

INSTITUTO POLITÉCNICO NACIONAL.

ESCUELA SUPERIOR DE INGENIERÍA MECÁNICA Y ELÉCTRICA

UNIDAD PROFESIONAL ZACATENCO.

SECCIÓN DE ESTUDIOS DE POSGRADO E INVESTIGACIÓN.

**“ESTUDIO DE LA ADHESIÓN DEL SISTEMA
CAPA/SUBSTRATO DE RECUBRIMIENTOS
DUROS FORMADOS POR DIFUSIÓN DE BORO EN
UN ACERO INOXIDABLE AISI 304”**

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

PRESENTA:

ING. LUIS FERNANDO JIMÉNEZ TINOCO.

DIRECTOR:

DR. GERMAN ANIBAL RODRÍGUEZ CASTRO.



MÉXICO D.F. JULIO DEL 2013.



INSTITUTO POLITÉCNICO NACIONAL

SECRETARÍA DE INVESTIGACIÓN Y POSGRADO

ACTA DE REVISIÓN DE TESIS

En la Ciudad de México, D. F. siendo las 12:00 horas del día 22 del mes de Mayo del 2013 se reunieron los miembros de la Comisión Revisora de la Tesis, designada por el Colegio de Profesores de Estudios de Posgrado e Investigación de E.S.I.M.E. para examinar la tesis titulada:

“ESTUDIO DE LA ADHESIÓN DEL SISTEMA CAPA/SUBSTRATO DE RECUBRIMIENTOS DUROS FORMADOS POR DIFUSIÓN DE BORO EN UN ACERO INOXIDABLE AISI 304”

Presentada por el alumno:

JIMÉNEZ

Apellido paterno

TINOCO

Apellido materno

LUIS FERNANDO

Nombre(s)

Con registro:

B	1	1	0	7	3	3
---	---	---	---	---	---	---

aspirante de:

MAESTRO EN CIENCIAS EN INGENIERÍA MECÁNICA

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

LA COMISIÓN REVISORA

Director(a) de tesis

DR. GERMÁN ANÍBAL RODRÍGUEZ CASTRO

Presidente

DR. IVÁN ENRIQUE CAMPOS SILVA

Segundo Vocal

DR. ULISES FIGUEROA LÓPEZ

Tercer Vocal

DR. ALFONSO MENESES AMADOR

Secretario

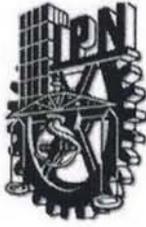
DR. JOSÉ MARTÍNEZ TRINIDAD

PRESIDENTE DEL COLEGIO DE PROFESORES

DR. MAURO ALBERTO ENCISO AGUILAR



SECCIÓN DE ESTUDIOS DE POSGRADO



INSTITUTO POLITÉCNICO NACIONAL
SECRETARIA DE INVESTIGACIÓN Y POSGRADO
CARTA DE CESIÓN DE DERECHOS

En la ciudad de México, D. F., el día 24 del mes de Mayo del año 2013 el que suscribe **Luis Fernando Jiménez Tinoco** alumno del programa de la

Maestría en Ciencias en Ingeniería Mecánica

Con número de registro **B110733** adscrito a la Sección de Estudios de posgrado e Investigación de la **ESIME** Unidad Zacatenco, manifiesta que es autor intelectual del presente trabajo de tesis bajo la dirección del

Dr. German Aníbal Rodríguez Castro

Cede los derechos del trabajo titulado:

**ESTUDIO DE LA ADHESIÓN DEL SISTEMA CAPA/SUBSTRATO
DE RECUBRIMIENTOS DUROS FORMADOS POR DIFUSIÓN DE
BORO EN UN ACERO INOXIDABLE AISI 304**

Al Instituto Politécnico Nacional para su difusión, con fines académicos y de investigación.

Los usuarios de la información no deben reproducir el contenido textual, graficas o datos del trabajo sin permiso expreso del autor y/o director del trabajo. Este puede ser obtenido escribiendo a la siguiente dirección:

luis_jim0229@hotmail.com grodriguez0600@ipn.mx

Si el permiso se otorga, el usuario deberá dar el agradecimiento correspondiente y citar la fuente del mismo.

Nombre y Firma

Luis Fernando Jiménez Tinoco

DEDICATORIA



A MIS PADRES ANGELINA Y EUSEBIO

De por ser las personas que me enseñaron a ser quien soy, sin ustedes no hubiera podido estar donde estoy ahora, siempre he tenido el apoyo incondicional a cada paso que doy por la vida, simplemente quiero que sepan que este logro es de ustedes también.

A MIS HERMANAS NEREIDA Y ERIKA

Quienes han sido mis compañeras y amigas desde que éramos chicos, siempre he contado con su apoyo incondicional.

A XOCHITL

Por el tiempo, confianza, apoyo y cariño brindado desde que te conocí, gracias por complementar mis alegrías y éxitos.

A MIS AMIGOS

A todos mis amigos que he hecho en este periodo de mi vida...

AGRADECIMIENTOS

Al consejo nacional de ciencia y tecnología (CONACYT) por su valioso apoyo, si en él hubiera sido difícil realizar este trabajo.

A la sección de posgrado en ingeniería SEPI-ESIME Zacatenco del Instituto Politécnico Nacional.

Al Grupo de Ingeniería de Superficies por la amistad, tutoría y apoyo brindado.

Al Centro de Nanociencias Micro y Nanotecnología del Instituto Politécnico Nacional por proporcionarme los recursos necesarios para realizar este trabajo.

Al Dr. German Anibal Rodríguez Castro, director de este trabajo, por su dedicación, enseñanzas, paciencia y asesoría a lo largo de este ciclo, gracias por creer en mí.

A los integrantes de mi comité tutorial y jurado, Dr. Iván Enrique Campos Silva, Dr. José Martínez Trinidad, Dr. Ulises Figuera López, Dr. Alfonso Meneses Amador, por sus observaciones y tutoría durante el desarrollo de este trabajo.

A mis amigos y excompañeros de la universidad, Max Fernando, Francisco German, José Daniel, Francisco Villa hicieron agradable esta estancia de mi vida.



ÍNDICE

CONTENIDO	PAGINAS
LISTA DE FIGURAS	IV
LISTA DE TABLAS	IX
RESUMEN	XI
ABSTRACT	XII
INTRODUCCION	XIII
ANTECEDENTES	XIV
JUSTIFICACION	XVI
OBJETIVO GENERAL	XVII
METODOLOGIA	XVIII
CAPÍTULO 1 Adhesión de Recubrimientos Duros	1
1.1 Introducción	1
1.2 Recubrimientos duros	1
1.3 Clasificación de los recubrimientos duros	2
1.4 Importancia de la adherencia en recubrimientos duros	3
1.5 Métodos de caracterización de adherencia en recubrimientos duros	3
1.5.1 Prueba de indentación VDI 3198	4
1.5.2 Pruebas de impacto para la medición de adhesión	4
1.5.3 Indentación Vickers	5
1.5.4 Pruebas de Scratch para la medición de la adhesión	6
1.6 Tratamiento termoquímico de borurización.	7
1.7 Aplicaciones de aceros endurecidos por difusión de boro	8
CAPÍTULO 2 Caracterización físico-química y mecánica de capas tipo FeB y Fe ₂ B	9
2.1 Introducción	9
2.2 Tratamiento termoquímico de borurización	9



2.2.1 Tipo de acero y preparación de las probetas	10
2.3 Microscopia óptica	11
2.4 Difracción de rayos X y EDS	12
2.5 Ensayos de Indentación Instrumentada	13
2.5.1 Diseño experimental	17
2.6 Resultados y discusiones	18
2.6.1 Microscopia Óptica	18
2.6.2 Espectrometría de energía dispersiva (EDS) y difracción de rayos X (XRD)	20
2.6.4. Dureza de las capas FeB-Fe ₂ B	22
2.6.5 Módulo de elasticidad	23
2.6.6 Relación H/E y H^3/E^2	23
2.6.7 Trabajo de indentación (W)	25
2.7 Conclusiones	28
CAPÍTULO 3 Evaluación cualitativa de la adherencia del sistema capa FexB/substrato	30
3.1 Introducción	30
3.2 Norma VDI 3198	30
3.2.1 Tipos de fallas en recubrimientos	31
3.3 Metodología experimental	33
3.4 Resultados y discusiones	34
3.5 Conclusiones	38
CAPÍTULO 4 Caracterización de la adhesión mediante la prueba de scratch	40
4.1 Introducción	40
4.2 Ensayos de scratch	40
4.2.1 Determinación de la carga crítica	43
4.2.2 Determinación del coeficiente de fricción	43
4.2.3 Trabajo de adhesión	44
4.2.4 Variables que afectan los resultados de la prueba	45
4.2.5 Limitaciones de la prueba de rayado	46



4.3 Metodología experimental	47
4.4 Resultados y discusiones	49
4.4.1 Determinación de las cargas críticas	49
4.4.2 Mecanismos de falla	53
4.4.3 Perfilometría	57
4.4.4 Energía de adherencia	61
4.5 Conclusiones	62
PERSPECTIVAS DE TRABAJO	63
BIBLIOGRAFIA	64

LISTA DE FIGURAS

Figura 1.1. Aplicaciones de recubrimientos duros en herramientas de corte, a) broca cónica con recubrimiento TiN, b) discos de corte borurados para el procesamiento del tabaco.	1
Figura 1.2. Principales propiedades de un sistema capa/substrato para el desarrollo de aplicaciones tecnológicas.	3
Figura 1.3. Esquematización de las pruebas de impacto a) Equipo de impacto b) Zonas de falla del recubrimiento.	5
Figura 1.4. Esquematización del proceso de fractura por indentación Vickers a) indentador b) huella residual con agrietamiento en la interfaz.	5
Figura 1.5. Esquema de la prueba de Scratch realizada a un recubrimiento	6
Figura 1.6. Representación esquemática de la celda unitaria de los boruros de hierro a) ortorrómbica para FeB, b) tetragonal para Fe ₂ B	7
Figura 2.1. Dimensiones de la probeta.	10
Figura 2.2. Esquematización de la preparación del tratamiento de borurización.	11
Figura 2.3. Representación de la medición de las fases formadas en el acero AISI 304 borurado.	12
Figura 2.4. Difractómetro X'PERT Pro MRD PANalytical, equipo empleado en la técnica de difracción de rayos X.	13
Figura 2.5. Nanoindentador, modelo: Nanoindentation Tester NHT, marca CSM Instrument.	14
Figura 2.6. Gráfico característico de una prueba de indentación instrumentada, fuerza vs profundidad.	14
Figura 2.7. a) Geometría de un indentador Berkovich b) Representación esquemática de la sección transversal de una indentación.	15
Figura 2.8. Esquema representativo del trabajo W en función de la curva carga-desplazamiento, donde $WT = Wp + We$.	17

Figura 2.9. Perfil de indentación Berckovich en sección transversal, probeta de acero AISI 304 borada, temperatura de 950°C, 10 h de tratamiento.	18
Figura 2.10. Micrografías de la sección transversal del acero AISI 304 borurizado a temperatura de 950 °C con tiempos de exposición: a) 2h, b) 6h c) 10h.	18
Figura 2.11. Morfologías de capas de boruros en diferentes aceros, a) Hierro puro b) Acero H13 c) Acero Inoxidable AISI 316 L	19
Figura 2.12. Espectros obtenidos de las probetas tratadas termoquímicamente con el tratamiento de borurización, a) 2 h, b) 6 h, c) 10 h.	21
Figura 2.13. Difractograma obtenido del ensayo XRD en la probeta con tiempo de exposición 10 h.	22
Figura 2.14. Perfil de dureza obtenido a una carga de 100 mN en el acero AISI 304 borurado	22
Figura 2.15. Comportamiento del módulo elástico obtenido a una carga de 100 mN a lo largo de las capas FeB-Fe ₂ B en el acero AISI 304.	23
Figura 2.16. Relaciones HE y H3E2 evaluadas a lo largo de las capas de boruros formadas en el acero inoxidable AISI 304.	24
Figura 2.17. Comportamiento del trabajo plástico We y elástico Wp obtenido a una carga de 100 mN a lo largo de las capas FeB-Fe ₂ B en un acero AISI 304 borurado a temperatura de 1223 K.	26
Figura 2.18. Comportamiento del coeficiente de deformación elástica (Ke) obtenido a una carga de 100 mN a lo largo de las capas FeB-Fe ₂ B en el acero AISI 304 borurado a temperatura de 950 °C .	27
Figura 2.19. Parámetros de disipación de energía (Kd) obtenido a una carga de 100 mN a lo largo de las capas FeB-Fe ₂ B en un acero AISI 304 borurado a temperatura de 1223 K	27
Figura 3.1. Esquematación del proceso de indentación Rockwell C en un recubrimiento	31
Figura 3.2. Patrón de adhesión definido en la norma VDI 3198	31
Figura 3.3. esquematización de los esfuerzos producidos durante la indentación	32

Figura 3.4. Fallas potenciales en recubrimientos ocasionadas por la aplicación de una carga.	33
Figura 3.5. Probetas después del tratamiento de borurización	34
Figura 3.6. a) durómetro Albert b) indentaciones Rocwell C realizadas en probeta borurada 950°C 6 h de tratamiento.	34
Figura 3.7. Micrografías realizadas a las indentaciones Rockwell C y zonas de delaminación en las probetas del acero AISI 304 borurado, temperatura 950 °C, 2h de tratamiento.	35
Figura 3.8. Micrografías realizadas a las indentaciones Rockwell C y zonas de delaminación en las probetas del acero AISI 304 borurado, temperatura 950 °C, 6h de tratamiento.	35
Figura 3.9. Micrografías realizadas a las indentaciones Rockwell C y zonas de delaminación en las probetas del acero AISI 304 borurado, temperatura 950 °C, 10 h de tratamiento.	36
Figura 3.10. Inspección por EDS en zona de delaminación obtenida en un acero AISI 304 borurado, temperatura 950 °C, 2 h de tratamiento.	37
Figura 3.11. Inspección por EDS en zona de delaminación obtenida en un acero AISI 304 borurado, temperatura 950 °C, 6 h de tratamiento.	38
Figura 3.12. Inspección por EDS en zona de delaminación obtenida en un acero AISI 304 borurado, temperatura 950 °C, 10 h de tratamiento.	38
Figura 4.1. Esquematización de un ensayo de scratch sobre un recubrimiento	41
Figura 4.2. Ejemplo esquemático del daño progresivo durante la prueba de rayado empleando carga incremental	41
Figura 4.3. Equipo de rayado, marca CSM modelo Revetest Xpress	47
Figura 4.4. Perfilometro Veeco modelo Dektak 150	48
Figura 4.5. Comportamiento de la fuerza normal y coeficiente de fricción durante el rayado, para probetas de acero inoxidable AISI 304 sometidas al tratamiento de borurización, 950 °C de temperatura, 2 h de tratamiento.	49

Figura 4.6. Comportamiento de la fuerza normal y coeficiente de fricción durante el rayado, para probetas de acero inoxidable AISI 304 sometidas al tratamiento de borurización, 950 °C de temperatura, 6 h de tratamiento.	50
Figura 4.7. Comportamiento de la fuerza normal y coeficiente de fricción durante el rayado, para probetas de acero inoxidable AISI 304 sometidas al tratamiento de borurización, 950 °C de temperatura, 10 h de tratamiento.	50
Figura 4.8. Observaciones de los mecanismos de fallas, para probetas de acero inoxidable AISI 304 sometidas al tratamiento de borurización, 950 °C de temperatura, 2 h de tratamiento.	53
Figura 4.9. Esquemmatización de los esfuerzos producidos durante el proceso de rayado	54
Figura 4.10. Observaciones de los mecanismos de fallas, para probetas de acero inoxidable AISI 304 sometidas al tratamiento de borurización, 950 °C de temperatura, 6 h de tratamiento.	55
Figura 4.11. Esquemmatización del pandeo de las capas durante el proceso de rayado.	55
Figura 4.12. Observaciones de los mecanismos de fallas, para probetas de acero inoxidable AISI 304 sometidas al tratamiento de borurización, 950 °C de temperatura, 10 h de tratamiento.	56
Figura 4.13. Delaminación compresiva a) 6h b) 10h.	57
Figura 4.14. Perfil transversal en una zona de astillamiento por scratch, probeta borurada, 950°C, 2 h de tratamiento.	58
Figura 4.15. Perfil a lo largo del canal de rayado, probeta borurada, 950°C, 2 h de tratamiento.	58
Figura 4.16. Perfil transversal en una zona de astillamiento por scratch, probeta borurada, 950°C, 6 h de tratamiento.	58
Figura 4.17. Perfil transversal en la parte final de rayado, probeta borurada, 950°C, 6 h de tratamiento.	59



Figura 4.18. Perfil a lo largo del canal de rayado, probeta borurada, 950°C, 6 h de tratamiento.	59
Figura 4.19. Perfil transversal en la zona de delaminación, probeta borurada, 950°C, 10 h de tratamiento.	59
Figura 4.20. Perfil transversal en la parte final del rayado, probeta borurada, 950°C, 10 h de tratamiento.	60



LISTA DE TABLAS

Tabla 1.1 Métodos en ingeniería para el endurecimiento superficial de aceros. Tabla tomada de la Sociedad Americana de Metales (ASM)	2
Tabla 1.2 Propiedades físico-mecánicas de los boruros de hierro (Hernández, 2012)	7
Tabla 1.3 Aplicaciones industriales de diferentes aceros borurados (Fichtl, 1981)	8
Tabla 2.1 Composición química nominal (wt %) del acero inoxidable AISI 304	10
Tabla 2.2 Propiedades mecánicas del acero inoxidable AISI 304 (fuente: http://www.matweb.com/)	10
Tabla 2.3. Resultados de la medición de las capas FeB-Fe ₂ B formadas en un acero AISI 304 borurado.	20
Tabla 2.4. Valores de los parámetros (K _e) y (K _d) obtenidos para recubrimientos aplicados en diversos aceros.	28
Tabla 3.1. Escalas de dureza Rockwell (Askeland, 2011)	30
Tabla 4.1. Comparación de los modos de prueba durante el rayado, carga constante y progresiva	42
Tabla 4.2. variables experimentales de prueba	46
Tabla 4.3. Parámetros empleados en las pruebas de scratch a carga incremental	48
Tabla 4.4. Resultados de cargas críticas y mecanismos de fallas obtenidos de la prueba de scratch, para las probetas de acero inoxidable AISI 304 sometidas al tratamiento de borurización, 950 °C de temperatura, 2 h de tratamiento.	51
Tabla 4.5. Resultados de cargas críticas y mecanismos de fallas obtenidos de la prueba de scratch, para las probetas de acero inoxidable AISI 304 sometidas al tratamiento de borurización, 950 °C de temperatura, 6 h de tratamiento.	52
Tabla 4.6. Resultados de cargas críticas y mecanismos de fallas obtenidos de la prueba de scratch, para las probetas de acero inoxidable AISI 304 sometidas al tratamiento de borurización, 950 °C de temperatura, 10 h de tratamiento.	52



Tabla 4.7. Valores de rugosidad de las probetas sometidas a las pruebas de scratch.	61
Tabla 4.8. Resultados de las energías de adherencia obtenidas en la prueba de scratch, para las probetas de acero inoxidable AISI 304 sometidas al tratamiento de borurización, 950 °C de temperatura, 2 h, 6 h y 10 h de tratamiento.	61
Tabla 4.9. Energías de adherencia de recubrimientos TiN y CrC en herramientas de corte variando su espesor.	62



RESUMEN

En el presente trabajo de investigación se estudia la adherencia del sistema capa/substrato de recubrimientos duros formados por difusión de boro en un acero inoxidable AISI 304 expuesto al tratamiento termoquímico de borurización bajo condiciones variables de tiempo y temperatura constante. Una caracterización físico-química y mecánica se llevó a cabo en las fases de boruros formadas después del tratamiento. Espesores de 13 a 44 μm y una morfología plana de capa fueron observados por la técnica de microscopía óptica. La composición y elementos presentes en las capas fueron determinados por las técnicas de difracción de rayos-x (XRD) y espectrometría de energía dispersiva (EDS) mostrando una correcta formación de las capas de boruros en el acero después del tratamiento. La caracterización mecánica se llevó a cabo mediante la técnica de indentación instrumentada utilizando un indentador tipo Berkovich, se realizaron gradientes de dureza en sección transversal desde la superficie de las capas hasta el substrato, se alcanzó una dureza superficial de 23.5 GPa y un módulo de elasticidad de 315 GPa. El análisis de la adherencia del sistema capa/substrato fue hecho por dos métodos de prueba uno cualitativo y otro cuantitativo. La prueba de adhesión Rockwell C basada en la norma VDI fue empleada para determinar la fuerza de adhesión de las capas de boruros y mecanismos de falla. Los resultados muestran un decremento en la fuerza de adhesión de las capas en tiempos largos de tratamiento. Por otro lado, la prueba de scratch fue desarrollada con incrementos de carga para determinar cargas críticas, coeficientes de fricción, mecanismos de falla y energías de adherencia. Los resultados muestran un decremento de la fuerza de adhesión del sistema en tiempos largos de tratamiento, obteniéndose cargas críticas en un rango de 35 a 43 N para fallas por astillamiento en tiempos de 2 y 6 h de tratamiento mientras que en tiempos de 10 h las cargas críticas fueron del orden de 27 N para fallas por delaminación. Finalmente los resultados obtenidos proveen información importante para aplicaciones del acero AISI 304 borurado.



ABSTRACT

The present research studied the adhesion of coating/substrate system formed by boron diffusion in AISI 304 stainless steel using power-pack boriding process. The boriding process was carried out at temperature of 950°C for 2, 6 and 10 h. Optical microscopy established layer thicknesses in the range of 13-44 microns with flat morphology. After the hardening process, the layer thickness was estimated by optical microscopy in the range of 13-44 microns with a flat morphology at the interface with the substrate. The composition and components present in the layers were determined by the techniques of x-ray diffraction (XRD) and energy dispersive spectrometry (EDS) showing a layer formed FeB and Fe₂B phases mainly. The mechanical characterization was carried out using instrumented indentation technique using a Berkovich indenter. Hardness profiles were obtained through cross-section beginning at the surface toward the substrate. The results show a hardness of 23.5 GPa and a modulus of elasticity of 315 GPa at the nearest surface region. The evaluation of adherence was performed by both a qualitative and quantitative method. Firstly, the Rockwell C adhesion test based VDI was used to determine the quality of adhesion strength of boride layers and failure mechanisms. According to VDI test, a longer treatment time, the adhesion of the system decreases. According to VDI, for longer treatment times the adhesion of the system decreases. Furthermore, the scratch test was developed in incremental mode where critical loads, coefficients of friction, failure mechanisms and adhesion were determined. There is a marked difference in failure mechanisms produced in the three treatment times studied. At 2 and 6 h of treatment, the critical loads were determined around 35 to 43 N to chipping, for 10 h of treatment, spalling occurring at 27 N approximately. Finally the results provide essential information for applications of borided steel AISI 304.



INTRODUCCION

En la industria existe gran diversidad de maquinaria y componentes mecánicos que están expuestos a condiciones agresivas debido al trabajo que realizan, como, corrosión, desgaste, fatiga, entre otros. Cada día se trata de extender la vida útil de los sistemas mecánicos que se encuentran al servicio del hombre, al mejorar su eficiencia y rendimiento. En la búsqueda de mejorar estas condiciones, surgen técnicas para producir una superficie dura y resistente al desgaste sobre un núcleo tenaz.

La borurización surge como un tratamiento termoquímico que busca mejorar las propiedades mecánicas superficiales de una gran variedad de metales, incluyendo aleaciones ferrosas, aleaciones hierro-cromo-níquel, aleaciones de cobalto y titanio, al producir capas de alta dureza, resistentes al desgaste y a la corrosión.

El presente trabajo investiga la adherencia del sistema capa/substrato de recubrimientos duros formados por difusión de boro (FeB , Fe_2B) en un acero inoxidable AISI 304.

En el capítulo 1 se describen los recubrimientos duros existentes formados por procesos de difusión, la importancia de la adherencia y sus distintos métodos de evaluación. La borurización como el tratamiento empleado en el presente trabajo es también descrito, junto con sus principales características y aplicaciones.

El capítulo 2 comprende el desarrollo del tratamiento de borurización por la técnica de empaquetamiento en polvo, las condiciones de tratamiento empleadas en el proceso son temperatura constante (950°C) y tres tiempos de exposición (2, 6 y 10h). Se realizó la caracterización físico-química de las capas a fin de verificar su correcta formación mediante microscopía óptica, difracción de rayos X y EDS. La caracterización mecánica se realizó empleando ensayos de indentación instrumentada.

El capítulo 3 aborda un análisis de la adhesión a nivel cualitativo e identificación de los mecanismos de falla presentes al utilizar la técnica de indentación Rockwell C basada en la norma VDI 3198.

En el último capítulo se estudia la resistencia adhesiva del sistema mediante la técnica de Scratch o rayado. Se describen, cargas críticas, mecanismos de falla, trabajo de adherencia y el comportamiento del coeficiente de fricción registrado durante las pruebas, principalmente. Finalmente los resultados obtenidos proveen información indispensable para establecer condiciones de tratamiento óptimas y asegurar la confiabilidad de este tipo de recubrimientos para aplicación en componentes mecánicos del acero inoxidable AISI 304.

ANTECEDENTES

El estudio de la adhesión en un sistema capa/substrato ha sido motivo de estudio por varios autores, ya que el conocimiento de esta propiedad representa un factor de suma importancia para aplicaciones en el campo de la ingeniería de superficies; la borurización por otro lado es un tratamiento termoquímico que mejora las propiedades físico-químicas y mecánicas de la superficie de los aceros, aumentando la dureza, resistencia a la corrosión y al desgaste mediante la formación de compuestos superficiales (FeB y Fe_2B). Existen pocos estudios de adhesión realizados en este tipo de capas. Taktak, S *et al* (2005), realizan un estudio donde utilizando pruebas Rockwell C basadas en la norma VDI 3198 para identificar las fallas por delaminación de las capas de boruros en aceros AISI 304 y H13. Los resultados muestran que la adhesión de las capas boruradas en estos aceros, está en función del espesor de la fase FeB , a mayor espesor disminuye la adherencia, es decir, a tiempos largos y temperaturas altas de tratamiento la adherencia del sistema capa/substrato disminuye. Así mismo trabajos realizados por Allaoui O, *et al* (2006) analizan la calidad de las capas de boruros formadas en un acero AISI 1038 obtenidas en función del agente borurante. Determinan que el comportamiento en la prueba de scratch de las capas de boruros depende de las fases formadas, las capas que mostraron únicamente la formación de una fase (Fe_2B) presentaron un mejor rendimiento en la prueba.

G. Rodríguez-Castro *et al* (2009) evalúa la adhesión de las capas de un acero 1045 borurado usando la norma VDI 3198, concluyen que la morfología aserrada de la capa Fe_2B , incrementa la adhesión del sistema, además, las indentación realizadas mostraron grietas radiales en el perímetro de las indentaciones, lo cual es presencia de fragilidad en las capa y una calidad aceptable de adhesión del sistema.

Por otro parte I. Campos-Silva, *et al* (2011) utilizan la prueba de indentación interfacial Vickers para estimar propiedades de adhesión entre las fases $\text{FeB}/\text{Fe}_2\text{B}$ a partir de la creación y propagación de grietas producidas por el proceso de indentación en un acero AISI 316 borurado. La carga necesaria para iniciar una grieta es interpretada en términos de tenacidad interfacial aparente, constituyendo un criterio para estimar propiedades de adhesión en el sistema. La tenacidad a la fractura aparente varía entre 3.56 y 4.45 $\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$, además, esta propiedad incrementa en función del espesor de capa FeB .



Recientemente V. Sista, *et al* (2012) realizan pruebas de indentación Rockwell C para evaluar la calidad de las capas obtenidas en una superlación Inconel 600 borurada por el método de borurización electroquímica. Los resultados muestran que para tiempos de borurización entre 5 a 15 min la adherencia de las capas es cualitativamente aceptable.

En términos generales existe poca información reportada en literatura sobre la evaluación de la adherencia en capas de boruros, la mayor parte de la información reportada es de carácter cualitativa; por otro lado la información cuantitativa de adhesión obtenida mediante pruebas de scratch es escasa.



JUSTIFICACION

El deterioro de los materiales con el paso del tiempo se produce inevitablemente, ya que estos son afectados por la acción de diversos agentes externos como son cargas, corrosión, desgaste, temperaturas elevadas e incluso la interacción con el mismo medio ambiente. Se estima que más del 90% de las fallas de los componentes en ingeniería inician cercanos a la superficie. La utilización de recubrimientos tiene la finalidad de mejorar ciertas propiedades mecánicas superficiales de los materiales para prolongar el tiempo de vida útil. No obstante, la calidad y protección de los recubrimientos depende primordialmente de su adhesión al substrato. Motivo por el cual el estudio de las propiedades mecánicas en la superficie de los materiales es de gran importancia para el éxito en el diseño de piezas y mecanismos de trabajo.

En la búsqueda de mejorar las condiciones de servicio de los materiales, surgen técnicas como el tratamiento termoquímico de borurización, el cual produce capas de boruros de hierro de alta dureza en la superficie de los materiales, que incrementan la resistencia al desgaste, a la corrosión y a las altas temperaturas, sin embargo la alta dureza de la capa no garantiza una buena adhesión al substrato. Un número considerable de investigaciones se han realizado en el estudio tribológico de las capas de boruros, recomendando para condiciones de desgaste adhesivo capas entre 10 y 20 μm mientras para desgaste erosivo recomiendan capas mayores a 75 μm (Fichtl, 1981). Sin embargo, la adhesión del sistema, mecanismos de falla y su relación, son temas a los que no se ha prestado la atención debida.

Evaluar la adhesión en este tipo de recubrimientos nos permite asegurar la confiabilidad del recubrimiento y promover su aplicación en componentes mecánicos. El espesor de capa formada debe estar en función de la aplicación, ya que no necesariamente la capa óptima debe ser la de mayor espesor.

OBJETIVO GENERAL

Investigar la adherencia del sistema capa/sustrato de un acero inoxidable AISI 304 endurecido superficialmente por difusión de boro mediante métodos cualitativos y cuantitativos para establecer las condiciones de tratamiento óptimas y la confiabilidad en componentes mecánicos.

OBJETIVOS PARTICULARES

- Endurecer superficialmente el acero inoxidable AISI 304 mediante el proceso de borurizado en polvo para la formación de capa de boruros de hierro.
- Realizar una caracterización físico-química y mecánica de las capas de boruros de hierro formadas en el acero inoxidable AISI 304 mediante microscopía óptica, indentación instrumentada, difracción de rayos X y EDS, para confirmar la correcta formación de las mismas.
- Evaluar la adherencia del sistema capa/substrato mediante ensayos de macroindentación Rockwell C para determinar modos de falla y calidad adhesiva del sistema.
- Establecer el efecto de los espesores de capa producidos por las condiciones de tratamiento mediante la obtención de cargas críticas, coeficientes de fricción, mecanismos de falla obtenidos en la prueba de scratch, para establecer la adherencia del sistema.

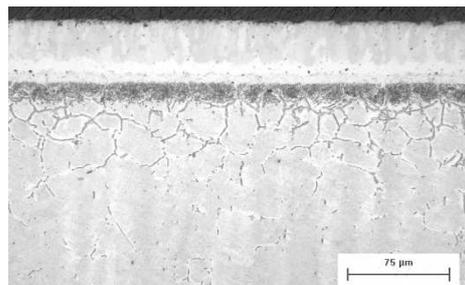
METODOLOGIA

La metodología que abarca el presente trabajo consiste en las siguientes etapas:

- a) Corte y preparación de probetas del acero inoxidable AISI 304 ($3/4 \times 3/4 \times 1/4$ in) para la realización del tratamiento termoquímico de borurización por el método de empaquetamiento en polvo. Las condiciones de tratamiento comprenden una temperatura fija, 1223 K, y tres tiempos de exposición 2, 6 y 10 h.
- b) Caracterización físico-química y mecánica de las fases formadas después del tratamiento de borurización.
 - i. Las observaciones y determinación de los espesores de capa FeB y Fe₂B y caracterización microestructural se realizó por microscopía óptica, utilizando un microscopio metalográfico marca *Olympus GX51* y el software analizador de imágenes *Image-Pro-Plus V 6.4*.
 - ii. Los elementos presentes y las fases en las capas fueron determinadas por las técnicas de Espectrometría de Energía Dispersiva (EDS) y Difracción de rayos X (XRD) los equipos empleados fueron un microscopio electrónico de barrido marca OXFORD de alta resolución y un difractómetro X'PERT Pro MRD PANalytical, respectivamente.
 - iii. Para la caracterización mecánica de las capas se realizaron perfiles de dureza desde la superficie hasta el substrato mediante la técnica de indentación instrumentada a fin de conocer la dureza, módulo de elasticidad y el trabajo desarrollado durante la indentación. Para este estudio se empleó un indentador CSM con punta piramidal tipo Berkovich. El análisis de las curvas carga-desplazamiento fue realizada considerando la teoría de Oliver-Pharr.
- c) La evaluación cualitativa de adhesión, se realizó mediante pruebas de macroindentación Rockwell C para comparar el daño producido por las indentaciones de acuerdo a la norma VDI 3198, para una mejor apreciación del daño producido se realizaron micrografías por microscopía electrónica de barrido (MEB).
- d) La prueba de rayado, se realizaron a fin de encontrar valores cuantitativos de la adherencia del sistema, cargas críticas, mecanismos de falla, coeficientes de fricción, energía de adherencia. Un equipo CSM Revetest Xpress con punta Rockwell C fue empleado bajo la norma ASTM-C1624 (2005) para la realización de las pruebas.

CAPÍTULO 1

Adhesión de Recubrimientos Duros



1.1 Introducción

La adhesión de un recubrimiento es una propiedad que nos permite garantizar la confiabilidad de un recubrimiento. Sin embargo en la práctica no resulta fácil su medición, prueba de ello es que existe una gran variedad de pruebas que se han desarrollado para cuantificar esta propiedad. A principios del año 1994 se tenían reportado más de 300 pruebas (Lacombe, 2010). En el presente capítulo se establece un marco general de la importancia de la adhesión de recubrimientos duros, se mencionan las técnicas que se han aplicado o que sería posible aplicar a los recubrimientos formados por el tratamiento de borurización. Finalmente se hace mención de las propiedades físico-químicas y mecánicas de los boruros y sus aplicaciones en la industria.

1.2 Recubrimientos duros

Se entiende por recubrimiento duro aquellos materiales con los que se envuelven las superficies de muchas piezas de uso técnico con la finalidad de proporcionarles mayor dureza, resistencia al desgaste y a la corrosión (Gómez, M, 2005). También los recubrimientos pueden aportar otras propiedades de gran importancia para aplicaciones específicas como puede ser: disminuir el coeficiente de fricción incluso algunos presentan una apariencia atractiva que les permite ser utilizados como recubrimientos decorativos en autopartes, relojería, bisutería y accesorios de baño.

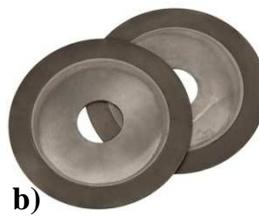


Figura 1.1. Aplicaciones de recubrimientos duros en herramientas de corte, a) broca cónica con recubrimiento TiN, b) discos de corte borurados para el procesamiento del tabaco.

Otra de las aplicaciones de los recubrimientos duros, es como protectores de herramientas de corte, tales como brocas, buriles, discos de corte, fresas, entre otros (figura 1.1).

1.3 Clasificación de los recubrimientos duros

En la actualidad existe un amplio rango de recubrimientos duros en la industria, la Sociedad Americana de Metales (ASM, siglas en inglés) plantea dos propuestas para llevar a cabo el endurecimiento superficial, estas son:

1. Métodos que involucran la acumulación o adición de una nueva capa.
2. Métodos que involucran la modificación de la superficie sin la acumulación intencional de una nueva capa.

La tabla 1.1 muestra la clasificación de la ASTM para diferentes recubrimientos.

Tabla 1.1 Métodos en ingeniería para el endurecimiento superficial de aceros. Tabla tomada de la Sociedad Americana de Metales (ASM)

ADICION DE CAPA	TRATAMIENTO DEL SUBSTRATO	
Revestimiento duro	Métodos de difusión	Métodos de endurecimiento selectivos
Adición por fusión (Soldadura)	Carburización	Endurecimiento por flama
Rociado térmico	Nitruración	Endurecimiento por inducción
Recubrimiento	Carbonitruración	Endurecimiento por laser
Recubrimiento electroquímico	Nitrocarburización	Implantación de iones
CVD (Deposición química de vapor)	Borurizado	Carburización, nitrurado y borurizado selectivo
PVD (Deposición física de vapor) y atomización	Boronitruración	Uso de arco eléctrico
Mezcla iónica	Difusión de titanio-carbono	
	Proceso de difusión Toyota	

El uso de películas delgadas, recubrimientos y soldadura sobrepuesta, generalmente llega a ser menos rentable para una producción en serie, especialmente cuando toda la superficie de la pieza de trabajo debe ser endurecida, además, el comportamiento a fatiga se puede ver limitado dependiendo de la adherencia entre el sustrato y la capa añadida (ASM Metals Handbook, 1991).

En el presente trabajo se utiliza capas de boruros formadas por difusión de átomos de boro, proceso denominado borurización. Dado que las capas boruradas son producidas por un proceso de difusión y no como un revestimiento añadido se espera que la adhesión del sistema sea buena.

1.4 Importancia de la adherencia en recubrimientos duros

Las superficies de los componentes en ingeniería son sujetas a altos esfuerzos, fatiga, abrasión y daños por corrosión. Se estima que más del 90% de las fallas de los componentes en ingeniería inicia cercanos a la superficie. Las técnicas de recubrimientos superficiales ofrecen la posibilidad de mejorar las propiedades de componentes en servicio y por lo tanto prolongar la vida útil a través de capas o multicapas en la superficie.

Los beneficios antes mencionados se logran entendiendo el control y la interrelación de las propiedades del recubrimiento, e interacción con el sistema capa/substrato. Si las principales propiedades de un sistema (figura 1.2) son completamente comprendidas, la aplicación de estos sistemas para el diseño será más amplia y se dará confiabilidad a los mismos sistemas.

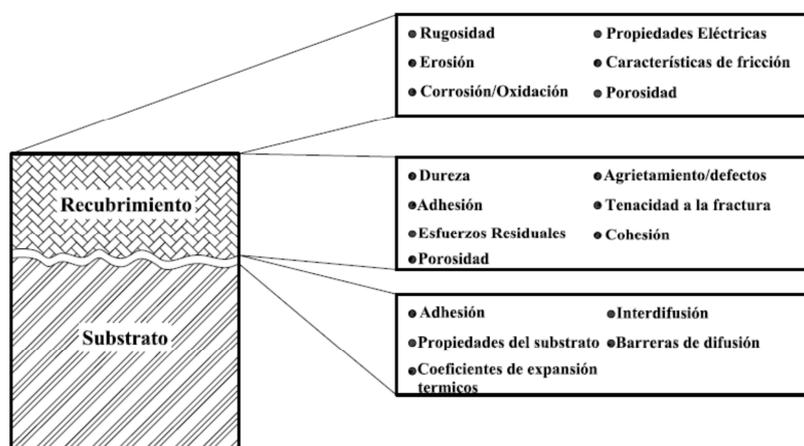


Figura 1.2. Principales propiedades de un sistema capa/substrato para el desarrollo de aplicaciones tecnológicas.

Muchas de estas propiedades son únicamente útiles en ciertas aplicaciones, por lo tanto existe la necesidad de caracterizar un recubrimiento por unas pocas propiedades fundamentales. De estos, la dureza, la tenacidad, los esfuerzos residuales, y la adhesión son de las más relevantes para la mayoría de las aplicaciones. La realización de una prueba de adherencia a un recubrimiento indica la fuerza con la cual el recubrimiento se encuentra afianzado al sustrato o a otro recubrimiento. Considerables beneficios para aplicaciones en ingeniería pueden ser obtenidos si la adherencia es evaluada.

1.5 Métodos de caracterización de adherencia en recubrimientos duros

Existe una amplia gama de pruebas que nos proporcionan de manera cualitativa o cuantitativa la medición de la adherencia de recubrimientos. A continuación se mencionan algunas de las pruebas utilizadas y que se podrían emplear en recubrimientos base boro para la medición de

la adherencia. Menciona (Lacomber 2010) los siguientes criterios para evaluar una prueba de adhesión:

- **Cuantitativo**
La prueba debe proporcionar datos numéricos que puedan ser interpretados de forma inequívoca, es decir, el análisis de los datos debe ser sencillo y claro.
- **Facilidad de preparación de la muestra**
Preparación fácil y rápida de las muestras con equipos fácilmente disponibles. Si la preparación de la muestra es demasiado compleja, la prueba se volverá difícil de realizar.
- **Resultados relevantes**
Los datos finales deben ser relevantes para las condiciones de uso final.

Los puntos anteriores son cumplidos únicamente por una prueba de adhesión “ideal” ninguna de adhesión cumple con todos los criterios anteriores, sin embargo, cada una de estas pruebas proporciona datos útiles y fiables cuando se aplican de manera adecuada, además de que pueden ser complementarias unas de otras. A continuación se describen brevemente 4 pruebas adecuadas para la evaluación de la adherencia en sistema capa/substrato.

1.5.1 Prueba de indentación VDI 3198

Consiste en realizar una indentación Rockwell C en la superficie de un recubrimiento, este proceso provoca daño adyacente del recubrimiento en la periferia de la indentación. Por medio de microscopía óptica se puede evaluar el daño producido y ser comparado con un patrón definido de fuerza de adhesión de acuerdo a la norma VDI 3198.

Este tipo de prueba de medición de adherencia es un método rápido y eficaz que proporciona de manera cualitativa la adhesión de un sistema capa/substrato, la preparación de las muestras es rápida y sencilla, basta con tener una superficie plana y pulida donde realizar la indentación, sin embargo es una prueba destructiva (Vidakis, *et al*, 2003).

1.5.2 Pruebas de impacto para la medición de adhesión

Esta prueba, desarrollada en la universidad de Hull, consiste en hacer impactar una bola con fuerza y frecuencia definida en un punto específico de la superficie de una muestra. El equipo y zona de impacto son mostrados en la figura 1.3. Un análisis de los daños y de los esfuerzos producidos en el sistema durante el proceso de prueba nos permite interpretar cualitativamente la adherencia (Heinke, 1995).

Al igual que la prueba de indentación VDI3198 para la medición de la adhesión esta prueba proporciona resultados cualitativos de la adherencia del sistema, además de que se pueden obtener otras propiedades como la resistencia a la fatiga, sin embargo, realizar esta prueba requiere de un equipo especializado como el que se muestra en la figura 1.3a

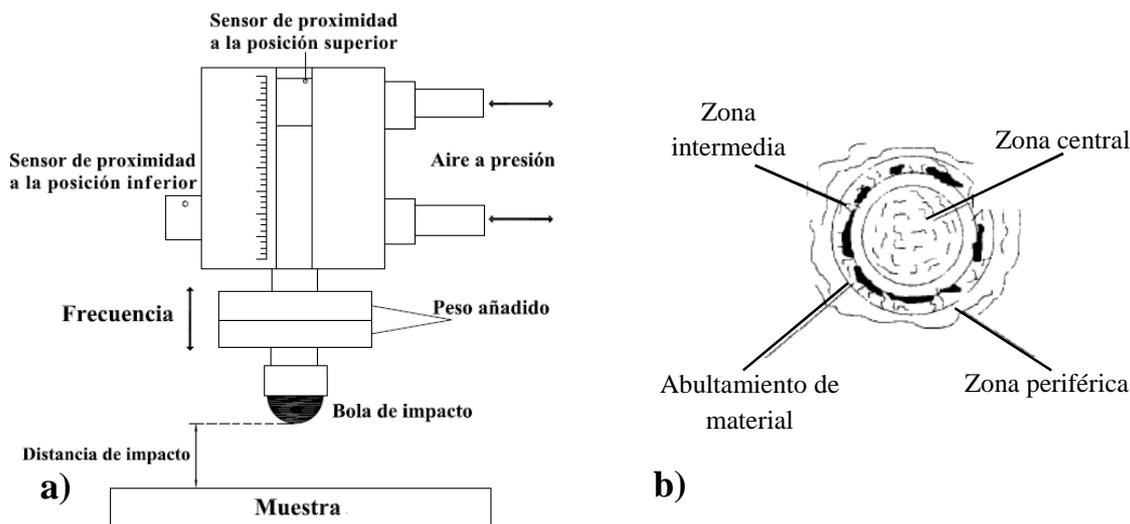


Figura 1.3. Esquematación de las pruebas de impacto a) Equipo de impacto b) Zonas de falla del recubrimiento.

1.5.3 Indentación Vickers

Este método consiste en crear y propagar grietas a lo largo de la interfaz capa/substrato por el contacto de un indentador piramidal tipo Vickers en la interface (ver figura 1.4). El principio se basa en asumir que la interfaz tiene una menor tenacidad que la capa o sustrato y por lo tanto actúa como un sitio preferencial para la propagación lateral de una grieta durante la indentación.

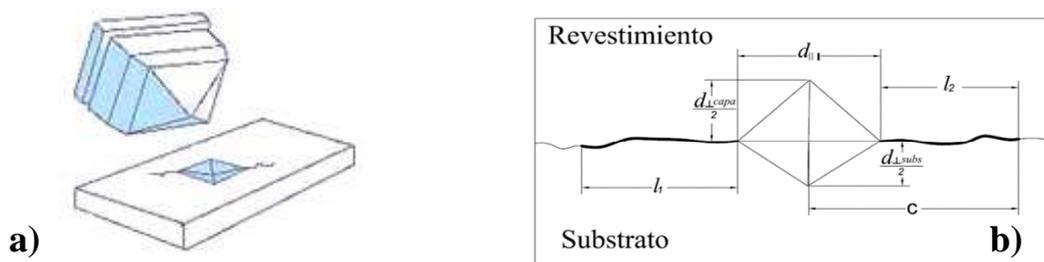


Figura 1.4. Esquematación del proceso de fractura por indentación Vickers a) indentador b) huella residual con agrietamiento en la interfaz.

El propósito del ensayo de indentación interfacial es la separación directa de los planos en un material cristalino, conocido como clivaje, es decir, el proceso consiste en fracturar los enlaces atómicos en la interfaz, observándose una propagación de grietas. Estableciendo de

esta forma el soporte mecánico en la interfaz capa/substrato (Doñu, 2010). La carga necesaria para iniciar una grieta es interpretada en términos de tenacidad interfacial aparente, la cual puede constituir un criterio para estimar propiedades de adhesión en este tipo de sistemas. La prueba se puede realizar a diferentes escalas en base a la carga que se utiliza, pruebas a nivel micro y nano. Las pruebas a nivel nanométrica son más comúnmente empleadas en la medición de adhesión de películas delgadas.

Es un ensayo no destructivo, además, que se emplea en pequeñas cantidades de material, cuyo tamaño es del orden de micras, la preparación de las probetas es fácil y rápida, dado que requiere de una superficie plana y pulida para realizar las pruebas, los resultados obtenidos son cuantitativos. Por otro lado, para producir agrietamiento en la interfaz por una indentación se requiere que la tenacidad de la interfaz sea más baja que en la capa y substrato, de modo que esta situación limita su aplicación a interfaces bien adheridas.

1.5.4 Pruebas de Scratch para la medición de la adhesión

La prueba de Scratch caracteriza las propiedades mecánicas de películas delgadas y recubrimientos duros, obteniendo información como, adhesión, fracturas y deformaciones. La técnica consiste en generar un rasguño controlado con una punta afilada sobre la superficie del recubrimiento. El material de la punta (comúnmente diamante) se hace pasar sobre la superficie bajo una carga constante o incremental, ver figura 1.5.

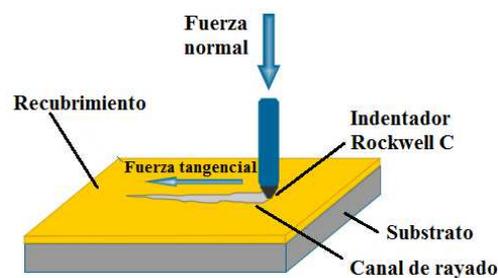


Figura 1.5. Esquema de la prueba de Scratch realizada a un recubrimiento

Durante la prueba, la carga llega a ser crítica cuando el recubrimiento empieza a fallar. Las cargas críticas son detectadas con precisión por medio de un sensor acústico unido al brazo de carga, o también pueden ser medidas mediante la observación con un microscopio óptico o bien mediante imágenes tomadas por microscopía electrónica de barrido. Las cargas críticas se utilizan para cuantificar las propiedades adhesivas de diferentes recubrimientos.

Esta prueba ofrece ventajas como es la preparación de las muestras, fácil y rápida; los nuevos equipos comerciales pueden ser equipados con herramientas auxiliares, como microscopios, sensores acústicos, sensores de profundidad y de fricción. Sin embargo la prueba se puede llegar a limitar a recubrimientos duros los cuales fallan de manera frágil.

1.6 Tratamiento termoquímico de borurización.

La borurización es un tratamiento termoquímico controlado, que modifica las propiedades de algunos materiales al difundir átomos de boro en la superficie de un material, generando capas de boruros de alta dureza, resistentes al desgaste, a la corrosión y a altas temperaturas. Dependiendo del potencial de boro en contacto con la superficie del material, la composición química del substrato, temperatura y tiempo de tratamiento, dos fases pueden ser identificadas en la superficie del material tratado, la fase superior, FeB, con un contenido en peso en boro de 16 % y una fase interior Fe₂B con un contenido en peso boro aproximadamente de 8% (I. Campos, 2010).

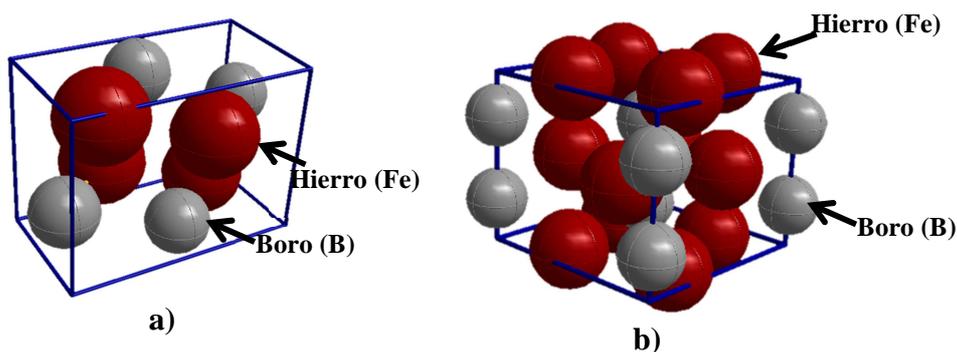


Figura 1.6. Representación esquemática de la celda unitaria de los boruros de hierro a) ortorrómbica para FeB, b) tetragonal para Fe₂B

Tabla 1.2 Propiedades físico-mecánicas de los boruros de hierro (Hernández, 2012)

Propiedades	FeB	Fe ₂ B
Densidad (g/cm^3)	6.75	7.43
Coefficiente de expansión térmica ($ppm/^\circ C$)	23 en un rango de 200 a 600 °C	7.65-9.2 en un rango de 100 y 800 °C
Microdureza (HV)	1900 a 2200	1800 a 2000
Módulo de elasticidad (GPa)	590	285 a 295
Resistencia a la fatiga	-----	Puede incrementar un 33 % para capas con espesores mayores a 40 μm (p.e. de 185 a 245 N/mm^2)
Otros	Incrementan la resistencia a la corrosión en materiales ferrosos sometidos a medios alcalinos y ácidos no oxidantes. Resistencia al desgaste por su baja tenacidad para difundirse en frío y a su elevada dureza.	

Las estructura cristalina para cada fases se esquematizan en la figura 1.6 donde la fase FeB cuya estructura ortorrómbica tiene parámetros de red, $a=0.4053$ nm, $b=0.5495$ nm, $c=0.2946$ nm, mientras para el boruro de hierro Fe_2B presenta una estructura tetragonal centrada en el cuerpo y parámetros de red $a=0.5978$ nm y $c=0.4249$ nm. Las propiedades físico-mecánicas de los boruros son ilustrados en la tabla 1.2.

1.7 Aplicaciones de aceros endurecidos por difusión de boro

Debido a los beneficios que provee las capas de boruros, combinado con el amplio rango de sustratos compatibles, la borurización es usada para mejorar propiedades físico-químicas y mecánicas de componentes de acero de bajo y medio carbono, aceros inoxidable, aleaciones de titanio y cobalto. Adicionalmente, debido a su resistencia al desgaste y a la temperatura, la borurización es también una buena elección para aplicaciones de ciertas herramientas. La tabla 1.3 muestra algunos aceros susceptibles al proceso y sus aplicaciones:

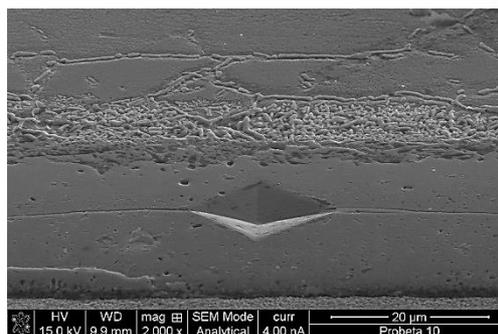
Tabla 1.3 Aplicaciones industriales de diferentes aceros borurados (Fichtl, 1981)

Acero	Aplicación
1020	Codos de tubería, tubería, engranes helicoidales para bombas de aceite en coches, ejes de bombas.
1045	Discos abrasivos, boquillas, pernos
D2, D3	Herramientas para estampado, punzones
H13, H11	Herramientas para moldes de inyección
L6	Dados de forja
302, 316	Partes y accesorios en contacto con ambientes corrosivos de la industria química y textil
52100	Rodamientos, cojines y guías
Fundiciones de hierro	Partes para máquinas textiles

Los aceros inoxidable austeníticos como el acero inoxidable AISI 304 son naturalmente pasivos a la exposición al aire y a otros agentes oxidantes dado su contenido en cromo y níquel. Este tipo de acero es principalmente empleado en una gran variedad de artículos como prótesis, mobiliarios, accesorios automotrices, piezas para la industria textil y química. Sin embargo estos aceros no pueden ser endurecidos en gran medida por tratamientos térmicos convencionales, dado esto, limita su utilización para aplicaciones tribológicas. El desgaste presente en estos aceros puede verse reducido mediante un tratamiento como la borurización y por ende incrementar la vida útil de los componentes fabricados con este tipo de aceros.

CAPÍTULO 2

Caracterización físico-química y mecánica de capas tipo FeB y Fe₂B



2.1 Introducción

En el presente capítulo se desarrolla el tratamiento termoquímico de borurización por el método de empaquetamiento en polvo para probetas de acero inoxidable AISI 304. Posterior al tratamiento, las probetas fueron seccionadas y preparadas metalográficamente para ser caracterizadas físico-química y mecánicamente. La caracterización comprende microscopía óptica en sección transversal de las probetas, ensayos XRD y EDS en la superficie de las probetas. Además, se describe el comportamiento de la dureza, módulo de elasticidad, el índice de plasticidad, el coeficiente de deformación plástica (K_c) y el parámetro de disipación de energía (K_d) de las capas de boruros. Estas propiedades son evaluadas desde la superficie de la capa hasta el sustrato del acero empleando la técnica de indentación instrumentada.

2.2 Tratamiento termoquímico de borurización

El tratamiento de borurización se puede realizar en medio líquido, sólido y gaseoso. Sin embargo debido a las dificultades asociadas con la tecnología del proceso, la borurización en inmersión en sales líquidas y en fase gaseosa aún no ha ganado terreno. Además, el desarrollo de la borurización en plasma está aún en fase de prueba. Actualmente, el único proceso que es factible en la práctica es la borurización en medio sólido con sus variantes, borurización por pasta y por empaquetamiento en polvo (I Campos-Silva, 2013).

Durante el proceso termoquímico, las principales variables 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 empleada para la preparación y endurecimiento de las probetas.

2.2.1 Tipo de acero y preparación de las probetas

Para la realización del tratamiento se fabricaron probetas rectangulares de acero inoxidable AISI 304, este tipo de acero se caracteriza por su alto contenido de cromo y níquel. La composición y propiedades mecánicas del acero AISI 304 son mostradas en la tabla 2.1 y 2.2, respectivamente.

Tabla 2.1 Composición química nominal (wt %) del acero inoxidable AISI 304

Carbono (C)	Manganeso (Mn)	Fosforo (P)	Azufre (S)	Silicio (Si)	Cromo (Cr)	Níquel (Ni)
0.08	2.0	0.04	0.03	0.75	18.0 a 20.0	8.0 a 11.0

Tabla 2.2 Propiedades mecánicas del acero inoxidable AISI 304 (fuente: <http://www.matweb.com/>)

Propiedades mecánicas	
Dureza Rockwell B	70
Módulo de elasticidad	193-200 GPa
Razón de Poisson	0.29
Esfuerzo de cedencia	215 MPa
Esfuerzo ultimo	505 MPa

Las dimensiones de las probetas se muestran en la figura 2.1. Las probetas fueron limpiadas con lija de carburo de silicio de grado 80 hasta 1500, con la finalidad de eliminar imperfecciones, impurezas y oxido presentes en la superficie de las probetas.

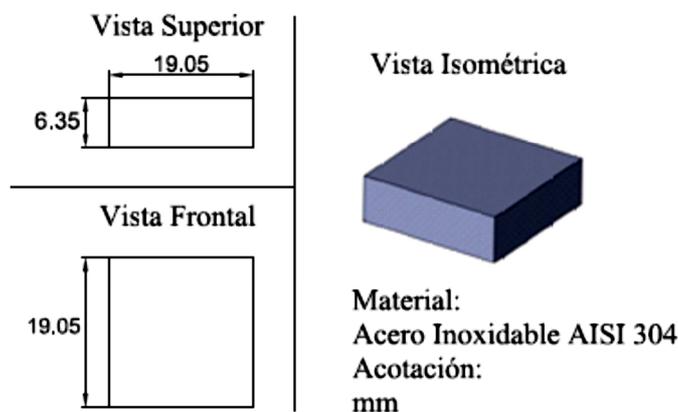


Figura 2.1. Dimensiones de la probeta.

Las probetas fueron sometidas al tratamiento termoquímico de borurización por el método de empaquetamiento en polvo, el cual consiste en envolver las probetas con una mezcla enriquecida en boro, dentro de una caja de acero preferentemente inoxidable previamente saturada con la mezcla borurante (Figura 2.2). La mezcla comercial Ekabor II cuya composición es de carburo de boro (B_4C), carburo de silicio (SiC) y tetrafluoruro de potasio (KBF_4), fue empleada como agente borurante. Las condiciones de borurización fueron temperatura fija, $950^\circ C$, con tiempos de tratamiento de 2, 6 y 8 h.

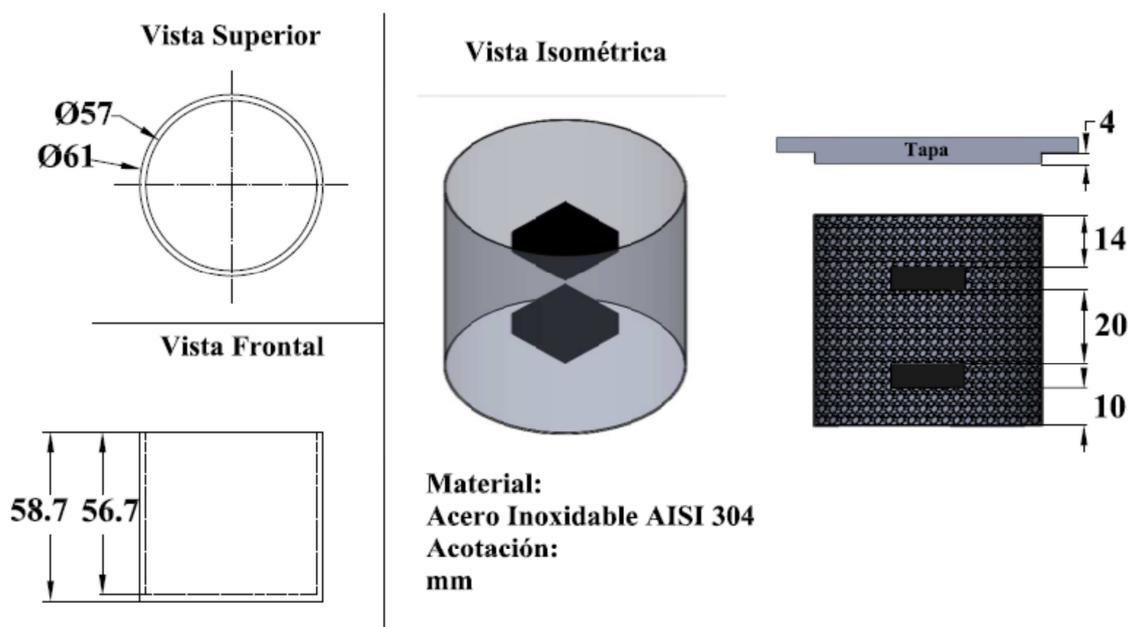


Figura 2.2. Esquematación de la preparación del tratamiento de borurización.

Los contenedores fueron introducidos a un horno marca “Lindberg/Blue M” a temperatura de $500^\circ C$. Los tiempos de exposición se empezaron a tomar al momento en que el horno alcanza la temperatura de $950^\circ C$. Al finalizar el tratamiento, el contenedor fue extraído del horno y enfriado lentamente a temperatura ambiente.

2.3 Microscopía óptica

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

- Corte transversal de las probetas.
- Encapsulamiento en baquelita.
- Desbaste de las probetas con lijas de carburo de silicio de grado grueso (80) hasta grado fino (2000).

- Pulido metalográfico con alúmina de 0.5 μm en combinación con agua sobre un paño microcloth
- Ataque químico con un reactivo conocido como Vilella (1 g ácido pícrico, 5 ml de ácido clorhídrico, 100 ml de etanol)

Las capas formadas se digitalizaron con ayuda del microscopio óptico. Se realizaron 50 mediciones desde una referencia perfectamente plana en 4 diferentes micrografías, con ayuda del software *Image Pro Plus V 6.0* para determinar el espesor de la fase FeB y Fe₂B (Figura 2.3).

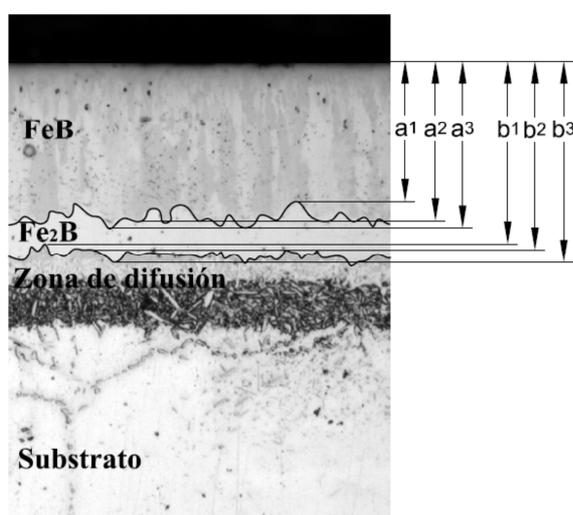


Figura 2.3. Representación de la medición de las fases formadas en el acero AISI 304 borurado.

$$\text{Espesor de la fase FeB} = \frac{\sum_i^n a_i}{n} \quad (1)$$

$$\text{Espesor de la fase Fe}_2\text{B} = \frac{\sum_i^n b_i}{n} \quad (2)$$

2.4 Difracción de rayos X y EDS

La espectroscopia de energía dispersiva (EDS) es una técnica usada para identificar la composición elemental de una muestra de manera cualitativa. Esta técnica se encuentra integrada a un microscopio electrónico de barrido (SEM). La resolución a altas magnificaciones, permite descomponer el espectro de fluorescencia en sus componentes

monocromáticos en función de la diferencia entre sus energías, y obtener cualitativamente los elementos presentes en la muestra.

Este análisis, se realizó en un microscopio electrónico de barrido marca OXFORD de alta resolución. Se realizó un ensayo de manera puntual en la superficie de cada muestra correspondiente a cada temperatura con la finalidad de corroborar los elementos presentes en las capas.

Por otro lado la técnica de difracción de rayos X (XRD) es una técnica no destructiva para caracterizar la estructura de los materiales. Por esta técnica se puede determinar: parámetros de red, la composición química (fases) de manera cualitativa y cuantitativamente, tamaño de cristal y esfuerzos residuales, principalmente.

La técnica de difracción de rayos X (XRD) se realizó a las muestra borurada durante 10 hr de tiempo de exposición al tratamiento a fin de determinar las fases presentes sobre la superficie del acero. Para el estudio se aplicó una radiación con lámpara de cobalto (CoK_α) con longitud de onda de 1.54 \AA empleando un difractómetro X'PERT Pro MRD PANalytical (figura 2.4).



Figura 2.4. Difractómetro X'PERT Pro MRD PANalytical, equipo empleado en la técnica de difracción de rayos X.

2.5 Ensayos de Indentación Instrumentada

La prueba de indentación instrumentada ha emergido como un importante método para la evaluación de la respuesta mecánica de pequeños volúmenes de material y películas delgadas durante la aplicación de una carga. Las pruebas de indentación instrumentada se llevaron a cabo utilizando un Nanoindentador NHT, CSM Instrument (figura 2.5).

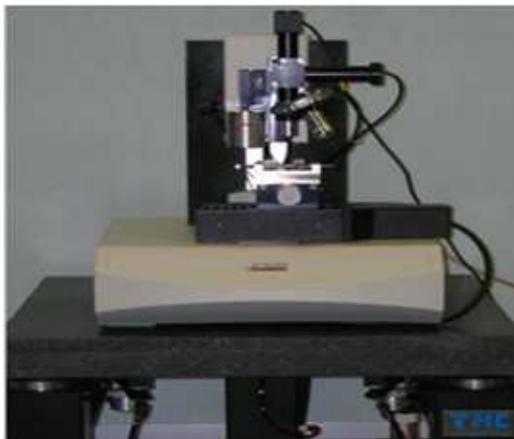


Figura 2.5. Nanoindentador, modelo: Nanoindentation Tester NHT, marca CSM Instrument.

En esta técnica la carga impuesta se mide en función de la profundidad de la indentación h , como se muestra en la figura 2.6. En la carga, la deformación es elástica y plástica. A medida que se quita el penetrador del material, la recuperación es elástica. (Askeland, 2011). La técnica permite la determinación de los valores de dureza sin la necesidad de medir la huella residual de indentación producida por la fuerza aplicada. También se pueden determinar otras propiedades como son el módulo de elasticidad, el trabajo plástico y elástico desarrollado durante la indentación.

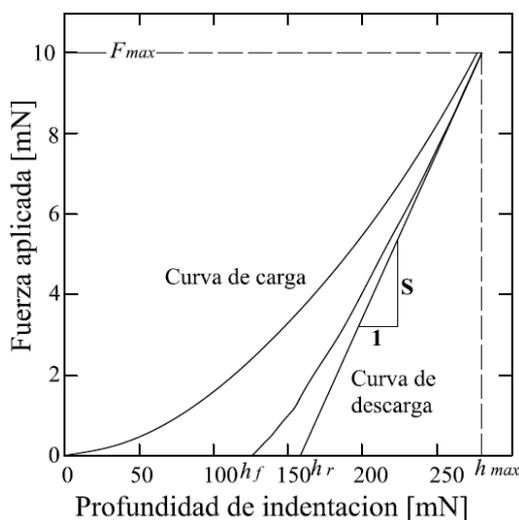


Figura 2.6. Grafico característico de una prueba de indentación instrumentada, fuerza vs profundidad.

Durante esta prueba la dureza H y el módulo de elasticidad E son obtenidos considerando el área de contacto entre el indentador y la pieza de trabajo. El área de contacto puede ser determinada a partir de la geometría del indentador (figura 2.7 a) y la profundidad de contacto h_c (figura 2.7 b).

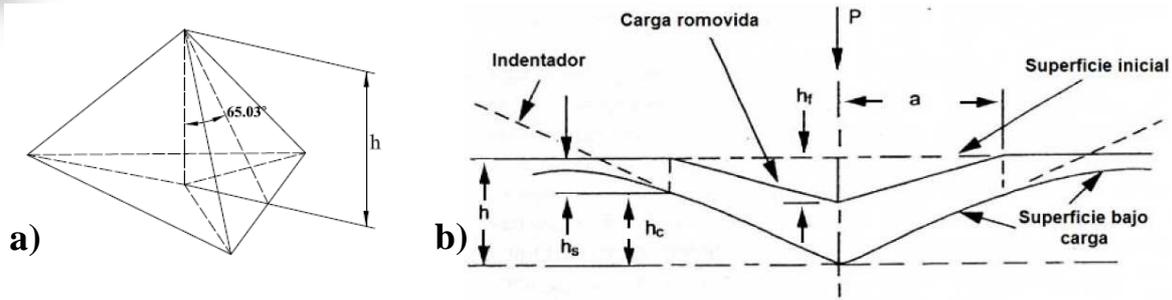


Figura 2.7. a) Geometría de un indentador Berkovich b) Representación esquemática de la sección transversal de una indentación.

El área de contacto proyectada por el indentador, puede ser representada como una función de la profundidad h_c

$$A_p = 2\sqrt{3}h_c^2 \tan^2 65.3^\circ = 24.56h_c^2 \quad (3)$$

En el método de Oliver y Pharr la pendiente de la curva de descarga (figura 2.6) es utilizada para determinar la profundidad de contacto de la siguiente manera. Superior al 80% de la porción de descarga en la curva fuerza vs profundidad, es ajustada a la ecuación:

$$F = K(h - h_f)^m \quad (4)$$

Donde F es la fuerza, h es la profundidad, h_f es la profundidad final, K y m son constantes. Los valores de K , m y h_f son estimados por el método de mínimos cuadrados para la curva de descarga. Esta expresión entonces es diferenciada con respecto a la profundidad para obtener la pendiente de la curva de descarga la cual es evaluada en el punto de máxima profundidad. La intercepción en el eje de la profundidad con la línea tangente a la curva de descarga determina la profundidad h_r , como se muestra en la figura 2.6. La profundidad de contacto h_c , es calculada de:

$$h_c = h_{max} - \varepsilon(h_{max} - h_r) \quad (5)$$

Donde ε es una constante igual a 0.75 para un indentador Berkovich. Con el conocimiento de la profundidad de contacto h_c , y la función del área del indentador (ecuación 3). La dureza de indentación H puede ser calculada por:

$$H = \frac{F_{max}}{A_p(h_c)} \quad (6)$$

Donde F_{max} es la fuerza máxima aplicada durante la prueba.

El módulo de indentación E puede ser calculado utilizando las siguientes dos ecuaciones:

$$E = \frac{1 - \nu_s^2}{1/E_r - (1 - \nu_i^2)/E_i} \quad (7)$$

$$E_r = \frac{S\sqrt{\pi}}{2\sqrt{A_p(h_c)}} \quad (8)$$

Donde ν_s es la razón de Poisson de la muestra, E_i y ν_i son el módulo de elasticidad y la razón de Poisson del indentador, respectivamente (para el diamante, $E_i = 1141 \text{ GPa}$ y $\nu_i=0.07$) (Askeland, 2011), E_r es el modulo reducido del contacto de indentación, S es la rigidez en la curva de descarga.

$$S = \frac{dF}{dh} \quad (9)$$

Adicionalmente, del análisis de las curvas de indentación carga–desplazamiento es determinado el trabajo total, elástico y plástico a lo largo de las capas FeB y Fe_2B . El trabajo total W_T es debido a la deformación elástica y plástica durante el proceso de indentación y esta dado por el área bajo la curva de carga y descarga (Figura 2.8). Es calculado como el área bajo la curva de carga y descarga, de esta manera tenemos que el trabajo total W_T se estima por medio de la integral de una función F de la curva de carga, teniendo 0 como límite inferior de integración y la profundidad máxima de contacto h_{max} como límite superior:

$$W_T = \int_0^{h_{max}} F(h) dh \quad (10)$$

El trabajo elástico W_e debido a la deformación elástica se determina mediante la siguiente integral de la curva de descarga

$$W_e = \int_0^{h_{max}} F(h) dh \quad (11)$$

Finalmente, el trabajo plástico W_p es obtenido de la expresión:

$$W_{plast} = W_T - W_{elast} \quad (12)$$

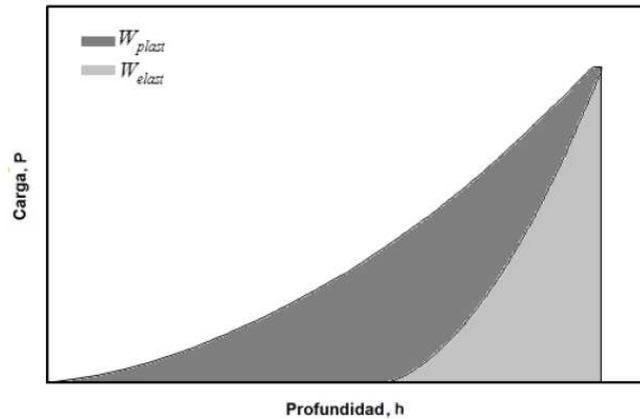


Figura 2.8. Esquema representativo del trabajo W en función de la curva carga-desplazamiento, donde $W_T = W_p + W_e$.

En base a los resultados obtenidos, se obtiene el coeficiente de deformación elástica K_e , que se define como la razón entre el trabajo elástico y el trabajo total de deformación durante la indentación (Fox-Rabinovich, 2004).

$$K_e = \frac{W_e}{W_T} \quad (13)$$

Finalmente, la energía perdida que se presenta durante la deformación plástica conocida como el parámetro de disipación K_d , se estima mediante la siguiente expresión:

$$K_d = 1 - K_e \quad (14)$$

2.5.1 Diseño experimental

Se realizaron 3 perfiles de dureza desde la superficie hasta el sustrato a carga constante de 100 mN por cada tiempo de tratamiento. Se inició a una distancia de 5 μm de la superficie, la distancia entre indentaciones en las capas fue de 10 μm , llegando a la zona de difusión la distancia fue de 15 μm y en el sustrato se realizaron a 20 μm (figura 2.9).

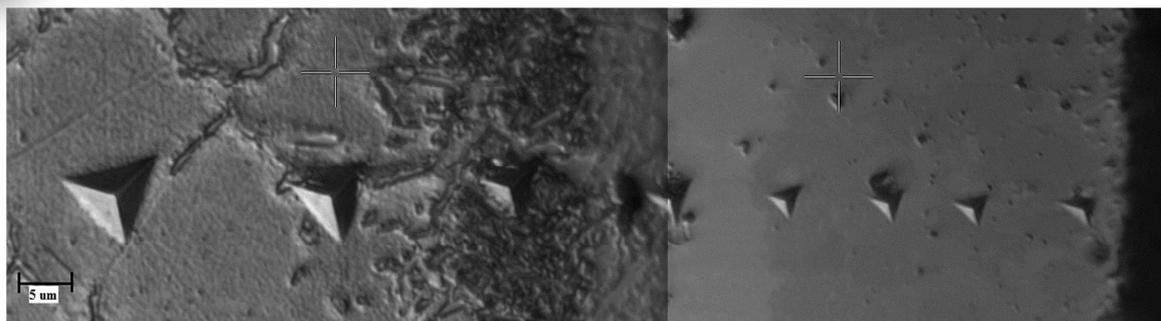


Figura 2.9. Perfil de indentación Berckovich en sección transversal, probeta de acero AISI 304 borada, temperatura de 950°C, 10 h de tratamiento.

2.6 Resultados y discusiones

2.6.1 Microscopia Óptica

Las micrografías del acero AISI 304 borurado (Figura 2.10), muestran el crecimiento de las fases tipo FeB/Fe₂B en la superficie del acero para los distintos tiempos de exposición.

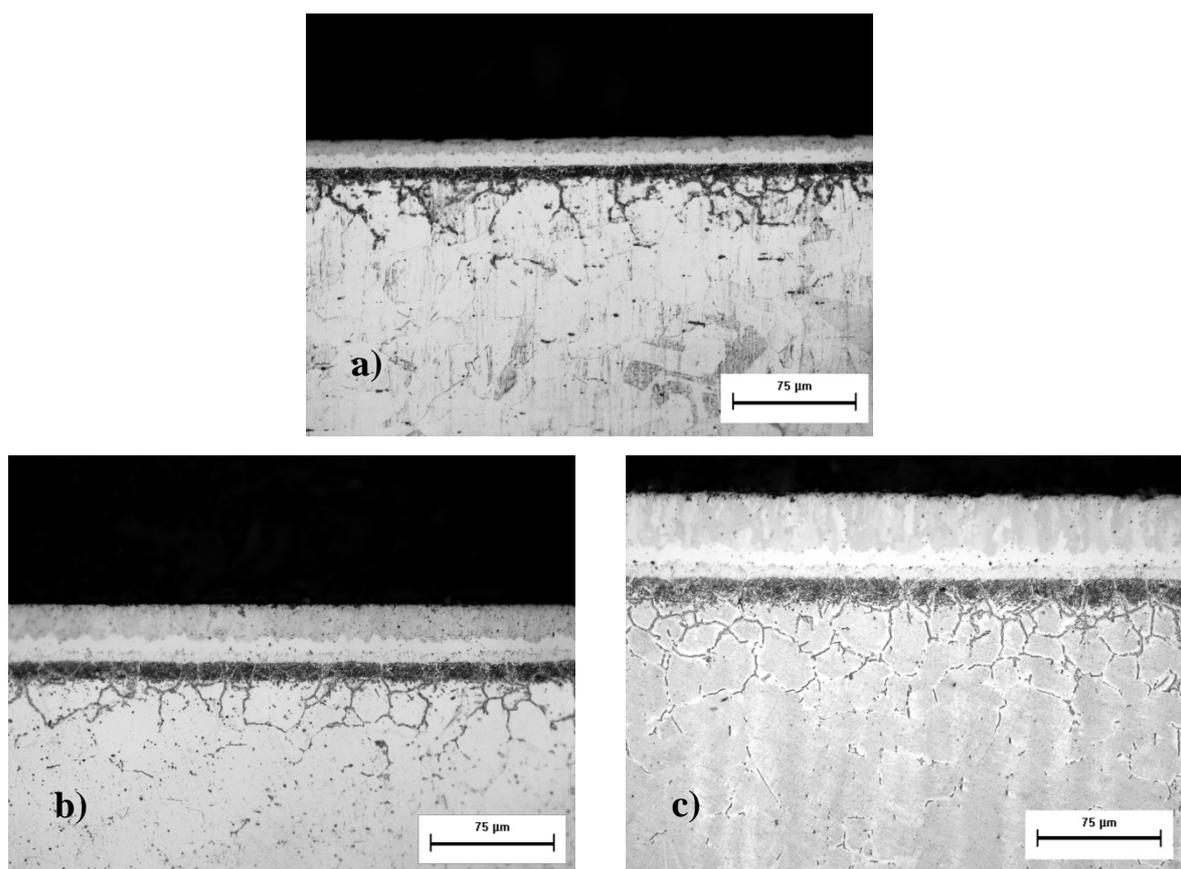


Figura 2.10. Micrografías de la sección transversal del acero AISI 304 borurizado a temperatura de 950 °C con tiempos de exposición: a) 2h, b) 6h c) 10h.

Un crecimiento mayor de las fases se hace presente en tiempos mayores de exposición al tratamiento, lo que nos representa un crecimiento controlado en base al tiempo de exposición. Las micrografías tomadas del acero AISI 304 borurado muestran una morfología de capa plana. El tipo de morfología de capa en los boruros es ocasionada principalmente por los elementos aleantes presentes en el sustrato, la segregación de estos elementos durante el tratamiento se lleva a cabo del sustrato hacia la capa de boruros, formando compuestos intermetálicos con el boro. Los átomos de los elementos aleantes se difunden en la capa sustitucionalmente, y tienden a concentrarse en las puntas de las columnas de los boruros ocasionando una caída en el flujo de boro activo en esta zona, por lo que las reacciones hierro-boro pierden importancia y las aserraciones decrecen progresivamente (Ramírez, 2006). Capas grandes y de morfología aserrada son características de hierros puros y aceros de bajo contenido de carbono, sin embargo, cuando el contenido de carbono o de otros elementos de aleación empiezan a incrementar, las aserraciones y el espesor de capa de los boruros disminuye (Figura 2.11). Altas concentraciones de níquel y cromo, mayores al 9 y 6% en peso respectivamente, favorecen la formación de los boruros con frentes de crecimiento con morfología plana. Estas concentraciones son características de los aceros inoxidables.

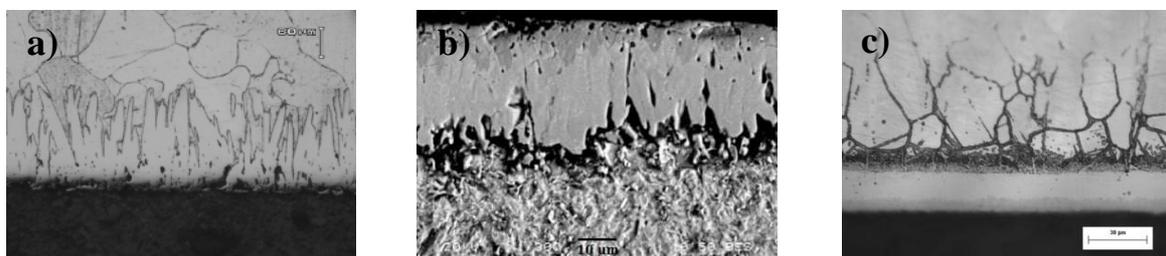


Figura 2.11. Morfologías de capas de boruros en diferentes aceros, a) Hierro puro b) Acero H13 c) Acero Inoxidable AISI 316 L

En las micrografías de la figura 2.10 se observa una zona de difusión justo por debajo de la capa, debido a que durante el proceso, el carbono no difunde en las fases boruradas por lo que tiende a dirigirse hacia la matriz del sustrato, acumulándose por debajo de las capas.

La presencia de oxígeno en la atmósfera que rodea la probeta favorece la formación de porosidad en los boruros debido a que la composición del agente borurante B_4C , forma CO y un óxido que obstaculiza el proceso de borurización, consumiendo el boro activo en la forma B_2O_3 (Hernández, 2011). El alto grado de porosidad en las capas de boruros implica un

decremento en sus propiedades mecánicas, dado que representan puntos de concentración de esfuerzos.

Los resultados de las mediciones de las capas (tabla 2.3).

Tabla 2.3. Resultados de la medición de las capas FeB-Fe₂B formadas en una acero AISI 304 borurado.

Tiempo de tratamiento	Espesores de capa [μm]	
	FeB	Fe ₂ B
2 h	8.64 \pm 0.91	13.37 \pm 0.62
6 h	23.24 \pm 2.25	30.27 \pm 1.07
10 h	34.59 \pm 1.88	44.40 \pm 1.15

2.6.2 Espectrometría de energía dispersiva (EDS) y difracción de rayos X (XRD)

Los espectros obtenidos por la técnica de espectrometría de energía dispersiva (figura 2.12) muestran en primera instancia la presencia de boro en las probetas sometidas a los diferentes tiempos de exposición, además se pueden apreciar en los espectros los diferentes elementos de aleación del acero inoxidable AISI 304.

En los espectros se aprecia la presencia de oxígeno, elemento presente por el óxido que se forma de la reacción del agente borurante y el oxígeno presente en la atmósfera que rodea la probeta, además en el espectro correspondiente a la probeta sometida al tratamiento de borurización por 10 h muestra la presencia de aluminio (figura 2.12c) esto debido del material usado durante el pulido de las probetas, alúmina.

Los resultados experimentales de los ensayos XRD (Figura 2.13), muestran la presencia de los compuestos FeB/Fe₂B, además se aprecia difusión de Cromo, formando compuestos tipo CrB y Cr₂B, entre óxidos como Cr₂O₃ producto formado por la interacción del cromo del material con el oxígeno del ambiente.

Tanto los ensayos XRD como EDS se realizaron en la superficie de las muestras a fin de conocer los elementos y las fases que se formaron en la superficie del acero después de haber sido sometido al proceso de borurización, se recomienda en trabajos posteriores realizar ensayos EDS en sección transversal de la probeta para así poder apreciar el comportamiento de los elementos en todo el ancho de la capa.

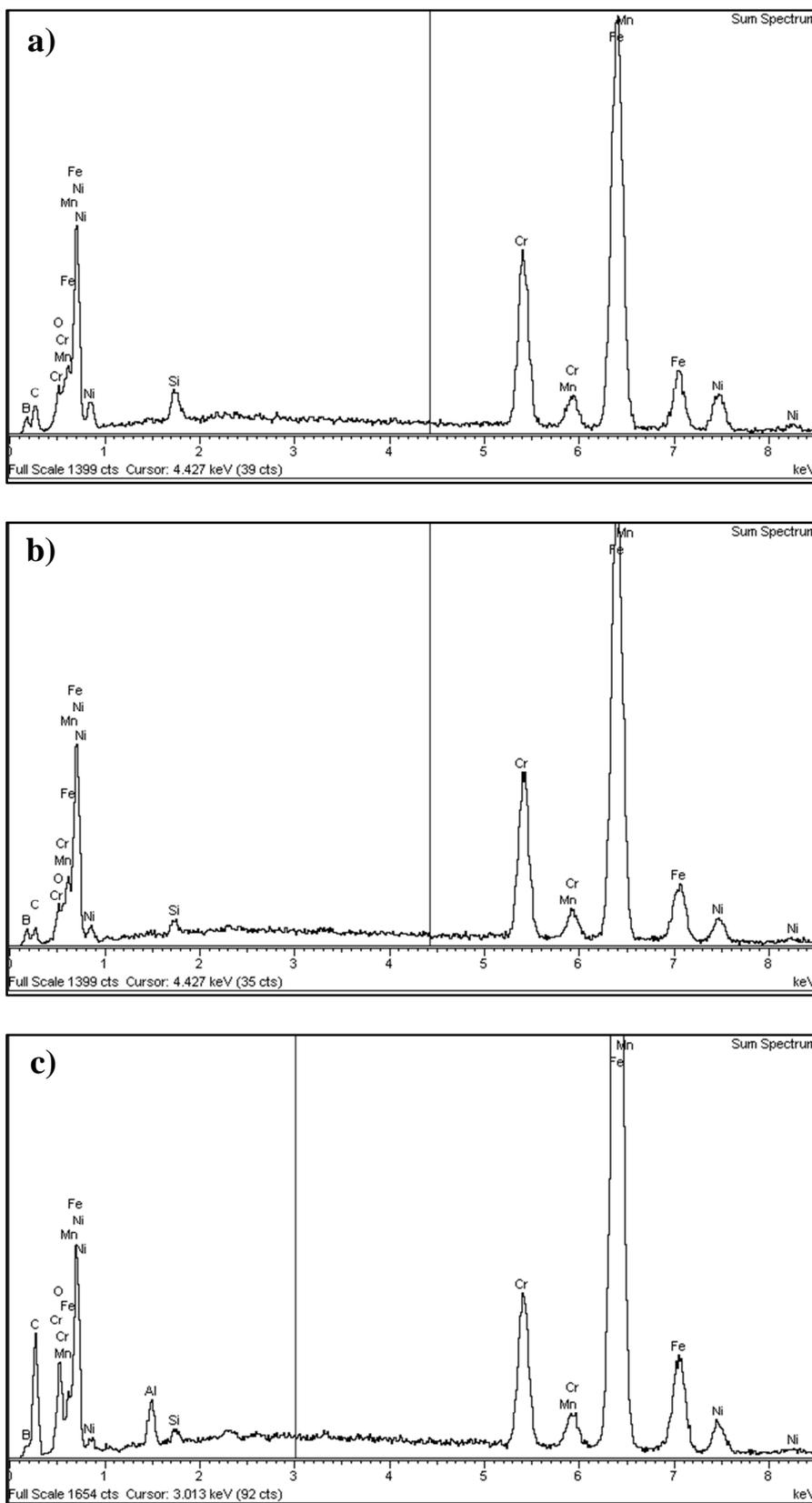


Figura 2.12. Espectros obtenidos de las probetas tratadas termoquímicamente con el tratamiento de borurización, a) 2 h, b) 6 h, c) 10 h.

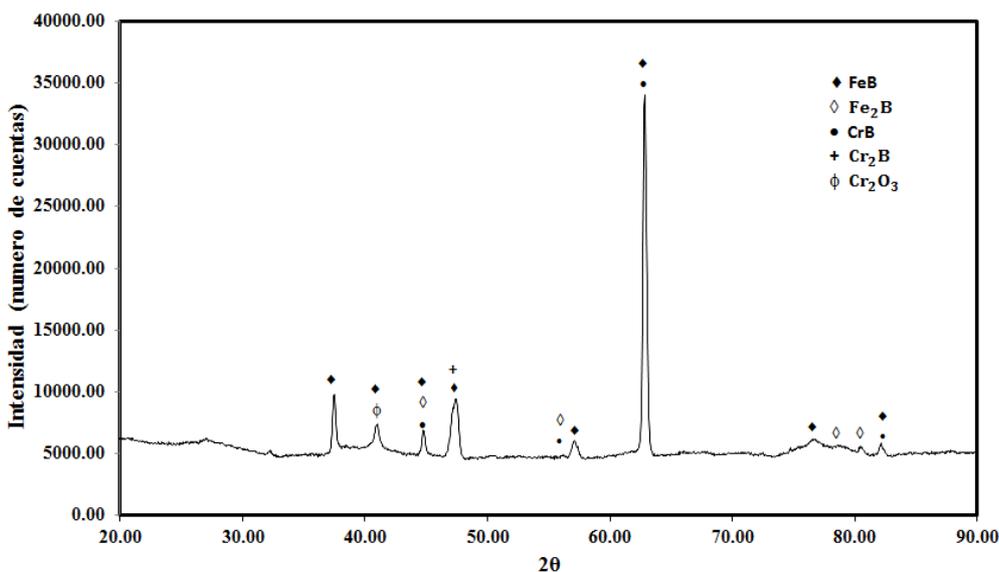


Figura 2.13. Difractograma obtenido del ensayo XRD en la probeta con tiempo de exposición 10 h.

2.6.4. Dureza de las capas FeB-Fe₂B

La figura 2.14 muestra los valores de dureza obtenida por los ensayos de indentación instrumentada. Una mayor dureza en la superficie que en el sustrato es observada, así mismo el decremento de esta propiedad va disminuyendo progresivamente conforme la medición se acerca al sustrato, la diferencia en el valor de la dureza se atribuye a la presencia de los compuestos FeB/Fe₂B y CrB/Cr₂B confirmados en los ensayos XRD.

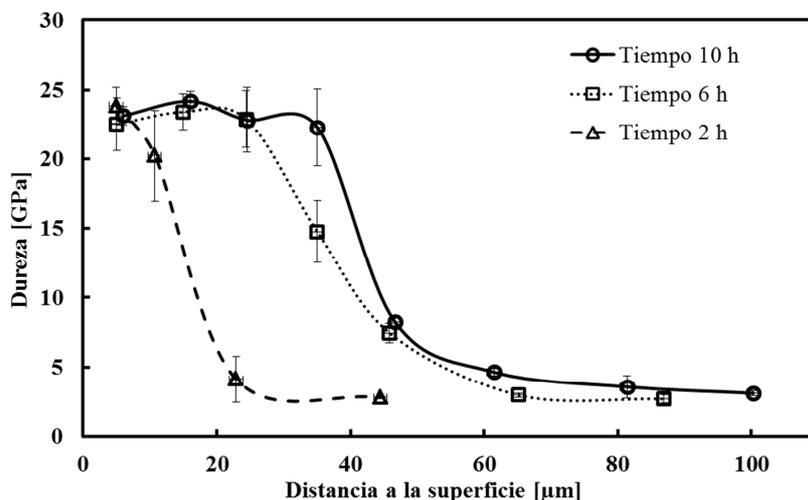


Figura 2.14. Perfil de dureza obtenido a una carga de 100 mN en el acero AISI 304 borurado

Los valores más estables de dureza (23.87 ± 0.67 GPa) se alcanzaron a una distancia de 5 μ m aproximadamente de la superficie, lo que indica que independientemente del tiempo de

exposición el grado de dureza alcanzado en esta zona es el mismo, la variación en la desviación estándar es asociada a la anisotropía de las capas.

2.6.5 Módulo de elasticidad

La figura 2.15 muestra el comportamiento del módulo de elasticidad a lo largo de las capas de boruros y el sustrato para las condiciones de tratamiento del acero AISI 304 endurecido. Se puede observar que la fase FeB presenta un mayor valor en el módulo de elasticidad que la fase Fe₂B, 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 mayor es el módulo más rígido es el material.

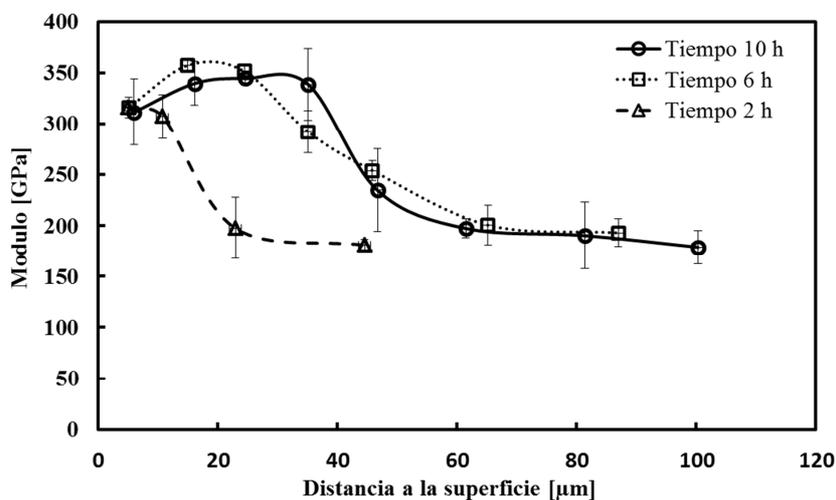


Figura 2.15. Comportamiento del módulo elástico obtenido a una carga de 100 mN a lo largo de las capas FeB-Fe₂B en el acero AISI 304.

2.6.6 Relación H/E y H^3/E^2

Las teorías clásicas de desgaste tienden a enfatizar la dureza como la propiedad principal que define la resistencia al desgaste de una superficie y es frecuente el caso en que un material duro tenga una alta resistencia al desgaste. Hay una fuerte evidencia para sugerir que el módulo elástico también puede tener una influencia importante sobre el comportamiento de los materiales al desgaste (Leyland, 2000). En particular, el desgaste se ha relacionado con el límite a la deformación elástica de un material que caracteriza su capacidad para deformarse elásticamente y recuperarse sin experimentar una deformación permanente. Una medición experimental del límite a la deformación elástica es la razón H/E ; esta relación ha sido aplicada recubrimientos. La deformación elástica a la falla es relacionada a la razón H/E_f .

También la razón H^3/E_r^2 llamada parámetro de resistencia plástica, es un indicador de la resistencia de la capa al flujo plástico. Por lo tanto las razones H/E_r y H^3/E_r^2 juegan un papel importante en la resistencia al desgaste de un recubrimiento (D. Philippon, 2011).

Las figuras 2.16 muestran la relación entre las propiedades anteriormente mencionadas (H y E), que definen el límite a la deformación elástica a lo largo de las capas FeB y Fe_2B para el conjunto de datos experimentales.

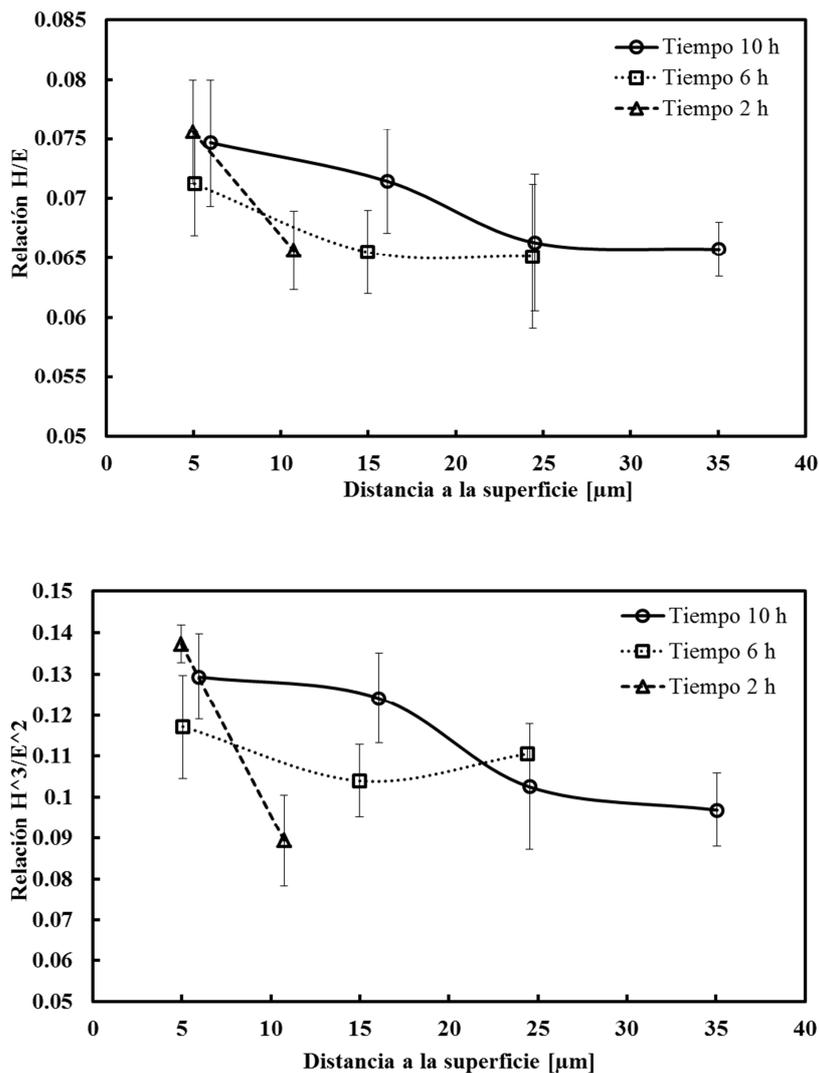


Figura 2.16. Relaciones H/E y H^3/E^2 evaluadas a lo largo de las capas de boruros formadas en el acero inoxidable AISI 304.

Para las fases FeB y Fe_2B formadas en el acero inoxidable AISI 304 borurado el valor de H/E se establece en el rango de 0.08-0.06, siendo el valor máximo a 5 μm de distancia de la superficie (capa FeB), conforme la medición de este parámetro se profundiza hacia la fase

Fe_2B su valor de disminuye. Por otro lado, la razón H^3/E^2 se establece entre 0.14-0.08 el comportamiento de este parámetro es similar a la razón H/E .

En este contexto, Philippon (2011) relaciona propiedades mecánicas, la resistencia al desgaste y adhesión de películas TiAlSiN depositadas en un acero M2 variando su contenido de silicio. Determinan que para razones mayores de H/E y H^3/E_r^2 presenta una menor tasa de desgaste en pruebas de deslizamiento en seco contra una bola de WC-Co. Sin embargo en la prueba de scratch para la medición de adhesión, la carga necesaria para producir la falla total del recubrimiento es disminuida con razones H/E y H^3/E_r^2 mayores. El comportamiento de las fases de boruros (FeB y Fe_2B) no se esperan que sean iguales a los datos reportados por Philippon (2011) ya que son diferentes recubrimientos, pero teniendo lo anterior como base, decimos que la fase FeB presentaría una mejor resistencia al desgaste en condiciones de deslizamiento en seco que la fase Fe_2B , pero en cuanto a la prueba de scratch se esperaría que la carga a la cual falla a capa se vería reducida por la presencia de la fase FeB .

Por otro lado, Fox-Rabinovich *et al.* (2004) menciona que para una aleación AlTiN con recubrimiento PVD, una mayor relación H/E es equivalente a un menor tiempo de servicio durante operaciones de taladrado para desgaste adhesivo. Por lo que se sugiere que para este tipo de condiciones de desgaste, la capa FeB presenta menor tiempo de servicio respecto a la capa Fe_2B .

De lo anterior se concluye que la resistencia al desgaste de las fases FeB y Fe_2B va estar en función de las condiciones de desgaste a las cuales están sometidas.

2.6.7 Trabajo de indentación (W)

El trabajo elástico y plástico presente durante los ensayos de indentación instrumentada a lo largo de las capas FeB y Fe_2B formadas en la superficie del acero inoxidable AISI 304, son mostradas en la figura 2.17.

De las gráficas de la figura 2.17 se aprecia que el trabajo elástico en la fase FeB es máximo y conforme la medición de este valor se aproxima al substrato disminuye. Por otro lado, el trabajo plástico incrementa su valor en la fase Fe_2B y disminuye en la fase FeB . Este comportamiento es debido al módulo de elasticidad característico de cada fase, la fase FeB sufre una menor deformación plástica y a su vez mayor deformación elástica respecto a la fase Fe_2B .

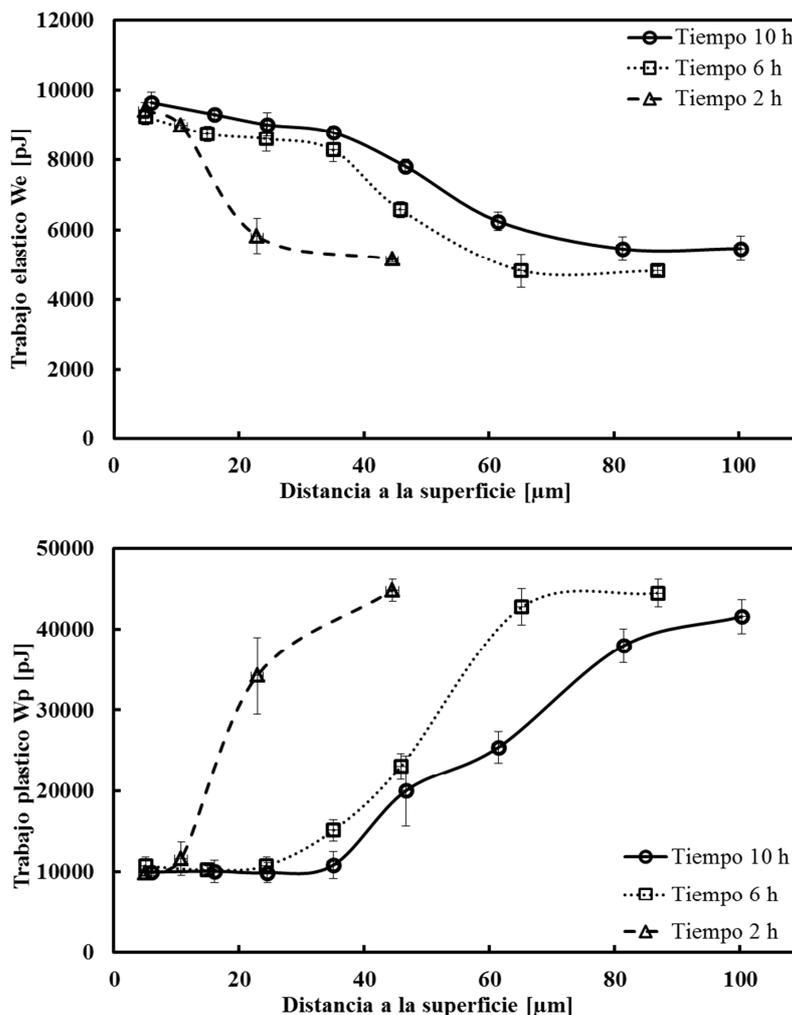


Figura 2.17. Comportamiento del trabajo plástico W_e y elástico W_p obtenido a una carga de 100 mN a lo largo de las capas FeB-Fe₂B en un acero AISI 304 borurado a temperatura de 1223 K.

La resistencia al desgaste de cualquier material en general y en particular de recubrimientos depende en gran medida de la capacidad de la superficie para acumular y disipar la energía de deformación durante la fricción. La capacidad de la superficie para acumular energía durante la deformación elástica así como para disipar energía durante la deformación plástica irreversible puede ser estimado por la técnica de indentación instrumentada (Fox-Rabinovich, 2011).

En función de los datos obtenidos para (W_e) y (W_p) se estimaron los parámetros (Ke) y (Kd) (figura 2.18).

La figura 2.18 describe el coeficiente de deformación elástica a lo largo de las capas FeB-Fe₂B en el acero AISI 304 borurado, su valor a partir de la capa FeB es de 0.5 y disminuye a lo largo del espesor de capa hasta la capa Fe₂B, donde su valor es de 0.1.

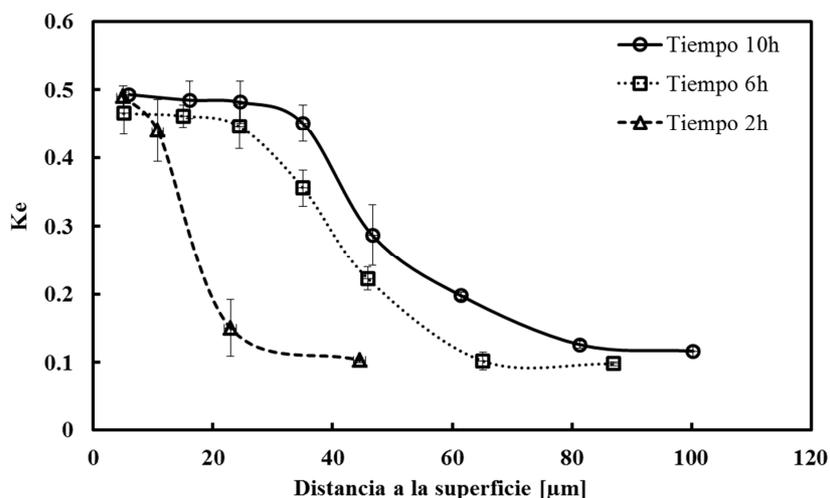


Figura 2.18. Comportamiento del coeficiente de deformación elástica (K_e) obtenido a una carga de 100 mN a lo largo de las capas FeB-Fe₂B en el acero AISI 304 borurado a temperatura de 950 °C .

Por otro lado, el parámetro de disipación de energía durante la deformación plástica (Figura 2.19), incrementa su valor a partir de la capa FeB hasta la capa Fe₂B, en un rango de 0.5 a 0.9.

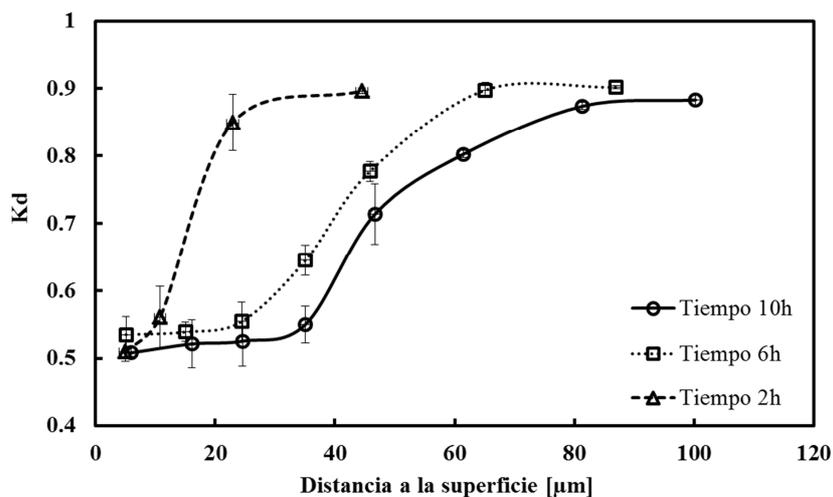


Figura 2.19. Parámetros de disipación de energía (K_d) obtenido a una carga de 100 mN a lo largo de las capas FeB-Fe₂B en un acero AISI 304 borurado a temperatura de 1223 K

La tabla 2.4 resume valores de (K_e) y (K_d) para recubrimientos aplicados en diferentes aceros. Estos parámetros definen la capacidad de los boruros de hierro para disipar la energía mecánica de deformación y adquieren relevancia en términos de aplicaciones industriales.

Tabla 2.4. Valores de los parámetros (Ke) y (Kd) obtenidos para recubrimientos aplicados en diversos aceros.

Acero	AISI 1040	AISI 304	
		FeB	Fe ₂ B
Recubrimiento	PVD TiN		
(Ke)	0.44-0.34	0.5-0.4	0.4-0.3
(Kd)	0.66-0.56	0.5-0.6	0.6-0.7

Fox-Rabinovich *et al.* (2004), sugiere que en condiciones de desgaste adhesivo, la capacidad de la superficie de un material para disipar energía de deformación se traduce en beneficio: valores altos de (Kd), corresponde a mayor resistencia al desgaste y parámetros de fricción bajos.

En base a los resultados obtenidos del parámetro (Kd) se establece que la capa Fe_2B es más deseable respecto a la capa FeB en términos de aplicación de desgaste adhesivo.

2.7 Conclusiones

La caracterización físico-química y mecánica desarrollada en el presente capítulo muestra la correcta formación de las fases de boruros formadas en el acero inoxidable AISI 304 borurado.

La caracterización física realizada por microscopía óptica en la sección transversal de las probetas, revela la presencia característica de las fases FeB-Fe₂B además de una zona de difusión por debajo de las fases, ocasionada por la precipitación de átomos de carbono. La morfología de las fases FeB-Fe₂B y zona de difusión concuerda con lo reportado en literatura para aceros inoxidables austeníticos borurados.

Los ensayos EDS corroboraron la presencia de átomos de boro en la superficie del acero independientemente de los tiempos de exposición al tratamiento de borurización.

La presencia de las fases FeB-Fe₂B fueron confirmadas por los ensayos XRD además de la presencia de CrB y Cr₂B que se hicieron presentes en el difractograma.

La caracterización mecánica realizada por los ensayos de indentación instrumentada mostraron valores de dureza considerablemente mayores en la superficie del acero que en el sustrato, esto es asociado a la presencia de las fases FeB-Fe₂B, los valores más grandes de dureza fueron encontrados en la fase FeB, posteriormente conforme la medición se profundiza la dureza disminuye hasta llegar al sustrato figura 2.13.



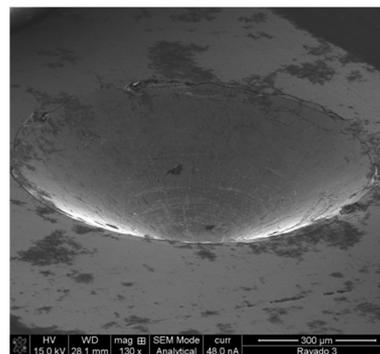
Los valores de H/E y H^3/E^2 más grandes fueron encontrados en la fase FeB , esto sugiere para condiciones de desgaste por deslizamiento en seco un mejor rendimiento por parte de la fase FeB , mientras que en condiciones de desgaste adhesivo la fase Fe_2B presentaría un mejor rendimiento. La resistencia al desgaste de las fases FeB y Fe_2B está en función de las condiciones de desgaste a las cuales están sometidas. Por otro lado, en pruebas de scratch se espera una mayor resistencia a la delaminación por parte de la fase Fe_2B , en base a los valores encontrados de H/E y H^3/E^2 .

El trabajo W realizado durante los ensayos de indentación, establece mayor deformación plástica en la capa Fe_2B respecto a FeB debido a la dureza de ambas capas.

Los valores de K_e y K_d establecen que la capa Fe_2B es más deseable respecto a la capa FeB para aplicaciones de desgaste adhesivo.

CAPÍTULO 3

Evaluación cualitativa de la adherencia del sistema capa FexB/substrato



3.1 Introducción

En el presente capítulo se aborda una evaluación cualitativa de la adhesión de las capas de boruros formados en el acero inoxidable AISI 304. Pruebas de indentación Rockwell C basadas en la norma VDI fueron desarrolladas en la superficie de las probetas boruradas, para posteriormente determinar el daño producido por microscopia óptica y microscopia electrónica de barrido y establecer la calidad de adhesión de las capas.

3.2 Norma VDI 3198

La norma VDI 3198 para la medición de la calidad de adhesión de recubrimientos y películas parte de un ensayo de dureza Rockwell C. Los ensayos de dureza Rockwell constituyen uno de los métodos más usado para medir la dureza de materiales debido a que es simple de realizar y no requiere conocimientos especiales. En este tipo de prueba se utilizan diferentes escalas en función de la combinación del indentador y la carga (ver tabla 3.1), lo cual permite ensayar cualquier metal o aleación independientemente de su dureza.

Tabla 3.1. Escalas de dureza Rockwell (Askeland, 2011)

Símbolo	Penetrador	Carga [kg.]	Aplicación
A	Cono	60	Materiales muy duros, superficies templadas.
B	Esfera de 1/16 pulg.	100	Latón, aceros de baja aleación
C	Cono	150	Aceros de alta resistencia y templados
D	Cono	100	Aceros de alta resistencia
E	Esfera de 1/8 pulg.	100	Aceros muy blandos
F	Esfera de 1/16 pulg.	60	Aluminio y materiales blandos

En particular el ensayo de indentación Rockwell C es usado también para la medición de la calidad de la adherencia de películas delgadas y recubrimientos duros, el procedimiento de realización es simple, basta con tener una superficie limpia y perpendicular a la indentación (Figura 3.1).

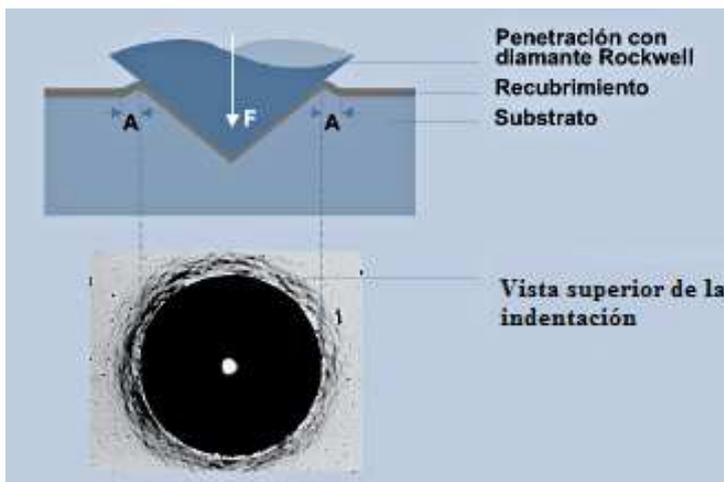


Figura 3.1. Esquematización del proceso de indentación Rockwell C en un recubrimiento

El proceso de indentación provoca daño adyacente al recubrimiento en la periferia de la indentación. Por medio de microscopía óptica se puede evaluar el daño producido y ser comparado con un patrón definido de fuerza de adhesión de acuerdo a la norma VDI 3198 (ver figura 3.2), donde se considera de HF1 a HF 4 una adhesión suficiente, mientras HF 5 y HF 6 representan adhesión insuficiente (Vidakis, *et al*, 2003).

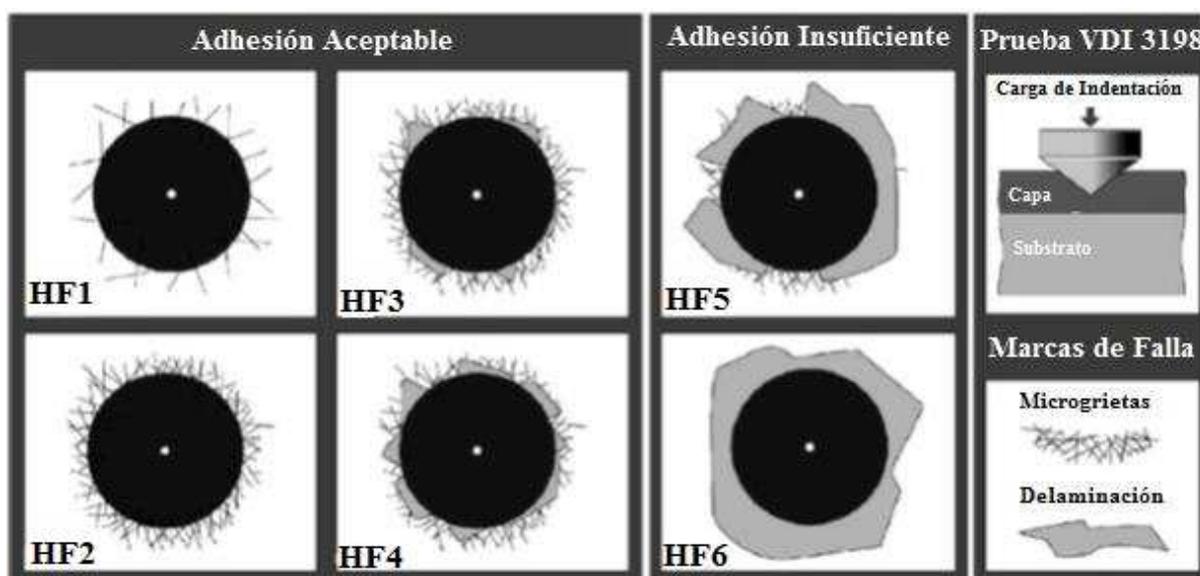


Figura 3.2. Patrón de adhesión definido en la norma VDI 3198

3.2.1 Tipos de fallas en recubrimientos

Cuando el indentador cónico de diamante penetra la superficie de un recubrimiento, induce una deformación plástica masiva al substrato y la fractura del revestimiento (figura 3.3). La geometría de contacto en combinación con la intensidad de carga transferida, inducen esfuerzos cortantes extremos en la interfaz. Los recubrimientos bien adheridos logran

soportar estas tensiones de corte y previenen el crecimiento circunferencial de la delaminación en la periferia de la huella de indentación.

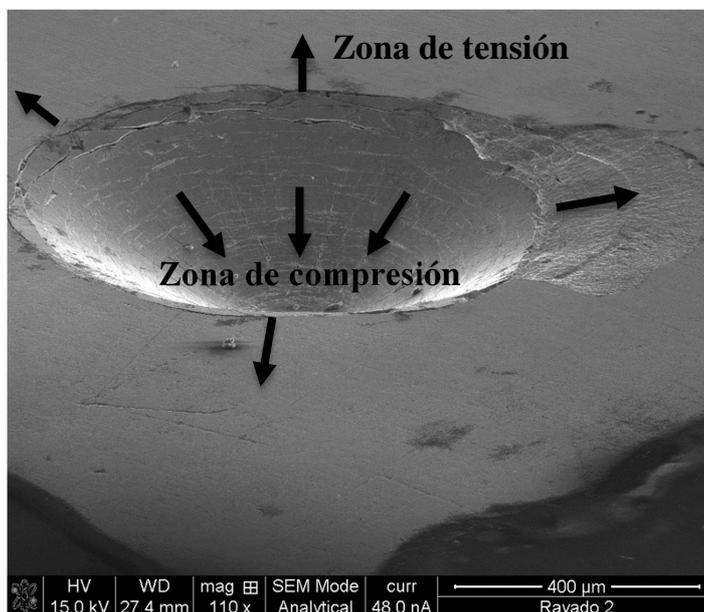


Figura 3.3. esquematización de los esfuerzos producidos durante la indentación

El comportamiento de un recubrimiento bajo condiciones de esfuerzos usuales o extremas, tiene dos diferencias fundamentales:

El primero representa las propiedades mecánicas del recubrimiento como medio discreto y corresponde a sus propiedades en conjunto. A pesar de su espesor, los recubrimientos muestran propiedades mecánicas intrínsecas, tales como su cohesión interna. La literatura indica las componentes normales del tensor de esfuerzos ser responsables de la falla frágil de los recubrimientos. Los esfuerzos normales mayores a los críticos, es decir la fuerza del recubrimiento, causa una liberación de cohesión o astillamiento, como se muestra en la figura 3.4 a) para un revestimiento de TiAlN depositado en calidad premiumm 100Cr6 cojinete de acero.

Por otro lado, los recubrimientos hacen un conjunto con el substrato, formando fuertes enlaces interfaciales conocidos como adhesión. La relación de los enlaces interfaciales es correlacionada con los esfuerzos cortantes del tensor de esfuerzos, los cuales causan micro o macrodelaminacion. Este tipo de falla es ilustrado en la figura 3.3b para un recubrimiento CrN depositado en un acero de alta velocidad (HSS). En este caso, la delaminación del recubrimiento es evidente y el substrato del material es entonces expuesto.

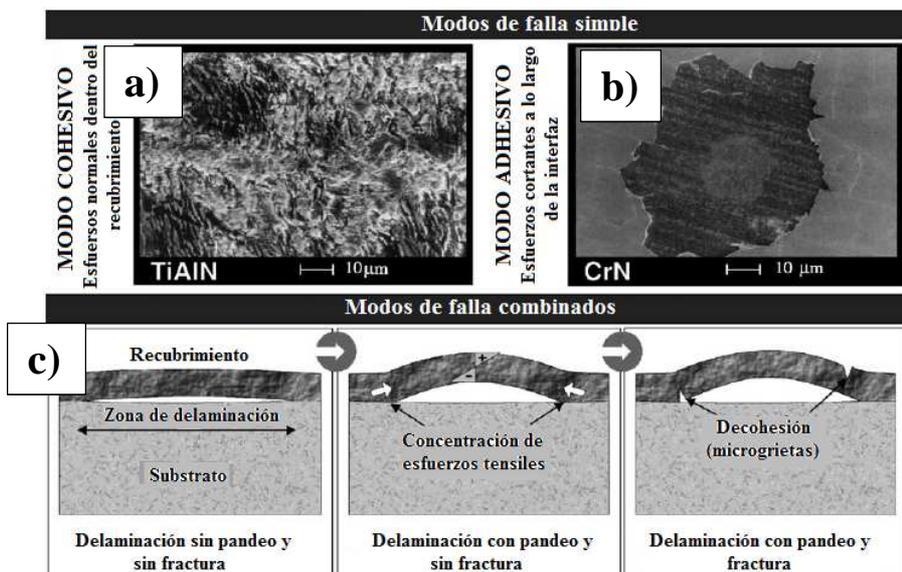


Figura 3.4. Fallas potenciales en recubrimientos ocasionadas por la aplicación de una carga.

Hay también la probabilidad de mecanismos de falla combinados, los cuales no son fáciles de clasificar. En tales casos es difícil concluir si la fractura es un resultado de de-cohesión o delaminación. Normalmente, este tipo de falla es causado por una combinación de esfuerzos normales y cortantes, acorde a los escenarios ilustrados en la figura 3.3c. Estas fallas pueden incluir el efecto de cortante, doblado y pandeo.

Durante el proceso de indentación puede aparecer agrietamientos circunferencial en la periferia de la huella de indentación, la presencia de estas grietas sin delaminación son características de recubrimientos frágiles y fuertemente adheridos.

Una combinación de los modos de falla ya mencionados puede aparecer durante la evaluación de las indentaciones Rockwell C en recubrimientos. La evaluación de la prueba Rockwell C muestran primeramente la adhesión interfacial y la fragilidad del recubrimiento. Los resultados ya mencionados son determinados como cualitativos, teniendo en cuenta que son determinados de observaciones ópticas.

3.3 Metodología experimental

Se preparó una probeta por cada tiempo de tratamiento con área de 362 mm^2 para realizar las indentaciones. Con la finalidad de observar a mayor detalle las grietas y daño causado por las indentaciones Rockwell C, las probetas después del tratamiento de borurización fueron limpiadas con lijas de carburo de silicio de grado 2000 (figura 3.5).

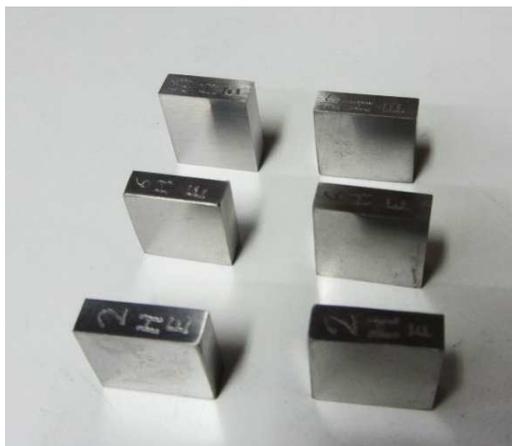


Figura 3.5. Probetas después del tratamiento de borurización

Se empleó un durómetro Albert con indentador Rockwell C de radio de punta de $200\ \mu\text{m}$ y ángulo de 120° . Se realizaron 10 indentaciones con carga de 150 kg, en cada probeta correspondiente a cada tiempo de exposición (figura 3.6).

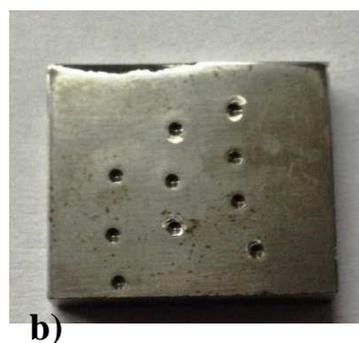


Figura 3.6. a) durómetro Albert b) indentaciones Rocwell C realizadas en probeta borurada 950°C 6 h de tratamiento.

Las observaciones y clasificación del daño producido por las indentaciones fueron hechas por medio de microscopía óptica. Además, las zonas de delaminación fueron examinadas por medio de espectrometría de energía dispersiva (EDS) para verificar la presencia de elementos aleantes propios del substrato o las capas.

3.4 Resultados y discusiones

Las figuras 3.7, 3.8 y 3.9 muestran las micrografías realizadas por microscopía óptica y SEM de las huellas de indentación y daño del recubrimiento, además, la clasificación de acuerdo a la norma VDI3198 para los diferentes tiempos de exposición al tratamiento de borurización.

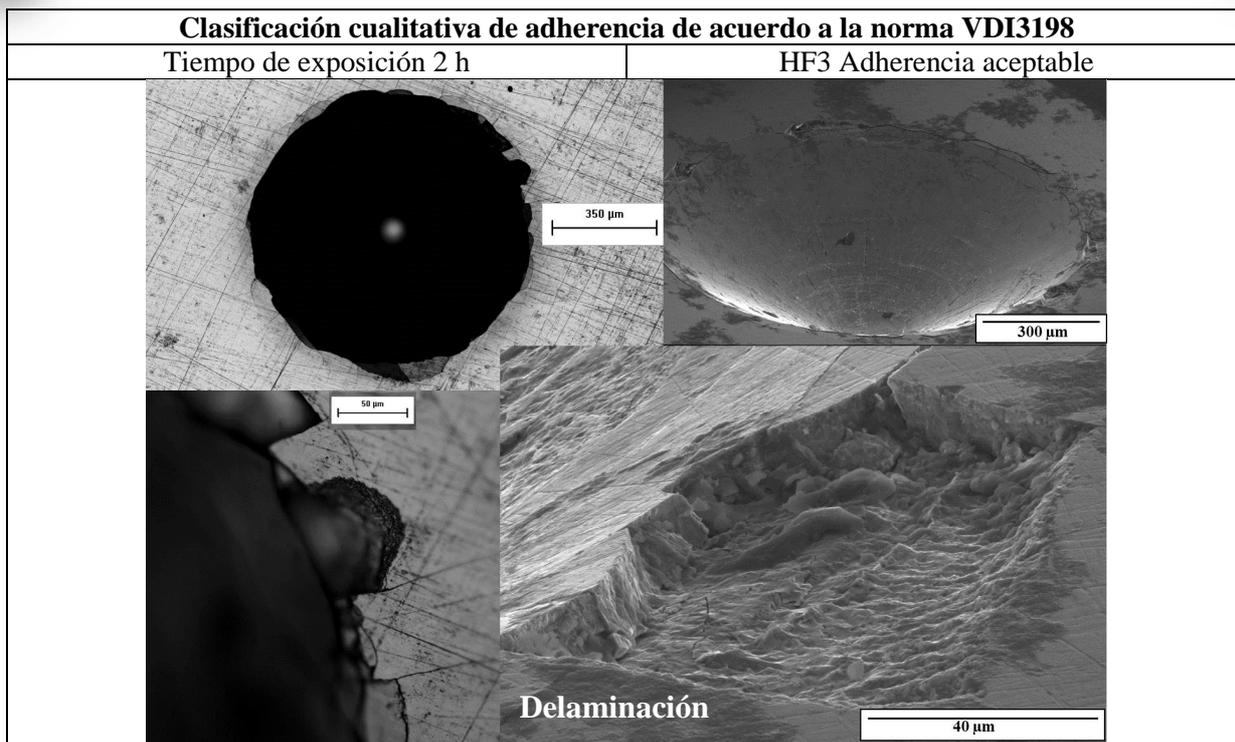


Figura 3.7. Micrografías realizadas a las indentaciones Rockwell C y zonas de delaminación en las probetas del acero AISI 304 borurado, temperatura 950 °C, 2h de tratamiento.

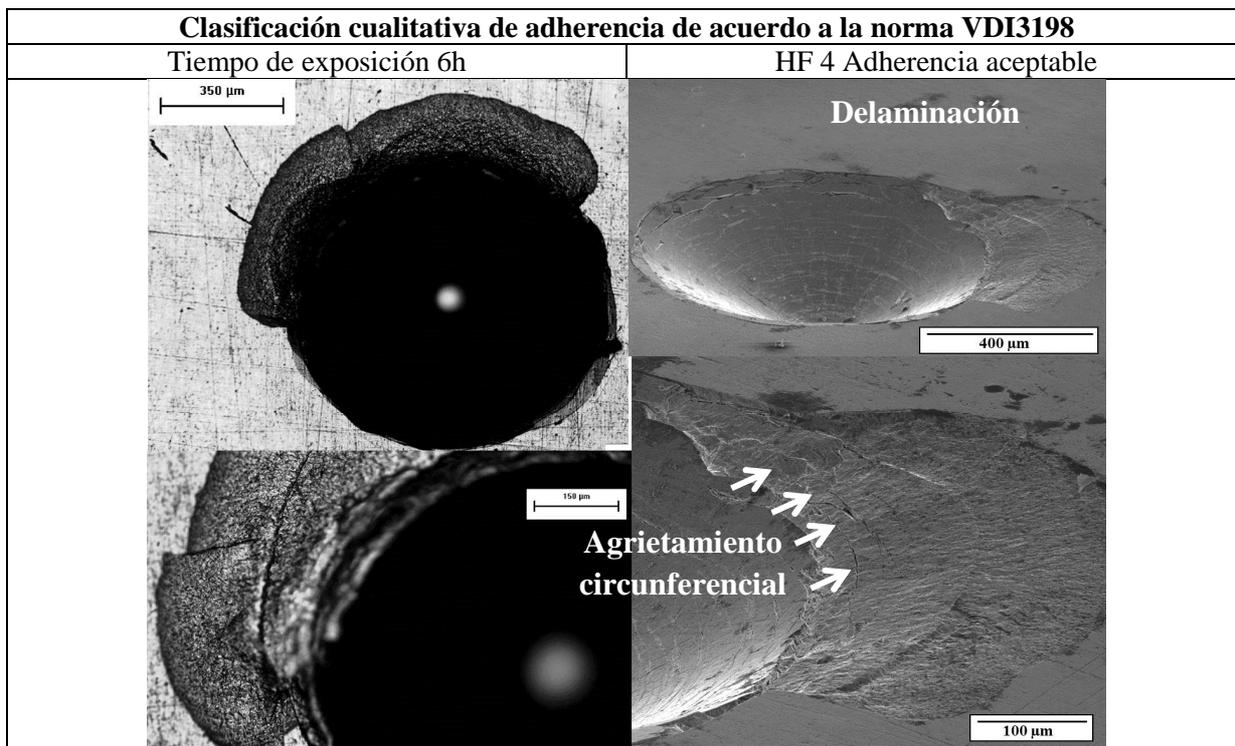


Figura 3.8. Micrografías realizadas a las indentaciones Rockwell C y zonas de delaminación en las probetas del acero AISI 304 borurado, temperatura 950 °C, 6h de tratamiento.



Figura 3.9. Micrografías realizadas a las indentaciones Rockwell C y zonas de delaminación en las probetas del acero AISI 304 borurado, temperatura 950 °C, 10 h de tratamiento.

La inspección de las huellas de indentación, muestran que en tiempos mayores de tratamiento la adherencia de las capas disminuye debido a que el espesor de la fase FeB aumenta conforme al incremento de los tiempos de exposición al tratamiento. La delaminación de las capas de las capas de boruros se hizo presente en los diferentes tiempos de exposición. Sin embargo, el tamaño de la delaminación creció conforme a espesores mayores de las fases FeB y Fe₂B. Trabajos realizados por G. Rodríguez-Castro (2013) en un acero AISI D2 muestran que la fase *FeB* presenta un valor menor de tenacidad a la fractura (1.4 a 3.02 $MPa\sqrt{m}$) a diferencia de la fase *Fe₂B* (2.01 a 4.65 $MPa\sqrt{m}$) lo cual refleja una mayor fragilidad en la fase *FeB*. Por otro lado, Matushka (1980) menciona que la presencia de esfuerzos residuales en las capas es debido a la diferencia en los coeficientes de expansión térmica de cada fase y sustrato, de esta manera teniendo en la fase *FeB* esfuerzos residuales tensiles y en la fase *Fe₂B* esfuerzos residuales compresivos, haciendo de esta forma a la fase *FeB* más propensa al agrietamiento y delaminación durante el proceso de indentación, a diferencia de la fase *Fe₂B*. Lo anterior es corroborado por trabajos realizados por Taktak. S *et al* (2005), donde determinan que para temperatura bajas de tratamiento (800 °C) la adherencia de capas de boruros (*FeB* y *Fe₂B*) obtenidos en aceros AISI 304 y H13 incrementa

mientras que para una temperatura de 950 °C la adherencia de las capas disminuye. Por otro lado, la morfología plana de las capas tipo FeB y Fe_2B en acero AISI 304 disminuye la adherencia del sistema. G. Rodríguez-Castro *et al* (2009) evalúa la adhesión de las capas de un acero 1045 borurado usando la norma VDI 3198, concluyen que la morfología aserrada de la capa Fe_2B incrementa la adhesión del sistema.

Pruebas puntuales de EDS en las zonas de delaminación fueron realizadas en las zonas de delaminación a fin de verificar la presencia de elementos aleantes propios del substrato o las capas de boruros (Figuras 3.10, 3.11 y 3.12). Los espectros obtenidos por la técnica de EDS muestran la presencia de boro en las zonas de delaminación lo que indica que la delaminación representa la pérdida parcial de las fases FeB y Fe_2B . En este contexto las micrografías obtenidas en SEM de las indentaciones muestran la presencia de agrietamiento circunferencial en las zonas de delaminación (Figura 3.9 y 3.8), lo que sugiere que las zonas que se están delaminando o desprendiendo representan la pérdida de la fase FeB . Lo anterior es corroborado por el trabajo de G. Rodríguez-Castro *et al* (2009) donde encuentra agrietamiento radial al perímetro de la huella de indentación en recubrimientos de boruros Fe_2B lo que indica fragilidad y una buena calidad de adhesión de esta fase.

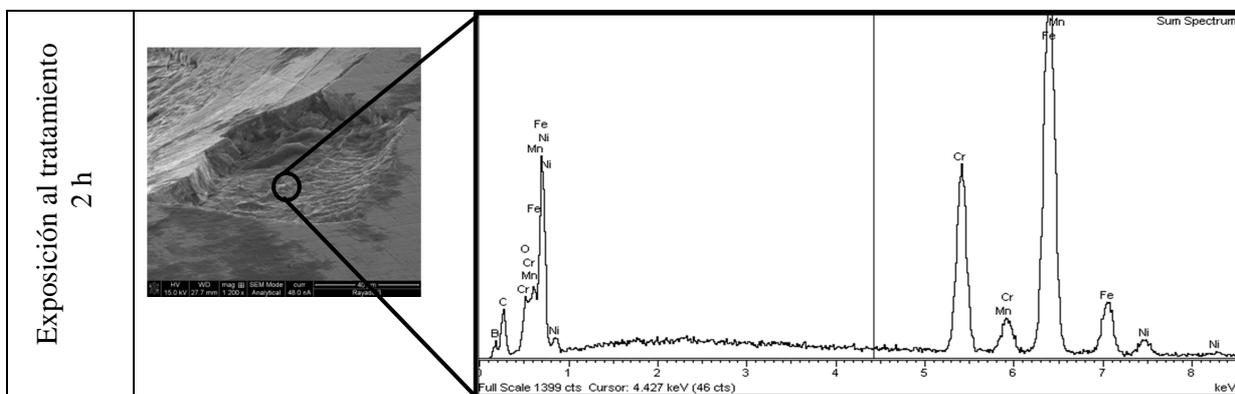


Figura 3.10. Inspección por EDS en zona de delaminación obtenida en un acero AISI 304 borurado, temperatura 950 °C, 2 h de tratamiento.

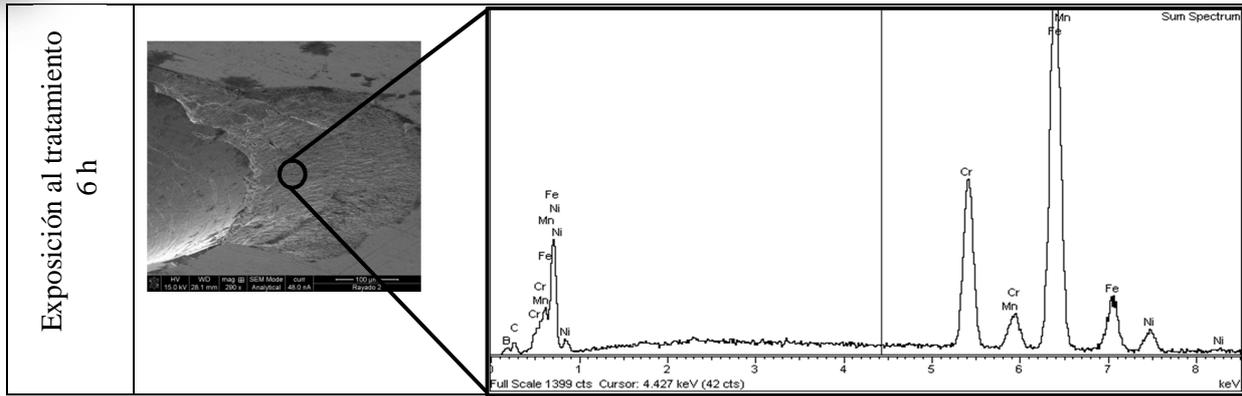


Figura 3.11. Inspección por EDS en zona de delaminación obtenida en un acero AISI 304 borurado, temperatura 950 °C, 6 h de tratamiento.

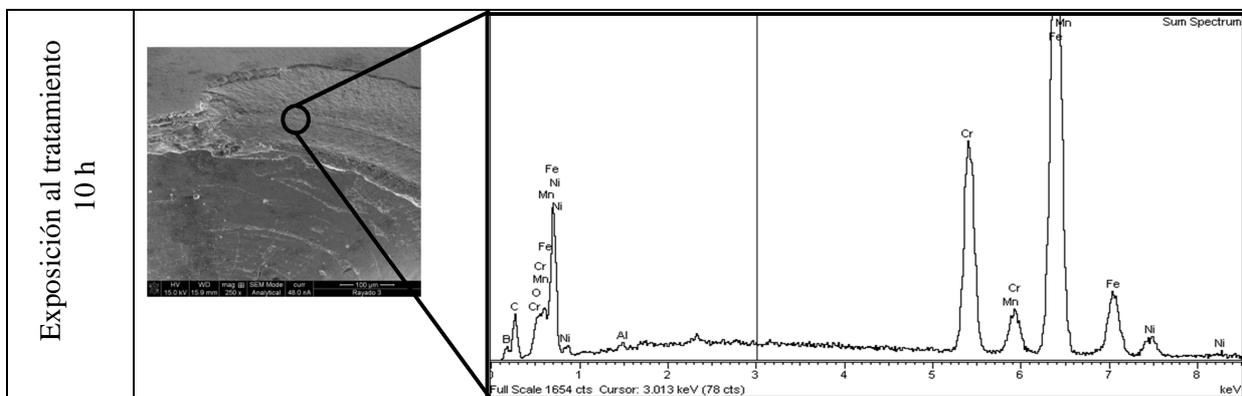


Figura 3.12. Inspección por EDS en zona de delaminación obtenida en un acero AISI 304 borurado, temperatura 950 °C, 10 h de tratamiento.

3.5 Conclusiones

La calidad de la adherencia en capas tipo FeB y Fe₂B obtenidas en un acero inoxidable AISI 304 por el método de borurización en polvo, se ve reducida en tiempos de exposición largos.

Para tiempos cortos y medios, 2 y 6 h, de tratamiento la calidad de adhesión de las capas de boruros es aceptable (HF2 y HF4) mientras que para tiempos largos de tratamiento la adhesión del sistema es insuficiente (HF5) de acuerdo a la norma VDI 3198.

Las delaminaciones que se presentaron durante las pruebas de indentación representa la pérdida parcial de las capas.

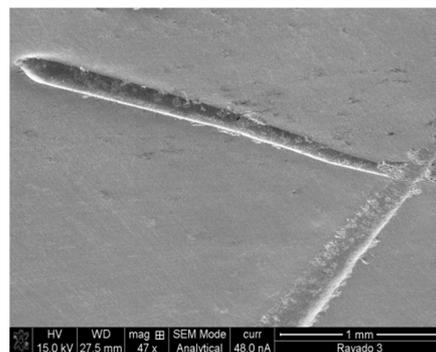
La morfología plana de las capas FeB y Fe₂B disminuye la adherencia de sistema capa/substrato.



La prueba de adhesión Rocwell C basada en la norma VDI3198 puede ser usada para identificar los mecanismos de fallas por delaminación característicos de aceros borurados. Es una técnica destructiva, pero de bajo costo y facilidad de uso.

CAPÍTULO 4

Caracterización de la adhesión mediante la prueba de scratch



4.1 Introducción

En el presente capítulo se desarrolló la prueba de scratch o rayado para la medición de adherencia del sistema boruros/substrato formado en el acero inoxidable AISI 304. Se empleó un equipo de rayado, marca CSM modelo Revetest Xprest. La determinación de cargas críticas, mecanismos de falla y coeficiente de fricción del sistema se hicieron en base a la norma ASTM-C1624 (2005). A fin de identificar y caracterizar el tipo de daño ocurrido se realizaron observaciones en microscopia óptica, SEM y mediciones de perfilometría. Finalmente se obtuvieron las energías de adherencia de estas capas respecto a los diferentes tiempos de exposición al tratamiento.

4.2 Ensayos de scratch

La prueba de rayado o scratch para la medición de la fuerza de adhesión es una prueba confiable y rápida de realizar que proporciona la adhesión práctica de un sistema capa/substrato y la identificación de los mecanismos de falla de los recubrimientos duros.

En este método un indentador de diamante tipo Rockwell C es arrastrado sobre la superficie de un recubrimiento a una velocidad constante y una fuerza normal definida (constante o progresiva) hasta una distancia específica, ver figura 4.1.

El movimiento del indentador de diamante bajo una carga normal aplicada produce un complejo estado de esfuerzos (compresivos y tensiles) en el recubrimiento. Estos esfuerzos en combinación con los esfuerzos residuales, la microestructura y propiedades mecánicas del recubrimiento generan un amplio rango de posibles respuestas mecánicas del recubrimiento y del substrato como deformación plástica, agrietamiento, delaminación, pandeo, astillamiento. El daño producido se puede evaluar tanto por microscopia óptica como microscopia electrónica de barrido. De esta manera, el nivel específico y tipo de daño en el canal de

rayado es evaluado y correlacionado con la fuerza normal aplicada. El nivel de fuerza el cual produce un daño específico es definido como carga crítica de rayado L_C .

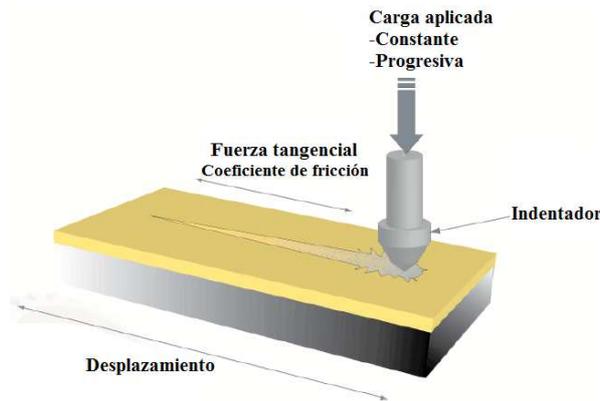


Figura 4.1. Esquematación de un ensayo de scratch sobre un recubrimiento

Para un sistema capa-substrato, diferentes cargas críticas L_{Cn} pueden ser identificadas y van a estar en función del nivel de daño producido, como se observa en la figura 4.2.

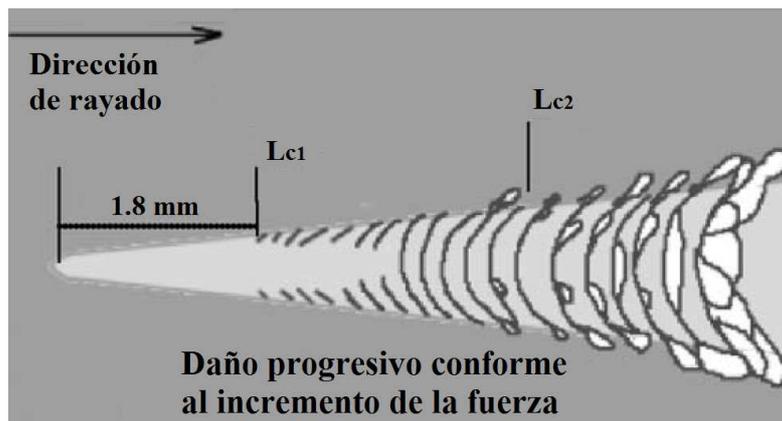


Figura 4.2. Ejemplo esquemático del daño progresivo durante la prueba de rayado empleando carga incremental

Algunos equipos de rayado, utilizan sistemas electrónicos computarizados para medir y registrar señales como la fuerza tangencial, emisión acústica, profundidad de rayado, entre otros y correlacionarlos con los diferentes niveles de daño del recubrimiento, sirviendo de esta manera como indicadores complementarios de los eventos de daño.

Existen dos modos de falla que pueden ser observados durante la prueba de scratch:

- Falla cohesiva: Separación o daño de en una porción del sistema de recubrimiento.
- Falla adhesiva: Separación entre el recubrimiento y el sustrato.

En sistemas de recubrimiento duros, pueden ocurrir fallas adhesiva y cohesiva, pero a diferentes niveles de carga. Si una grieta crece dentro del recubrimiento, y este proceso produce la delaminación de la capa, se considera fallo cohesivo. Esto se produce cuando la unión en la interfaz es más fuerte que los enlaces del recubrimiento o el substrato. También sucede cuando el punto de máxima tensión se encuentra dentro del recubrimiento o substrato y no en la interfaz.

Solamente algunos de los modos de falla observados, son relacionados al desprendimiento de la interfaz capa/substrato y entonces son relevantes para una medición de adhesión. Sin embargo, las fallas cohesivas, puede ser igual de importantes para determinar el comportamiento del recubrimiento en una aplicación particular. La prueba de scratch es cada vez más considerada como una prueba tribológica para evaluar la integridad mecánica de una superficie recubierta.

Los dos modos principales de ensayos de scratch son a carga constante y carga incremental. La tabla 4.1 enlista las ventajas y desventajas de cada modo de prueba.

Tabla 4.1. Comparación de los modos de prueba durante el rayado, carga constante y progresiva

	Carga constante	Carga progresiva
Ventajas	<ul style="list-style-type: none"> • Mejor distinción entre los diferentes niveles de daño. • Mayor confianza estadística en eventos de daño para un nivel de carga dado. 	<ul style="list-style-type: none"> • Es una prueba más rápida de realizar con mejor utilización de la muestra, un solo rayado cubre un rango de carga completo.
Desventajas	<ul style="list-style-type: none"> • Múltiples pruebas incrementales requieren mayor área de la muestra y tiempo de prueba. • Cargas constantes pueden perder eventos de daño a niveles de carga intermedia 	<ul style="list-style-type: none"> • Dos variables experimentales (carga y localización) cambian al mismo tiempo. • Se puede ver limitado a análisis estadísticos de características de daño por scratch.
Aplicación	<ul style="list-style-type: none"> • Detalles en la medición de carga específica (para investigación, desarrollo de procesos, y estudios de durabilidad) • Pruebas de control de calidad y evaluación de la uniformidad del recubrimiento. 	<ul style="list-style-type: none"> • Selección y evaluación de pruebas de control de calidad de recubrimientos (Para la investigación, desarrollo de procesos y estudios de durabilidad)

En la prueba de carga constante la fuerza normal en el indentador es mantenida a un nivel constante conforme el movimiento del indentador es arrastrado en la superficie de la muestra. Ensayos de rayado previos a este modo de prueba son requeridos para determinar la carga

crítica para un modo de daño dado. En la prueba de carga incremental, la fuerza aplicada al indentador es linealmente incrementada hasta una fuerza máxima definida.

4.2.1 Determinación de la carga crítica

El conocimiento de la razón de fuerza aplicada y desplazamiento horizontal del indentador durante la prueba son correlacionadas con la aparición del daño específico. Si se conoce la distancia del inicio de la falla en el recubrimiento, la razón de fuerza normal aplicada durante la prueba, la carga con la que se inició la prueba y la velocidad de desplazamiento las cargas críticas (L_{cn}) pueden ser calculadas de la siguiente manera:

$$L_{cn} = \left[L_{razon} \cdot \left(\frac{l_n}{X_{razon}} \right) \right] + L_{inicial} \quad (15)$$

Donde:

L_{cn} = Carga de rayado crítica (N) para un tipo de daño definido (n= número de secuencia).

L_{razon} = Razón de aplicación de carga (N/min).

l_n = Distancia del inicio de la prueba a la aparición del daño específico [mm].

X_{razon} = razón de desplazamiento horizontal [mm/min].

$L_{inicial}$ = carga de inicio de la prueba.

4.2.2 Determinación del coeficiente de fricción

La razón de la fuerza tangencial y la fuerza normal aplicada por el indentador durante la prueba de rayado es llamado coeficiente de arrastre. Este término es más conocido como coeficiente de fricción de rayado.

$$\mu = \frac{F_T}{F_N} \quad (16)$$

Donde:

μ = coeficiente de fricción

F_T = Fuerza tangencial [N]

F_N = Fuerza normal [N]

4.2.3 Trabajo de adhesión

Varios modelos han sido desarrollados para determinar la energía de fractura en la interfaz durante la prueba de scratch. Esta técnica es comúnmente usada para efectos cualitativos. Una revisión de los modelos existentes es dado por Malzbender *et al* (2001). La aplicabilidad de los modelos para la determinación de la energía de adherencia depende del modo de falla observado. Para establecer la aplicación de los modelos, se debe establecer el tipo de falla, interfacial o cohesiva. Estos modelos son utilizados donde el tipo de falla es astillamiento del recubrimiento. Los modelos son únicamente dados para una estimación burda de la energía de adherencia o una combinación de la energía de fractura del recubrimiento y interfaz.

En todos los modelos existentes, la carga normal crítica F_{NC} es considerada en la energía de fractura interfacial Γ_i .

Burnett y Rickerby proponen:

$$\Gamma_i = \frac{32}{\pi^2} \frac{t F_{NC}}{E_C w_C^4} \quad (17)$$

Donde

w_C = ancho del canal de rayado donde ocurrió la falla.

E_C = módulo de elasticidad del recubrimiento.

t = espesor del recubrimiento

F_{NC} = Fuerza normal con la que se provocó el daño al recubrimiento.

En este modelo, los esfuerzos de indentación elasto-plásticos son considerado dominantes, los cuales, acorde a Burnett and Rickerby, es solamente el caso para un bajo coeficiente de fricción y grandes espesores de capa.

El modelo propuesto por Bull *et al* asume que el daño producido en el recubrimiento ocurre cuando el plano de esfuerzos compresivos delante del indentador induce un esfuerzo normal crítico a la interfaz debido al efecto de Poisson. La energía de fractura en la interfaz está dada por:

$$\Gamma_i = \frac{1}{2} \frac{t}{E_C} \left(\frac{\nu_f \mu_C F_{NC}}{A_C} \right)^2 \quad (18)$$

Donde

ν_f = razón de Poisson del recubrimiento

μ_c = Coeficiente de fricción en el que ocurrió la falla.

A_c = Área crítica de la sección transversal del canal de rayado [m^2]. La cual puede ser determinada por:

$$A_c = R^2 \sin^{-1} \left(\frac{w_c}{2R} \right) - \left(\frac{w_c}{2} \right) \sqrt{R^2 - \left(\frac{w_c^2}{4} \right)} \quad (19)$$

Dónde:

R = Radio del indentador

w = ancho del canal de rayado

Este modelo es usado para recubrimientos duros delgados en substratos suaves, donde el total de la profundidad de indentación es al menos 2 veces el espesor de recubrimiento.

Attar y Johannesson modifican el modelo de Bull *et al* para asumir que la fuerza tangencial responsable de remover el recubrimiento actúa en la sección trasversal de este, lo cual resulta en:

$$\Gamma_i = \frac{1}{2} \frac{1}{t E_c} \left(\frac{\nu_f \mu_c F_{NC}}{w_c} \right)^2 \quad (20)$$

Los tres modelos básicamente asumen que la falla ocurre debido al astillamiento del recubrimiento delante del indentador, y la energía de deformación elástica almacenada en el recubrimiento alrededor de la zona de astillado, es liberada por la fractura interfacial en la carga crítica.

4.2.4 Variables que afectan los resultados de la prueba

La repetitividad, reproducibilidad y precisión de los resultados de la prueba rayado requieren que la variación en los parámetros de prueba y características de la muestra sean minimizados. La tabla 4.2 menciona los principales parámetros que pueden afectar los resultados obtenidos por la prueba de scratch.

Tabla 4.2. variables experimentales de prueba

Propiedades de la capa	Propiedades del sustrato
<ul style="list-style-type: none"> • Espesor de la capa • Composición del recubrimiento y fases • Dureza y rugosidad superficial • Porosidad y defectos en el recubrimiento • Anisotropía en la estructura y propiedades • Tenacidad a la fractura y esfuerzos residuales 	<ul style="list-style-type: none"> • Composición del sustrato y fases • Anisotropía en la estructura y propiedades • Propiedades mecánicas elásticas/plásticas • Dureza del sustrato • Defectos y su distribución
Propiedades del sistema capa/sustrato	Equipo de prueba y variables del procedimiento
<ul style="list-style-type: none"> • Energía de adherencia en la interface • Tenacidad a la fractura en la interface • Mecanismos de falla en la interface • Efectos de las condiciones de exposición en la microestructura y propiedades 	<ul style="list-style-type: none"> • Material del indentador, geometría, tamaño de punta, limpieza, condiciones de daño. • Coeficiente de fricción • Rango de carga y velocidad de desplazamiento • Precisión y exactitud de los sensores • Calibración del equipo • Longitud de rayado • Proximidad a las zonas de prueba anteriores
Muestra y variables del medio de prueba	
<ul style="list-style-type: none"> • Limpieza de la superficie. • Nivel de planicidad de la muestra. 	

4.2.5 Limitaciones de la prueba de rayado

La adhesión puede ser considerada desde dos diferentes perspectivas: “Adhesión fundamental” y “Adhesión práctica”.

La adhesión fundamental es un término usado para definir el anclaje o la fuerza de enlace en la interface entre dos materiales en contacto, esto va estar determinado por los enlaces químicos. Su medición requiere la fuerza necesaria para romper los enlaces químicos o la energía específica para separar los dos materiales. Sin embargo, la medición directa de la adhesión fundamental es muy difícil, debido dificultades experimentales.

La adhesión práctica es la fuerza o trabajo requerido para remover o separar una película de su sustrato independientemente del lugar de la falla. Este concepto de prueba es utilizado por varios métodos de medición de adhesión en recubrimientos para obtener una medida que puede estar relacionada con el rendimiento funcional del recubrimiento. La medición de la adhesión práctica es una función de la adhesión fundamental y de los diferentes factores

experimentales relacionados con el sistema capa/substrato y el método experimental utilizado.

La prueba de rayado no mide la fuerza de adhesión fundamental de los enlaces entre el recubrimiento y el substrato. La prueba proporciona la adhesión práctica del sistema capa/substrato.

La técnica de scratch es aplicable a recubrimientos de metal duro que fallan de un modo frágil. Por otro lado el método de prueba no es directamente aplicable a metales puros o recubrimientos de polímeros que fallan de una manera plástica dúctil, dado que los mecanismos de deformación plástica son diferentes de los modos de daño tipo frágil.

De acuerdo a la norma ASTM C1624 (2005), un indentador Rockwell C de punta de $200\ \mu\text{m}$ es recomendada para recubrimientos del orden de $0.1\ \mu\text{m}$ a $30\ \mu\text{m}$. Recubrimientos mas grandes podrían requerir diferentes geometrías de indentador, rangos de carga, y rangos de fuerza normal aplicada.

4.3 Metodología experimental

La figura 4.3 muestra un equipo de rayado de la marca CSM modelo Revetest Xpress, el cual fue empleado para realizar las pruebas de adherencia, el equipo cuenta con sensor de fuerza normal y tangencial, un indentador de diamante cónico de 120° tipo Rocwell, con radio de punta de $200\ \mu\text{m}$.



Figura 4.3. Equipo de rayado, marca CSM modelo Revetest Xpress

Las probetas de acero inoxidable AISI 304 después del tratamiento de borurización fueron limpiadas con lijas de carburo de silicio de grado 2000 y posteriormente pulidas con silica coloidal de $0.6 \mu m$. Se realizaron ensayos de rayado previos a fin de determinar los parámetros de prueba óptimos, variándose la velocidad y longitud de rayado, los resultados mostraron que la variación en la carga crítica era mínima. Se desarrollaron 6 pruebas de rayado por cada probeta sometida al tratamiento de borurización (2, 6, 10 h). Los parámetros de prueba son mostrados en la tabla 4.3.

Tabla 4.3. Parámetros empleados en las pruebas de scratch a carga incremental

Carga inicial [N]	Carga final [N]	Longitud total [mm]	Razón de carga [N/min]	Velocidad de rayado [mm/min]	Duración de la prueba [min]
1	90	7	18	1.42	5.26

Las observaciones del canal y zonas de daño fue realizado por la técnica de microscopía óptica y microscopía electrónica de barrido, las gráficas de coeficiente de fricción son correlacionadas con la presencia de daño en las capas. Adicionalmente se realizaron mediciones de perfilometría en diferentes zonas del canal de rayado, zonas específicas de delaminación, final del rayado y una medición longitudinal del canal, a fin de conocer las profundidades residuales del canal, y determinar el tipo de falla de las capas, se empleó un Perfilometro Veeco modelo Dektak 150, para estas mediciones (ver figura 4.4).



Figura 4.4. Perfilometro Veeco modelo Dektak 150

4.4 Resultados y discusiones

4.4.1 Determinación de las cargas críticas

Durante las pruebas de scratch la fuerza tangencial y la fuerza normal fue registrada, la fuerza tangencial corresponde a la fuerza perpendicular a la fuerza normal que se opone al movimiento relativo entre el indentador y la superficie de la muestra que está siendo rayada. La relación entre la fuerza tangencial (F_T) y la fuerza normal (F_N) durante la prueba de rayado es conocido como coeficiente de fricción (μ). Tanto la fuerza tangencial como el coeficiente de fricción presentan un comportamiento similar, normalmente aumentan con el incremento de la fuerza normal. La variación o cambio en la pendiente y amplitud del coeficiente de fricción es asociado con los diferentes tipos de daño ocurridos durante la prueba, sin embargo, es recomendable que estas variaciones sean correlacionados con los eventos de daño ocurridos junto con la inspección óptica en las huellas residuales de rayado. Las figuras 4.5, 4.6 y 4.7 muestran el comportamiento del coeficiente de fricción y fuerza normal durante la prueba de scratch para los diferentes tiempos de exposición al tratamiento de borurización, así mismo se presenta la micrografía correspondiente a la prueba donde se aprecian los mecanismos de falla, asociados con las variaciones en el coeficiente de fricción.

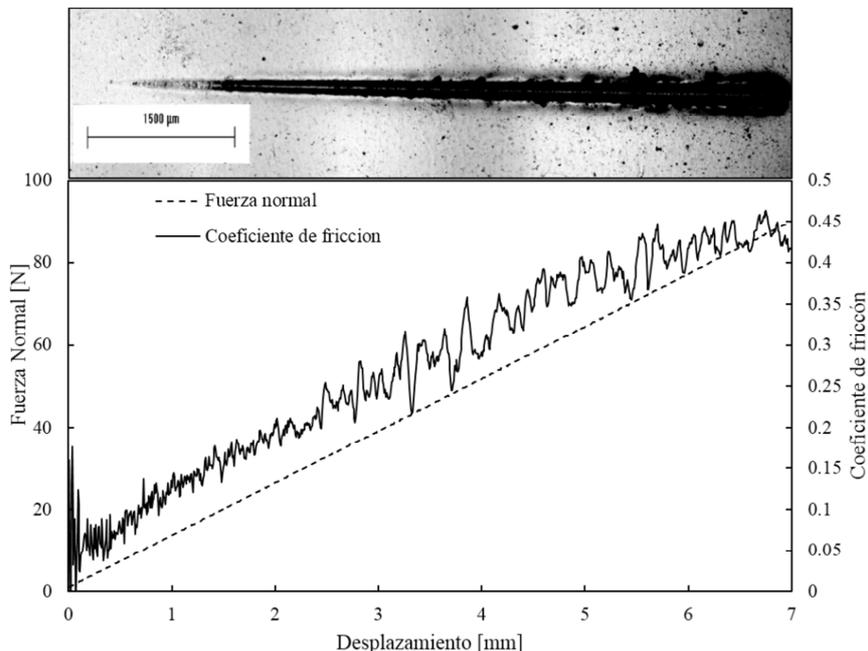


Figura 4.5. Comportamiento de la fuerza normal y coeficiente de fricción durante el rayado, para probetas de acero inoxidable AISI 304 sometidas al tratamiento de borurización, 950 °C de temperatura, 2 h de tratamiento.

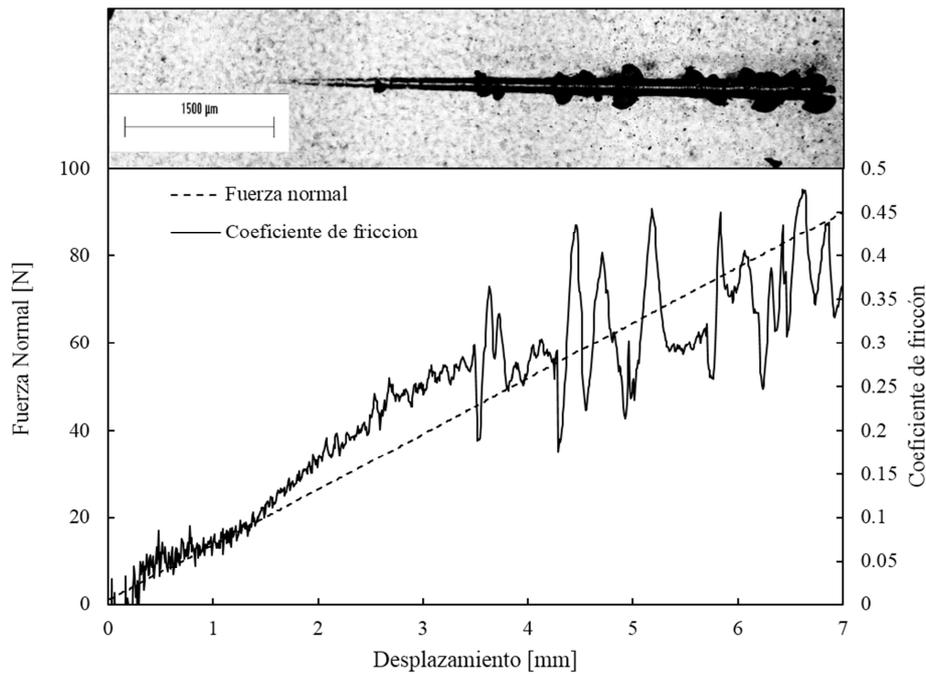


Figura 4.6. Comportamiento de la fuerza normal y coeficiente de fricción durante el rayado, para probetas de acero inoxidable AISI 304 sometidas al tratamiento de borurización, 950 °C de temperatura, 6 h de tratamiento.

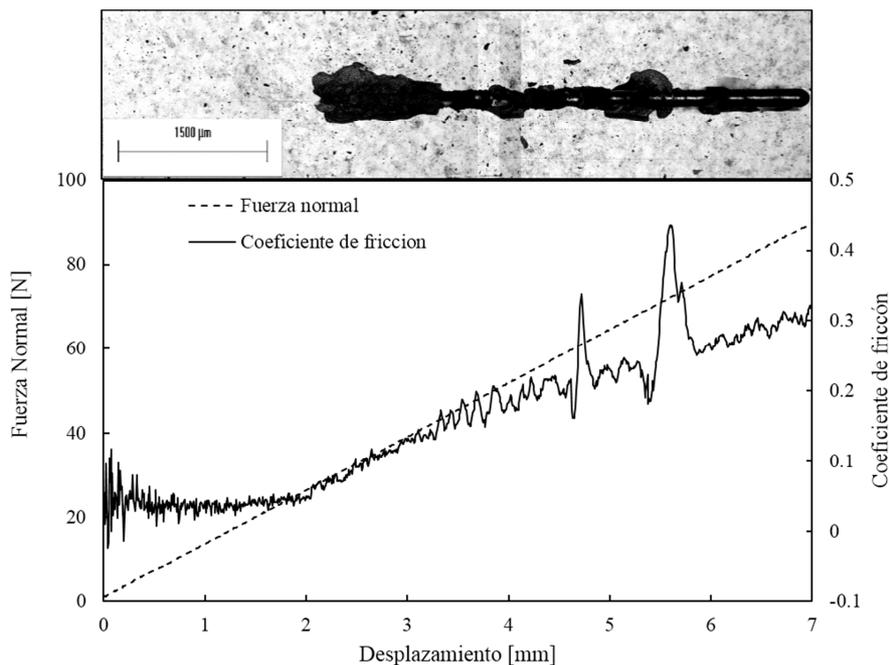


Figura 4.7. Comportamiento de la fuerza normal y coeficiente de fricción durante el rayado, para probetas de acero inoxidable AISI 304 sometidas al tratamiento de borurización, 950 °C de temperatura, 10 h de tratamiento.

El nivel de daño ocurrido en las capas es incrementado conforme los tiempos de exposición al tratamiento de borurización aumentan, esto es asociado al incremento de espesor de las fases FeB y Fe_2B como función del tiempo de tratamiento, lo cual es corroborado con la

norma ASTM C1624 (2005); menciona que a espesores mayores de recubrimiento se ha encontrado de manera general una disminución de las cargas críticas durante el rayado, debido al incremento de esfuerzos residuales en las capas, a pesar de que en la carga crítica aumenta en tiempos de 6h, las zonas de astillamiento son más grandes que en 2h.

Como se puede observar en las figuras 4.5, 4.6 y 4.7, hay una menor variación en la gráfica de coeficiente de fricción correspondiente a tiempos de 10 h en comparación con tiempos de 2 y 6 h, esto es asociado con las inspecciones ópticas realizadas, ya que para tiempos 2 y 6 h de tratamiento hay mayor detección de mecanismos de falla que en la de 10 h.

El cálculo teórico de la profundidad residual de rayado fue hecho por medio de la siguiente formula, Malzbender *et al* (2001).

$$w = 2\sqrt{2Rh - h^2} \quad (21)$$

Donde:

w = Ancho del canal de rayado

R = Radio del indentador

h = Profundidad residual

Los resultados teóricos son corroborados con perfilometría, lo que indica una buena aproximación de la profundidad residual a través de la fórmula.

Las tablas 4.4, 4.5 y 4.6 muestran los valores para las cargas críticas para los diferentes tiempos de tratamiento, junto con la profundidad residual a la que ocurrieron estas fallas.

Tabla 4.4. Resultados de cargas críticas y mecanismos de fallas obtenidos de la prueba de scratch, para las probetas de acero inoxidable AISI 304 sometidas al tratamiento de borurización, 950 °C de temperatura, 2 h de tratamiento.

Tiempo de exposición	Carga crítica [N]	Mecanismo	Profundidad residual [μm]	
2 h	L_{c1}	8.68 ± 0.33	Inicio de agrietamiento Hertziano	0.847 ± 0.15
	L_{c2}	20.07 ± 0.56	Profundización del agrietamiento Hertziano	4.72 ± 0.33
	L_{c3}	35.69 ± 2.49	Astillamiento de la capa	14.52 ± 0.69

Tabla 4.5. Resultados de cargas críticas y mecanismos de fallas obtenidos de la prueba de scratch, para las probetas de acero inoxidable AISI 304 sometidas al tratamiento de borurización, 950 °C de temperatura, 6 h de tratamiento.

Tiempo de exposición	Carga crítica [N]		Mecanismo	Profundidad residual [μm]
6 h	L_{c1}	17.30 ± 1.07	Inicio de agrietamiento Hertziano	1.38 ± 0.22
	L_{c2}	27.87 ± 0.88	Profundización del agrietamiento Hertziano	3.83 ± 0.92
	L_{c3}	43.40 ± 3.6	Astillamiento de la capa	13.84 ± 1.63

Tabla 4.6. Resultados de cargas críticas y mecanismos de fallas obtenidos de la prueba de scratch, para las probetas de acero inoxidable AISI 304 sometidas al tratamiento de borurización, 950 °C de temperatura, 10 h de tratamiento.

Tiempo de exposición	Carga crítica [N]		Mecanismo	Profundidad residual [μm]
10 h	L_{c1}	27.59 ± 1.04	Delaminación de la capa	1.90 ± 0.71

Los resultados muestran que conforme el tiempo de tratamiento de borurización aumenta de 2h a 6h el valor de la carga crítica para producir astillamiento de la capa aumenta, sin embargo el tamaño de las áreas de astillamiento aumentan, mientras que para 10 h a diferencia de 2h y 6h no se observa agrietamiento al inicio del rayado y el valor de la carga crítica disminuye por debajo del valor de 2h.

Por otro lado, las profundidades residuales a los que fallan las capas van reduciéndose conforme el tiempo de tratamiento aumenta, lo cual es explicado por el incremento en el espesor de la capa, para tiempos de 2 h comienza haber un astillamiento con una carga de 35.69 N y profundidad de 14.52 μm , mientras que para tiempos de 6 h la carga crítica para producir astillamiento de la capa es de 43.40 N a una profundidad de 13.84 μm , finalmente para tiempos de 10 h se produce una delaminación burda de las capas a una carga de 27.59 N y profundidad residual de 1.90 μm , las pruebas realizadas de perfilometría muestran que la delaminación en este punto alcanza una profundidad de 35 μm lo que representaría la pérdida completa de la fase FeB y parte de la Fe_2B , además se observa que para el tiempo de 10 h existe un estado estable del coeficiente de fricción (0.6) donde ópticamente no se aprecia mecanismos de falla, aunque la fuerza normal es incrementada.

4.4.2 Mecanismos de falla

Las figuras 4.8, 4.9 y 4.10 muestran los mecanismos de falla encontrados en microscopía óptica y microscopía electrónica de barrido para los diferentes tiempos de exposición al tratamiento de borurización.

Los mecanismos de falla encontrados en las probetas de acero inoxidable AISI 304 borurado, 950°C, 2h de tratamiento son enlistados a continuación (figura 4.8):

1. Agrietamiento Hertziano al inicio del rayado
2. Astillamiento de las capas.
3. Agrietamiento de las capas en los costados de la huella de rayado.
4. Agrietamiento tensil al final del rayado.
5. Deformación plástica del sustrato.

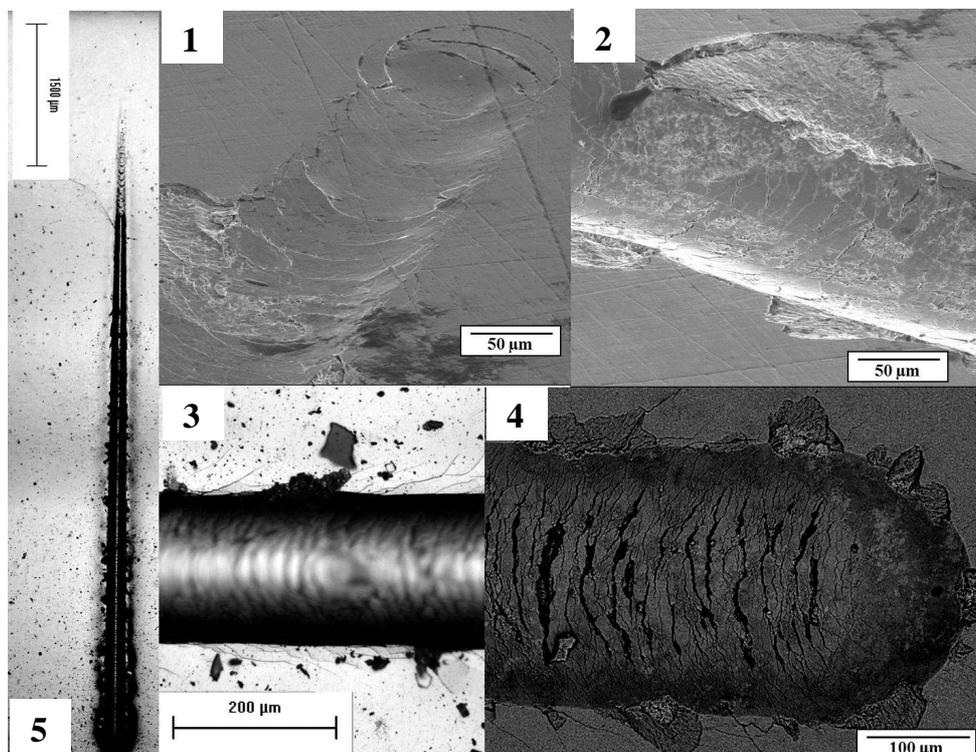


Figura 4.8. Observaciones de los mecanismos de fallas, para probetas de acero inoxidable AISI 304 sometidas al tratamiento de borurización, 950 °C de temperatura, 2 h de tratamiento.

El agrietamiento hertziano es un mecanismo de falla común en sustratos frágiles. Los esfuerzos de tensión en la periferia del indentador generan una grieta en forma de anillo la cual se propaga desde la superficie a través de las capas hasta el sustrato. Con el movimiento del indentador, varios de estos anillos son formados, los cuales llegan a superponerse y forman una red a lo largo del canal de rayado. Por otro lado, el astillamiento

de las capas es un mecanismo de falla que se caracteriza por la separación de una parte de la capa a fin de minimizar la cantidad de energía elástica almacenada por los esfuerzos compresivos delante del movimiento del indentador (Figura 4.9). Con incrementos en el espesor del recubrimiento este tipo de falla llega a ser más común.. Cuando las grietas Hertzianas alcanzan una recuperación elástica a lo largo del espesor del recubrimiento surge un mecanismo de falla llamado, agrietamiento tensil, el cual se forman en la parte trasera de contacto del indentador (Marjolaine, 1999).

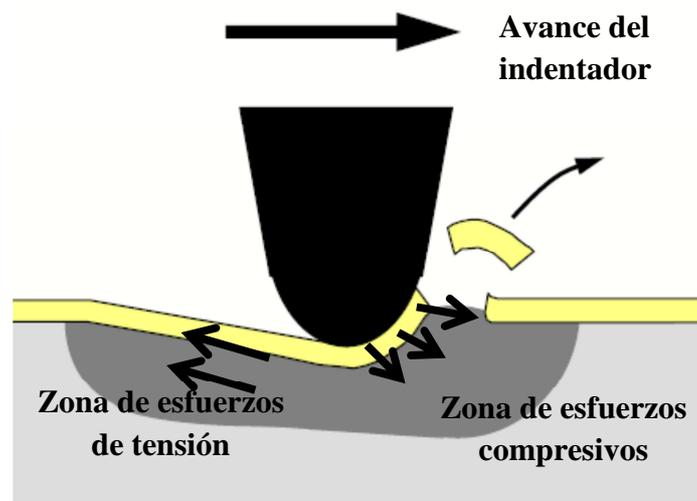


Figura 4.9. Esquematación de los esfuerzos producidos durante el proceso de rayado

La deformación plástica del sustrato durante el rayado se hace evidente en los costados de la huella residual, debido a que el espesor de las capas de 2h en comparación con tiempos de 6 y 10 h es más pequeña, de esta manera el indentador alcanza una profundidad mayor durante la prueba, deformado plásticamente al sustrato y produciendo agrietamientos de las capas en los costados del canal (figura 4.8-3).

Los mecanismos de falla encontrados en las probetas de acero inoxidable AISI 304 borurado, 950°C, 6h de tratamiento después de las pruebas de scratch son enlistados a continuación (figura 4.10):

1. Agrietamiento Hertziano al inicio del rayado
2. Astillamiento de las capas.
3. Agrietamiento en los costados del canal.
4. Agrietamiento tensil al final del rayado y pandeo del recubrimiento dentro del canal de rayado.

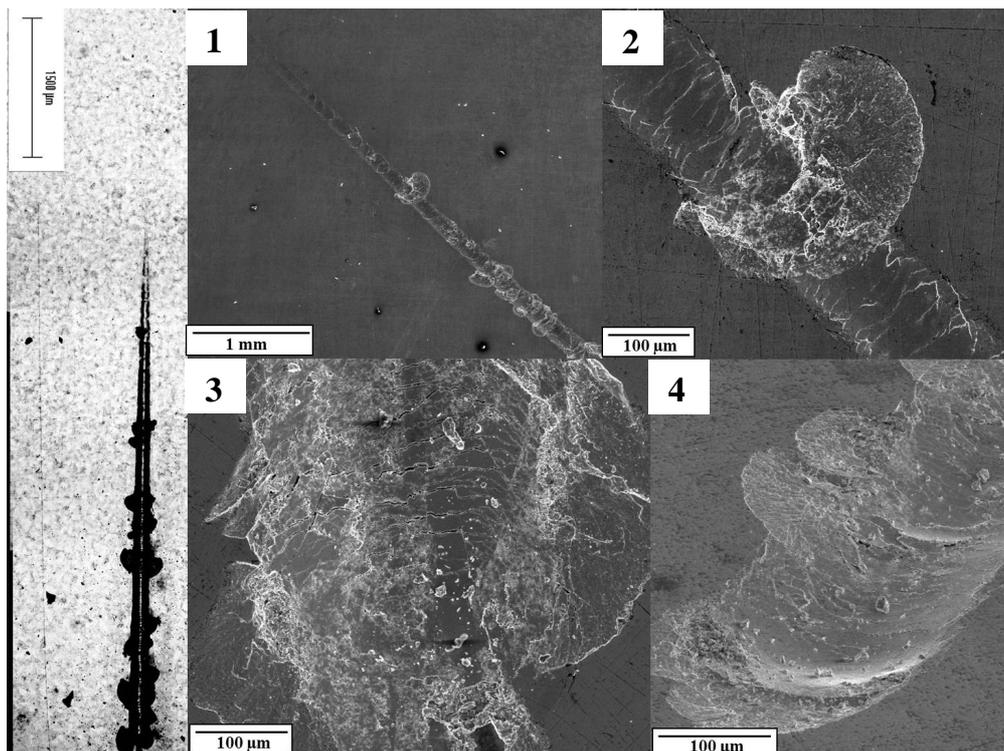


Figura 4.10. Observaciones de los mecanismos de fallas, para probetas de acero inoxidable AISI 304 sometidas al tratamiento de borurización, 950 °C de temperatura, 6 h de tratamiento.

A diferencia del tiempo de tratamiento de 2h en tiempos de 6 h la deformación plástica por parte del substrato disminuye debido a que el espesor de las capas es mayor y la penetración por parte del indentador es menor. Sin embargo, se empieza a observar la presencia de zonas de astillamiento más grandes que en tiempos de 2h. Además para este tiempo de tratamiento se empieza a observar un pandeo de las capas dentro del canal de rayado. El cual es asociado a la fuerza tangencial opuesta por recubrimiento en respuesta a los esfuerzos compresivos delante del indentador durante su deslizamiento (figura 4.11).

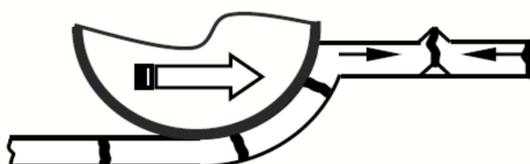


Figura 4.11. Esquematización del pandeo de las capas durante el proceso de rayado.

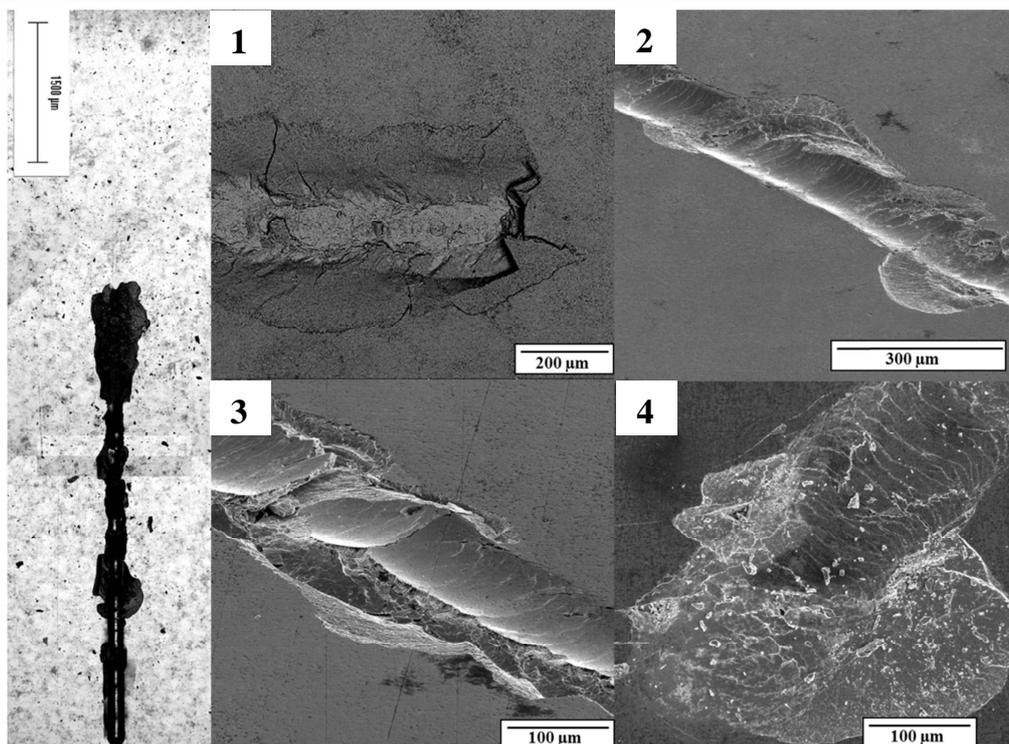


Figura 4.12. Observaciones de los mecanismos de fallas, para probetas de acero inoxidable AISI 304 sometidas al tratamiento de borurización, 950 °C de temperatura, 10 h de tratamiento.

Los mecanismos de falla encontrados en las probetas de acero inoxidable AISI 304 borurado, 950°C, 10 h de tratamiento después de las pruebas de scratch son enlistados a continuación:

1. Delaminación Burda.
2. Astillamiento del recubrimiento
3. Pandeo del recubrimiento dentro del canal de rayado.
4. Agrietamiento tensil dentro del canal de rayado y agrietamiento en los costados del canal.

El pandeo de las capas dentro del canal de rayado ocurre en tiempos de tratamientos de 6 h e incrementa su presencia para 10 h, esto es asociado a que el espesor de la capa es más grande y por lo tanto opone mayor resistencia al deslizamiento del indentador.

Los mecanismos de falla encontrados en los diferentes tiempos de tratamiento son cada vez más grandes, lo cual es asociado al aumento de los espesores de las capas de boruros como función del tiempo de tratamiento. Las capas producidas en tiempos de tratamiento de 2h y 6h a diferencia de las de 10h no llegan a producir delaminación de la capas de lo cual se infiere una buena adhesión para estos tiempo, dado que solo se producen astillamientos de las capas.

Para tiempos de 6h y 10 h se observó un mecanismo de falla conocido como delaminación compresiva, el cual se produce para minimizar la cantidad de energía elástica almacenada por los esfuerzos compresivos delante del indentador durante su movimiento, este mecanismo se caracteriza por una delaminación semicircular que se propaga hacia fuera de la línea de rayado, esto implica poca adhesión de las capas, a pesar de que para tiempos de 6h no existe una delaminación de las fases, la morfología de zona de astillamiento coincide con este tipo de mecanismo.

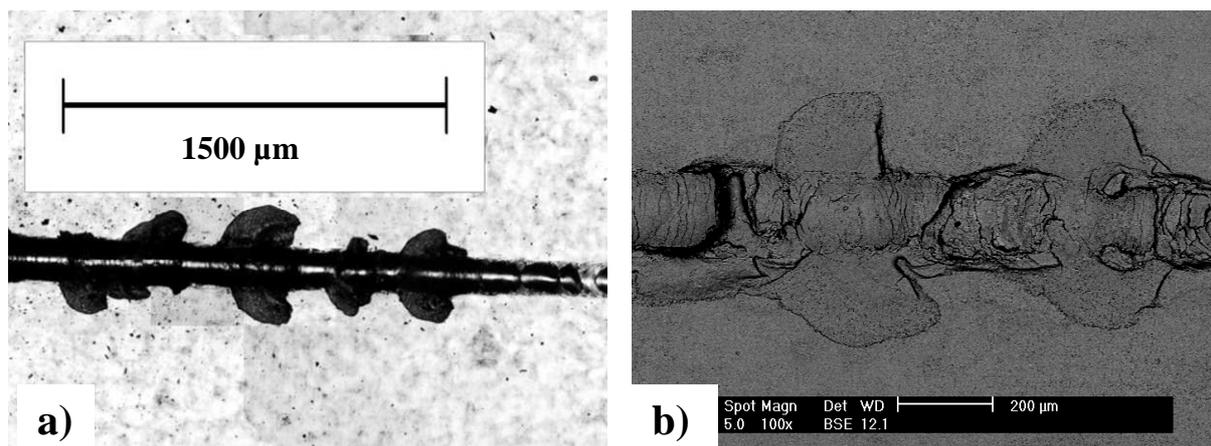


Figura 4.13. Delaminación compresiva a) 6h b) 10h.

4.4.3 Perfilometría

Se realizaron pruebas de perfilometría en diferentes zonas de las huellas de scratch, a fin de conocer el grado de profundidad de las delaminaciones y astillamientos de las capas. Además se obtuvieron valores de rugosidad de las probetas antes y después del tratamiento de borurización (tabla 4.5).

De la figura 4.14 a 4.20 se muestran los resultados de perfilometría realizados en zonas del canal de rayado para los diferentes tiempos de tratamiento de borurización.

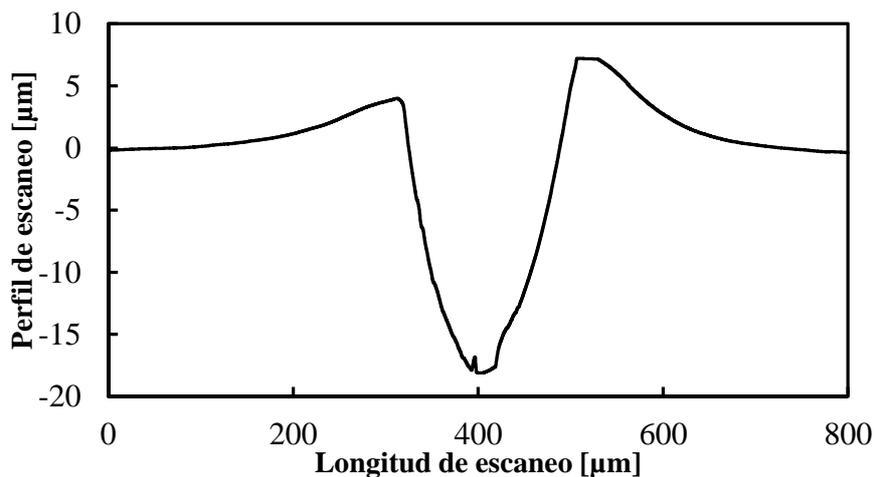


Figura 4.14. Perfil transversal en una zona de astillamiento por scratch, probeta borurada, 950°C, 2 h de tratamiento.

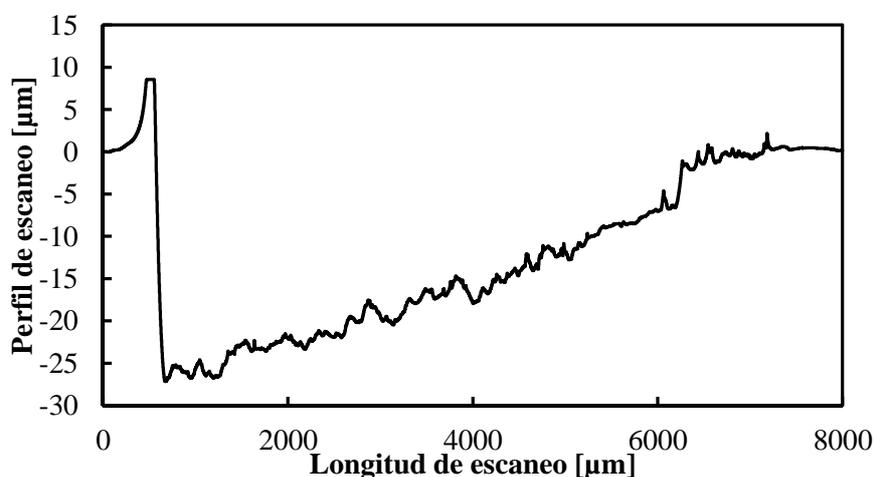


Figura 4.15. Perfil a lo largo del canal de rayado, probeta borurada, 950°C, 2 h de tratamiento.

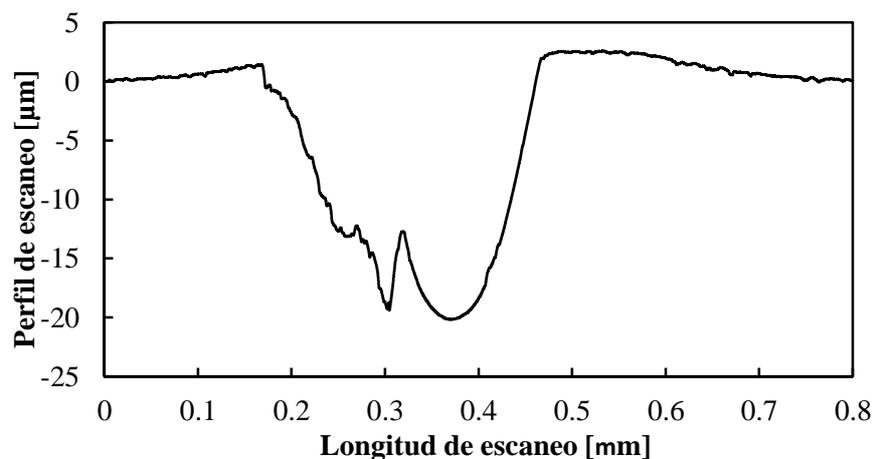


Figura 4.16. Perfil transversal en una zona de astillamiento por scratch, probeta borurada, 950°C, 6 h de tratamiento.

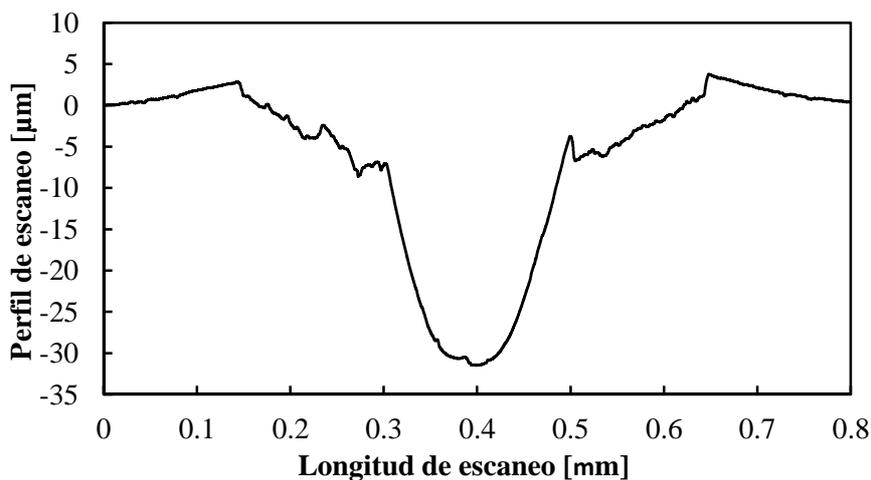


Figura 4.17. Perfil transversal en la parte final de rayado, probeta borurada, 950°C, 6 h de tratamiento.

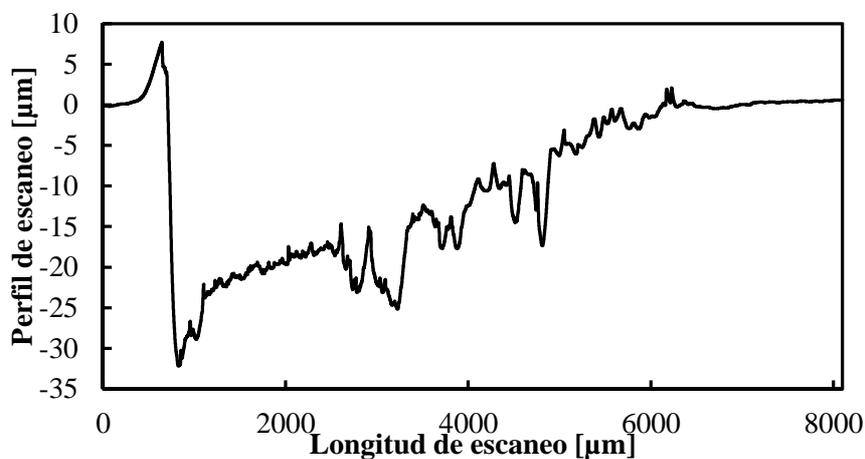


Figura 4.18. Perfil a lo largo del canal de rayado, probeta borurada, 950°C, 6 h de tratamiento.

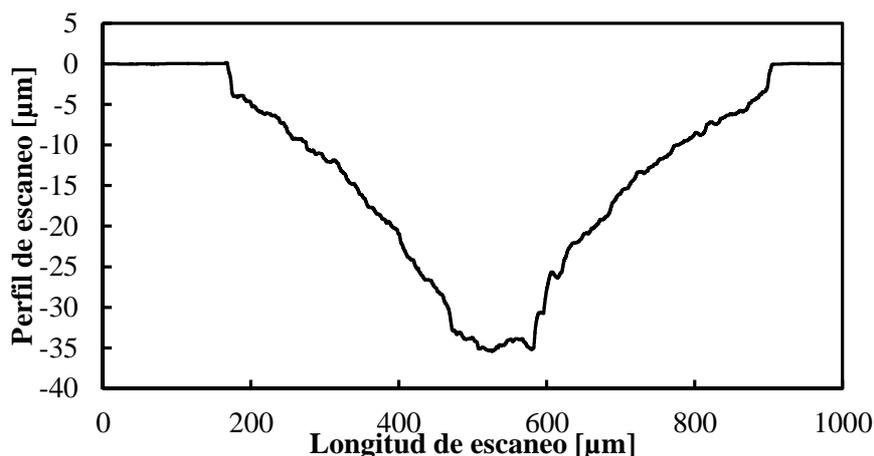


Figura 4.19. Perfil transversal en la zona de delaminación, probeta borurada, 950°C, 10 h de tratamiento.

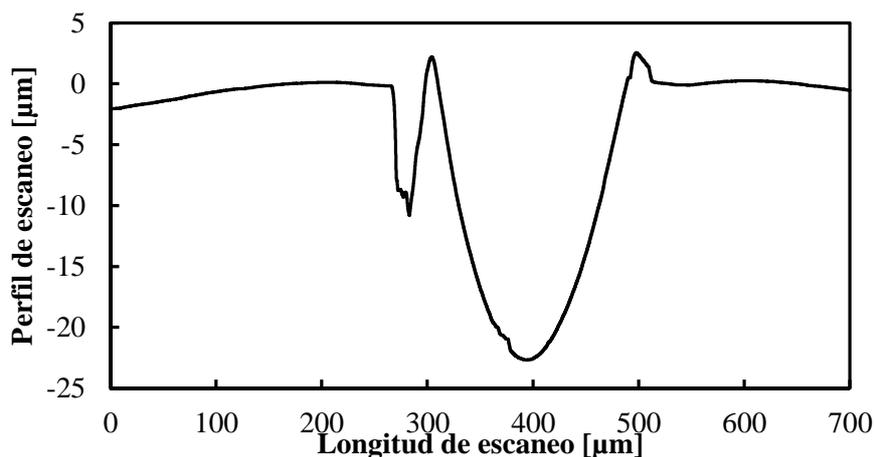


Figura 4.20. Perfil transversal en la parte final del rayado, probeta borurada, 950°C, 10 h de tratamiento.

Los resultados de perfilometría muestran que durante la prueba de scratch, el indentador penetra por debajo de las fases FeB y Fe₂B, a excepción de los tiempos de tratamiento de 6h y 10 h, donde el indentador llega hasta la fase Fe₂B. Lo anterior se explica a que el espesor de las capas aumenta con tiempos mayores de tratamiento.

Berg, G *et al* (1997) propone un criterio para diferenciar una falla cohesiva y adhesiva, si el diámetro de la delaminación alcanza el espesor del recubrimiento se considera falla adhesiva, sin embargo los resultados de perfilometría muestran que las zonas daño corresponden a un pérdida parcial de la fase FeB en tiempos de 2h y 6h, sin embargo para tiempos de 10h existe una delaminación que corresponde a la pérdida de la fase FeB y daño parcial de la fase Fe₂B quedando de esta manera aun protegido el substrato. De lo anterior decimos que para tiempos de 10h se tiene una falla adhesiva para la fase FeB y una falla cohesiva para Fe₂B. La alta adherencia de la fase Fe₂B es corroborada por estudios realizados por Allaoui *et al* (2006) donde emplean la prueba de scratch para determinar la adhesión de capas FeB y Fe₂B obtenidas por borurización en sales en un acero AISI 1038, encuentran valores de cargas críticas del orden de 80 N, 180 N y para el caso de donde solamente había presencia de fase Fe₂B las cargas críticas fueron superiores a los 200 N. La diferencia en las cargas críticas obtenidas en el acero AISI 1038 y AISI 304 se deben la diferencia en la morfología y espesores de capa, durezas del substrato, porcentaje de cada fase en la capa total, esfuerzos residuales.

Tabla 4.7. Valores de rugosidad de las probetas sometidas a las pruebas de scratch.

Tiempo de tratamiento [h]	Rugosidad Ra [μm]
2	0.045 ± 0.002
6	0.096 ± 0.012
10	0.138 ± 0.011
Substrato antes del tratamiento de borurización	0.089 ± 0.008

Los valores de rugosidad de las probetas después del tratamiento de borurización son asociados al pulido metalográfico con silica coloidal de $0.06 \mu\text{m}$ previo a las pruebas de scratch (tabla 4.7).

4.4.4 Energía de adherencia

Los resultados de energías de adherencia son mostrados en la tabla 4.8, estos resultados fueron calculados a partir del modelo propuesto por Burnett and Rickerby.

Tabla 4.8. Resultados de las energías de adherencia obtenidas en la prueba de scratch, para las probetas de acero inoxidable AISI 304 sometidas al tratamiento de borurización, $950 \text{ }^\circ\text{C}$ de temperatura, 2 h, 6 h y 10 h de tratamiento.

Tiempo de exposición [h]	Ancho de canal [μm]	Carga crítica [N]	Energía de adherencia [kJ/m^2]
2	105.77 ± 2.44	35.69 ± 2.49	1.33 ± 0.24
6	115.83 ± 11.44	37.87 ± 3.57	2.46 ± 0.69
10	-----	-----	-----

El cálculo de la energía de adherencia se realizó para los tiempos de tratamiento de 2 y 6 h dado que los modelos están dados para la aparición de astillamiento y no para la delaminación de las capas, por lo que para tiempos de 10 h no se pudo calcular su energía de adherencia. Por otro lado se observa que la energía de adherencia incrementa conforme incrementa el tiempo de tratamiento, esto es asociado al incremento en los espesores de capa y carga crítica, además de la disminución del ancho del canal de rayado en tiempos de 6 h, dicho en otras palabras, se requeriría una cantidad mayor de energía para remover la capa de 6 h que la de 2 h.

Attar *et al* (1996) obtiene energías de adherencia usando el modelo de Burnett y Rickerby en películas de TiN y CrC sobre aceros grados herramienta, los resultados son mostrados en la tabla 4.9

Tabla 4.9. Energías de adherencia de recubrimientos TiN y CrC en herramientas de corte variando su espesor.

Recubrimiento	Substrato	Espesor [μm]	Energía de adherencia [kJ/m ²]
TiN	Carmo	2.49	5.4
TiN	Carmo	2.61	6.8
CrN	Carmo	4.3	4.3
TiC/CrC	Carmo	8.97	11.4
FeB/Fe ₂ B	AISI 304	13.37	1.33
FeB/Fe ₂ B	AISI 304	30.27	2.46
FeB/Fe ₂ B	AISI 304	44.4	-----

4.5 Conclusiones

La adherencia del sistema capa/substrato del acero AISI 304 borurado se ve mejorada en tiempos de 6h a diferencia de 2h sin embargo para tiempos largos de tratamiento de 10h la adherencia del sistema se ve disminuida, lo cual se ve reflejado en la disminución de la carga crítica para este tiempo de tratamiento, esto debido al incremento en el espesor de la fase FeB, fase que presenta mayor fragilidad y esfuerzos residuales tipo tensiles.

El nivel de daño de los mecanismos de falla incrementa con forme se incrementa los tiempos de tratamiento, presentándose astillamiento para tiempos de tratamientos de 2h y 6h mientras que para tiempos de 10h se produce una delaminación de la fase *FeB*.

Los resultados de perfilometría muestran que las zonas de astillamiento representan la pérdida parcial de la fase FeB para tiempos de 2h y 6h, mientras que para tiempos de 10h ocurre una delaminación donde se pierde la fase *FeB* y se daña parte de la *Fe₂B* concluyéndose para este último tiempo de tratamiento una falla adhesiva para *Fe₂B* mientras que la fase *Fe₂B* falla de manera cohesiva.

Los registros de coeficiente de fricción y fuerza tangencial son correlacionados con la aparición de daño en las capas durante el rayado.



PERSPECTIVAS DE TRABAJO

Como perspectivas de trabajo, se plantea los siguientes puntos:

- Evaluar la adherencia del sistema capa/substrato en diferentes temperaturas de tratamiento (900°C y 1000°C) para establecer la influencia de la temperatura de tratamiento.
- Realizar la metodología propuesta en este trabajo en otros tipos de aceros borurados, grado herramienta, maquinaria y biomédico para establecer determinar la adherencia las capas en estos aceros.
- Disminuir o eliminar la fase FeB a través de postratamientos para evaluar la adherencia en una sola fase, Fe_2B .
- Realizar prueba de perfilometría en las zonas de delaminación de las indentaciones Rockwell C, para conocer el grado de desprendimiento de las capas de boruros.
- Realizar pruebas de dureza de rayado, ya sea en la superficie o sección transversal de las capas para conocer el comportamiento de esta propiedad.
- Realizar pruebas para conocer los esfuerzos residuales a través de las capas para determinar su influencia en las cargas críticas.



BIBLIOGRAFIA

- Allaoui, O, Bouaouadja, N, Saindernan, G. (2006), “Characterization of boronized layers on a XC38 steel”, Surface & Coatings Technology, 201, 3475-3482
- Askeland D, (2011), “Ciencia e Ingeniería de los Materiales” 6^a Edición, México, Thomson.
- ASM METALS HANDBOOK, VOL 4. Heat Treating
- Berg,G, Friedrich, C, Broszeit, E, Berger, C (1997) “Scratch test measurement of tribological hard coatings in practice”, Springer-Verlag, 358,281-285.
- Campos-Silva, I, Martinez-Trinidad, J, Doñu-Ruiz, M. A, Rodríguez-Castro, G, (2011), “Interfacial indentation test of FeB/Fe₂B coatings”, Surface & Coatings Technology, 206, 1809-1815.
- Campos-Silva, I, Ortiz-Dominguez, M, Lopez-Perrusquia, N, Meneses-Amador, A, Escobar-Galindo, R, Martinez-Trinidad, J, (2010), “Charaterization of AISI 4140 borided steels” Applied surface science, 256, 2372-2379.
- Doñu, M, 2010 *Tenacidad a la fractura interfacial aparente inducida por microindentación Vickers en un acero AISI 316 L endurecido por borurización*, Tesis de maestría, Seccion de estudios de posgrado e investigación ESIME Zacatenco, Instituto Politécnico Nacional.
- Fichtl, W, (1981) “Boronizing and its practical applications”, Materials in engineering, 2, 276-286.
- Fox-Rabinovich, G.S, Veldhuis, S.C, Scvortsiv, V.N, Shuster, L. Sh, Dosbaeva, G.K, Migranov, M.S (2004) “Elastic and Plastic work of indentation as a characteristic of wear behavior for cutting tools with nitride PVD coatings”, thin solid films, 469-470, 505-512.
- Garcia-Bustos, E, Figueroa-Guadarrama, M.A, Rodriguez-Castro, G.A, Gomez-Vargas, O.A, Gallardo-Hernandez, E.A, Campos-Silva, I (2013) “The wear resistance of boride layers measured by four-ball test”, Surface & Coatings Technology, 215, 241-246.



- Gómez, M, 2005 *Caracterización de las propiedades tribológicas de los recubrimientos duros*, Tesis doctoral, Departamento de física aplicada y óptica, Universidad de Barcelona.
- Heinke, W, Leyland, A, Matthews, A, Berg, G, Friedrich, C, Broszeit, E, (1995), “Evaluation of PVD nitride coatings, using impact, scratch and Rockwell-C adhesion tests”, *Thin Solid Films*, 270, 431-438.
- Hernández, E, 2011 *Propiedades mecánicas de aceros borurados AISI 1018 evaluadas por indentación a escala micro y nanométrica*, Tesis doctoral, Escuela superior de ingeniería mecánica y eléctrica, Instituto Politécnico Nacional.
- Lacombe, R, 2010 *Adhesion Measurement Methods Theory and Practice*, Taylor & Francis, 439p
- Lucca, D.A, Hermann, K, Klopstein, M.J, (2010) “Nanoindentacion: Measuring methods and applications”, *CIRP Annals-Manufacturing Technology*, 59. 803-819.
- Malzbender, J, den Toonder, J.M.J, Balkenende, A.R, de With, G (2001) “Measuring mechanical properties of coatings: a methodology applied to nano-particle-filled sol-gel coatings on glass”, *Materials Science and Engineering*, R36, 47-103.
- Marjolaine, K, 1999 *Adhesion characterization of hard ceramic coatings by the scratch test*, Thesis of master degree, Queen’s University at Kingston Ontario, Canada.
- Matuschka A Graf Von (1980), “Boronizing”, Carl Hanser Verlag. Munich, FRG.
- Ramírez, G, 2006 *Caracterización de grietas auto-afines en capas borurizadas para aceros estructurales AISI 1045*, Tesis de maestría, Sección de estudios de posgrado e investigación ESIME Zacatenco, Instituto Politécnico Nacional.
- Rodriguez-Castro, G, Campos-Silva, I, Martinez-Trinidad, J, Figueroa-Lopez, U, Melendez-Morales, D, Vargas-Hernandez, J, (2009), “Effect of Boriding on the Mechanical Properties of AISI 1045 Steel”, *Advanced Materials Research*, Vol.65, 63-68.
- Standard Test Method for Adhesion Strength and Mechanical Failure Modes of Ceramic Coatings by Quantitative Single Point Scratch Testing ASTM C1624-2005.



- Standard Test Method for Scratch Hardness of Materials Using a Diamond Stylus ASTM G 171-2003.
- Taktak, S, Tasgetiren, S, (2005), “Identification of Delamination Failure of Boride Layer on Common Cr-Based Steels”, Journal of Materials Engineering and Performance, 15, 570-574.
- V. Sista, O. Kahvecioglu, G. Kartal, Q.Z. Zeng, J.H. Kim, O.L. Eryilmaz, A. Erdemir, (2012), “Evaluation of electrochemical boriding of Inconel 600”, Surface & Coatings Technology, 215, 452-459.
- Vidakis, N, Antoniadis, A, Bilalis, N, (2003), “The VDI 3198 indentation test evaluation of a reliable qualitative control for layered compounds”, Journal of Materials Processing Technology, 143-144, 481-485.