

CARACTERIZACIÓN MECÁNICA DE UN RECUBRIMIENTO ANTI-DESGASTE  
PARA USO EN TUBERIAS TUBING

DANIEL ARMANDO CUBURUCO GARCÍA

GUSTAVO ADOLFO VIVAS SIERRA

UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER  
FACULTAD DE INGENIERÍAS FÍSICO-MECÁNICAS  
ESCUELA DE INGENIERÍA MECÁNICA  
BUCARAMANGA

2018

CARACTERIZACIÓN MECÁNICA DE UN RECUBRIMIENTO ANTI-DESGASTE  
PARA USO EN TUBERIAS TUBING

DANIEL ARMANDO CUBURUCO GARCÍA

GUSTAVO ADOLFO VIVAS SIERRA

Proyecto de grado para optar al título de Ingeniero Mecánico

Director

ALBERTO DAVID PERTUZ COMAS

Doctor en Ingeniería

UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER  
FACULTAD DE INGENIERÍAS FÍSICO-MECÁNICAS  
ESCUELA DE INGENIERÍA MECÁNICA  
BUCARAMANGA

2018

## **DEDICATORIA**

A mis padres Andrés y Alba por su esfuerzo y ejemplo.

A mis hermanas Lorena y Natalia por su apoyo.

Mi amor y gratitud para ustedes siempre.

**Gustavo Vivas**

Dedicado a mi madre por su amor y por creer siempre en mí, a mi padrastro por su apoyo incondicional y a mis hermanos por ser mis grandes amigos y compañeros de vida.

**Daniel Cuburuco**

## **AGRADECIMIENTOS**

A nuestro director, el Doctor Alberto Pertuz Comas por su acompañamiento constante durante el desarrollo de este proyecto.

A la escuela de Ingeniería Mecánica y sus profesores por la formación integra recibida de su parte.

Al laboratorio de tribología de Ingeniería Mecánica por facilitar los equipos fundamentales para el desarrollo del proyecto.

A la escuela de Ingeniería Metalúrgica y ciencia de materiales por permitir el uso de los equipos necesarios para la preparación metalográfica de las probetas.

Al laboratorio de microscopía de la Universidad Industrial de Santander por su colaboración en la adquisición de datos al SEM y EDS necesarios durante la investigación.

## CONTENIDO

	<b>Pag</b>
RESUMEN.....	13
ABSTRACT .....	14
INTRODUCCIÓN.....	15
1  OBJETIVOS.....	19
1.1  OBJETIVO GENERAL: .....	19
1.2  OBJETIVOS ESPECÍFICOS:.....	19
2  PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL.....	20
2.1  Materiales de sustrato y recubrimientos. ....	20
2.2  Metalografía de las muestras.....	21
2.3  Caracterización.....	22
3  RESULTADOS Y DISCUSIÓN .....	24
3.1  Metalografía.....	24
3.2  Dureza del compuesto sustrato-recubrimiento .....	28
3.3  Dureza al rayado. ....	34
3.4  Fuerza de adhesión y modos de fallo del recubrimiento .....	36
4.CONCLUSIONES .....	38
BIBLIOGRAFIA.....	39
ANEXOS.....	43

## LISTA DE TABLAS

	<b>Pag.</b>
<b>Tabla 1.</b> Composición química del sustrato (% en peso).....	21
<b>Tabla 2.</b> Resultados de dureza obtenidos en el ensayo de indentación sobre el compuesto. ....	28
<b>Tabla 3.</b> Resultados de dureza obtenidos en el ensayo de indentación sobre el sustrato. ....	28
<b>Tabla 4.</b> Mediciones realizadas a las marcas de rayado en el sustrato.....	34
<b>Tabla 5.</b> Mediciones realizadas a las marcas de rayado en la capa de níquel. ....	34

## LISTA DE FIGURAS

	<b>Pag.</b>
<b>Figura 1.</b> Muestra de tubería de acero J55 tipo tubing. (a) Como se encuentra comercialmente, (b) con los recubrimientos aplicados. ....	20
<b>Figura 2.</b> Probetas preparadas mecanográficamente. (a) Al finalizar el pulido, (b) atacada químicamente para revelar las fases existentes en la muestra. ....	21
<b>Figura 3.</b> Universal Mechanical Tester (UMT) marca BRUKER. ....	22
<b>Figura 4.</b> Micrografías de la sección transversal de la muestra. ....	24
<b>Figura 5.</b> Mediciones de la profundidad de las capas conformadas (a) FeB y Fe2B (b) Espesor en la capa de níquel. ....	26
<b>Figura 6.</b> Análisis de espectro EDS en las diferentes capas de recubrimiento (a) Fe2B, (b) FeB y (c) Níquel. ....	27
<b>Figura 7.</b> Variación de la dureza respecto a la carga aplicada y ecuación que la describe. (a) En el sustrato y (b) en el recubrimiento de níquel. ....	29
<b>Figura 8.</b> Dureza intrínseca de las diferentes superficies. (a) En el sustrato. (b) En el compuesto. ....	31
<b>Figura 9.</b> Resultados obtenidos para la película de níquel. (a) Variación de la dureza y ecuación que la describe, obtenidas por medio del ajuste de la ecuación presentada en el modelo de Tuck et al. (b) Dureza intrínseca. ....	33
<b>Figura 10.</b> Huella realizada en la superficie. (a) Del sustrato (b) De níquel, en el exterior de la muestra. ....	35
<b>Figura 11.</b> Variación de la carga normal ( $F_z$ ), tangencial ( $F_x$ ), profundidad de penetración ( $Z$ ) y coeficiente de fricción (COF), respecto al desplazamiento, medidas durante la prueba de adhesión. ....	36
<b>Figura 12.</b> Evolución del fallo a lo largo del ensayo de adhesión, con los lugares en los que tienen lugar las cargas críticas. ....	37

## LISTA DE ANEXOS

	<b>Pag</b>
<b>ANEXO A.</b> CURVAS P-H GENERADAS POR EL UNIVERSAL MECHANICAL TESTER.....	43
<b>NEXO B.</b> MICROGRAFÍA DE LAS INDENTACIONES.....	46

## NOMENCLATURA

- COF:** Coeficiente de fricción.
- Fx:** Fuerza de arrastre.
- Fz:** Fuerza normal aplicada durante la prueba de adhesión.
- Hc:** Dureza del compuesto recubrimiento-sustrato.
- Hf:** Dureza de la película delgada de recubrimiento.
- HLD:** Dureza dependiente de la carga.
- HLI:** Dureza independiente de la carga.
- Hs:** Dureza del sustrato descubierto.
- HSR:** Dureza al rayado de la capa de revestimiento exterior.
- HSs:** Dureza al rayado del sustrato descubierto.
- K:** Constante adimensional que representa la transición de la dureza.
- LC1:** Carga crítica cohesiva del recubrimiento.
- LC2:** Carga crítica adhesiva del recubrimiento.
- X:** Exponente de potencia que depende del modo de deformación.
- Z:** Profundidad de penetración.
- ZR:** La profundidad relativa de indentación.

## RESUMEN

**TITULO:** CARACTERIZACIÓN MECÁNICA DE UN RECUBRIMIENTO ANTI-DESGASTE PARA USO EN TUBERIAS TUBING\*

**AUTOR:** CUBURUCO GARCÍA, Daniel Armando

VIVAS SIERRA, Gustavo Adolfo\*\*

**PALABRAS CLAVE:** caracterización, recubrimientos, electroless nickel, tribología, tubing.

### DESCRIPCIÓN:

Se sabe que los aceros boronizados por difusión presentan mejoras en sus propiedades superficiales, esto se observa principalmente como un aumento de la dureza intrínseca del material. Los revestidos de níquel no electrolítico se conforman en películas delgadas y uniformes, de ellos se sabe que, por su naturaleza microestructural amorfa, estos exhiben determinadas mejoras en algunas de sus propiedades tribológicas, mejorando la resistencia a la corrosión o el desgaste pesado dependiendo del caso. Sin embargo, no se conoce el comportamiento que pueda tener un acero que presente los dos métodos de revestimiento mencionados anteriormente. En el presente estudio, se investigan algunas propiedades que permitan caracterizar un material compuesto por un sustrato de acero endurecido superficialmente con boro y con una película delgada de níquel implantado sin electricidad. Durante este estudio se examinaron los espesores de cada capa conformada y su morfología, los valores de dureza Vickers y dureza al rayado se encontraron para el sustrato y la película de recubrimiento, Con esto fue posible evidenciar la mejora sustancial de la dureza en presencia del revestimiento. Pruebas de adhesión también se llevaron a cabo con cargas normales de hasta 70 N con las cuales se pudieron estimar las cargas críticas a las cuales falla el recubrimiento y los modos en que este fallo se presenta.

---

\* Trabajo de grado.

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

## ABSTRACT

**TITLE:** CARACTERIZACIÓN MECÁNICA DE UN REVESTIMIENTO ANTI-DESGASTE PARA USO EN TUBOS "TUBOS" \*

**AUTOR:** CUBURUCO GARCIA, Daniel Armando

VIVAS SIERRA, Gustavo Adolfo\*\*

**KEY WORDS:** Characterization, coatings, electroless nickel , tribology, tubing.

### CONTENTS:

It is known that steels boronized by diffusion have improvements in their surface properties, this is mainly observed as an increase in the intrinsic hardness of the material. The non-electrolytic nickel coated are formed into thin and uniform films, it is known that, due to their amorphous microstructural nature, they exhibit certain improvements in some of their tribological properties, improving the resistance to corrosion or heavy wear depending on the case however, the behavior of a steel presenting the two coating methods mentioned above is not known. In the present study, we investigate some properties that allow to characterize a material composed of a steel substrate hardened with boron and with a thin film of nickel implanted without electricity. During this study, the thicknesses of each formed layer and its morphology were examined, the Vickers hardness and scratch hardness values were found for the substrate and the coating film. With this it was possible to demonstrate the substantial improvement of the hardness in the presence of the coating. Adhesion tests were also carried out with normal loads of up to 70 N with which the critical loads to which the coating fails and the ways in which this failure occurs could be estimated.

---

(\*) Bachelor Thesis.

(\*\*) Facultad de Ingenierías Físico-Mecánicas. Escuela de Ingeniería Mecánica.  
Director: Alberto Pertuz Comas.

## INTRODUCCIÓN

En los últimos años, la industria del gas y el petróleo ha encontrado que el acero utilizado en sus operaciones de perforación presenta un rendimiento insatisfactorio bajo condiciones severas de corrosión y desgaste pesado <sup>1</sup>, por esto ha trabajado en la implementación de tuberías revestidas o tratadas de tal forma que se consigan mejoras en las características, propiedades mecánicas y tribológicas, así como las condiciones de operación e interacción con medios agresivos.

El boronizado es un proceso de endurecimiento superficial, el consiste en la difusión de átomos de boro en la superficie de un sustrato. La difusión de boro en materiales ferrosos produce boruros de hierro (Fe<sub>2</sub>B y FeB) <sup>2</sup> que tienen una estructura denticular, buena unión de la película al sustrato <sup>3</sup>. Diferentes investigaciones de las propiedades mecánicas y ensayos sobre superficies boronizadas han sido realizados para su caracterización, encontrando que la dureza de las muestras tratadas de esta manera aumenta hasta 4.5 veces comparado con muestras sin Boro <sup>4, 5, 6, 7</sup>, también se ha demostrado que la resistencia al desgaste abrasivo en una superficie boronizada llega a mejorar hasta en un 500% <sup>8</sup>.

---

<sup>1</sup> V. V. Zavvalov and L. S. Moiseeva, 'MATERIALS SCIENCE AND CORROSION PROTECTION FACTORS IN WEST SIBERIAN OIL PIPELINE', *Chemical and Petroleum Engineering*, 40.1 (2004), 31–34.

<sup>2</sup> P Goeuriot, F Thevenot, and J H Driver, 'Surface Treatment of Steels: Borudif, a New Boriding Process', *Metallurgical and Protective Coatings*, 78 (1981), 67–76.

<sup>3</sup> Saduman Sen U, Ibrahim Ozbek, and Cuma Bindal, 'Mechanical Behavior of Borides Formed on Borided Cold Work Tool Steel', *Surface and Coatings Technology*, 135 (2001), 173–77.

<sup>4</sup> A Márquez-herrera and others, 'Surface & Coatings Technology Fe 2 B Coating on ASTM A-36 Steel Surfaces and Its Evaluation of Hardness and Corrosion Resistance', *Surface & Coatings Technology*, 254 (2014), 433–39 <<https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2014.07.001>>.

<sup>5</sup> Ugur Sen, Saduman Sen, and Fevzi Yilmaz, 'An Evaluation of Some Properties of Borides Deposited on Boronized Ductile Iron', *Journal of Materials Processing Technology*, 148 (2004), 1–7 <<https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2004.01.015>>.

<sup>6</sup> K Genel, I Ozbek, and C Bindal, 'Kinetics of Boriding of AISI W1 Steel', *Materials Science and Engineering A*, 347 (2003), 311–14.

<sup>7</sup> A Calik and others, 'Comparison of Hardness and Wear Behaviour of Boronized and Carburized AISI 8620 Steels', *Acta Physica Polonica A*, 116.6 (2009), 1029–32.

<sup>8</sup> M Tabur and others, 'Abrasive Wear Behavior of Boronized AISI 8620 Steel', *Wear*, 266 (2009), 1106–12 <<https://doi.org/10.1016/j.wear.2009.03.006>>.

Ozbek y Bindal <sup>9</sup> observaron que a mayor temperatura y tiempo de boronizado se consigue una capa de mayor espesor y mayor dureza. Jain y Sundaragan <sup>10</sup> estudiaron la influencia del grosor del paquete de la mezcla de boro en el borizado de acero, encontraron que es necesario un espesor del paquete mínimo de 10 mm y que el tratamiento se lleve a cabo a 940 °C durante 2 h para obtener revestimientos de boruro de espesor óptimo sin comprometer las propiedades de la capa.

En <sup>11</sup> se analiza el comportamiento tribológico de muestras boruradas, tanto en condiciones de deslizamiento y ensayo de abrasión, se encontró que la resistencia al deslizamiento en seco de las muestras boruradas es mejor que el que se presenta en muestras sometidas a tratamientos alternativos de superficie, tales como la nitruración de gas y menor que el medido para un revestimiento de metal duro WC-Co. Xu et al. <sup>12</sup> examinaron el efecto del boronizado sobre las propiedades mecánicas, desgaste y corrosión de tubos de acero N80 comúnmente usados en perforación petrolera, encontraron que la estructura interna de los boruros conformados y los diferentes métodos de enfriamiento son los factores que pueden afectar significativamente, tanto la microestructura como las propiedades mecánicas de los tubos.

Los revestimientos de níquel sin electricidad cuentan con buenas propiedades tribológicas, como alta dureza, buena resistencia al desgaste y resistencia a la corrosión. La mejora de la propiedad ofrecida por estos revestimientos ha allanado el camino para su uso en numerosas aplicaciones industriales. Además, la

---

<sup>9</sup> Ibrahim Ozbek and Cuma Bindal, 'Mechanical Properties of Boronized AISI W4 Steel', *Surface and Coatings Technology*, 154.April 2001 (2002), 14–20.

<sup>10</sup> Vipin Jain and G Sundararajan, 'Influence of the Pack Thickness of the Boronizing Mixture on the Boriding of Steel', *Surface and Coatings Technology* 149, 149 (2002), 21–26.

<sup>11</sup> C Martini and others, 'Sliding and Abrasive Wear Behaviour of Boride Coatings', *Wear*, 256 (2004), 608–13 <<https://doi.org/10.1016/j.wear.2003.10.003>>.

<sup>12</sup> D S Xu and others, 'MECHANICAL PROPERTIES , WEAR , AND CORROSION OF BORONIZED N80 TUBE STEEL', *Materials Science*, 48.1 (2012), 100–105.

deposición uniforme y la capacidad de recubrir cualquier material han servido como una ventaja adicional para su aplicación <sup>13</sup>.

La variación de las propiedades mecánicas del revestimiento de níquel sin electricidad al modificar parámetros de su proceso de formación ha sido un tema de interés para investigadores en los últimos tiempos. Ashassi-Sorkhabi y Rafizadeh <sup>14</sup> analizaron el efecto del tiempo de recubrimiento sobre el contenido de fósforo, el espesor, la estructura y la dureza de los depósitos, Ahmadi Ashtiani *et al.* <sup>15</sup> estudiaron el efecto de diferentes agentes complejantes sobre el contenido de fósforo, morfología, estructura y dureza de los depósitos en sustrato de acero Ck45. En <sup>16</sup> se evalúa sistemáticamente el efecto de variar la temperatura, junto con la duración del tratamiento térmico sobre el rendimiento tribológico del recubrimiento EN y a su vez se correlacionaron con sus características microestructurales.

Hamada *et al.* <sup>17</sup> observaron las propiedades de indentación y resistencia a la corrosión de los recubrimientos de Ni-P, los resultados mostraron que podrían mejorar significativamente la dureza de la superficie del acero TWIP.

Panja *et al.* <sup>18</sup> compararon las características tribológicas del recubrimiento Ni-P sin electricidad en ambientes corrosivos (salmuera, ácido y alcalino) y encontraron que

---

<sup>13</sup> Prasanta Sahoo and Suman Kalyan Das, 'Tribology of Electroless Nickel Coatings – A Review', *Materials and Design*, 32.4 (2011), 1760–75 <<https://doi.org/10.1016/j.matdes.2010.11.013>>.

<sup>14</sup> S.H. Rafizadeh H. Ashassi-Sorkhabi, 'Effect of Coating Time and Heat Treatment on Structures and Corrosion Characteristics of Electroless Ni – P Alloy Deposits', *Surface and Coatings Technology*, 176 (2004), 318–26 <<https://doi.org/10.1016/S0257-8972>>.

<sup>15</sup> Amir Ahmadi, Soheila Faraji, and Amir Hossein, 'The Study of Electroless Ni – P Alloys with Different Complexing Agents on Ck45 Steel Substrate', *Arabian Journal of Chemistry*, 10 (2017), S1541–45 <<https://doi.org/10.1016/j.arabjc.2013.05.015>>.

<sup>16</sup> Abhijit Biswas, Suman Kalyan Das, and Prasanta Sahoo, 'Surface & Coatings Technology Correlating Tribological Performance with Phase Transformation Behavior for Electroless Ni- ( High ) P Coating', *Surface & Coatings Technology*, 328 (2017), 102–14 <<https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2017.08.043>>.

<sup>17</sup> A S Hamada, P Sahu, and D A Porter, *Indentation Property and Corrosion Resistance of Electroless Nickel-Phosphorus Coatings Deposited on Austenitic High-Mn TWIP Steel*, *Applied Surface Science* (Elsevier B.V., 2015) <<https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2015.07.153>>.

<sup>18</sup> S. K. DAS and P. SAHOO B. PANJA, 'TRIBOLOGICAL BEHAVIOR OF ELECTROLESS Ni – P COATINGS IN VARIOUS CORROSIVE ENVIRONMENTS', *Surface Review and Letters*, 23.5 (2016), 1–18 <<https://doi.org/10.1142/S0218625X16500402>>.

el coeficiente de fricción del revestimiento en la solución ácida es mayor que en los otros.

Recientemente Wang et al.<sup>19</sup> investigaron las propiedades mecánicas, los comportamientos de indentación y los efectos del recocido en tuberías de acero recubiertas con Ni-P. Se encontró que la dureza de un espécimen recocido cae a medida que aumenta la temperatura de recocido.

Tuck *et al.*<sup>20</sup>, plantearon un modelo, el cual se utiliza en el estudio de capas delgadas de revestimientos, en donde a partir de un conjunto de valores suficientemente amplio de dureza, medidos en el sustrato y en el compuesto, se puede establecer una curva que describe con una buena calidad la variación de la dureza en la película de níquel, dicho modelo se presenta de la forma:

$$H_c = H_s + \frac{H_f - H_s}{1 + k * Z_R^x}$$

Este se considera el método más eficiente ya que describe la dureza del compuesto como una función de tres parámetros medidos experimentalmente, como son  $Z_R$ , las medidas de dureza  $H_s$ ,  $H_c$ .

En este trabajo se realiza la caracterización mecánica a tuberías de acero API especificación 5CT -J55 que fueron sometidas a un proceso de boronizado por difusión y a un recubrimiento de níquel, aplicado por medio de la técnica química denominado electroless nickel plating y sin tratamiento térmico posterior.

---

<sup>19</sup> Chuhong Wang and others, 'Surface & Coatings Technology Investigation of Fracture Behavior of Annealed Electroless Ni-P Coating on Pipeline Steel Using Acoustic Emission Methodology', *Surface & Coatings Technology*, 326 (2017), 336–42  
<<https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2017.07.067>>.

<sup>20</sup> E. S. Puchi-Cabrera, 'A New Model for the Computation of the Composite Hardness of Coated Systems', *Surface and Coatings Technology*, 160.2–3 (2002), 177–86  
<[https://doi.org/10.1016/S0257-8972\(02\)00394-8](https://doi.org/10.1016/S0257-8972(02)00394-8)>.

# 1 OBJETIVOS

A continuación, se presentan los objetivos propuestos en este trabajo.

## 1.1 OBJETIVO GENERAL:

Caracterizar tribológicamente un recubrimiento antifricción y anticorrosión desarrollado para ser usado en el interior de tuberías “Tubing” de extracción petrolera.

## 1.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS:

- Realizar un análisis metalográfico para revelar la microestructura existente en el recubrimiento.
- Caracterizar las propiedades mecánicas de los recubrimientos y sustrato presentes.
- Caracterizar tribológicamente por la técnica del rayado los recubrimientos y sustrato presente.
- Medir la fuerza de adhesión de los revestimientos sobre el sustrato presente mediante el método contemplado en la norma ASTM C1624.

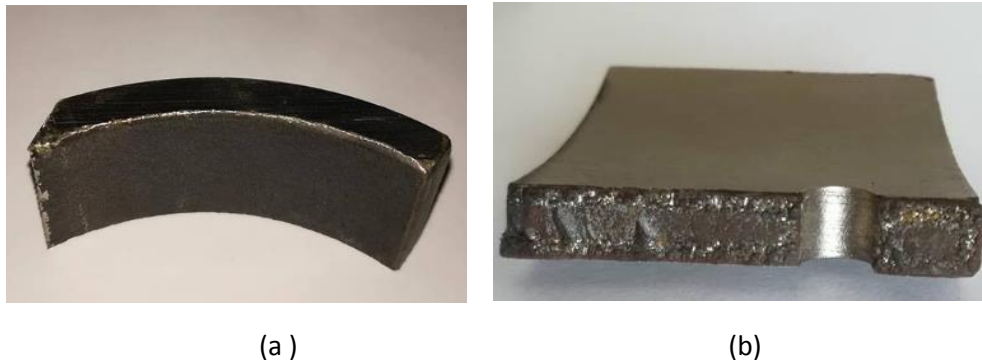
## 2 PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

### 2.1 Materiales de sustrato y recubrimientos.

El material del sustrato utilizado en este estudio es un acero grado API J-55 cuya composición química se muestra en la tabla 1, el cual ha sido endurecido superficialmente por medio de un proceso de boronizado por difusión.

El método electroless nickel plating se basa en sumergir la pieza en un baño de NiCl y NaH PO a intervalos de pH de 8 - 9, para obtener los mejores depósitos. La temperatura del baño debe ser de 90 °C o más . A temperaturas más bajas, la velocidad de deposición de níquel se hace más lenta, y se eleva la probabilidad de que se generen impurezas en el depósito. La mayor parte del níquel se deposita durante la primera hora, y la operación se completa aproximadamente en 2 horas <sup>21</sup>. En la Figura 1 se puede observar dos secciones de tubería descubierta de acero J55 idéntico al de las tuberías “tubing”, una de ellas descubierta y la otra se presenta luego de los procesos de boronizado y niquelado sin electricidad.

**Figura 1.** Muestra de tubería de acero J55 tipo tubing. (a) Como se encuentra comercialmente, (b) con los recubrimientos aplicados.



<sup>21</sup> A. Brenner and G.E. Riddell, 'Nickel Plating on Steel by Chemical Reduction', *Journal of Research of the National Bureau of Standards*, 37.1 (1946), 31  
<<https://doi.org/10.6028/jres.037.019>>.

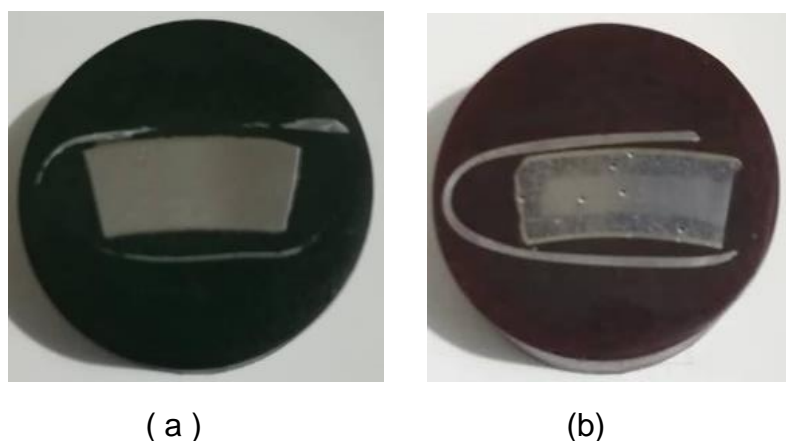
**Tabla 1.** Composición química del sustrato (% en peso)

C	S	Si	Mn	P	Cr	Ni	Cu	Al
0,34-0,39	≤0,015	0,2-0,35	1,25-1,5	≤0,02	≤0,15	≤0,2	≤0,2	≤0,02

## 2.2 Metalografía de las muestras

Las muestras recubiertas se cortaron, montaron y pulieron utilizando técnicas metalográficas estandarizadas por la norma ASTM E3-11<sup>22</sup> (Figura 2), a continuación se pudieron visualizar las fases conformadas sobre la superficie del sustrato por medio de un microscopio electrónico de barrido, se consiguió medir la profundidad de cada capa de revestimiento y a través de un análisis EDS se observaron los elementos presentes en cada región.

**Figura 2.** Probetas preparadas mecanográficamente. (a) Al finalizar el pulido, (b) atacada químicamente para revelar las fases existentes en la muestra.



<sup>22</sup> ASTM International, 'Standard Guide for Preparation of Metallographic Specimens 1', *ASTM International*, E3-11 (2011), 1–12 <<https://doi.org/10.1520/E0003-11.2>>.

### 2.3 Caracterización.

Las pruebas utilizadas para caracterizar el compuesto se realizaron en un tribómetro universal (UMT) marca BRUKER (Figura 3.)

**Figura 3.** Universal Mechanical Tester (UMT) marca BRUKER.



Las pruebas de dureza se llevaron a cabo utilizando un indentador Vickers. Realizando indentaciones a 10, 20, 30, 40 y 50 N se encontró la dureza del sustrato, y del compuesto sustrato-recubrimiento. Con estos resultados, el espesor de la película de níquel, la geometría de la marca de indentación y ajustando el modelo de Tuck et al [20], se obtuvo la dureza de la película de recubrimiento. Los valores de dureza que se presentan, son calculados por el equipo (Figura 3) utilizando la técnica conocida como indentación instrumentada <sup>23</sup>.

El ensayo de dureza al rayado se llevó a cabo bajo la norma ASTM G171 <sup>24</sup>. Este valor de dureza se consigue a partir de las mediciones realizadas en tres marcas diferentes sobre cada superficie, se realizaron marcas de 5 mm de longitud sobre el sustrato y la capa de níquel, con una carga de 30 N y a una velocidad constante de 0,25 mm/s.

Para evaluar la adhesión del revestimiento sobre el sustrato se utilizó el método estándar contemplado en la norma ASTM C1624-05 <sup>25</sup>. Esta prueba es similar a un ensayo de rayado, con la diferencia de que la carga aplicada aumenta a lo largo del recorrido del indentor, con el fin de causar el mayor daño posible a la superficie. El ensayo se llevó a cabo aplicando una carga progresiva de 0 a 70 N en una longitud de rayado de 3mm y a una velocidad de 0,2 mm/s. Se censó la fuerza normal y tangencial, el coeficiente de fricción y la profundidad de penetración durante la realización del ensayo para relacionarlos con el análisis óptico, de esta manera se encontraron y describieron los niveles de carga críticos y los modos de fallo del recubrimiento.

---

<sup>23</sup> W.C. Oliver and G.M. Pharr, 'Measurement of Hardness and Elastic Modulus by Instrumented Indentation: Advances in Understanding and Refinements to Methodology', *Journal of Materials Research*, 19.01 (2004), 3–20 <<https://doi.org/10.1557/jmr.2004.19.1.3>>.

<sup>24</sup> ASTM internacional, 'Standard Test Method for Scratch Hardness of Materials Using a Diamond Stylus 1', *ASTM International*, G171-03.Reapproved 2009 (2012), 1–7 <<https://doi.org/10.1520/G0171-03R09E02.2>>.

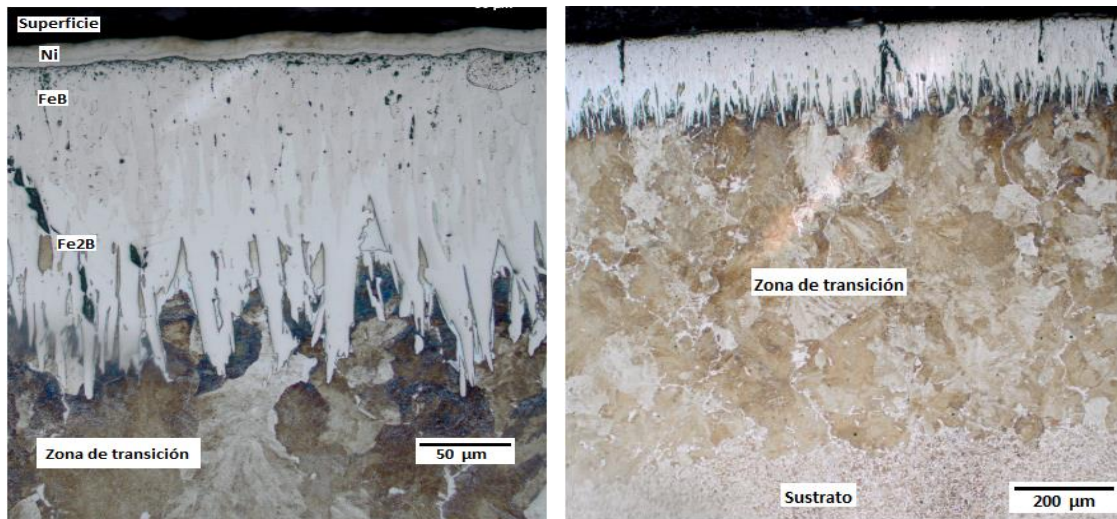
<sup>25</sup> ASTM International, 'Standard Test Method for Adhesion Strength and Mechanical Failure Modes Of', *ASTM International*, C1624.Reapproved 2015 (2017), 1–29 <<https://doi.org/10.1520/C1624-05R15.Scope>>.

### 3 RESULTADOS Y DISCUSIÓN

#### 3.1 Metalografía.

Con el examen de microscopia, realizado a la muestra preparada con el material recubierto, se pudieron identificar las distintas regiones conformadas sobre el sustrato, se aprecia que la capa de níquel no electrolítico se conformó de manera totalmente uniforme sobre la superficie, también se encontró que durante el boronizado se formaron dos capas de boruro con una morfología denticular, además de una zona de transición entre los boruros y la matriz de acero, estas se muestran en la Figura 4.

**Figura 4.** Micrografías de la sección transversal de la muestra.



La Figura 5. muestra las mediciones realizadas a las diferentes capas de recubrimiento. Se observó que la capa más superficial de níquel tiene un espesor promedio apreciado de 29,15  $\mu\text{m}$ . En el caso de las capas de boruro se apreció un excelente anclaje sobre el sustrato, estas se encontraron profundamente difundidas sobre el acero base. Para la capa FeB se midieron profundidades que varían entre 78,1  $\mu\text{m}$  y 254,1  $\mu\text{m}$  aproximadamente y en el caso de la capa Fe2B las mediciones estuvieron entre 272,93  $\mu\text{m}$  y 383, 78  $\mu\text{m}$ .

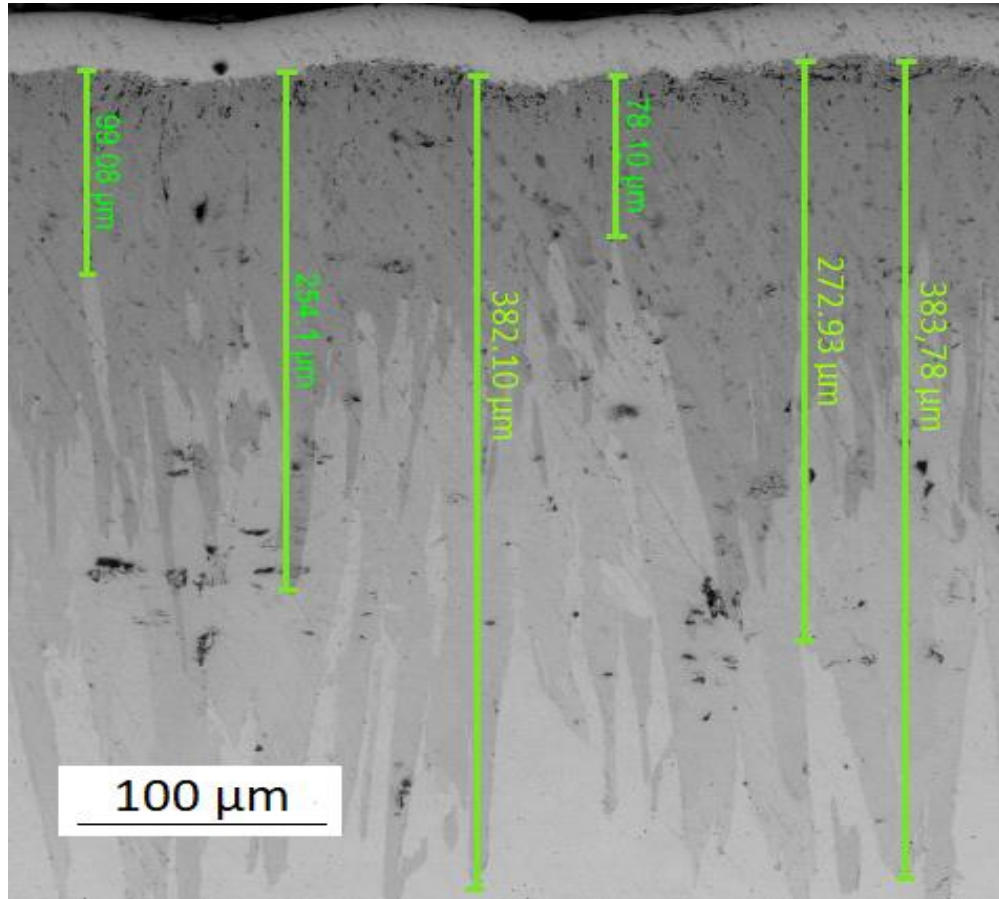
La profundidad de las capas de boruro y la zona de transición depende de las condiciones en las que se realizó el proceso de boronizado. Estudios previos han demostrado que generalmente la difusión del boro es mayor en los aceros de baja aleación que en los aceros con alto contenido de carbono <sup>26</sup>.

Por otra parte, la Figura 6 muestra los resultados del análisis de espectrometría de rayos X a la que se sometió la muestra, En ella se encuentra cada una de las capas conformadas y la gráfica correspondiente de distribución de los elementos químicos presentes.

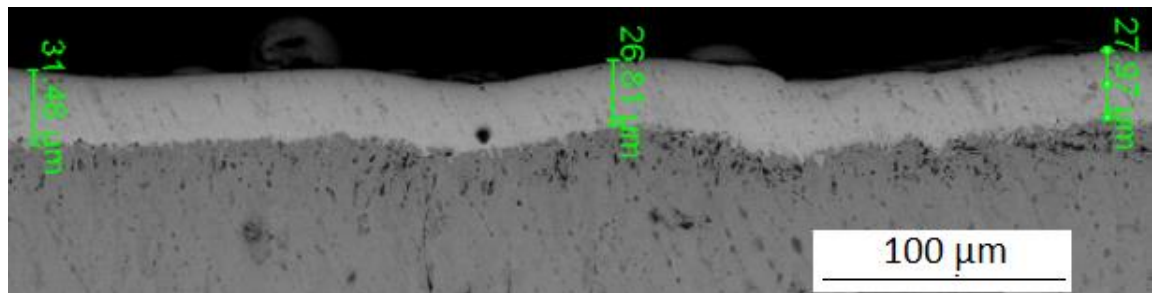
---

<sup>26</sup> B Venkataraman, 'The High Speed Sliding Wear Behaviour of Boronized Medium Carbon Steel', *Surface and Coatings Technology*, 73.3 (1995), 177–84 <[https://doi.org/10.1016/0257-8972\(94\)02379-4](https://doi.org/10.1016/0257-8972(94)02379-4)>.

**Figura 5.** Mediciones de la profundidad de las capas conformadas (a) FeB y Fe2B (b) Espesor en la capa de níquel.

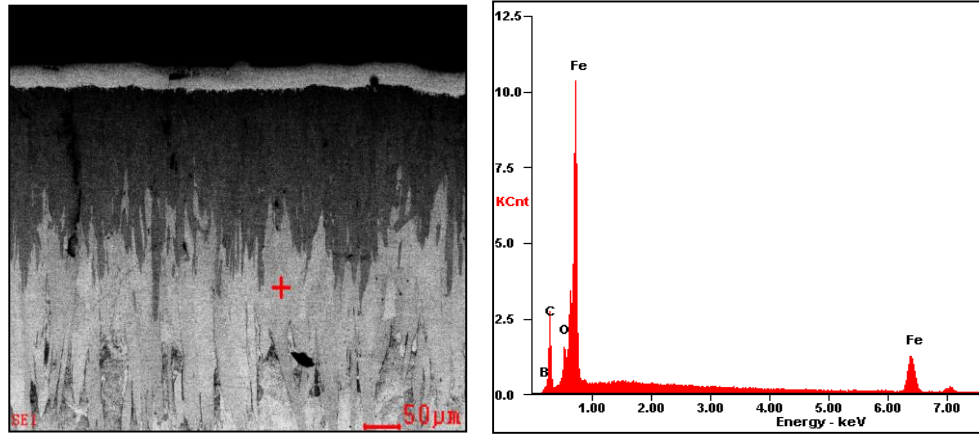


(a)

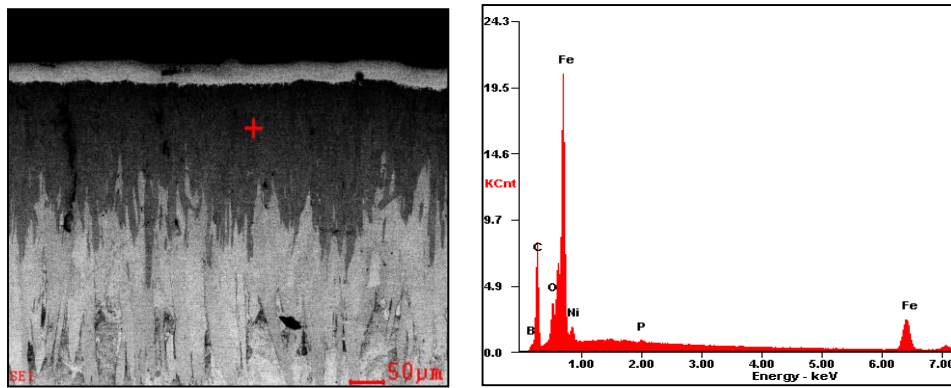


(b)

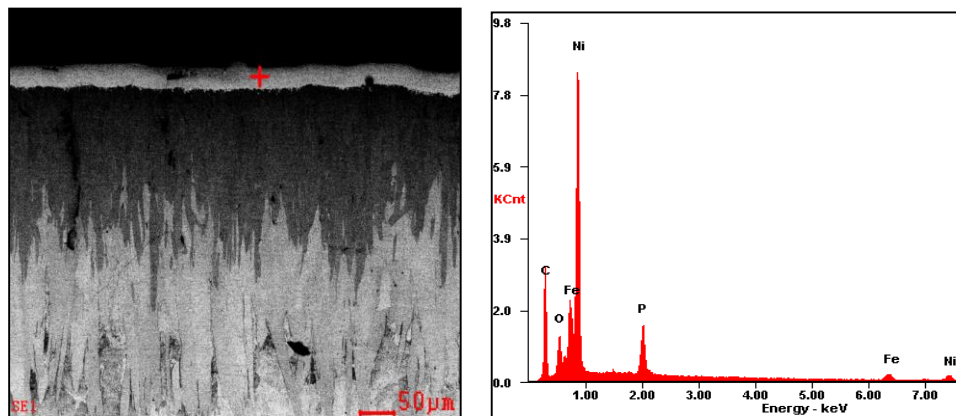
**Figura 6.** Análisis de espectro EDS en las diferentes capas de recubrimiento (a) Fe<sub>2</sub>B, (b) FeB y (c) Níquel.



(a)



(b)



(c)

### 3.2 Dureza del compuesto sustrato-recubrimiento

En las tablas 2 y 3 se encuentran los datos numéricos de dureza Vickers Hc y Hs, medidos en todo el rango de cargas consideradas.

**Tabla 2.** Resultados de dureza obtenidos en el ensayo de indentación sobre el compuesto.

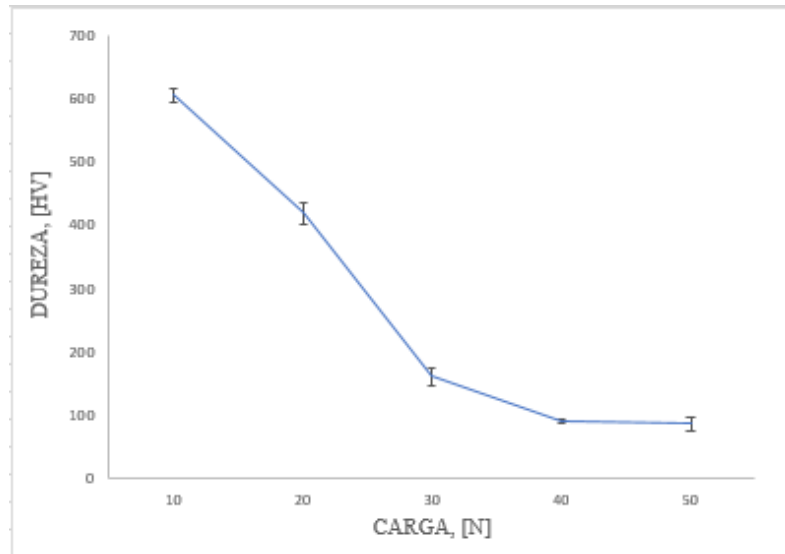
PRUEBA	10 N	20 N	30 N	40 N	50 N
1	600,824	337,889	151,301	127,499	107,599
2	579,024	333,596	165,969	122,440	106,501
3	594,986	308,078	154,861	135,796	118,579
4	589,303	310,990	156,745	142,661	110,981
5	552,123	304,617	160,130	115,957	117,183
<b>MEDIA</b>	<b>583,252</b>	<b>319,034</b>	<b>157,801</b>	<b>128,871</b>	<b>112,169</b>

**Tabla 3.** Resultados de dureza obtenidos en el ensayo de indentación sobre el sustrato.

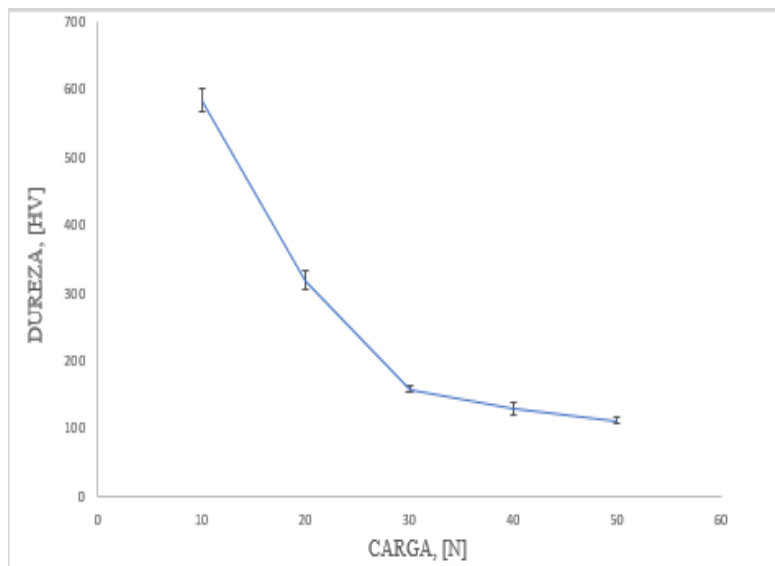
PRUEBA	10 N	20 N	30 N	40 N	50 N
1	590,7979	430,2445	168,5076	93,35	97,54484
2	594,414	403,1137	170,7297	85,53	75,25438
3	604,9447	403,7568	169,9161	87,5	72,95315
4	620,7512	448,6354	162,0695	88,83	96,15499
5	618,0369	414,2208	134,8358	97,97	90,49634
<b>MEDIA</b>	<b>605,79</b>	<b>419,994</b>	<b>161,212</b>	<b>90,63</b>	<b>86,481</b>

Las gráficas generadas por estos datos y las ecuaciones que las describen se muestran en la figura 7.

**Figura 7.** Variación de la dureza respecto a la carga aplicada y ecuación que la describe. (a) En el sustrato y (b) en el recubrimiento de níquel.



(a)



(b)

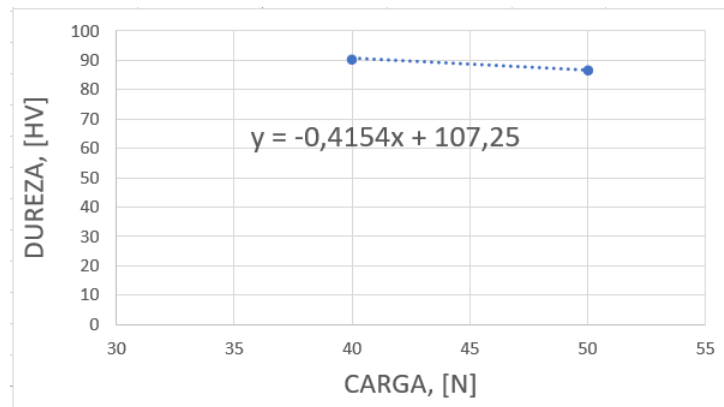
En los dos casos se evidencia un comportamiento típico, en el que a bajas cargas de indentación, el valor de dureza medido es dependiente de la carga, a esta zona se le conoce como HLD o “load -dependent hardness” y por esto no se encuentra un valor constante de la misma si se varia la fuerza de indentación. Con fuerzas de indentación más altas, se entra en la zona conocida como HLI o “load-independent hardness” donde esa dependencia desaparece y la dureza permanece relativamente constante con respecto a la variación de la carga <sup>27</sup>.

El valor de la dureza en cada caso se extrae de estas gráficas trazando una línea de tendencia generada sobre los puntos que compongan la región de dureza independiente de la carga, es decir, los puntos en los que los valores de dureza son similares sin importar la variación de la carga. El punto de intersección de esta línea de tendencia con el eje de la dureza (eje Y) será el valor de dureza intrínseca para los datos medidos en ese caso (Figura 8.).

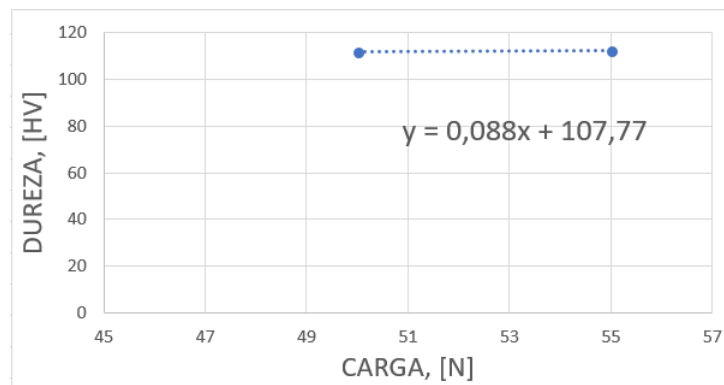
---

<sup>27</sup> O. Sahin and others, ‘Vickers Microindentation Hardness Studies of  $\beta$ -Sn Single Crystals’, *Materials Characterization*, 58.2 (2007), 197–204 <<https://doi.org/10.1016/j.matchar.2006.04.023>>.

**Figura 8.** Dureza intrínseca de las diferentes superficies. (a) En el sustrato.  
(b) En el compuesto.



(a)



(b)

Los valores de dureza independientes de la carga encontrados fueron 107 HV para el sustrato y 108 HV para el compuesto, este también es un comportamiento común en la medición de dureza de los sistemas de película delgada sobre sustrato, en ellos se observa que luego de cierta carga, al aumentar la penetración se genera un sistema de microgrietas concéntricas que desarrolla luego una fragmentación

extensa del recubrimiento, lo que ocasiona que los valores de dureza del compuesto caigan hasta alcanzar un valor similar al del sustrato <sup>28</sup>.

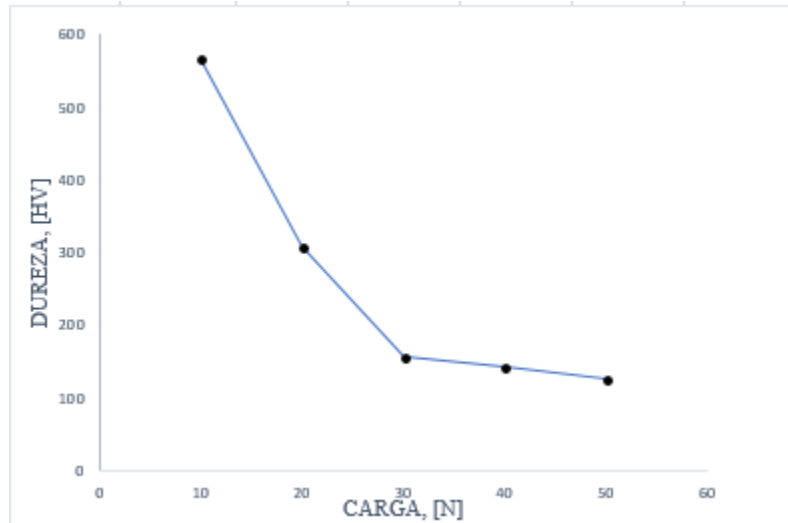
En el Anexo A se presentan las curvas de carga y descarga de las indentaciones realizadas a las muestras, a partir de las cuales se calcula el valor de la dureza. En ellas se puede apreciar que el área entre las curvas es menor en las gráficas del recubrimiento, lo que significa una mejor respuesta elástica de este material durante la prueba.

La gráfica generada al aplicar un ajuste de los dos parámetros desconocidos en la ecuación de Tuck et al [20] se encuentra en la Figura 9. En este caso, obteniendo el mejor ajuste para el modelo con los valores  $k=0.3$  y  $x=1.8$ , esta curva representa la variación de la dureza de la capa de recubrimiento a las diferentes cargas que se manejaron durante los ensayos de indentación y a partir de ella se encuentra el valor de la dureza intrínseca de la película,  $H_f=214$  HV.

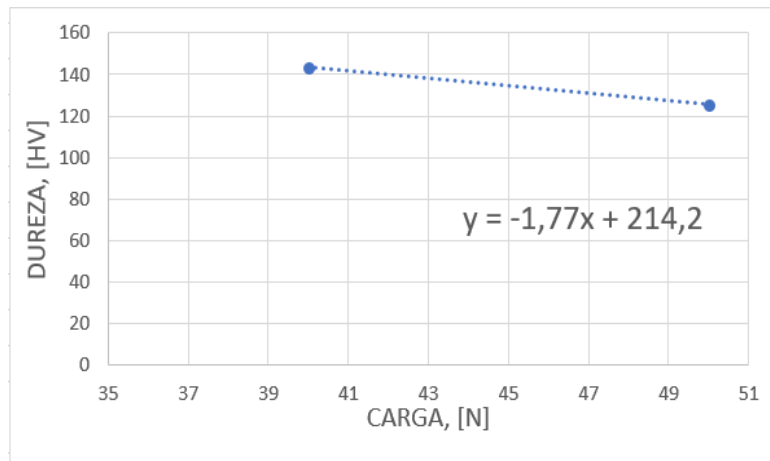
---

<sup>28</sup> J. R. Tuck and others, 'Indentation Hardness Evaluation of Cathodic Arc Deposited Thin Hard Coatings', *Surface and Coatings Technology*, 139.1 (2001), 63–74 <[https://doi.org/10.1016/S0257-8972\(00\)01116-6](https://doi.org/10.1016/S0257-8972(00)01116-6)>.

**Figura 9.** Resultados obtenidos para la película de níquel. (a) Variación de la dureza y ecuación que la describe, obtenidas por medio del ajuste de la ecuación presentada en el modelo de Tuck et al. (b) Dureza intrínseca.



(a)



(b)

El valor de dureza medido en el revestimiento es más bajo que el obtenido en otras investigaciones [14], [15], en las cuales la dureza de las capas de níquel no electrolítico es del orden de 400 HV hasta 900 HV. Esto se debe a que en este caso no se realizó ningún tratamiento térmico posterior al niquelado y los niveles de fósforo en la mezcla no eran muy elevados.

### 3.3 Dureza al rayado.

Las mediciones de la dureza al rayado se realizaron sobre el sustrato y la capa de níquel, tres medidas se realizaron en cada una de las tres marcas realizadas en las superficies mencionadas, los valores del ancho de la marca medidos se muestran en las tablas 4 y 5.

**Tabla 4.** Mediciones realizadas a las marcas de rayado en el sustrato.

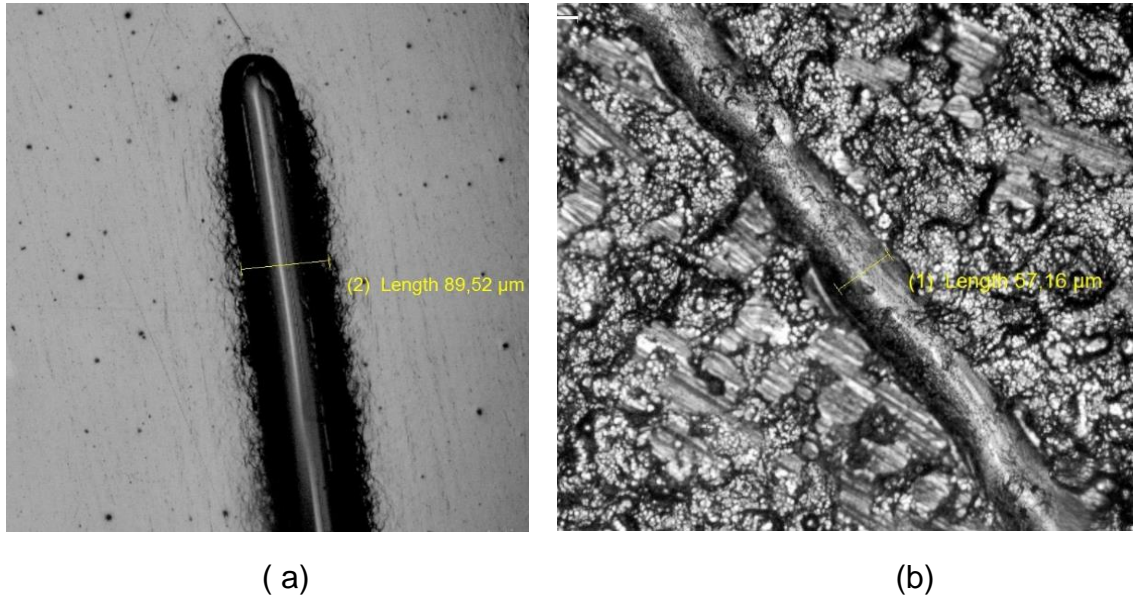
PRUEBA	Marca 1 [ $\mu\text{m}$ ]	Marca 2 [ $\mu\text{m}$ ]	Marca 3 [ $\mu\text{m}$ ]
1	93,36	89,52	102,52
2	100,72	103,52	117,07
3	137,06	136,3	140,63
<b>MEDIA</b>	<b>113,41</b>		

**Tabla 5.** Mediciones realizadas a las marcas de rayado en la capa de níquel.

PRUEBA	Marca 1 [ $\mu\text{m}$ ]	Marca 2 [ $\mu\text{m}$ ]	Marca 3 [ $\mu\text{m}$ ]
1	56,35	51,14	45,08
2	57,16	52,56	48,66
3	62,15	55,49	48,7
<b>MEDIA</b>	<b>53,032</b>		

Los valores de dureza calculados a partir del promedio de las mediciones realizadas durante la prueba fueron de  $H_{Ss}=5,94$  GPa. y  $H_{SR}=27,16$  GPa. Una micrografía de las superficies rayada durante el ensayo se muestra en la Figura 10.

**Figura 10.** Huella realizada en la superficie. (a) Del sustrato (b) De níquel, en el exterior de la muestra.

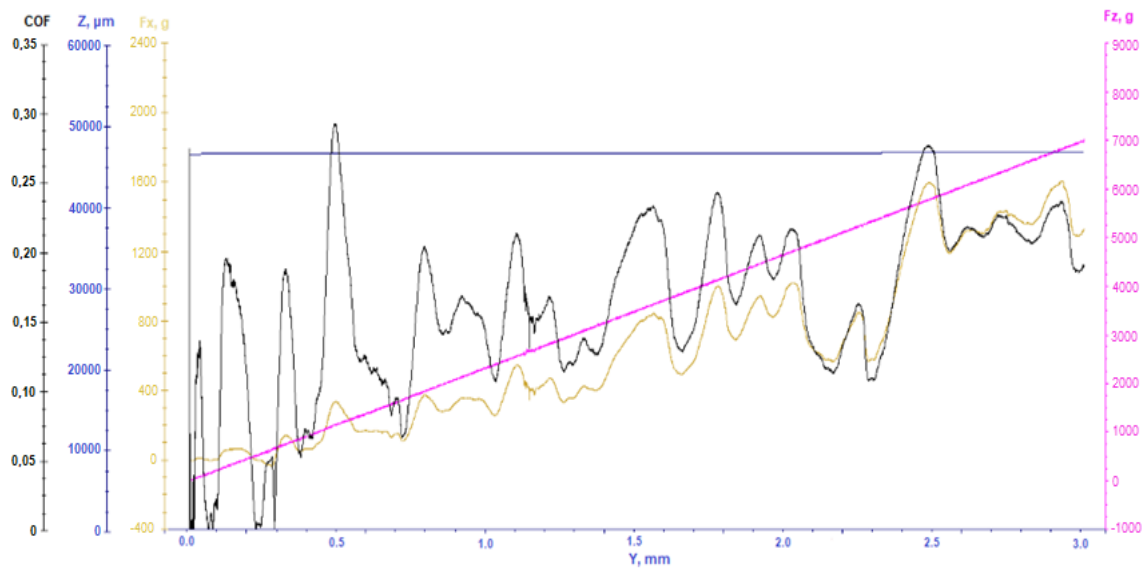


Los resultados muestran una mejora en la dureza al rayado de más del 400% en la capa de níquel con respecto al sustrato descubierto. Este comportamiento es el esperado ya que se sabe que al ser el níquel un material de estructura amorfa. Es decir, con una estructura desordenada a escala atómica, tiene una mayor resistencia a la deformación plástica y al desgaste que el acero, el cual posee una estructura cristalina sumamente ordenada. Esto se evidencia observando los bordes de las marcas realizadas, se puede apreciar que los bordes son más uniformes en las huellas del sustrato debido a la deformación plástica y en las marcas del recubrimiento ocurre lo contrario, esto se debe a que la deformación fue más elástica a lo largo del paso del indentor.

### 3.4 Fuerza de adhesión y modos de fallo del recubrimiento

Al realizar la marca con el indentador, utilizando una carga progresiva en la superficie del recubrimiento, se obtuvieron datos de cargas normal, tangencial, coeficiente de fricción, profundidad y se graficaron respecto al desplazamiento que se observan graficados en la Figura 11. Se puede ver como a lo largo del desplazamiento en Y, Fz aumenta progresivamente desde 0 hasta los 70 N establecidos como carga máxima, Z muestra la leve profundidad de penetración de la punta del indentor durante el mismo recorrido, alcanzando una profundidad máxima de 150  $\mu\text{m}$  y Fx y COF muestran un comportamiento muy variable debido a la irregularidad de la superficie rayada.

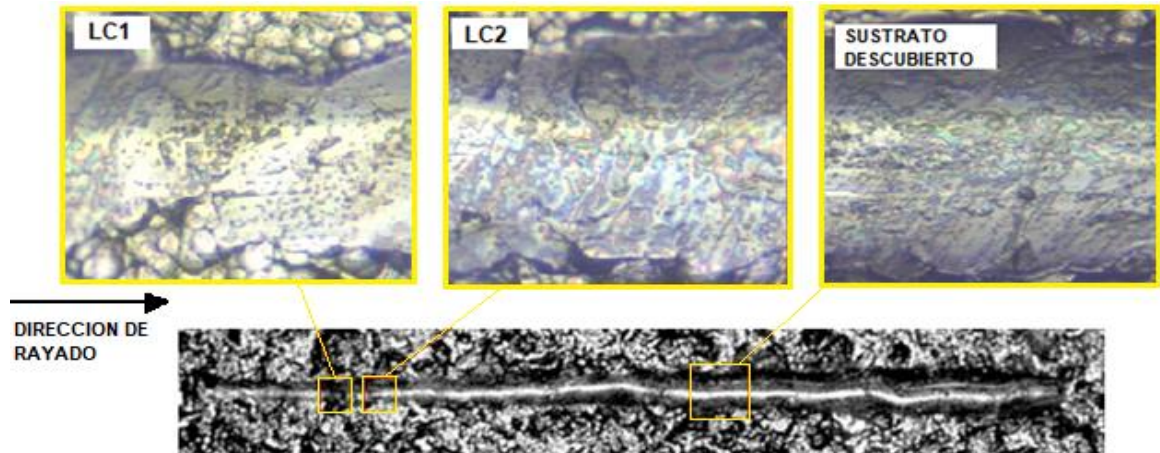
**Figura 11.** Variación de la carga normal (Fz), tangencial (Fx), profundidad de penetración (Z) y coeficiente de fricción (COF), respecto al desplazamiento, medidas durante la prueba de adhesión.



Luego del ensayo, se inspeccionó la huella por medio de un microscopio óptico, se visualizaron los modos de fallo encontrados y se correlacionaron con las curvas encontradas para identificar las cargas cohesivas y adhesivas críticas del

recubrimiento. Los modos de falla de los recubrimientos y las curvas de las cargas respecto al desplazamiento, se muestran en la Figura 12.

**Figura 12.** Evolución del fallo a lo largo del ensayo de adhesión, con los lugares en los que tienen lugar las cargas críticas.



Las grietas transversales que aparecen en la ranura de rayado están relacionadas con el fallo cohesivo, estas aparecen a una distancia aproximada de 0,49 mm del origen de la marca, ocurren a una carga de 11.33 N, esta se denomina carga crítica cohesiva LC1. A cargas superiores a LC1 se evidencian astillamientos, pero no se presenta por completo un desprendimiento del material del recubrimiento. Por esta razón aún se califican como fallos cohesivos. A una distancia aproximada de 0,57mm desde el origen de la muestra se observa la espalación del recubrimiento de níquel, es decir el fallo adhesivo, este tiene lugar a partir de una carga de 12.9 N, que se denomina carga adhesiva LC2.

Estos bajos valores de carga crítica podrían interpretarse como una pobre adherencia del recubrimiento de níquel sobre el sustrato, pero hay que tener en cuenta que las condiciones a las cuales se llevó a cabo la prueba eran las más críticas posibles ya que se alcanzó la carga máxima posible para el equipo, en una distancia y tiempo relativamente cortos, lo que se traduce en una tasa de progresión de la carga y esfuerzos elevados.

#### 4.CONCLUSIONES

- Se diferenciaron cinco regiones distintas en la superficie de las muestras. La película delgada de níquel conformada uniformemente sobre la superficie, Las capas de Boruro FeB y Fe<sub>2</sub>B, las cuales están ancladas con una morfología denticular sobre el sustrato, una zona de transición profundamente difundida sobre el acero J55 y la matriz que no se ve afectada por el Boro.
- La dureza de la superficie del acero descubierto es aproximadamente de 106 HV, mientras que la de la película de recubrimiento es de 214 HV. Aunque la capa conformada no tiene la dureza observada en los experimentos de otros autores debido a las condiciones de conformación, el valor de dureza del níquel es evidentemente mayor que el del sustrato de acero J55, por esto se certifica que su presencia representa una mejora en esta propiedad para el compuesto.
- La evaluación superficial del compuesto mediante ensayos de rayado evidenció una mejora considerable en las propiedades anti-desgaste del material usado en la fabricación de tuberías de revestimiento, se observó en las marcas, un mejor comportamiento elástico en presencia de la capa delgada de níquel, su resistencia al rayado aumenta en un 457% respecto del sustrato descubierto.
- El revestimiento falló totalmente a cargas relativamente bajas, pero esto no representa que el uso de este método sea inútil ya que hay que tener en cuenta que el ensayo se llevó a cabo con los parámetros más críticos posibles. El falló se presentó en forma de grietas de transversales, astillamiento y espalación del recubrimiento hasta desprenderse totalmente al alcanzar cargas que están en el rango de 11 a 13 N.

## BIBLIOGRAFIA

- Ahmadi, A.; Faraji, S. y Hossein, A. The study of electroless Ni – P alloys with different complexing agents on Ck45 steel substrate. *Arabian Journal of Chemistry*. 2017, 10, p. S1541– S1545.
- Ashassi-Sorkhabi, H. y Rafizadeh, S.H. Effect of coating time and heat treatment on structures and corrosion characteristics of electroless Ni – P alloy deposits. *Surf Coatings Technol.* 2004, 176, 318–326.
- ASTM International. Standard Guide for Preparation of Metallographic Specimens 1. ASTM Int. 2011, E3-11, p. 1–12.
- ASTM International. Standard Test Method for Adhesion Strength and Mechanical Failure Modes of. ASTM Int. 2017, C1624(Reapproved 2015), p. 1–29.
- ASTM internacional. Standard Test Method for Scratch Hardness of Materials Using a Diamond Stylus 1. ASTM Int. 2012, G171-03(Reapproved 2009), p. 1–7.
- Biswas, A.; Das, S.K. y Sahoo, P. Surface & Coatings Technology Correlating tribological performance with phase transformation behavior for electroless Ni-( high ) P coating. *Surf Coat Technol.* 2017, 328, p.102–114.
- Brenner, A. y Riddell, G.E. Nickel plating on steel by chemical reduction. *Journal of Research of the National Bureau of Standards*. 1946, 37, 1, p. 31-34.

- Calik, A.; Duzgun, A.; Ekinci, A.; Karakas, S. y Ucar, N. Comparison of Hardness and Wear Behaviour of Boronized and Carburized AISI 8620 Steels. *Acta Phys Pol A*. 2009, 116, 6, p. 1029–1032.
- Genel, K.; Ozbek, I. y Bindal, C. Kinetics of boriding of AISI W1 steel. *Mater Sci Eng A*. 2003, 347, p. 311–314.
- Goeuriot, P.; Thevenot, F. y Driver, JH. Surface treatment of steels: boridif, a new boriding process. *Metall Prot coatings*. 1981, 78, p. 67–76.
- Jain, V. y Sundararajan, G. Influence of the pack thickness of the boronizingmixture on the boriding of steel. *Surf Coatings Technol*. 2002, 149, p. 21–26.
- Hamada, A.S.; Sahu, P. y Porter, D.A. Indentation Property and Corrosion Resistance of Electroless Nickel-Phosphorus Coatings deposited on Austenitic High-Mn TWIP Steel. *Applied Surface Science*. 2015, 29 p.
- Márquez, A.; Fernandez, J.; Zapata, M. et al. Surface & Coatings Technology Fe 2 B coating on ASTM A-36 steel surfaces and its evaluation of hardness and corrosion resistance. *Surf Coat Technol*. 2014, 254, p. 433–439.
- Martini, C.; Palombarini, G.; Poli, G. y Prandstraller, D. Sliding and abrasive wear behaviour of boride coatings. *Wear*. 2004, 256, p. 608–613.
- Oliver, W. y Pharr, G. Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation: Advances in understanding and refinements to methodology. *J Mater Res*. 2004,19, 01, p.3–20.

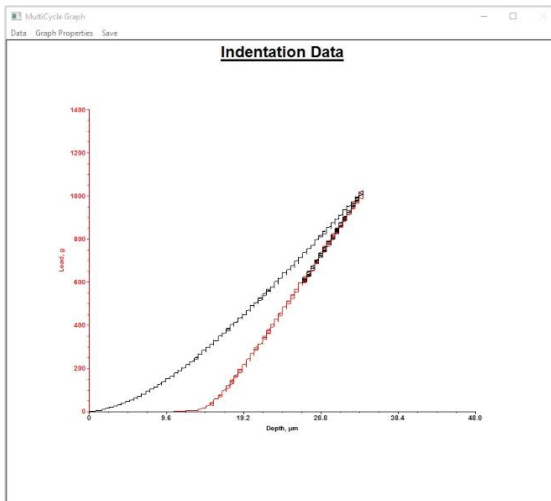
- Ozbek, I. y Bindal, C. Mechanical properties of boronized AISI W4 steel. Surf Coatings Technol. 2002,154, p. 14–20.
- Panja, B.; Das, K. Y Sahoo, P. Tribological behavior of electroless ni – p coatings in various corrosive environments. Surf Rev Lett. 2016, 23, 5, p 1–18.
- Puchi Cabrera, E. A new model for the computation of the composite hardness of coated systems. Surf Coatings Technol. 2002, 160, 2–3, p. 177–186.
- Sahin, O.; Uzun, O.; Kolemen, U. y Ucar, N. Vickers microindentation hardness studies of  $\beta$ -Sn single crystals. Mater Charact. 2007, 58, 2, p. 197–204.
- Sahoo, P. y Das, S.K. Tribology of electroless nickel coatings. Mater Des. 2011,32, 4, p.1760–1775.
- Sen, U.; Ozbek, I. y Bindal C. Mechanical behavior of borides formed on borided cold work tool steel. Surf Coatings Technol. 2001,135, p.173–177.
- Sen, U.; Sen, S. y Yilmaz F. An evaluation of some properties of borides deposited on boronized ductile iron.Mater Process Technol. 2004,148, p. 1 - 7.

- Tabur, M.; Izciler, M.; Gul, F. y Karacan, I. Abrasive wear behavior of boronized AISI 8620 steel. *Wear*. 2009, 266, p. 1106–1112.
- Tuck, J.; Korsunsky, A.; Bhat, D. y Bull, S.-. Indentation hardness evaluation of cathodic are deposited thin hard coatings. *Surf Coatings Technol*. 2001, 139, 1, p. 63–74.
- Venkataraman, B. The high speed sliding wear behaviour of boronized medium carbon steel. *Surf Coatings Technol*. 1995, 73, 3, p.177–184.
- Wang, C.; Farhat, Z.; Jarjoura, G. et al. Surface & Coatings Technology Investigation of fracture behavior of annealed electroless Ni-P coating on pipeline steel using acoustic emission methodology. *Surf Coat Technol*. 2017,326, p. 336–342.
- Xu, D.S.; Xu, X.; Su, Z.G.; An, J. y Lu, Y. Mechanical properties , wear , and corrosion of boronized n80 tube steel. *Mater Sci*. 2012, 48, 1, p. 100–105.
- Zavyalov, V. V. y Moiseeva, L. S. Materials science and corrosion protection factors in west siberian oil pipeline. *Chemical and Petroleum Engineering*. 2004,40,1, p. 31–3

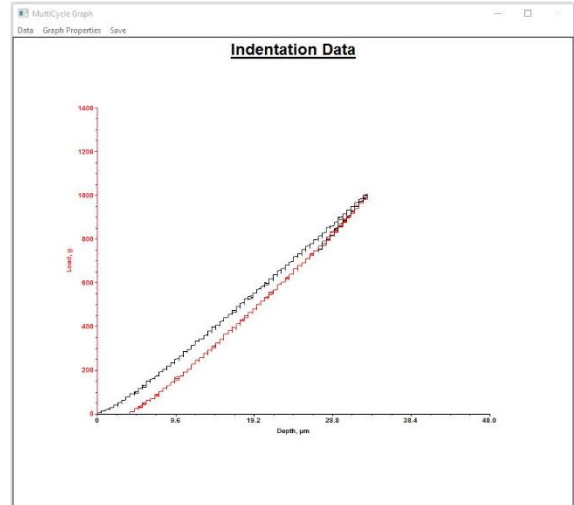
## ANEXOS

### ANEXO A. CURVAS P-H GENERADAS POR EL UNIVERSAL MECHANICAL TESTER.

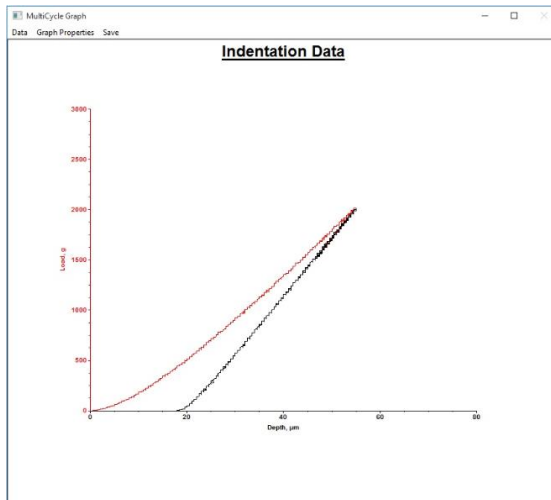
**Figura A1.** sustrato a 10 N



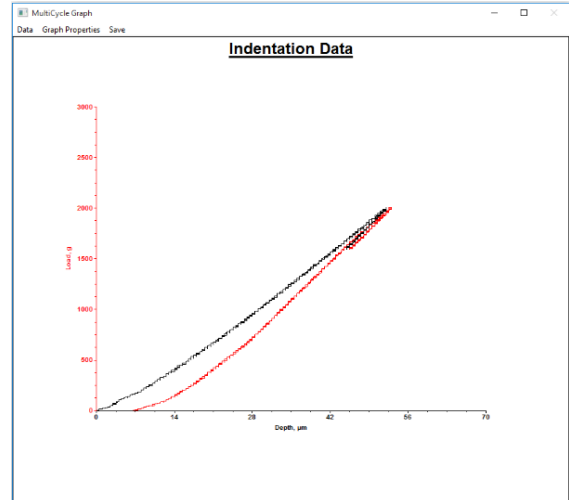
**Figura A2.** Recubrimiento a 10 N



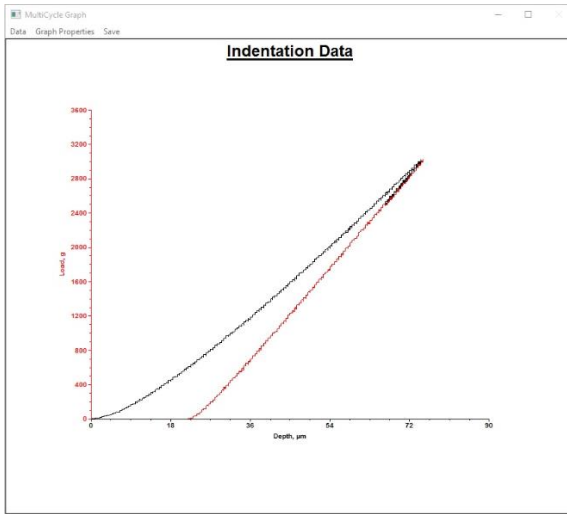
**Figura A3.** Sustrato a 20 N



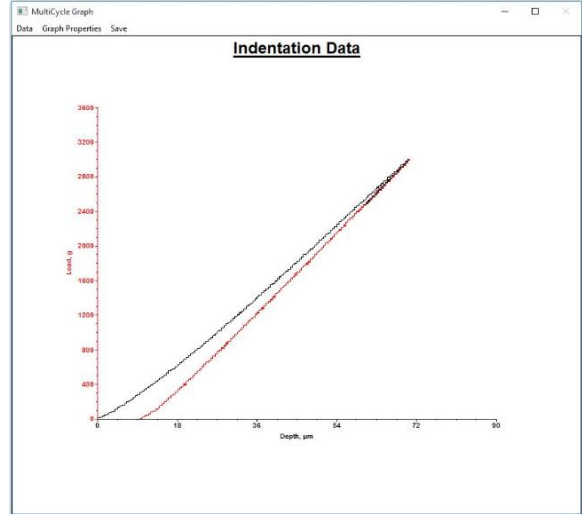
**Figura A.** Recubrimiento a 20 N



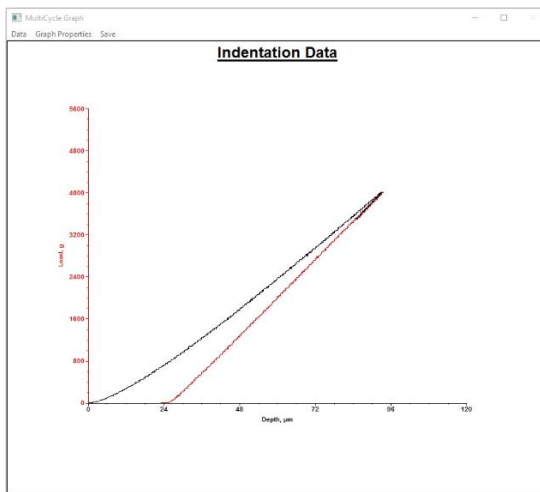
**Figura A3.** sustrato a 30 N



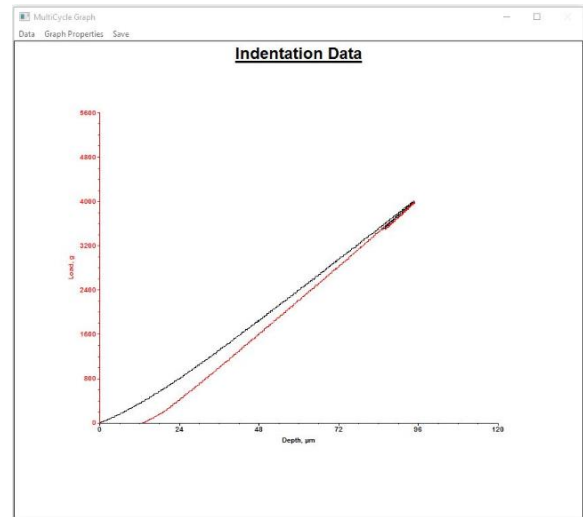
**Figura A4.** Recubrimiento a 30 N



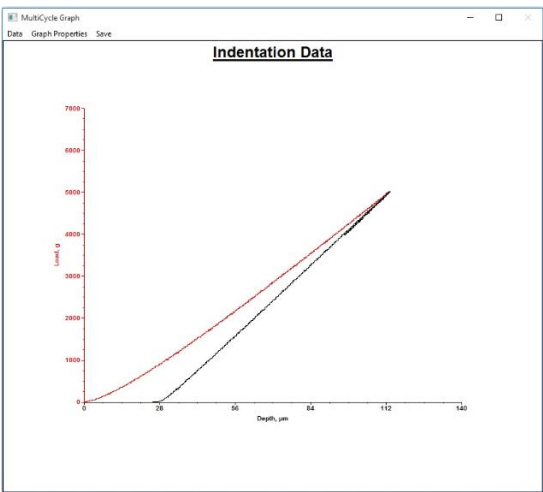
**Figura A4.** Sustrato a 40 N



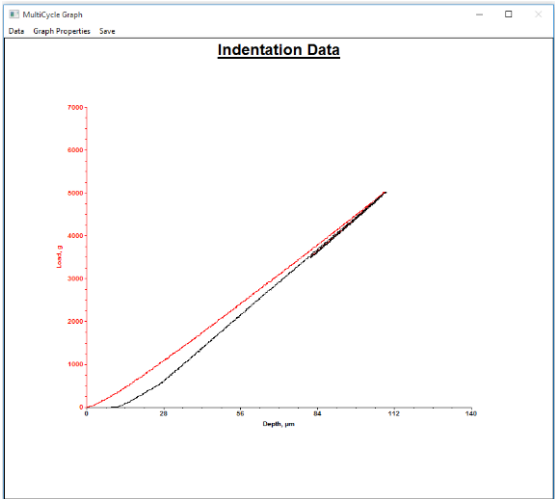
**Figura A4.** Recubrimiento a 40 N



**Figura A5.** sustrato a 50 N

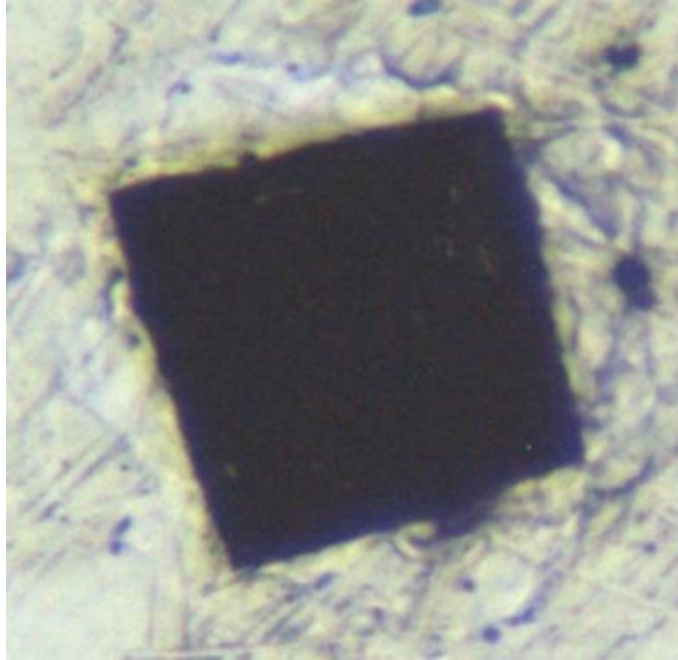


**Recubrimiento a 50 N**



**ANEXO B. MICROGRAFIA DE LAS INDENTACIONES**

**Figura C1.** Marca de indentación en el sustrato.



**Figura C2.** Marca de indentación en el recubrimiento.

