CORPORACIÓN MEXICANA DE INVESTIGACIÓN EN MATERIALES

DIVISIÓN DE ESTUDIOS DE POSGRADO



EVALUACIÓN DEL COMPORTAMIENTO TRIBOLÓGICO DE RECUBRIMIENTOS NANOESTRUCTURADOS, APLICADOS POR MICRO-JOINING, EN ESPECÍMENES DE ACERO HARDOX 450

POR

RENÉ MOLINA LEDEZMA

MONOGRAFÍA

EN OPCIÓN COMO ESPECIALISTA EN TECNOLOGÍA DE LA SOLDADURA INDUSTRIAL

SALTILLO COAHUILA, MÉXICO,

**JULIO DE 2019** 

CORPORACIÓN MEXICANA DE INVESTIGACIÓN EN MATERIALES

DIVISIÓN DE ESTUDIOS DE POSGRADO



# EVALUACIÓN DEL COMPORTAMIENTO TRIBOLÓGICO DE RECUBRIMIENTOS NANOESTRUCTURADOS, APLICADOS POR MICRO-JOINING, EN ESPECÍMENES DE ACERO HARDOX 450.

POR

RENÉ MOLINA LEDEZMA

MONOGRAFÍA

EN OPCIÓN COMO ESPECIALISTA EN TECNOLOGÍA DE LA SOLDADURA INDUSTRIAL

SALTILLO COAHUILA, MÉXICO, ,

JULIO DE 2019

# Corporación Mexicana de Investigación en Materiales Gerencia de Desarrollo Humano División de Estudios de Posgrado

Los miembros del Comité Tutorial recomendamos que la monografía "EVALUACIÓN DEL COMPORTAMIENTO TRIBOLÓGICO DEL RECUBRIMIENTO NANOESTRUCTURADO EN ACERO HARDOX 450 APLICADO POR MICRO-JOINING", realizada por el alumno (a) RENÉ MOLINA LEDEZMA, con número de matrícula 18ES-242 sea aceptada para su defensa como Especialista en Tecnología de la Soldadura Industrial.

El Comité Tutorial

DRA. RITA MUÑOZ ARROYO Directora de tesis

DR. MELVYN ÁLVAREZ VERA Asesor DR. HÉCTOR MANUEL HERNÁNDEZ GARCÍA Asesor

Vo.Bo. DR. PEDRO PÉREZ VILLANUEVA Coordinador de Posgrado

# Corporación Mexicana de Investigación en Materiales Gerencia de Desarrollo Humano División de Estudios de Posgrado

Los abajo firmantes, miembros del Jurado del Examen de especialización del alumno RENÉ MOLINA LEDEZMA, una vez leída y revisada la monografía titulada "EVALUACIÓN DEL COMPORTAMIENTO TRIBOLÓGICO DEL RECUBRIMIENTO NANOESTRUCTURADO EN ACERO HARDOX 450 APLICADO POR MICRO-JOINING", aceptamos que la referida monografía revisada y corregida, sea presentada por el alumno para aspirar al grado de Especialista en Tecnología de la Soldadura Industrial durante la defensa de la monografía correspondiente.

Y para que así conste firmamos la presente a los 16 días de julio del año 2019.

Dr. JOSE ALONSO DIAZ GUILLEN Presidente Dr. JOSE JORGE RUIZ MONDRAGON Secretario

Dra. RITA MUÑOZ ARROYO Vocal

## AGRADECIMIENTOS

Agradezco a la Corporación Mexicana de Investigación en Materiales S.A. de C.V. por la confianza y oportunidad cedida, durante el transcurso de mi desarrollo dentro de la especialización.

A CONACYT por el soporte económico brindado a lo largo de la especialidad.

A todos los que me apoyaron a lo largo del camino.

#### DEDICATORIA

A mi señor mi DIOS, por estar a mi lado en cada una de las tribulaciones que surgieron en el trayecto, por brindarme la fuerza y sapiensa necesaria para hacer frente a cualquier obstáculo. A mi familia (los que están y los que se fueron, pero siguen ahí), por brindarme su apoyo en todas las facetas posibles, a pesar de desquitar mis frustraciones con ellos, a mis amigos, que estuvieron en todo momento para ayudarme a sacar a flote este trabajo.

# TABLA DE CONTENIDO

SÍNTESIS
CAPÍTULO 1 INTRODUCCIÓN 3
1.1 Antecedentes
1.2 Planteamiento del problema 4
1.3 Objetivo general y específicos5
1.3.1 Objetivo general 5
1.3.2 Objetivos específicos5
1.4 Justificación del proyecto6
1.5 Aportación científica, tecnológica e industrial6
1.6 Alcance y delimitaciones 6
CAPÍTULO II MARCO TEÓRICO
2.1 Acero hardox
2.1.2 Acero hardox 450 8
2.2 Proceso sol-gel
2.3 Micro-soldadura láser 11
2.3.1 Micro-soldadura de punto 11
2.3.2 Micro-soldadura por puntos espaciados 12
2.3.3 Micro-soldadura continua 13
2.3.3 Micro-soldadura continua
2.3.3 Micro-soldadura continua
<ul> <li>2.3.3 Micro-soldadura continua</li></ul>

2.5 Principios del recubrimiento mediante micro-soldadura láser	. 16
2.6 Características del proceso de recubrimiento por láser	. 18
2.7 Fuentes láser de Nd: YAG	. 19
2.8 Parámetros de calidad	. 20
2.9 Imperfecciones	. 20
2.10 Caracterización tribológica de superficies	. 24
2.11 Ensayo de desgaste Pin on disk	. 25
CAPÍTULO III CASO DE ESTUDIO	. 28
3.1 Desarrollo experimental	. 28
3.1.1 Materias primas y equipos	. 28
3.1.2 Limpieza superficial de las muestras y preparación de la película xerogel	a de . 29
3.1.3 Proceso de formación del recubrimiento por micro-joining	. 30
3.1.4 Determinación de la dilución	. 31
3.1.5 Caracterización microestructural	. 32
3.1.6 Evaluación elástica superficial	. 32
3.1.7 Parámetros de ensayo de desgaste pin on disk, sobre recubrimien metal base, acorde a la norma ASTM G99-17	ito y . 33
CAPÍTULO IV RESULTADOS Y DISCUSIONES	. 34
4.1 ACERO 1110 GRADO 100	. 35
4.1.1 Cubierta de xerogel con metal de aporte rico en Ni	. 35
4.1.2 Análisis de los parámetros empleados en pruebas preliminares	. 38
4.1.3 Análisis del recubrimiento	. 39
4.1.4 Análisis microestructural	. 43
4.2 Hardox 450	. 44

4.2.3 Análisis del recubrimiento sobre superficie de acero hardox 450,
producido mediante micro-joining 47
4.2.4 Análisis microestructural 51
4.3. Evaluación mecánica del recubrimiento frente al metal base 53
4.4 Evaluación tribológica del recubrimiento con respecto al metal base 53
CAPÍTULO V CONCLUSIONES
REFERENCIAS
LISTA DE FIGURAS
LISTA DE TABLAS

# SÍNTESIS

En este trabajo monográfico, se analiza el estado del arte sobre la aplicación y los parámetros del proceso micro-joining para obtener recubrimientos sobre superficies de acero hardox 450, con el fin de rehabilitarlo, ya que estos aceros están constantemente bajo fricción debido al transporte del material y en la habilitación de las uñas de palas mecánicas para las etapas de escarbar los suelos, principalmente. Asimismo, se llevó a cabo una revisión bibliográfica acerca del proceso sol-gel para obtener un xerogel rico en níquel, que al ser reforzado con material de aporte con Stellite 6, funcione como recubrimiento de alta resistencia al desgaste. Finalmente, se realizó un caso de estudio para recubrir superficies mediante el proceso micro-joining el cual se describe posteriormente. Es necesario recalcar que no existe información relacionada con dicho tópico. No obstante, la literatura alude al empleo de duraciones de pulsos iguales o mayores a los 12 ms, con la finalidad de garantizar que al instante de generar un punto mediante micro-joining, esté último se encuentre completamente frío al momento de depositar el subsecuente, reduciendo así, el riesgo de agrietamiento por acción de esfuerzos residuales.

Con respecto al caso de estudio. Se efectuaron pruebas preliminares en base a parámetros reportados en la literatura y basados en las capacidades del equipo, sobre una muestra de acero hardox 450 de 4x4x1.25 cm, empleando una potencia de haz de 150 W, una duración de pulso de 12 ms, repetición de pulso igual a 1, así como tres valores distintos para la velocidad de avance de 1.5, 1 y 0.5 mm/s, siendo la última cifra, a la cual se obtuvo el cordón formado de puntos traslapados. Una vez delimitados los parámetros a emplear, se produjo sobre una muestra de acero hardox 450, previamente preparada, un xerogel rico en Ni-Co, mediante la técnica de sol-gel por inmersión orgánica, empleando una solución de etilenglicol-Ni (1:1) a 110° por 48 horas. Obtenido el xerogel, se procedió a la generación del recubrimiento mediante micro-joining. Los resultados obtenidos, muestran que el recubrimiento producido presentó heterogeneidades, presentando un patrón semicircular, con anchos y penetración del 264.7 µm y 37.54 µm respectivamente con una dilución del 39% en comparación a las cifras obtenidas durante las pruebas preliminares, en donde se obtuvieron valores de ancho y penetración del orden de 6564 µm y 1408.5 µm respectivamente, esta variación puede ser asociada al decremento de potencia del haz láser por acción de dispersión como sugiere la literatura.

El recubrimiento presentó una microestructura fina rica en níquel. Sin cambio microestructural perceptible, en la zona afectada por el calor y el metal base (martensitico). A su vez, los valores obtenidos mediante nanoindentación, de módulo elástico y microdureza en el recubrimiento fueron de 632.12 GPa y 815 HV, en contraste con los propios del metal base, 303.54 GPa y 552.1 HV. Por otro lado, los resultados del ensayo de desgaste pin on disk, señalan que el metal base experimento una pérdida volumétrica de 0.169 mm<sup>3</sup>, el metal base con refusión presento un desgaste de 0.0819 mm<sup>3</sup> en comparación al recubrimiento con refusión la cual fue de 0.07030 mm<sup>3</sup>. En base a lo anterior, se observa que la refusión aporta en mayor medida el incremento al desgaste sin embargo la deposición del xerogel contribuyo a un 14% adicional en la resistencia al desgaste.

Analizando las marcas encontradas en el desgaste se pudo identificar 2 mecanismos, en el metal base presentó desgaste plástico mientras que los componentes con refusión y xerogel presentaron desgaste adhesivo.

**Campo específico:** Recubrimientos nanoestructurados base níquel por microjoining para incrementar propiedades tribológicas y mecánicas en componentes de acero hardox 450.

**Palabras clave:** Recubrimientos nanoestructurados, micro-joining, acero hardox 450, xerogel.

# **CAPÍTULO 1**

# INTRODUCCIÓN

#### 1.1 Antecedentes

Diversos son los factores que pueden impactar de manera negativa en el desempeño y vida útil de los componentes, los cuales van desde errores de diseño, mala fabricación, presencia de defectos en el material, desgaste y deformación plástica. Ante la problemática que representa el deterioro del herramental, se han planteado numerosas soluciones, de las cuales, la soldadura se ha hecho destacar, por su versatilidad y basto espectro de beneficios. No obstante, los métodos tradicionales de soldadura poseen aspectos un tanto negativos, por mencionar algunos; la cantidad de energía en forma de calor transferida al cuerpo a reparar, alta dilución, deformación por efecto de calor, entre otros. Es por dichas razones, que en la actualidad se esté apostando fuerte por procesos que solucionen tal afección, como es el caso de la soldadura láser.

La soldadura láser se ha convertido en objeto de investigación en los últimos años, dando paso a procesos novedosos que solventen la fabricación en masa, así como uniones de gran precisión. Esta tecnología proporciona la mayor flexibilidad en geometría de soldadura con un tiempo de soldadura mínimo, así como nuevas posibilidades en el uso de materiales adaptados a la aplicación. La viabilidad de unir diferentes partes e incluso diferentes metales, mediante un proceso sin contacto. Así como el lograr una baja distorsión de los componentes.

La generación de revestimientos mediante láser consiste en un proceso en el cual el láser produce la fusión de la aleación a depositar en una determinada superficie. Partiendo de una aplicación en específico, se puede seleccionar la aleación a emplear, ya sea que se requieran cualidades tales como resistencia a la corrosión u oxidación, desgaste, entre otras. La fusión y solidificación del material de aporte y parte del substrato deberán poseer una unión metalúrgica resistente, con la finalidad de proveer una adecuada vida útil del revestimiento, así como el reducir al mínimo la posible pérdida de revestimiento por acción de la delaminación.

Existen diferentes tipos de revestimientos; metálicos: de los cuáles los más empleados son las aleaciones de hierro, cobalto y níquel, o compuestos: refuerzo de zirconia en matriz metálica. Las cualidades del láser a usar, estarán en función de aspectos tales como: tipo de substrato a revestir, especificaciones del revestimiento a generar y, de la geometría de la pieza a revestir. Para revestimientos de secciones y espesores grandes, se emplean comúnmente los láseres de CO<sub>2</sub>, siempre y cuando la geometría de la pieza a recubrir sea regular. Por otra parte, en componentes cuyas geometrías sean de alta complejidad y requieran de revestimientos de espesores de algunos micrómetros, se emplea el láser de diodo acoplado en robot, o láser Nd: YAG por fibra óptica.

#### 1.2 Planteamiento del problema

Los procesos empleados en el presente, para la modificación superficial de un determinado componente, poseen aspectos adversos, dígase deformación por acción del calor de entrada, cambio de microestructura, así como la imposibilidad

de alcanzar o adaptarse a geometrías complejas o espacios reducidos. De lo expuesto nace la necesidad de buscar opciones que minimicen dichos problemas.

# 1.3 Objetivo general y específicos

# 1.3.1 Objetivo general

Recopilar información relacionada sobre deposición de recubrimientos en aceros Hardox 450 por medio de micro-joining.

# 1.3.2 Objetivos específicos

- Recopilar información sobre los recubrimientos producidos por microjoining.
- Correlacionar los parámetros del crecimiento de recubrimientos por microjoining sobre substratos de acero, así como conocer las características metalúrgicas del mismo.
- Realizar un caso de estudio sobre la resistencia al desgaste de muestras sin y con recubrimientos por la técnica micro-joining.

#### 1.4 Justificación del proyecto

Los componentes de las palas mecánicas son generalmente manufacturados de aceros hardox y, se emplean por su alta tenacidad y resistencia mecánica en la industria minera o de la construcción. Estos aceros están constantemente bajo fricción debido al transporte del material y en las etapas de escarbar los suelos, principalmente. Obviamente, que durante este proceso los componentes de la pala están bajo impacto y fricción, en consecuencia, la vida útil del componente tiene desgaste superficial por fricción. En este sentido, existen dos formas inmediatas para solucionar este problema: 1) reemplazo total del componente que implica un alto costo y 2) rehabilitarlo mediante procesos que dependen del tamaño, condición metalúrgica, defecto y volumen del componente. Por lo tanto, en este trabajo monográfico, se requiere analizar el estado del arte sobre la aplicación y los parámetros del proceso de micro-joining para obtener recubrimientos en componentes de acero hardox 450, que sean factibles de depositar un recubrimiento de alta propiedad tribológica para rehabilitarlo.

#### 1.5 Aportación científica, tecnológica e industrial

Se aportará información concerniente al efecto de la formación de xerogeles ricos en Ni sobre superficies de acero hardox 450 y la consecuente modificación superficial de estos mediante el proceso de micro-joining, sobre la resistencia al desgaste en aceros hardox.

#### 1.6 Alcance y delimitaciones

Con fines comparativos, el presente trabajo abordará la formación de una película orgáno-metálica sobre la superficie del acero hardox 450 y 1110 grado 100 mediante el método de sol-gel por inmersión orgánico, con el fin de nanoestructurar el recubrimiento. Se empleará el proceso micro-joining para recubrir piezas pequeñas mediante los parámetros sugeridos en la literatura y pruebas en el caso de estudio empleando el proceso "micro-joining". Asimismo, se evaluará las propiedades elásticas, microdurezas y de desgaste de las muestras sin y con recubrimiento.

# **CAPÍTULO II**

# **MARCO TEÓRICO**

#### 2.1 Acero hardox

El acero hardox es un acero de baja aleación, martensítico, que combina propiedades tales como resistencia, dureza y tenacidad, dando como resultado un acero de alta resistencia al desgaste, soldabilidad, buena ductilidad y maquinabilidad. Dichas características se traducen en ahorro de material y una mayor vida útil en paralelo al acero común. Sumado a lo anterior, cabe resaltar otra ventaja del acero hardox, ya que este se recicla, una vez concluido su ciclo útil, para la obtención de materiales resistentes. En contraste con lo anterior, la única desventaja del acero de la serie hardox, es su baja resistencia a la corrosión [1]. El acero hardox difiere según la especie y el espesor de la placa, el contenido de carbono y los elementos de aleación (Ni, Mn, Cr, Mo, B). En la Tabla 2.1 se muestra la clasificación del acero hardox [2].

			Composición Química %e.p.								
Hardox Serie	Dureza (HB)	Espesor (mm)									
Serie			С	Mn	Si	Р	S	Cr	Ni	Мо	В
Hi-Tuf	310-370	40-70	0.20	1.60	0.60	0.050	0.020	0.70	2.00	0.70	0.005
400	370-430	3-130	0.32	1.60	0.70	0.025	0.010	1.40	1.50	0.60	0.004
450	425-475	3-130	0.26	1.60	0.70	0.025	0.010	1.40	1.50	0.60	0.005
500	470-530	4-32	<u>32</u> 0.30 103	0.30 1.60	0.70	0.020	0.010	1.50	1.50	0.60	0.005
500	450-540	32-103									
550	525–575	10-50	0.37	1.30	0.50	0.020	0.010	1.40	1.40	0.60	0.004
600	600-650	8-51	0.47	1.00	0.70	0.015	0.010	1.20	2.50	0.70	0.005
Extreme	650-700	8-19	0.47	1.40	0.50	0.015	0.010	1.20	2.50	0.80	0.004

Tabla 2.1. Clasificación del acero hardox [3].

## 2.1.2 Acero hardox 450

El acero hardox 450 es ampliamente usado en la industria, como materia prima para componentes de excavadoras, contenedores, tracto-camiones, tolvas para tamices o trituradoras. Este acero presenta hasta un 50% más de vida útil respecto al acero hardox 400. Se ha observado que tal durabilidad está sujeta al entorno de trabajo del componente, ya que, en contacto con materiales abrasivos como el basalto, el incremento de vida útil oscila en un rango de entre 3-45%, mientras que, en contacto con granito, tal diferencia se hace más notable, situándose en un rango de un 75-80% más de duración en comparación al hardox 400 [4]. Las propiedades mecánicas en estado de entrega dependerán del espesor de la placa [5].

#### 2.2 Proceso sol-gel

El proceso sol-gel es muy versátil al momento de producir recubrimientos híbridos. Tal proceso es clasificado como tecnología verde, por el hecho de implementar el uso de compuestos que no contaminan la composición final del producto a obtener, es libre de residuos, lo que excluye una etapa de lavado, y la temperatura a la cual se lleva a cabo el proceso es generalmente baja [6]. Adicionalmente, materiales con una alta porosidad específica y área específica

se obtienen fácilmente mediante el método sol-gel, el cual también permite la incorporación de varias sustancias adicionales, como inhibidores de la corrosión. Las temperaturas bajas de sintetización minimizan la volatilización y degradación de las especies atrapadas [7]. Debido a que los precursores químicos son predominantemente en estado líquido, es factible la obtención de recubrimientos de pequeño espesor en geometrías complejas, sin la necesidad de fusión o maquinado. Hay varias técnicas estándar para la deposición de recubrimientos sobre substratos metálicos, incluyendo la deposición física de vapor, química, electrolítica, mediante plasma y el proceso sol-gel [8].

El primer paso para implementar una síntesis mediante el proceso sol-gel, es la selección de los compuestos químicos, conocidos como precursores, los cuales serán mezclados para la obtención de un sol. El termino sol se refiere a una suspensión estable de partículas coloidales en un líquido [9]. El primer paso consiste en una transformación química típica para la formación de un sol de partículas coloidales o una solución de oligomeros (pequeños polímeros). Ya que el sol se encuentra en estado líquido, es viable el verterlo en un molde, o aplicarlo sobre un sustrato metálico, mediante varias técnicas de formado, por ejemplo, proyección, inmersión o centrifugado, expuestas en la Figura 2.1. Debido a que el sol es una solución relativamente estable, es factible el almacenarla previo a su empleo.



Figura 2.1 Visión general de la generación de recubrimientos mediante el proceso sol-gel

Para lograr la gelación, la transformación química de sol a gel deberá llevarse a cabo para la obtención de una forma de red interconectada, limitada solo por los límites del reactor y por la masa de los reactivos. El secado es otro paso fundamental en el proceso sol-gel. En muchas estancias, el secar el gel requerirá de un post-tratamiento térmico para densificar [10]. El proceso sol gel permite incorporar cualquier componente, que provean de funcionalidades complementarias al material a recubrir.

Existen dos métodos principales para la preparación de recubrimientos solgel: inorgánico y orgánico. El primero de estos involucra la evolución de redes a través de la formación de una suspensión coloidal (comúnmente óxidos metálicos) y la gelación del sol (una suspensión coloidal de partículas muy pequeñas que van de 1 a 100 nm) para formar una red en una fase líquida continua [6]. El método orgánico es el más común para la generación de recubrimientos vía sol-gel, comienza con una solución monomerica de un metal o alcóxido metálico M(OR)<sub>n</sub> en alcohol o cualquier otro solvente orgánico de bajo peso molecular. M representa la red metálica, y R es típicamente el grupo correspondiente al solvente orgánico empleado [11].

#### 2.3 Micro-soldadura láser

La micro-soldadura por rayo láser es una tecnología de fabricación versátil y flexible, que se ha abierto camino en varias aplicaciones industriales. Ya que el proceso de micro-soldadura láser se ha convertido en una tecnología de fabricación estándar para productos pequeños. En la industria relojera, las ruedas dentadas de los mandos ya no se unirán en un proceso de ajuste a presión, sino mediante micro-soldadura láser [12].

La micro-soldadura láser es un proceso sin contacto. La duración del proceso es más corta que las técnicas comparables. Ya que las uniones se finalizan en unos pocos milisegundos, mientras que el tiempo del ciclo completo es determinado por la carga y descarga de los componentes a unir, así como por las especificaciones de la fuente del equipo láser [12].

Una de las principales ventajas de la soldadura con rayo láser es su versatilidad: libertad en cuestión de geometrías de la pieza, combinaciones de materiales gracias al control de la entrada de energía, intensidad y potencia. En la microtecnología se aplican tres métodos diferentes de unión: soldadura por puntos, soldadura por puntos espaciados para crear líneas y soldadura continua de costuras [12].

#### 2.3.1 Micro-soldadura de punto

La soldadura de punto se aplicará si solo se necesitan pequeñas secciones transversales de conexión o si el espacio disponible no es suficiente para uniones de soldadura alargadas. El diámetro del punto oscila de 100 a 800 µm,

dependiendo del diámetro del haz, el material y la potencia del láser. Las duraciones típicas de pulsos oscilan entre 1 y 15 ms. El proceso de soldadura de punto se divide en cuatro fases: calentamiento, fusión, dinámica de flujo de fusión y enfriamiento. Dependiendo de la potencia empleada se puede presentar la evaporación. Mediante la formación de pulsos la potencia es adaptada a cada una de las fases mencionadas [12]. En la Figura 2.2a se muestra una forma típica de pulso empleado en el proceso de micro-soldadura de punto, mientras que en la Figura 2.2b se expone el esquema correspondiente del proceso de micro-soldadura de punto.



**Figura 2.2.** a)Forma típica de pulso propio al proceso de micro-soldadura de punto, b) Esquema de micro-soldadura de punto.

#### 2.3.2 Micro-soldadura por puntos espaciados

La soldadura por puntos espaciados se realiza colocando múltiples soldaduras de punto en un determinado solapamiento para lograr una soldadura de costura. La longitud de la costura es escalable, pero la entrada de calor es muy alta porque para cada punto se experimenta cada una de las fases del proceso de soldadura de punto. Esto puede conducir a la distorsión o al daño térmico de las piezas [12]. Los parámetros más importantes del proceso junto a la potencia del pulso y la duración del mismo son: la frecuencia de repetición del pulso y la velocidad de alimentación. Los dos últimos determinan, junto con el diámetro del punto, la superposición de dos puntos consecutivos, que

generalmente está en el rango del 60% [12]. En la Figura 2.3 se muestra el esquema correspondiente del proceso de micro-soldadura por puntos espaciados.





# 2.3.3 Micro-soldadura continua

Los láseres de emisión continua rara vez se emplean en microtecnología para realizar uniones de soldadura debido al gran diámetro del haz. Hasta el momento, la soldadura con láser continuo se ha utilizado solo para juntas más largas y para piezas de gran volumen. Se requiere una potencia láser mayor a los 500 W, y una velocidad de procesamiento por arriba de 5m/min, para la soldadura con láser cw. Las fuentes de láser continuo, requieren de una inversión inicial mucho más grande en comparación a las fuentes de láser pulsado. A pesar de tal aspecto, la calidad de las uniones obtenidas por soldadura láser continua (cw), poseen un acabado superficial liso y una microestructura optimizada casi por completo, libre de poros [12]. En la Figura 2.4 se muestra el esquema correspondiente del proceso de micro-soldadura continua.



Figura 2.4. Esquema de micro-soldadura continua.

## 2.4 Modos de soldadura

La soldadura láser de metales generalmente se clasifica en los modos de soldadura por conducción, transitoria y penetración profunda (Keyhole) [15]. El modo presente depende de la densidad de potencia del rayo láser enfocado en la superficie de trabajo y la distribución de temperatura desarrollada [16].

# 2.4.1 Soldadura de conducción

En la soldadura por láser de un material a bajas densidades de potencia, el interior se calienta mediante conducción térmica desde la superficie de trabajo como se muestra en la Figura 2.5. La soldadura por conducción tiene la ventaja de ser reproducible y proporcionar una alta calidad de superficie, ya que el proceso de soldadura es muy estable. La morfología transversal es semicircular, con una relación de aspecto (profundidad / anchura) inferior o igual a 0.5, relación típica para la transferencia de calor solo por conducción



Figura 2.5. Modo de conducción.

## 2.4.2 Soldadura transitoria

Cuando la densidad de potencia del punto de haz enfocado aumenta lo suficiente como para calentar la superficie de trabajo a temperaturas donde comienza a producirse una evaporación apreciable del material, la superficie de la zona fundida se deprime por la presión de retroceso del vapor. Esta depresión da como resultado una cavidad poco profunda. Como la superficie de esta cavidad está debajo de la superficie original del material, ahora se puede decir que el láser de "fuente de calor de superficie" calienta el interior de metal, como se muestra en la Figura 2.6. La cuenta resultante ya no es conducción,



Figura 2.6. Modo transitorio.

#### 2.4.3 Soldadura de penetración profunda (Keyhole)

En la soldadura de penetración profunda, la superficie metálica se calienta por el punto del láser enfocado a una temperatura en la que la evaporación de la superficie crea una fuerza de retroceso suficiente para deprimir la superficie fundida en una cavidad (el ojo de la cerradura), como se muestra en la Figura 2.7.



Figura 2.7. Modo de penetración profunda (Keyhole).

# 2.5 Principios del recubrimiento mediante micro-soldadura láser

El objetivo del recubrimiento por medio de micro-soldadura láser es fundir una capa fina de substrato junto con la mayor cantidad posible de aleación. Durante el proceso de soldadura, una fase líquida es causada por la fusión de una aleación de soldadura o por procesos de difusión dentro de la capa intermedia. Uno de los requisitos más importantes del proceso es un contacto directo, libre de óxido y libre de contaminación entre las superficies metálicas de los socios de unión y la aleación de soldadura. Previo a la operación de unión, las superficies deben limpiarse para eliminar óxidos y películas orgánicas. El empleo de fundentes disminuye el número de operaciones de limpieza. Sin embargo, existen algunas restricciones asociadas con el uso de fundentes, por ejemplo, los residuos que dejan atrás, a menudo son corrosivos y de difícil remoción [13].

Normalmente, debe haber tiempo suficiente para que los componentes del revestimiento fundido se homogeneicen antes de que solidifique. Una excepción ocurre cuando la alimentación de la aleación contiene una fase de refuerzo, cuando el objetivo es producir un compuesto de matriz metálica reforzada con partículas en la superficie. La vaporización es indeseable, ya que se pierden adiciones aleantes costosas. La adición de la aleación puede introducirse antes del procesamiento por láser (predeposición) o durante el procesamiento (deposición). Si la aleación esta pre-depositada, el frente de fusión se mueve rápidamente a través de la adición hasta que alcanza la interfaz con el substrato. Una pequeña parte del substrato se derrite y diluye la aleación. El substrato actúa como sumidero térmico eficiente, lo que provoca una solidificación rápida. Si la aleación es depositada en paralelo con el haz del láser, este fundirá

simultáneamente a la aleación, así como al substrato [14]. Ambas configuraciones se muestran en Figura 2.8a, y la Figura 2.8b, respectivamente.



Figura 2.8 Configuraciones de deposición de polvo, a) Pre-deposición,b) Co-deposición.

Durante la fusión del substrato y la adición de la aleación, se generan gradientes de temperatura pronunciados entre el borde delantero del grupo fundido y su centro. Dado que la tensión superficial depende de la temperatura, se crean gradientes en la tensión superficial, que conducen el flujo de fluido (flujo

de maragoni). Esto, en combinación con el flujo de fluido convectivo, agita el conjunto fundido y homogeniza la composición del revestimiento [14].

La unión metalúrgica entre el revestimiento y el substrato facilita la transferencia rápida de energía al substrato, que actúa como un disipador de calor efectivo. Por lo tanto, se forma una zona afectada por el calor (HAZ) debajo del revestimiento. Los efectos de las transformaciones de estado sólido en el substrato sobre sus propiedades son importantes para determinar la integridad de la interfaz de revestimiento-substrato: Las grandes diferencias en el coeficiente de expansión térmica, por ejemplo, pueden causar agrietamiento en la interfaz. Los gradientes térmicos en el revestimiento y el substrato inducen tensiones residuales, de tracción o compresión [14].

#### 2.6 Características del proceso de recubrimiento por láser

Altas velocidades de solidificación y enfriamiento dan como resultado microestructuras finas, que otorgan propiedades de desgaste y corrosión superiores a las propias de las microestructuras de morfología gruesa. También se propicia la formación de fases metaestables beneficiosas y una solubilidad sólida extendida, que también mejora las propiedades. Sin embargo, las altas tasas de enfriamiento aumentan la sensibilidad del revestimiento y la zona afectada por el calor al agrietamiento, y pueden ser necesarias precauciones tales con precalentamiento. Las regiones discretas de las superficies se pueden tratar porque el haz se puede entregar con precisión. El uso de elementos de aleación costosos se puede minimizar ya que solo se usan en regiones superficiales, en vez de todo el largo del volumen total. El ancho máximo de revestimiento está limitado por la densidad de potencia requerida para la fusión. El proceso puede usarse tanto para construir revestimientos como para agregar material a ubicaciones específicas, que pueden aplicarse fácilmente en reparación. El láser puede manipularse de manera sencilla, rápida y flexible. Por lo que el proceso es susceptible de automatización. El rayo puede dirigirse a ubicaciones inaccesibles, ya sea empleando espejos o fibra óptica [15]. Existen cuatro tipos de fuentes de láser para aplicaciones de soldadura, las cuales se muestran en la Tabla 2.2.

	Láser de Diodo	Láser por Fibra	Láser ND:YAG	Láser CO₂
Dimensión (radio)	1	1	100	1000
Eficiencia Electro- óptica	40-50%	30%	3-17%	10-15%
Emisión de Longitud de Onda	800-1000 nm	1030-1090 nm	1064 nm	10,600 nm
Mantenimiento	>100,000 h	>100,000 h	>100,000 h	>100,000 h
Inversión/Poder	10-50 €/W	10-50 €/W	10-50 €/W	10-50 €/W
Guía de Haz (Fibra Óptica)	si	si	si	no

Tabla 2.2 Comparación de diferentes fuentes de láser para la soldadura con rayoláser [12].

Para lograr una unión de soldadura adecuada con un tiempo de irradiación reducido, se debe aumentar la potencia del láser. Para evitar el peligro de sobrecalentamiento, la potencia del láser debe limitarse y controlarse [12].

# 2.7 Fuentes láser de Nd: YAG

La fuente de láser más utilizada es un láser de Nd: YAG bombeado por bombillas de impulsos a una longitud de onda de ¼ 1064 nm con una baja absorción en casi todo el material. Los datos típicos de las fuentes de láser disponibles en el mercado se enumeran en la Tabla 2.3.

		LÁSER Nd:YAG	LÁSER CO <sub>2</sub>
Pulso	(kW)	1-7	-
Energía de pulso	(J)	1-50	-
Duración de pulso	(ms)	0.1-20	Cw

Tabla 2.3 Especificaciones típicas de fuentes de láser pulsado Nd: YAG [12].

Los láseres Nd: YAG bombeados por lámparas de destello ofrecen algunas ventajas en comparación con los láseres Nd: YAG cw de emisión continua, que incluyen:

- potencia de pulso máxima alta a potencia media moderada,
- Mejor calidad de haz
- Costos de inversión asequibles

La dispersión es más importante en longitudes de onda más cortas, ya que la dispersión de Rayleigh es proporcional a la cuarta potencia inversa de la longitud de onda del rayo láser [16]. Debido a que el vapor de metal se condensa en partículas (que actúan como sitios de dispersión), la potencia significativa del láser se pierde por dispersión. En la soldadura en Nd: YAG y las longitudes de onda del láser de diodo, la dispersión se vuelve especialmente significativa [16].

#### 2.8 Parámetros de calidad

Las especificaciones estándar para los procedimientos de revestimiento aún no se han desarrollado. Por lo tanto, las delimitaciones de procesamiento del proceso de recubrimiento láser generan su propia especificación de procedimiento (CPS), que contiene los parámetros relevantes y los rangos permitidos que se utilizarán. Un CPS puede cubrir una gama especifica de materiales de substrato y aleación. Los criterios de aceptación en forma de imperfecciones tolerables, son especificados por el usuario final [17].

#### 2.9 Imperfecciones

A continuación se explica a detalle las imperfecciones resultantes durante la producción del recubrimiento, es decir, el agrietamiento, la porosidad, la dilución, la expulsión de metal fundido y las salpicaduras.

#### Agrietamiento

El agrietamiento en la capa revestida solidificada es un problema común debido a que las adiciones de material de aporte se solidifican para producir un recubrimiento de alta dureza, con partículas duras que actúan como agentes de estiramiento. Las grietas se originan de tensiones térmicas que se desarrollan debido a los altos gradientes térmicos presentes durante el enfriamiento. La expansión térmica diferencial del revestimiento solidificado y el substrato también puede causar agrietamiento, así como la delaminación del revestimiento del substrato [17]. En la Figura 2.9 se observa agrietamiento en la sección transversal de un recubrimiento producido vía micro-joining [16].



Figura 2.9. Agrietamiento en recubrimiento producido vía micro-joining.

#### Porosidad

La porosidad en el revestimiento tiene múltiples orígenes. La porosidad fina es resultado de la desgasificación a medida que el revestimiento se solidifica. La porosidad gruesa depende de la geometría de la solidificación del revestimiento: las regiones externas se solidifican primero, encerrando bolsas de gas en el centro. La agitación del revestimiento reduce dicha porosidad. La interfaz entre el revestimiento y el substrato también es una fuente de porosidad, causada por la contaminación de la superficie del substrato, que influye en la capacidad de humectación del revestimiento fundido, y puede dar como resultado la vaporización de compuestos orgánicos volátiles. El substrato debe limpiarse completamente y desengrasarse para eliminar dichas imperfecciones [17]. En la Figura 2.10 se observan poros en la zona de fusión, perteneciente a un recubrimiento producido vía micro-joining [16].



Figura 2.10. Porosidad presente en zona de fusión de recubrimiento.

### Dilución

Se debe fundir una pequeña porción de substrato para generar un enlace metalúrgico fuerte. No obstante, el substrato fundido se mezcla con el revestimiento líquido por convección, diluyendo efectivamente la composición del revestimiento [17]. En la Figura 2.11 se observa exceso de dilución en recubrimiento producido por micro-joining [16].



Figura 2.11. Exceso de dilución en recubrimiento producido por micro-joining.

### Expulsión de metal fundido

En la Figura 2.12 se observa expulsión de metal fundido, en spot, producido por micro-joining, proveniente de la zona de fusión, propiciado por una pendiente excesiva de pulso [16].



Figura 2.12. Expulsión de metal fundido en spot.

## Salpicaduras

Salpicaduras generadas en la zona de fusión, las cuales son proporcionales a la cantidad de energía presente durante el proceso de soldadura. En la Figura 2.13 se observa salpicaduras en un spot producido por micro-joining [16].



Figura 2.13. Spot con presencia de salpicaduras.

## 2.10 Caracterización tribológica de superficies

Desde tiempo atrás se ha llevado a cabo mucha investigación a todos los niveles (desde investigadores hasta industria) se han preocupado por optimizar y mejorar las propiedades tribológicas sobre todo en aplicaciones de ingeniería de superficies. El desgaste (proceso tribológico) se produce cuando dos superficies están en contacto y ambas o alguna de ellas se mueve una con respecto a la otra como se esquematiza en la Figura 2.16 [17]. Estudios de tribología revelan que incluso una reducción de 15-20% en el desgaste/fricción reduce significativamente los costos económicos en relación con los beneficios ambientales.



Superficie blanda

**Figura 2.16.** Esquemas de dos formas de desgaste abrasivo: a) una superficie áspera y dura deslizando sobre una superficie más blanda y b) partículas abrasivas libres atrapadas sobre las superficies.

Existen sistemas de tribología que pueden presentar un coeficiente de fricción muy bajo, alta resistencia al desgaste y altas propiedades mecánicas. La aplicación de recubrimientos es una de las rutas más utilizadas para adaptar la morfología de la superficie, el rendimiento de desgaste, la adherencia y la resistencia a la fatiga del material del sustrato sin alterar las propiedades de volumen del sustrato [18].

# 2.11 Ensayo de desgaste Pin on disk

Es un ensayo empleado para evaluar el comportamiento de desgaste de los materiales. Su correlación con una aplicación depende del grado de simulación que los parámetros de prueba tienen con los de la aplicación [19]. La configuración básica se muestra en la Figura 2.14.



Figura 2.14. Configuración básica empleada en el ensayo de desgaste pin on disk (ASTM G99).

Dicha prueba consiste en presionar un pin con punta redondeada o de extremo plano contra un disco plano. El movimiento relativo entre ambos es tal que se genera una trayectoria de desgaste circunferencial en la superficie del disco. Los parámetros de prueba varían, respecto a las condiciones que se desean recrear. La norma ASTM G99, especifica el uso de un pin redondeado, por otra parte, no define valores específicos para los parámetros, pero permite que el usuario los seleccione para simular una aplicación. Los parámetros que pueden variar incluyen el tamaño y la forma del pin, carga, velocidad y material. La prueba no debe detenerse para mediciones de desgaste intermedio y reiniciarse debido a posibles problemas con la alineación, la perturbación de los residuos y las películas de superficie y la introducción de contaminación [17]. Con pines de extremo plano, una preocupación adicional es la alineación inicial. En tal caso, es necesario permitir que las muestras se desgasten (para que se logre un contacto uniforme) antes de poder obtener datos útiles. Esto se ilustra en la Figura 2.15.



Figura 2.15. Desalineación inicial, al emplear pin de cabeza plana.

Un enfoque alternativo es utilizar la tasa de desgaste, en cuyo caso la prueba debe ser lo suficientemente larga para que se obtenga una tasa de desgaste estable. La configuración preferida es un pin redondeado, debido a que elimina el problema de alineación, permitiendo la obtención de datos de desgaste útiles después de pequeñas cantidades de deslizamiento y, por lo tanto, proporcionando una curva continua [17]. El método de prueba ASTM permite obtener tanto métodos geométricos como de pérdida de masa para determinar el desgaste, pero, en cualquier caso, la medición debe convertirse en pérdida de volumen para el informe. En el caso de desgaste insignificante en un pin de extremo esférico, el ancho de la cicatriz de desgaste se puede usar para calcular el volumen mediante las siguientes ecuaciones:

$$V = \frac{\pi}{64} \times \frac{W^4}{R}$$
 Desgaste del pin (2.1)  
$$V = \frac{\pi}{6} \times D \times \frac{W^3}{R}$$
 Desgaste del disco (2.2)

Donde V es el volumen de desgaste; W es el ancho de la pista de desgaste en el disco; D es el radio de la pista de desgaste; R es el radio esférico del pin [17].
## **CAPÍTULO III**

### **CASO DE ESTUDIO**

En este caso de estudio, se presentan el desarrollo experimental y la discusión de los resultados sobre el efecto del recubrimiento nanoestructurado sobre el comportamiento tribológico del recubrimiento sobre un acero ASTM 1110 grado 100 y hardox 450. El caso de estudio sobre el acero 1110 grado 100 fue para obtener datos sobre los parámetros del micro-joining para fines comparativos. Asimismo, analizar los datos en función de los parámetros empleados en este estudio: potencia, velocidad de avance, duración de pulso, repetición de pulso. Finalmente, se menciona que la discusión de analiza en dos partes: 1) parámetros y microestructuras y 2) evaluación mecánica y tribológica en recubrimientos y metal base.

#### 3.1 Desarrollo experimental

#### 3.1.1 Materias primas y equipos

En este caso de estudio se acero hardox 450, con el fin de incrementar la resistencia al desgaste de la superficie del mismo, a partir de un xerogel rico Ni. El pesaje y medición de los reactivos se llevaron a cabo en una balanza analítica marca PRECISA modelo EP220A y, la medición de los reactivos líquidos en una

pipeta graduada marca Fisher. En el caso de la preparación de solución rica en Ni, se empleó un calentador con agitación magnética marca Termoceramic modelo 5120. Asimismo, se usaron material de cristal Pyrex para laboratorio: vaso de precipitados de 50 ml marca Duran, etc. En la obtención del xerogel se empleó una incubadora marca Fisher scientific modelo ISOTEMP 525D. El metal de aporte base Ni marca Colmonoy se utilizó para el recubrimiento. La preparación metalográfica se emplearon desbastadoras y pulidoras de disco giratorio marca STRUERS. Los medios abrasivos en la preparación metalográfica, se emplearon lijas marca Austromex y pasta de carburo de Si como medio de pulido de la misma marca. Las inspecciones microestructurales se llevaron a cabo en un estereoscopio marca NIKON, modelo Smz-745, un microscopio marca Olympus modelo GX71 y, a altas amplificaciones se empleó un microscopio electrónico de barrido (MEB) marca TESCAN modelo MIRA3 con un detector químico de elementos marca BRUKER. La formación de un recubrimiento nanoestructurado a partir de la re-fusión superficial de las muestras de acero, se llevaron a cabo en un equipo micro-joining marca OR LASER modelo LS-RN 16070220 con una potencia en láser de 150W, el cual esta instrumentado con un sistema automatizado de coordenadas X-Y. Finalmente, la evaluación mecánica y de desgaste se empleó un nanoindentador marca Rtec instruments y un tribómetro pin-on-disk marca Anton Paar modelo TBR<sup>3</sup>.

# 3.1.2 Limpieza superficial de las muestras y preparación de la película de xerogel

Previo a la formación del xerogel sobre la superficie de la muestra, se procedió a realizar una limpieza superficial mediante métodos abrasivos y desengrasantes. En este caso, la eliminación del óxido se empleó una lija de carburo de silicio, con granulometría de 320. En las etapas de la remoción de óxido, las muestras se limpiaron mediante alcohol grado industrial. Una vez limpias las superficies, se procedió a introducirlas en un desecador para evitar la oxidación de la superficie. Mientras tanto, se preparó una solución rica en Ni en un vaso de precipitado con 8 g ml de acetato de níquel hidratado, 1 ml de etilenglicol, 0.8 g de cítrico y 60 ml de agua desionizada. La solución se colocó sobre una parrilla a temperatura ambiente con agitación magnética hasta disolver las partículas sólidas. Posteriormente, se desactivo la agitación magnética y se calentó hasta que la solución alcanzará 20 ml. Una vez concluida la preparación de la solución y limpia la muestra de acero, se colocó la muestra con la superficie de interés hacia arriba en un recipiente de vidrio. En este caso de vertió la solución de Ni y el metal de aporte base Ni hasta que cubriera la superficie del acero. En la etapa de la obtención del xerogel mezclado con el metal de aporte, se introdujo la solución en la incubadora a 110°C por 48 horas. Cabe mencionar, que en la extracción de la muestra con el recubrimiento nanoestructurado con xerogel, se adhiere a la superficie del acero.

#### 3.1.3 Proceso de formación del recubrimiento por micro-joining. ASTM 1110 GRADO 100

Se efectuaron pruebas preliminares, sobre una muestra de acero ASTM 1110 grado 100, de 4x4x1.25 cm, en el cual se generaron 6 cordones. En base a capacidades del equipo, se utilizaron los parámetros expuestos en la Tabla 3.1. Seleccionando los parámetros propios del cordón número 3, para la generación del recargue sobre el espécimen de acero hardox 450, sobre el cual se formó la película orgáno-metálica. Seleccionados en base a determinados aspectos, los cuales se discutirán en la sección 5.

Número de cordón	Potencia (w)	Duración de Pulso (ms)	Repetición	Velocidad (Recorrido) (mm/s)
1		3.8	2	
2		5	7	
3	120	7	4.5	15
4		7.5	4.5	1.0
5	1	8	4	
6	127.5	7.5	4.5	

**Tabla 3.1** Parámetros empleados para la generación de cordones en pruebapreliminar, sobre acero ASTM 1110 G100.

#### Hardox 450

Se efectuaron pruebas preliminares, sobre una muestra de acero hardox 450, de 4x4x1.25 cm, en el cual se generaron 3 cordones. En base a la literatura consultada y capacidades del equipo, se usaron los parámetros expuestos en la Tabla 3.2. Seleccionando los parámetros propios del cordón número 3, para la generación del recargue sobre el espécimen de acero hardox 450.

**Tabla 3.2** Parámetros preliminares, empleados para generación de cordones,sobre espécimen de acero hardox 450.

Número de cordón	Potencia (w)	Duración de Pulso (ms)	Repetición	Velocidad (Recorrido) (mm/s)
1				1.5
2	150	12	1	1.0
3	]			0.5

#### 3.1.4 Determinación de la dilución

Las muestras recubiertas, fueron seccionadas transversalmente y prepararon con técnicas metalográficas de desbaste y pulido, con el fin de marcar las zonas de la dilución provocadas por el calor en el proceso de micro-joining. En este caso, se observaron en un estereoscopio las áreas del recubrimiento y se empleó la ecuación (3.1):

$$D = \left(\frac{B}{A}\right) \times 100 \tag{3.1}$$

donde:

D= porcentaje de dilución (%)

B= sección del charco de soldadura correspondiente al metal base (mm<sup>2</sup>)

A= sección total del charco de soldadura (mm<sup>2</sup>)

#### 3.1.5 Caracterización microestructural

Las muestras fueron preparadas transversalmente técnicas por metalográficas, acorde a la norma ASTM E3-11. Posteriormente se procedió a revelar las microestructuras, conforme a la norma ASTM E473, mediante ataque químico por inmersión con reactivo de kalling número 1 por un lapso de tiempo de18 segundos, para la revelación microestructural del recubrimiento Ni-Co, mientras que para el develamiento micorestructural, de los metales base, ASTM 1110 grado 100 y hardox 450, se empleó nital al 5%, con un lapso de tiempo de 8 segundos. Posteriormente, se observaron en un microscopio óptico y a altas amplificaciones en un MEB. Los análisis químicos elementales se hicieron en un detector BRUKER.

#### 3.1.6 Evaluación elástica superficial

Ambas superficies con acabado espejo, fueron colocadas paralelas, posteriormente se les aplicó múltiples cargas, las cuales oscilaron en un rango de 200 a 400 mN, con una duración de 5 segundos. En este punto, el equipo de nanoindentación determina el módulo elástico y la nanodureza convertida a dureza Vickers (VH). La técnica consiste en que se le aplica una carga y en el

momento que se retira la carga, se presenta una descarga. En esta etapa el sensor detecta la diferencia de alturas durante la recuperación elástica del material, el cual registra una curva de carga-descarga Figura 3.2.



Figura 3.2. Curva de carga-descarga de una prueba de nanoindentación.

# 3.1.7 Parámetros de ensayo de desgaste pin on disk, sobre recubrimiento y metal base, acorde a la norma ASTM G99-17.

A continuación, en la Tabla 3.3, se exponen los parámetros empleados para el desarrollo del ensayo de desgaste, conforme la nota 1 de la norma ASTM G99-17, así como a las capacidades del equipo y dimensiones de la superficie.

VUELTAS	MATERIAL DEL PIN	RADIO DEL PIN	RADIO DE PRUEBA	CARGA
1500	100 Cr6	3 mm	4 mm	8N

Tabla 3.3 Parámetros de ensayo pin on disk

## **CAPÍTULO IV**

### **RESULTADOS Y DISCUSIONES**

En esta sección de resultados del caso de estudio, se dividió en dos partes. La primera muestra los resultados de la cubierta de xerogel con el metal de aporte, los parámetros empleados para la deposición de recubrimiento y la caracterización de los recubrimientos de ambos aceros por micro-joining: 1110 grado 100 y hardox 450. En **la segunda parte**, se muestran los resultados y discusiones del análisis de las propiedades elásticas obtenidas por nanoindentación y la resistencia al desgaste de los aceros sin y con recubrimientos.

### **PRIMERA PARTE**

#### 4.1 ACERO 1110 GRADO 100

#### 4.1.1 Cubierta de xerogel con metal de aporte rico en Ni

En la Figura 4.1 a) se observa la micrografía obtenida mediante MEB SE a 600X del metal de aporte rico en Co, el cual posee una morfología esferoidal, mientras que en la Figura 4.1 b) se aprecia una magnificación a 3300X, de la superficie del mismo conformada por dendritas. El metal de aporte se mezcló con la solución rica en Ni, embebiendo el acero en la misma a fin de obtener el xerogel a 110°C por 48 horas (Figura 4.2).



**Figura 4.1.** a) Morfología esferoidal del metal de aporte. y b) Magnificación superficial de metal de aporte.



Figura 4.2. Muestra de acero 1110 inmerso en solución rica en Ni.

Previo a la deposición del recubrimiento, mediante el proceso de micro-joining, se llevó a cabo la formación de una cubierta de xerogel rica en Ni con metal de aporte rico en Ni. Con la finalidad de disolver la misma junto con la superficie bajo el calor del haz, e indujera un efecto sobre la resistencia al desgaste. La Figura 4.3 a) muestra la cubierta nanoestructurada de xerogel con metal de aporte rico en Ni, mientras que en La Figura 4.3 b) muestra una magnificación obtenida con estereoscopio a 6.7 aumentos, del xerogel. Posteriormente se analizó el espesor del xerogel, por medio de estereoscopio, con la finalidad de observar la uniformidad de este (Figura 4.4), en donde se presentó un espesor del xerogel, con un valor mínimo y máximo de 343.8 y 818.3 µm respectivamente.



**Figura 4.3.** a) Cubierta de xerogel con metal de aporte sobre la superficie del acero 1110 grado 100, b) Micrografía obtenida mediante estereoscopio correspondiente a la superficie del xerogel.



**Figura 4.4.** Micrografía obtenida mediante estereoscopio a 2X, correspondiente al espesor del xerogel.

La cubierta de xerogel con el metal de aporte se analizó por electrones retrodispersados (Figura 4.5 a)) y EDX (Figura 4.5 b)), con la finalidad de obtener un microanálisis puntual químico del recubrimiento. Se aprecia en la Figura 4.5 b) picos intensos de Ni y O, esto sugiere una oxidación del Ni. Debido a que durante la obtención del xerogel sin protección atmosférica tiene una leve oxidación. Por otro lado, se aprecian picos de mediana y menor intensidad de Cr, W, Si y Fe que son elementos presentes en el metal de aporte. En la Tabla 4.1 se muestra el porcentaje en peso de las especies químicas presentes.



Figura 4.5. a) Micrografía a 251X, obtenida por MEBSE del Xerogel y b) Espectro correspondiente al xerogel.

Tabla 4.1 Porcentajes en peso de las especies químicas presentes en lasuperficie del xerogel órgano-metálico.

Elemento	0	Ni	С	Si	Fe	Cr	w
% e.p.	27.23	30.73	20.85	2.96	11.07	5.27	1.88

# 4.1.2 Análisis de los parámetros empleados en pruebas preliminares

Previo a la deposición de recubrimientos, se efectuaron pruebas preliminares, con el objetivo de seleccionar los parámetros más adecuados. En la Tabla 4.1 se muestran los parámetros correspondientes a cada uno de los cordones generados mediante micro-joining.

**Tabla 4.2.** Parámetros empleados para de deposición del recubrimiento por micro-joining.

NÚMERO DE CORDÓN	POTENCIA (W)	DURACIÓN DE PULSO (ms)	REPETICIÓN DE PULSO	VELOCIDAD DE RECORRIDO mm/s
1		3.8	2	
2		5	7	
3	120	7	4.5	1.5
4		7.5	4.5	1.0
5		8	4	
6	127.5	7.5	4.5	

En la Figura 4.6 se observa micrografía a 6.7 aumentos, obtenida mediante estereoscopio, correspondiente a los cordones producidos durante la prueba preliminar. En base a lo anterior, la selección de los parámetros se basó en el aspecto del cordón, en este caso el cordón número 4 presentó la mínima distorsión e incineración de la superficie.



**Figura 4.6** Cordones generados durante la prueba preliminar sobre muestra de acero ASTM 1110 grado 100.

#### 4.1.3 Análisis del recubrimiento

A continuación, en la Figura 4.7 se observa la micrografía a 6.7 aumentos, obtenida mediante estereoscopio, correspondiente al recubrimiento producido con los parámetros del cordón número 4.



**Figura 4.7** Recubrimiento generado sobre muestra de acero ASTM 1110 grado 100 con xerogel.

Con la finalidad de observar la morfología del recubrimiento más a detalle, se analizó mediante microscopía electrónica de barrido con electrones secundarios (Figura 4.8 a)) se observa la superficie del recubrimiento parcialmente fundido. En las Figura 4.8 b) se observa el espectro obtenido por MEB EDX, correspondiente a la superficie del recubrimiento, en el cual se aprecian picos intensos de Ni y Fe, mismos que son atribuidos a la composición química del metal de aporte y del metal base del acero. Los picos de intensidad mediana de Cr, Si y W son elementos que pertenecen a la composición química del metal de aporte. En la Tabla 4.3 se muestran los porcentajes en peso de las especies químicas presentes en el recubrimiento.



Figura 4.8 a) Micrografía a 20X del recubrimiento obtenida por MEB SE, b) Espectro correspondiente al recubrimiento.

Tabla 4.3 Porcentajes en peso de las especies químicas en la superficie delrecubrimiento.

Elemento	0	Ni	С	Si	Fe	Cr	Co	W
% e.p.	3.47	38.82	6.24	3.09	23.18	14.07	1.35	9.78

Se observó en la superficie del recubrimiento una partícula sin fundir (Figura 4.9 a)), se póstula que parte del metal de aporte se desplaza (salpicadura) a otra zona sin caer en el charco de soldadura y, se deposita en otro cordón que lo funde parcialmente. En el caso, de espectro de la partícula semi-fundida (Figura 4.9 b)) presentó una composición rica en Fe, ya que es parcialmente envuelta por el metal líquido del substrato solidificado. La Tabla 4.4 muestra los porcentajes en peso de las especies químicas presentes en la partícula semi-fundida.



**Figura 4.9** a) Micrografía a 2000X de partícula sin fundir, obtenida por MEB SE, b) Espectro correspondiente a la partícula sin fundir.

Tabla 4.4 Forcentajes en peso de las especies químicas en particula s	Tabla 4.4 Porcentajes	en peso	de las	especies	químicas	en partícula	sin
---	-----------------------	---------	--------	----------	----------	--------------	-----

tun	dir
TULL	un.

Elemento	Ni	С	Si	Fe	Cr	Со	W
% e.p.	8.44	7.48	0.44	72.01	8.71	1.87	1.06

#### Modo de soldadura

Previo al cálculo de la dilución, se seccionó la probeta, la cual se preparó y atacó metalográficamente, con el propósito de observar el modo de soldadura obtenido, en base a los parámetros empleados al momento de producir el recubrimiento. En la Figura 4.10 se observa la micrografía correspondiente a la sección transversal de la muestra, obtenida por estereoscopio a 50 aumentos, correspondiente al modo de soldadura de penetración profunda.



Figura 4.10. Sección transversal de probeta recubierta.

En la figura anterior, se observa que el modo de soldadura obtenido a partir de los parámetros empleados, fue del tipo de penetración profunda (Keyhole), hecho que se atribuye a la duración de pulso y repetición del mismo. Lo anterior fundamentado en el hecho de que a un tiempo de duración de pulso de 7.5 ms, la potencia del haz presente es del 50%, aunado al facto de que la repetición empleada fue de 4.5, factor que impidió que el spot se enfriase, produciendo esfuerzos residuales por encima del punto de fluencia tanto del recubrimiento como del metal base, lo cual genero la presencia de grietas, en las zonas mencionadas.

#### Análisis de la dilución del recubrimiento

Una de las variables a considerar en la rehabilitación de los herramentales es la dilución. En estos casos de la deposición de recubrimientos deben obtener mínimas diluciones. Por lo tanto, la muestra recubierta (ASTM 1110 grado 100) se seccionó transversalmente y se midió la dilución de acuerdo a la ecuación (3.1). En la Figura 4.11 se muestra la macrografía obtenida por estereoscopio a 6.7 aumentos, de la sección transversal del acero recubierto por micro-joining, con una dilución del 60%.



Figura 4.11. Dilución obtenida en la probeta recubierta.

#### 4.1.4 Análisis microestructural

En las Figuras 4.12 a) y 4.12 b), se muestran las micrografías a 500 aumentos del recubrimiento y metal base respectivamente, obtenidas mediante microscopío óptico. En el recubrimiento se aprecia una microestructura de granos dúplex, con presencia de grietas intergranulares y transgranulares, mientras que en el metal base se observa una microestructura ferrítica. Por otro lado, en las zonas del recubrimiento se propagaron microgrietas. Se postula que el mecanismo de propagación de microgrietas, se generó por procesos de expansión y contracción del material. Produciendo una alta concentración de esfuerzos, superiores al esfuerzo de cedencia, iniciando la nucleación y propagación de las microgrietas.



Figura 4.12. Micrografía obtenida por MO a) Recubrimiento, b) Metal base.

# 4.2.1 Cubierta de xerogel con metal de aporte rico en Ni sobre la superficie del hardox 450

En la Figura 4.13 a) se muestra el aspecto final del xerogel, mientras que en la Figura 4.13 b), se observa el espesor de este, ambas micrografías a 6.7 aumentos, obtenida en estereoscopio. El depósito de xerogel presentó un valor mínimo y máximo de espesor de 755.7 y 1162.6 µm respectivamente.



Figura 4.13 Micrografía obtenida por estereoscopio a) Xerogel, b) Espesor del xerogel.

Por otro lado, en la Figura 4.14 a), se muestra la micrografía correspondiente a la superficie de la película orgáno-metálica, en la cual se observan remanentes de xerogel mezcladas con el metal de aporte, y su espectro EDX Figura 4.14 b) obtenida mediante microscopio electrónico de barrido. El espectro muestra picos intensos de Ni y O que corresponden al xerogel rico en Ni, así como del metal de aporte, la presencia de oxígeno se atribuye a la oxidación del mismo. En La Tabla 4.5 muestra los porcentajes en peso de las especies químicas presentes en la superficie del xerogel.



Figura 4.14 a) Micrografía obtenida vía MEB por ES del xerogel, b) Espectro EDX correspondiente al xerogel.

**Tabla 4.5** Porcentajes en peso de las especies químicas presentes en lasuperficie del xerogel con metal de aporte.

Elemento	Ni	С	Si	V	Cr
% e.p.	59.08	9.37	7.60	3.60	20.29

### 4.2.2 Análisis de los parámetros y caracterización microestructural del recubrimiento sobre superficies hardox 450 por micro-joining

A continuación, en la Tabla 4.6 se muestran los parámetros correspondientes a cada uno de los cordones generados mediante micro-joining, en base a la literatura y capacidad del equipo.

En la Figura 4.15 se muestra la micrografía a 6.7 aumentos, obtenida en estereoscopio, correspondiente a los cordones producidos durante la pre-prueba, generados por micro-joining, sobre una muestra de acero hardox 450. Se puede observar que los spots propios del cordón número 1, presentaron salpicaduras y, un solapamiento del 0%, el cordón número 2, al igual que el anterior, obtuvo un

solapamiento del 0%, con presencia de expulsión de metal fundido, el cordón designado con el número 3, presento salpicaduras y expulsión de metal fundido, de forma moderada, con un solapamiento de un 50.31%, así como un diámetro de spot de 2.8407 mm. Por lo anterior, los parámetros del cordón número 3, fueron los seleccionados para el recubrimiento.

DURACIÓN VELOCIDAD REPETICIÓN NÚMERO DE POTENCIA DE DE DE CORDÓN (W) PULSO RECORRIDO PULSO (mm/s) (ms) 1.5 1 2 150 12 1.0 1 3 0.5

**Tabla 4.6** Parámetros preliminares, empleados para generación de cordones,sobre espécimen de acero hardox 450, mediante micro-joining



Figura 4.15 Cordones producidos en pruebas preliminares.

En la Figura 4.16, se muestra la micrografía a 6.7 aumentos, obtenida en estereoscopio, propia de la sección transversal al cordón número 3 (acero hardox 450 sin recubrimiento). Se observa que el modo de soldadura obtenido con los parámetros del cordón número 3, es del tipo conducción 3D, con una relación penetración/ anchura, es de 0.214, siendo inferior a la cifra reglamentaria de 0.5, cayendo dentro de la clasificación de soldadura por conducción.



Figura 4.16 Sección transversal al cordón número 3.

### 4.2.3 Análisis del recubrimiento sobre superficie de acero hardox 450, producido mediante micro-joining

En la Figura 4.17, se muestra la micrografía a 2X, correspondiente al aspecto superficial, posterior a la generación del recubrimiento, mediante el proceso de micro-joining por puntos espaciados. Se aprecian microcavidades sobre las superficies debido a la generación de gases durante la deposición del recubrimiento. Cabe mencionar que no se logró el calcular el porcentaje de solapamiento entre spots.



Figura 4.17 Recubrimiento producido sobre muestra de acero hardox.

En la Figura anterior, se contempla un acabado superficial, cuyo aspecto luce como si se conformara por cordones únicos, en vez de cordones generados por puntos solapados, así como la ligera presencia de porosidades y una cantidad elevada de salpicaduras, indicio de una alta densidad de energía. Por lo anterior, (presencia de salpicaduras), no se logró el calcular el porcentaje de solapamiento entre spots.

En la Figura 4.18 a) se observa la micrografía de la superficie del recubrimiento a 20X. El análisis químico del recubrimiento se realizó mediante EDX lo cual se muestra en la Figura 4.18 b). Se aprecian picos intensos de Cr, Ni y Fe que indican la mezcla de las especies químicas del metal de aporte, xerogel con el Fe del substrato, los picos de menor intensidad corresponden a la composición química del metal de aporte, principalmente. A continuación, en la Tabla 4.7 se muestran los porcentajes en peso de las especies químicas presentes en la superficie del recubrimiento.



**Figura 4.18** a) Micrografía obtenida vía MEB ES del recubrimiento, b) Espectro correspondiente al recubrimiento.

Tabla 4.7 Porcentajes en peso de las especies químicas presentes en lasuperficie del recubrimiento.

Elemento	0	Ni	С	Si	Fe	Cr	Со	W
% e.p.	3.47	38.82	6.24	3.09	23.18	14.07	1.35	9.78

Sobre la superficie del recubrimiento, se observó la presencia de partículas de metal de aporte sin fundir (Figura 4.19 a)). La cual se analizó por MEB-EDX, para obtener un microanálisis puntual químico, en la (Figura 4.19 b)). En la Tabla 4.8, se muestran los porcentajes en peso de las especies químicas presentes en la superficie de la partícula sin fundir.



**Figura 4.19** a) Micrografía obtenida por MEB SE de la partícula sin fundir, b) Espectro correspondiente a la partícula sin fundir.

Tabla 4.8 Concentraciones elementales del espectro de la partícula sin fundir.

Elemento	Ni	С	Si	v	Cr	W
% e.p.	30.65	6.53	3.26	2.65	17.18	39.71

#### Modo de soldadura

En la Figura 4.20, se observa la micrografía a 100 aumentos, obtenida en microscopio óptico, correspondiente a la sección transversal de la probeta de acero hardox 450, recubierta mediante el proceso micro-joining. Se observa que el modo de soldadura obtenido, posteriormente generado el recubrimiento sobre la muestra de acero hardox 450 con el xerogel, es de conducción tridimensional, al presentar una relación penetración/ anchura de 0.1462 en promedio, valor inferior a la cifra característica de 0.5.



Figura 4.20 sección transversal de la probeta de acero hardox 450 recubierta.

Así mismo, en la imagen se aprecia la ausencia de grietas, en el recubrimiento, zona afectada por el calor y metal base, indicio de que los esfuerzos residuales generados durante el proceso son de valor inferior al límite de cedencia del acero hardox 450. En otro aspecto, se observó que el traslape entre spots fue del 0 %, aspecto que contrasta con el 50.31% obtenido durante las pre-pruebas, tal disparidad se atribuye al hecho de que la densidad de energía presente durante la formación del recubrimiento, fue inferior a la obtenida durante la pre-prueba, aspecto que se refleja también en la relación penetración/ anchura, siendo la obtenida durante la formación del recubrimiento, un 31.68 % inferior a la presente en las pre-pruebas. Atribuyéndose lo anterior al espesor del xerogel.

#### <u>Dilución</u>

La muestra recubierta (hardox 450) se seccionó transversalmente y se midió la dilución conforme a la ecuación (3.1). En la Figura 4.21 se muestra la micrografía obtenida mediante microscopio óptico a 200 aumentos de la sección transversal del acero recubierto por micro-joining, en la cual se obtuvo una dilución del 39%, en contraste con el 60% obtenido en la muestra de acero ASTM 1110 grado 100, la dilución se redujo un 21%.



Figura 4.21. Imagen de transversal de la muestra recubierta.

#### 4.2.4 Análisis microestructural

En la Figura 4.22, se muestra la micrografía a 1000 aumentos, obtenida en microscopio óptico, correspondiente a la zona de fusión, de la probeta de acero Hardox 450, recubierta mediante micro-joining z



Figura 4.22 Micrografía correspondiente al recubrimiento.

En la Figura anterior se observa una microestructura compuesta por granos finos equiaxiales. La microestructura conseguida, se atribuye a una rápida velocidad de enfriamiento, lograda por la duración de pulso seleccionada, ya que al decimosegundo milisegundo la potencia del pulso impuesta sobre el spot es de 0 watts, garantizando el que, al momento de depositar el spot subsecuente, su predecesor ya se halla enfriado por completo. En la Figura 4.23 a), se muestra la micrografía a 500 aumentos, correspondiente a la zona afectada por el calor, mientras que en la Figura 4.23 b), se observa la correspondiente al metal base, ambos atacados químicamente con nital al 5%, ambas regiones constituidas por una microestructura martensitica.



Figura 4.23 a) zona afectada por el calor, b) metal base.

#### SEGUNDA PARTE

#### 4.3. Evaluación mecánica del recubrimiento frente al metal base

En esta sección se muestran los valores de los módulos elásticos y de microdureza del acero ASTM 1110 grado 100 y hardox 450. No obstante, los valores del coeficiente de fricción solamente del acero hardox 450, ya que este cubre los objetivos de este trabajo y permite analizar si el recubrimiento puede incrementar las propiedades mecánicas de una matriz martensítica. Comparativamente, el recubrimiento sobre el acero hardox 450 tiene un valor mayor al del módulo elástico de 632.12 GPa con respecto al acero ASTM 1110 grado 100. Asimismo, los valores de microdureza de 81.56 y 70.87 HV, respectivamente, como se muestra en la Tabla 4.9.

 
 Tabla 4.9 Comparativa de propiedades mecánicas obtenidas mediante ensayo de nanoindentación.

Acero	Módulo Elástico del Metal Base (GPa)	Microdureza del Metal Base (HV)	Módulo Elástico Del Recubrimiento (GPa)	Microdureza del Recubrimiento (HV)
ASTM 1110	291.50	239	457.30	708
grado 100				
Hardox 450	303.54	552	632.12	815

# 4.4 Evaluación tribológica del recubrimiento con respecto al metal base

En la evaluación del coeficiente de fricción entre el metal base de microestructura martensítica del acero hardox 450, el metal base con refusión y el recubrimiento, permite analizar si el último aumentó la resistencia al desgaste. En las Figuras 4.24 a), 4.24 b) y 4.24 c) se muestran las micrografías a 6.7 aumentos de las pistas de desgaste, obtenidas en las superficies del metal base, metal base con refusión y del recubrimiento.



**Figura 4.24** Micrografías obtenidas mediante estereoscopio correspondientes a pistas de desgaste en a) Metal base, b) Refusión y c) Recubrimiento.

En las Figuras anteriores, se aprecian las pistas generadas en cada una de las muestras, posteriormente efectuado el ensayo de desgaste de pin on disk, acorde a la norma ASTM G99-17. En la pista correspondiente a la probeta sin recubrir (metal base), se logra apreciar un diámetro de pista de desgaste de 8.6432 mm, con un grosor de pista de desgaste de 0.6081 mm, mientras que en la muestra con refusión se produjo un diámetro de 8.8221 mm, con un grosor de huella de 0.4740 mm, mientras que el recubrimiento obtuvo un diámetro de pista de desgaste de 8.4017 mm, con un grosor de pista de desgaste de 0.4577 mm. Con los datos anteriores y haciendo empleo de la ecuación 2.2, se calcularon las perdidas volumétricas tanto del metal base como de la muestra recubierta mediante micro-joining, dichos datos se exponen en la Tabla 4.10.

	Radio	Ancho	Radio	Perdida
Muestra	de	de	de	volumétrica
	Pista (mm)	Pista (mm)	Pin (mm)	(mm³)
Metal base	4.3216	0.6081	3	0.169608239
Metal base	4.4105	0.4740	3	0.081978547
(Refusión)				
Recubrimiento	4.20085	0.4577	3	0.070300316

Tabla 4.10 Perdidas volumétricas obtenidas en muestras.

Observando los resultados expuestos en la Tabla 4.10, se aprecia que el metal base presentó un desgaste de 0.1696 mm<sup>3</sup>, mayor en comparación con el recubrimiento, el cual presentó un valor de 0.0703 mm<sup>3</sup>.

La Figura 4.25 muestra el gráfico de coeficiente de fricción-número de ciclos, en el cuál se aprecia la respuesta del metal base sin y con refusión, así como del recubrimiento frente a las condiciones del sistema, en la región del nivel I, correspondiente a la fricción estática, se observó que el acabado superficial del recubrimiento genero una mayor oposición al movimiento [22]. En la región del nivel II, el recubrimiento y la muestra con refusión presentaron valores de fricción entre 0.8 y 0.6 respectivamente, atribuyéndose a un desgaste del tipo adhesivo,

lo anterior fundamentado en el hecho de no presentar un comportamiento gaussiano en esta región, a diferencia del metal base, el cual experimento un comportamiento sinusoidal, característico de un sistema de desgaste de 3 cuerpos [22]. En los niveles III y IV, se observó un comportamiento del coeficiente de fricción casi constante por parte de las tres muestras, indicio de la formación de capas de óxido en la pista de desgaste, así como del decremento de los procesos de desgaste [23].





A continuación, se muestran las micrografías obtenidas mediante microscopia electrónica de barrido, correspondientes a las pistas de desgaste del metal base (Figura 4.30). Se observa un ancho de pista de desgaste homogéneo, el cual presenta surcos en dirección del ensayo de desgaste, así como presencia de deformación plástica, lo cual sugiere que el mecanismo de desgaste fue del tipo plástico. Esto debido a que presenta desprendimiento de partículas, mismas que permanecieron asidas en la pista, generando un sistema de desgaste de tres cuerpos. En la Figura 4.30 b) correspondiente a la magnificación de la pista a 1000X, se observan las estrías, deformación plástica y surcos presentes en la pista.



**Figura 4.26.** Micrografía obtenida vía MEB SE, a) Pista de desgaste del metal base, b) Magnificación a 1000X.

La Figura 4.27, muestra la micrografía a 1000X del mapeo correspondiente a la pista de desgaste del metal base. Se observa la presencia de islas ricas en oxígeno, correspondientes a los surcos generados por el desprendimiento de materia durante el ensayo, mientras que en el resto de la superficie no presento alteración química aparente.



Figura 4.27. Mapeo obtenido mediante MEB EDX del metal base.

A continuación, se muestran las micrografías obtenidas mediante microscopia electrónica de barrido, correspondientes a las pistas de desgaste de la muestra con refusión. La Figura 4.28 a), muestra un ancho de pista de desgaste homogéneo. Se observa la presencia de islas de material superpuesto en la pista, lo que es un indicio de un desgaste heterogéneo, por lo anterior se postula que el mecanismo de desgaste es del tipo adhesivo. En la Figura 4.28 b) correspondiente a la magnificación de la pista a 1000X, se observan las estrías, deformación plástica y surcos presentes en la pista.





Figura 4.28. Micrografía obtenida vía MEB SE, a) Pista de desgaste de la muestra con refusión, b) Magnificación a 1000X.

En la siguiente imagen (Figura 4.29), se observa la micrografía a 1000X del mapeo efectuado sobre la pista de desgaste de la muestra con refusión. Se observa que las islas son ricas en oxígeno, mientras que en el resto de la superficie no presento alteración química aparente.



Figura 4.29. Mapeo obtenido mediante MEB EDX de la muestra con refusión.

A continuación, se muestran las micrografías obtenidas mediante microscopia electrónica de barrido, correspondientes a las pistas de desgaste del recubrimiento (Figura 4.30). La Figura 4.30 a), muestra un ancho de pista de desgaste poco uniforme, el cual presenta islas de material superpuesto en la pista, lo que es un indicio de un desgaste heterogéneo, lo anterior sugiere que el mecanismo de desgaste que opera es del tipo adhesivo. En la Figura 4.30 b) correspondiente a la magnificación de la pista a 1000X, se observan las estrías, deformación plástica y surcos presentes en la pista.



Figura 4.30. Micrografía obtenida por MEB SE, a) Pista de desgaste del recubrimiento, b) Magnificación a 1000X.

En la siguiente imagen (Figura 4.31), se observa la micrografía a 1000X del mapeo efectuado sobre la pista de desgaste del recubrimiento. Donde observa la presencia de islas ricas en oxígeno, hierro, y en menor proporción otras especies químicas (C, W y Mn).



Figura 4.31. Mapeo obtenido mediante MEB EDX del recubrimiento.

## **CAPÍTULO V**

## CONCLUSIONES

En base a los resultados presentados anteriormente podemos concluir lo siguiente:

- Es posible la generación de recubrimientos sobre la superficie del acero hardox 450 usando como base xerogel rico en níquel y el proceso microjoining.
- Pulsos de 12 ms, garantizan que, al inicio del siguiente pulso, el spot predecesor ya ha disipado por completo el calor, evitando la presencia de grietas en el recubrimiento.
- El xerogel generó una alta dispersión del haz láser, promoviendo la ausencia de traslape entre spots y la disminución del diámetro y penetración del spot.
- Existe una variación considerable de desgaste entre el material base, refusión y recubrimiento, habiendo una diferencia de perdida volumétrica de 51% y 58% respectivamente, con respecto al material base.
- El mecanismo de desgaste que opera en el material con refusión y recubrimiento es por adhesión ya que muestran evidencia de remoción y adhesión de residuos en la pista de desgaste.

## REFERENCIAS

- LETKOWSKA B: Influence of heat treatment on the structure and selected properties of steel grade B27 and 28MCB5, Doctoral dissertation, Wroclaw University of Technology, Wroclaw, 2013.
- 2. FRYDMAN S., LETKOWSKA B: Fracture resistance of modern low-carbon steels with boron, Opencast Mining, No. 3-4 (56), 2011, 17-24.
- Pawlak, Katarzyna. (2015). A REVIEW OF HIGH-STRENGTH WEAR-RESISTANT STEEL – HARDOX.
- 4. Upgrading from Hardox 400 to Hardox 450, Information materials SSAB (available on line: http://www.ssab.com/, 25.05.2015)
- 5. Information materials SSAB (available online: http://www.ssab.com/, 25.05.2015).
- 6. Brinker CJ, Scherer GW. Sol-gel science: the physics and chemistry of solgel processing. vol. 839.Boston, MA: Academic Press; 1990.
- Balgude D, Sabnis A. Sol-gel derived hybrid coatings as an environment friendly Surface treatment for corrosion protection of metals and their alloys. J Sol-Gel Sci Technol 2012;64: 124–34.
- 8. Aegerter MA, Mennig M. Sol-gel technologies for glass producers and users. Boston, MA: Kluwer Academic Publishers; 2004.
- 9. Brinker C, Hurd A, Schunk P, Frye G. Review of sol-gel thin film formation. J Non-Cryst Solids1992; 148: 424–36.
- 10. Kroschwitz JI, Seidel A. Kirk-Othmer encyclopedia of chemical technology. 5th ed. Hoboken, NJ: Wiley; 2007.
- 11. Simo Olavi Pehkonen. ShaojunYuan. General Background of Sol-Gel Coatings for Corrosion Mitigation. Interface Science and Technology Volume 23, 2018, Pages 63-113.
- 12. A, O. (2019). Mikrofügen Fraunhofer ILT. [online] Fraunhofer-Institut für Lasertechnik ILT. Available at: <u>https://www.ilt.fraunhofer.de/de/technologiefelder/lasermaterialbearbeitun</u> g/mikrofuegen.html [Accessed 28 Sep. 2018].
- 13. Humpston G, Jacobson DM. Principles of soldering. Materials Park: ASM Int; 2004.
- 14. Ion, J. (2005). Laser processing of engineering materials. 1st ed. Amsterdam: Elsevier/Butterworth-Heinemann, pp.296-326. J.C. Ion, Laser Processing of Engineering Materials, Elsevier Butter worth Heinemann, Oxford, 2005.
- 15. IMIYA MOTO, Osaka University, Japan and, GAKNOROVSKY, Sandia National Laboratories, USA. Laser microwelding, chapter 14, pages (351-370).
- 16. Bayer. G.R. Mechanical wear fundamentals and testing. Second edition, revised and expanded. Vestal, New York, USA, 2004; pages 287-290.
- 17. Astrid, Maryory. 2005. "Caracterización de Las Propiedades Tribológicas de Los Recubrimientos Duros."
- 18. Narita, Keiichi. 2012. "Tribological Properties of Metal V-Belt Type CVT Lubricant."
- 19. ASTM G99-17, standard test method for wear testing with a pin-on-disk apparatus.
- 20. N.P. Suh, Tribophysics, Prentice-Hall, 1986, p 73.
- 21.P.J. Blau, Friction and Wear Transitions of Materials, Noyes Publications, 1989.

## LISTA DE FIGURAS

Figura 2.1 Visión general de la generación de recubrimientos mediante el proceso sol-gel
Figura 2.2. a)Forma típica de pulso propio al proceso de micro-soldadura de punto, b) Esquema de micro-soldadura de punto10
Figura 2.3. Esquema de micro-soldadura por puntos espaciados11
Figura 2.4. Esquema de micro-soldadura continua12
Figura 2.5. Modo de conducción13
Figura 2.6. Modo transitorio13
Figura 2.7. Modo de penetración profunda (Keyhole)14
Figura 2.8 Configuraciones de deposición de polvo, a) Pre-deposición,
b) Co-deposición15
Figura 2.9. Agrietamiento en recubrimiento producido por micro-joining19
Figura 2.10. Porosidad presente en zona de fusión de recubrimiento19
Figura 2.11. Exceso de dilución en recubrimiento producido por micro-joining
Figura 2.12. Expulsión de metal fundido en spot20
Figura 2.13. Spot con presencia de salpicaduras21
Figura 2.14. Configuración básica empleada en el ensayo de desgaste pin on disk (ASTM G99)23
Figura 2.15. Desalineación inicial, al emplear pin de cabeza plana24
Figura 3.1 Diagrama de metodología correspondiente a la experimentación27
Figura 3.2. Curva de carga-descarga de una prueba de nanoindentación31
Figura 4.1. a) Morfología esferoidal del metal de aporte. y b) Magnificación superficial de metal de aporte34
Figura 4.2. Muestra de acero 1110 inmerso en solución rica en Ni 34
Figura 4.3. a) Cubierta de xerogel con metal de aporte sobre la superficie del acero 1110 grado 100, b) Micrografía obtenida mediante estereoscopio correspondiente a la superficie del xerogel

<b>Figura 4.5.</b> a) Micrografía a 251X, obtenida por MEB-SE del Xerogel y b) Espectro correspondiente al xerogel
Figura 4.6 Cordones generados durante la prueba preliminar sobre muestra de acero ASTM 1110 grado 100
Figura 4.7 Recubrimiento generado sobre muestra de acero ASTM 1110 grado       100 con xerogel
<b>Figura 4.8</b> a) Micrografía a 20X del recubrimiento obtenida por MEB SE, b) Espectro correspondiente al recubrimiento
<b>Figura 4.9</b> a) Micrografía a 2000X de partícula sin fundir, obtenida por MEB-SE, b) Espectro correspondiente a la partícula sin fundir
Figura 4.10 Sección transversal de probeta recubierta40
Figura 4.11 Dilución obtenida en la probeta recubierta 41
Figura 4.12. Micrografía obtenida por MO a) Recubrimiento, b) Metal base 42
Figura 4.13. Micrografía obtenida por estereoscopio a) Xerogel, b) Espesor del xerogel
<b>Figura 4.14.</b> a) Micrografía obtenida por MEB por ES del xerogel, b) Espectro EDX correspondiente al xerogel
Figura 4.15 Cordones producidos en pruebas preliminares
Figura4.16 Sección transversal al cordón número 3
Figura 4.17 Recubrimiento producido sobre muestra de acero hardox45
Figura 4.18 a) Micrografía obtenida por MEB ES del recubrimiento, b) Espectro correspondiente     al       recubrimiento
Figura 4.19 a) Micrografía obtenida por MEB SE de la partícula sin fundir, b)Espectro correspondiente a la partícula sin fundir47
Figura 4.20sección transversal de la probeta de acero hardox 450recubierta
Figura4.21Imagendetransversaldelamuestrarecubierta51
Figura 4.22 Micrografía correspondiente al recubrimiento51
Figura4.23a)zonaafectadaporelcalor,b)metalbase51
<b>Figura 4.24</b> Micrografías obtenidas mediante estereoscopio correspondientes a pistas de desgaste en a) Metal base, b) Refusión y c) Recubrimiento

Figura 4.25. Gráfico comparativo de coeficiente de fricción-número de ciclos correspondiente al metal base. metal base con refusión y recubrimiento......55 Figura 4.26 Micrografía obtenida por MEB SE, a) Pista de desgaste del metal base, b) Magnificación a 1000X......56 obtenido mediante MEB EDX Figura **4.27** Mapeo del metal Figura 4.28 a Figura 4.28. Micrografía obtenida por MEB-SE, a) Pista de muestra con refusión. desgaste de la b) Magnificación а Figura 4.29. Mapeo obtenido mediante MEB-EDX de la muestra con Figura 4.30. Micrografía obtenida por MEB SE, a) Pista de desgaste del recubrimiento, b) Magnificación a 1000X...... 59 Figura 4.31. Mapeo obtenido mediante MEB-EDX del recubrimiento. ... 60

## LISTA DE TABLAS

Tabla 2.1. Clasificación del acero hardox  6
Tabla 2.2 Comparación de diferentes fuentes de láser para la soldadura con rayo       láser       17
Tabla 2.3 Especificaciones típicas de las fuentes de láser pulsado Nd: YAG17
Tabla 2.4 Composición química de las aleaciones base cobalto de mayor uso en el proceso de revestimiento por láser     22
Tabla 2.5       Fuentes de información de revestimiento por láser empleando aleaciones base cobalto       22
Tabla 3.1. Parámetros empleados para la generación de cordones en pruebapreliminar, sobre acero ASTM 1110 G100
Tabla 3.2 Parámetros preliminares, empleados para generación de cordones,sobre espécimen de acero hardox 450
Tabla 3.3 Parámetros de ensayo pin on disk
Tabla 4.1 Porcentajes en peso de las especies químicas presentes en lasuperficie del xerogel órgano-metálico.37
Tabla 4.2. Parámetros empleados para de deposición del recubrimiento por micro-joining
Tabla 4.3 Porcentajes en peso de las especies químicas en la superficie del recubrimiento41
Tabla 4.4 Porcentajes en peso de las especies químicas en partícula sin fundir
Tabla 4.5Porcentajes en peso de las especies químicas presentes en la superficie del xerogel con metal de aporte.46
<b>Tabla 4.6</b> Parámetros preliminares, empleados para generación de cordones,sobre espécimen de acero hardox 450, mediante micro-joining
Tabla 4.7 Porcentajes en peso de las especies químicas presentes en la superficie del recubrimiento
Tabla 4.8 Concentraciones elementales de la partícula sin fundir
Tabla 4.9 Comparativa de propiedades mecánicas obtenidas mediante ensayo de nanoindentación
Tabla 4.10 Perdidas volumétricas obtenidas en muestras