

Estudio Tribológico De Un Acero Api-J55 Con Difusión Electroless Nickel (ENP).

Edward Andrés Meneses Gómez

Trabajo de Grado para Optar el título de Ingeniero Mecánico

Director

Alberto David Pertuz Comas

Doctor en Ingeniería Mecánica

Universidad Industrial de Santander

Facultad de Ingenierías Físico-Mecánicas

Escuela de Ingeniería Mecánica

Bucaramanga

2020

Agradecimientos

“A DIOS”.

Al profesor Alberto David Pertuz Comas por darme la oportunidad de trabajar y guiarme a lo largo de mi formación como profesional, a los profesores por compartir su conocimiento para formar una gran persona de bien para la sociedad y a mis compañeros que estuvieron siempre apoyándome en los buenos y malos momentos de mi carrera (Jeisson Paternina y Johan Osorio), al centro de investigación de Guatiguará de la UIS por ayudarme a realizar las pruebas de microscopia electrónica por barrido.

Dedicatoria

A DIOS primero que todo por ser mi guía y mi protector.

A mis padres Edward Meneses López y Ruth Arcenis Gómez Diaz por darme su apoyo incondicional.

A mi hijo Alan Samuel Meneses Moreno, a mi compañera de vida Astrid Lizeth Moreno Nieto por ser mi motor y por siempre darme ánimos y nunca dejar que me rindiera.

A mis familiares:

Jhon Edward Meneses Gomez

Tomas Eduardo Meneses Gomez

Marcela Ines Meneses Lopez

Tomas Meneses Lopez

Laura Meneses Lopez

Sara Lopez Simanca

Tomas Meneses Barrios

Por ser mi pilar y por apoyarme cuando más lo necesite en mi carrera

Tabla de contenido

Introducción	16
1. Objetivos	18
1.1 Objetivo General.....	18
1.2 Objetivos Específicos.....	18
2. Marco Teórico.....	19
2.1 Tribología.....	19
2.1.1 Historia de la tribología.....	19
2.1.2 Fundamentos de la tribología.....	20
2.2 Electroless nickel (ENP)	20
2.2.1 Propiedades del níquel electrolítico	21
2.3 Tratamientos Térmicos	22
2.3.1 Etapas del tratamiento térmico.....	23
2.3.2 Tratamientos térmicos aplicados.....	23
2.3.3 Tratamientos térmicos posteriores para Electroless nickel ENP.....	26
2.4 Resistencia Mecánica Al Rayado.....	27
2.5 Resistencia mecánica a la adherencia	28

2.6	Resistencia mecánica a la dureza.....	29
2.6.1	Dureza Brinell.....	30
2.6.2	Dureza Knoop.....	31
2.6.3	Dureza Rockwell.....	31
2.6.4	Dureza Vickers.....	31
2.7	Dureza Instrumentada.....	31
2.8	Microscopia Electrónica.....	32
2.8.1	Microscopio electrónico de barrido (SEM).....	33
3.	Metodología.....	34
3.1	Enfoque De La Investigación.....	34
3.2	Antecedentes.....	34
3.3	Material.....	36
3.3.1	Sustrato.....	38
3.3.2	Recubrimiento.....	39
3.4	Preparación De Probetas.....	39
3.4.1	Fase 1- corte.....	39
3.4.2	Fase 2- Pulido.....	40
3.5	Microscopia Electrónica De Barrido (SEM).....	40

ESTUDIO TRIBOLOGICO DE UN ACERO API-J55 CON ENP	8
3.5.1 Imágenes.....	41
3.5.2 Para Análisis Químico.....	41
3.6 Caracterización Del Recubrimiento.....	41
3.6.1 Ensayo De Dureza.....	42
3.6.2 Ensayo De Rayado.	45
3.6.3 Ensayo De Adherencia.	46
4. Análisis De Resultados	46
4.1 Microscopia Electrónica De Barrido (SEM).....	47
4.2 Caracterización del recubrimiento	50
4.2.1 Ensayo de dureza.....	50
4.2.2 Ensayo de rayado	55
4.2.3 Ensayo de adhesión	57
5. Conclusiones	61
6. Recomendaciones	63
Referencias Bibliográficas	64
Apéndices.....	69

Lista De Figuras

Figura 1. Proceso de recubrimiento Electroless Nickel.....	22
Figura 2. (a)-Curso de temperatura en el Temple. (b)-Diagrama TTT.	24
Figura 3. Curso de la temperatura en el recocido.	25
Figura 4. Curso de la temperatura en revenido.....	25
Figura 5. Curso de la temperatura en el normalizado.	26
Figura 6. Esquema del proceso de rayado.	28
Figura 7. Esquema de adherencia.....	29
Figura 8. Indentador aplicando una fuerza P en el material.	30
Figura 9. Principio de indentación instrumentada.	32
Figura 10. probetas con recubrimiento ENP.....	36
Figura 11. Tratamientos térmicos para el ENP.....	37
Figura 12. Sierra de corte húmedo Dewalt.	39
Figura 13. Pulidora de paños Metaserv 250	40
Figura 14. Microscopio electrónico de barrido SEM (Quanta FEG 650).....	40
Figura 15. Tribolab Bruker UMT	42
Figura 16. (a)-Espesor de película Ni-P; (b)-Espesor de fases FeB y Fe ₂ B de la probeta 23.....	47
Figura 17. Análisis de espectro EDS. (a)-En grietas;(b)-FeB y (c)-Fe ₂ B.....	49
Figura 18. (a). Dureza sustrato; (b). Dureza compuesta probeta 25.	51
Figura 19. Curvas resultantes de Modelos aplicados para probeta 25.....	53
Figura 20. Huellas por ensayo de rayado. (a)-Sustrato boronizado; (b)-Probeta con ENP.....	56

Figura 21. Ensayo de adhesión probeta 23. 58

Figura 22. (a)-Rayado general; (b)-posible falla LC1; (c)-Posible falla LC2. 59

Lista De Tablas

Tabla 1 Clasificación de ENP en función del % de fosforo.....	21
Tabla 2 Clasificación de tratamiento térmico para ENP	27
Tabla 3 Tratamientos térmicos de probetas a estudiar.	37
Tabla 4 Composición química del acero API J-55.	38
Tabla 5 Espesores por probetas.....	47
Tabla 6 Dureza compuesta obtenidas a diferentes cargas de indentación.	50
Tabla 7 Dureza del recubrimiento Ni-P	52
Tabla 8 Dureza al rayado con carga constante.....	55
Tabla 9 Resultados ensayo de adhesión.....	60

Lista de apéndices

Apéndice A. Medición de las huellas por indentación.....	69
Apéndice B. Cálculo de Dureza del recubrimiento Ni-P.....	69
Apéndice C. Ensayo de Rayado.....	72

Glosario

AE: Sensor acústico

API J55: Acero para tuberías de revestimiento

COF: Coeficiente de fricción

EDS: Espectroscopia de rayos x de energía dispersa

ENP: Electroless nickel Phosphorus

f: Factor del modelo Lesage-Pertuz

gr-f: Gramos fuerza

h: Profundidad relativa de indentación

Hc: Dureza compuesta [HV]

Hf: Dureza del recubrimiento [HV]

Hs: Dureza del sustrato [HV]

HV: Dureza Vickers

LC1: Falla cohesiva

LC2: Falla adhesiva

Ni-P: Electroless nickel Phosphorus

SEM: Ensayo de microscopia electrónica de barrido

t: Espesor del recubrimiento

TEM: Ensayo de microscopia electrónica de transmisión

UMT: Universal Mechanical Tester

Zr: Profundidad relativa de indentación

Resumen

Título: Estudio Tribológico De Un Acero Api-J55 Con Difusión Electroless Nickel (ENP). *

Autor: Edward Andrés Meneses Gómez**

Palabras clave: caracterización, recubrimientos, SEM, EDS, electroless nickel Phosphorus, tribología.

Descripción:

En la industria petrolera se han presentado rendimientos no deseados en sus operaciones de transportes de fluidos y de perforación de pozos en cuanto a los aceros aplicados para dichas tareas, este hecho ocurre cuando el material es sometido a condiciones extremas de corrosión, desgaste y alta temperatura. Debido a esta problemática se ha optado por realizar caracterizaciones y estudios tribológicos a aleaciones que sean más eficientes en dichas condiciones de trabajo ya mencionadas. Como lo son las aleaciones ENP electroless nickel Phosphorus (Nava Hernandez, 2013).

Sabiendo que los aceros utilizados para estos trabajos son aceros API J55 boronizado por difusión que aportan una buena conducta en sus propiedades mecánicas, pero que por esfuerzos ya sean mecánicos o choques térmicos muy bruscos este acero boronizado presenta corrosión y grietas superficiales, por tal motivo se analiza el resultado de aplicar una película de recubriendo en este acero de Ni-P con 14% en peso de fósforo, de dicho estudio se obtienen datos experimentales que garantizan que en las grietas generadas el ENP se deposita en su gran totalidad y uniformemente por medio de ensayos de espectroscopia EDS; por otra parte disminuye un poco la dureza intrínseca del boronizado hasta un valor que oscila entre los 940 [HV] que aunque se reduce sigue siendo una dureza considerablemente buena aportando así una mejora significativa al desgaste y la corrosión propiedades que resaltan a las aleaciones de níquel cuando se transforma su estructura amorfa a cristalina por medio de tratamiento térmicos hasta alcanzar la fase de mejor rendimiento para esta aleación que es el fosfuro de níquel Ni₃P según estudio ya realizados. (Gomes et al, 2018).

* Trabajo de grado.

** Facultad de Ingenierías Físico-Mecánicas. Escuela de Ingeniería Mecánica. Director: PhD Alberto David Pertuz Comas.

Abstract

Title: Tribological Study of an Api-J55 Steel with Electroless Nickel Diffusion (ENP). *

Author: Edward Andrés Meneses Gómez **

Keywords: characterization, coatings, SEM, EDS, electroless nickel Phosphorus, tribology.

Description:

In the oil industry unwanted yields have been presented in its fluid transport and well drilling operations regarding the steels applied for these tasks, this occurs when the material is subjected to extreme conditions of corrosion, wear and high temperature. Due to this problem, it has been decided to carry out characterizations and tribological studies to alloys that are more efficient in the aforementioned working conditions. As are the electroless nickel Phosphorus ENP alloys (Nava Hernandez, 2013).

Knowing that the steels used for these works are API J55 steels boronized by diffusion that provide good behavior in their mechanical properties, but that due to mechanical or thermal shocks, this boronized steel presents corrosion and surface cracks, for this reason analyze the result of applying a coating film on this Ni-P steel with 14% phosphorus weight, from this study experimental data are obtained that guarantee that in the cracks generated the ENP is deposited in its entirety and uniformly through EDS spectroscopy assays; on the other hand, the intrinsic hardness of the boronized is reduced a little to a value that ranges between 940 [HV] which although reduced remains a considerably good hardness thus contributing a significant improvement to wear and corrosion properties that highlight nickel alloys when its amorphous structure is transformed to crystalline by means of thermal treatments until it reaches the best performance phase for this alloy, which is Ni₃P nickel phosphide, according to studies already carried out. (Gomes et al, 2018).

* Bachelor thesis

** Faculty of Physical-Mechanical Engineering. School of Mechanical Engineering.

Advisor: PhD Alberto David Pertuz Comas.

Introducción

En las últimas décadas a nivel mundial, el uso de materiales y aleaciones entre sí han llegado a ser de gran importancia para las industrias, gracias a investigaciones y estudios desarrollados en la implementación de nuevos materiales, alcanzando resultados con excelentes combinaciones de propiedades mecánicas y físicas. Estos avances han permitido abarcar un gran campo de aplicaciones en diferentes sectores industriales. (Parkinson, 2001).

En la industria petrolera se han presentado rendimientos no deseados en sus operaciones de transportes de fluidos y de perforación de pozos en cuanto a los aceros aplicados para dichas tareas, este hecho ocurre cuando el material es sometido a condiciones extremas de corrosión, desgaste y alta temperatura. Debido a esta problemática se ha optado por realizar caracterizaciones y estudios tribológicos a aleaciones que sean más eficientes en dichas condiciones de trabajo ya mencionadas. (Nava Hernandez, 2013).

Los materiales se desgastan y corroen fácilmente en condiciones extremas de trabajo, analizando que este fenómeno es un ítem de importancia en la industria petrolera se han desarrollado estudios para la utilización de diversas aleaciones como (Níquel (Ni), Hierro (Fe), Estaño (Sn), Fosforo (P), etc.), buscando mejorar las propiedades mecánicas del acero. (Mijangos & Serafin Moya, 2007).

Teniendo en cuenta la problemática actual en el deterioro de las tuberías una de las aleaciones que cumple con las necesidades para el mejoramiento de sus propiedades es la níquel-fosforo. En la implementación de su estudio como recubrimiento se encuentra la técnica Electroless Nickel-Phosphorus ENP la cual se considera la opción más viable para obtener un aumento significativo

en las propiedades mecánicas del acero. Investigaciones realizadas al ENP indican que tienen una alta resistencia al desgaste, la corrosión y un aumento significativo en cuanto a su dureza. (Silva & Staia, 2009) (Gomes et al, 2019).

Analizando la enorme necesidad que existe en la industria de nuevos materiales con excelente comportamiento tribológico; término que hace énfasis a las aplicaciones en las que se requiere optimas propiedades mecánicas del recubrimiento ya mencionadas y sabiendo que la caracterización de materiales es parte esencial de él, se define como la observación y descripción de la parte estructural de un material que es posible modificar a través de su contenido de elementos de aleación en su recubrimiento y de sus tratamientos térmicos, obteniendo un material que posea determinada resistencia mecánica deseada, sabiendo que la mejora de una de sus propiedades sacrifica otra . (Nava Hernandez, 2013) (Mijangos & Serafin Moya, 2007) (Silva & Staia, 2009).

El siguiente trabajo tiene como propósito realizar un estudio tribológico a un acero API-J55 previamente boronizado con Electroless nickel (ENP), el estudio consta en analizar la mejora de las propiedades mecánicas como dureza, rayado y adherencia mediante diferentes técnicas basadas en las normas ASTM.

1. Objetivos

1.1 Objetivo General

Estudiar el comportamiento de las propiedades tribológicas derivadas de una serie de tratamientos térmicos realizados a un acero boronizado API-J55 recubiertas con Electroless nickel (ENP).

1.2 Objetivos Específicos

Determinar experimentalmente la resistencia mecánica al rayado y la adherencia del recubrimiento ENP luego de la aplicación de diversas rampas de tratamientos térmicos.

Determinar experimentalmente la resistencia a la dureza y la dureza instrumentada del recubrimiento ENP luego de la aplicación de diversas rampas de tratamientos térmicos.

Examinar la penetración del recubrimiento ENP en micro grietas generadas previamente en la difusión de boro usando microscopia electrónica.

Validar la metodología de mejor desempeño en las propiedades mecánicas del acero boronizado API-J55 con ENP.

2. Marco Teórico

2.1 Tribología

La palabra tribología etimológicamente se deriva del término griego tribos, que es “frotamiento o rozamiento”, así que podemos decir que tribología sería “la ciencia del rozamiento”. Técnicamente se definen a la Tribología como la ciencia y tecnología que estudia la interacción de las superficies en movimiento relativo, así como los temas y prácticas relacionadas. La Tribología aplica a problemas tales como confiabilidad, mantenimiento, y desgaste de los equipos, abarcando desde la tecnología aeroespacial hasta aplicaciones domésticas. El entendimiento de las interacciones superficiales abarca conocimiento de varias disciplinas incluyendo la física, química, matemáticas aplicadas, mecánica de sólidos, mecánica de fluidos, termodinámica, transferencia de calor, ciencia de materiales, lubricación, diseño de máquinas, confiabilidad. (contributors, 2013).

2.1.1 Historia de la tribología. En sí, la Tribología podría parecer algo nuevo, pero solamente el término como tal lo es, ya que el interés en temas relacionados con la disciplina existe desde antes de que la historia se escribiera. El término Tribología viene usándose desde finales del siglo XX y hoy en día es usado universalmente para la ciencia que estudia la interacción entre superficies en contacto y en movimiento así como los problemas que surgen relacionados con ellos: fricción, adhesión, desgaste y lubricación. (contributors, 2013).

2.1.2 Fundamentos de la tribología. El estudio de la Tribología se basa en tres fenómenos fundamentales: la fricción entre dos cuerpos en movimiento, el desgaste como efecto natural de este fenómeno y la lubricación como un medio para evitar el desgaste. El principal objetivo de la Tribología, es elevar la vida útil de las máquinas, mediante la disminución de la fricción y el desgaste; evitando un gasto en materiales, energía y tiempo. (contributors, 2013).

2.2 Electroless nickel (ENP)

El niquelado electrolítico es un proceso para depositar una aleación de níquel de soluciones acuosas sobre un sustrato sin el uso de corriente eléctrica. Por lo tanto, difiere de la galvanoplastia, que depende de una fuente externa de corriente continua para reducir los iones de níquel en el electrolito a níquel metal en el sustrato. El niquelado electrolítico es un proceso químico que reduce los iones de níquel en solución al níquel metal por reducción química. El agente reductor más común utilizado es el hipofosfito de sodio. Las alternativas son boro hidruro de sodio y dimetilamina borano, pero se usan con mucha menos frecuencia. Se estima que el hipofosfito de sodio se usa en más del 99% de todos los niquelados sin electrodos. (Parkinson, 2001).

2.2.1 Propiedades del níquel electrolítico

2.2.1.1 Composición y estructura. Existen grandes diferencias entre el níquel electrodepositado y el níquel sin electrodos que están asociadas con su pureza y estructura. Por ejemplo, la pureza del níquel electrodepositado es típicamente superior al 99%, pero cuando se usa hipofosfito de sodio como agente reductor en el niquelado sin electrodos, una composición típica para el depósito es 92% de níquel y 8% de fósforo. El contenido de fósforo tiene un gran efecto sobre las propiedades de depósito y puede variar en un amplio rango, típicamente del 3 al 12%. La industria normalmente identifica recubrimientos de níquel sin electrodos de acuerdo con su contenido de fósforo. Ver Tabla 1. (*Parkinson, 2001*). (*J. M. Hernández, 2015*).

Tabla 1

Clasificación de ENP en función del % de fosforo.

Clasificación	Contenido de P en %
Fosforo bajo	2-5
Fosforo medio	6-9
Fosforo alto	10-14

Nota: Gomes, N., Gonzales Estrada, O. A., & Pertuz, A. (2019). Electroless Nickel Phosphorous: una visión global. *Revista UIS Ingenierias Vol. 18, n.º 4, pp. 173-192, 1-20.*

La estructura del níquel sin electricidad es responsable de algunas de sus propiedades únicas. Difiere mucho de la estructura cristalina del níquel electrodepositado y normalmente puede describirse como que tiene una estructura amorfa o una que consiste en cristalitas ultra finos. La naturaleza amorfa de los depósitos se vuelve más dominante al aumentar el contenido de fósforo y, por encima del 10,5%, los depósitos se consideran verdaderamente amorfos. La ausencia de una estructura cristalina bien definida elimina la posibilidad de corrosión intergranular que puede ser un problema con los depósitos cristalinos, como el níquel electrolítico. El níquel sin electrodos,

por lo tanto, proporciona un recubrimiento de barrera más efectivo para proteger un sustrato del ataque corrosivo. (Parkinson, 2001).

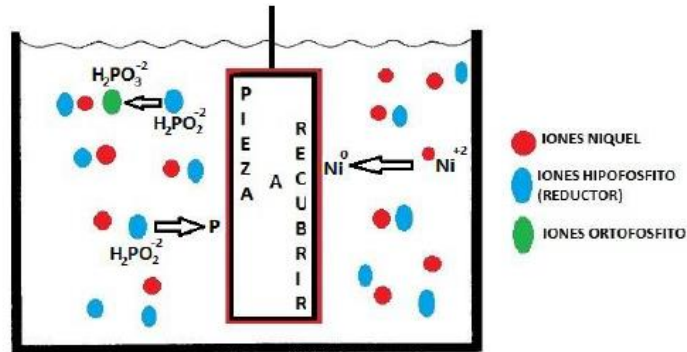


Figura 1. Proceso de recubrimiento Electroless Nickel. Adaptado de Gomes, N., Gonzales Estrada, O. A., & Pertuz, A. (2019). *Electroless Nickel Phosphorous: una visión global. Revista UIS Ingenierias Vol. 18, n.º 4, pp. 173-192, 1-20.*

2.3 Tratamientos Térmicos

Los tratamientos térmicos, en general, son operaciones de calentamiento y enfriamiento de los metales o aleaciones, a temperaturas y velocidades variables, mediante los cuales se persigue fundamentalmente conseguir cambios en la estructura cristalina, cambio de fases, bien en su número o proporción permaneciendo su naturaleza, es decir, su composición química inalterable. Los tratamientos térmicos fundamentales como son el normalizado, recocido, temple y revenido, adquieren al ser aplicados a los aceros, una gran variedad de matices lo que permite obtener el máximo rendimiento en función de su aplicación al acero. (Escuela colombiana de ingeniería, 2012).

2.3.1 Etapas del tratamiento térmico. Un tratamiento térmico consta de tres etapas que se presentan a continuación:

2.3.1.1 Calentamiento hasta la temperatura fijada. La elevación de temperatura debe ser uniforme en la pieza.

2.3.1.2 Permanencia a la temperatura fijada. Su fin es la completa transformación del constituyente estructural de partida. Puede considerarse suficiente una permanencia de unos 2 minutos por milímetro de espesor.

2.3.1.3 Enfriamiento. Este enfriamiento tiene que ser rigurosamente controlado en función del tipo de tratamiento que se realice. (*Tecnología industrial II, 2010*)

2.3.2 Tratamientos térmicos aplicados

2.3.2.1 Temple. Este tratamiento térmico se caracteriza por enfriamientos rápidos (continuos o escalonados) en un medio adecuado: agua, aceite o aire, para transformar la austenita en martensita. Ver figura 2. (*Tecnología industrial II, 2010*) .

Mediante el temple se consigue aumentar la dureza, resistencia mecánica, disminuir la tenacidad (aumento de la fragilidad), disminuir el alargamiento unitario y modificar algunas propiedades eléctricas, magnéticas y químicas. (Ana, 2012).

-Temperatura $A_{c3} \cong 850 \text{ }^\circ\text{C}$

-Temperatura $A_{c1} \cong 750 \text{ }^\circ\text{C}$

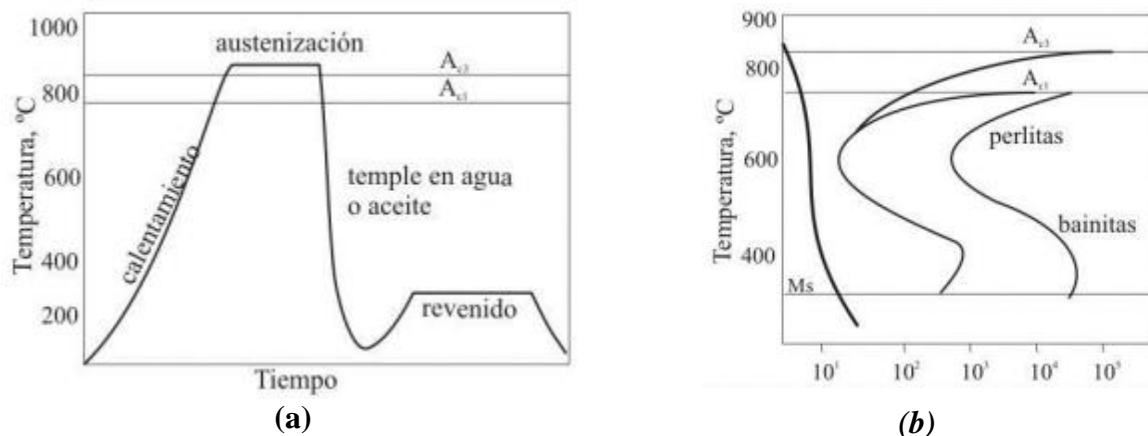


Figura 2. (a)-Curso de temperatura en el Temple. (b)-Diagrama TTT. Adaptado de Ana. (08 de 01 de 2012). X- *TEMPLE Y REVENIDO*. Obtenido de Metalografía y Tratamientos Térmicos: https://www.frro.utn.edu.ar/repositorio/catedras/mecanica/5_anio/metalografia/10-Temple_y_Revenido_v2.pdf

2.3.2.2 Recocido. Se trata de calentar el metal hasta una determinada temperatura y enfriarlo después muy lentamente (incluso en el horno donde se calentó). De esta forma se obtienen estructuras de equilibrio. Son generalmente tratamientos iniciales mediante los cuales se ablanda el acero. (Caro, 2008).

Su finalidad es suprimir los defectos del temple. Mediante el recocido se consigue: aumentar la plasticidad, ductilidad y tenacidad; Eliminar la acritud y Afinar el grano homogenizando la estructura. Ver **figura 3**. (Caro, 2008).

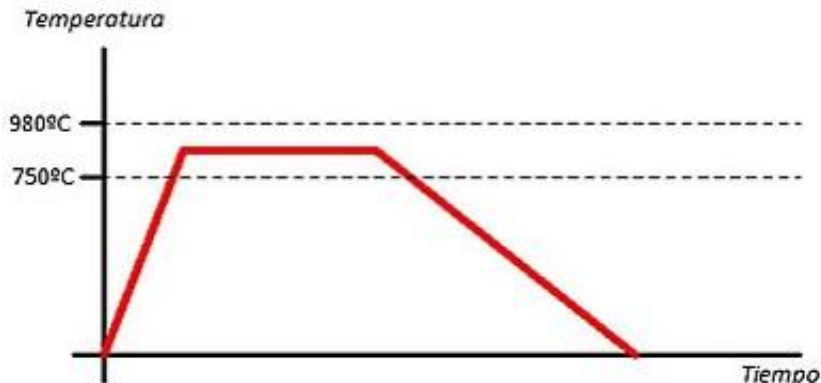


Figura 3. Curso de la temperatura en el recocido. Adaptado de Wikipedia, c. d. (06 de 02 de 2020). *Recocido*. Obtenido de Wikipedia, La enciclopedia libre.: <https://es.wikipedia.org/w/index.php?title=Recocido&oldid=123343268>

2.3.2.3 Revenido. Como ya se ha visto, el temple produce un aumento de la fragilidad debido a las tensiones internas que se generan al producirse la transformación martensítica. Para evitarlo, se somete el metal a un proceso de revenido, que consiste en elevar la temperatura hasta una inferior a la de transformación (punto crítico A_{c1}) para transformar la martensita en formas más estables. Mediante el revenido se consigue: disminuir la resistencia mecánica y la dureza como aumentar la plasticidad y la tenacidad. Ver figura 4. (Ana, 2012).

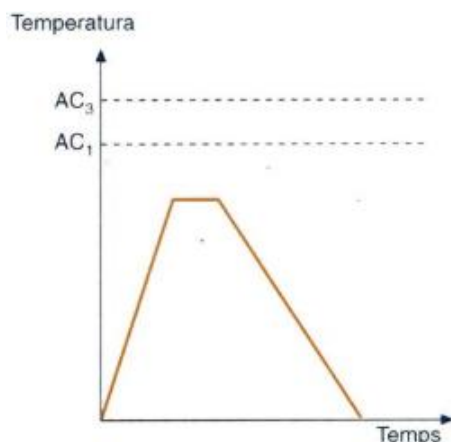


Figura 4. Curso de la temperatura en revenido. Adaptado de Caro, J. (08 de 04 de 2008). *Tratamientos termicos*. Obtenido de SCRIBD: <https://es.scribd.com/doc/2469673/Tratamientos-termicos>.

2.3.2.4 Normalizado. Se trata de calentar el metal hasta su austenización y posteriormente dejarlo enfriar al aire. La ventaja frente al recocido es que se obtiene una estructura granular más fina y una mayor resistencia mecánica. La desventaja es que la dureza obtenida es mayor. (*Escuela colombiana de ingeniería, 2012*)

Mediante este proceso se consigue: Subsanan defectos de las operaciones anteriores de la elaboración en caliente (colada, forja, laminación, etc.) eliminando las posibles tensiones internas y preparar la estructura para las operaciones tecnológicas siguientes (por ejemplo, mecanizado o temple). Ver **Figura 5**. (*Tecnología industrial II, 2010*).

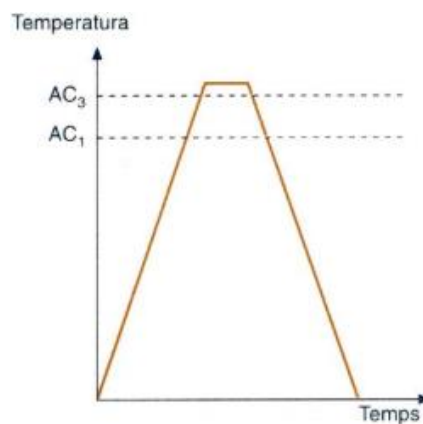


Figura 5. Curso de la temperatura en el normalizado. Adaptado de Caro, J. (08 de 04 de 2008). *Tratamientos térmicos*. Obtenido de SCRIBD: <https://es.scribd.com/doc/2469673/Tratamientos-termicos>.

2.3.3 Tratamientos térmicos posteriores para Electroless nickel ENP. La norma estándar, nos indica ciertos parámetros como la temperatura y el tiempo del tratamiento para los recubrimientos Ni-P teniendo en cuenta el porcentaje de fósforo (P) presente en la película Electroless nickel. (*ASTM B733-15, 2016*).

Tabla 2*Clasificación de tratamiento térmico para ENP*

Tipo	% fosforo (P), en peso	Temperatura [°C]	Tiempo[h]
I	Sin fosforo	260	20
II	1-3	285	16
III	2-4	320	8
IV	5-9	400	1
V	10 y por encima	350-380	1

Nota: ASTM B733-15. (2016). Standard Specification for Autocatalytic (Electroless) Nickel-Phosphorus Coatings on Metal. *ASTM International*, 1-14.

Los recubrimientos de Ni-P se clasificarán por tratamiento térmico para aumentar la adhesión y / o la dureza de la película recubierta como se indica en la **Tabla 2**.

2.4 Resistencia Mecánica Al Rayado

Históricamente, se ha estudiado la dureza de un material o su resistencia al desgaste con métodos estáticos. Scratch es una técnica de rayado consistente en deformar la superficie de una muestra por hendidura bajo la carga de un punzón duro en movimiento. La carga aplicada se puede mantener constante y repetir el rayado sobre la misma huella un número determinado de veces (ensayo conocido como ensayo de multirayado). Ver **figura 6**. Otro tipo de rayado es el rayado conocido como progresivo. En éste se va aumentando la carga progresivamente conforme el punzón va avanzando su recorrido por la superficie. Se trata de una técnica dinámica en la cual se aplica una carga a un material de manera que exista un movimiento relativo entre el elemento que aplica la carga y la superficie a la que se aplica. Para evaluar la resistencia al rayado, normalmente

se define una carga crítica, L_c , como la menor carga a la que la superficie de la muestra resulta dañada. (Meza et al, 2008).

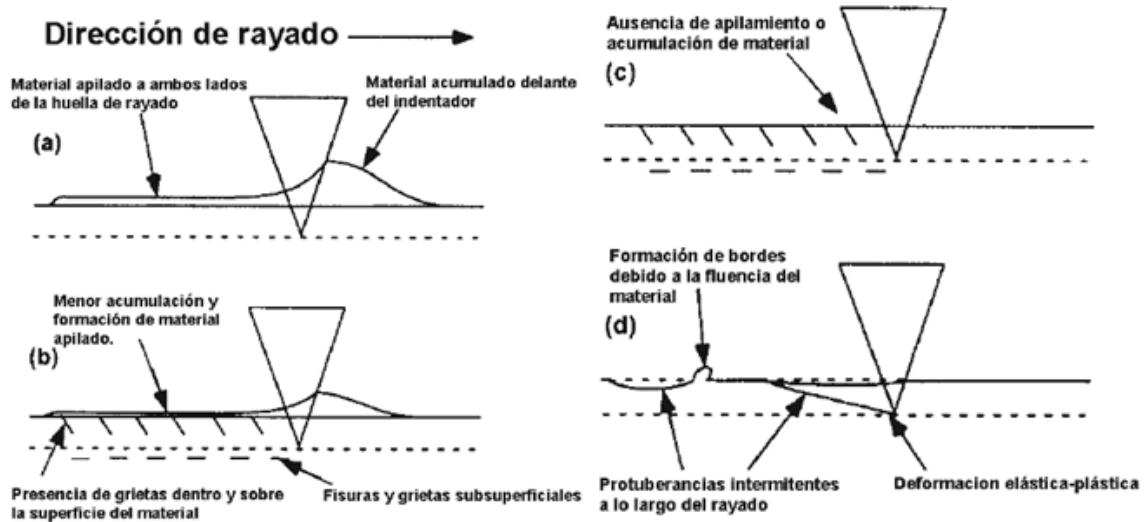


Figura 6. Esquema del proceso de rayado. Adaptado de Serrano Saurin, N. (2010). Estudio de la resistencia al rayado en función de la dirección de deslizamiento sobre polímeros de Nylon 6. *Industriales etsii UPCT*, 1-153.

El completo control de este aspecto en el proceso de rayado de un material es muy importante en cuanto a que caracterizará la manera de determinar la dureza de rayado, la cual según numerosos autores es una de las medidas de resistencia al rayado más comunes. (Meza et al, 2008).

2.5 Resistencia mecánica a la adherencia

El ensayo de adherencia, después del proceso de aplicación del revestimiento, indica la fuerza de la unión entre el substrato y el revestimiento, o entre diferentes capas, o la fuerza de cohesión de los materiales. La adherencia de un recubrimiento a una superficie depende en gran medida de

la calidad del proceso de preparación de la superficie. También es importante la compatibilidad entre el recubrimiento y el sustrato. Ver figura El ensayo de adhesión se utiliza con el fin de detectar posibles desperfectos del revestimiento, como control de la calidad en un trabajo de recubrimiento. Los recubrimientos deben adherirse satisfactoriamente al sustrato donde son aplicados. (Neurtek, 2003).

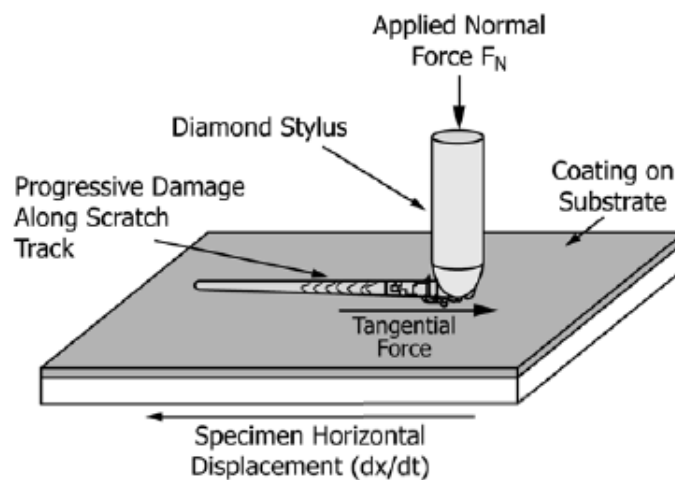


Figura 7. Esquema de adherencia. Adaptado de ASTM C1624-05. (2016). Standard Test Method for Adhesion Strength and Mechanical Failure Modes of Ceramic Coatings by Quantitative Single Point Scratch Testing. *ASTM INTERNATIONAL*, 1-29.

2.6 Resistencia mecánica a la dureza

Se entiende por dureza de un material a la resistencia que opone el material a su deformación plástica permanente superficial por rayado o penetración. Siempre se cumple que la dureza de un material resulta inversamente proporcional a la huella que queda en su superficie al aplicarle una fuerza. En este sentido, se puede definir también a la dureza de un material como aquella propiedad de la capa superficial del material de poder resistir toda deformación elástica, plástica o destrucción

debido a la acción de esfuerzos de contacto locales originados por otro cuerpo (llamado indentador o penetrador), más duro, de determinada forma y dimensiones, el cual no sufre deformaciones residuales durante el contacto. (Galbarro, s.f.).

Es decir, se entiende por dureza a la propiedad que tienen los materiales en general de resistir la penetración de un indentador sometido bajo carga, de manera que la dureza representa la resistencia del material a la deformación plástica localizada en su superficie. (Galbarro, s.f.).

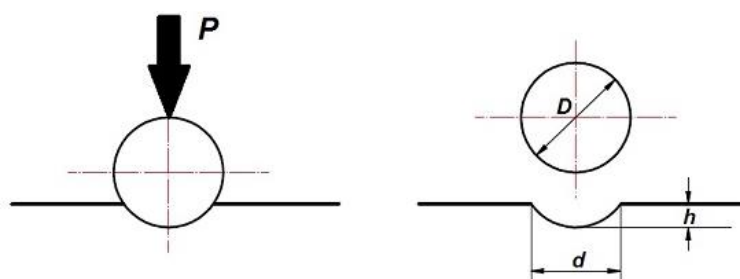


Figura 8. Indentador aplicando una fuerza P en el material. Adaptado de Galbarro, H. R. (s.f.).
Ensayos de dureza en los materiales. Obtenido de ingemecanica:
<https://ingemecanica.com/tutorialsemanal/tutorialn218.html>

Los ensayos de dureza más usados son:

2.6.1 Dureza Brinell: Emplea como punta una bola de acero templado o carburo de wolframio. Para materiales duros, es poco exacta pero fácil de aplicar. Poco precisa con chapas de menos de 6 mm de espesor. Estima resistencia a tracción. (Galbarro, s.f.).

2.6.2 Dureza Knoop: Mide la dureza en valores de escala absolutas, y se valoran con la profundidad de señales grabadas sobre un mineral mediante un utensilio con una punta de diamante al que se le ejerce una fuerza estándar. (Galbarro, s.f.).

2.6.3 Dureza Rockwell: Utiliza como punta un cono de diamante (en algunos casos bola de acero). Es la más extendida, ya que la dureza se obtiene por medición directa y es apto para todo tipo de materiales. Se suele considerar un ensayo no destructivo por el pequeño tamaño de la huella. (Galbarro, s.f.).

2.6.4 Dureza Vickers: Emplea como penetrador un diamante con forma de pirámide cuadrangular. Para materiales blandos, los valores Vickers coinciden con los de la escala Brinell. Mejora del ensayo Brinell para efectuar ensayos de dureza con chapas de hasta 2 mm de espesor. (Galbarro, s.f.).

2.7 Dureza Instrumentada

El ensayo de indentación instrumentada es una técnica utilizada para medir propiedades mecánicas de películas delgadas, materiales con superficies modificadas y fases de tamaño nanométrico. La técnica consiste en presionar un cuerpo rígido (indentador) sobre la superficie de una probeta, controlando simultáneamente la fuerza aplicada y la profundidad de penetración del indentador. (Helmut, 2007)

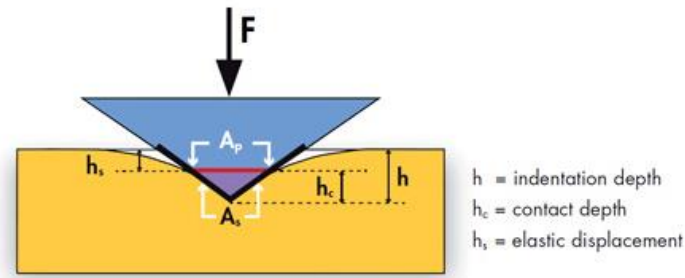


Figura 9. Principio de indentación instrumentada. Adaptado de Helmut, F. (2007). *Indentacion instrumentada*. Obtenido de Fischer: <http://www.helmut-fischer.com/es/mexico/conocimiento/metodos/inspeccion-superficial/indentacion-instrumentada/>

En la prueba de indentación instrumentada, un indenteador penetra en la superficie de la muestra con una carga especificada F . durante este proceso, la profundidad de la indentación h se mide de forma continua. Debido a sus altas resoluciones de carga y distancia. La prueba de indentación instrumentada determina las propiedades del material en recubrimientos finos. (Helmut, 2007)

2.8 Microscopia Electrónica

Todos los microscopios electrónicos cuentan con varios elementos básicos. Disponen de un cañón de electrones que emite los electrones que chocan contra el espécimen, creando una imagen aumentada. Se utilizan lentes magnéticas para crear campos que dirigen y enfocan el haz de electrones, ya que las lentes convencionales utilizadas en los microscopios ópticos no funcionan con los electrones. El sistema de vacío es una parte relevante del microscopio electrónico. Los electrones pueden ser desviados por las moléculas del aire, de forma que tiene que hacerse un vacío casi total en el interior de un microscopio de estas características. Por último, todos los

microscopios electrónicos cuentan con un sistema que registra o muestra la imagen que producen los electrones. (J.S Raisman, 2013).

2.8.1 Microscopio electrónico de barrido (SEM)

Crea una imagen ampliada de la superficie de un objeto. No es necesario cortar el objeto en capas para observarlo con un SEM, sino que puede colocarse en el microscopio con muy pocos preparativos. El SEM explora la superficie de la imagen punto por punto, al contrario que el TEM, que examina una gran parte de la muestra cada vez. Su funcionamiento se basa en recorrer la muestra con un haz muy concentrado de electrones, de forma parecida al barrido de un haz de electrones por la pantalla de una televisión. Los electrones del haz pueden dispersarse de la muestra o provocar la aparición de electrones secundarios. Los electrones perdidos y los secundarios son recogidos y contados por un dispositivo electrónico situado a los lados del espécimen. Cada punto leído de la muestra corresponde a un píxel en un monitor de televisión. Cuanto mayor sea el número de electrones contados por el dispositivo, mayor será el brillo del píxel en la pantalla. A medida que el haz de electrones barre la muestra, se presenta toda la imagen de la misma en el monitor. Los microscopios electrónicos de barrido pueden ampliar los objetos 200.000 veces o más. Este tipo de microscopio es muy útil porque, al contrario que los TEM o los microscopios ópticos, produce imágenes tridimensionales realistas de la superficie del objeto. (J.S Raisman, 2013).

3. Metodología

3.1 Enfoque De La Investigación

El siguiente proyecto de investigación será realizado bajo un planteamiento metodológico de enfoque cuantitativo, debido a que este método es el que mejor se adapta a las características y requerimientos de la investigación.

Cuando hablamos de una investigación cuantitativa damos por aludido al ámbito estadístico, es en esto en lo que se fundamenta dicho enfoque, en analizar una realidad objetiva a partir de mediciones numéricas y análisis estadísticos para determinar predicciones o patrones de comportamiento del fenómeno o problema planteado. (Hernandez Sampieri, 2006).

Dicho la anterior definición se llega a concluir que un enfoque cuantitativo se lleva a cabo gracias a la recolección y toma de datos obtenidos mediante procedimientos estadísticos para predecir un dicho comportamiento al problema.

3.2 Antecedentes

El recubrimiento Electroless Nickel-Phosphorus (ENP) es un material usado en sectores industriales como el automotriz, aeronáutico, petróleo y petroquímica, aeroespacial, entre otros; debido a la gran variedad de propiedades que ofrece para la protección de sustratos metálicos y no metálicos, entre las que destacan su alta resistencia a la corrosión y al desgaste (abrasión, fricción y erosión), además de su gran dureza y lubricidad, que lo hacen altamente competitivo respecto a otros tipos de recubrimientos como el cromado o níquel electro depositado. En el presente trabajo

se expone una amplia descripción sobre la técnica ENP, destacando las diferentes propiedades fisicoquímicas que exhibe dicho recubrimiento. (Gomes et al, 2018).

Este proyecto de investigación tiene como objetivo estudiar la influencia del ácido fosforoso (H_3PO_3) en un baño ácido de níquel tipo Watts sobre la morfología y propiedades mecánicas de los recubrimientos de níquel y de aleación níquel-fósforo (Ni-P). La tesis ha sido dividida en cuatro partes, la primera parte contempla los antecedentes referentes a los electrodepósitos de níquel y de la aleación de Ni-P. En la segunda parte se realiza un estudio electroquímico de la formación de la aleación Ni-P. La tercera parte es el estudio sobre las propiedades mecánicas y electroquímicas de los recubrimientos de níquel y Ni-P variando la concentración de ácido fosforoso. La cuarta parte se estudió el efecto del tratamiento térmico en las propiedades mecánicas y electroquímicas del recubrimiento de Ni-P variando la temperatura de tratamiento térmico. (Nava Hernandez, 2013)

En el siguiente trabajo, se evalúa el comportamiento ante el desgaste deslizante sin lubricación de una aleación de aluminio 7075-T6 recubierta auto catalíticamente con «electroless» Ni-P. Las características estudiadas del recubrimiento depositado fueron morfología, espesor, variación composicional de elementos con el espesor y su micro dureza. (Silva & Staia, 2009)

El níquel depositado por reducción química auto catalítica con hipofosfito forma un depósito amorfo de Ni-P con un contenido de fósforo entre el 4 y el 12 % en masa. Su resistencia a la corrosión depende de la cantidad de fósforo codepositado, y éste, a su vez, de las condiciones de

operación del baño niquelante. Normalmente, este tipo de recubrimientos se aplica por inmersión total de la pieza, pero, cuando se desea proteger selectivamente la superficie interna (p. ej., en el caso de tuberías) es necesario recircular la solución niquelante y evitar que la superficie externa se niquele. Este trabajo presenta los resultados del estudio y caracterización de la aplicación de este tipo de recubrimientos para la protección de la superficie interna de las tuberías. Los resultados muestran que es posible proteger dicha superficie por medio de esta técnica y que el régimen de flujo no tiene efecto significativo alguno sobre el contenido de fósforo del recubrimiento, aunque sí lo tiene sobre las características morfológicas y su velocidad de deposición. (Porcayo Calderon & Sarmiento Bustos, 2010).

3.3 Material

Para el siguiente trabajo Se emplearon probetas de acero al carbono grado API J-55 con boronizado solido recubiertas por Electroless nickel fosforado (ENP), a las cuales se les aplicaron distintas condiciones de tratamientos térmicos detallados en la **Tabla 3.** posteriores al recubrimiento.



Figura 10. probetas con recubrimiento ENP.

Tabla 3*Tratamientos térmicos de probetas a estudiar.*

Probeta	Tratamiento térmico a 450°C por 1 hora	Esfuerzo mecánico	Corrosión acelerada	Pieza con ENP tratamiento térmico a 400°C por 1 horas	Pieza con ENP tratamiento térmico a 200°C por 2 horas
23	1		4	2	3
25	2		3	1	
26		2	3	1	
28		2	4	1	3

Nota: El numero indica el orden en que se llevaron a cabo los tratamiento y esfuerzos mecanicos realizados a cada probeta.

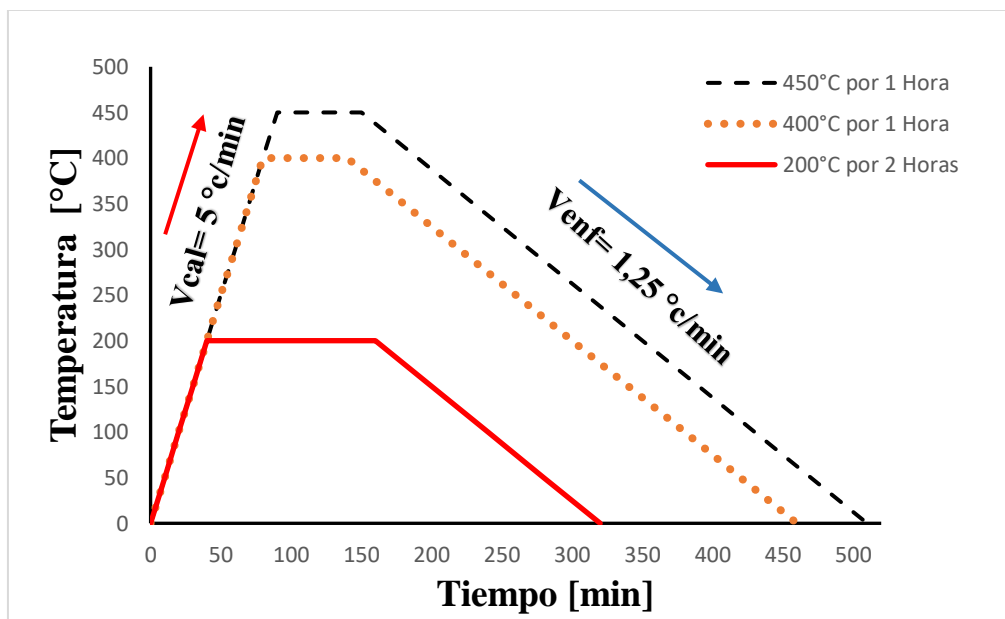


Figura 11. Tratamientos térmicos para el ENP; V_{cal} (velocidad de calentamiento) y V_{enf} (velocidad de enfriamiento).

3.3.1 Sustrato. Como sustrato se empleó un acero al carbón grado API J-55 cuya composición química se muestra en la **Tabla 4**. Datos tomados del trabajo de investigación realizado por (Dugarte et al, 2015).

Tabla 4
Composición química del acero API J-55.

Acero	Porcentaje en peso											ppm			
	C	S	Si	Mn	P	Cr	Ni	Cu	Mo	V	Nb	Ca	As	Ti	B
J-55	0,315	0,0029	0,2960	1,449	0,011	0,025	0,003	0,004	0,001	0,004	0,002	1	15	277	1

Nota: adaptado de Dugarte Paredes, S. Y., Hidalgo Prada, B., Guerra , E., & Gonzales, A. (2015). Behavior of corrosion of steels grade API J-55, P-110 and N-80 in saline environment with flow CO₂. *Revista Ingenier'ia UC*, 1-10.

Al sustrato se le realiza un tratamiento termoquímico de boronizado sólido que requiere temperaturas entre 700 y 1.000 °C, al igual que tiempos de tratamiento de hasta 10 horas (dependiendo del espesor de difusión requerido), el borizado o boronizado es una técnica de tratamiento termoquímico superficial, donde la superficie más externa de un material metálico es saturada con átomos de boro. El proceso de saturación de boro se da por medio de la difusión de átomos de este elemento a través de los espacios intersticiales de la red cristalina del metal sustrato. (Gomes et al, 2018).

3.3.2 Recubrimiento. A dicho sustrato se le realiza un recubrimiento de Electroless nickel fosforado (ENP) con porcentaje fosforo de 10-14% en peso como se observa en la **Tabla 1**. Teniendo en cuenta que los recubrimientos de fósforo alto destacan por su alta resistencia a la corrosión en diversos ambientes químicos, gran flexibilidad, además de una alta adherencia y difusión en el sustrato. (Gomes et al, 2019).

3.4 Preparación De Probetas

Las probetas con recubrimiento a estudiar se cortaron, prepararon y pulieron bajo técnicas estandarizadas de metalografía por la norma (ASTM E3-11, 2017); La preparación se llevó a cabo en dos fases, la primera la fase de corte y la segunda fase de pulido.

3.4.1 Fase 1- corte

El corte de las probetas se lleva a cabo en una sierra de corte húmedo de gran capacidad marca DEWALT con disco de corte diamantado la cual se muestra en la **figura 12**. El refrigerante usado para evitar calentamiento interno de la probeta es taladrina constantemente.

Las Probetas tienen dimensiones aproximadamente de **6mmx7mmx20mm**.



Figura 12. Sierra de corte húmedo Dewalt.

3.4.2 Fase 2- Pulido

El proceso de pulido convencional que se sigue bajo la norma (ASTM E3-11, 2017); consiste en desbastar por medio de lijas abrasivas de diferente numeración desde una lija 400 hasta una 3000, posterior a este pulido realizado manualmente se prosigue a dejar la superficie en la que se desea hacer las pruebas en forma de espejo por medio del pulido con alúmina haciendo uso de un pulidor de dos paños. **Figura 13.**



Figura 13. Pulidora de paños Metaserv 250

3.5 Microscopia Electrónica De Barrido (SEM)

Con la técnica de microscopia SEM se estudia como la película Ni-P se deposita sobre el sustrato, analizando las grietas que se formaron mediante tratamientos térmicos y esfuerzo mecánicos previos al recubrimiento con electroless nickel formadas en la zona de transición del boronizado y el recubrimiento.



Figura 14. Microscopio electrónico de barrido SEM (Quanta FEG 650)

Para poder realizar este estudio las muestras se colocaron sobre stubs metálicos con cinta adhesiva de carbón, en un equipo de SEM **figura 14** que cuenta con las siguientes características:

3.5.1 Imágenes: Microscopio Electrónico de Barrido FEG (Field Emission Gun) QUANTA FEG 650, Las imágenes fueron tomadas con las siguientes características:

Alto vacío, voltaje de aceleración 15 kV.

Detector para imágenes:

Electrones secundarios (**SE**): Everhart Thornley detector ETD

Electrones retro dispersados (**BSE**): Back scattered electrón detector (BSED) tipo SSD

3.5.2 Para Análisis Químico: voltaje de aceleración 15 Kv, Detector EDAX APOLO X resolución de 126.1 eV (en. Mn $K\alpha$) para realizar análisis EDS (Energy-Dispersive Spectroscopy). Software EDX Génesis. Información semicuantitativa de los elementos químicos.

3.6 Caracterización Del Recubrimiento

Los ensayos mecánicos llevados a cabo para realizar la caracterización del recubrimiento se llevaron a cabo en un tribómetro universal (UMT) marca BRUKER TRIBOLAB. **Figura 15.**



Figura 15. Tribolab Bruker UMT

3.6.1 Ensayo De Dureza. El estudio de la dureza del recubrimiento se realiza bajo el método de prueba por microindentación establecidos en la norma (ASTM E384 - 17, 2017).

Los diferentes ensayos de indentación se realizaron bajo condiciones Vickers usando un micro-indentador piramidal de base cuadrada, teniendo en cuenta que la microindentación se lleva a cabo con valores de fuerza de carga que van desde 1 gr-f hasta 1000 gr-f; con respecto a lo anterior se realizaron las pruebas de indentación con cargas de (100, 200, 300 y 350 gr-f) respectivamente con un tiempo de carga-descarga para cada indentación de 15 s. el criterio para utilizar dicho rango de cargas aplicadas se basa en la norma (ASTM B733-15, 2016) , debido a que esta norma nos aclara las especificaciones estándar para los revestimientos Ni-P.

Con esta práctica de indentación se obtienen la dureza del sustrato y la dureza compuesta sustrato-recubrimiento, para obtener la dureza de la película del recubrimiento se opta por aplicar los siguientes modelos:

Primer modelo propuesto por (Lesage et al, 2005), el modelado es utilizado de la forma:

$$A_P \cdot H_F^2 + B_P \cdot H_F + C_P = 0 \quad (1)$$

$$A_P = f^2 \cdot (f - 1) \quad (2)$$

$$B_P = (-2f^3 + 2f^2 - 1) \cdot H_s + (1 - f) \cdot H_c \quad (3)$$

$$C_P = f \cdot H_c \cdot H_s + f^2 \cdot (f - 1) \cdot H_s^2 \quad (4)$$

$$f = \left(\frac{t}{d}\right)^m \quad (5)$$

$$\ln(d) = m \cdot \ln(P) + b \quad (6)$$

Este modelo describe la dureza del recubrimiento como una función de los siguientes parámetros obtenidos experimentalmente que son:

H_c= Dureza compuesta; H_s=Dureza del sustrato; d=Promedio de las diagonales; t=Espesor del recubrimiento.

Segundo modelo propuesto por (Korsunsky et al,1998), ellos postulan que la dureza compuesta se comporta de la siguiente manera.

$$H_c = H_s + \frac{H_f - H_s}{1 + K * Zr^2} \quad (7)$$

$$Zr = \frac{h}{t} \quad (8)$$

Este modelo describe la dureza del recubrimiento como una función de los siguientes parámetros obtenidos experimentalmente que son:

H_c = Dureza compuesta; H_s =Dureza del sustrato; d =Promedio de las diagonales; t =Espesor del recubrimiento y un parámetro K que describe la geometría de penetración del indentador.

Tercer modelo propuesto por (Puchi-Cabrera, 2002), quien postula el siguiente modelo para dureza compuesta.

$$H_c = H_s + (H_f - H_s) * e^{-K * Zr^n} \quad (9)$$

$$Zr = \frac{h}{t} \quad (10)$$

Donde las constantes k y n representan parámetros materiales que caracterizan el cambio de dureza como el penetrador pasa del revestimiento al sustrato.

Cuarto modelo descrito por (Tuck et al, 2001), los cuales proponen el modelo de la siguiente forma.

$$H_c = H_s + \frac{H_f - H_s}{1 + K * Zr^x} \quad (11)$$

$$Zr = \frac{h}{t} \quad (12)$$

Donde k y X representan una dureza adimensional, parámetro de transición y un exponente de potencia, respectivamente, que dependen del modo de deformación y la geometría.

3.6.2 Ensayo De Rayado. La dureza al rayado se estudió bajo la norma (ASTM G171-03, 2017), la cual nos recomienda ciertos parámetros a tener en cuenta al momento de realizar la prueba; dichos parámetros son (fuerza normal, longitud de la carrera, velocidad del rayado y distancia entre marcas de rayado); para llevar acabo el ensayo se utilizaron los siguientes datos:

3.6.2.1 fuerza normal. Se recomienda una carga que deje una ranura medible en la superficie pero que no sea tan grande para evitar provocar fracturas, ya sabiendo los rangos de fuerza que se deben emplear para electroless Nickel se procedió a realizar las pruebas con una carga moderada de 250 gf-f.

3.6.2.2 Longitud de la carrera. 2 milímetros.

3.6.2.3 Velocidad del rayado. Debe ser constante de 0,25 mm/s.

3.6.2.4 Distancia entre marcas. La distancia entre un rayado y otro debe der de 5 veces la anchura producida por el rayado.

Una vez realizado el ensayo se continua con la medición promedio de la anchura de las huellas realizadas para calcular la dureza con la siguiente formula (13) propuesta en la norma.

$$HS_p = \frac{8 \cdot P}{\pi \cdot w^2} \quad (13)$$

Donde P (carga aplicada en [N]); w (anchura de la huella en [m]) y HS_p (dureza de rayado en [Pa])

3.6.3 Ensayo De Adherencia. La adhesión de la película Ni-P al sustrato se estudia bajo los métodos estándar de la norma (ASTM C1624-05, 2016). La cual contempla que este ensayo es parecido al de rayado diferenciándolos en que la carga aplicada es progresiva a lo largo del rayado y de mayor magnitud, con el fin de producir un desprendimiento en la superficie teniendo en cuenta los siguientes parámetros:

3.6.3.1 Carga aplicada. fuerza progresiva de 0 hasta 40 [N].

3.6.3.2 Longitud del rayado. 2 milímetros.

3.6.3.3 Velocidad de rayado. 0,2 mm/s.

3.6.3.4 Distancia entre marcas. la distancia entre un rayado y otro debe ser de 5 veces la anchura producida por el rayado.

4. Análisis De Resultados

Estos análisis de resultados que se describirán a continuación son datos obtenidos experimentalmente, el propósito de esta investigación es evaluar las propiedades mecánicas del recubrimiento electroless nickel fosforado sobre un sustrato grado API J55 con boronizado, la intención de usar este recubrimiento es que además de poder cubrir las micro grietas generadas en el sustrato boronizado ocasionadas por esfuerzos mecánicos o choques térmicos bruscos es obtener un comportamiento confiable en cuanto a propiedades mecánicas y frente a condiciones corrosivas extremas.

4.1 Microscopia Electrónica De Barrido (SEM).

Por medio del análisis de microscopia realizado a las probetas se mide el espesor de recubrimiento níquel-fosforo que se generó según el tratamiento térmico al que fueron sometidos dichas muestras como se observa en la **Tabla 5**, también se puede apreciar que la película de Ni-P logró depositarse sobre la superficie boronizada de manera uniforme.

Tabla 5

Espesores por probetas.

Probeta	Espesor			
	Medida 1	Medida 2	Medida 3	Promedio
23	31,69	33,58	35,15	33,48
25	28,33	26,54	29,64	28,17
26	32,83	30,17	28,67	30,57
28	31,4	33,25	29,03	31,23

Nota: medidas de espesores en micras [μm].

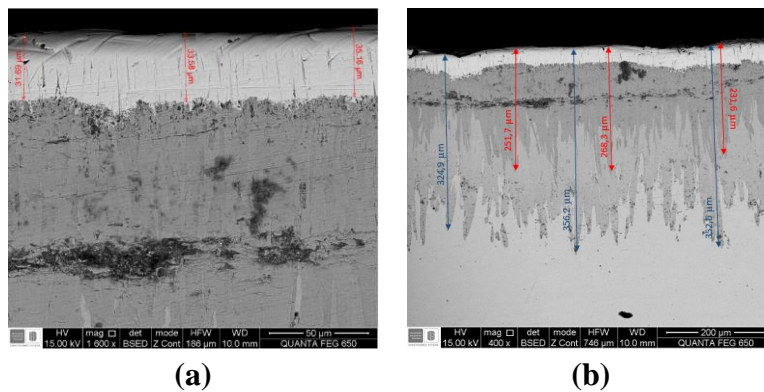
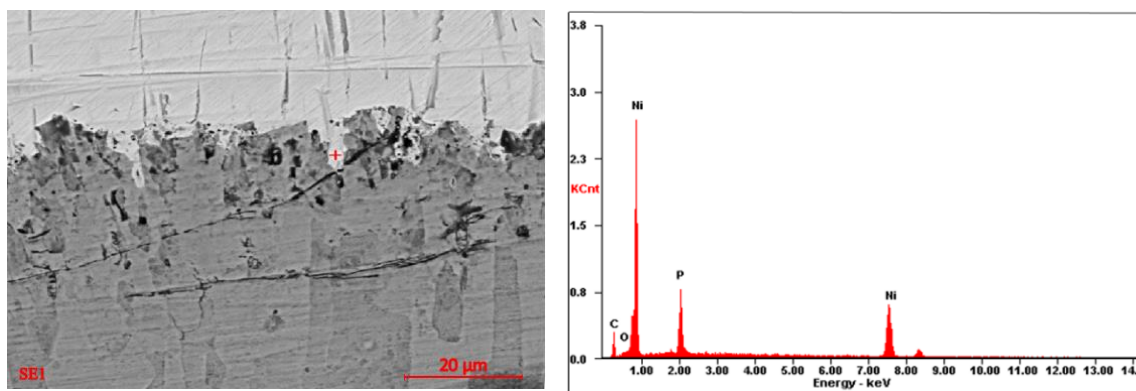


Figura 16. (a)-Espesor de película Ni-P; (b)-Espesor de fases FeB y Fe₂B de la probeta 23

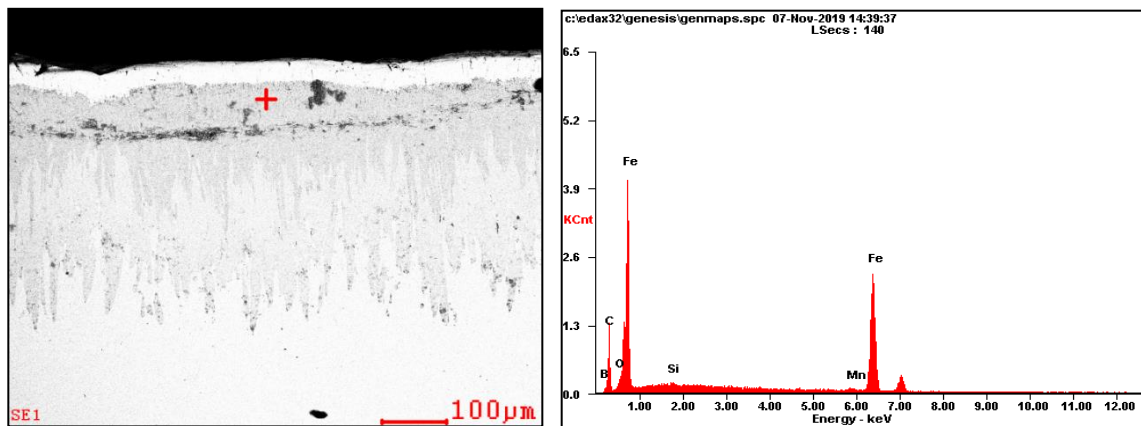
En la **figura 16 (a)**. Se evidencia las medidas realizadas a la capa de recubrimiento níquel-fosforo en cada probeta, a las cuales se le realizaron tres medidas diferentes de la película en cuestión, donde se observan que los valores se encuentran en un rango de **[28,17 - 33,48]** μm , valor que depende del control de PH durante el proceso de deposición, la temperatura y el tiempo a la que

se realiza la técnica de Electroless nickel siendo las variables que más afecta la composición de estos depósitos. (Silva & Staia, 2009).

En la **figura 16 (b)**. Se puede observar las fases de boruro de hierro que se formaron con el tratamiento termoquímico de boronizado sólido, alcanzado capas de alrededor de **250 μm** para la fase de FeB y de valores aproximados a **345 μm** para la fase estructural Fe₂B.



(a)



(b)

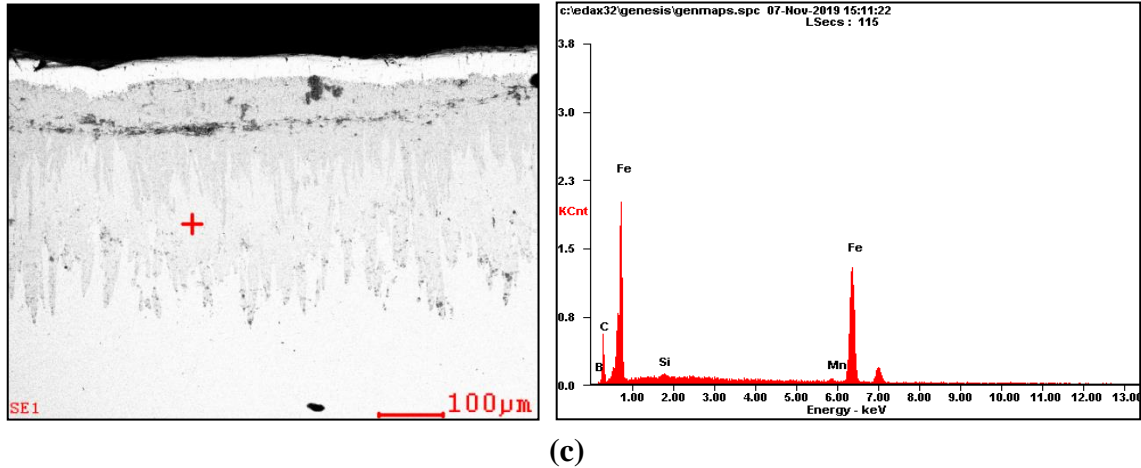


Figura 17. Análisis de espectro EDS. (a)-En grietas;(b)-FeB y (c)-Fe₂B.

En la **figura 17 (a)**. Se puede evidenciar la penetración que tiene el recubrimiento en las micro grietas presentes en el sustrato boronizado. Por medio del análisis de espectroscopia EDS se puede observar que la película de Ni-P se sitúa en gran totalidad dentro de las grietas, cumpliendo con la expectativa de cubrir las grietas generadas por altas temperaturas o esfuerzos mecánicos. Este análisis permite distinguir los diferentes elementos químicos presentes en las grietas examinadas, generando evidencia de que la película electroless nickel fosforada cubre en su mayoría las grietas presentes en el sustrato. En la **figura 17 (b)** y **(c)**, se puede evidenciar el contenido de elemento químicos presentes para cada fase de boruro de hierro FeB y Fe₂B respectivamente formadas en el sustrato por medio de un tratamiento termoquímico aplicado.

4.2 Caracterización del recubrimiento

4.2.1 Ensayo de dureza

Por medio de este ensayo se obtuvieron valores de dureza Vickers experimentales para el sustrato y las diferentes probetas para las cuales se indicaron valores de dureza compuesta (sustrato-recubrimiento) para cada carga de indentación aplicada, como se indican en la **tabla 6**.

Tabla 6

Dureza compuesta obtenidas a diferentes cargas de indentación.

PROBETA	CARGA [gr-f]			
	100	200	300	350
23	609,211	507,388	467,703	473,313
25	972,126	940,589	920,342	906,161
26	803,515	758,054	728,215	701,843
28	695,244	620,779	582,022	580,348
Sustrato	1702,648	1549,348	1493,452	1484,596

Nota: Hardness Vickers compuesta por carga aplicada [HV].

En el tribómetro universal **figura 15**, por medio del microscopio óptico se observaron las marcas realizadas para cada carga de indentación, permitiendo medir las diagonales (**Anexo A**); con las diagonales medidas y las cargas aplicadas se obtiene una dureza Vickers dependiente de la carga, la cual en el caso de las probetas con electroless nickel se denomina dureza compuesta debido a que frente a esta carga aplicada reacciona conjuntamente el sustrato y la película de electroless nickel fosforada.

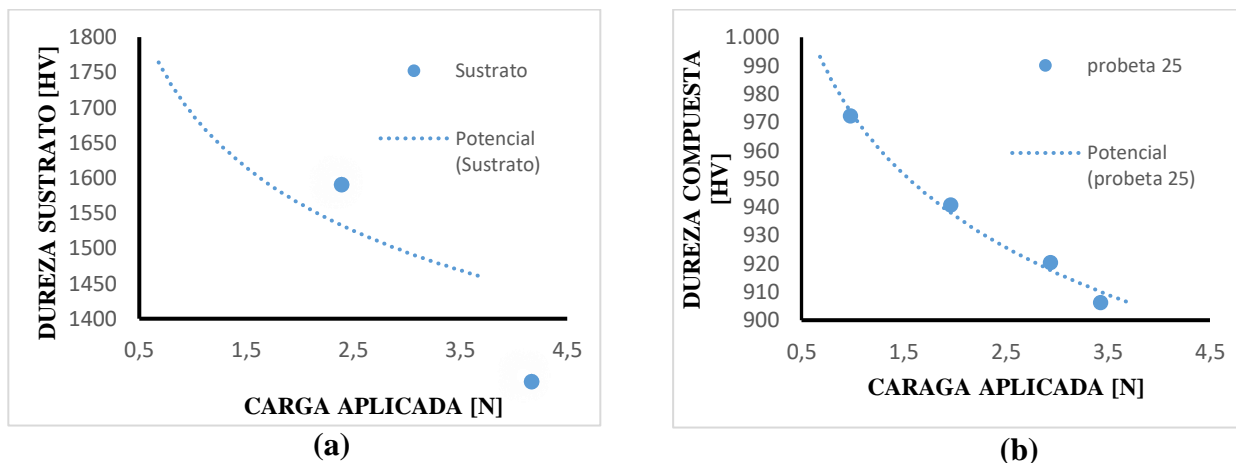


Figura 18. Variación de dureza respecto a carga aplicada. (a). Dureza sustrato; (b). Dureza compuesta probeta 25.

Las gráficas obtenidas a partir de los datos de dureza y sus respectivas curvas de tendencia se pueden observar en la **figura 18**. En estas curvas se aprecia un comportamiento característico de la relación dureza-carga aplicada, en el cual relaciona que la dureza presenta un comportamiento dependiente de la indentación a bajas cargas aplicadas; por tal motivo en esta zona no es posible encontrar un valor exacto de dureza, mientras que a cargas más altas la dependencia tiende a desaparecer causando que la dureza en esa zona no presente un cambio significativo, ocasionando así que esta zona por medio de una regresión lineal se pueda estimar un valor aproximado de dureza intrínseca.

Para calcular la dureza de la película de recubrimiento Ni-P por carga de indentación se aplicaron los modelos matemáticos antes mencionados propuestos por (Tuck et al, 2001) (Lesage et al, 2005) (Korsunsky et al, 1998) y (Puchi-Cabrera, 2002), con el fin de analizar qué modelo o modelos se adaptan mejor a este tipo de recubrimientos ENP. Al realizar los cálculos necesarios

(Anexos B), se obtuvieron los siguientes datos de durezas Vickers por carga de indentación, presentados en la **Tabla 7**.

Tabla 7*Dureza del recubrimiento Ni-P*

Probeta	Hc [HV]	d [μm]	Zr	Lesage et al.	Tuck et al.	Puchi-Cabrera	Korsunsky et al
23	583,870	18,479	0,0788	1020	609,2	533,4	584,8
	507,388	27,033	0,1153	643,8	507,4	393,4	451,6
	467,703	34,485	0,1471	449,5	467,7	322,5	378,4
	473,313	37,027	0,1580	412,7	473,2	318,8	371,8
25	972,126	13,810	0,0700	1226	941,2	797,6	952,5
	940,589	19,855	0,1007	1049	890,8	749,5	906,8
	920,342	24,583	0,1247	961,3	851,3	708,4	871,6
	906,161	26,760	0,1357	922,3	824,8	677,6	847,8
26	803,515	15,190	0,0710	1128	803,2	575	758,8
	758,054	22,117	0,1034	897,1	757,2	436,7	647,7
	728,215	27,637	0,1292	770,8	726,6	369,8	602,3
	701,843	30,407	0,1422	704,6	699,6	351,1	546,6
28	695,244	16,330	0,0747	1052	690,4	533,78	672,8
	620,779	24,440	0,1118	751,7	607,5	446,7	574,4
	582,022	30,913	0,1414	587,4	502	373,1	450,8
	580,384	33,438	0,1530	454,4	550,2	311,4	495,7

Nota: Dureza Vickers [HV]; Hc (Dureza compuesta; Zr (profundidad relativa de indentación).

Los valores de la película de recubrimiento ENP obtenidos para cada probeta a su respectiva carga de indentación aplicando los modelos matemáticos que estudian el comportamiento de dureza compuesta (sustrato-recubrimiento) se ven plasmados en la **Tabla 7**, dichos valores indican que la probeta que mejor comportamiento de dureza aporta luego de aplicada la película Ni-P es la **probeta 25**.

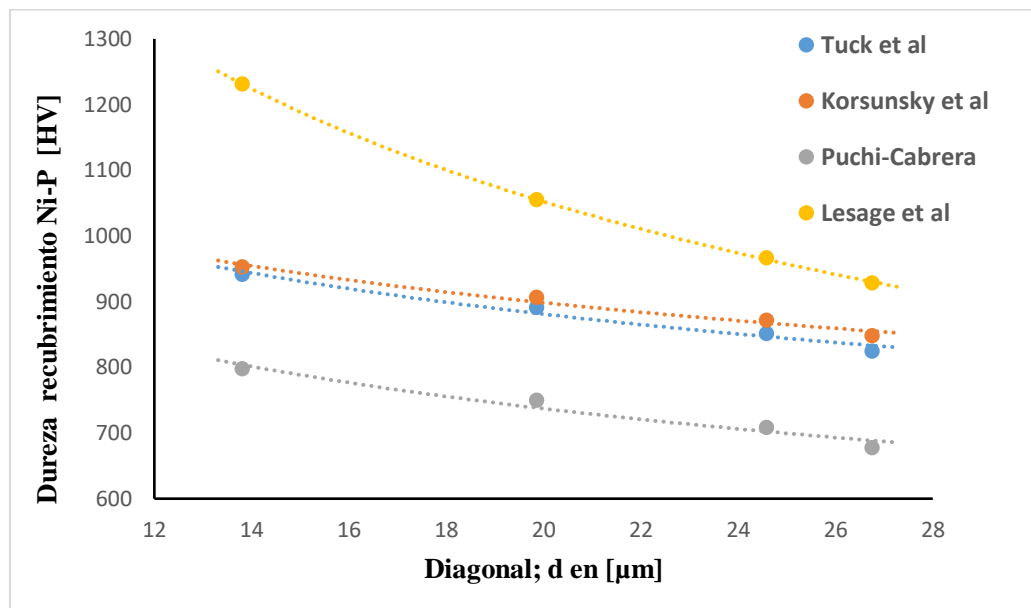


Figura 19. Curvas resultantes de Modelos aplicados para probeta 25.

El comportamiento de la dureza de recubrimiento obtenida respecto a la carga aplicada es el esperado puesto que se puede apreciar una tendencia típica de este tipo de aleación como el que se representa en la **figura 19**. En la gráfica se observa cómo es la relación existente entre la dureza Vickers y la diagonal promedio de la huella dejada por la carga aplicada sobre el recubrimiento cerámico (Lost et al, 2012), se puede evidenciar que las curvas resultantes de aplicar los modelos matemáticos presentan un decrecimiento del valor de dureza en función del aumento de la carga de indentación manifestando una tendencia hacia el valor de dureza intrínseco, resaltando que cada modelo presenta como resultado curvas diferentes, esto debido a que cada modelo depende de parámetros diferentes ya sean de geometría, relación de dureza recubrimiento-sustrato o de transición en la deformación; por tal motivo no resulta conveniente usar cualquier modelado existente puesto que los recubrimientos no reaccionan de igual manera frente a este tipo de

ensayos, en base a lo observado se puede establecer que de los cuatro modelos aplicados los que mejor se ajustan a este tipo de recubrimientos en cuanto a su resistencia a la dureza son el modelado propuesto por Korsunsky et al y Tuck et al,

La probeta 25 presentó el mejor comportamiento de dureza frente a las distintas cargas de indentación aplicada, dando como resultado un rango de dureza intrínseca entre los [800-900] HV aproximadamente, este resultado se debe a los tratamientos térmicos aplicados de 400°C por 1 hora, temperatura y tiempo recomendado para este tipo de aleaciones. (ASTM B733-15, 2016), posteriormente un tratamiento térmico de 450°C por otra hora más, este segundo tratamiento para garantizar que se pueda alcanzar la máxima transformación cristalina del electroless nickel fosforado (Ni₃P), como se puede observar en estudios de difracción por rayos x realizados a este tipo de aleación en el trabajo de investigación llevado a cabo por (Gomes et al, 2018).

La tendencia que presenta esta probeta en cuanto a los valores de dureza no es el esperado debido a que para el electroless níquel fosforado se esperaba una dureza intrínseca cercana a los 1000 HV, esto puede posiblemente deberse a que le falta más tiempo de tratamiento térmico para lograr alcanzar la estructura cristalina óptima debido a que afecta la dureza directamente; por otro lado un posible factor que pudo haber influido fue el espesor de la película que como se sabe no es un dato que afecte directamente la dureza pero al momento de aplicar el modelo matemático si entra a intervenir indirectamente debido a que en los modelos utilizados el espesor es una de las variables de las cuales depende algunos parámetros de los modelos y como se pudo observar en la **Tabla 5**. Esta probeta es la que menos espesor arroja con un promedio de **28,17 μm**.

Las probetas 23 y 28 presentan un comportamiento de dureza no deseado y muy por debajo de la dureza para este tipo de recubrimiento Ni-P, este resultado se puede ver influenciado debido a

que ambas probetas fueron tratadas térmicamente a 400°C por 1 hora como lo recomienda la norma y posterior se les realizo otro tratamiento de 200° por 2 horas, este último tratamiento realizado pudo traer como consecuencia una mezcla de fases de Ni₂P y Ni₃P en la estructura cristalina que se habría formado con el primer tratamiento, produciendo así una notable disminución en la dureza del recubrimiento

La probeta 26 presento una conducta favorable pero no la esperada debido a que la tendencia de la dureza para esta probeta se encuentra en un rango de [550-650] HV aproximadamente, esto se pudo presentar porque el tratamiento de 400° por 1 hora que se le aplico no fue lo suficiente para logras alcanzar la cristalización necesaria para la fase de Ni₃P que se esperaba.

4.2.2 Ensayo de rayado

Para el ensayo de rayado se obtuvieron los siguientes valores de dureza.

Tabla 8

Dureza al rayado con carga constante.

Carga 2,45 [N]	
Probeta	Dureza al rayado
23	6,084
25	10,577
26	7,247
28	6,300
Sustrato	23,810

Nota: Dureza al rayado en [GPa] por carga aplicada.

Las pruebas de rayado realizadas se llevaron a cabo con carga aplicada constante de 2,45 [N] con una longitud de rayado de 2 mm y tres marcas realizadas a cada probeta, a las huellas dejadas por este ensayo con la ayuda del microscopio óptico se le realizaron tres mediciones diferentes a

lo largo del rayado, obteniendo así el promedio del ancho de la huella y calculando la dureza al rayado bajo la norma (ASTM G171-03, 2017) consiguiendo los valores reportados en la **Tabla 8**.

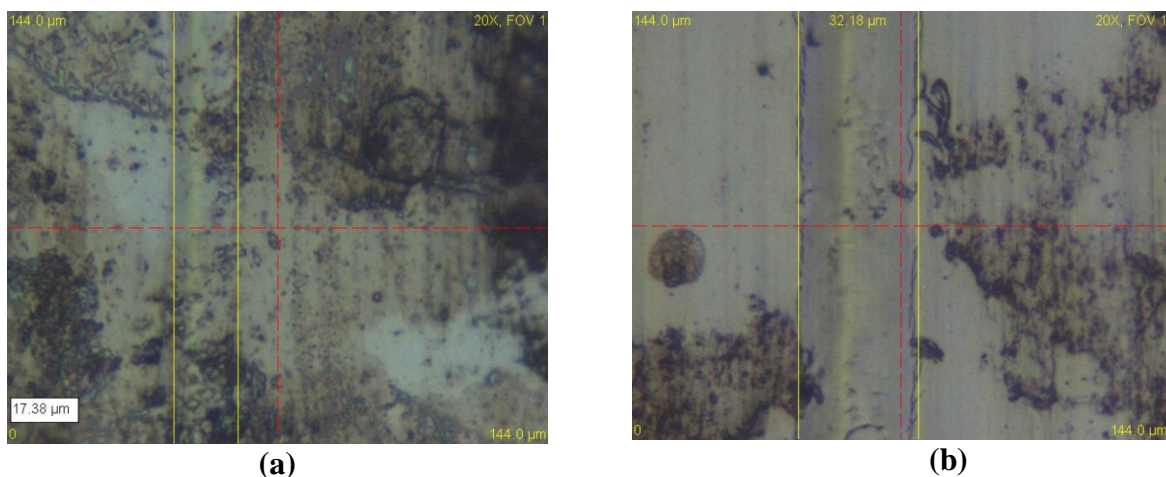


Figura 20. Huellas por ensayo de rayado. (a)-Sustrato boronizado; (b)-Probeta con ENP.

En la **figura 20**. Se puede observar las huellas dejadas por el indentador Rockwell en el sustrato y las piezas recubiertas con electroless nickel fosforado, se puede apreciar que en el sustrato la carga aplicada deja una huella poco marcada mientras que en la pieza con recubrimiento con la misma carga realiza una huella más pronunciada esto se debe a que como ya antes se había menciona en la metodología el sustrato boronizado es más duro en comparación con la dureza del recubrimiento Ni-P lo que buscamos con esta película es poder brindar que su dureza siga siendo alta y que a su vez evite que el sustrato se corra y se agriete por temperaturas y esfuerzos a los que se expone en el momento de ser empleado, explicado lo anterior procedemos a analizar que tanto el sustrato como el recubrimiento presentan una buena resistencia a la deformación plástica y al desgaste, el sustrato por ser boronizado aporta una gran dureza por tanto resistente a

deformaciones y el recubrimiento gracias a los tratamientos térmicos aplicados para llevar esta aleación Ni-P a su fase de cristalinidad Ni_3P de mejor rendimiento en cuanto a propiedades mecánicas proporciona una buena resistencia al desgaste por rayado.

Para las probetas estudiadas con los datos de dureza al rayado obtenidos se puede observar que la que mejor comportamiento presento frente a la prueba realizada es la **probeta 25** con un valor de dureza al rayado de **10,577 [GPa]** para la carga aplicada, dando a entender que los tratamientos térmicos aplicados provocaron que en esta probeta el recubrimiento electroless nickel fosforado alcanzara su fase Ni_3P y fuera una aleación con propiedades mecánicas significativamente buenas. Teniendo en cuenta que este valor de dureza de rayado puede verse afectado por diferentes factores como la forma del indentador utilizado, la carga aplicada, la velocidad del rayado la limpieza en la superficie entre otros.

4.2.3 Ensayo de adhesión

En la **figura 21**. se puede observar el resultado de la prueba de adhesión realizada sobre el recubrimiento electroless nickel fosforado en un sustrato de acero grado API J55 boronizado aplicando una carga progresiva en el tiempo de 0 a 40 [N] como se muestra en el grafico la línea de color rosa, una lectura del sensor acústico y coeficiente de fricción, línea azul y negra respectivamente.

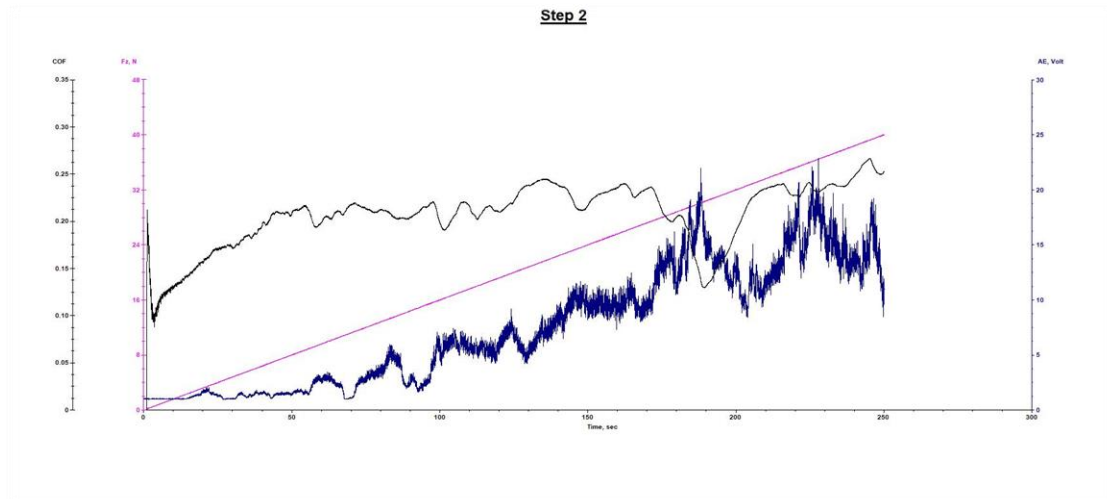


Figura 21. Ensayo de adhesión probeta 23.

En la gráfica anterior se puede observar que la lectura del sensor acústico presenta un pico significativo aproximadamente a los 188 segundos de iniciada la prueba y a una carga de 30 [N], dicha perturbación visible podría indicar un fallo del recubrimiento en dicho momento, pero al momento de hacer la inspección por medio de microscopio óptico (**Figura 22**), no se podría decir con exactitud qué tipo de fallo existió, se podría asumir un tipo de fallo LC1 (falla cohesiva en el recubrimiento) que es el primero en ocurrir en un ensayo de adhesión; transcurridos aproximadamente 40 segundos y a una carga de 38 [N] después del primer fallo se presenta otro salto brusco en la lectura del sensor acústico esperando que se fuera producido segunda fase del fallo LC2 (falla adhesiva entre el recubrimiento y el sustrato) quedando así en descubierto el sustrato en su totalidad.

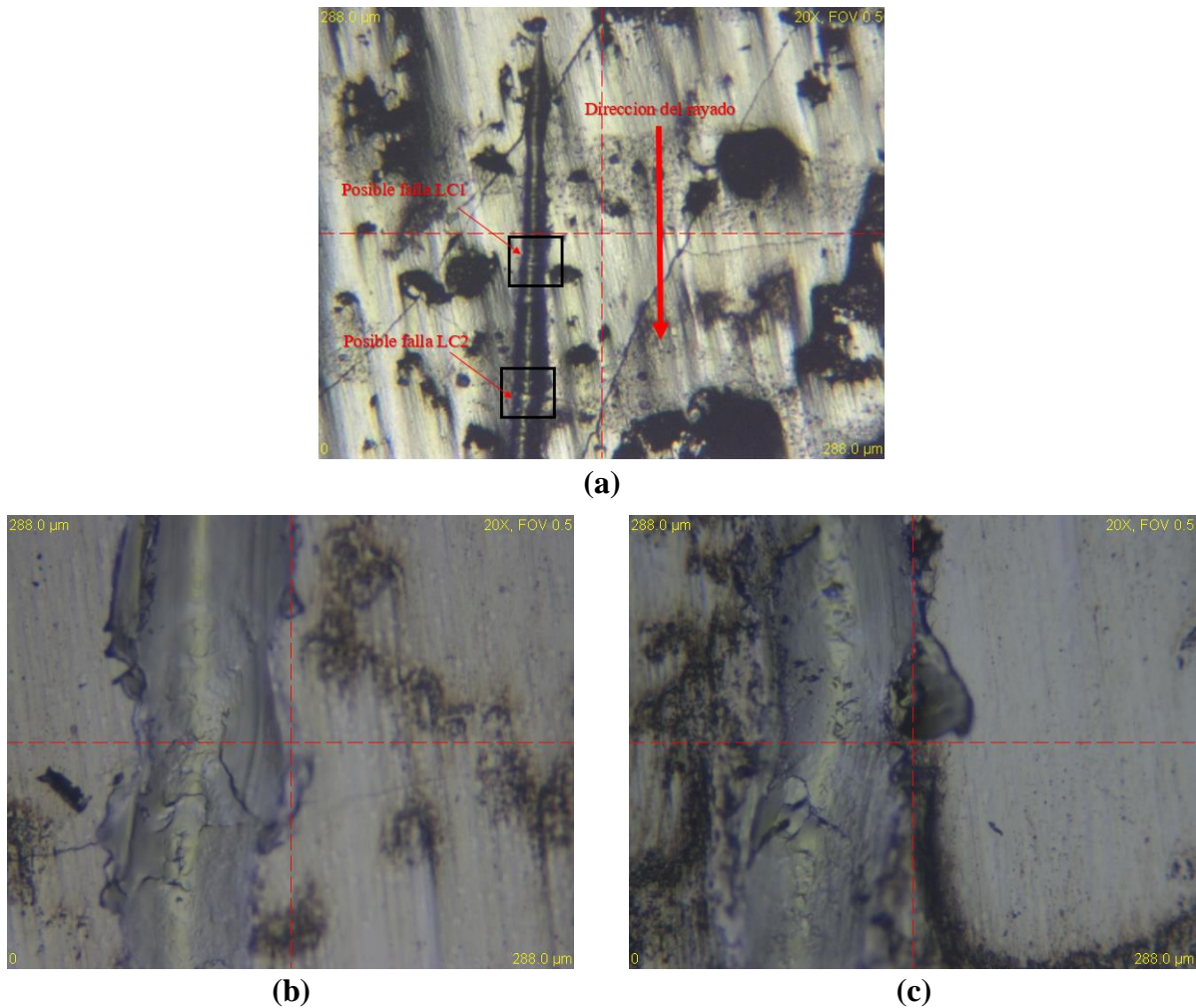


Figura 22. Inspección óptica del rayado. (a)-Rayado general; (b)-posible falla LC1; (c)-Posible falla LC2.

Luego del ensayo, se inspeccionó la huella por medio de un microscopio óptico, se visualizaron los posibles modos de fallo encontrados y se correlacionaron con las graficas de la **Figura 21**, para identificar las fallas cohesivas y adhesivas en cada probeta; en la **figura 22 (b)** y **(c)** se acercaron hasta donde más lo permitie el microscopio siendo este un zoom de 20X y no fue posible observar con claridad las posible fallas presentadas en la prueba, para tener una mayor certeza visual del momento de cada falla es necesario utilizar microscopia electrónica de barrido SEM y en llegado caso de ser

posible inspeccionar con espectroscopia EDS que para ese punto de análisis, se observaría la presencia de boruros de hierro si se ocasionara el desprendimiento del recubrimiento. Las cargas críticas para la falla cohesiva y adhesiva de las probetas se muestran en la **Tabla 9**.

Tabla 9

Resultados ensayo de adhesión.

Probeta	Carga cohesiva	Carga adhesiva
23	30	38
25	--	--
26	34	39
28	29	34

Nota: Cargas de cohesión y adhesión en [N].

En la **Tabla 9** se observan los valores aproximados de las cargas críticas para el ensayo de adhesión en donde se puede observar que para las probetas 23,26 y 28 se pudieron registrar datos numéricos con la ayuda del sensor acústico mientras que para la probeta 25 no fue posible obtener resultados experimentales de carga adhesiva y cohesiva debido a que la máquina de pruebas Tribolab universal Bruker no permite cargas superiores a 40 [N], entonces es posible analizar con los datos obtenidos que la probeta 25 tiene cargas críticas por encima de este límite que soporta la máquina, ofreciendo así un excelente rendimiento en cuando la adherencia de la película en el sustrato y brindando un resultado favorable para la caracterización del recubrimiento llevaba a cabo en este trabajo de investigación.

5. Conclusiones

Se pudo observar por medio de microscopia electrónica de barrido SEM con ayuda de espectroscopia EDS que el recubrimiento electroless nickel fosforado penetra uniformemente al sustrato abrigando en su gran totalidad las micro grietas generadas por tratamientos térmicos y esfuerzos mecánicos previos a la aplicación de la película con un porcentaje en peso aproximado de 86% de Ni-P, con espesores que se encuentran en el rango de [28,17 - 33,48] μm permitiendo así una zona de transición sustrato-recubrimiento bastante sólida.

La dureza del sustrato boronizado tiende alrededor de los 1400 HV mientras que la de la película Ni-P presente en la probeta 25 tiende a un rango de [800-900] HV aproximadamente siendo la que mejor conducta presento de las 4 probetas estudiadas, aunque la dureza disminuyo y era algo que se esperaba ya que este tipo de recubrimiento alcanza como máximo un valor de dureza que oscila entre los 1080 HV según la norma estándar ASTM B733, aun así se hace muy favorable este valor de Dureza obtenido experimentalmente ya que sigue siendo positivo para esta propiedad mecánica aparte de mejorar la anticorrosión del sustrato.

El estudio de la película electroless nickel fosforado mediante ensayos de dureza al rayado y de adhesión revelaron resultados bastante favorables en el sostenimiento de estas dos grandes propiedades mecánicas después de aplicada la difusión de Ni-P, brindado valores experimentales aproximados para el rayado de 10,577 [GPa] y para la adherencia por arriba de los 40 [N] para que se desprenda el recubrimiento del sustrato, resultados obtenidos de la que mejor comportamiento

presento ante estos ensayos destructivos que fue la probeta 25 aportando así una relación existente de que a mayor dureza mayor será la resistencia al desgaste para este tipo de recubrimiento Ni-P.

Finalmente se puede concluir que una metodología de preparación para este tipo de recubrimiento que tenga la mejor conducta en cuanto el aumento de las propiedades mecánicas como las evaluadas en esta investigación de dicho compuesto (sustrato-recubrimiento) es la de una vez aplicada la película de electroless nickel con 14% en peso de fosforo al sustrato se debe optar por aplicarle un tratamiento térmico de 400°C por una hora y posteriormente aplicarle un tratamiento térmico de 450° por un poco más de 1 hora, para poder alcanzar con mayor seguridad que se forma la estructura cristalina Ni₃P en el recubrimiento debido a que esta fase del fosforo de níquel es la que mejor desempeño brinda en cuanto a propiedades mecánicas.

6. Recomendaciones

Las recomendaciones a tener en cuenta para estudios posteriores a recubrimientos electroless nickel fosforado son:

Aplicar cargas de indentación por encima de los 350 gr-f, esto con el fin de obtener una mejor apreciación del comportamiento en la tendencia de la curva dureza-diagonal y poder por medio de una regresión lineal en la zona de dureza independiente de la carga encontrar un valor más preciso de la dureza intrínseca del recubrimiento ENP.

Realizar tratamientos térmicos de 450 °C por un tiempo de exposición más prolongado a una hora que es lo recomendado, con el propósito de poder dar más oportunidad de que en el recubrimiento electroless nickel fosforado se forme una estructura cristalina sólida de fosfuro de níquel (Ni_3P).

Realizar ensayo de adhesión con cargas superiores a los 40 [N], para poder evaluar con más precisión las cargas críticas cohesiva y adhesiva de la película empleando microscopía de barrido electrónica, obteniendo así mejores condiciones de visualización a los daños ocasionados por estas cargas de aplicación.

Referencias Bibliográficas

- Ana. (08 de 01 de 2012). *x- temple y revenido*. obtenido de metalografía y tratamientos térmicos:https://www.frro.utn.edu.ar/repositorio/catedras/mecanica/5_anio/metalografia/10-temple_y_revenido_v2.pdf
- ASTM B733-15. (2016). Standard Specification for Autocatalytic (Electroless) Nickel-Phosphorus Coatings on Metal. *ASTM International*, 1-14.
- ASTM C1624-05. (2016). Standard Test Method for Adhesion Strength and Mechanical Failure Modes of Ceramic Coatings by Quantitative Single Point Scratch Testing. *ASTM INTERNATIONAL*, 1-29.
- ASTM E3-11. (2017). Standard Guide for Preparation of Metallographic Specimens. *ASTM International*, 1-12.
- ASTM G171-03. (2017). Standard Test Method for Scratch Hardness of Materials Using a Diamond Stylus. *ASTM International*, 1-7.
- Barona Freire, C. F. (2018). Boronizado por empaquetamiento y lecho fluidizado. *Universidad san francisco de Quito USFQ.*, 1-52.
- Caro, J. (08 de 04 de 2008). *Tratamientos termicos*. Obtenido de SCRIBD: <https://es.scribd.com/doc/2469673/Tratamientos-termicos>
- Contributors, E. (17 de Octubre de 2013). *Tribología*. Obtenido de EcuRed: <https://www.ecured.cu/index.php?title=Especial:Citar&page=Tribolog%C3%ADa&id=2060514>

- Dugarte Paredes, S. Y., Hidalgo Prada, B., Guerra , E., & Gonzales, A. (2015). Behavior of corrosion of steels grade API J–55, P–110 and N–80 in saline environment with flow CO₂. *Revista Ingenier'ia UC*, 1-10.
- EcuRed , C. (29 de 08 de 2019). *Microscopio electrónico de barrido*. Obtenido de EcuRed: https://www.ecured.cu/index.php?title=microscopio_electr%C3%B3nico_de_barrido&oldid=3531768
- Escuela colombiana de ingenieria. (17 de 01 de 2012). *tratamientos termicos protocolo curso de materiales*. Obtenido de escuelaing.edu.co: https://www.escuelaing.edu.co/uploads/laboratorios/1537_tratamientostermicosr2.pdf
- Galbarro, H. R. (s.f.). *Ensayos de dureza en los materiales*. Obtenido de ingemecanica: <https://ingemecanica.com/tutorialsemanal/tutorialn218.html>
- GmbH,B.-G.(2011).*Adherencia*.Obtenido de BYK: https://www.byk.com/fileadmin/byk/support/instruments/theory/physical-properties/es/Intro_Adherencia.pdf
- Gomes , N., Vadasz, A., Brito, J., Morgano Vargas, M., & Pinto Castilla, S. (2018). Caracterización por microscopía electrónica de barrido del recubrimiento no electrolítico de níquel (electroless nickel) sobre piezas de hierro boronizado. *Revista UIS Ingenierías*, 1-13.
- Gomes, N., Gonzales Estrada, O. A., & Pertuz, A. (2019). Electroless Nickel Phosphorous: una visión global. *Revista UIS Ingenierias Vol. 18, n.º 4, pp. 173-192*, 1-20.

- Helmut, F. (2007). *Indentacion instrumentada*. Obtenido de Fischer: <http://www.helmut-fischer.com/es/mexico/conocimiento/metodos/inspeccion-superficial/indentacion-instrumentada/>
- Hernandez Sampieri, R. (2006). *Metodologia de la investigacion*. Mexico D.F: McGraw-Hill education.
- J. M. Hernández, J. G. (2015). *Deposicion electrolitica de Niquel*. Obtenido de Observatorio de yepes. Apdo. 14819080: <http://www1.oan.es/reports/doc/IT-CDT-2015-8.pdf>
- J.S Raisman, A. M. (2013). *Microscopia electronica: Barrido y Transmision*. Obtenido de Hipertexto del area de la biologia: <http://www.biologia.edu.ar/microscopia/meb.htm>
- Korsunsky, A., McGurk, M., Bull, S., & Page, T. (1998). On the hardness of coated systems. *ELSERVER*, 1-13.
- Lesage, J., Pertuz, A., Puchi-Cabrera, E., & Chicot, D. (2005). A model to determine the surface hardness of this film from standard micro-indentacion test. *Elsevier*, 1-7.
- Lost, A., Guillemot, G., Rudermann, Y., & Bigerelle, M. (2012). A comparacion of predicting the hardness of thin films. *Science Arts & Métiars (SAM)*, 1-11.
- Meza, J. M., Chaves, C. A., & Velez, J. M. (2005). Técnicas de indentación.
- Meza, J. M., Franco, E. E., M. Farias, M. C., Buiochi, F., Souza, R. M., & Cruz, J. (2008). Medicion del modulo de elasticidad en materiales de ingenieria utilizando la tecnica de indentacion instrumentada y de ultrasonido. *revista de metalurgia*, 52-65.
- Mijangos, C., & Serafin Moya, J. (2007). Nuevos materiales en la sociedad del siglo xxi. *consejo superior de invesigaciones cientificas*, 10-11.

- Nava Hernandez, D. U. (2013). Electrodeposicion y caracterizacion de recubrimientos de Ni-P. *Centro de investigacion y desarrollo tecnologico en electroquimica*, 12-13.
- Neurtek. (2003). *Medidores de adherencia*. Obtenido de Neurtek instruments: <https://www.neurtek.com/es/pintura-recubrimientos/medidor-adherencia-pintura>
- Parkinson, R. (2001). Properties and applications. *Nickel Development Institute*, 5-7.
- Porcayo Calderon, J., & Sarmiento Bustos, E. (2010). Caracterización de recubrimientos Ni-P depositados por reducción química autocatalítica en superficies internas. *revista de metalurgia*, 1-7.
- Puchi-Cabrera, E. (2002). A new model for the computation of the composite hardness of coated systems. *ELSEVIER*, 1-10.
- Serrano Saurin, N. (2010). Estudio de la resistencia al rayado en función de la dirección de deslizamiento sobre polímeros de Nylon 6. *Industriales etsii UPCT*, 1-153.
- Silva, K., & Staia, M. (2009). Caracterización y comportamiento al desgaste deslizante del aluminio 7075-T6 recubierto con electroless NI-P. *Revista de la Facultad de Ingeniería U.C.V., Vol. 23, N° 4, pp. 37-45*, 1-9.
- Tecnologia industrial II. (18 de 10 de 2010). *Tratamientos termicos*. Obtenido de tecnosefarad: http://www.tecnosefarad.com/wp-content/archivos/bach_2/materiales/T3_tratamientos_termicos.pdf
- Tuck, J., Korsunsky, A., Davidson, R., Bull, S., & Elliott, D. (2000). Modelling of hardness of electroplated nickel coating on copper substrates. *Elsevier*, 1-9.
- Tuck, T., Korsunsky, A., Bhot, D., & Bull, S. (2001). Indentation hardness evaluation of cathodic arc deposited thin hard coatings. *Elsevier*, 1-12.

Wikipedia, c. d. (06 de 02 de 2020). *Recocido*. Obtenido de Wikipedia, La enciclopedia libre.:

<https://es.wikipedia.org/w/index.php?title=Recocido&oldid=123343268>

Apéndices

Apéndice A. Medición de las huellas por indentación.

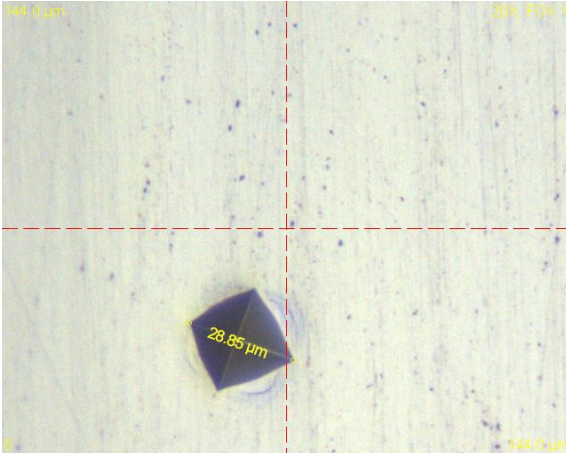


Figura A.1. Huella de indentación en recubrimiento a 350 [gr-f]

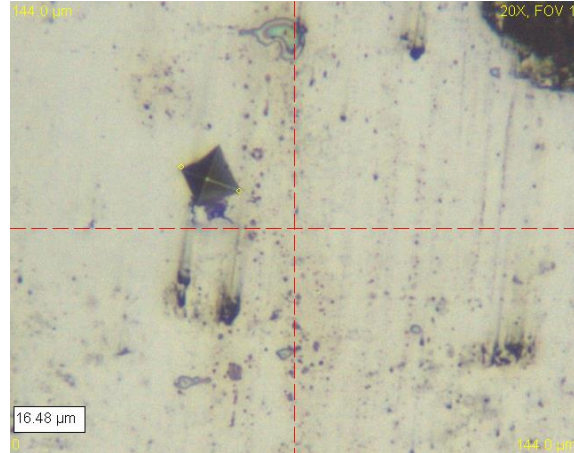


Figura A.2. Huella de indentación en el sustrato a 350 [gr-f]

Apéndice B. Cálculo de Dureza del recubrimiento Ni-P.

Utilizando el programa EES para resolver las ecuaciones.

Modelo Korsunsky et al

$$t = 28,17$$

$$k = 5,476$$

$$H_c = H_s + \frac{H_f - H_s}{1 + k \cdot Zr^2}$$

$$Zr = \frac{d}{7 \cdot t}$$

	1 Hc	2 Hs	3 d	4 Hf
Run 1	972,1	1703	13,81	952,5
Run 2	940,6	1549	19,86	906,8
Run 3	920,3	1493	24,58	871,6
Run 4	906,2	1485	26,76	847,8

Figura B.1. Dureza del recubrimiento modelo Korsunsky et al.

Modelo tuck et al

$$t = 28,17$$

$$k = 5,255$$

$$x = 1,813$$

$$H_c = H_s + \frac{H_f - H_s}{1 + k \cdot Z_r^x}$$

$$Z_r = \frac{d}{7 \cdot t}$$

	Hc	Hs	d	Hf
Run 1	972,1	1703	13,81	941,2
Run 2	940,6	1549	19,86	890,8
Run 3	920,3	1493	24,58	851,3
Run 4	906,2	1485	26,76	824,8

Figura B.2. Dureza del recubrimiento modelo Tuck et al.**Modelo puchi-cabrera**

$$t = 28,17$$

$$k = 1,262$$

$$n = 0,667$$

$$H_c = H_s + (H_f - H_s) \cdot \exp(-k \cdot Z_r^n)$$

$$Z_r = \frac{d}{7 \cdot t}$$

	Hc	Hs	d	Hf
Run 1	972,1	1703	13,81	797,6
Run 2	940,6	1549	19,86	749,5
Run 3	920,3	1493	24,58	708,4
Run 4	906,2	1485	26,76	677,6

Figura B.3. Dureza del recubrimiento modelo Puchi-Cabrera.

Modelo Lesage et al

$$H_c = 189032 \cdot \frac{P}{d^2}$$

$$t = 33,48$$

$$m = 0,6069$$

$$A_p \cdot H_F^2 + B_p \cdot H_F + C_p = 0$$

$$A_p = f^2 \cdot (f - 1)$$

$$B_p = (-2 \cdot f^3 + 2 \cdot f^2 - 1) \cdot H_s + (1 - f) \cdot H_c$$

$$C_p = f \cdot H_c \cdot H_s + f^2 \cdot (f - 1) \cdot H_s^2$$

$$f = \left[\frac{t}{d} \right]^m$$

	1 d	2 H _s	3 H _c	4 H _F
Run 1	13,81	1703	972,3	1226
Run 2	19,86	1549	940,8	1049
Run 3	24,58	1493	920,6	961,3
Run 4	26,76	1485	906,8	922,3

Figura B.4. Dureza del recubrimiento modelo Lesage et al.

Apéndice C. Ensayo de Rayado

muestra	marca 1 [μm]	marca 2 [μm]	marca 3 [μm]
Probeta boronizada	16,43	17,38	16,43
	17,26	15,17	14,27
	15,3	16,65	16,88
media	16,197		
dureza rayado [Gpa]	23,807		
muestra	marca 1 [μm]	marca 2 [μm]	marca 3 [μm]
Probeta 23	32,85	31,01	32,85
	31,95	31,5	31,72
	30,75	32,18	33,53
media	32,038		
dureza rayado [Gpa]	6,084		
muestra	marca 1 [μm]	marca 2 [μm]	marca 3 [μm]
Probeta 25	24,08	24,52	24,3
	23,4	23,4	23,17
	24,75	26,1	24,97
media	24,299		
dureza rayado [Gpa]	10,577		
muestra	marca 1 [μm]	marca 2 [μm]	marca 3 [μm]
Probeta 26	29,65	30,88	28,5
	28,23	29,38	28,75
	28,3	31,04	29,48
media	29,357		
dureza rayado [Gpa]	7,247		
muestra	marca 1 [μm]	marca 2 [μm]	marca 3 [μm]
Probeta 28	30,15	30,38	30,82
	32,17	31,95	30,93
	33,3	30,82	32,85
media	31,486		
dureza rayado [Gpa]	6,300		