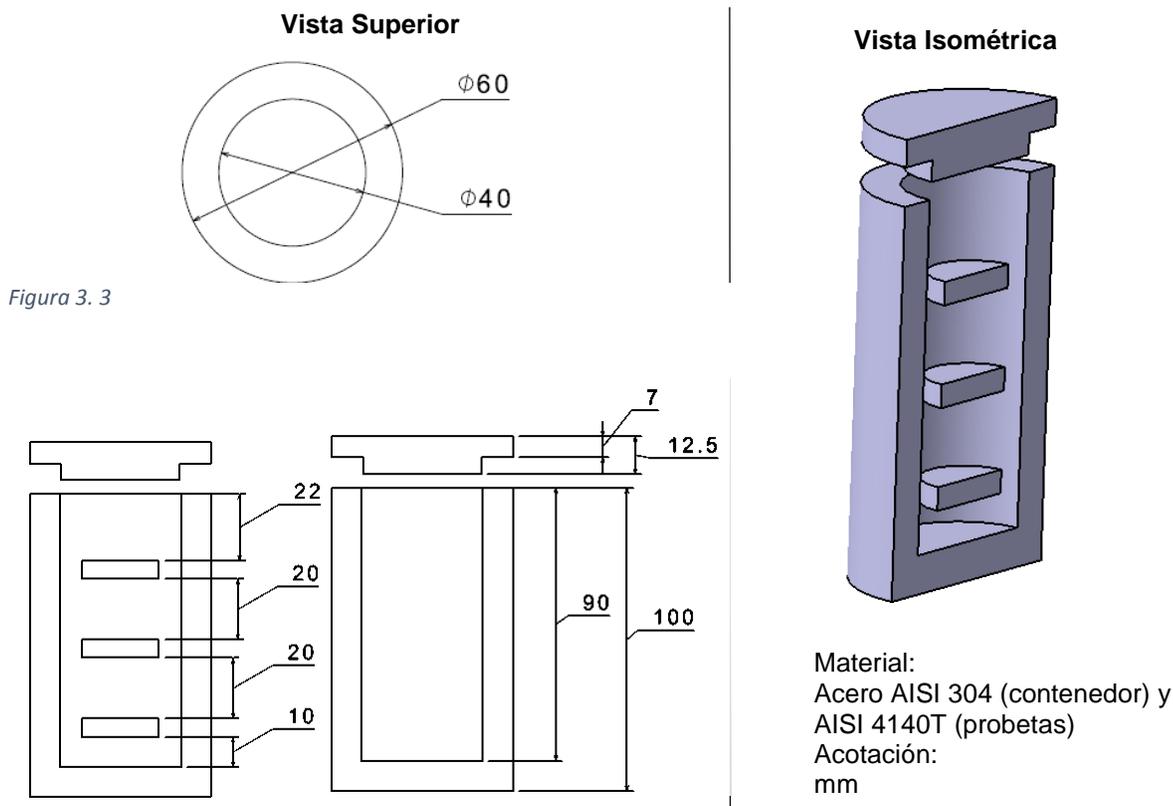


Figura 3.3

**Figura 3.2** Representación esquemática de la preparación y colocación de probetas para el tratamiento de borurización.



La condición experimental para borurización fue una temperatura fija de 1273 K, con un tiempo de exposición de 6 h. Así mismo, el proceso de recocido por difusión se realizó sobre muestras boruradas, empleando una temperatura de 1273 K con un tiempo de exposición de 6 h, mediante el uso de carburo de silicio ( $SiC$ ) como diluyente.

Los tratamientos de borurización y recocido por difusión se realizaron introduciendo el contenedor en un horno marca “Felisa” a temperatura de 773 K durante 30 minutos como precalentamiento y después introducido a un horno marca “Lindberg/Blue M” a temperatura de 1273 K, empezando a tomarse los tiempos exposición. Posteriormente, el contenedor fue extraído del horno y enfriado lentamente a temperatura ambiente.

A continuación, las probetas endurecidas mediante los procesos (borurado y recocido por difusión) fueron desbastadas por ambas caras con hojas abrasivas de granulometría 1000, 1500, 2000 y 2500 para eliminar residuos de mezcla borurante, carburo de silicio ( $SiC$ ) y/o oxidación presente.

### 3.3 MICROSCOPIA ÓPTICA

Se empleó un microscopio óptico de la marca Olympus GX-51 para observar las fases formadas en la superficie del material. La preparación de las probetas, consistió en:

- Seccionado, utilizando una cortadora de precisión con disco de diamante marca LECO.
- Montaje de las muestras en bakelita (polvo fenólico).
- Desbaste de las probetas con hojas abrasivas de granulometría 80 hasta 2500.
- Pulido metalográfico con alúmina de  $0.05 \mu m$  en combinación con agua sobre un paño micro-cloth
- Ataque químico con el reactivo Villella (1g de ácido pícrico, 5 ml de ácido clorhídrico, 100 ml de etanol) por inmersión, durante 4 s.

### 3.3.1 MEDICIONES DE LOS ESPESORES DE CAPA.

Las capas formadas en los procesos de borurado y recocido por difusión se digitalizaron con ayuda del microscopio óptico. Se realizaron 50 mediciones desde una referencia perfectamente plana en 5 diferentes micrografías por cada probeta, con ayuda del analizador de imágenes Image Pro Plus V 6.0 para determinar el espesor de las fases FeB y Fe<sub>2</sub>B (Figura 3.3).

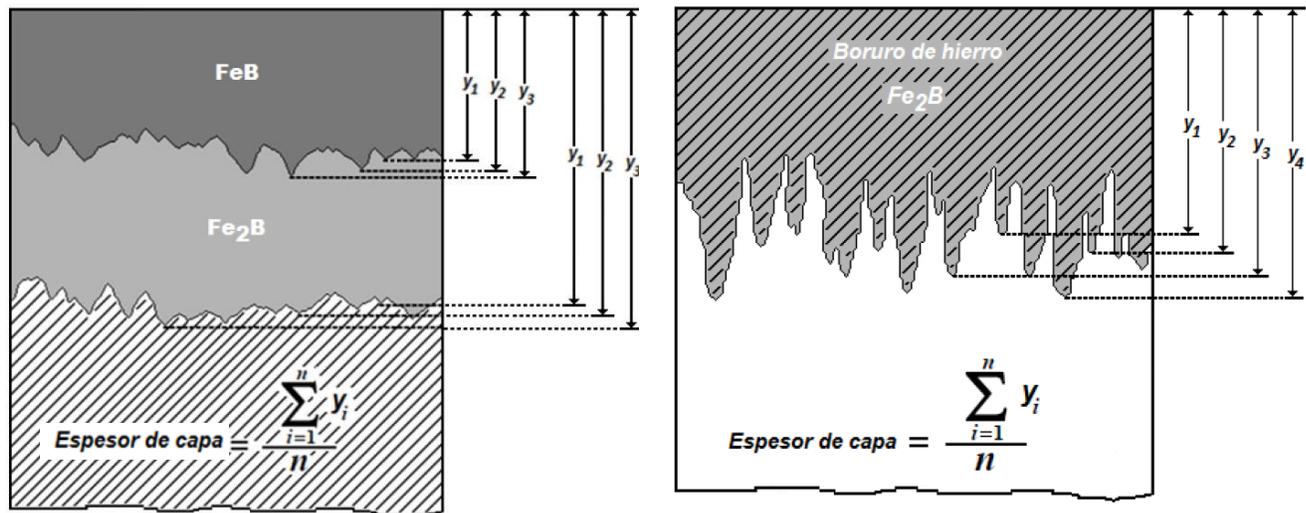
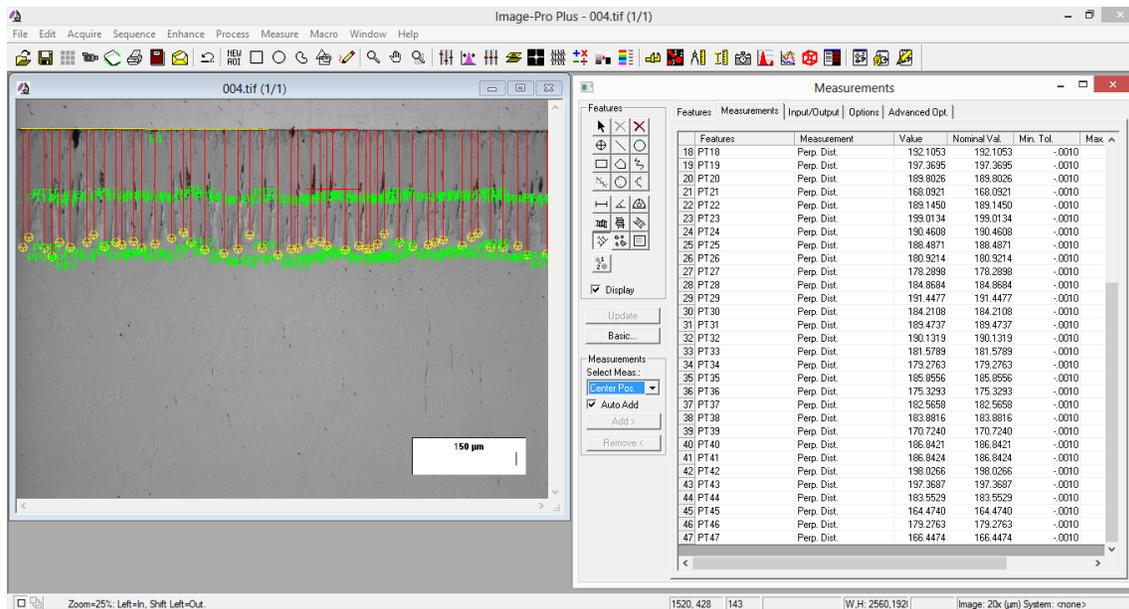


Figura 3.3 Criterio de medición de la capa borurada

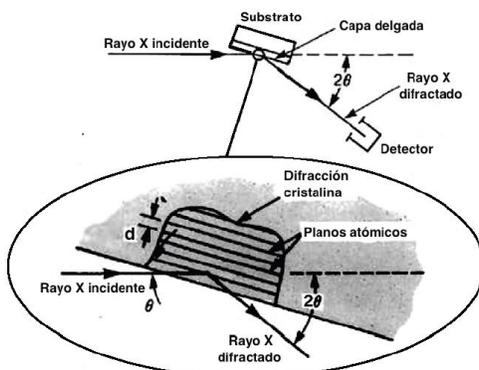


**Figura 3.4** Criterio de medición para el espesor de las capas de boruros de hierro utilizando el analizador de imágenes Image Pro Plus V 6.0

### 3.4 DIFRACCIÓN DE RAYOS X

Difracción de rayos X es de las técnicas más usadas en la caracterización de materiales cristalinos, tales como metales, intermetálicos, cerámicos, minerales, polímeros plásticos y otros compuestos orgánico e inorgánicos. La técnica de difracción de rayos X puede ser usada para identificar las fases presentes en las muestras desde la materia prima hasta el producto final y proporcionar información sobre el estado final de la muestra, como es tamaño de grano, textura y perfección cristalina. La mayoría de las técnicas de difracción de rayos X son rápidas y no destructivas algunos instrumentos son portables y pueden ser transportados a la muestra. (ASM 10)

En la figura 3.5 se muestran las características básicas de la técnica de difracción de rayo X, el ángulo de difracción  $2\theta$  es el ángulo entre los rayos X incidentes y los rayos difractados. En un experimento típico, la intensidad difractada se mide en función de  $2\theta$  y la orientación de la muestra, la cual produce el patrón de difracción. La longitud de onda del rayo X  $\lambda$  se encuentra de 0.7-2 Å, que corresponde a la energía del rayo X de 6 a 17 KeV.



**Figura 3.5** Características básicas de un ensayo de DRX (M. Flores-Jiménez, 2013)

Al incidir los rayos X sobre la superficie de la muestra, éstos son dispersados en todas direcciones. La mayor parte de la radiación dispersada por un átomo anula la radiación dispersada en otros átomos. Sin embargo, los rayos X que llegan a ciertos planos cristalográficos forman ángulos específicos que se refuerzan (se encuentra en fase) en vez de anularse. Esta técnica se realizó sobre la superficie del acero AISI 4140T borurado y después del PRD con la finalidad de determinar las fases presentes. Se aplicó radiación con una lámpara de cobre (Cu  $K\alpha$ ) con longitud de onda de 1.54 Å y un difractómetro X'Pert Pro MRD PANalytical (Figura 3.6)



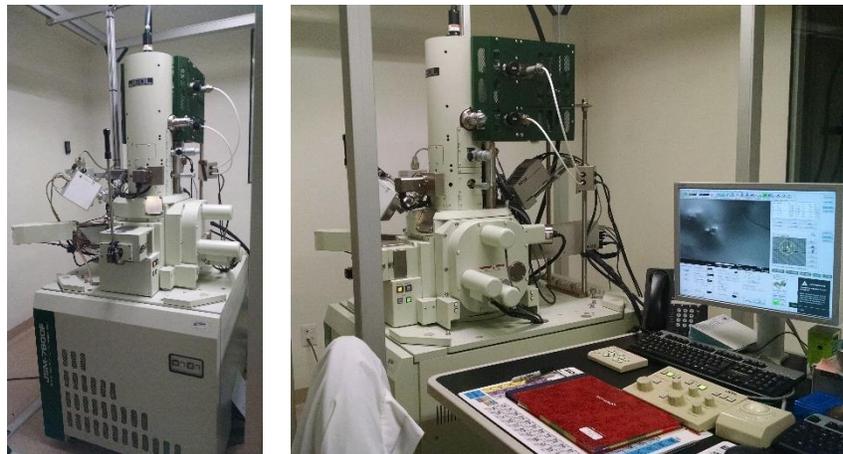
**Figura 3.6** Difractómetro X'Pert Pro MRD PANalytical. Cortesía del Centro de Nanociencias y Micro Nanotecnologías del IPN

### 3.5 ESPECTROSCOPIA POR DISPERSIÓN DE ENERGÍA

Espectroscopía por dispersión de energía (EDE) es una técnica de microanálisis químico usada en conjunto con microscopía de electrónica de barrido (MEB). La técnica de EDE detecta los rayos X emitidos de la muestra durante el bombardeo de un haz de electrones para la caracterización de la composición elemental del volumen analizado.

Cuando la muestra es bombardeada por el haz de electrones del MEB, estos son expulsados de los átomos que comprenden la superficie de la muestra. La energía de rayos X analizada es característica del elemento desde el que fue emitido. (Larry D. Hanke, 2001)

Esta técnica se llevó a cabo sobre la sección transversal de la muestra borurada a (1273 K y 6 h) y al proceso de recocido por difusión (cuyas condiciones fueron las mismas). Se utilizó un Microscopio JSM 7800F marca JEOL (fig) para verificar la difusión de los elementos de aleación presentes en las capas superficiales presentes en el acero AISI 4140T.



**Figura 3.7** Microscopio Electrónico de Barrido de Ultra Alta Resolución JSM 7800F marca JEOL

### 3.6 INDENTACIÓN INSTRUMENTADA BERKOVICH



**Figura 3.8** Nanoindentador NHT, marca CSM. Cortesía del Centro de Nanociencias y Micro Nanotecnologías del IPN

Las teorías clásicas de desgaste relacionan a la dureza ( $H$ ) con la resistencia al desgaste de una superficie. Y es frecuente el caso en que un material duro tenga también una alta resistencia al desgaste. Algunos autores sugieren la importancia del módulo de elasticidad ( $E$ ) en el comportamiento del desgaste (Leyland, 2000). Esto para señalar que un material es relacionado con el límite a la deformación elástica del material que caracteriza la capacidad de un material a deformarse sin experimentar una deformación (plástica) permanente. Una medición experimental del límite a la deformación elástica es la razón  $H/E$ . Este enfoque ha sido aplicado a superficies con recubrimientos y la deformación elástica a la falla ha sido relacionada con la razón  $H/E$ . También la razón  $H^3/E^2$ , llamada como parámetro de resistencia plástica, es un indicador de la resistencia al flujo plástico del recubrimiento. Por lo tanto,  $H/E$  y  $H^3/E^2$  juegan un rol importante en la resistencia del recubrimiento (D. Philippon, 2011).



## **CAPÍTULO IV. ANÁLISIS Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS**

### **4.1 INTRODUCCIÓN**

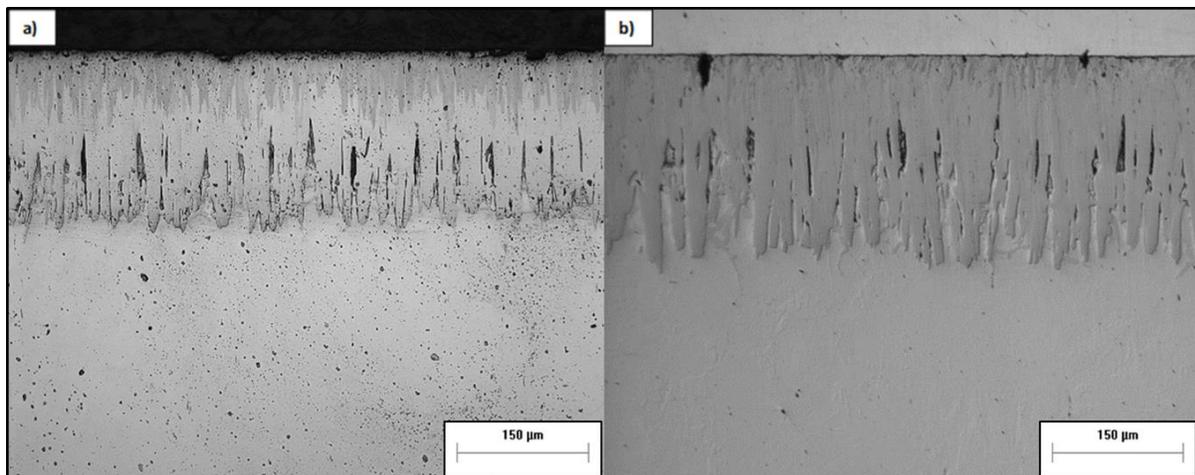
En este capítulo se presentan los resultados de las diferentes técnicas utilizadas en el desarrollo del presente trabajo de investigación. La caracterización física y química de las capas de boruros  $\text{FeB}+\text{Fe}_2\text{B}$  (para el acero borurado) y  $\text{Fe}_2\text{B}$  (para el acero borurado seguido del proceso de recocido por difusión) se llevó a cabo empleando la técnica de difracción de rayos X (DRX) y de espectroscopía por dispersión de energía (EDE). Ambas técnicas se realizaron para la condición experimental de borurado (1273 K de temperatura - 6 h de exposición) y proceso de recocido por difusión (1273 K - 6 h de exposición). Adicionalmente para la condición de borurado y proceso de recocido por difusión se realizaron las técnicas de microscopía electrónica de barrido (MEB), indentación instrumentada Berkovich y la prueba de desgaste erosivo.

Mediante microscopía electrónica de barrido se observaron las secciones transversales de ambas condiciones de tratamiento para la medición de espesores de capa. La técnica de indentación instrumentada Berkovich se realizó en la sección transversal de las probetas para estimar los valores de dureza, módulo de elasticidad y posteriormente realizar los cálculos de límite a la deformación elástica ( $H/E$ ) y parámetro de resistencia plástica ( $H^3/E^2$ ) presentes a lo largo de las capas  $\text{FeB}$ ,  $\text{Fe}_2\text{B}$  y zona de difusión. La prueba de erosión por partículas sólidas se llevó a cabo sobre la superficie de las probetas. Esta prueba nos arroja valores de pérdida de masa de la probeta y posteriormente valores de tasa de erosión. Una vez termina la prueba de erosión se realizó microscopía electrónica de barrido sobre la huella de desgaste. Esto con la finalidad de identificar mecanismos y modos de falla presentes para cada variación de ángulo de incidencia. Por último se utilizó la técnica de perfilometría para verificar la profundidad de las huellas de desgaste erosivo.

## 4.2 CARACTERIZACIÓN FÍSICO-QUÍMICA DE LAS CAPAS FORMADAS DEBIDO AL PROCESO TERMOQUÍMICO DE BORURIZACIÓN DEL ACERO AISI 4140T

### 4.2.1 MICROSCOPIA ÓPTICA

Las micrografías del acero AISI 4140T borurado y después del proceso de recocido por difusión (ver figura 4.1), muestran el crecimiento de las fases FeB/Fe<sub>2</sub>B y Fe<sub>2</sub>B respectivamente, en la superficie del acero para cada condición de tratamiento. En ambos casos se observa una morfología aserrada, característica de aceros de baja aleación. (I. Campos, et al, 2010)



**Figura 4.1** Micrografía obtenidas mediante MO, del perfil de capas formadas en la superficie del acero AISI 4140T: a) Acero AISI 4140T borurado, b) Acero AISI 4140T borurado + PRD. Ambos tratamientos 6h - 1273K.

El borurado del acero AISI 4140 resulta en la formación de capas FeB y Fe<sub>2</sub>B cuya morfología de capa es aserrada entre la interfase capa/substrato, característica de aceros de bajo y medio carbono y de hierro puro que son borurizados. Conforme se incrementa los elementos de aleación presentes en el substrato, la morfología aserrada de la capa disminuye. Por debajo de las capas formadas, existe una zona de difusión presente por la precipitación masiva de boruros de hierro sin coalescerse y dispersos, esencialmente precipitados finos de la fase Fe<sub>2</sub>B, formando una interfase de coloración oscura con el núcleo del material. (López-Perrusquia, 2008)

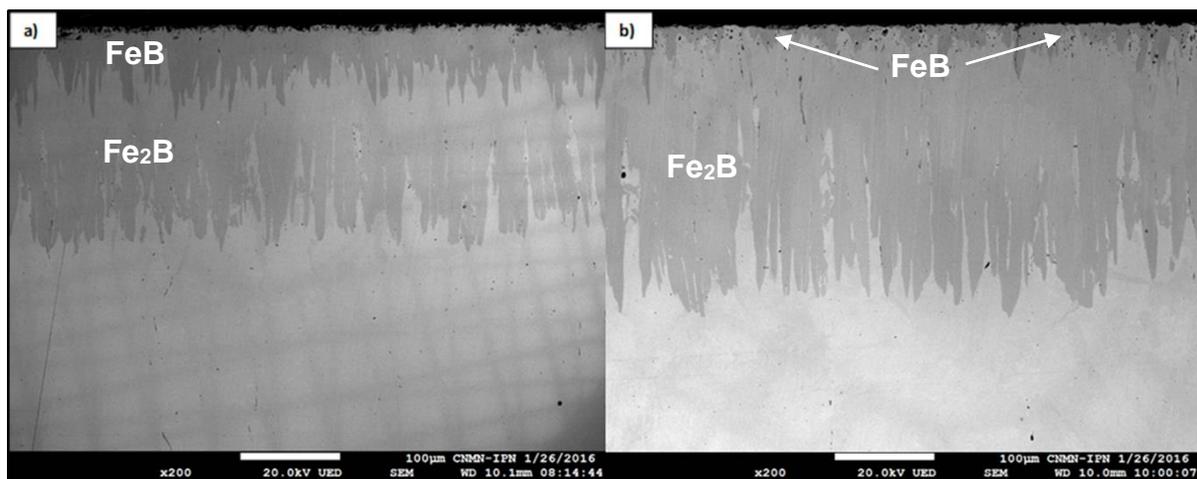
La tabla 4.1 muestra los resultados obtenidos en la medición de las capas de compuestos de boruros de hierro formadas sobre la superficie del acero AISI 4140T, donde se puede observar la presencia de un sistema bifásico para el caso del borurado y un sistema monofásico para el proceso de recocido por difusión.

**Tabla 4.1** Condiciones de tratamiento y espesores de capa obtenidos para las condiciones de borurado y borurado seguido del proceso de recocido por difusión.

Tratamiento	Tiempo (h)	Temperatura 1273 K	
		Espesor FeB ( $\mu\text{m}$ )	Espesor total Fe <sub>2</sub> B ( $\mu\text{m}$ )
borurado	6	67±5	189±14
borurado + proceso de recocido por difusión		Islotes	249±10

#### 4.2.2 MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO

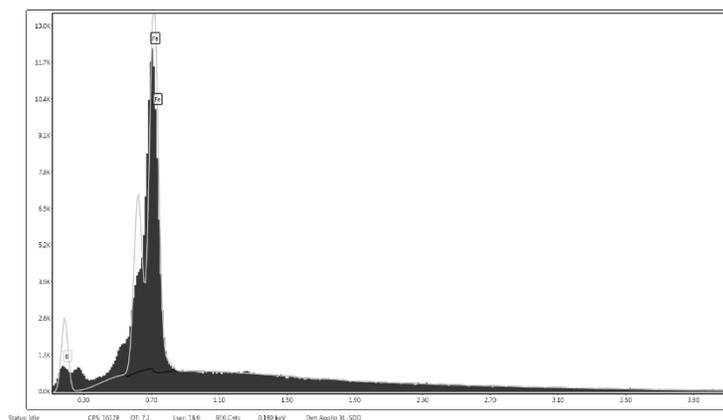
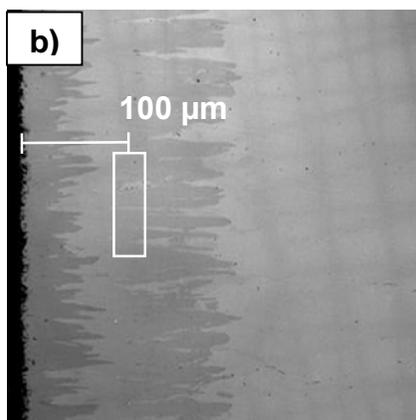
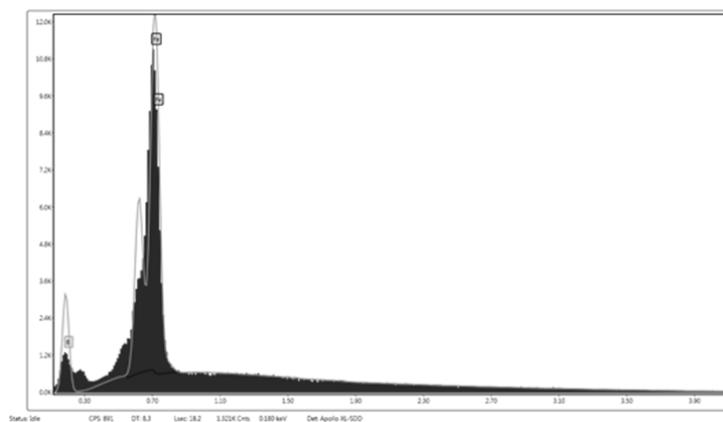
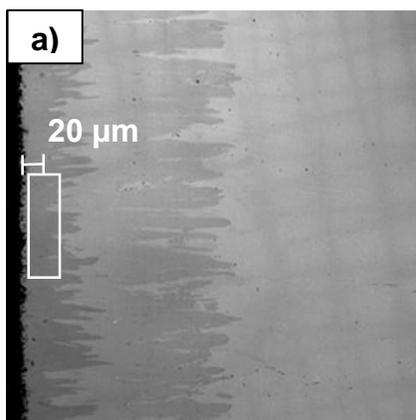
La morfología de las capas presentes se observó mediante MEB para los dos tratamientos termoquímicos, con condiciones de 1273 K y 6 h idénticas. En donde se observa la morfología de las fases presentes es aserrada (Ver figura 4.2).

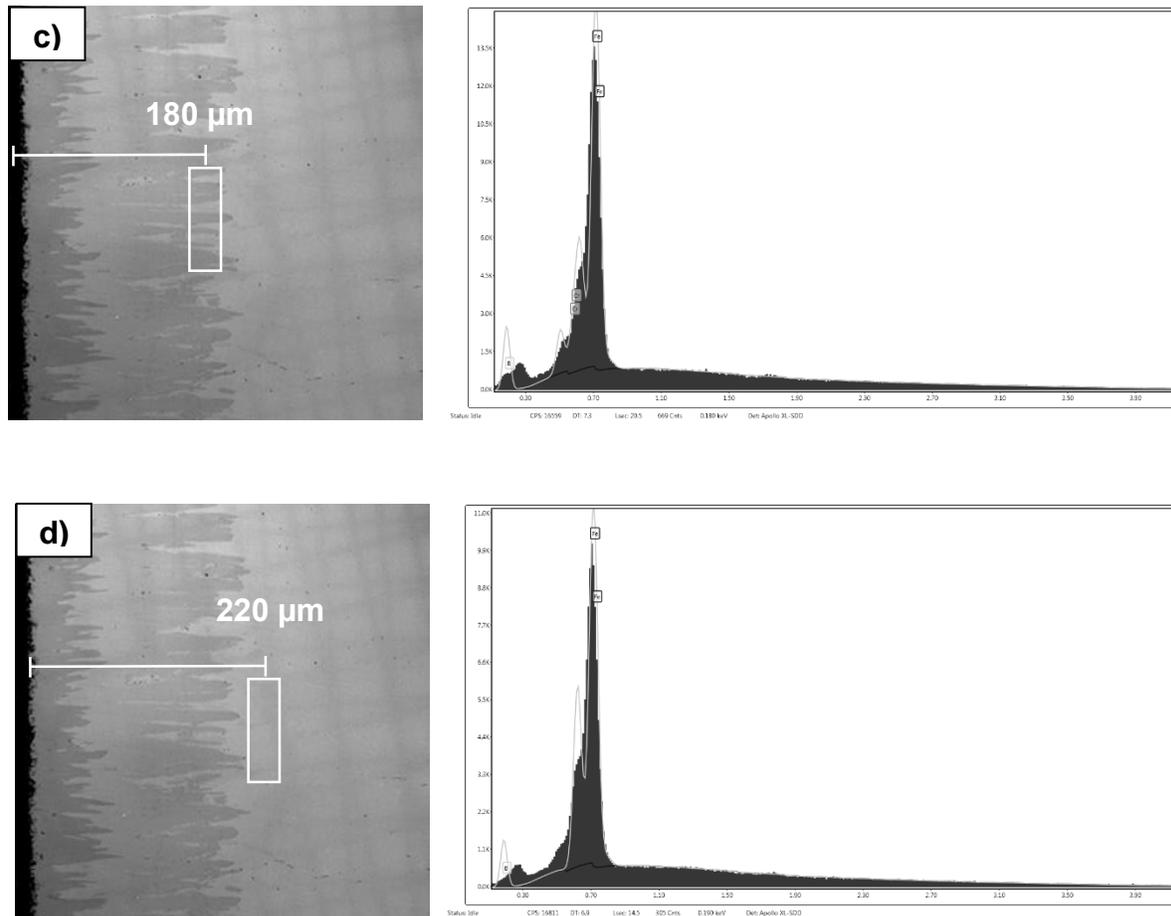


**Figura 4.2** Micrografía obtenidas mediante MEB, del perfil de capas formadas en la superficie del acero AISI 4140T: a) Acero AISI 4140T borurado, b) Acero AISI 4140T borurado + PRD. Ambos tratamientos 6h-1273K.

### 4.2.3 ESPECTROSCOPIA DE ENERGÍA DISPERSIVA

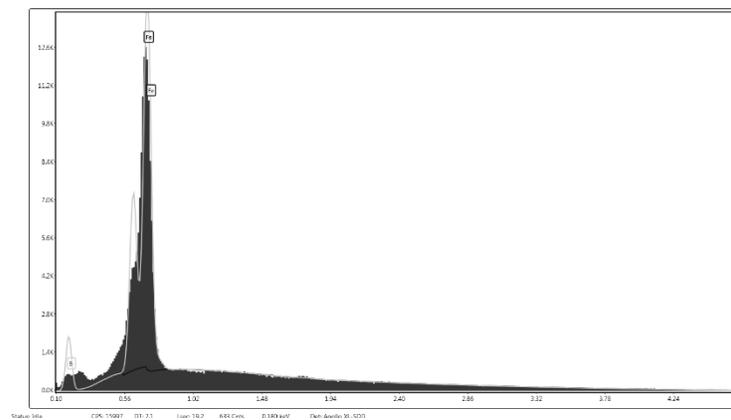
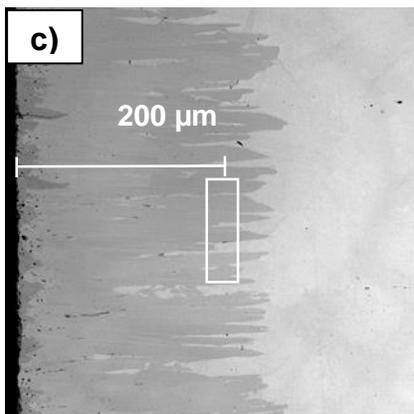
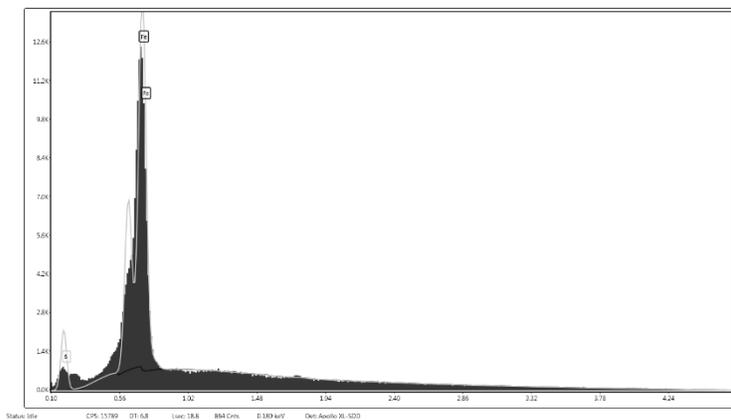
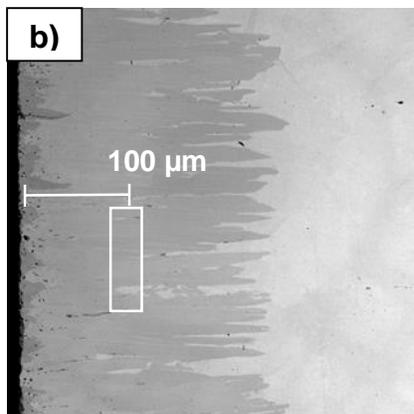
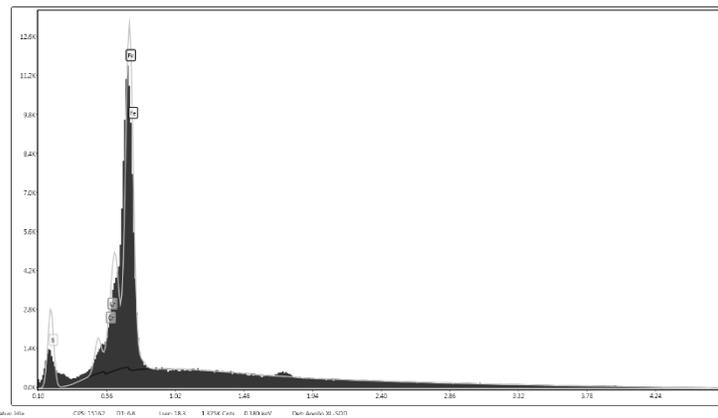
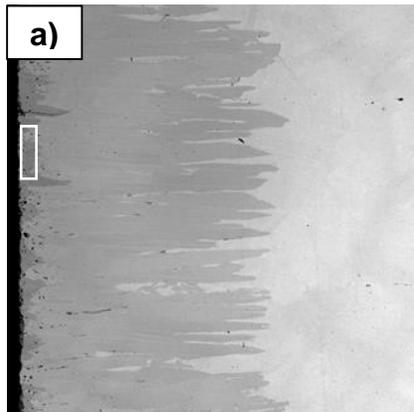
Se realizó el análisis químico cualitativo en 4 zonas de la sección transversal de ambas muestras (borurada y después del proceso de recocido por difusión). Se estudiaron las zonas que comprenden las capas FeB, Fe<sub>2</sub>B, zona de difusión y el sustrato respectivamente.

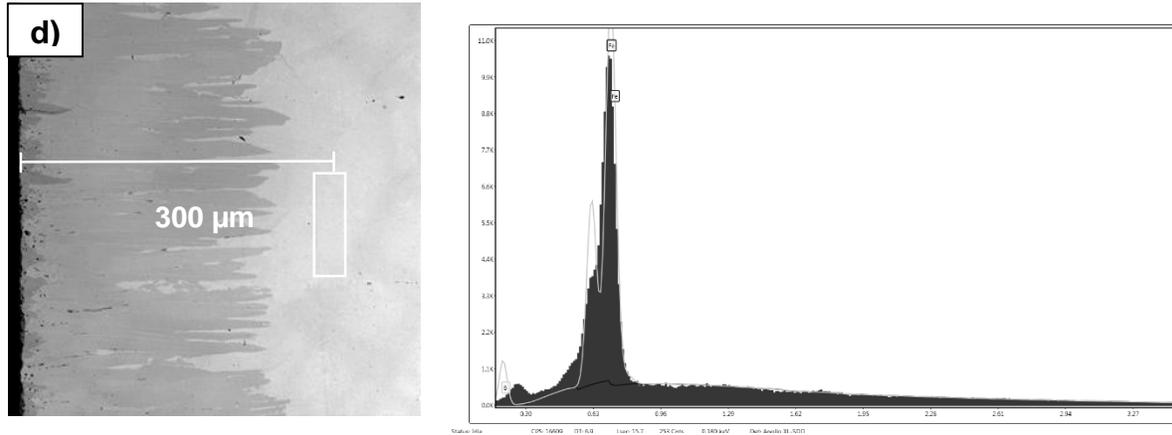




**Figura 4.3** Espectros de EDE obtenidos de la probeta borurada a 1273 K durante 6 h. a) Capa FeB; b) Capa Fe<sub>2</sub>B; c) Zona de difusión; d) Substrato.

La figura 4.3 muestra los espectros resultantes de la técnica de EDE sobre la superficie de la sección transversal de la probeta borurada a 6h. Para a) Capa FeB a 20 μm de la superficie, b) Capa Fe<sub>2</sub>B a 100 μm de la superficie, c) Zona de difusión a 180 μm de la superficie, y d) Substrato a 220 μm de la superficie. Mientras que en la figura 4.4 se muestran los espectros obtenidos para la condición de borurado seguido del proceso de recocido por difusión. Para a) Islotes presentes de FeB, b) Capa Fe<sub>2</sub>B a 100 μm de la superficie, c) Zona de difusión a 200 μm de la superficie, y d) Substrato a 300 μm de la superficie.

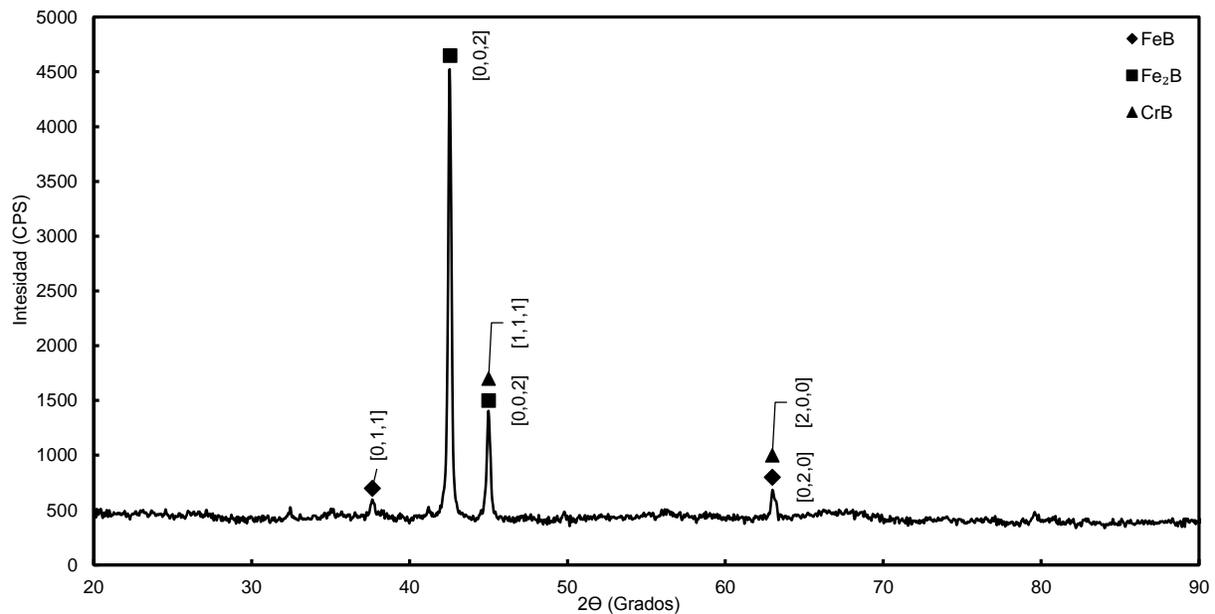




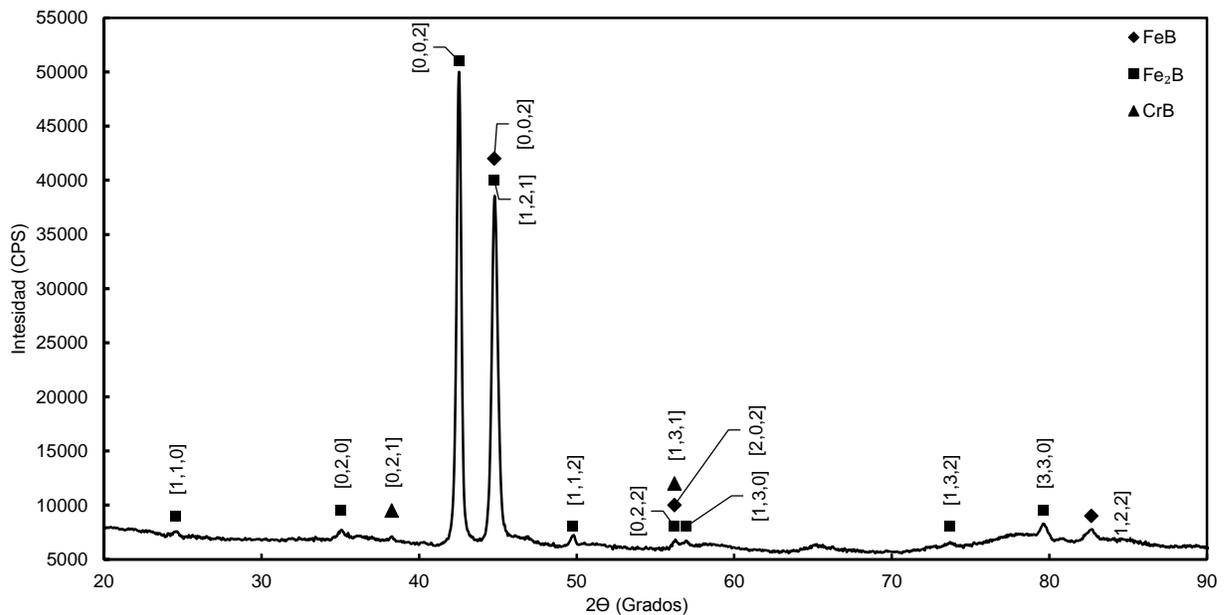
**Figura 4.4** Espectros de EDE obtenidos de la probeta borurada + PRD a 1273 K durante 6 h. a) Islotes presentes de FeB; b) Capa  $Fe_2B$ ; c) Zona de difusión; d) Substrato.

#### 4.2.4 DIFRACCIÓN DE RAYOS X

Después del tratamiento termoquímico de borurización en polvo, con el propósito de verificar la presencia de los compuestos FeB y Fe<sub>2</sub>B sobre la superficie del acero borurado AISI 4140T, se realizó un análisis de difracción por rayos X (ver Figura 4.5). Además para corroborar la presencia de los compuestos después del proceso recocido por difusión se realizó el mismo análisis a la muestra (Figura 4.6).



**Figura 4.5** Difractograma de DRX obtenido de la probeta de acero AISI 4140T borurado; temperatura de 1273 K con tiempo de 6 h.



**Figura 4.6** Difractograma de DRX obtenido de la probeta de acero AISI 4140T borurado + PRD; temperatura de 1273 K con tiempo de 6 h.

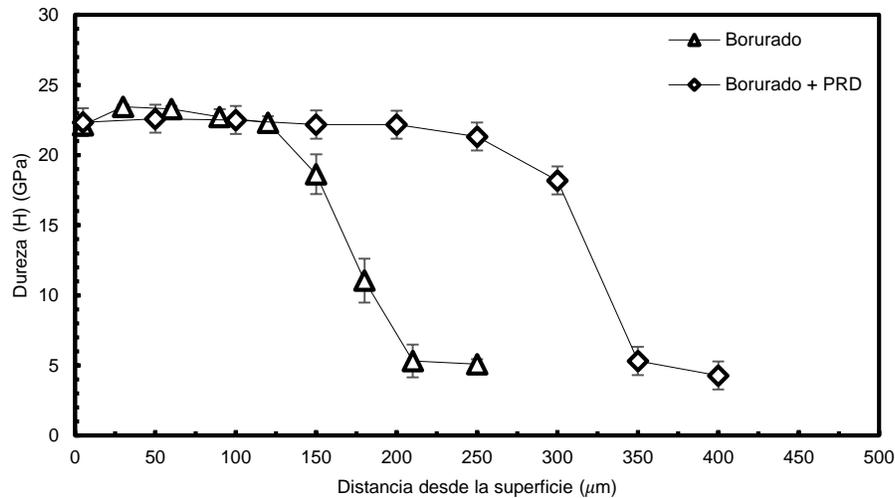
### 4.3 INDENTACIÓN INSTRUMENTADA BERKOVICH EN EL ACERO AISI 4140T BORURADO

Se llevó a cabo la técnica de indentación instrumentada Berkovich empleando una carga de 50 mN, sobre la sección transversal de las probetas boruradas y boruradas + proceso de recocido por difusión. Se realizaron indentaciones sobre cada una de las capas FeB, Fe<sub>2</sub>B, zona de difusión y sustrato. Esto permite estimar la dureza característica de cada una de dichas fases, con los resultados obtenidos de la prueba se realizaron cálculos de límite a la deformación elástica (H/E) y parámetro de resistencia plástica (H<sup>3</sup>/R<sup>2</sup>) presentes a lo largo de las capas.

#### 4.3.1 DUREZA DE LAS CAPAS FeB-Fe<sub>2</sub>B

La figura 4.7 muestra los valores de dureza obtenidos por la técnica de indentación instrumentada. Un mayor valor de dureza en la superficie que en el sustrato es

observada, así mismo el decremento de esta propiedad se muestra progresivamente conforme la medición avanza al sustrato.



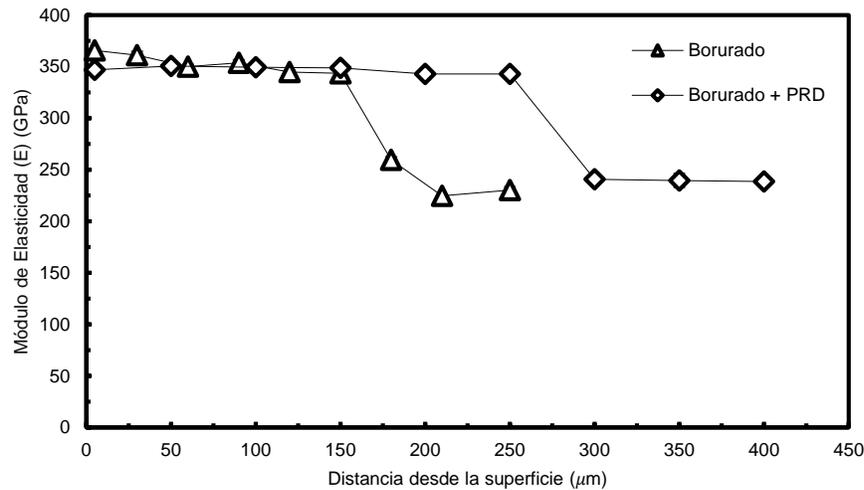
**Figura 4.7** Perfil de dureza obtenido a una carga de 50 mN en el acero AISI 4140T bajo los tratamientos de borurado y borurado + PRD.

Los resultados de dureza para la condición de borurado muestran un rango de  $23 \pm 2$  GPa para la capa FeB,  $21 \pm 1$  GPa para la capa Fe<sub>2</sub>B, mientras que la zona de difusión presenta un rango de  $11 \pm 2$  GPa. Mientras que para la condición de Borurado + PRD se tiene un mismo comportamiento, esto debido a que se tiene la presencia de pequeños islotes de la fase FeB y los valores aproximados que se tienen para la capa Fe<sub>2</sub>B es de  $22 \pm 0.31$  GPa,  $19 \pm 0.26$  GPa en la zona de difusión, esto debido a la distancia de la superficie a la huella de la indentación.

### 4.3.2 MÓDULO DE ELASTICIDAD

La figura 4.8 muestra el comportamiento del módulo de elasticidad a lo largo de las capas de boruros y el sustrato para condición de borurado y borurado + PRD del acero AISI 4140T. Se observa que la fase FeB presenta un mayor valor de módulo de elasticidad que la fase Fe<sub>2</sub>B, lo que nos indica una mayor resistencia a la deformación elástica en la fase FeB. El módulo de elasticidad de un material nos define la mayor o menor capacidad

de un material de deformarse bajo tensiones y puede ser interpretado como la rigidez de un material, es decir su resistencia a la deformación elástica, de tal modo que cuanto es mayor el módulo más rígido es el material.

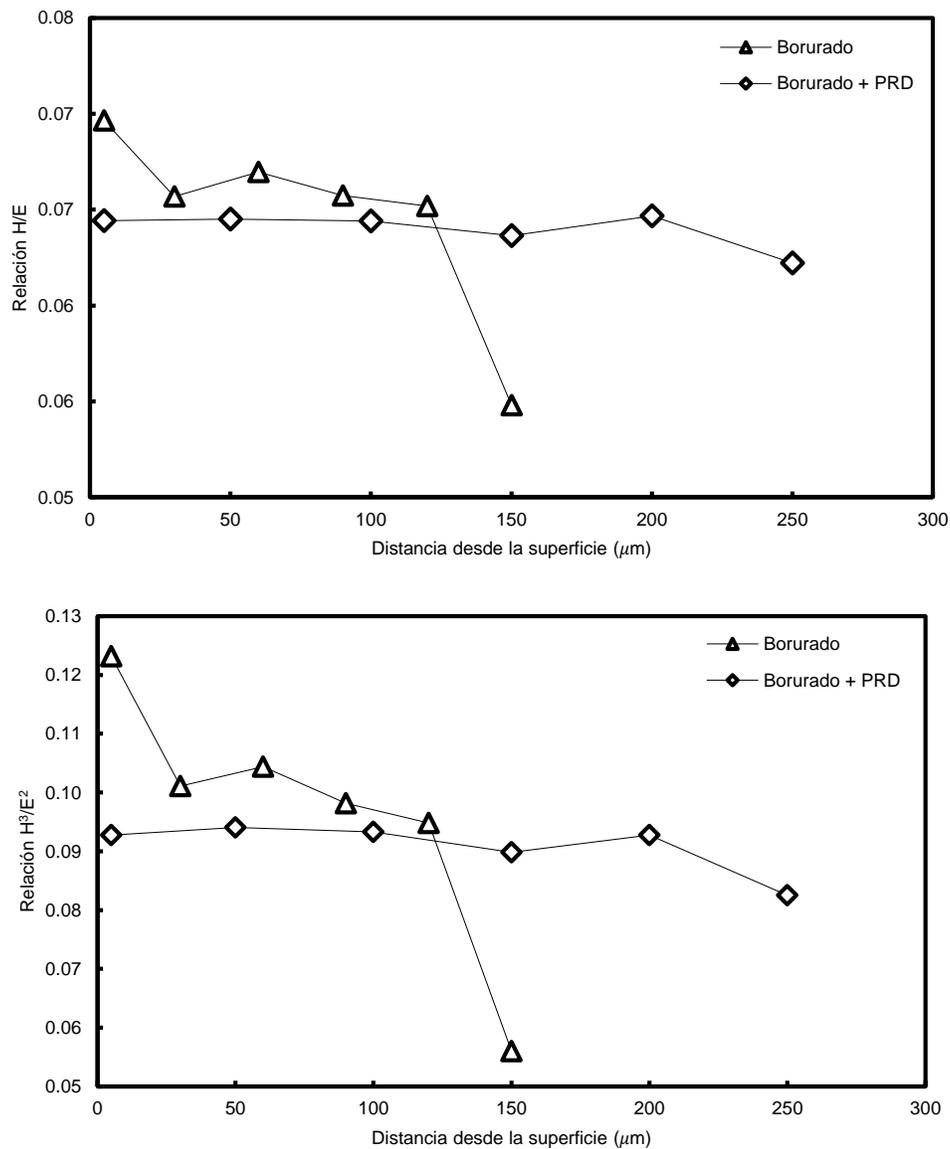


**Figura 4.8** Comportamiento del módulo elástico obtenido a una carga de 50 mN a lo largo de las capas FeB-Fe<sub>2</sub>B en el acero AISI 4140T bajo los tratamientos de borurado y borurado + PRD.

Los resultados de módulo de elasticidad muestran un rango de 356±3 GPa para la capa FeB, 347±5 GPa para la capa Fe<sub>2</sub>B, mientras que la zona de difusión presenta un rango de 227±2 GPa todo esto para el tratamiento de borurado.

### 4.3.3 RELACIÓN H/E Y H<sup>3</sup>/E<sup>2</sup>

Las figuras 4.9 muestran los valores de las propiedades: límite a la deformación elástica (H/E) y parámetro de resistencia plástica (H<sup>3</sup>/E<sup>2</sup>) a lo largo de las capas FeB+Fe<sub>2</sub>B para el caso del tratamiento de borurización y después del proceso de recocido por difusión.



**Figura 4.4.9** Relaciones  $H/E$  y  $H^3/E^2$  evaluadas a lo largo de las capas de boruros formadas en el acero AISI 4140T bajo los tratamientos de borurado y borurado + PRD.

Para la condición del tratamiento de borurización del acero AISI 4140T el valor del límite a la deformación elástica ( $H/E$ ) se encuentra en un rango de 0.070-0.055, teniendo un valor máximo a 5  $\mu\text{m}$  de distancia de la superficie (capa FeB), conforme la distancia entre la superficie aumenta hacia el sustrato el valor de  $H/E$  disminuye. Por otra parte, la condición de Borurado + PRD presenta un comportamiento más estable, encontrándose



en un rango de 0.064-0.062, de igual manera que el tratamiento de borurado mientras la distancia entre la superficie al substrato aumenta el valor de la razón H/E disminuye.

El parámetro de resistencia plástica ( $H^3/E^2$ ) en el tratamiento de borurización muestra valores en un rango de 0.123-0.056, siendo un comportamiento de este parámetro similar a la razón H/E. Para el caso del borurado + PRD muestra un rango de entre 0.093-0.083, teniendo una tendencia más plana esto debido a la disminución en la capa FeB.

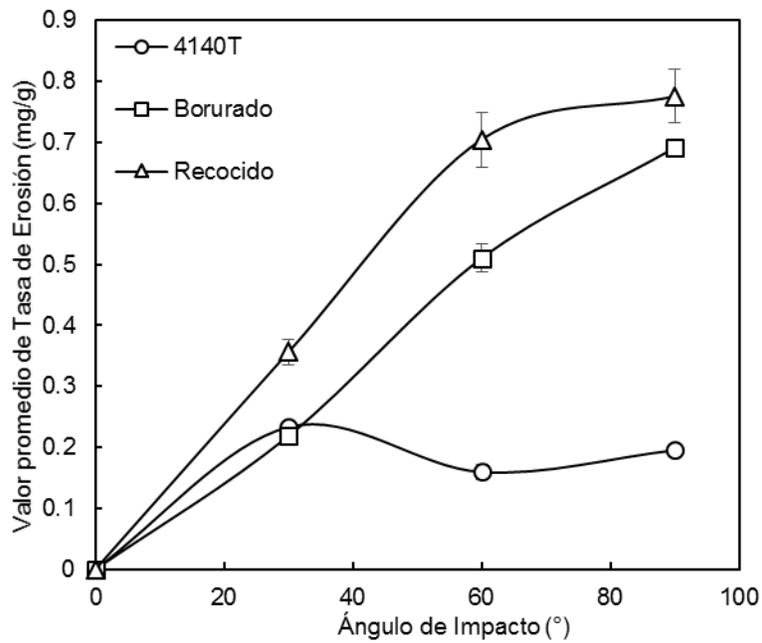
#### 4.4 EROSIÓN POR PARTÍCULAS SÓLIDAS EN EL ACERO AISI 4140T BORURADO

En esta sección se muestran los resultados obtenidos de forma experimental ensayo de erosión por partículas sólidas

##### 4.4.1 RESULTADOS DEL DESGASTE EROSIVO EN EL ACERO AISI 4140T ATACADO CON ALÚMINA

*Tabla 4.2 Resultados obtenidos de tasa de erosión condición alúmina*

	Ángulo	Valores promedio de erosión [mg/g]	Desviación estándar
AISI 4140T	30°	0.23	0.006
	60°	0.16	0.013
	90°	0.20	0.002
BORURADO 1273K - 6h	30°	0.22	0.009
	60°	0.51	0.023
	90°	0.69	0.001
RECOCIDO 1273 K-6h	30°	0.36	0.021
	60°	0.71	0.045
	90°	0.78	0.044

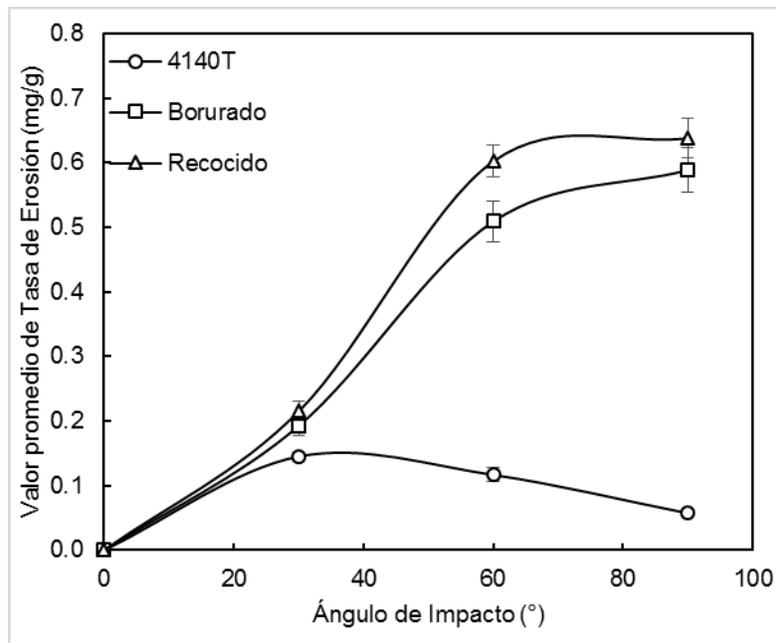


*Figura 4.10 Grafica tasa de erosión vs ángulo de impacto para la condición alúmina*

#### 4.4.2 RESULTADOS DEL DESGASTE EROSIVO EN EL ACERO AISI 4140T ATACADO CON CARBURO DE SILICIO

*Tabla 4.3 Resultados obtenidos de tasa de erosión condición carburo de silicio*

	Ángulo	Valores Promedio de Erosión [mg/g]	Desviación Estándar
<b>AISI 4140T</b>	30°	0.15	0.01
	60°	0.12	0.01
	90°	0.06	0.00
<b>BORURADO 1273K - 6h</b>	30°	0.19	0.01
	60°	0.51	0.03
	90°	0.59	0.04
<b>RECOCIDO 1273 K-6h</b>	30°	0.22	0.02
	60°	0.60	0.02
	90°	0.64	0.03

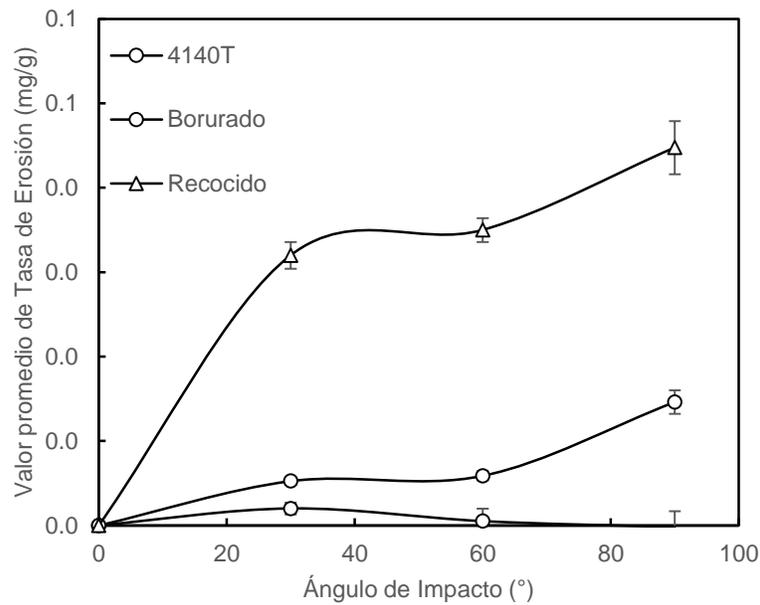


*Figura 4.11 Grafica tasa de erosión vs ángulo de impacto para la condición carburo de silicio*

#### 4.4.3 RESULTADOS DEL DESGASTE EROSIVO EN EL ACERO AISI 4140T ATACADO CON GRANALLA DE ACERO

*Tabla 4.4 Resultados obtenidos de tasa de erosión condición granalla de acero*

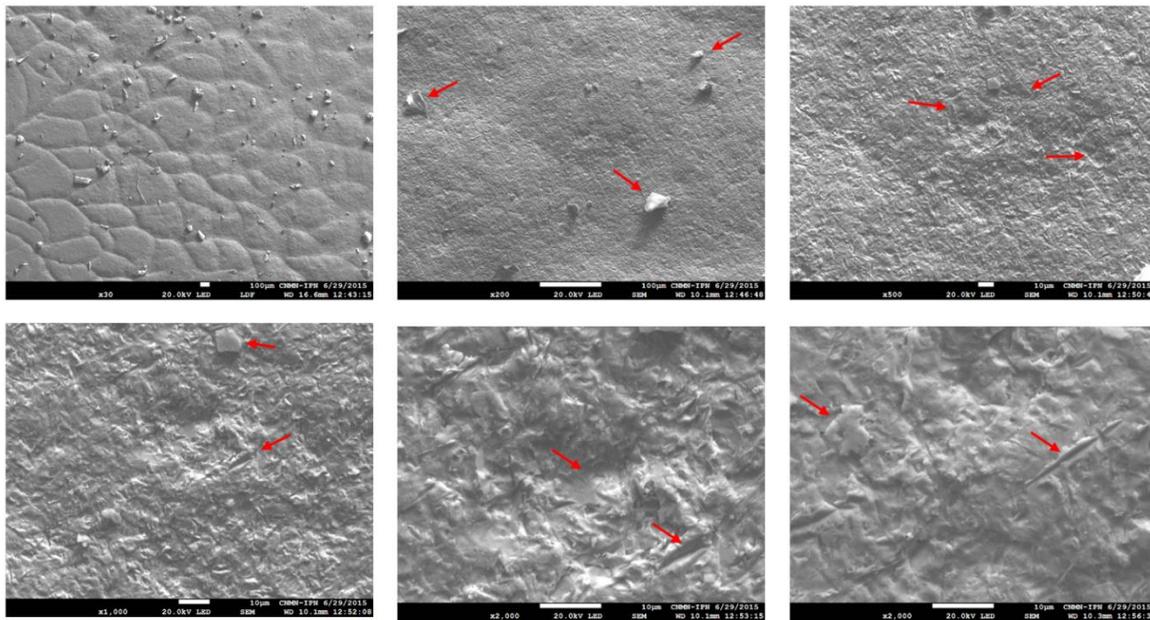
	Ángulo	Valores Promedio de Erosión [mg/g]	Desviación Estándar
<b>AISI 4140T</b>	30°	0.002	0.001
	60°	0.001	0.002
	90°	0.000	0.002
<b>BORURADO 1273K - 6h</b>	30°	0.005	0.000
	60°	0.006	0.001
	90°	0.015	0.001
<b>RECOCIDO 1273 K-6h</b>	30°	0.032	0.002
	60°	0.035	0.001
	90°	0.045	0.003



**Figura 4.12** Gráfica tasa de erosión vs ángulo de impacto para las condiciones granalla de acero

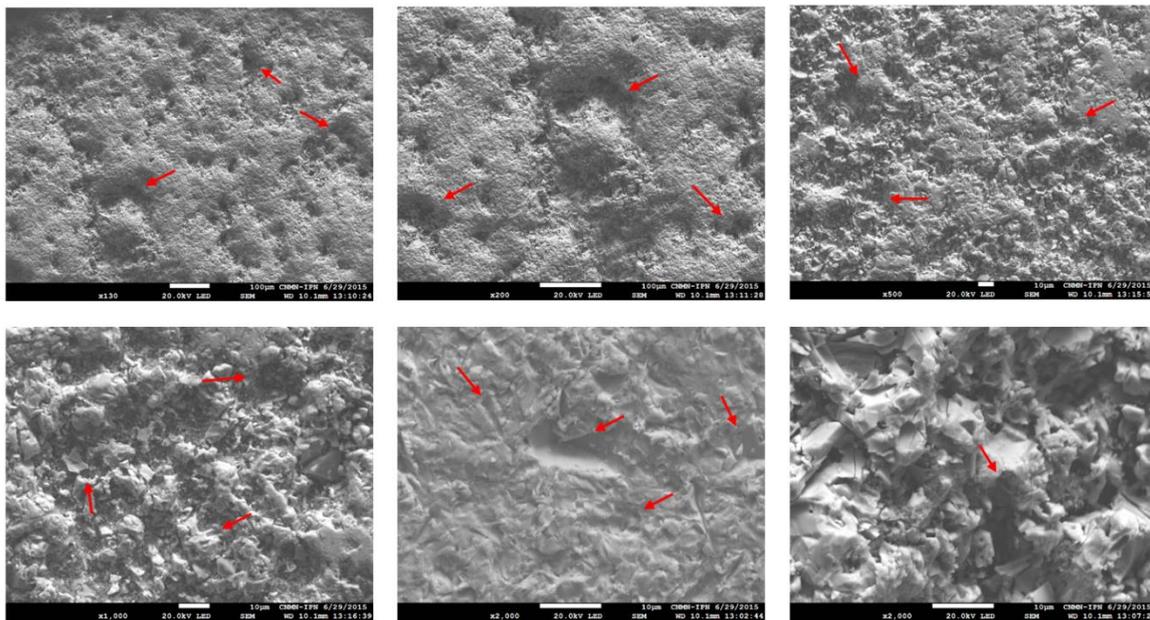
#### 4.4.4 MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO

Se muestran los principales mecanismos observados mediante microscopía óptica para la condición del acero AISI 4140T borurado atacado con alúmina:



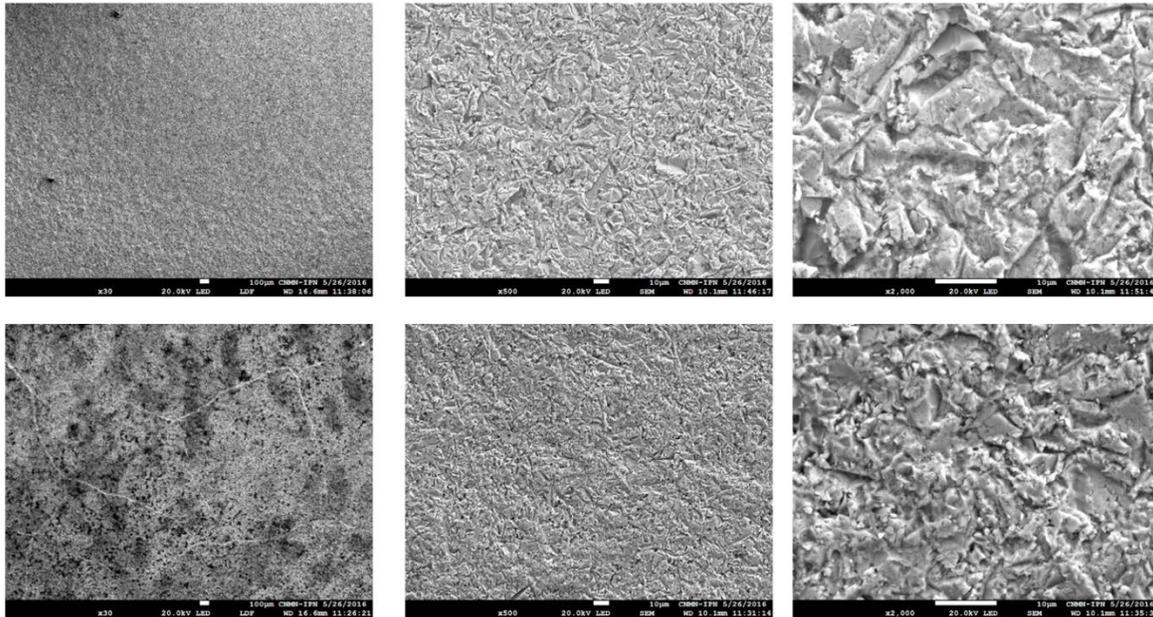
**Figura 4.13** Micrografía de MEB identificando mecanismos de desgaste erosivo presente en probetas de acero AISI 4140T Borurado

Mecanismo de desgaste para la condición del acero AISI 4140T borurado + PRD atacado con alúmina:



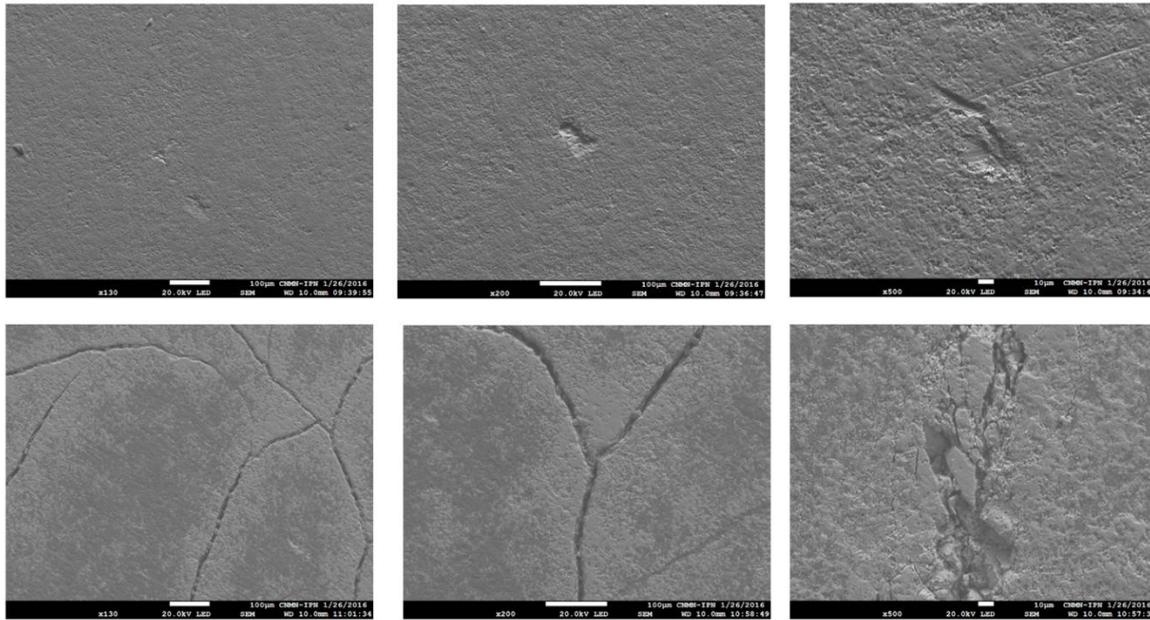
**Figura 4.14** Micrografía de MEB identificando mecanismos de desgaste erosivo presente en probetas de acero AISI 4140T Borurado+ PRD

Mecanismo de desgaste para la condición del acero AISI 4140T borurado + PRD atacado con carburo de silicio:



**Figura 4.15** Micrografía de MEB identificando mecanismos de desgaste erosivo presente en probetas de acero AISI 4140T borurado atacado con carburo de silicio

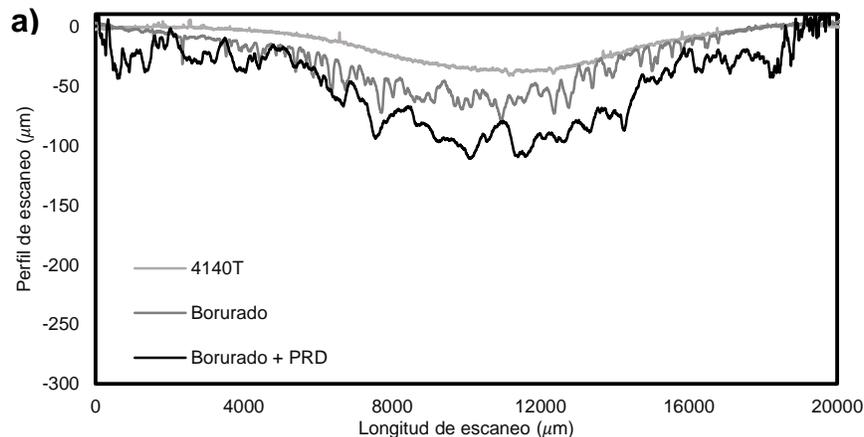
Mecanismo de desgaste para la condición del acero AISI 4140T borurado + PRD atacado con granalla de acero:

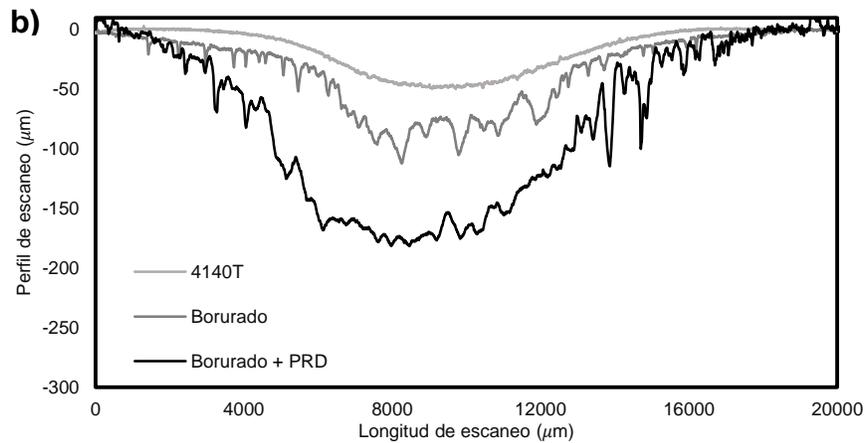


**Figura 4.16** Micrografía de MEB identificando mecanismos de desgaste erosivo presente en probetas de acero AISI 4140T Borurado atacado con granalla de acero

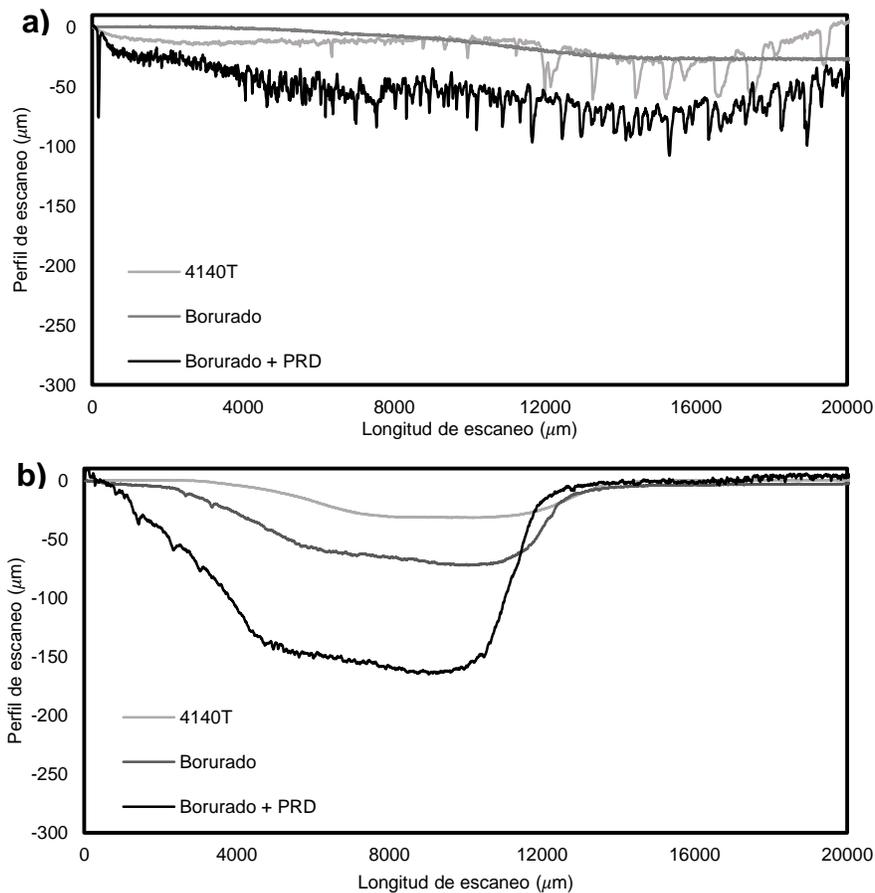
#### 4.4.5 PERFILOMETRÍA DE LA PRUEBA DE EROSIÓN

Se realizaron pruebas de perfilometría en aproximadamente la mitad de las huellas de erosión, con la finalidad de conocer la profundidad máxima presente en las condiciones extremas de cada prueba.

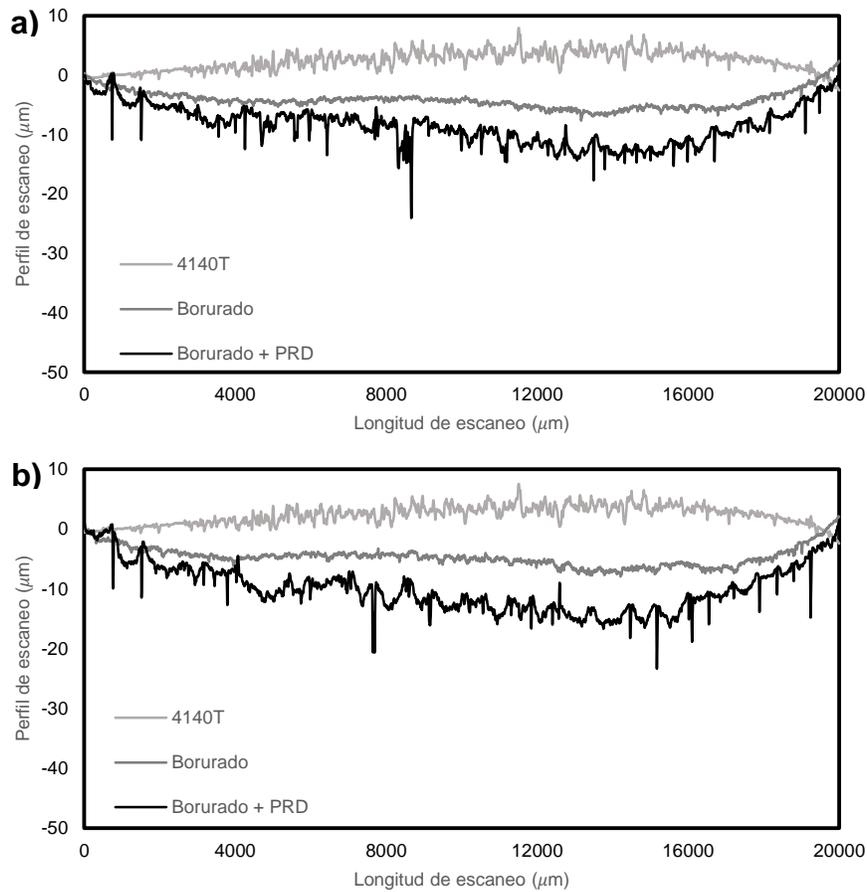




**Figura 4.17** Perfiles de profundidad a lo largo de la huella de erosión atacada con alúmina: a) 30° de incidencia, b) 90° de incidencia.



**Figura 4.18** Perfiles de profundidad a lo largo de la huella de erosión atacada con carburo de silicio: a) 30° de incidencia, b) 90° de incidencia.



**Figura 4.19** Perfiles de profundidad a lo largo de la huella de erosión atacada con granalla de acero: a) 30° de incidencia, b) 90° de incidencia.



## CONCLUSIONES

### Tratamiento termoquímico de borurización; Ekabor<sup>TM</sup> II temperatura 1273 K durante 6h.

- Se generan sistemas bifásicos FeB y Fe<sub>2</sub>B, corroboradas de manera cualitativa mediante ensayos de DRX, así como la forma de aserrada de las capas, de acuerdo a MO y MEB
- Los ensayos de EDS muestran, una disminución de la presencia del elemento boro de manera que se va adentrando el análisis al sustrato hasta su ausencia en el mismo.
- La dureza promedio de la capa FeB es de 23 GPa, 7.6 veces mayor que las muestras de acero sin tratamiento termoquímico ( 2.9 GPa) y la capa Fe<sub>2</sub>B un valor promedio de 21 GPa.
- Tratamiento borurización + PRD; Carburo de silicio temperatura 1273 K durante 6h.
- Se obtiene la disminución de la capa FeB y un incremento en el espesor de la Fe<sub>2</sub>B, de acuerdo a MO y MEB
- Los ensayos de EDS presentan un comportamiento similar al tratamiento de borurado, decremento de la presencia de boro conforme se adentra al sustrato, hasta su ausencia en el mismo.
- El espesor de la capa Fe<sub>2</sub>B aumento en un 31% después de haber sido sometido al PRD.
- La dureza promedio de la capa Fe<sub>2</sub>B es de 22 GPa, 7.5 veces mayor que el acero base.



## Prueba de erosión por partículas sólidas

- De acuerdo a los resultados estimados de tasa de erosión, el acero AISI 4140T borurado (con menor presencia de la capa FeB) presenta una resistencia al desgaste erosivo menor con respecto a la resistencia a la erosión del acero AISI 4140T sin tratamiento termoquímico.
- La prueba de erosión por partículas sólidas llevadas a cabo con alúmina presenta los valores de mayor pérdida de masa y por consiguiente una huella de profundidad mayor en comparación que las pruebas realizadas con carburo de silicio y granalla de acero.
- El principal mecanismo de desgaste presente para las probetas de acero AISI 4140T borurado fueron formación de grietas, mecanismos de arado. Mientras que para las probetas de acero AISI 4140T + PRD se presentaron mecanismos como son cráteres y un desprendimiento mayor de material que las condiciones anteriores.



---

## **PERSPECTIVAS DEL TRABAJO**

1. Emplear el proceso termoquímico de borurización en caja y PRD en otros aceros que no son utilizados para propósitos de desgaste, como lo son el acero AISI 4140, AISI 1045 , AISI 304, por mencionar algunos, para evaluarlos mediante la prueba de perno sobre disco rotatorio y comparar los resultados con el presente trabajo.
2. Evaluar los mecanismos de desgaste empleado la prueba de desgaste de perno sobre disco rotatorio, empleando el método de elemento finito, para establecer el estado de esfuerzo sobre las pistas de desgaste obtenidas en muestras sometidas al tratamiento termoquímico de borurización en polvo y al proceso de recocido por difusión.



## REFERENCIAS

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

Larry D. Hanke, 2001, Handbook of Analytical Methods for Materials, Materials Evaluation and Engineering Inc.

G. Kartal , S. Timur, V. Sista, O.L. Eryilmaz, A. Erdemir , (2011), "The growth of single Fe<sub>2</sub>B phase on low carbon steel via phase homogenization in electrochemical boriding (PHEB)", Surface & coatings technology 206, 2005-2011.

M. Kulka, N. Makuch, A. Pertek, L. Maldzinski, (2013), "Simulation of the growth kinetics of boride layers formed on Fe during gas boriding in H<sub>2</sub>-BCl<sub>3</sub> atmosphere", Journal of solid state chemistry 199, 196-203.

W Fichtl, (1981), "Boronizing and its practical applications", Materials in engineering, Vol. 2, 276-286.

Stachowiak, G.W. (2000) "Engineering Tribology" (2nd ed.) University of Western Australia, Australia.

Menezes P, Ingole S, Nosonovsky M, Kailas S, Lovell M, (2013) "Tribology for Scientist and engineers", first edition, Springer.

ASTM International, "Standard Test Method for Conducting Erosion Test by Solid Particle Impingement Using Gas Jets", Designation: G76-13 (Reapproved 2013).

S.O. Yilmaz, S. Karatas, "Effect of mechanical activation on jet boronizing treatment of the AISI 4140" Applied Surface Science 275 (2013) 148-155

Saduman Sen, Urgur Sen "Tribological properties of oxidized boride coatings grown on AISI 4140 steel" Materials Letters 60 (2006) 3481-3486

Huseyin Cimenoglu, Erdem Atar, Amir Motallebzadeh, "High temperature tribological behavior of boride surfaces based on the phase structure of boride layer" Wear 309 (2014) 152-158\*

I. Campos-Silva, M. Ortiz-Dominguez, N. Lopez-Perrusquia, A. Meneses-Amador, R. Escobar-Galindo, J. Martinez-Trinidad, "Characterization of AISI4140 borided steels" Applied Surface Science 256 (2010) 2372-2379



Y.I. Oka, M. Matsumara, T.Kawabata, "Relationship between surface hardness and erosion damage caused by solid particle impact" *Wear* Volumes 162-164, Part B, Pages 888-695

A.G. Wang and I. M. Hutchings, "Mechanisms of abrasive wear in boronized alloy Steel", *Wear*, 124 (1988) 149-163.

D. Philippon, V. Godinho, P.M. Delplancke-Ogletree, A. Fernández, "Endurance of TiAlSiN coatings: Effect of Si and bias on wear and adhesion" *Wear* 270 (2011) 541-549.

Bourithis L, Papaefthymiou S and Papadimitriou G D, (2002), "Plasma transferred arc boriding of low carbon steel: microstructure and wear properties", *Appl Surf Sci*, 200, 203-218.

Bhushan B, (2013), "Introduction to tribology", second edition, John Wiley & Sons, 5, Friction, 199-271.

Bhushan B, (2013), "Principles and applications of tribology", second edition, John Wiley & Sons, 8, *Wear*, 447-543.

Campos Silva I (2007), "Tratamientos térmicos de la A a la Z", Ed. Trillas, 204–209.

Campos-Silva I, Flores-Jiménez M, Rodríguez-Castro E, Hernández-Sánchez E, Martínez-Trinidad J, Tadeo-Rosas R, (2013), "Improved fracture toughness of boride coating developed with a diffusion annealing process", *Surf. Coat. Technol.*, 237, 429-439.

Campos-Silva I, Ortiz-Domínguez M, López-Perrusquia N., Escobar-Galindo R., Gómez Vargas O.A., Hernández-Sánchez E, (2009) "Determination of boron diffusion coefficients in Borided Tool Steels", *Defect and diffusion forum Vols. 283-286*, pp 681-686.

Campos-Silva I, Rodríguez-Castro G, (2015), "Boriding to improve the mechanical properties and corrosion resistance of steels", *Thermochemical Surface Engineering of Steels*, Woodhead publishing series in metals and surface engineering: number 62, 19 pp 651-701.

Chattopadhyay R, (2001), *Surface Wear: Analysis, Treatment, and Prevention*, ASM International



---

## **ANEXOS**