

TRABAJO ESPECIAL DE GRADO

CARACTERIZACIÓN DE METALES DUROS A BASE DE WC DE COMPOSICIÓN VARIABLE

Presentado Ante la Ilustre
Universidad Central de Venezuela
para optar por el Título de
Ingeniero Metalúrgico
Por el Br. Leonardo Agudo Jácome

Caracas, noviembre de 2004

TRABAJO ESPECIAL DE GRADO

CARACTERIZACIÓN DE METALES DUROS A BASE DE WC DE COMPOSICIÓN VARIABLE

Tutor académico: Prof. Mariana H. Staia

Presentado Ante la Ilustre
Universidad Central de Venezuela
para optar por el Título de
Ingeniero Metalúrgico
Por el Br. Leonardo Agudo Jácome

Caracas, noviembre de 2004



ACTA

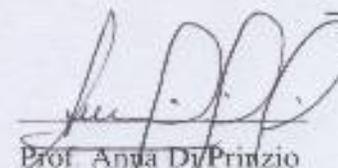
Quienes suscriben, miembros del Jurado designado por el Consejo de la Escuela Ingeniería Metalúrgica y Ciencia de los Materiales, para examinar el Trabajo Especial de Grado titulado:

"CARACTERIZACIÓN DE METALES DUROS A BASE DE WC DE COMPOSICIÓN VARIABLE"

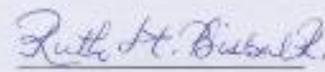
presentado ante la ilustre **Universidad Central de Venezuela** por el Br. Leonardo Agudo Jácome, dejan constancia de lo siguiente:

Hemos leído este trabajo y participado en su discusión, encontrando que el mismo es suficiente en contenido, calidad y extensión para cumplir con todos los requerimientos establecidos para optar por el título de Ingeniero Metalúrgico.

En fe de lo cual se levanta la presente acta en Caracas a los tres días del mes de noviembre de dos mil cuatro


Prof. Ana Di Prinzio
Jurado


Prof. Mariana H. Staia
Tutora

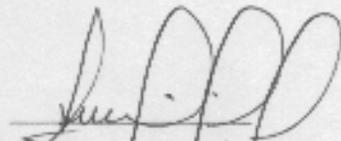

Prof. Ruth Bisbal
Jurado



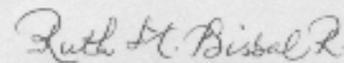
VEREDICTO

Los suscritos miembros del Jurado designado por el Consejo de la Escuela Ingeniería Metalúrgica y Ciencia de los Materiales de la Universidad Central de Venezuela, para evaluar el Trabajo Especial de Grado presentado por el bachiller **LEONARDO AGUDO JÁCOME C.I: 15.488.656**, el cual lleva por título "**CARACTERIZACIÓN DE METALES DUROS A BASE DE WC DE COMPOSICIÓN VARIABLE**", decidimos conferirle una **MENCIÓN HONORÍFICA** como premio al esfuerzo realizado y como estímulo a la creatividad demostrada en el transcurso de la elaboración de esta Tesis de Grado. El trabajo constituye un aporte importante e inédito al estudio de **MODIFICACIONES SUPERFICIALES EN CARBUROS CEMENTADOS PARA HERRAMIENTAS DE CORTE**, que se caracteriza por un diseño y metodología experimental rigurosa.

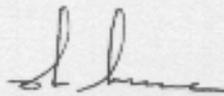
En fe de lo anteriormente expuesto se levanta la presente Acta en Caracas, a los tres días del mes de noviembre de dos mil cuatro, dejándose constancia que, de acuerdo a la normativa vigente, actuó como coordinador del jurado examinador la Prof. Mariana H. Staia.



Prof. Alma Di Prinzio



Prof. Ruth Bisbal



Prof. Mariana H. Staia
Coordinador

100 Años de los inicios de los estudios de Ingeniería en la UCV
25 Años de la Fundación del Núcleo Experimental Ciclo Básico Armando Mendoza de Cepuri
Jornadas de Investigación de la Facultad de Ingeniería JFI 2004
IV Encuentro Académico Industrial

DEDICATORIA

Porque la tesis no es sólo un libro

Porque la tesis es

“el golpe en el movimiento de la mano con que se marca el compás”

El golpe que uno aprende

después de trabajar el compás

de la temprana vida

Porque la tesis es

“La conclusión,

proposición

Que se mantiene con razonamientos”

Conclusión de burbujeante etapa

Proposición después de iniciada

Y razonamientos nacidos en ella

Transmitidos de maestro a hijo

De alumno a padre

Porque la tesis

En síntesis

Es el génesis

De un nuevo amanecer

Y cada uno

De mis

amaneceres

Se lo debo a los dos seres

Que me inspiran

Que me incitan

A continuar en mi crecer.

AGRADECIMENTOS

A los dos dedicados, en su constante ahínco por guiarme en el camino hasta hacer de mí el Leonardo Agudo Jácome que hemos deseado, en que me he convertido, en que me place vivir el largo día a día y corta vida.

A la Profe. Mariana, sin quien el amplio abanico de oportunidades que tuve y aproveché en la elaboración de este trabajo no se hubiera abierto, y con quien contar y confiar es la primera alternativa, pues su calidad humana es excelente matiz a la impecable reputación profesional que seguirá creciendo.

A José, pues todavía no puedo entender cómo hace para dedicarse a los suyos (y los que siente suyos) con tanta disposición, eficiencia y paciencia, sin perder el norte sobre el cual avanza siempre a paso de vencedor, pautando el ritmo y la novedad, demostrando que si uno quiere, puede alcanzar metas gigantescas: gracias por dártelas de hermano y ser el mentor en tierras extrañas.

To Anke who blinked not even once in trusting I would make a good job, in opening doors through which very few are even able to think about, showing how it is handled in first world kind of countries, with responsibility, strength and encouragement, just the way she likes it.

Al Programa ADEMAT, en el marco del Programa ALFA, que, liderado y emprendido por personas de la talla del Prof. Degischer y el Dr. José Luis García, y conformado por un equipo excelente de profesores anfitriónes de primera, como la Prof. Mariana Staia y la Prof. Anke Pyzalla, me aceptó en calidad de becario y permitió el desarrollo de este trabajo de investigación durante siete fructíferos meses en la Universidad Técnica de Viena.

A BOEHLERIT GMBH & Co por el aporte de las muestras utilizadas en esta investigación y su apoyo técnico y económico, como parte del intercambio simbiótico imprescindible que debe existir entre la industria y la rica investigación generada en

centros como el Institut für Materialprüfung und Werkstoffkunde, TU-Wien, fuente de nuevas tecnologías y conocimientos aplicados.

A esa Rosa Roja de Tallo Largo y Piel Canela, cuyo perfume de rociada vida llena mis pulmones con emprendedora energía, porque cada paso de hormiga a tu lado impulsó el éxito en mi obrar.

A Claudia, porque no hay como caminar un vía crucis académico con un compañero de estudios de calidad humana y permanencia desde las tempranas fases básicas hasta el “golpe en el movimiento de la mano con que se marca el compás”. Además, sin tus diligencias administrativas me faltaría ver todavía 9 semestres por no haberlos inscrito y sin tu apoyo personal el colapso nervioso sería inminente.

A Abby y Rafael, los fieles ejemplos de la verdadera aseveración común de que es en La Universidad donde uno encuentra amistades verdaderas, porque con ellos se vive las primeras gotas frías de la vida profesional y hasta el otro lado del mundo no sólo serviríamos, sino hemos servido de apoyo mutuo e incondicional, arraigando la permanencia en la vida del otro.

A amigos como Daniel y Alejandra, que aunque no tienen nada que ver con el trabajo aquí presente, son tan como hermanos que hasta su completitud pueden ser clave, por ejemplo, con servicios de impresoras “portátiles” de entrega a domicilio o recurrentes facilitaciones (por más fea que suene la palabra) de los procesos de trabajo de hormiga.

A esas madres académicas como Sonia Camero y Maribel Suárez, que en los momentos de ahogo universitario siempre estuvieron ahí para hacerme respirar e incentivar me a ir más allá.

A esos padres académicos como Abilio Carrillo, que no sólo se aguantan tener que lidiar con uno en las materias más difíciles de la burbujeante etapa sino que, además se calan la presencia de uno durante más de dos años y le hacen seguimiento a la vida de uno, interviniendo sabiamente cuando uno se los pide.

A las profesoras Anna Di Prinzio y Ruth Bisbal, que encontraron tiempo de donde no había para llevar a cabo paciente y exitosamente su labor de jurados, y por considerar este trabajo como meritorio de la mención que fue otorgada.

Al equipo de CENMACOR, por “entrenarme” y convertirme en parte del mismo.

A aquél profesor que generaba miedo en uno, por hacerle saber a uno que esa clase de personas existe en el mundo... y que hay que parárseles en frente con el esfuerzo suficiente para superar ese miedo; a aquél profesor “papita” o “pirata” para generar en uno un ser crítico, capaz de ver el lado malo de la cara... para no llegar ni a parecersele; a aquel profesor modelo, porque entonces sí se puede llegar a ser pulcro e integral.

A mi alter ego, por permitirme salir exitoso de tan cuesta arriba trabajo y permitirme también reconocerlo sin problema.

RESUMEN

Agudo J., Leonardo

CARACTERIZACIÓN DE METALES DUROS A BASE DE WC DE COMPOSICIÓN VARIABLE

Tutor: Prof. Mariana H. Staia.

Tesis. Caracas, Universidad Central de Venezuela. Facultad de Ingeniería.

Escuela de Ingeniería Metalúrgica y Ciencia
de los Materiales. Año 2004. Pág. 159.

Palabras clave: herramienta de corte, carburo cementado, gradiente, esfuerzos residuales, dureza compuesta.

Los insertos para herramientas de corte son materiales compuestos formados por carbonitruros de los elementos de los grupos IVB VB VIB cementados en una fase metálica de Co, Ni ó Fe. Generalmente, éste consiste en el sinterizado del carburo cementado y la posterior deposición mediante un método de deposición química (CVD) o física (PVD) de un recubrimiento duro y abrasivo. Un método alternativo investigado en los últimos años es la producción de una superficie dura y abrasiva mediante un tratamiento de difusión. Este tipo de carburos cementados son conocidos como metales duros con características continuas o como metales duros gradientes funcionales.

En el trabajo que se presenta se compararon los resultados de la caracterización microestructural y de propiedades mecánicas determinadas implementando nuevas metodologías y técnicas de estudio en dos tipos de carburo cementado recubiertos con TiCN por el método de CVD, y los mismos metales duros cuya capa de TiCN ha sido producida mediante un tratamiento de difusión en atmósfera controlada. Las muestras utilizadas para la caracterización de perfiles (microestructurales y de dureza) fueron preparadas metalográficamente empleando métodos estándar (pasta de diamante de 3 μm). Para realizar la caracterización microestructural las muestras fueron atacadas con una solución Murakami y para los perfiles de dureza se atacaron con una solución OPS. La caracterización microestructural se llevó a cabo empleando técnicas de microscopía

óptica (MO) y microscopía electrónica de barrido (MEB) acoplado al análisis de dispersión de energía de rayos X (EDX). Se llevaron a cabo estudios de difracción de rayos X (DRX) con radiación sincrotrón de energía variable para identificar las fases a distintas profundidades y determinar el carácter de los esfuerzos residuales de las fases. Se empleó técnicas de macro, micro y nanodureza para determinar los perfiles de dureza de las muestras. La capa dura de (Ti,Ta,Nb,W)(C,N) formada difusionalmente presentó gradientes de esfuerzos de tensión, lo que derivó en un alto error en los valores obtenidos por el método empleado. La caracterización por métodos de dureza superficial estuvo limitada por la rugosidad que presentaron las muestras con superficies duras. Tanto el análisis microestructural y elemental, como los ensayos de dureza revelan un perfil de gradiente con distintas zonas bien definidas desde la superficie al interior de las muestras. Los valores de nanodureza, así como sus errores, se muestran mayores a los de microdureza debido a las características de cada método de evaluación, sin embargo, ambas reflejan la misma tendencia.

ÍNDICE

CAPÍTULO I	INTRODUCCIÓN	1
CAPÍTULO II	FUNDAMENTO TEÓRICO	3
2.1	Carburo cementado	3
2.1.1	Metal duro y cermet	3
2.1.2	Características microestructurales	5
2.1.3	Propiedades	10
2.2	Mejoras en las herramientas de corte	14
2.3.1	Tendencias futuras	20
2.4	Dureza	20
2.4.1	Carga	22
2.4.2	Velocidad y duración de la indentación	24
2.4.3	Rugosidad	26
2.5	Indentación superficial	28
2.6	Nanoindentación	30
2.7	Determinación de esfuerzos residuales	32
2.7.1	Método del $\text{sen}^2(\psi)$	33
CAPÍTULO III	PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL	36
3.1	Preparación de insertos	37
3.2	Selección de muestras	37
3.3	Microscopía óptica	39
3.3.1	Selección del método de ataque	40
3.4	Microscopía electrónica de barrido (MEB)	41
3.5	Difracción de rayos X por radiación sincrotrón	42
3.6	Rugosidad, densidad y porosidad	44
3.7	Ensayos de Dureza	45

3.7.1	Indentación superficial	45
3.7.2	Microdureza	46
3.7.2.1	Metodología adaptada para la medición de perfiles de dureza	47
3.7.3	Nanodureza	51
3.8	Ensayos de corte	52
CAPÍTULO IV RESULTADOS EXPERIMENTALES Y DISCUSIÓN		53
4.1	Microscopía Óptica (MO)	53
4.1.1	Serie R123 (para torneado)	53
4.1.2	Serie SB10 (para fresado)	57
4.2	Microscopía Electrónica de Barrido	59
4.2.1	EDX por región	59
4.2.2	Distribución lineal de composición	66
4.2.2.1	Serie R123	67
4.2.2.2	Serie SB10	70
4.2.3	Mapas de elementos	74
4.3	Difracción de rayos X por radiación sincrotrón	75
4.3.1	Análisis de fases	75
4.3.2	Análisis de esfuerzos residuales	82
4.4	Rugosidad (Ra) y propiedades físicas	86
4.5	Dureza superficial	88
4.5.1	SB10	88
4.5.2	SB10 recubierta	89
4.6	Perfiles de Microdureza	93
4.6.1	Insertos para torneado	93
4.6.2	Insertos para fresado	102
4.7	Perfiles de nanodureza	109
4.8	Ensayos de corte	114

CAPÍTULO V	CONCLUSIONES	116
5.1	Conclusiones	116
5.2	Recomendaciones	119
REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS		120
APÉNDICES		121
APÉNDICE A		121
APÉNDICE B		123
APÉNDICE C		126
APÉNDICE D		130
APÉNDICE E		136
APÉNDICE F		138
APÉNDICE G		156

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 2.1	Esquema de producción de piezas de carburo cementado por procesos de pulvimetalurgia ^[12]	4
Figura 2.2	Esquema representando las diferencias microestructurales entre un metal duro y un cermet ^[13]	5
Figura 2.3	Diagrama binario Co-WC, mostrando la solubilidad ~50% del WC en el Co a 1500°C ^[7]	7
Figura 2.4	Sección isotérmica (a 1450°C) del diagrama pseudoternario TiC-TaC-WC ^[1]	8
Figura 2.5	Variación del parámetro de red como función de (a) Contenido de carbono en TiCN ^[19] y (b) contenido de tungsteno en (W,Ti)C ^[20]	9
Figura 2.6	Variación del parámetro de red como función del contenido de carbono en (a) TiC y (b) TaC ^[7]	10
Figura 2.7	Resistencia a la fractura transversal y tenacidad de fractura de metales duros como función del contenido de cobalto y el tamaño de grano del carburo de tungsteno ^[1]	11
Figura 2.8	Dureza Vickers y resistencia a compresión de metales duros como función del contenido de cobalto y el tamaño de grano del carburo de tungsteno ^[1]	12
Figura 2.9	Variación Dureza Vickers con respecto a la tenacidad de fractura y al tamaño de grano en el carburo de tungsteno de metales duros ^[15]	13
Figura 2.10	Tipos de recubrimientos para carburos cementados y sus rangos de aplicación ^[22]	15
Figura 2.11	Representación de esfuerzos temomecánicos internos en sólidos disímiles (a) con intercaras bien definidas; (b) con variación composicional gradual. Y/L representa la profundidad relativa desde la superficie hasta el final de la tercera capa (de longitud total L) ^[24]	17

- Figura 2.12** Representación de un metal duro con microestructura funcional y características continuas^[25] 18
- Figura 2.13** Esquema de la teoría difusional (arriba), fotomicrografía (centro) y perfil de composiciones por GDOS de (a) gradiente funcional sin zona WC-Co intermedia y (b) gradiente funcional con zona intermedia tenaz de WC-Co^[6,26] 19
- Figura 2.14** Correlación entre mínimo espesor de recubrimiento, carga de indentación y microdureza del material para obtener valores representativos de microdureza, al llevar a cabo ensayos con indentadores Vickers sobre la superficie del material^[33] 23
- Figura 2.15** Correlación entre mínimo espesor de recubrimiento, carga de indentación y nanodureza del material para obtener valores representativos de nanodureza sobre la superficie de la muestra. “H” representa el rango de durezas para los metales duros^[34] 25
- Figura 2.16** Semiesfera de deformación plástica formada bajo una capa de TiN sobre Cu resuelta por medio de (a) Contraste por interferencia (microscopio óptico) y (b) SEM^[30] 25
- Figura 2.17** Representación de parámetros importantes a considerar al realizar nanodureza. (a) Curva característica obtenida en el ensayo. (b) Identificación gráfica de cada parámetro en un esquema de una sección transversal de la impronta^[36] 26
- Figura 2.18** Fotomicrografías de SEM de distintas superficies de recubrimientos de TiCN antes de realizar ensayos de microdureza Vickers sobre las mismas^[42] 27
- Figura 2.19** Comparación de distintos modelos teóricos (líneas continuas) y datos experimentales (puntos) en respecto a cambios de dureza compuesta como función de la diagonal de indentación en recubrimientos de TiCN de 3,25 mm de espesor, depositados sobre un sustrato de acero M-2^[45] 28
- Figura 2.20** Esquema del desarrollo de la zona plástica formada debajo de un recubrimiento indentado^[46] 28

Figura 2.21	Comparación de modelos y valores experimentales de nanodureza como función de la profundidad relativa de indentación (RID), en distintos recubrimientos de TiCN sobre insertos de carburo cementado H-21 para herramientas de corte ^[43]	29
Figura 2.22	Comparación de durezas compuestas entre distintos insertos de carburo cementado para herramientas de corte recubiertos con TiCN, como función de la profundidad relativa de indentación (RID) ^[42]	31
Figura 2.23	Variación de valores de nanodureza y microdureza como función de la concentración de electrones de valencia (VEC) y de la composición de (a) $Ti(C_xN_{1-x})$ y (b) $Ti(C_xN_{1-x})_{0,81}$ ^[47]	32
Figura 2.24	Sistema de ejes en la superficie de la muestra	34
Figura 2.25	Distribución de esfuerzos y deformaciones de acuerdo al método por $\sin^2\psi$ ^[50]	35
Figura 3.1	Procedimiento metodológico esquematizado	36
Figura 3.2	Acabado final de los 8 tipos iniciales de carburos cementado en estudio (a) gradientes y (b) gradientes funcionales. Las muestras encerradas en círculo fueron elegidas para la caracterización final	38
Figura 3.3	Clasificación y nomenclatura de muestras	39
Figura 3.4	Esquema del anillo de almacenamiento “DORIS” en las instalaciones de radiación sincrotrón, DESY, Hamburgo ^[52]	42
Figura 3.5	Partes del equipo de difracción de rayos X en la línea G3 del sincrotrón en DESY, Hamburgo	43
Figura 3.6	Componentes del equipo utilizado para medir microdureza	46
Figura 3.7	Vistas esquematizadas de un inserto de corte seccionado con ángulo para engrandecer las distintas zonas superficiales de la microestructura, embutido para realizar los perfiles de microdureza	48

Figura 3.8	Vista esquemática de la extensión de la zona plástica en una muestra inclinada	48
Figura 3.9	Equipo Nano Indenter XP para ensayos de indentación sensible a la profundidad (nanodureza)	52
Figura 4.1	Fotomicrografías de las secciones transversales de las muestras pertenecientes a las series R123 y SB10. Tomadas a 1000x en un microscopio óptico Leitz	54
Figura 4.2	Composición química en el seno del metal duro gradiente R123g. Fotomicrografía tomada a 4000x por MEB en modo de electrones retrodispersados. Análisis químico elemental por EDX	59
Figura 4.3	Composición química de las fases presentes en los metales duros estudiados. Fotomicrografía tomada a 4000x por MEB en modo de electrones retrodispersados. Análisis químico elemental por EDX	60
Figura 4.4	Características químicas de la capa C4 en los metales duros gradientes funcionales. Fotomicrografía tomada a 1000x por MEB en modo de electrones retrodispersados. Análisis químico elemental por EDX	61
Figura 4.5	Composición química de las capas duras en la muestra R123C5. Fotomicrografía tomada a 4000x por MEB en modo de electrones secundarios. Análisis químico elemental por EDX	62
Figura 4.6	Composición química en la zona WC-Co de la muestra R123C5. Fotomicrografía tomada a 2000x por MEB en modo de electrones retrodispersados. Análisis químico elemental por EDX	64
Figura 4.7	Composición química en el seno de la muestra R123C5. Fotomicrografía tomada a 1000x por MEB en modo de electrones retrodispersados. Análisis químico elemental por EDX	64
Figura 4.8	Composición química de las distintas zonas en la muestra SB10C5. Fotomicrografía tomada a 2000x por MEB en modo de electrones secundarios. Análisis químico elemental por EDX	66
Figura 4.9	Distribución elemental a través de la sección transversal de la muestra R123g. Fotomicrografía tomada a 1000x por MEB en modo de electrones retrodispersados. Análisis químico elemental por EDX	67

- Figura 4.10** Distribución elemental a través de la sección transversal de la muestra R123g recubierta. Fotomicrografía tomada a 1000x por MEB en modo de electrones retrodispersados. Análisis químico elemental por EDX 68
- Figura 4.11** Distribución elemental a través de la sección transversal de la muestra R123C4. Fotomicrografía tomada a 1000x por MEB en modo de electrones retrodispersados. Análisis químico elemental por EDX 69
- Figura 4.12** Distribución elemental a través de la sección transversal de la muestra R123C5. Fotomicrografía tomada a 1000x por MEB en modo de electrones secundarios. Análisis químico elemental por EDX 70
- Figura 4.13** Distribución elemental a través de la sección transversal de la muestra SB10. Fotomicrografía tomada a 1000x por MEB en modo de electrones retrodispersados. Análisis químico elemental por EDX 71
- Figura 4.14** Distribución elemental a través de la sección transversal de la muestra SB10 recubierta. Fotomicrografía tomada a 1000x por MEB en modo de electrones retrodispersados. Análisis químico elemental por EDX 71
- Figura 4.15** Distribución elemental a través de la sección transversal de la muestra SB10C4. Fotomicrografía tomada a 1000x por MEB en modo de electrones retrodispersados. Análisis químico elemental por EDX 72
- Figura 4.16** Distribución elemental a través de la sección transversal de la muestra SB10C5. Fotomicrografía tomada a 1000x por MEB en modo de electrones secundarios. Análisis químico elemental por EDX 73
- Figura 4.17** Mapa de elementos de la muestra R123g recubierta. Fotomicrografía a 2000x por MEB en modo de electrones secundarios. Análisis químico elemental por EDX 74
- Figura 4.18** Difractogramas de la muestra R123g obtenidos a partir de radiaciones de distinta energía: (a) $E = 8,05 \text{ keV}$, radiación $\text{CuK}\alpha$, $\psi=0^\circ$, (b) $E = 17,5 \text{ keV}$, radiación $\text{MoK}\alpha$, $\psi=0^\circ$ 75
- Figura 4.19** Difractogramas de la muestra R123C4 obtenidos a partir de radiaciones de distinta energía: (a) $E = 6,93 \text{ keV}$, radiación $\text{CoK}\alpha$, $\psi=60^\circ$, (b) $E = 8,05 \text{ keV}$, radiación $\text{CuK}\alpha$, $\psi=0^\circ$, (c) $E = 17,5 \text{ keV}$, radiación $\text{MoK}\alpha$, $\psi=0^\circ$ 78

- Figura 4.20** Difractogramas de la muestra SB10 obtenidos a partir de radiaciones de distinta energía: (a) E = 8,05 keV, radiación CuK α , $\psi=0^\circ$, (b) E = 17,5 keV, radiación MoK α , $\psi=0^\circ$ 79
- Figura 4.21** Difractogramas de la muestra SB10C4 obtenidos a partir de radiaciones de distinta energía: (a) E= 6,93 keV, radiación CoK α , $\psi=60^\circ$, (b) E = 8,05 keV, radiación CuK α , $\psi=0^\circ$, (c)E = 17,5 keV, radiación MoK α , $\psi=0^\circ$ 80
- Figura 4.23** Curva $d_{331}-\sin^2\psi$ de la reflexión FCC331 en la muestra SB10C4 (E = 8,05 keV, radiación CuK α) 84
- Figura 4.23** Curva $d_{331}-\sin^2\psi$ de la reflexión FCC331 en la muestra R123C4 (E = 8,05 keV, radiación CuK α) 84
- Figura 4.24** Influencia de la carga y la condición superficial en la medición de dureza superficial de la muestra SB10 88
- Figura 4.25** Influencia de la carga y la condición superficial en la medición de dureza compuesta de la muestra SB10 recubierta 89
- Figura 4.26** Fotomicrografías de indentaciones llevadas a cabo sobre la superficie rugosa de la muestra SB10 recubierta con TiN utilizando distintas cargas. Magnificadas a (a) 250x; (b), (c) 500x; (d), (e) y (f) 1000x, en un microscopio óptico Carl Zeiss 92
- Figura 4.27** Perfil de dureza, obtenido mediante el método de microindentación Vickers en la sección transversal oblicua de una muestra R123g, junto a la fotomicrografía de algunas improntas realizadas. Fotomicrografía tomada a 1000x en un microscopio Carl Zeiss. Muestra atacada con solución OPS 93
- Figura 4.28** Perfil de dureza, obtenido mediante el método de microindentación Vickers en la sección transversal oblicua de una muestra R123g recubierta, junto a la fotomicrografía de algunas improntas realizadas. Fotomicrografía tomada a 1000x en un microscopio Carl Zeiss. Muestra atacada con solución OPS 96
- Figura 4.29** Esquema de la sección trasversal del volumen alcanzado por la zona plástica (según Lawn et al.^[35]) al indentar el recubrimiento de la muestra R123g recubierta 97

- Figura 4.30** Perfil de dureza, obtenido mediante el método de microindentación Vickers en la sección transversal oblicua de una muestra R123C4, junto a la fotomicrografía de algunas improntas realizadas. Fotomicrografía tomada a 1000x en un microscopio Carl Zeiss. Muestra atacada con solución OPS 98
- Figura 4.31** Perfil de dureza, obtenido mediante el método de microindentación Vickers en la sección transversal oblicua de una muestra R123C5, junto a la fotomicrografía de algunas improntas realizadas. Fotomicrografía tomada a 1000x en un microscopio Carl Zeiss. Muestra atacada con solución OPS 101
- Figura 4.32** Perfil de dureza, obtenido mediante el método de microindentación Vickers en la sección transversal oblicua de una muestra R123C5, junto a la fotomicrografía de algunas improntas realizadas. Fotomicrografía tomada a 1000x en un microscopio Carl Zeiss. Muestra atacada con solución OPS 103
- Figura 4.33** Perfil de dureza, obtenido mediante el método de microindentación Vickers en la sección transversal oblicua de una muestra SB10 recubierta, junto a la fotomicrografía de algunas improntas realizadas. Fotomicrografía tomada a 1000x en un microscopio Carl Zeiss. Muestra atacada con solución OPS 104
- Figura 4.34** Perfil de dureza, obtenido mediante el método de microindentación Vickers en la sección transversal oblicua de una muestra SB10C4 recubierta, junto a la fotomicrografía de algunas improntas realizadas. Fotomicrografía tomada a 1000x en un microscopio Carl Zeiss. Muestra atacada con solución OPS 106
- Figura 4.35** Perfil de dureza, obtenido mediante el método de microindentación Vickers en la sección transversal oblicua de una muestra SB10C5 recubierta, junto a la fotomicrografía de algunas improntas realizadas. Fotomicrografía tomada a 1000x en un microscopio Carl Zeiss. Muestra atacada con solución OPS 107
- Figura 4.36** Perfil de dureza, obtenido mediante el método de nanoindentación Berkovich en la sección transversal de una muestra SB10, junto a su la fotomicrografía Fotomicrografía tomada a 1000x en un microscopio Leitz. Muestra atacada con solución Murakami 110

- Figura 4.37** Perfil de dureza, obtenido mediante el método de nanoindentación Berkovich en la sección transversal de una muestra SB10 recubierta, junto a su la fotomicrografía Fotomicrografía tomada a 1000x en un microscopio Leitz. Muestra atacada con solución Murakami 111
- Figura 4.38** Perfil de dureza, obtenido mediante el método de nanoindentación Berkovich en la sección transversal de una muestra R123g recubierta, junto a su la fotomicrografía Fotomicrografía tomada a 1000x en un microscopio Leitz. Muestra atacada con solución Murakami 112
- Figura 4.39** Perfil de dureza, obtenido mediante el método de nanoindentación Berkovich en la sección transversal de una muestra R123C5, junto a su la fotomicrografía Fotomicrografía tomada a 1000x en un microscopio Leitz. Muestra atacada con solución Murakami 114
- Figura 4.40** Comparación entre resultados de ensayos de corte (torneado) de las muestras R123 y R123C4 115

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 2.1	Clasificación de carburos cementados según su tamaño de grano ^[17]	6
Tabla 2.2	Solubilidad de carburos y nitruros en cobalto a distintas temperaturas	8
Tabla 2.3	Parámetros de red de los carburos principales para metales duros ^[21]	9
Tabla 2.4	Propiedades de las fases duras presentes en la formulación inicial de carburos cementados y en recubrimientos de la misma naturaleza química (distintos autores) ^[19,23]	13
Tabla 3.1	Composición de las muestras investigadas	39
Tabla 3.2	Parámetros empleados para el análisis de las fases por radiación Sincrotrón	44
Tabla 3.3	Parámetros para los análisis de esfuerzos residuales	43
Tabla 3.4	Condiciones empleadas en los ensayos de corte	52
Tabla 4.1	Parámetros de red de las distintas fases, hallados por DRX	81
Tabla 4.2	Esfuerzos residuales por fase en todas las muestras (valores negativos denotan estado de compresión y positivos, estado de tensión)	82
Tabla 4.3	Propiedades de corte y dimensiones mínimas de indentación para llevar a cabo mediciones de dureza compuesta	86

CAPITULO I

INTRODUCCIÓN

Los carburos cementados son materiales compuestos formados por un esqueleto de granos duros de carburos (principalmente carburo de tungsteno WC), embebidos en una red metálica dúctil que suele ser de cobalto. Desde el desarrollo de las primeras patentes de carburos cementados en 1923 por la compañía alemana Osram Studiengesellschaft, y el amplio mercadeo que le dio la F. Krupp en 1927, bajo el nombre de Widia (del alemán “wie Diamant”), el desarrollo industrial que ha tenido este tipo de materiales ha sido progresivo^[1]. Debido a la eficiente combinación de la alta dureza y resistencia al desgaste de los carburos de los metales de transición, sumada a la alta tenacidad de los enlazantes metálicos, los carburos cementados han encontrado en la industria de las herramientas de corte para el maquinado de metales su principal área de aplicación^[2]; éstos representan el 40-45% del total del mercado de herramientas de corte a nivel mundial, estimado en aproximadamente \$10-12 billones. El incremento en las exigencias de las operaciones de corte han llevado a mejorar el desempeño de estos materiales, mediante la aplicación de recubrimientos cerámicos por técnicas de CVD (Chemical Vapour Deposition) y PVD (Physical Vapour Deposition), para impartir mayor dureza, estabilidad química y resistencia al desgaste en la superficie de las herramientas^[3].

El principal problema de estas técnicas es el alto costo de operación que representa la deposición de estas capas superficiales, además de la adhesión de los recubrimientos a los substratos de carburo cementado, porque en la intercara plana de los dos materiales disímiles (recubrimiento y substrato) se generan pronunciados esfuerzos residuales, debido a la diferencia en sus coeficientes de expansión térmica α ^[4]. Por esta razón, en los últimos años las investigaciones se han enfocado en un nuevo concepto, basado en la elaboración de carburos cementados con superficies endurecidas por procesos de difusión, las cuales adquieren las propiedades del material base de forma gradual, como función de la profundidad. Debido a que cada parte del material adquiere propiedades adecuadas a la función que ejerce en su desempeño, estos materiales han sido denominados gradientes funcionales o carburos cementados con características continuas^[5-6].

El control de calidad de las herramientas de corte exige la evaluación microestructural, composicional y de propiedades, entre las cuales la dureza, resistencia a la abrasión y la tenacidad tienen roles muy importantes. Sin embargo, las características microestructurales de estos materiales representan obstáculos para la medición adecuada de sus propiedades a escala microscópica (principalmente por los tamaños de grano y la naturaleza tan distinta de las partículas que los conforman), por lo que su evaluación se ha limitado históricamente a la escala macroscópica y a predecir comportamientos a partir de las propiedades de los componentes previos a la sinterización^[7]. Con el desarrollo de nuevas tecnologías en los últimos años, recientemente ha sido posible comenzar a evaluar con dificultad las propiedades de los componentes de los carburos cementados^[8-9]. Por otro lado, la evaluación de la distribución gradual de propiedades en carburos cementados gradientes funcionales no ha podido ser abordada, debido a lo relativamente nuevo de estos materiales^[10] y a las limitaciones tecnológicas para realizar perfiles de propiedades a escala microscópica en estos materiales.

En el presente trabajo se llevaron a cabo distintas técnicas para realizar la caracterización microestructural y de propiedades de insertos de corte gradientes funcionales, y se compararon con insertos de corte convencionales. Se estudiará una composición de herramientas de corte para fresado y una composición para torneado, cada una en cuatro configuraciones distintas, y se compararán entre sí. La caracterización microestructural se llevará a cabo mediante el uso de técnicas de microscopía óptica, microscopía electrónica de barrido y difracción de rayos X por radiación sincrotrón. Se evaluó la aplicabilidad del método de indentación superficial para la determinación de la dureza compuesta de carburos cementados con capas duras superficiales. Además, se desarrolló e implementó un método de microindentación para la evaluación de perfiles de dureza como función de la distancia desde la superficie, y se comparó con perfiles de dureza obtenidos por nanoindentación. También se evaluó la técnica de difracción de rayos X como posible método para la determinación de los esfuerzos residuales generados en las superficies de las muestras estudiadas. Por último, se comparó la resistencia al desgaste de carburos cementados convencionales y gradientes funcionales por medio de ensayos de corte (torneado).

CAPÍTULO IV

RESULTADOS EXPERIMENTALES Y DISCUSIONES

En este capítulo se presentan los resultados más relevantes de los análisis de composición, microestructura, esfuerzos residuales, dureza y resistencia al desgaste en ensayos de corte realizados en la investigación. Estos resultados se discuten simultáneamente a su presentación, de manera tal que se obtenga una idea congruente del significado que representan.

4.1 Microscopía Óptica (MO)

4.1.1 Serie R123 (para torneado)

La fotomicrografía de la Figura 4.1(a) muestra la distribución de fases típica de un metal duro gradiente para torneado, como lo es el R123g, compuesta de 2 zonas apreciables. La zona cercana a la superficie está caracterizada por la presencia única de granos grises angulados, rodeados de una delgada red blanca. Al comparar la micrografía con la Figura 2.2 puede concretarse que los granos angulados corresponden a WC y el cobalto conforma la red que los rodea. La zona WC-Co abarca ~20 μm de profundidad desde de la superficie. A partir de esta profundidad comienzan a aparecer granos oscuros redondeados bien distribuidos en el volumen de la muestra. Estos granos corresponden a una fase fcc de $(\text{Ti}, \text{Ta}, \text{Nb}, \text{W})(\text{C}, \text{N})$ ^[27, 26], y se encuentran claramente en menor proporción que los granos de WC. Los tamaños de grano de ambas fases (fcc y WC) oscilan entre 1 y 5 μm y la red de Co presenta segmentos no mayores a los 2 μm entre grano y grano, aunque estos segmentos son apreciablemente mayores en la zona WC-Co que en el material base^[27], disminuyendo la contigüidad^[7] de los granos de WC.

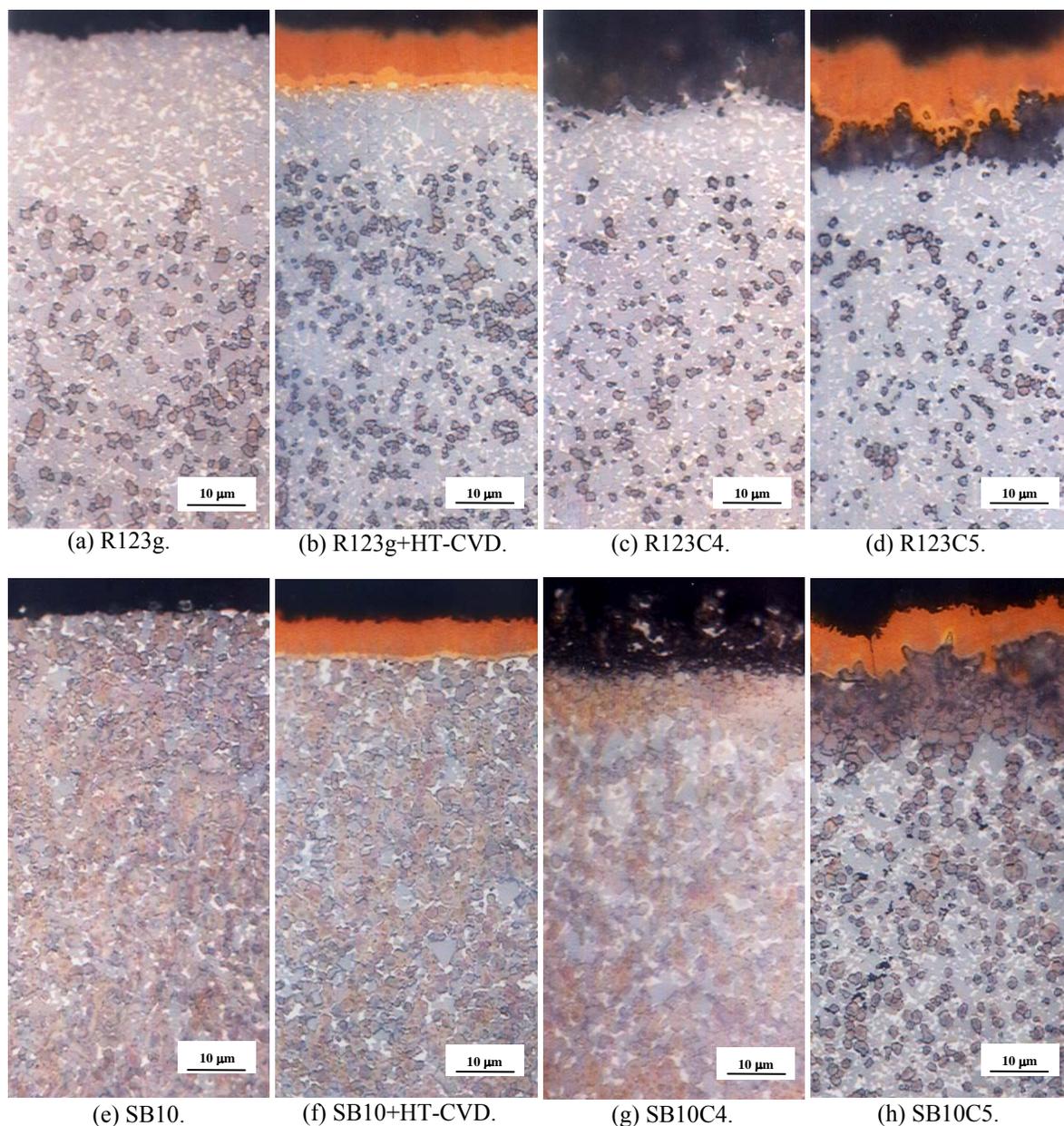


Figura 4.1 Fotomicrografías de las secciones transversales de las muestras pertenecientes a las series R123 y SB10. Tomadas a 1000x en un microscopio óptico Leitz.

La distribución de fases presente en esta muestra ha sido previamente estudiada y atribuida a la composición inicial de los polvos, rica en nitrógeno y a la presión de nitrógeno en la atmósfera del proceso de sinterización. Al sinterizar y alcanzar la densificación completa en condiciones de vacío, el gradiente de concentración de nitrógeno entre la atmósfera y el material inducen la descomposición de los carbonitruros, el nitrógeno difunde fuera del material y el Ti, Ta y Nb difunden a través del Co hacia el

centro de la muestra y forman carbonitruros, dejando la capa libre de fase fcc (como también se le ha nombrado a la zona WC-Co)^[27]. La proporción o fracción volumétrica de las fases depende de la formulación inicial y su distribución uniforme en el material base es propia de los procesos de sinterización por pulvimetalurgia, en la que los polvos se mezclan y muelen muy finamente. Los carbonitruros del tipo (Ti,Ta,Nb,W)(C,N) se forman por la alta afinidad que el Ti, Ta y Nb tienen con el N y con el C, por la alta miscibilidad que los carburos de Ta, Nb y W tienen entre ellos y por la alta solubilidad que el W tiene en TiC.

En la Figura 4.1(b) un recubrimiento de TiN-TiCN por CVD a alta temperatura se encuentra en la superficie de una muestra R123g. El TiCN aparece de color anaranjado y su espesor es de $\sim 7-8 \mu\text{m}$, y el TiN (amarillo) se muestra con un espesor de $\sim 1-2 \mu\text{m}$, sumando un total $8-10 \mu\text{m}$ de espesor del recubrimiento. Debe apreciarse que la capa libre de fase fcc en esta muestra es considerablemente más delgada que la de la muestra R123g. Debido a que las muestras se sinterizan en hornos industriales, es posible que las condiciones de sinterización hayan sido distintas para las dos muestras, ya fuera porque pertenecieran a distintos lotes o porque se encontraran en distintas posiciones dentro del horno de sinterizado. Es sabido que los procesos de difusión dependen fuertemente de la temperatura, por lo que un cambio en ésta podría afectar el espesor de la zona WC-Co, sabiendo que su formación es controlada por la difusión de Ti^[27]. La zona de WC-Co en esta muestra se extiende hasta $\sim 10-15 \mu\text{m}$ de profundidad.

En la Figura 4.1(c) se presenta la fotomicrografía de una muestra de tipo R123C4. La distribución de fases es similar a la R123g, pero tiene además una densa capa adicional sobre la zona WC-Co, de color oscuro y espesor irregular. Esta capa superficial será llamada C4 de ahora en adelante. En esta muestra los granos de fase fcc que se encuentran debajo de la zona WC-Co han disminuido en proporción, si se compara con la zona equivalente de la muestra R123g. El espesor de la capa C4 se encuentra entre los 5 y los $10 \mu\text{m}$ y el de la zona WC-Co, entre los 10 y los $15 \mu\text{m}$.

En los metales duros gradientes funcionales la formación de la fase fcc (en forma de carburos, nitruros o carbonitruros) en la capa C4 se debe a la afinidad del Ti, Ta y Nb al

carbono y al nitrógeno. En el primer ciclo de sinterización se forma la zona WC-Co (generando una muestra del tipo R123g) y en el segundo ciclo, se alcanza el punto eutéctico (Co+ fase FCC), donde el Co funde y el Ti, Ta, W y Nb se disuelven en él según las solubilidades de la Tabla 2.2, al sinterizar en una atmósfera de N₂/CO a 1400°C. J. García describió que, tras estar en solución, los elementos afines al nitrógeno se dirigen a la superficie a través de la fase enlazante líquida, y pueden precipitar en forma de (Ti,Ta,Nb)(C,N)^[6]. Esta compleja fase se forma porque todos los carburos y nitruros de estas fases tienen solubilidad completa entre sí a la temperatura de sinterizado (Figura 2.4 diagrama de fases). A su vez, el W tiene muy poca afinidad con el nitrógeno en las condiciones de sinterización utilizadas, por lo que éste difunde ahora en dirección al interior del material. Por otro lado, la alta actividad del carbono y la solubilidad de los nitruros y carburos cúbicos de Ti, Ta y Nb son la causa de que se genere carbonitruros de estos elementos, y no sólo nitruros. El WC tiene solubilidad limitada en TiC (50 at% a 1400°C), con lo que el tungsteno puede ser incorporado minoritariamente en la red del (Ti,Ta,Nb)(C,N) para formar (Ti,Ta,Nb,W)(C,N)^[6,7, 18]. La intercara capa C4/WC-Co está bien definida por la diferencia en la naturaleza de las fases que están de lado y lado, pero esta intercara no es plana, como consecuencia del carácter difusional que la genera, a diferencia, por ejemplo, de la intercara que se muestra en la figura 4.1(b), entre el recubrimiento y la misma zona WC-Co.

Debido a que la formulación inicial de estas aleaciones presenta TiN y (Ta,Nb)C, el proceso de sinterización reactiva fomenta la formación de los granos redondeados de carbonitruros cúbicos, que se observan en el seno del material para todas las muestras de la serie^[18, 27]. Ya que los átomos de los elementos formadores de la capa C4 provienen de los granos fcc en el seno del material, los granos de esta fase se muestran en menor medida en esta región de la probeta, comparando con la fracción volumétrica de esta fase en la zona del seno de la muestra R123g. Puede observarse en la fotomicrografía 4.1(C) que la capa C4 es irregular, presentando una variación significativa en su espesor. Esta irregularidad se traduce en una alta rugosidad y se cree que se debe al proceso de nucleación y crecimiento de esta capa en el Co fundido^[6].

En la fotomicrografía de la Figura 4.1(d) se presenta la microestructura de la muestra R123C5, que consiste en una muestra del tipo R123C4 con el mismo tipo de recubrimiento ya observado en la Figura 4.2(b). En este caso la irregularidad en la superficie del recubrimiento parece ser mayor que la de la muestra R123g recubierta. El espesor del recubrimiento varía en un rango de ~ 5 - $12 \mu\text{m}$ a lo ancho de la muestra y se encuentran valores de espesor en la capa C4 que van de ~ 1 a $10 \mu\text{m}$.

El bombardeo de la muestra (con una solución de agua + Al_2O_3), previo a la etapa de recubrimiento, elimina irregularidades acentuadas en la superficie de la muestra y genera una superficie más uniforme, dejando un espesor reducido en algunas partes de la capa C4. La delgada capa de TiN permite una mejor adhesión^[18] y luego el TiCN se adapta a la nueva topografía de la superficie de la muestra. De esta forma la muestra R123C5 presenta una superficie más plana que la R123C4 pero sigue siendo considerablemente rugosa, respecto a la R123g, con y sin recubrimiento.

4.1.2 Serie SB10 (para fresado)

A diferencia del metal duro R123g, la Figura 4.1(e) muestra una distribución uniforme de todas las fases a través del volumen de la muestra SB10, en vez de presentar una zona libre de fase fcc. Incluso se observa una fracción volumétrica mucho mayor de los granos de fase fcc. En este material se observan distintos tonos en el color de los granos circulares de fase fcc, correspondientes a la estructura “núcleo-borde” (core-rim) característica de los carburos cementados con bajo contenido de WC (ver figura 2.2). Los granos presentan tamaños similares a los observados en muestras anteriores.

La composición inicial de estas muestras no contiene nitrógeno (en forma de TiN), por lo que no se da un gradiente de concentración de nitrógeno para la formación de la zona libre de fase fcc al someterlo al ciclo 1 de sinterización y, como consecuencia, se obtiene una microestructura uniforme desde la superficie^[6]. En las muestras de la serie SB10 existe una alta cantidad de polvos de fase fcc en la composición inicial, por lo que hay más granos

de estas fases que en la serie R123. La estructura “núcleo-borde” de estos granos, que apenas se puede observar debido a los pequeños tamaños de grano (1-2 μm), se presenta porque la composición de estas muestras se asemeja a la de un cermet, aunque siga siendo un metal duro. La presencia de carburos cúbicos (TiC y $(\text{Ta},\text{Nb})\text{C}$) en la formulación inicial actúa como refinador de grano, por lo que se obtiene la distribución de tamaños observada^[1,7] y la falta de nitrógeno, a su vez, inhibe la precipitación del WC, que tiende a formar parte en la estructura “core-rim” que se observa en estos metales duros, a diferencia de la serie R123^[26].

Puede observarse en la Figura 4.1(g) que la capa C4 también se forma en la superficie de esta muestra en la presencia de una atmósfera reactiva por medio de un mecanismo equivalente al explicado para la formación de la misma capa en la muestra R123C4. Sin embargo, en el caso de la muestra SB10C4 la capa C4 tiene un mayor espesor (~10-20) debido a que la composición química de las aleaciones ha demostrado ser la limitante principal para la formación de capas de este tipo^[5]:

- Un mayor contenido de Co, que facilita la difusión y genera más sitios de nucleación y precipitación^[1, 27], lo que puede explicar un aumento de rugosidad.
- Un mayor contenido de elementos formadores de fase fcc, los cuales están en contacto directo con la superficie (no existe una barrera de distancia como la de WC-Co típica de los procesos de difusión)^[5,27]. Además el Ti, Ta y Nb están en forma de carburos, no de nitruros, incrementando la actividad del carbono y, por ende, la solubilidad de estos elementos en el Co, fomentando una mayor densidad de difusión^[6, 10, 26].

La figura 4.1(h) muestra cómo el amplio espesor de la capa C4 permite ser recubierta y aun así abarcar espesores siempre mayores a ~7 μm . Sin embargo, las irregularidades superficiales parecen ser de mayor magnitud, lo que afecta directamente en la uniformidad de la superficie del recubrimiento incluso en mayor medida que en la

muestra R123C5. Por otro lado, estas irregularidades podrían contribuir a una mejor adhesión del recubrimiento, generando sitios de anclaje mecánico mejores que los de una muestra SB10.

4.2 Microscopía Electrónica de Barrido

Para determinar las características químicas de las fases presentes en las muestras más representativas, se llevó a cabo un estudio por Dispersión de Energía de rayos X (EDX) en el microscopio electrónico de barrido.

4.2.1 Espectros por región

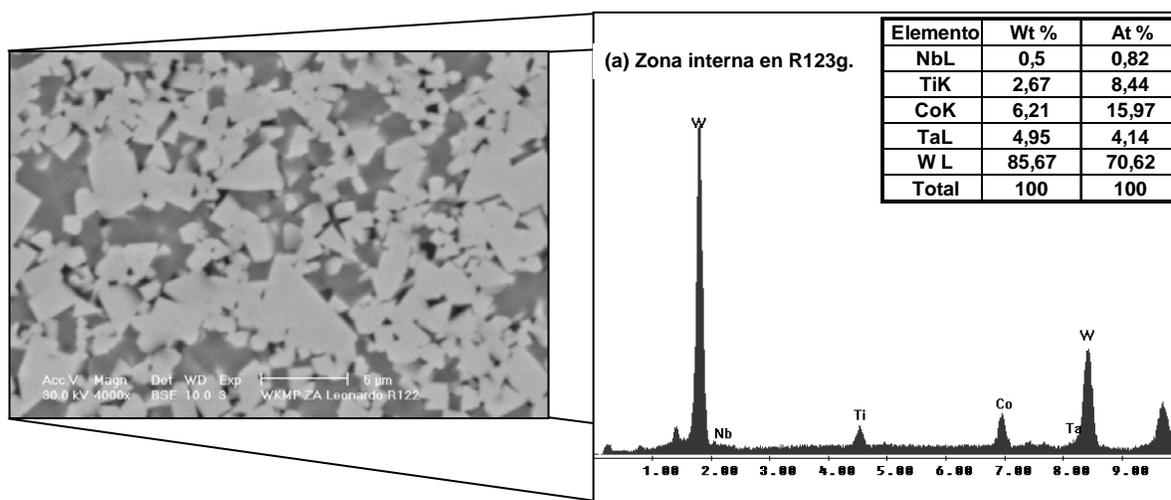


Figura 4.2 Análisis químico elemental cualitativo en el seno del metal duro gradiente R123g. Fotomicrografía tomada a 4000x por MEB en modo de electrones retrodispersados. Análisis químico elemental por EDX

En la Figura 4.2 se presenta la fotomicrografía de un detalle tomado en cuerpo de una muestra R123g, junto a su espectro de EDX y porcentajes en peso y atómicos de los elementos que la contienen. No se presentan valores de carbono ni de nitrógeno porque son elementos muy livianos para ser cuantificados fidedignamente por esta técnica.

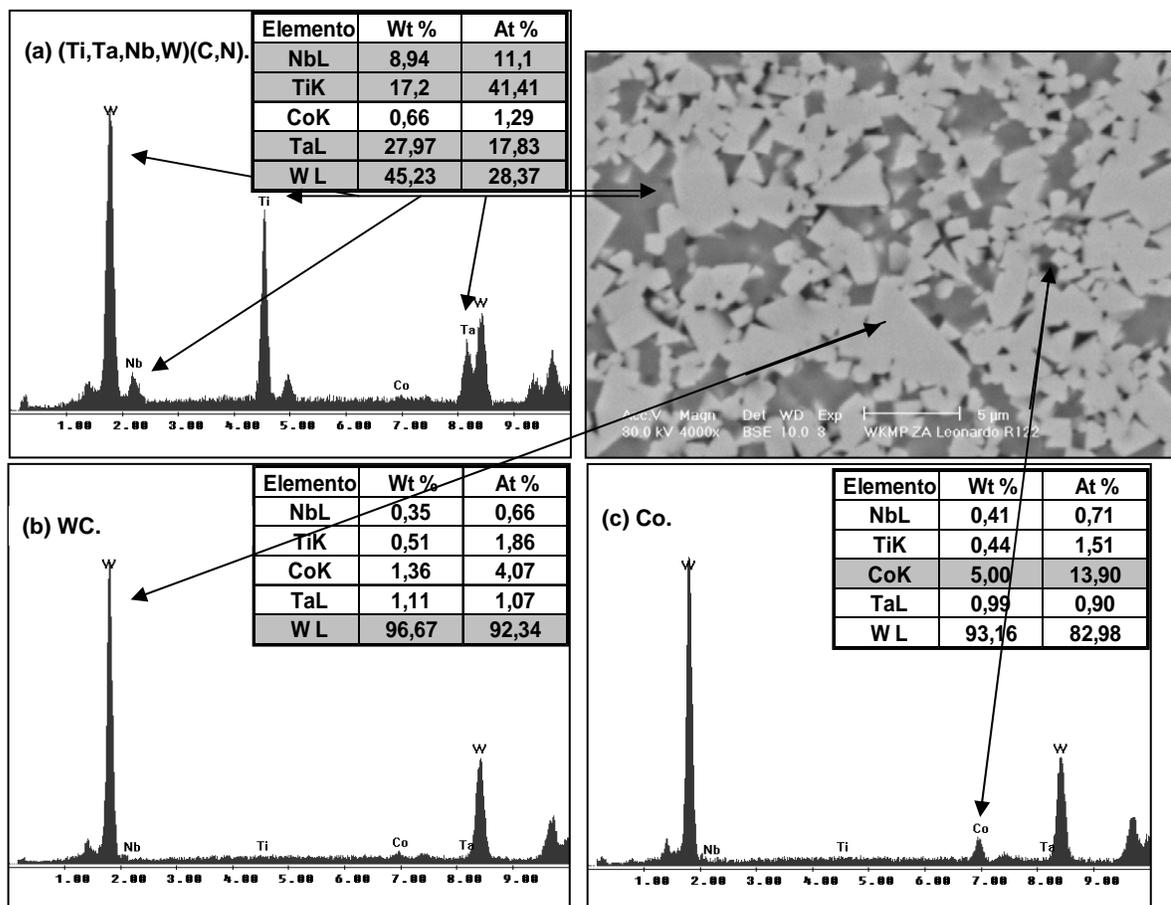


Figura 4.3 Composición química de las fases presentes en los metales duros estudiados. Fotomicrografía tomada a 4000x por MEB en modo de electrones retrodispersados. Análisis químico elemental por EDX.

La Figura 4.3(b) presenta el análisis químico de un grano de WC, donde se muestra la presencia mayoritaria de W, con trazas de los otros elementos. La resolución de esta técnica (EDX) es de $\sim 5 \mu\text{m}^2$, por lo que es muy probable que la presencia de elementos distintos al W en este análisis se deba a granos de fase fcc y Co adyacentes al grano en cuestión, ya que se observa que el tamaño de grano está en el orden de los $5 \mu\text{m}$. Por otro lado, puede existir una mínima cantidad de estos elementos disueltos en la matriz de WC, aunque su solubilidad en WC es muy baja^[7]. Este análisis sirve de apoyo para establecer que los granos angulados son de WC. A pesar de ser afectado también por la resolución del equipo, el grano oscuro correspondiente al espectro de la Figura 4.3(a) presenta altos contenidos de Ti, Ta, Nb y W, mostrando que consiste en una fase fcc compleja, como ya ha sido explicado que es característico de estos materiales. Por último se observa que la partícula negra de la Figura 4.3(c) muestra un aumento de casi un 500% en el contenido de

Co, respecto al registrado por las otras dos fases investigadas. Si bien el valor sigue siendo relativamente bajo (~ 14 at%), también debe tomarse en cuenta que la partícula es considerablemente pequeña, por lo que este valor puede estar fuertemente influenciado por los granos de WC a sus alrededores, provocando un registro tan alto para el W.

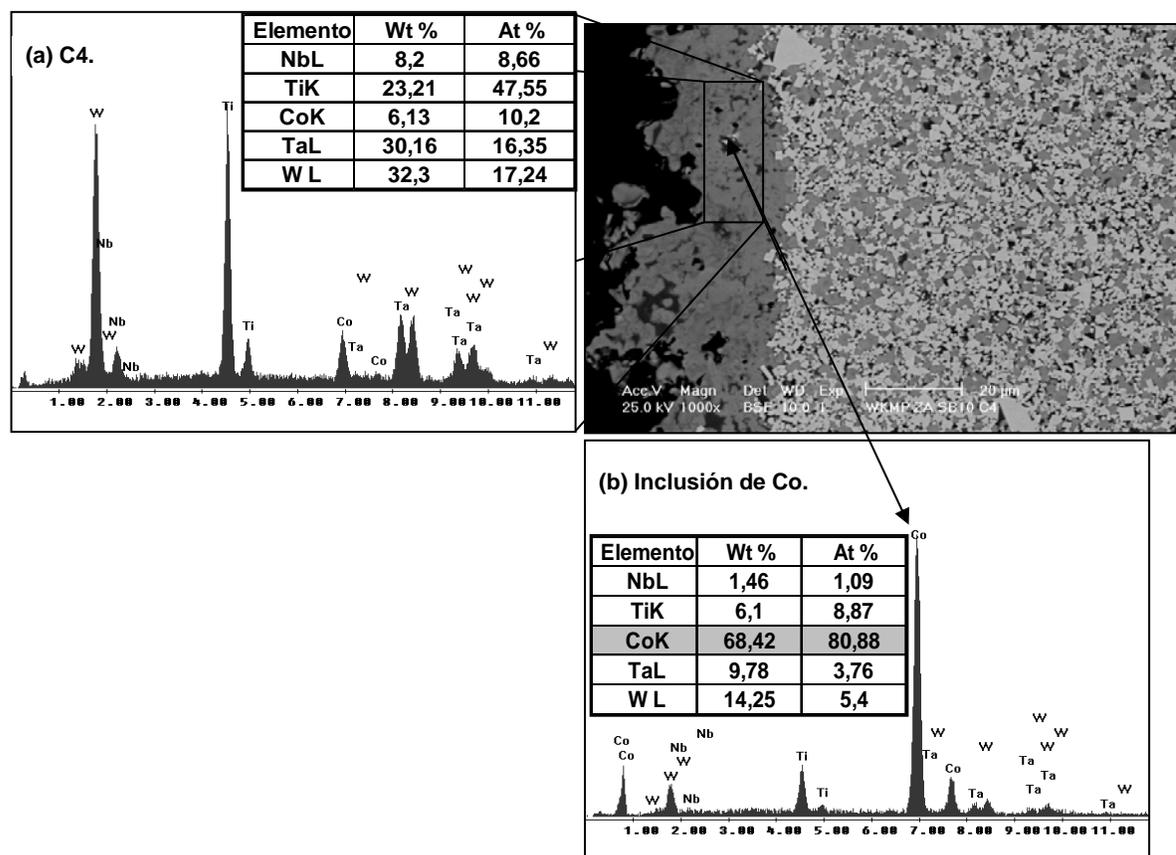


Figura 4.4 Características químicas de la capa C4 en los metales duros gradientes funcionales. Fotomicrografía tomada a 1000x por MEB en modo de electrones retrodispersados. Análisis químico elemental por EDX.

La muestra gradiente funcional del grupo de muestras para fresado, SB10C4, fue la que presentó una capa C4 con mayor espesor, donde se pueden detallar mejor las características que la conforman. Así como en la fotomicrografía por MO (Figura 4.1(g)) revela la microestructura de esta muestra, la fotomicrografía tomada por MEB lo hace en la Figura 4.4. La primera característica que se observa, como se dijo anteriormente, es la alta irregularidad (rugosidad) que se da en la superficie de la muestra, producto del proceso de formación de la capa C4. En la Figura 4.4 además puede observarse la presencia de

manchas de color negro en la capa C4 que parecieran ser inclusiones (así como el cobalto aparece de color negro en el seno del material). La composición de la capa C4 (Figura 4.4(a)) indica la presencia de contenidos relativamente altos de todos los elementos de la formulación inicial, siendo el titanio su principal constituyente. De esta forma se sustenta la descripción de la capa C4 hecha en la sección 4.1. Sin embargo también aparece un valor representativo de Co en la capa, por lo que al hacer un análisis puntual sobre una de las partículas negras (Figura 4.4(b)) se demuestra que éstas son inclusiones de cobalto. Debido a que la formación de los núcleos de fase fcc se da en la fase líquida de Co, inclusiones de esta fase quedan en el volumen de la capa C4 al solidificar al final del proceso de sinterización.

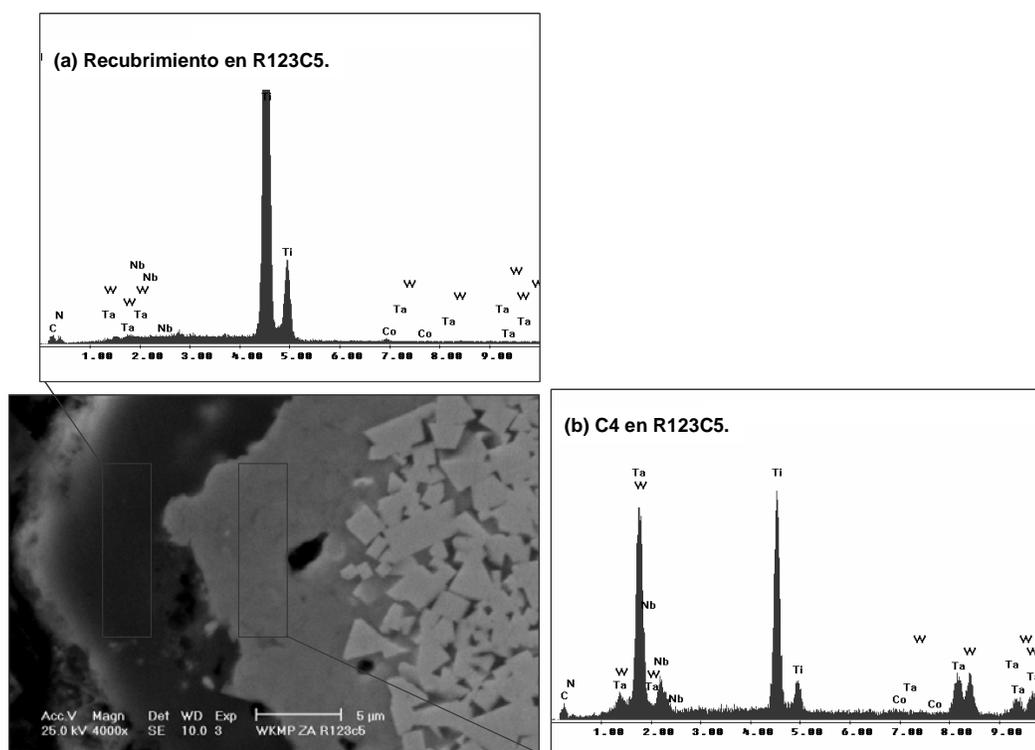


Figura 4.5 Composición química de las capas duras en la muestra R123C5. Fotomicrografía tomada a 4000x por MEB en modo de electrones secundarios. Análisis químico elemental por EDX.

En la fotomicrografía de la Figura 4.5 se observan las tres primeras capas (desde la superficie) presentes en el gradiente funcional recubierto de la serie R123. La capa más externa, como su espectro composicional muestra en la parte (a) de la figura, representa el

recubrimiento de TiCN. La Figura 4.5(b) muestra cómo la capa C4 presenta una transición de composición entre el recubrimiento y la zona WC-Co, característica en materiales de esta serie. El recubrimiento está compuesto sólo por TiCN, mientras que en la capa C4 sigue existiendo una cantidad importante de Ti, a la vez que se incrementa el contenido de los demás elementos presentes en el resto del metal duro, evitando así un salto brusco en la distribución de elementos hacia el centro del material, lo que incrementaría la adhesión del recubrimiento, debido a las similitudes químicas entre el recubrimiento y la capa C4^[18]. Como la capa C4 está compuesta mayoritariamente de una fase generada difusionalmente, la intercara entre ésta y la zona WC-Co no está tan bien definida como lo está la intercara entre el recubrimiento y el sustrato (ver también Figuras 4.1(b)-(c)). Esta configuración podría resultar en una mejora del comportamiento del inserto en condiciones de corte, debido a que el recubrimiento está adherido a una fase con características microestructurales similares (ambas tienen estructura fcc y composiciones similares) que a su vez es parte del sustrato, en lugar de estar sobre una superficie completamente disímil de WC-Co^[18]. En este sentido es probable que los esfuerzos residuales que entre el recubrimiento y el sustrato están generados por diferencias en la velocidad de contracción (característicos de recubrimientos por CVD a altas temperaturas) estén mejor distribuidos en herramientas de corte con esta configuración difusional^[24-25].

La Figura 4.6 muestra que la zona inmediata a la capa C4 está compuesta únicamente por granos de WC rodeados por la fase enlazante de Co, tal y como ocurre en las composiciones comerciales de esta serie (muestra R123g), manteniendo así la función tenaz de esta zona en el metal duro.

En la Figura 4.7 se presenta el espectro químico en el cuerpo de la muestra R123C5, en el cual aparecen los valores químicos del Ti, Ta y Nb correspondientes a los granos fcc que se presentan después de la zona WC-Co. Comparando los picos correspondientes al Co en los espectros de las figuras 4.6(a) y 4.7(a), se observa, como se aproximó en la sección 4.1.1, un incremento en la zona WC-Co, respecto al cuerpo del material. Las composiciones químicas de las zonas explicadas en la sección 4.1.1 constatan que la única diferencia significativa entre los gradientes y los gradientes funcionales de las composiciones para

torneado es la aparición de la capa C4 en la superficie de los últimos a partir del consumo de Ti, Ta y Nb del cuerpo del material cercano a las zonas superficiales.

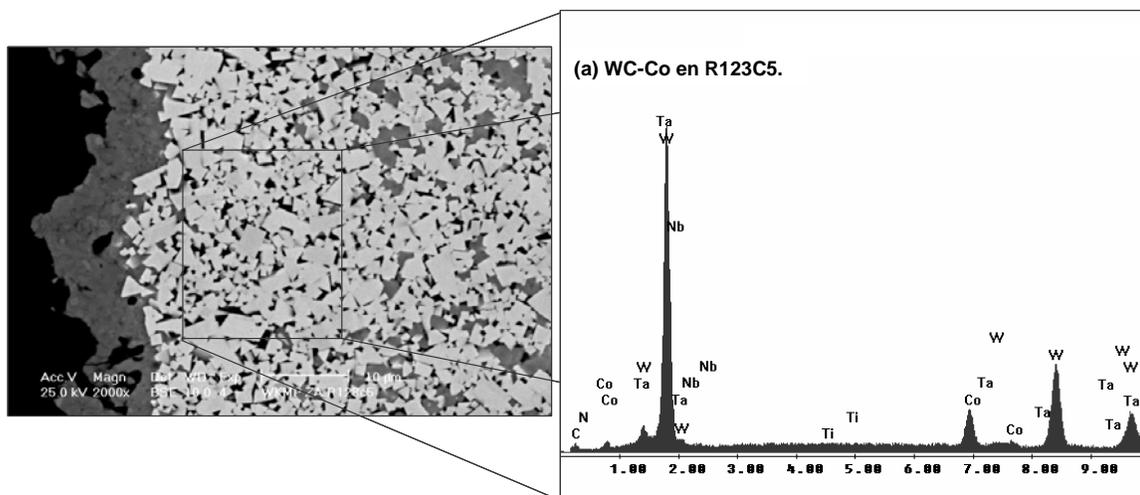


Figura 4.6 Composición química en la zona WC-Co de la muestra R123C5. Fotomicrografía tomada a 2000x por MEB en modo de electrones retrodispersados. Análisis químico elemental por EDX.

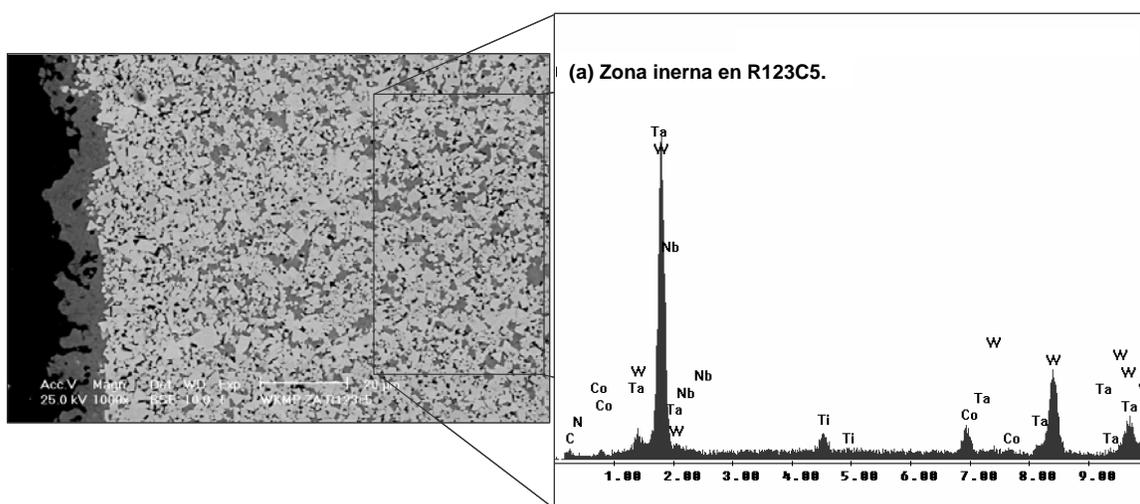


Figura 4.7 Composición química en el seno de la muestra R123C5. Fotomicrografía tomada a 1000x por MEB en modo de electrones retrodispersados. Análisis químico elemental por EDX.

Algo equivalente ocurre en los metales duros gradientes funcionales recubiertos de las series para fresado. Como ejemplo, en la Figura 4.8 se presenta la fotomicrografía de la sección transversal de la muestra SB10C5, junto a los análisis químicos de las distintas zonas que conforman la muestra, desde de la superficie hacia la microestructura alcanzada

en el cuerpo de la muestra. Al igual que en la muestra R123C5, la parte (a) de la figura muestra la composición del recubrimiento de TiCN; la parte (b) muestra la composición de la capa C4 (entre el recubrimiento y el centro de la muestra), con altos contenidos de Ti, pero también con contribuciones de los demás elementos; sin embargo, ya en la parte (c) se observa la composición correspondiente a la microestructura que se alcanza en el resto del material, disminuyendo en cierto grado los contenidos de elementos formadores de fase fcc e incrementándose el Co y el W. A diferencia de las muestras de materiales para torneado, los insertos convencionales destinados a fresado no presentan una capa libre de carbonitruros (o zona WC-Co) antes de alcanzar la composición del seno del material. Por otro lado, también se puede observar que la alta rugosidad de la capa C4 en este tipo de materiales (ver también las Figuras 4.1(g)-(h) y 4.4) genera mejores topografías de anclaje para el recubrimiento, aunque eso también signifique aumentar la rugosidad del mismo. En la capa C4, como se puede ver en la parte superior de la Figura 4.8, se halla un grano de WC como producto de la falta de difusión del W del mismo hacia el seno del material. Sin embargo, esta clase de inclusiones se da esporádicamente y no es representativa de las características de la capa C4. Por último, si se comparan los espectros del interior del material en las 2 muestras gradientes funcionales (R123C5 y SB10C5), se encuentra que los picos correspondientes a los elementos formadores de fase fcc, especialmente los de Ti, son más fuertes en la muestra para fresado. Este resultado es congruente con el análisis visual de la microestructura previamente realizado y es simplemente una consecuencia directa de la presencia de mayor cantidad de estos elementos en la composición inicial de las composiciones para fresado que en aquellos para torneado.

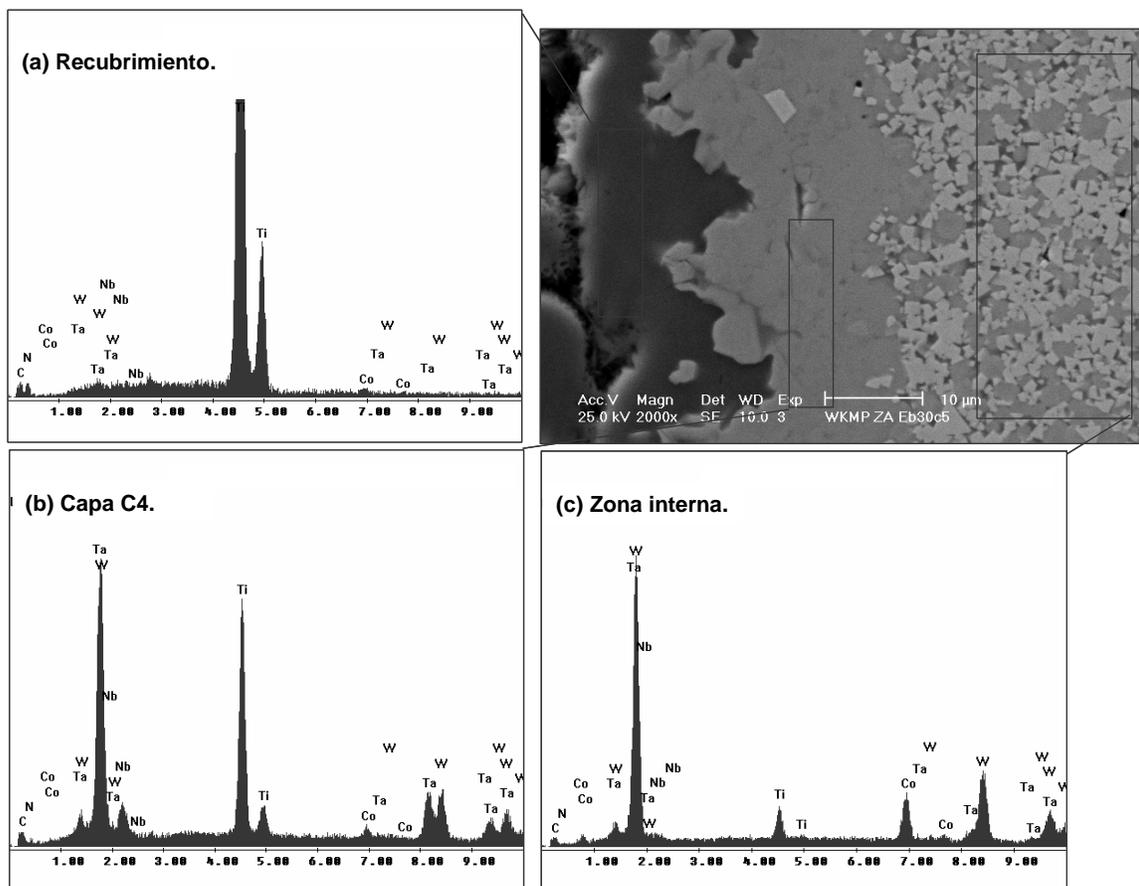


Figura 4.8 Composición química de las distintas zonas en la muestra SB10C5. Fotomicrografía tomada a 2000x por MEB en modo de electrones secundarios. Análisis químico elemental por EDX.

4.2.2 Distribución lineal de composición

En las Figuras 4.9-4.16 se observan las distribuciones lineales de composición de todas las muestras pertenecientes a las series R123 y SB10, mostrando la intensidad de cada elemento captada por el equipo, normalizada por la intensidad total registrada en una posición determinada, a lo que se ha denominado Intensidad relativa.

4.2.2.1 Serie R123

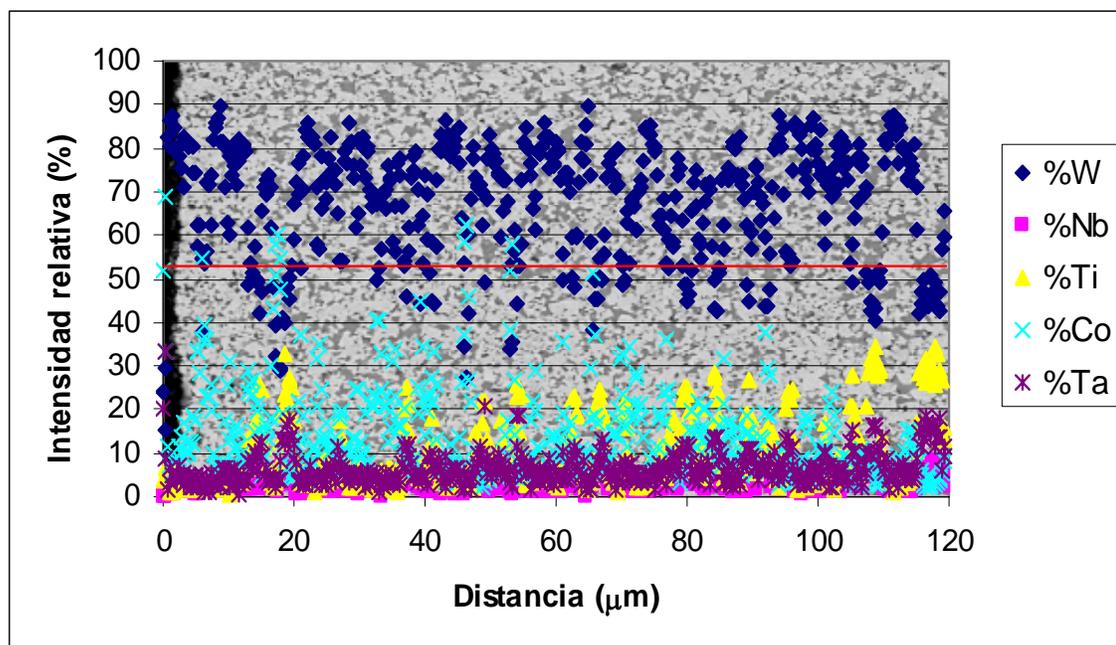


Figura 4.9 Distribución elemental a través de la sección transversal de la muestra R123g. Fotomicrografía tomada a 1000x por MEB en modo de electrones retrodispersados. Análisis químico elemental por EDX.

En la Figura 4.9 se observa un comportamiento disperso de las líneas que representan la composición de cada elemento, producto de la distribución granulométrica que presenta este tipo de muestras, la naturaleza del método de medición en línea por EDX y la resolución del mismo. Como existen granos de composiciones muy distintas dispuestos de forma aleatoria en la microestructura, cada línea sube o baja abruptamente, dependiendo de si encuentra un grano rico o pobre del elemento registrado. Es decir, si la línea cruza un grano de WC, el W sube muy rápidamente y los demás elementos bajan en la misma proporción, pero si el grano siguiente es de fase fcc, inmediatamente el registro de W baja y el Ti, Ta y Nb suben por encima de la media; lo mismo pasa al encontrar la fase de cobalto. Esta tendencia se mantiene en toda la composición de la muestra R123g. Sin embargo se observa que en los primeros 10 μm de profundidad se registra este comportamiento sólo para el W y el Co, mientras que el Ti, Ta y Nb permanecen por debajo del 5%, y a partir de este punto se incorporan estos últimos elementos al comportamiento altamente variable. De esta manera se vuelve a identificar la capa WC-Co.

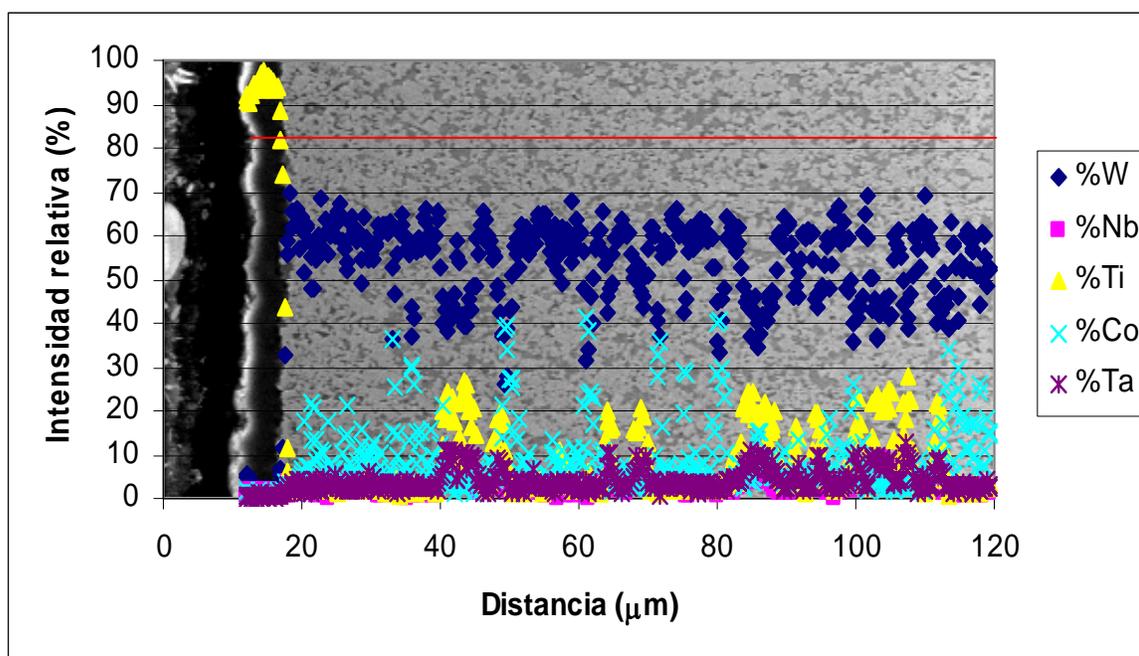


Figura 4.10 Distribución elemental a través de la sección transversal de la muestra R123g recubierta. Fotomicrografía tomada a 1000x por MEB en modo de electrones retrodispersados. Análisis químico elemental por EDX.

Por otro lado, la Figura 4.10 muestra más gráficamente que el análisis por zona de la sección 4.2.1 el cambio bien definido en la naturaleza química del recubrimiento, respecto del sustrato en la muestra R123g recubierta. En este sentido, puede definirse muy bien que la primera capa es meramente de un compuesto de titanio (el TiCN y TiN del recubrimiento), luego se encuentra la zona WC-Co y seguido está el comportamiento de cambios cíclicamente abruptos que se observó en la zona interna de la muestra sin recubrir.

En el caso de la Figura 4.11, correspondiente a la muestra con características continuas de la serie R123, se da una situación similar a la anterior, pero con una diferencia importante. En esta muestra la primera capa que define la línea de composición muestra una variación continua y suave de todos los elementos, a excepción del cobalto. Específicamente, se ve como el Ti, Ta y, en menor medida, el Nb decrecen en intensidad desde la zona más externa de la capa C4 hasta la intercara con la zona WC-Co, a la vez que la intensidad de W crece continuamente. La capa C4 evaluada tiene $\sim 10 \mu\text{m}$ de espesor y es necesario recordar que la resolución de este tipo de análisis es $\sim 5 \mu\text{m}^2$, por lo que no es

posible identificar si el crecimiento o decrecimiento continuo registrado por cada elemento se debe a que el registro de la línea está afectado por las zonas adyacentes a la capa o ciertamente registra con veracidad la composición en la línea. Suponiendo que la influencia de las zonas adyacentes no es representativa, en los análisis anteriores se conocía de la presencia de todos estos elementos en la capa C4, mas no era posible apreciar si tienen un comportamiento estático, creciente o decreciente, dependiendo del elemento. Por otro lado, investigaciones anteriores, empleando métodos con mejor resolución lateral, como el de espectrometría óptica de emisión por descarga incandescente (GDOS), han demostrado que este tipo de capas ciertamente muestra gradientes composicionales^[26, 53]. Es por ello que los análisis de línea son importantes para este tipo de muestras. En este sentido, el contenido de W aumenta gradualmente a través de toda la capa C4 y al llegar a la intercara con la zona WC-Co el incremento es mucho más acelerado, pues pasa de estar en solución sólida de una fase fcc a ser el componente principal (único, si no se toma en cuenta el carbono) de la fase WC. Algo equivalente ocurre con el Ti, Ta y Nb, que disminuyen progresivamente hasta la intercara C4/WC-Co, donde caen abruptamente, pues pasan de ser componentes principales de la fase fcc en la capa C4 a ser elementos minoritarios de la solución sólida de Co.

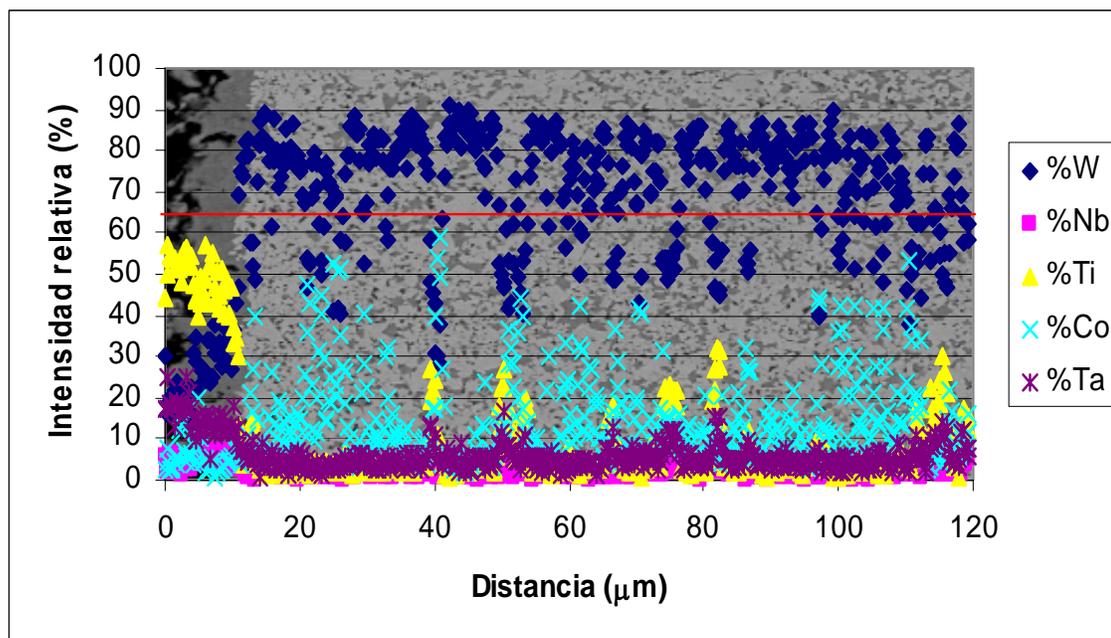


Figura 4.11 Distribución elemental a través de la sección transversal de la muestra R123C4. Fotomicrografía tomada a 1000x por MEB en modo de electrones retrodispersados. Análisis químico elemental por EDX.

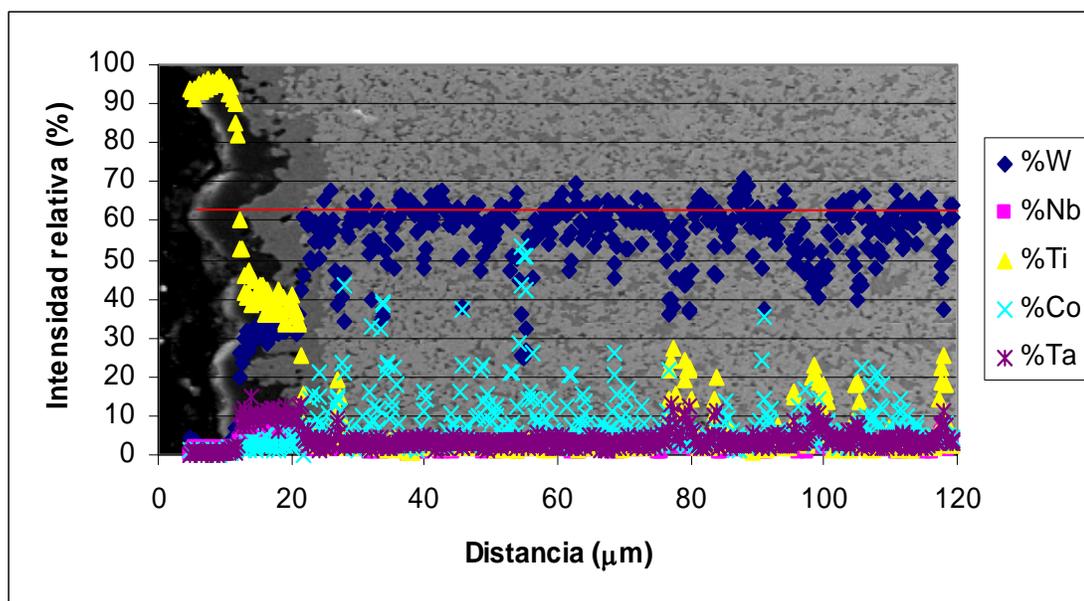


Figura 4.12 Distribución elemental a través de la sección transversal de la muestra R123C5. Fotomicrografía tomada a 1000x por MEB en modo de electrones secundarios. Análisis químico elemental por EDX.

Al recubrir el metal duro con características continuas de la serie R123 se obtiene la distribución de elementos que se observa en la Figura 4.12. Como fue explicado con anterioridad, es claro que en esta muestra se atenúa la transición en el contenido de Ti, gracias a la presencia de una fase intermedia entre el recubrimiento de TiCN-TiN y la zona WC-Co del sustrato, i.e., la capa C4.

4.2.2.2 Serie SB10

En la Figura 4.13 se observa nuevamente el comportamiento de cambios cíclicos abruptos que siguen todos los elementos en la muestra SB10. En esta figura (respecto a la Figura 4.9), el contenido de W no es tan alto y el de Ti es mayor, a pesar de seguir siendo menor en relación a la media del de W. Además, el Ti, Ta y Nb presentan el mismo comportamiento en el perfil a lo largo de toda la medición. Se ha comentado ya que en la serie SB10, las muestras se caracterizan por tener mayor contenido de fase fcc y no presentar una zona WC-Co cercana a la superficie.

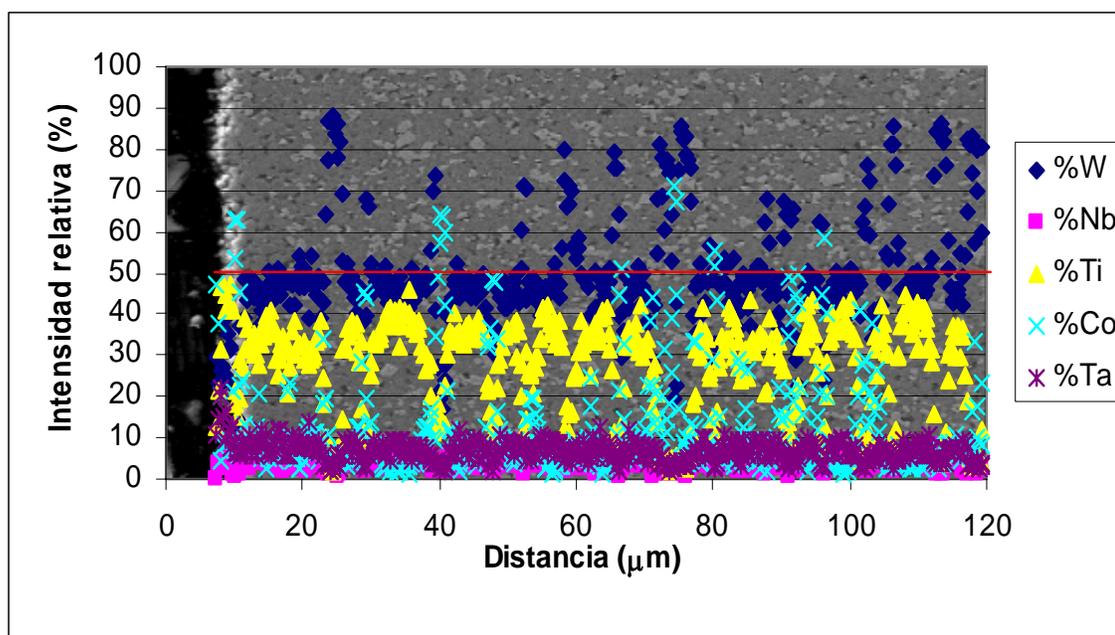


Figura 4.13 Distribución elemental a través de la sección transversal de la muestra SB10. Fotomicrografía tomada a 1000x por MEB en modo de electrones retrodispersados. Análisis químico elemental por EDX.

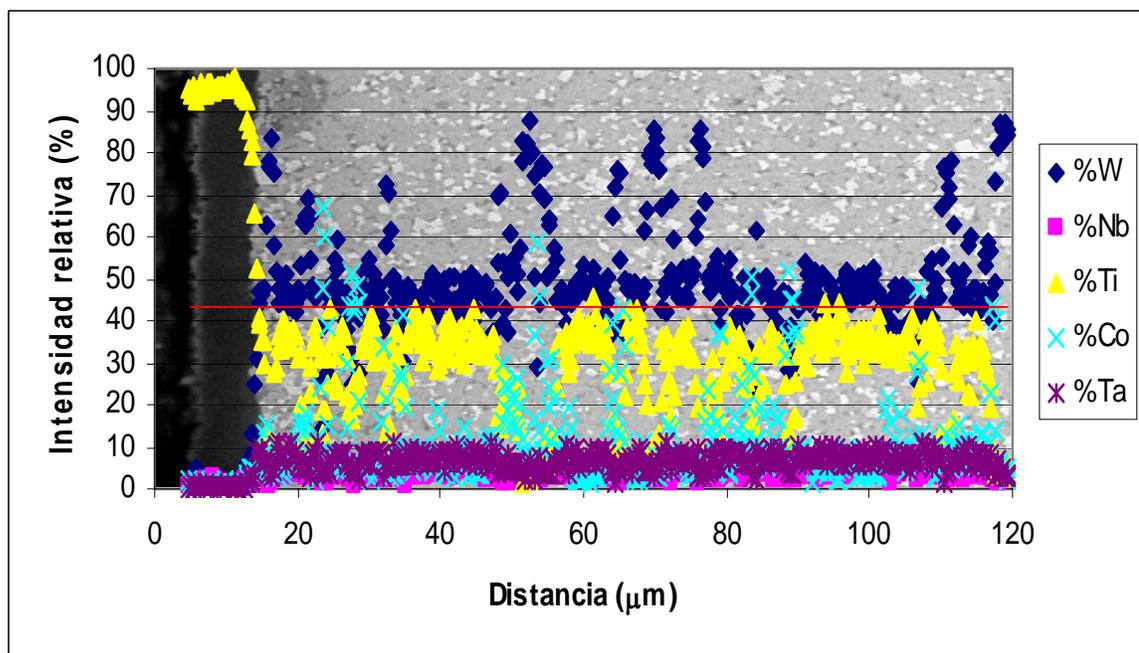


Figura 4.14 Distribución elemental a través de la sección transversal de la muestra SB10 recubierta. Fotomicrografía tomada a 1000x por MEB en modo de electrones retrodispersados. Análisis químico elemental por EDX.

En la Figura 4.14 se observa nuevamente la caída abrupta entre el contenido de Ti en el recubrimiento y en el sustrato, con la diferencia de que el nivel alcanzado justo después de la intercara es distinto de cero, si se compara con la muestra R123 recubierta en la Figura 4.10.

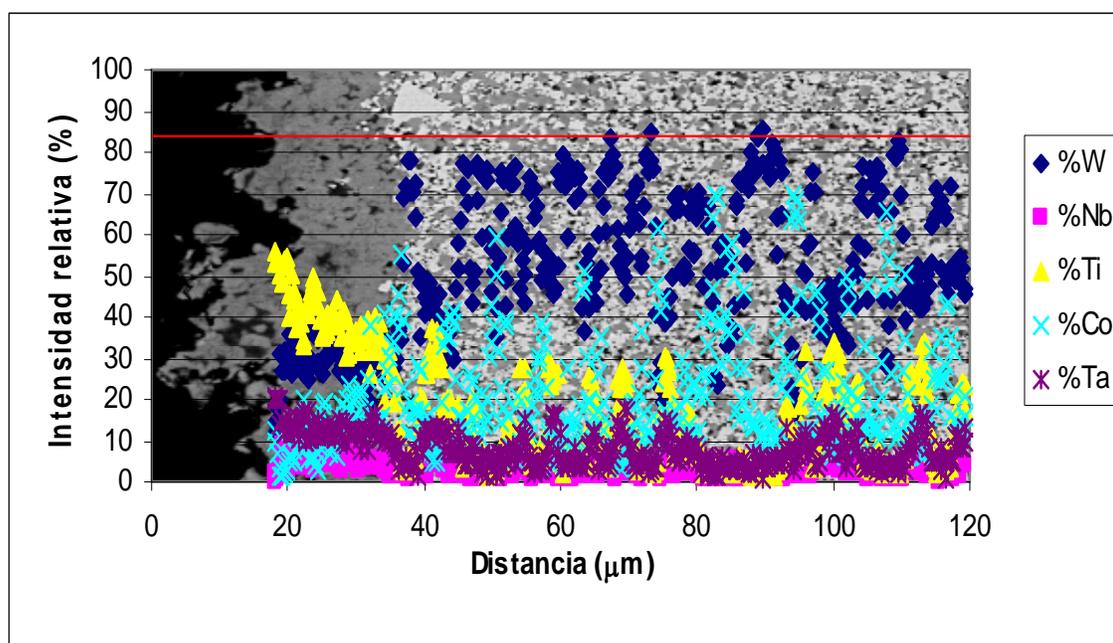


Figura 4.15 Distribución elemental a través de la sección transversal de la muestra SB10C4. Fotomicrografía tomada a 1000x por MEB en modo de electrones retrodispersados. Análisis químico elemental por EDX.

La capa C4 de la muestra SB10C4, observada en la Figura 4.15, presenta un perfil similar al de la capa C4 de la muestra R123C4, con la diferencia de que en este caso el espesor de la capa es de $\sim 20 \mu\text{m}$. De esta forma se corrobora que la distribución de elementos en esta zona es efectivamente gradual y la resolución del equipo no afecta la medición de esta muestra, como posiblemente sí afecta la de la muestra R123C4. Se observa también en esta figura que los valores medios de composición en el seno del material, después de la capa C4, varían respecto a aquéllos presentes en la muestra sin características continuas. Esta variación se aprecia especialmente en el W y el Ti: el primero incrementa su valor medio de $\sim 50\%$ a $\sim 60\%$ y el segundo disminuye su frecuente aparición de picos a $\sim 35\%$ hasta picos menos frecuentes de $\sim 30\%$.

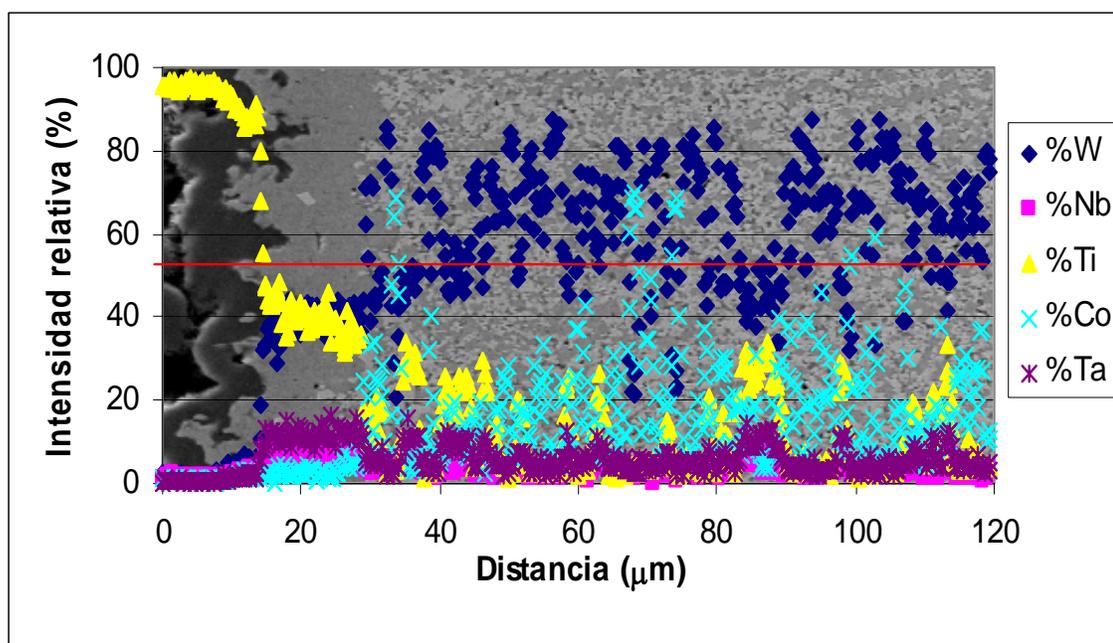


Figura 4.16 Distribución elemental a través de la sección transversal de la muestra SB10C5. Fotomicrografía tomada a 1000x por MEB en modo de electrones secundarios. Análisis químico elemental por EDX.

Por último, se observa una vez más en la Figura 4.16 la transición en el contenido de Ti. Comienza como valores de sólo carbonitruro nitruro de titanio en el recubrimiento, pasando por valores intermedios de Ti en la fase fcc de la capa C4 (junto a la presencia de los demás elementos de esta fase), lo cuales disminuyen paulatinamente dentro de la misma capa, y finalmente llegan a valores que varían desde muy bajos (en los granos de WC y Co) y similares a los de la capa C4 (en los granos de fase fcc en el seno del material).

Si se compara esta técnica de análisis de composición en línea con otras como la Espectroscopia Óptica de de Misión por Descarga Incandescente (GDOS), se observa que no es la más apropiada para determinar cuantitativamente el comportamiento elemental a través de la profundidad de la muestra en las zonas heterogéneas con granos de distinta naturaleza, debido a su baja resolución lateral; sin embargo, permite ver la tendencia constitucional en la capa C4, homogénea en la microestructura^[26, 53-54].

4.2.3 Mapas de elementos

Como un complemento más gráfico de la distribución elemental en las muestras estudiadas, en el Apéndice A se presentan los mapas elementales de las 4 muestras recubiertas, mostrando por separado la distribución de cada elemento (representado por un color cada uno) en el material de cada muestra. Hay que recordar que debido a la resolución del equipo la definición de cada figura no es muy buena, más sí lo suficiente para mostrar la verdadera distribución. Además, también debido a la resolución, se observan algunos puntos (que indican la presencia del elemento) donde no deben ir. Por ello es que, por ejemplo, en todas estas figuras se observa Ta y Nb en donde se encontraría el recubrimiento de TiCN, sin embargo éstos son muy débiles para influir en el análisis cualitativo.

Como un buen ejemplo de la ayuda que ofrecen estos análisis, en la Figura 4.17 está encerrado en círculos el mismo grano de fase fcc en los cuadros correspondientes a los elementos Ti, Ta, Nb y W, así como en la fotomicrografía. La forma e intensidad definida por los distintos elementos indican que dicho grano presenta altos contenidos de Ti, Ta y Nb y menor contenido de W respecto a los granos de WC que lo rodean.

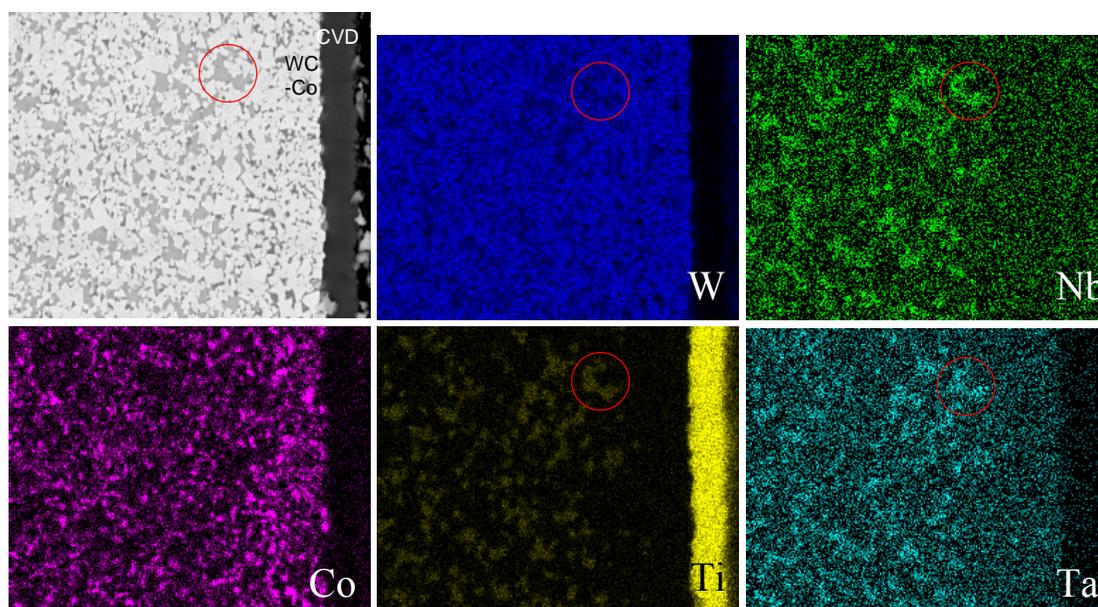


Figura 4.17 Mapa de elementos de la muestra R123g recubierta. Fotomicrografía a 2000x por MEB en modo de electrones secundarios. Análisis químico elemental por EDX.

4.3 Difracción de rayos X por radiación sincrotrón

4.3.1 Análisis de fases

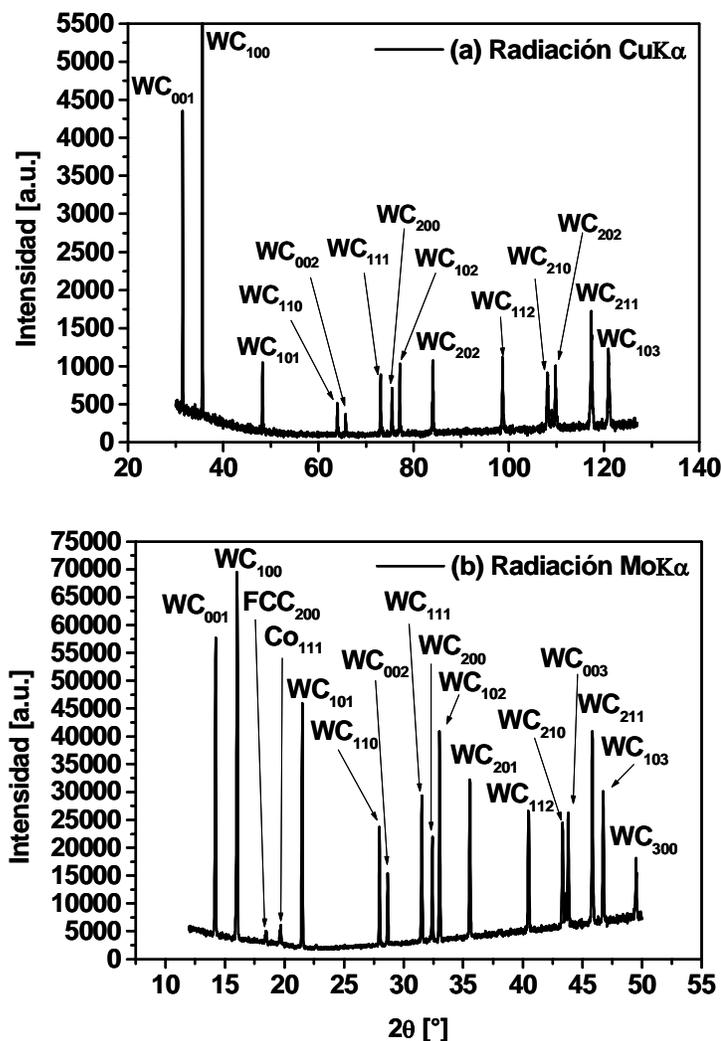


Figura 4.18 Difractogramas de la muestra R123g obtenidos a partir de radiaciones de distinta energía: (a) $E = 8,05$ keV, radiación $\text{CuK}\alpha$, $\psi=0^\circ$, (b) $E = 17,5$ keV, radiación $\text{MoK}\alpha$, $\psi=0^\circ$.

La muestra R123g muestra sólo picos bien definidos de la fase WC en la zona cercana a la superficie, al utilizar rayos de 8,05 keV (radiación $\text{CuK}\alpha$) (Figura 4.18(a)). Debido a que existe muy poco Co en la muestra y el WC presenta una absorción tan alta

respecto a la del Co, la única fase reflejada por este método en la capa WC-Co es la de WC. Es también probable que reflexiones del $\text{Co}^{\text{FCC}[1]}$ como la Co_{220} ó Co_{400} se encuentren solapadas por las reflexiones WC_{200} y WC_{103} , respectivamente, debido a que se dan en valores de 2θ (ver Apéndice B) muy similares y se mostrarían más débiles en intensidad por su reducida presencia en la composición del material. Al utilizar energías más altas (de 17,5 keV) ya aparecen reflexiones de Co^{FCC} (Figura 4.18(b)). Con una energía de rayo alta, la penetración aumenta (ver aproximación de profundidades de penetración en Apéndice C) y la intensidad de Co reportada es suficiente para generar un débil pico de la reflexión Co_{111} en esta zona.

En cuanto a la muestra R123C4, al emplear una baja energía de rayo 6,93 keV (comparable con una radiación $\text{CoK}\alpha$) y un ángulo ψ de 60° (para obtener incluso menor penetración) se obtuvo sólo el espectro originado por la fase fcc (Figura 4.19(a)). Debido a que la capa C4 está compuesta por un carbonitruro complejo (Ti,Ta,Nb,W)(C,N) no estandarizado, con contenido mayoritario de titanio, se toma como referencia los valores del TiCN para su comparación. Ya que el Ta y Nb forman también carbonitruros cúbicos y presentan solubilidad completa entre sí, las reflexiones del espectro arrojado por la capa C4 se corresponden con las de un carbonitruro fcc con propiedades de refracción similares al TiCN (ver tabla en Apéndice B)^[10]. Al emplear una energía mayor (8,05 keV) los fotones atraviesan la capa fcc externa (ver Apéndice C) y aparecen picos definidos de la fase WC (Figura 4.19(b)). Además, en este caso las reflexiones WC_{100} , WC_{210} y WC_{103} podrían encontrarse solapadas con las reflexiones FCC_{111} , FCC_{420} y FCC_{422} , respectivamente. El análisis de fases empleando una energía incluso mayor (17,5 keV) muestra ya el pico correspondiente a la reflexión Co_{111} (Figura 4.19(c)), además de mayores intensidades de las reflexiones de las fases fcc y WC. Al aumentar la profundidad de penetración, la información reflejada indica el cambio en la fracción volumétrica de las fases, yendo de la capa C4 en la superficie hasta la zona WC-Co posterior. Lamentablemente, la línea G3 del sincrotrón en Hamburgo no posee un sistema de selección del volumen mediante aperturas colocadas en el rayo incidente y el rayo difractado, que permita definir las reflexiones obtenidas en un pequeño volumen aislado a la profundidad máxima de penetración, lo cual

ayudaría a saber con mayor exactitud la profundidad máxima a la cual el rayo está penetrando.

La Figura 4.20(a) muestra reflexiones correspondientes a los espectros de fase fcc, WC y Co, obtenidos en la muestra SB10 al emplear una energía de 8,05 keV (correspondiente a una radiación Cu-K α). Las intensidades de las reflexiones de Co son mayores a las obtenidas en las muestras anteriores, lo que se debe a la presencia constante de esta fase desde la superficie y a su mayor contenido en la composición de esta muestra. Al utilizar una energía de 17,5 keV, la intensidad de los picos de Co disminuye respecto a la de los de WC y fase fcc (Figura 4.20(b)), lo que podría significar un aumento en la fracción volumétrica de WC y fcc a mayores profundidades.

Al analizar la muestra SB10C4 con un rayo de 6,93 keV, así como la R123C4, se revela el espectro de la fase fcc y aparece una débil reflexión de Co₂₀₀ (Figura 4.21(a)). Es probable que esta reflexión de baja intensidad corresponda a las inclusiones de cobalto observadas por MEB. Al utilizar 7,05 keV, la fase fcc se mantiene como única fase presente (Figura 4.21(b)). El aumento en la fracción volumétrica de la capa C4 evaluada con esta longitud de onda incrementa la intensidad con que aparecen las reflexiones y, de la misma forma, disminuye la del Co, ya que no se identifica en el espectro. El uso del rayo de 17,5 keV de energía permitió la aparición adicional de reflexiones de WC y de la reflexión Co₄₀₀ (Figura 4.21(c)). El rayo de alta energía ha traspasado la capa C4 y, sin embargo, las intensidades de Co y WC son muy débiles, por ejemplo, respecto a la muestra R123C4, debido a que la capa en la muestra SB10C4 es mucho más espesa.

En ninguna de las muestras la relación de intensidades se corresponde con la de los estándares, lo que podría ser indicativo de la presencia de textura en las fases presentes. Debido a esta razón, la cuantificación de la fracción volumétrica de las fases no se pudo llevar a cabo. Sin el conocimiento de las fracciones volumétricas de las fases es muy difícil conocer la verdadera profundidad de penetración de los rayos X, debido a que las fases

presentes presentan coeficientes de absorción atómica muy variados y, por ende, permiten profundidades de penetración distintas (ver Apéndice C).

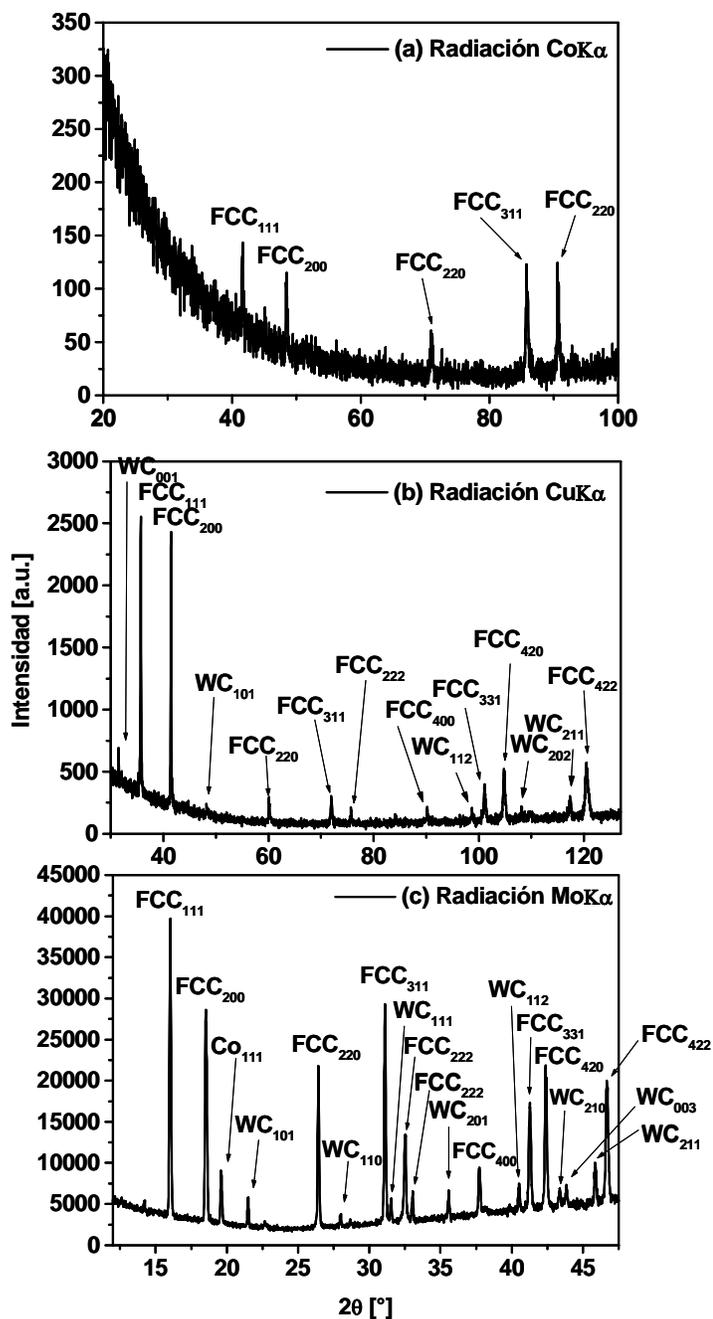


Figura 4.19 Difractogramas de la muestra R123C4 obtenidos a partir de radiaciones de distinta energía: (a) $E = 6,93$ keV, radiación CoK α , $\psi = 60^\circ$, (b) $E = 8,05$ keV, radiación CuK α , $\psi = 0^\circ$, (c) $E = 17,5$ keV, radiación MoK α , $\psi = 0^\circ$.

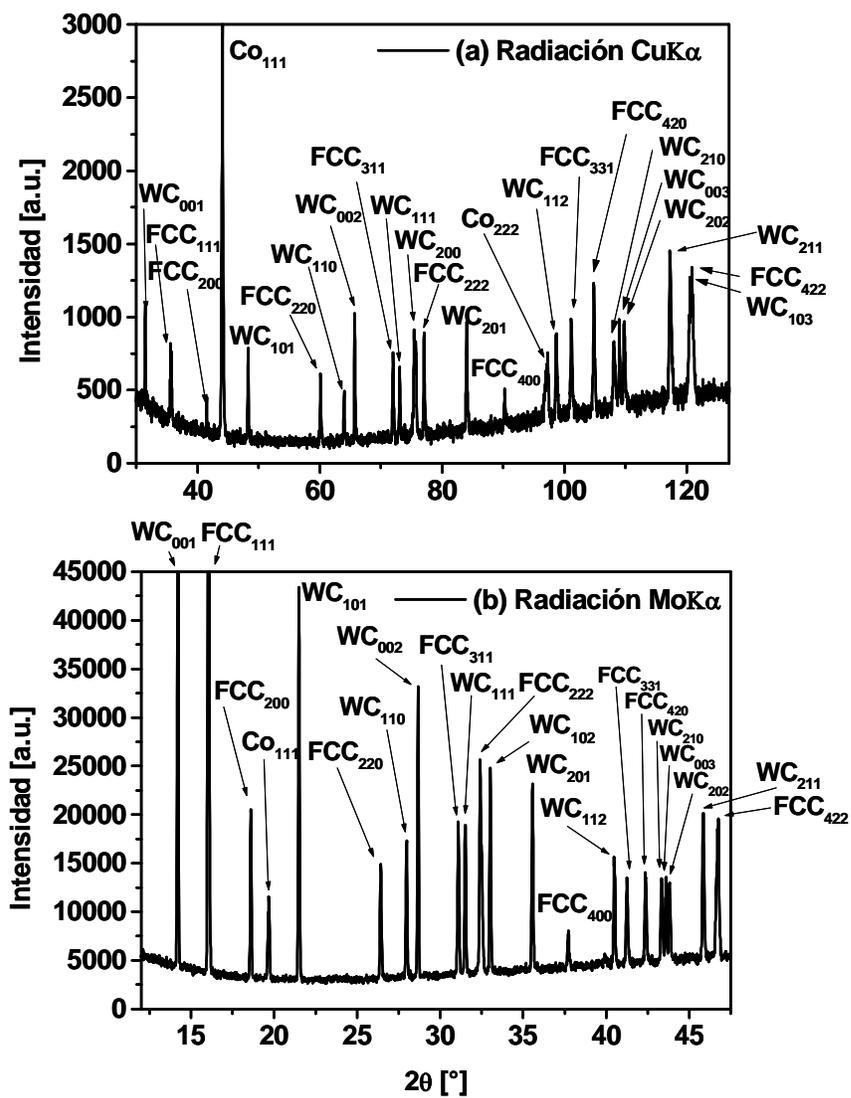


Figura 4.20 Difractogramas de la muestra SB10 obtenidos a partir de radiaciones de distinta energía: (a) $E = 8,05$ keV, radiación $\text{CuK}\alpha$, $\psi=0^\circ$, (b) $E = 17,5$ keV, radiación $\text{MoK}\alpha$, $\psi=0^\circ$.

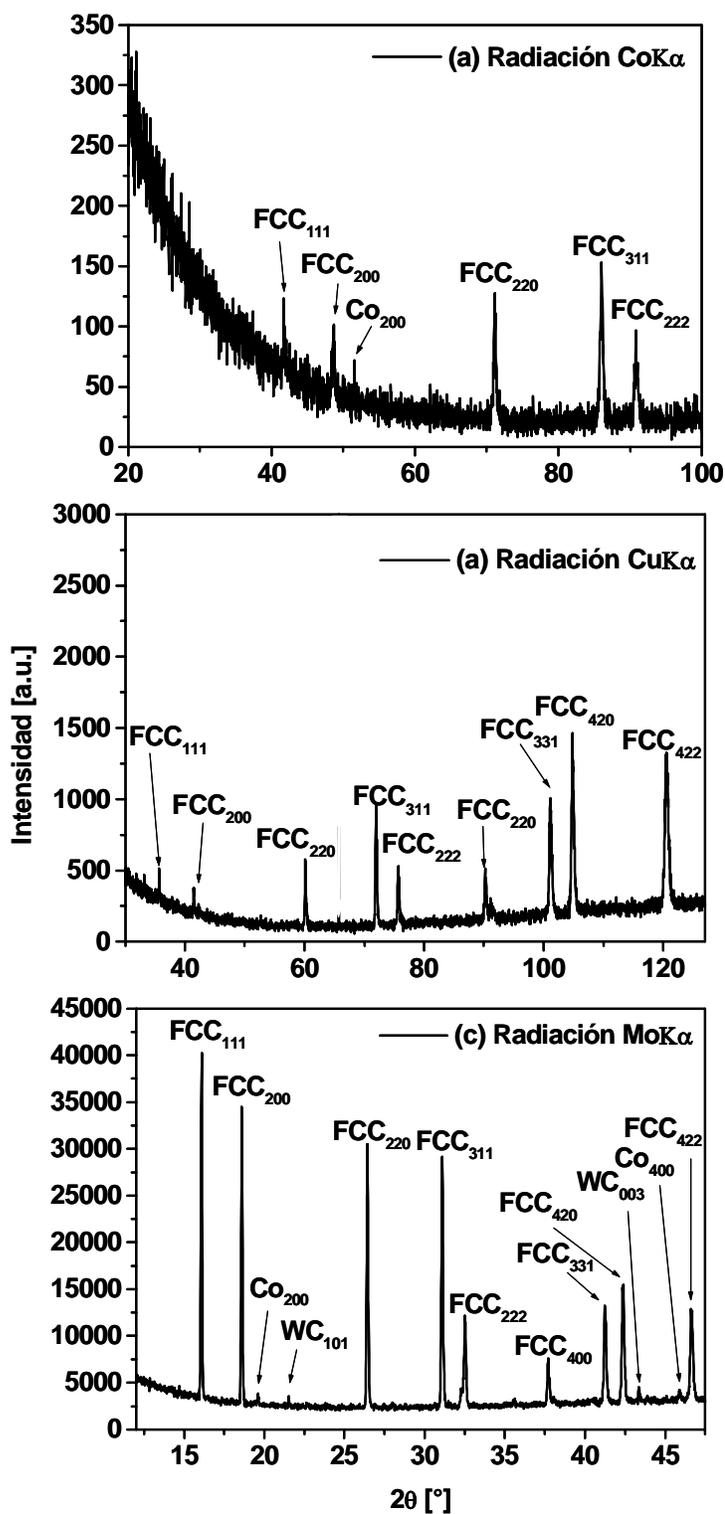


Figura 4.21 Difractogramas de la muestra SB10C4 obtenidos a partir de radiaciones de distinta energía: (a) $E = 6,93$ keV, radiación CoK α , $\psi = 60^\circ$, (b) $E = 8,05$ keV, radiación CuK α , $\psi = 0^\circ$, (c) $E = 17,5$ keV, radiación MoK α , $\psi = 0^\circ$.

Tabla 4.1 Parámetros de red de las distintas fases, hallados por DRX.

Par. de Red		(Ti,Ta,Nb,W)(C,N)*			WC			Co		
		CoK α	CuK α	MoK α	CoK α	CuK α	MoK α	CoK α	CuK α	MoK α
R123 C4	a (nm)	0,4338	0,4348	0,4330	-	0,2905	0,2895	-	-	0,3561
	c (nm)	-	-	-	-	0,2834	0,2828	-	-	-
SB10 C4	a (nm)	0,4338	0,4346	0,4331	-	-	0,2893	-	-	0,3566
	c (nm)	-	-	-	-	-	0,2823	-	-	-
R123 g	a (nm)	-	-	0,4367	-	-	0,2896	-	-	0,3555
	c (nm)	-	-	-	-	-	0,2826	-	-	-
SB10	a (nm)	-	0,4345	0,4330	-	0,2906	0,2895	-	0,3555	0,3549
	c (nm)	-	-	-	-	0,2835	0,2827	-	-	-

* La muestra SB10 presentó carburos del tipo "core-rim", pues su formulación inicial y condición de sinterización sólo involucró carburos.

La tabla 4.1 muestra los parámetros de red, *a* y *c* de las distintas fases estudiadas mediante difracción de rayos X. La fase WC mantiene sus valores constantes, aunque los parámetros de red obtenidos al utilizar una radiación de 17,5 keV se encuentran ligeramente desplazados respecto a los obtenidos con 8,05 keV, probablemente debido a errores de calibración en la primera. Los valores obtenidos con 8,05 keV se corresponden muy bien con los estándares y su baja variación se debe a la alta estabilidad química de la fase, que no admite elementos distintos en solución, que pudieran generar distorsiones por diferencia

de radios atómicos, así como su alta rigidez, que disminuye distorsiones por influencia de otros granos (ver Tablas 2.2 y 2.4).

En el caso del Co, se presentan valores de parámetro de red mayores al estándar (ver Tabla 2.3), lo que se explica mediante un incremento en los esfuerzos residuales y un aumento en el contenido de elementos disueltos en su matriz, con radios atómicos grandes (como el W, Nb y Ta). El posible error de calibración en la radiación de 17,5 keV genera valores de parámetro de red menores a los reales. Si se compara el valor a^{Co} de la muestra SB10, obtenido empleando la radiación 8,05 keV, con el estándar (0,3447 nm), también se observa el incremento mencionado. A su vez, se observa cómo este incremento en el parámetro de red correspondiente a las muestras modificadas superficialmente es mayor respecto a las no modificadas, lo que podría significar una intensificación de estos factores en las condiciones con características continuas respecto a las convencionales.

Por otro lado, la fase fcc presentó valores variables de parámetro reticular a distintas profundidades, en las muestras modificadas superficialmente. Se determinó en el análisis elemental que esta capa presenta un gradiente de composición, por lo que esta variación puede estar asociada con dicho gradiente.

4.3.2 Análisis de Esfuerzos Residuales.

Tabla 4.2 Esfuerzos residuales por fase en todas las muestras (valores negativos denotan estado de compresión y positivos, estado de tensión).

Reflexión	Esfuerzo Residual (MPa)			
	SB10	SB10C4	R123g	R123C4
FCC ₃₃₁	-55 ± 28	132 ± 40	---	82 ± 69
FCC ₄₂₀	-64 ± 25	56 ± 31	---	38 ± 75
WC ₂₁₁	-18 ± 14	---	31 ± 7	149 ± 118

Se logró medir los esfuerzos residuales de las fases fcc en la mayoría de las muestras y los del WC en las muestras R123g y R123C4. Los resultados se muestran en la Tabla 4.2. La escasez o debilidad de picos para el Co imposibilitó su evaluación, como es común en este tipo de materiales^[7]. Por otro lado, los errores reflejados en la Tabla 4.2 son relativamente altos, debido a la amplitud irregular en la base de los picos de reflexiones de alto índice de todas las fases, y su intensidad relativamente baja. El implemento de radiaciones de energías mayores (como la de MoK α) podría resultar de mayor utilidad.

Los esfuerzos residuales medidos en las dos reflexiones distintas de la fase fcc están en buen acuerdo, puesto que ambas muestran el mismo estado de esfuerzos para cada muestra. En general, los errores son altos, probablemente por la presencia de esfuerzos de corte, gradientes en los esfuerzos y textura en las fases, pero no influyen en el signo del estado de esfuerzo. Sin embargo, las curvas d_{hkl} vs. $\text{sen}^2\psi$ obtenidas para la mayoría de las muestras parecen tener un comportamiento lineal, como se ejemplifica en la Figura 4.22. En contraste, la curva d_{hkl} vs. $\text{sen}^2\psi$ de ambas reflexiones de la fase fcc en la muestra R123C4 no son lineales y, adicionalmente una separación significativa se da entre las ramas negativa y positiva conforme aumenta el $\text{sen}^2\psi$ (Figura 4.23). Esta tendencia a separarse indica la presencia de esfuerzos de corte σ_{23} , σ_{13} , lo que significa que las direcciones de los esfuerzos principales escogidas (paralelas a los ejes de las muestras, en el plano paralelo a la superficie evaluada) no son las correctas. En el Apéndice D se presentan las gráficas d_{hkl} vs. $\text{sen}^2\psi$ de las demás reflexiones de las muestras investigadas, así como de otras muestras complementarias (EB30C4, para fresado y R122C4, para torneado). Una manera de hallar las direcciones principales correctas es realizando mediciones en 3 direcciones ϕ diferentes, paralelas al plano de la superficie (ver sistema de coordenadas en la Figura 2.24), y resolviendo un sistema de ecuaciones con las componentes de esfuerzo de todas ellas. La falta de linealidad en el comportamiento de la curva puede ser causada por gradientes de esfuerzos, por lo cual el uso del método por $\text{sen}^2\psi$ (asumiendo $\sigma_3 = 0$) no es adecuado, pues éste sólo expresa un valor medio de esfuerzos residuales, y no los valores del gradiente. El uso de otros métodos de análisis de esfuerzos residuales, como el de *scattering vector*^[51], podrían ser más adecuados para este tipo de distribución de esfuerzos.

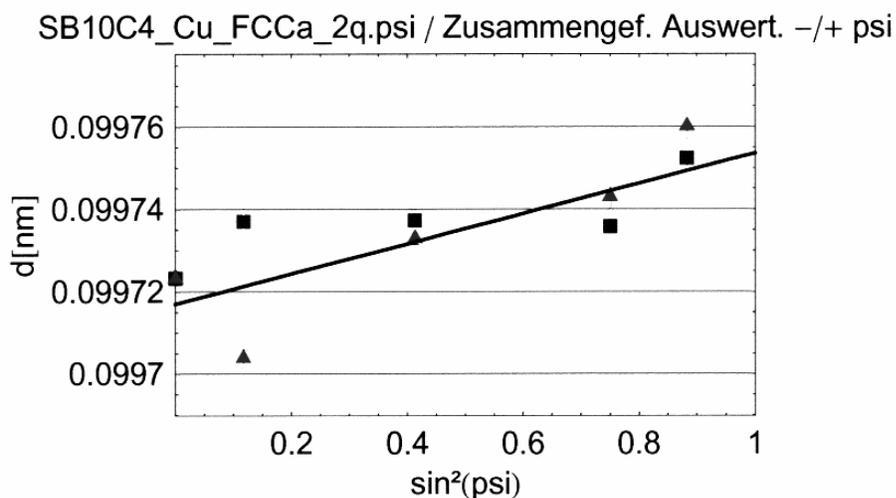


Figura 4.23 Curva $d_{331}-\sin^2\psi$ de la reflexión FCC_{331} en la muestra SB10C4 ($E = 8,05$ keV, radiación $CuK\alpha$).

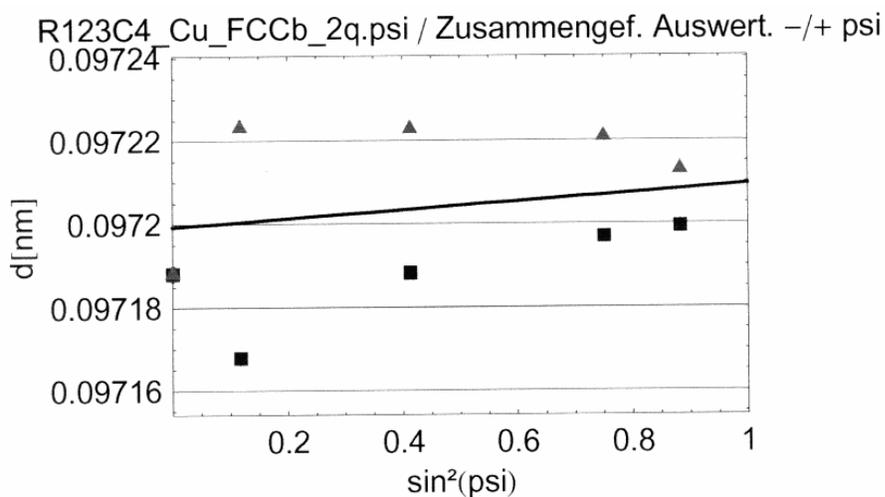


Figura 4.23 Curva $d_{331}-\sin^2\psi$ de la reflexión FCC_{420} en la muestra R123C4 ($E = 8,05$ keV, radiación $CuK\alpha$).

En las 2 muestras modificadas superficialmente por sinterización reactiva se observa que la fase fcc presenta un estado de esfuerzos residuales de tensión de hasta ~ 170 MPa. Esto podría deberse a la diferencia de coeficientes de expansión térmica (Tabla 2.4) del carbonitruro de la capa C4, respecto al del conjunto del cuerpo del material inmediatamente después a ella (capa WC-Co en la R123C4 y conjunto fcc-WC-Co en la SB10C4), en forma similar a como se genera el estado de esfuerzos de tensión en los recubrimientos por CVD^[4]. En la muestra R123C4 se acentúa la característica gradiente de

los esfuerzos residuales (Figura 4.23), probablemente debido a que los rayos-X empleados penetran cerca de la intercara *capa C4/WC-Co* porque la capa C4 es más delgada, donde se da un cambio abrupto de fases disímiles, similar a la intercara que se obtiene en un recubrimiento por CVD^[4, 24, 49,56], mientras que en la muestra SB10C4 la profundidad que alcanza el rayo está más lejos de la intercara, y ésta no está tan bien definida, pues presenta mayor irregularidad de espesor y se da con una zona que, además de WC-Co, también presenta granos de fase fcc.

En la muestra SB10, tanto el WC como la fase fcc se encuentran en estado de compresión, lo que está en buen acuerdo con lo que se observa en carburos cementados tradicionales. Este estado se da porque los carburos son fases cerámicas que presentan un coeficiente de expansión térmica ~3 veces menor que el cobalto. Cuando el metal duro se enfría, el cobalto tiende a contraerse violentamente, derivando en un estado de tensión para mantener la uniformidad del material. Los carburos y carbonitruros, por ende, terminan en estado de compresión para cumplir con el equilibrio de esfuerzos^[49].

El WC parece presentar esfuerzos internos de tensión en la muestra R123C4 y un débil estado de compresión en la muestra SB10. Debe recordarse que en ambas muestras de la serie R123 se da un gradiente microestructural por difusión en la zona de la superficie. Esta condición debe generar características gradientes en el estado de esfuerzo de la zona WC-Co de ambas muestras, aunque más acentuadas en la R123C4 (como muestra su curva d vs. $\sin^2\psi$). En conjunto con estos gradientes, la presencia de esfuerzos de corte es causal de errores altos como los obtenidos en la muestra R123C4, por lo que los resultados no son del todo confiables. Sería necesario realizar el análisis en las direcciones principales de esfuerzo y considerar la componente σ_3 en el análisis. En general, se muestra que la modificación superficial induce esfuerzos residuales gradientes de tensión en las zonas adyacentes a la superficie. Sin embargo, los valores de esfuerzos obtenidos no son altos comparados con los que se dan en recubrimientos (de hasta 15 GPa^[57]), y otras modificaciones superficiales por mecanizado^[58] en materiales similarmente duros.

4.4 Rugosidad (R_a) y propiedades físicas

En la Tabla 4.3 se encuentran los valores de rugosidad aritmética, densidad, propiedades electromagnéticas y porosidad de todas las muestras. Los valores de rugosidad son de especial interés en esta investigación debido a que revelan información importante de la muestra. La representatividad y reproducibilidad de mediciones de dureza sobre y cerca de la región de la superficie depende de la rugosidad del material. Además, la rugosidad superficial es un factor que incrementa el coeficiente de fricción en experiencias de corte.

Tabla 4.3 Propiedades de corte y dimensiones mínimas de indentación para llevar a cabo mediciones de dureza compuesta.

	R_a [μm]	Densidad [g/cm^3]	Porosidad [ISO]	$h_{\text{mín}}$ [μm]	$d_{\text{mín}}$ [μm]
R123g	0,64	13,87	< A02	12,8	89,6
R123C4	1,8	13,75	< A02	36	252
R123g recubierta	0,7	13,87	< A02	14	98
R123C4 recubierta	1,6	13,75	< A02	32	224
SB10	0,38	10,39	< A02	7,6	53,2
SB10C4	2,13	10,41	< A02	42,6	298,2
SB10 recubierta	0,45	10,39	< A02	9	63
SB10C4 recubierta	2,07	10,41	< A02	41,4	289,8

Los valores de R_a se corresponden con las observaciones realizadas en el estudio microestructural. La superficie más rugosa correspondió a la muestra SB10C4, debido a la formación de la gruesa capa C4. La versión recubierta de esta muestra le sigue en rugosidad. La pequeña diferencia en la rugosidad de ambas muestras pudo deberse al

bombardero de Al_2O_3 diluido y posterior llenado de los espacios vacíos por TiN. Puede darse una explicación análoga para los crecientes valores de rugosidad obtenidos para la serie R123, yendo de un valor mínimo en $0,64 \mu\text{m}$ en la superficie de la muestra R123g hasta un máximo de $1,8$ en la R123C4. Entre las muestras no tratadas (ni recubiertas) de las dos series, el valor mayor de rugosidad presente en la R123g pudo deberse a la presencia mayoritaria de granos angulados de WC en la superficie (zona WC-Co), a partir de la difusión de los elementos formadores de la fase fcc redondeada hacia el cuerpo del material.

Por comparación de las muestras de ambas series que contienen la capa C4, las muestras SB10C4 y SB10C5 pueden ser más rugosas que sus homónimas de la serie R123 por presentar un número mayor de sitios de nucleación para la formación de la capa C4, con su consecuente incremento en el espesor de la misma.

A primera vista, ninguna de las muestras presenta una rugosidad suficientemente baja para realizar indentaciones en la superficie de la muestra, según los valores sugeridos en el estándar ISO 4516. Las penúltima y antepenúltima columna de la Tabla 4.1 incluso representan los valores límites de profundidad de indentación ($h_{\text{mín}}$) y diagonal de indentación ($d_{\text{mín}}$), calculados de las ecuaciones presentadas en las normas ISO 14577-1 e ISO 6507-1, respectivamente, para relacionar la rugosidad superficial con parámetros de indentación admisibles para bajas cargas.

Los valores de densidad presentados en la Tabla 4.3 son iguales a los nominales en todas las muestras. Estos valores, junto con los de porosidad (también en la Tabla 4.3) significan que los insertos son sólidos sin cavidades o poros en su volumen. Un material completamente denso como éste permite la obtención de valores de dureza libres de las fuertes influencias que esta clase de defectos (los poros) representan, que disminuirían los valores obtenidos debido a la falta de resistencia en la zona indentada del material.

4.5 Dureza superficial

Fueron llevados a cabo ensayos de dureza sobre la superficie del metal duro SB10 con y sin recubrimiento, empleando distintas profundidades de indentación para verificar la influencia de la rugosidad en la precisión de los valores de dureza determinados por este método. Se seleccionaron estas dos muestras por ser las que menor rugosidad presentaron de todas las muestras.

4.5.1 SB10

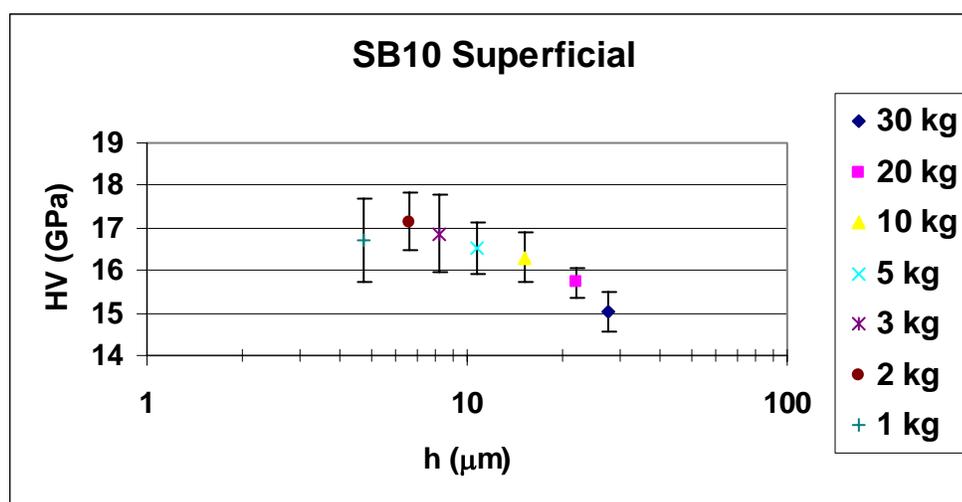


Figura 4.24 Influencia de la carga y la condición superficial en la medición de dureza superficial de la muestra SB10.

En la Figura 4.24 se presentan los valores de dureza obtenidos en un metal duro SB10 como función de profundidad de penetración, h (calculada a partir de la diagonal de la impronta). La carga mínima utilizada fue de 1 kg porque la impronta no pudo ser resuelta bien por el sistema óptico del microdurómetro a menores cargas. La figura muestra un aumento del valor de dureza conforme la profundidad de indentación (o carga) disminuye. Sin embargo el valor arrojado al utilizar 1 kg como carga disminuye respecto al de 2 kg, a la vez que presenta mayor desviación estándar. La tendencia creciente de los valores obtenidos con cargas mayores a 1 kg se observa ligeramente asintótica hacia un valor fijo

de dureza. Investigaciones anteriores han revelado que existe el llamado efecto de carga o efecto de tamaño de impronta, que genera un comportamiento en la dureza inversamente proporcional a la carga de indentación, como el observado en este caso, debido a que conforme se disminuye la carga de indentación la recuperación elástica es mayor y la deformación plástica permanente es menor.

La imposibilidad de utilizar cargas menores a 1 kg debido a la falta de resolución de la impronta, así como la caída en el valor de dureza (y su alta desviación estándar) obtenido con esta carga, reflejan la influencia que comienza a ejercer la rugosidad en la confiabilidad de los resultados obtenidos en la dureza superficial.

4.5.2 SB10 recubierta

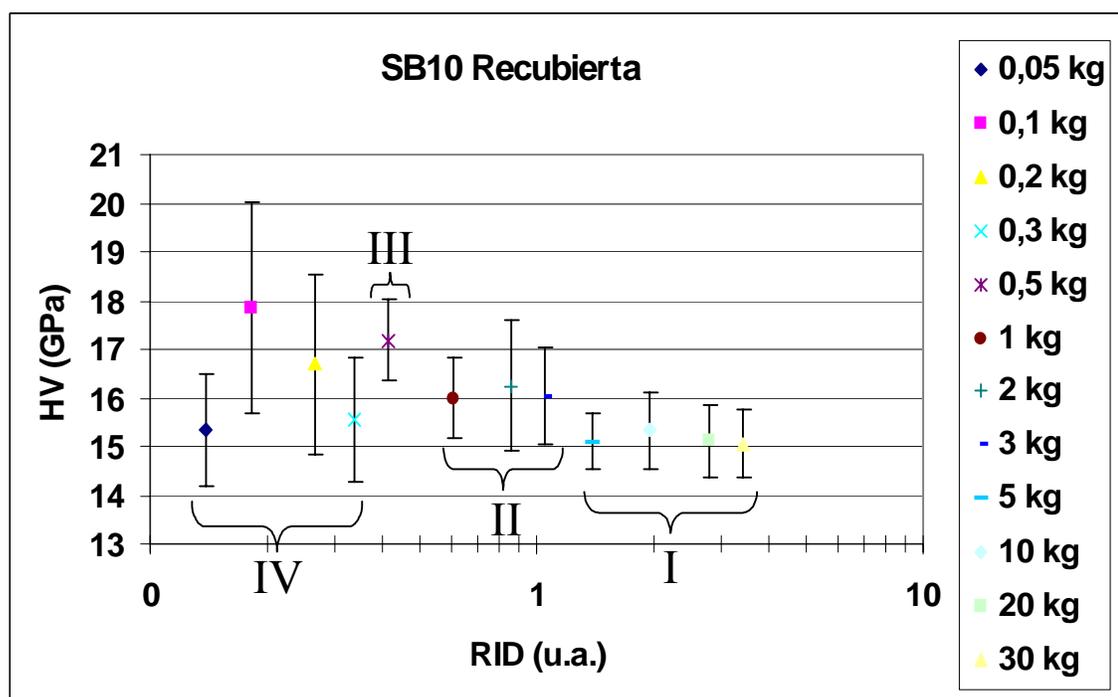


Fig. 4.25 Influencia de la carga y la condición superficial en la medición de dureza compuesta de la muestra SB10 recubierta.

En la Figura 4.25 se encuentra la representación gráfica de los valores obtenidos de dureza compuesta al indentar la muestra SB10 recubierta. La figura fue dividida en 4 etapas características según se consideró, identificadas como grupos I, II, III y IV. A diferencia del ensayo efectuado para la muestra SB10 sin recubrimiento, el contraste generado por el color de la superficie de recubierta sí permitió hacer mediciones con cargas menores a 1 kg.

En el grupo I se encuentran los valores de dureza que parecieron permanecer constantes en ~ 15 GPa, correspondientes a las 4 mayores cargas implementadas. El grupo II muestra valores de dureza ligeramente mayores a los del grupo I, obtenidos al utilizar cargas de 3, 2 y 1 kg, y también parecen tener un comportamiento estático. El grupo III en realidad no es un grupo sino un único valor de dureza un poco por encima de los 17 GPa, correspondiente a 0,5 kg de carga. Por último, el grupo IV consiste en valores que rompen con la tendencia creciente esperada y presentan errores muy altos.

El valor invariante de 15 GPa en el grupo I puede explicarse por el hecho de que las 4 cargas mayores generan profundidades de indentación mucho mayores al espesor del recubrimiento ($h > 1,4t$). Esto significa que la zona plástica de estos experimentos se extiende significativamente hacia el substrato, el cual influye en el valor de dureza hasta el punto de coincidir con el obtenido en los ensayos realizados al substrato. Como se puede observar en las fotomicrografías (a)-(c) de la Figura 4.26, todas las indentaciones del grupo I generan grietas en las esquinas de la impronta, las cuales pueden facilitar el avance del indentador hacia el material (quitándole resistencia al recubrimiento) y así generar improntas mayores a las esperadas. Por otro lado, debido a que los ensayos de dureza superficial se hicieron sólo para corroborar la influencia de la rugosidad, 3 repeticiones por medición fueron realizadas. Es probable que los valores de dureza y sus desviaciones estándar varíen ligeramente si se llevara a cabo un mayor número de repeticiones, con lo cual los valores obtenidos en el presente trabajo podrían entrar en el rango de error.

Las cargas correspondientes al grupo II ya no generan grietas y presentaron profundidades de indentación similares al espesor del recubrimiento (0,6-1t). Por estas razones los valores pudieron ascender debido a una influencia incipiente del recubrimiento

en la dureza compuesta. Sin embargo, estas cargas también están ya cerca del límite sugerido por las normas respecto a la influencia de la rugosidad del material indentado sobre los valores de dureza (ver Figura 4.24(d) y Tabla 4.3). En ese sentido, estos valores ya presentan una alta desviación estándar y la contribución del recubrimiento a la dureza compuesta no es suficientemente marcada como para que los valores del grupo II se diferencien entre sí, así como todos ellos no son mucho mayores que los del grupo I. Sumado a esto se encuentra el efecto del tamaño de la impronta, que puede también haber ocasionado el incremento observado en el valor de dureza.

Es apenas al utilizar una carga de 0,5 kg (grupo III), equivalente a una profundidad de indentación de 0,4t, que un valor mayor a 17 GPa pudo ser encontrado, lo cual podría significar una verdadera contribución del recubrimiento en la dureza compuesta. No obstante, esta profundidad de indentación se encuentra más allá de los límites establecidos por las normas, lo que se refleja en la dificultad que se presenta para definir bien las esquinas de las improntas generadas con esta carga (ver Figura 4.26(e)). Sumada a estas características existe la posibilidad de que el recubrimiento se encuentre en estado de tensión residual, como se ha demostrado en investigaciones anteriores que es característico de los recubrimientos por CVD^[4, 49], lo que acarrearía una disminución en la dureza del recubrimiento.

Como consecuencia, al disminuir la carga apenas 0,2 kg más, los valores ya presentan una alta desviación y un valor bastante bajo (grupo IV), de forma similar a lo que ocurrió al indentar la muestra SB10 sin recubrir con 1 kg de carga. Ya en este grupo las improntas no se definen bien y se deforman, lo que genera la mayor cantidad de errores cuando las diagonales deben ser medidas adecuadamente, especialmente si se trata de cargas bajas de indentación. La alta rugosidad también ocasiona que el indentador penetre más la superficie, lo que podría explicar la obtención de valores tan bajos. La falta de reproducibilidad de este método para las muestras estudiadas en este trabajo fue la principal causa para realizar ensayos de dureza sobre secciones transversales de las muestras para poder determinar la distribución de durezas a las distintas profundidades de los materiales.

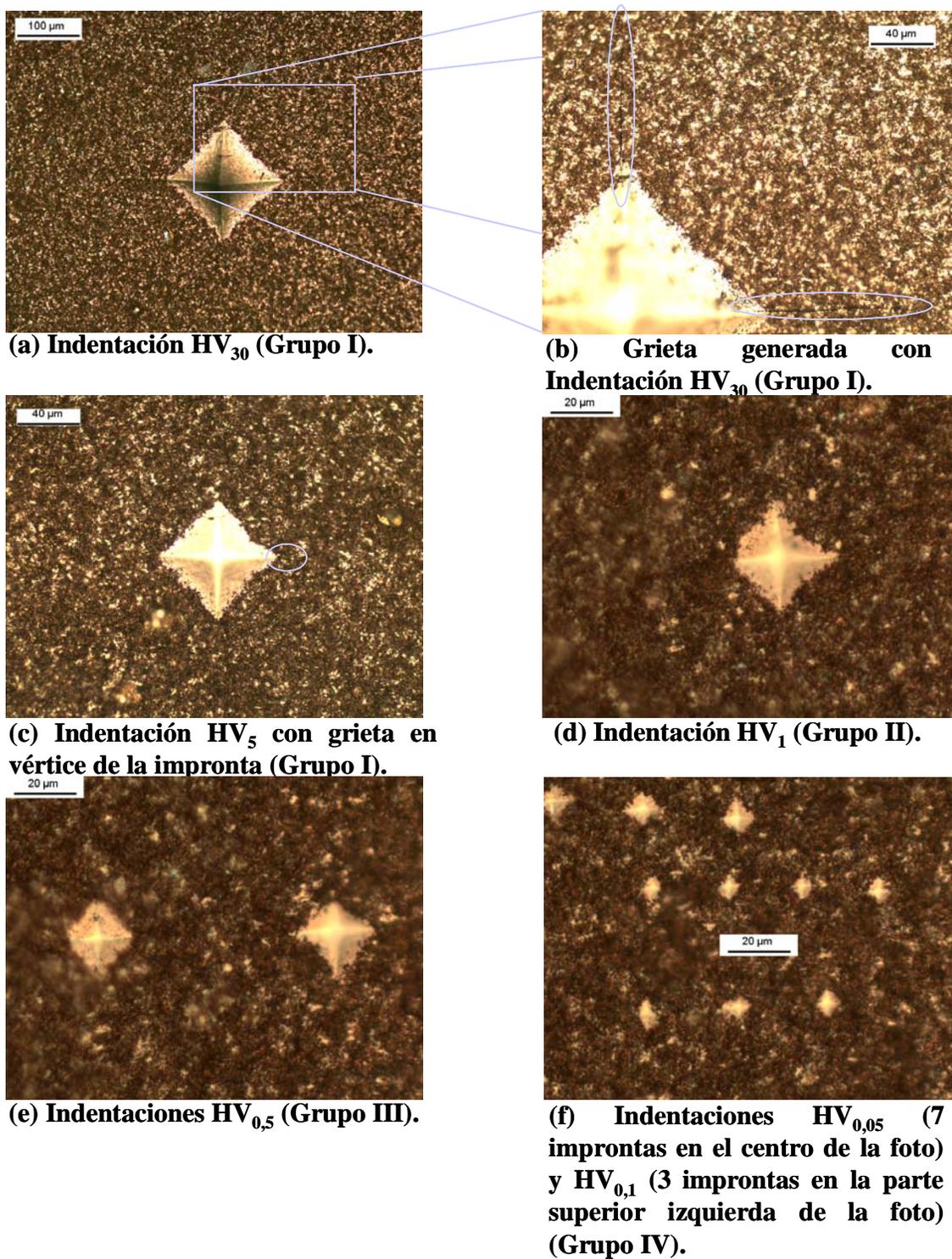


Figura 4.26 Fotomicrografías de indentaciones llevadas a cabo sobre la superficie rugosa de la muestra SB10 recubierta con TiN utilizando distintas cargas. Magnificadas a (a) 250x; (b), (c) 500x; (d), (e) y (f) 1000x, en un microscopio óptico Carl Zeiss.

4.6 Perfiles de Microdureza

4.6.1 Insertos para torneado

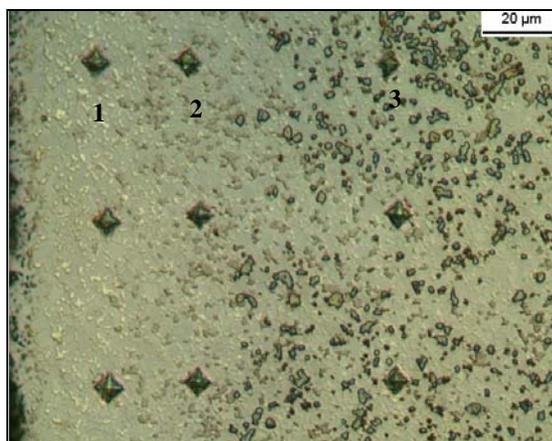
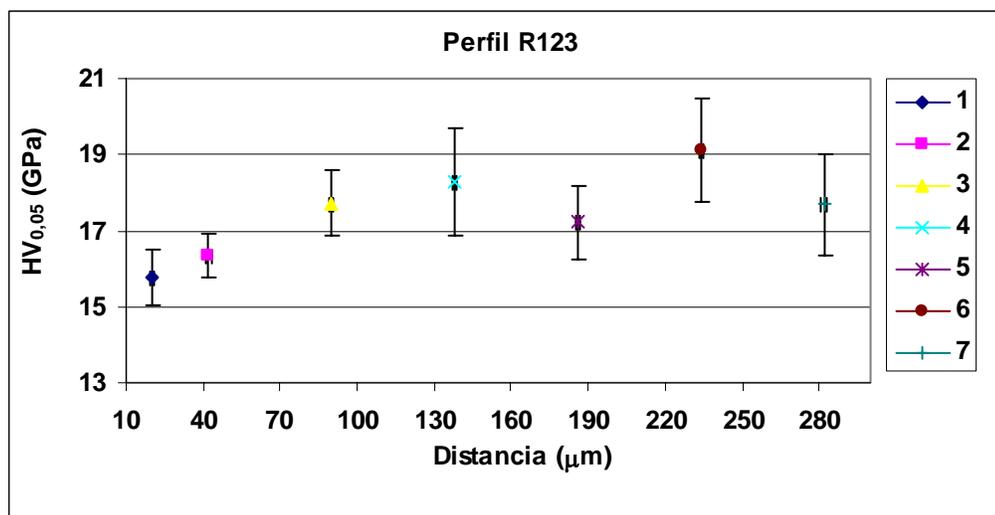


Figura 4.27 Perfil de dureza, obtenido mediante el método de microindentación Vickers en la sección transversal oblicua de una muestra R123g, junto a la fotomicrografía de algunas improntas realizadas. Fotomicrografía tomada a 1000x en un microscopio Carl Zeiss. Muestra atacada con solución OPS.

En la Figura 4.27 se muestra el perfil de microdurezas de la muestra R123g, junto a la fotomicrografía de indentaciones correspondientes. Puede observarse que la dureza tiende a incrementarse gradualmente de un valor promedio de ~ 16 GPa, correspondiente a

la zona WC-Co, hasta valores de ~ 18 GPa en el cuerpo del material, a pesar de presentar errores de hasta 7,5% en las indentaciones correspondientes al interior del material.

El valor de microdureza que presentó la zona WC-Co se corresponde bien con valores reportados en la literatura^[17] y puede ser explicado como una regla de mezclas de la dureza del WC (~ 20 -23 GPa, según tabla 2.4) y del Co (~ 4 -5 GPa^[15]). Esto significa que el valor de dureza en una zona compuesta por 2 (o más) fases es obtenida como una contribución de cada una de las fases, dependiendo de la fracción volumétrica que afecte la indentación (e.g. $HV = HV_{WC}\%WC + HV_{Co}\%Co$), de forma similar al principio utilizado en la determinación de la dureza compuesta de recubrimientos (ver sección 2.4). Sin embargo, esta relación simplificada no pudo aplicarse porque:

- Las fracciones volumétricas de las fases no son conocidas.
- No son consideradas las cantidades de Ti, Ta, Nb y W disueltas en la fase de Co.
- No son considerados los esfuerzos internos asociados con el proceso de sinterización.

Conforme crece la distancia desde la superficie, las duras fases fcc aparecen gradualmente (lo que significa un aumento de su fracción volumétrica y una disminución en la de WC y Co) hasta que se da una distribución homogénea en el cuerpo del material. De esta forma, también un incremento gradual en los valores de dureza es observado en la distribución de la Figura 4.27. El tamaño de la impronta es apenas mayor que el tamaño de grano de los componentes del material, por lo que distintas indentaciones pueden reflejar valores influenciados en mayor o menor medida por fases de distintas durezas, con lo que la desviación obtenida puede llegar a valores como los presentados en estas mediciones.

Este efecto se observa más marcado en la zona del cuerpo del material, debido a que hay mayor variedad de fases (WC, Co y (Ti,Ta,Nb,W)(C,N)). Sin embargo, el alto

contenido de WC en la formulación inicial de este tipo de muestras permite que algunas indentaciones penetren aleatoriamente en lugares del cuerpo del material, donde no hay una densidad adecuada de fase fcc, haciendo posible una mayor variación de los valores obtenidos en esta zona. Esta heterogeneidad de fases es la razón principal por la cual ha sido tan difícil obtener valores bien definidos de propiedades a escala microscópica (dureza, tenacidad de fractura, esfuerzos residuales, etc.) en carburos cementados complejos y por ello debe tomarse un número suficiente de indentaciones para justificar el valor medio obtenido mediante una regla de las mezclas. Sumado a ello, ésta fue la única muestra que presentó un ennegrecimiento de los granos de fase fcc, similar al tono que se obtiene al utilizar solución Murakami como reactivo de ataque (comparar fotomicrografías en las Figuras 4.1(a) y 4.27), probablemente debido al sobreataque de la muestra. Como se ha explicado con anterioridad que ocurre, esta tonalidad oscura dificultó la medición de las diagonales de las indentaciones en la zona afectada, debido a la falta de contraste que se genera en el equipo en blanco y negro con el que se realizan las mediciones longitudinales de las diagonales de indentación. Esta dificultad pudo ayudar a obtener altas desviaciones en los valores obtenidos, sin embargo, una desviación de 7,5% no está tan alejada del 5% que dicta la norma como máximo para validar valores de dureza Vickers.

Los perfiles de microdureza de la muestra R123g recubierta se presentan en la Figura 4.28. En contraste con la muestra sin recubrimiento, se observan valores que a veces superan los 20 GPa en la zona más superficial de la muestra, correspondientes a las indentaciones realizadas sobre el recubrimiento. Se observa un recubrimiento que tiene apenas $11 \pm 1 \mu\text{m}$ de espesor, después de haber sido ampliada gracias al ángulo de corte que se implementó para que las improntas cupieran en un área adecuada del mismo. Esto significa que indentaciones con diagonales de $\sim 7 \mu\text{m}$ (ver tablas del Apéndice F) sólo tienen $2 \mu\text{m}$ de separación entre las esquinas de la impronta y los límites con la baquelita por un lado y con la capa WC-Co por el otro. Por otro lado, al observar de cerca las improntas en el recubrimiento (fotomicrografía de la Figura 4.28), puede observarse que se formaron grietas que en algunas oportunidades llegan hasta la baquelita. En la intercara definida entre el recubrimiento y el substrato, valores de dureza compuesta (indentación #3) muestran un paso entre el alto valor de dureza obtenido en el recubrimiento y el bajo valor

que presentó la capa WC-Co ($15,03 \pm 0,46 \mu\text{m}$). Después de la indentación #3, el perfil se muestra similar a la muestra sin recubrir, mostrando la reproducibilidad del método.

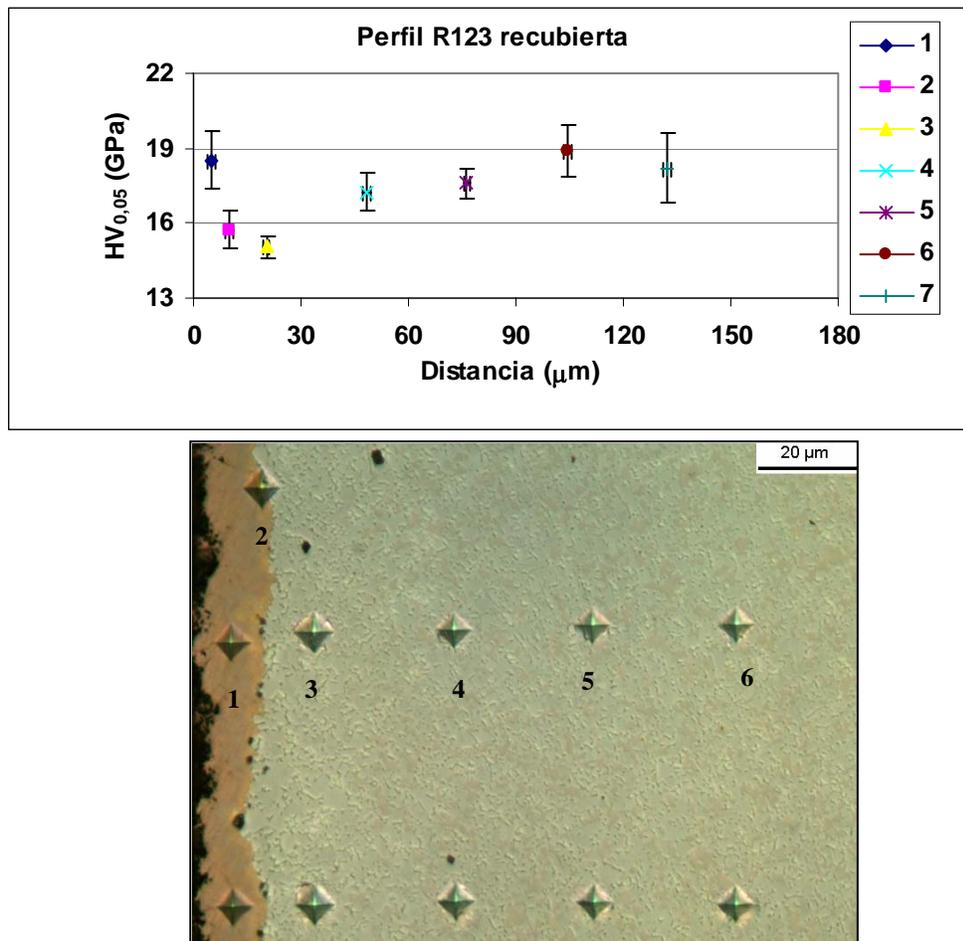


Figura 4.28 Perfil de dureza, obtenido mediante el método de microindentación Vickers en la sección transversal oblicua de una muestra R123g recubierta, junto a la fotomicrografía de algunas improntas realizadas. Fotomicrografía tomada a 1000x en un microscopio Carl Zeiss. Muestra atacada con solución OPS.

Si se asumiera un módulo elástico de 460 GPa (a partir del Apéndice G) para los recubrimientos de TiCN estudiados en este trabajo, el radio mínimo de la zona plástica de las improntas en el recubrimiento sería de 11,5 μm , calculado a partir de la Ecuación 6. Esto significa que el radio de acción de la zona de deformación de las indentaciones realizadas en el recubrimiento es mayor que el espacio del recubrimiento, lo que explica el agrietamiento de las indentaciones realizadas sobre el mismo y, por ende, la obtención de

valores de dureza relativamente bajos en esta capa. Por esta razón no se pueden tomar en cuenta los valores de dureza correspondientes a la indentación #1 de la muestra R123g recubierta como cuantitativos. Sin embargo sí muestran la presencia de una fase dura en la superficie del material. El valor de dureza compuesta en la indentación #2 (correspondiente a la intercara recubrimiento/zona WC-Co) tan cercano al de la indentación #3, a pesar de que la impronta tienen una mitad en cada fase, se debe a dos razones:

- Gran parte del volumen de la zona plástica se encuentra en la zona WC-Co, debido a que la intercara sigue una inclinación por debajo de la superficie indentada, como se esquematiza en la Figura 4.29.
- Se observa que una sección de la impronta (y de su consecuente zona plástica) se encuentra sobre la parte de TiN del recubrimiento (aparece anaranjado claro en la fotomicrografía de la Figura 4.28) y en la literatura se ha reportado que este tipo de recubrimientos tiene una dureza de ~ 17 GPa, suficientemente menor al valor nominal de recubrimientos de TiCN por CVD (~ 24 GPa^[4]).

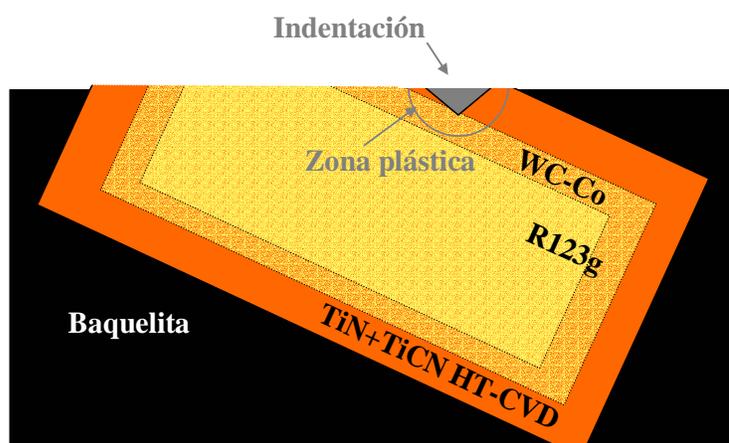


Figura 4.29 Esquema de la sección transversal del volumen alcanzado por la zona plástica (según Lawn et al. ^[35]) al indentar el recubrimiento de la muestra R123g recubierta.

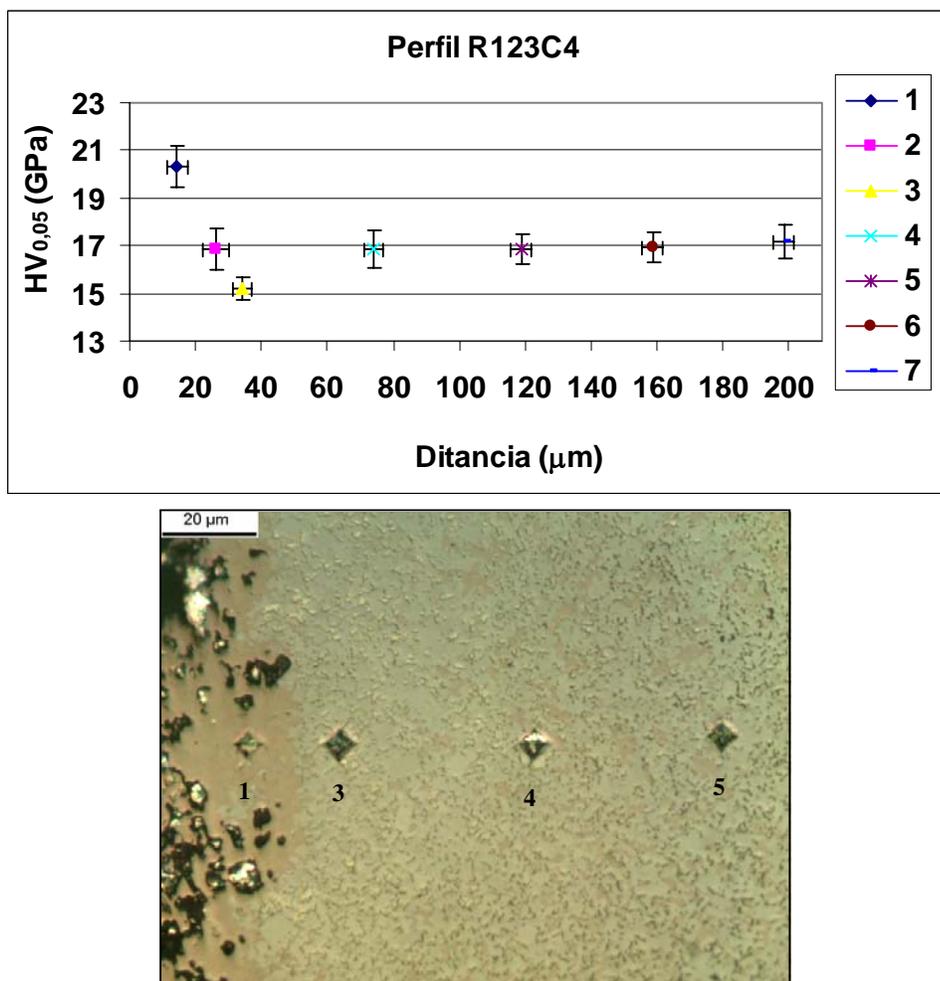


Figura 4.30 Perfil de dureza, obtenido mediante el método de microindentación Vickers en la sección transversal oblicua de una muestra R123C4, junto a la fotomicrografía de algunas improntas realizadas. Fotomicrografía tomada a 1000x en un microscopio Carl Zeiss. Muestra atacada con solución OPS.

En la Figura 4.30 se muestran los perfiles de microdureza de la muestra R123C4. La primera impresión que se obtiene es que la forma del perfil obtenido es muy similar a la de la muestra recubierta, con la diferencia de que el valor promedio alcanzado en interior del material es menor (17 GPa). El valor mínimo es ~15 GPa y también se da en la zona WC-Co. La indentación #2, realizada en la intercara, también refleja un valor intermedio entre la indentación #1 y la #3, aunque es mayor que en la muestra R123g recubierta. La indentación #1, que también tiene una desviación relativamente alta, para ser una capa bastante homogénea (en relación al cuerpo del material), muestra valores por encima de los 21 GPa, y un valor promedio casi dos unidades mayor que el del recubrimiento de la muestra anterior.

Este comportamiento se corresponde con las características microestructurales analizadas en las secciones 4.1 y 4.2, en donde se mostraba que la diferencia principal entre el material C4 y el recubierto, era la naturaleza de la capa dura superficial y una disminución en la fracción volumétrica de la fase fcc en el cuerpo del material con características continuas. Debido a esta disminución en el contenido de granos duros de fase fcc en el seno del material, los valores de dureza se reflejan también disminuidos respecto a la muestra sinterizada por los métodos convencionales. La igualdad que se observa en el valor de dureza de la zona WC-Co de las muestras R123g muestra que es sólo una zona de transporte que permite la difusión del Ti, Ta y Nb a la superficie, pero mantiene sus características (al menos microestructurales y de dureza) incluso después del tratamiento. El valor de dureza de la indentación #2 se muestra mayor que el equivalente en la muestra R123g recubierta, probablemente debido a la falta de una fase de dureza intermedia como lo fue la capa de TiN en el recubrimiento. A pesar de la irregularidad de la intercara capa C4/capa WC-Co, la precisión del equipo de indentación permitió obtener improntas reproducibles en las distintas partes de esta intercara, por lo que el error cometido no resultó ser tan alto.

El hecho de que la capa C4 se presentara más dura que el recubrimiento no es concluyente, puesto que se observa en la fotomicrografía de la Figura 4.30 que las indentaciones realizadas sobre la capa C4 fueron tales que no presentaron influencias de la baquelita en la medición, como en el caso del recubrimiento. En otras palabras, estas dos capas no son cuantitativamente comparables, mas sí se puede decir que ambas se componen de un material similarmente duro. Sin embargo, la irregularidad en el espesor de la capa C4 de esta muestra obliga a buscar zonas adecuadas para realizar la indentación, zonas en las cuales se dé un volumen adecuado de material, en el cual quepa la impronta sin permitir que influencias del material de embutición afecten la medición. Por otro lado, la variación observada en los valores de dureza de la capa C4 puede atribuirse a la presencia de inclusiones de Co en el volumen de la capa. La alta diferencia en los valores de dureza del carbonitruro y del Co puede ocasionar que inclusiones de cobalto en el volumen afectado por la indentación disminuyan el valor de dureza en mayor o menor medida, dependiendo del tamaño de las inclusiones. Se buscó que las indentaciones efectuadas sobre la capa C4

de esta muestra se hicieran en lugares libres de inclusiones de Co, pero es posible que inclusiones por debajo de la indentación o incluso pequeñas inclusiones que se escapen de la apreciación del operador pudieran causar la pequeña disminución de los valores de dureza.

En la Figura 4.31 se presenta el perfil de dureza de la muestra R123C5, así como la fotomicrografía de algunas de las indentaciones de este perfil. En este caso, las primeras 4 indentaciones se encuentran más cerca entre sí. Además de que esta muestra presentó una capa C4 muy delgada (comparada con la equivalente de la serie SB10), la etapa de preparación superficial de la muestra previa al recubrimiento (bombardeo con partículas de Al_2O_3) parece haber disminuido aun más el espesor de esta capa. Es por ello que fue difícil encontrar un número suficiente de posiciones sobre la capa C4, que permitieran indentaciones libres de influencias. Como consecuencia se obtuvo un valor de dureza con mayor desviación estándar en la indentación #3, reflejando la influencia de las zonas adyacentes a la capa C4 en las indentaciones realizadas sobre esta capa. A su vez, la desviación estándar en los valores de distancia se muestra alta en las indentaciones a partir de ésta, debido a la alta rugosidad que genera distancias variables dentro de la misma capa. Las indentaciones #3, 5, 6, 7, y 8 arrastran la misma desviación como un error sistemático, ya que el posicionamiento de las indentaciones identificadas con estos números se dio en línea recta, a partir de la indentación #3 de cada grupo de datos. La indentación #4 no presenta el mismo error, ya que el escaso espesor de la capa C4 impide que esta indentación se haga en línea recta con las adyacentes (ver fotomicrografía en la Figura 4.31).

En el perfil de la Figura 4.31 puede observarse cómo la dureza del recubrimiento y la de su intercara con la capa C4 presentan casi el mismo valor. A diferencia de la muestra R123g recubierta, el recubrimiento en esta muestra presentó lugares en los cuales el espesor permitió realizar todas las indentaciones necesarias, libres de influencias del material de embutición, por lo que una dureza media de $19,93 \pm 0,84$ GPa es más representativa de lo que se reporta comúnmente en la literatura. A diferencia de la muestra R123g recubierta, en la R123C5 se logró realizar indentaciones en partes del recubrimiento con 15-20 μm de espesor. Además, en este caso se encuentra la capa C4 justo al lado del recubrimiento, por

lo que si la zona plástica de las indentaciones hechas sobre el recubrimiento se extendiera más allá del volumen de éste, se encontraría con una fase tan o más dura que el recubrimiento, manteniendo el valor de la microdureza alto.

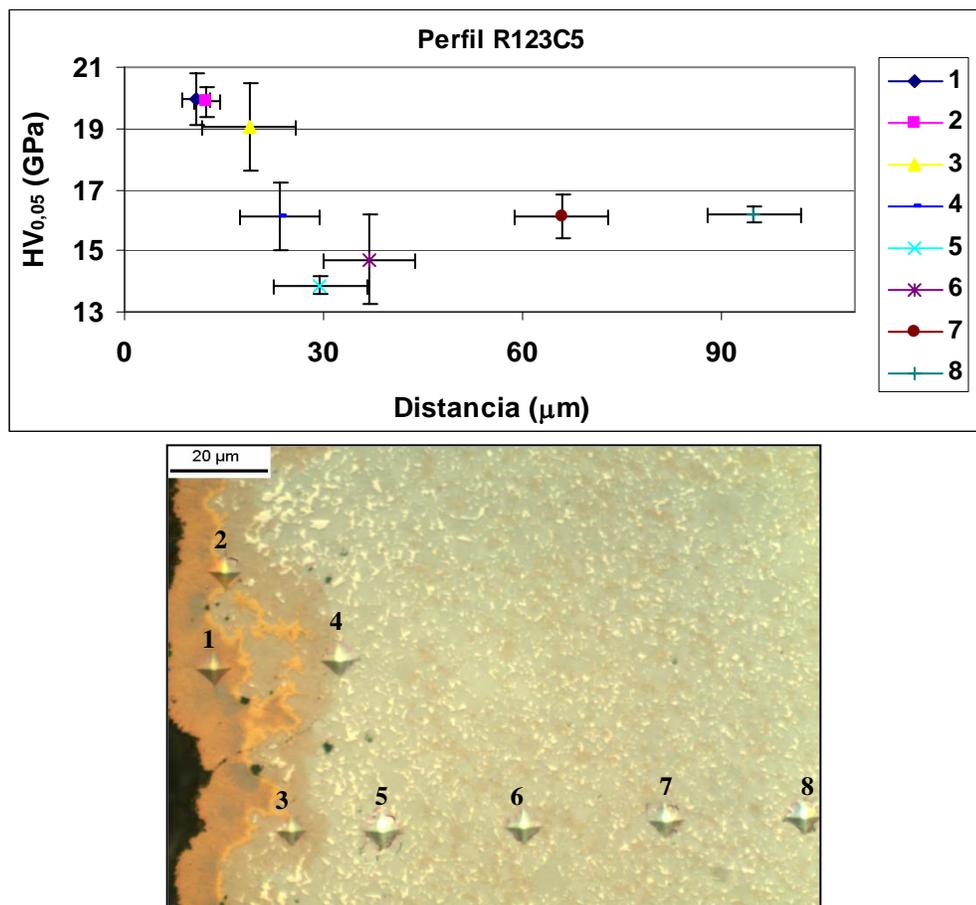


Figura 4.31 Perfil de dureza, obtenido mediante el método de microindentación Vickers en la sección transversal oblicua de una muestra R123C5, junto a la fotomicrografía de algunas improntas realizadas. Fotomicrografía tomada a 1000x en un microscopio Carl Zeiss. Muestra atacada con solución OPS.

La indentación #2 muestra un importante soporte de que tanto el recubrimiento como la capa C4 tienen durezas similares, a pesar de que la indentación #3 refleje un valor medio menor al recubrimiento. La indentación #2 desarrolla una zona plástica cuyo volumen se encuentra distribuido en el recubrimiento y en la capa C4, siendo mayor la proporción en ésta última, debido a la inclinación en el corte de la probeta. Eso significa que su valor debería estar entre los de las dos fases que lo afectan, tendiendo más hacia aquella dureza que influya más en la zona plástica de la indentación. En este caso, el valor

es más cercano al presentado por el recubrimiento que al de la capa C4, además de presentar bajo error experimental, lo cual sería inverosímil a menos que el valor expresado por la capa C4 no fuera representativo. Se ha explicado ya que el valor de dureza obtenido para la capa C4 está fuertemente influenciado por la zona WC-Co adyacente, debido al delgado espesor en la mayoría de su extensión. Por ende, la capa C4 sólo puede tener un valor de dureza similar al recubrimiento, para que el valor medio entre ambos sea igual. El delgado recubrimiento de TiN afecta el valor obtenido en la indentación #2 y probablemente también el de la indentación #1, en cuyo caso los valores de ambas fases de carbonitruro podrían presentar durezas inclusive mayores.

4.6.2 Insertos para fresado

El perfil de microdurezas del metal duro SB10 se encuentra en la Figura 3.32, junto a una fotomicrografía que muestra algunas indentaciones del mismo. En este perfil se muestra que un valor de dureza de 18 GPa se mantiene constante en todas las profundidades. En el análisis microestructural de las secciones 4.1 y 4.2 se mostró que este tipo de material presenta una distribución microestructural uniforme en todo su volumen. En este sentido, el perfil se corresponde con la microestructura, revelando su uniformidad desde el punto de vista de las propiedades. Sin embargo, la primera indentación se llevó a cabo a 20 μm de la superficie.

Se observa que en el perfil de microdurezas de la muestra SB10 recubierta (Figura 4.33) se da una tendencia similar a la muestra equivalente de la serie R123, con la salvedad de que el menor valor de dureza se da en la intercara substrato/recubrimiento, en vez de en una zona WC-Co, debido a que esta no existe en este tipo de muestras. En este caso el recubrimiento presenta un espesor mayor y en éste se obtiene un valor de dureza similar al que se dio en la muestra R123C5, y 2 unidades mayor a aquél obtenido en el recubrimiento de la muestra R123 recubierta.

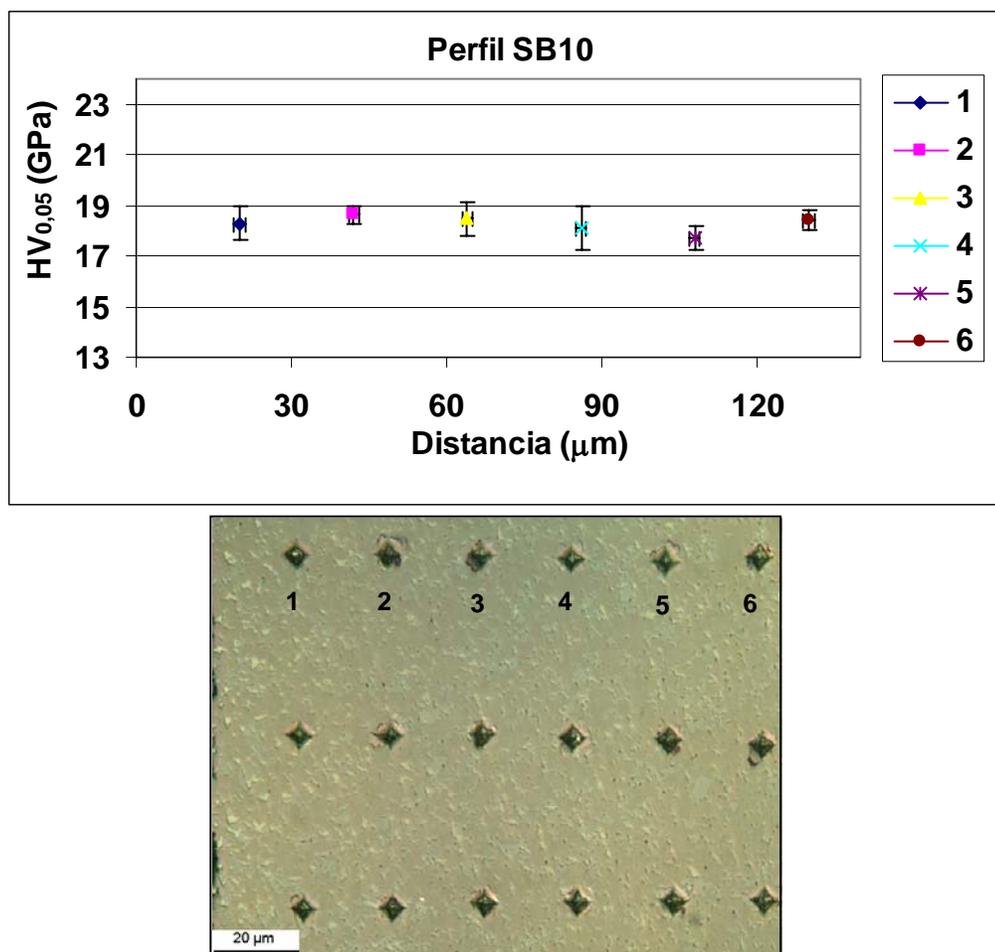


Figura 4.32 Perfil de dureza, obtenido mediante el método de microindentación Vickers en la sección transversal oblicua de una muestra R123C5, junto a la fotomicrografía de algunas impresiones realizadas. Fotomicrografía tomada a 1000x en un microscopio Carl Zeiss. Muestra atacada con solución OPS.

El alto valor de dureza obtenido en el recubrimiento y la poca desviación estándar van acordes con las características del recubrimiento. En este caso, existe un espesor adecuado para realizar indentaciones que expresen la dureza del recubrimiento, y no una dureza compuesta con la zona del material adyacente. También es por ello que en este caso no se agrietan las indentaciones, porque la baquelita no afecta las mediciones, y la uniformidad de la fase permite disminuir el error cometido hasta valores atribuibles a las limitaciones del método. La obtención de un valor inferior en la intercara a los correspondientes en las zonas a sus lados, se podría explicar tanto por la presencia de la capa de TiN del recubrimiento (ver tabla 2.4), como por la de una concentración localizada

de Co, ya que en los análisis por DRX se encontró que existe un ligero aumento de cobalto en la zona de la superficie de la muestra, respecto al resto del material.

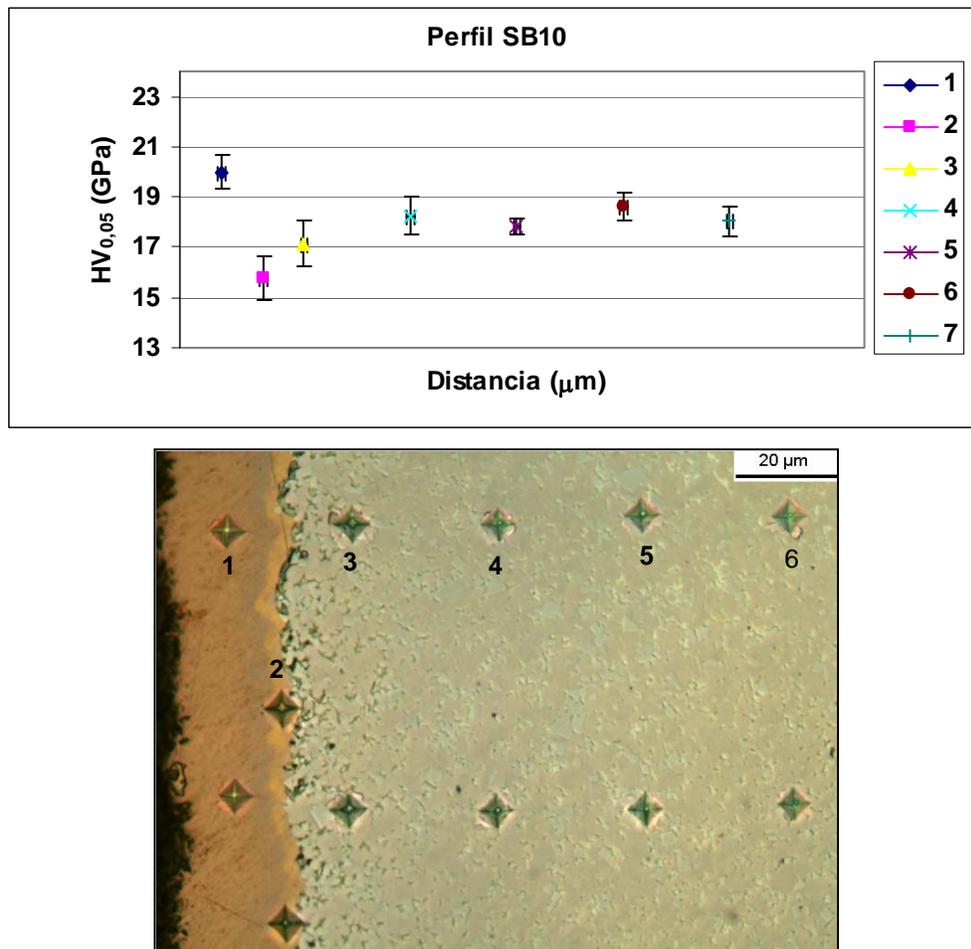


Figura 4.33 Perfil de dureza, obtenido mediante el método de microindentación Vickers en la sección transversal oblicua de una muestra SB10 recubierta, junto a la fotomicrografía de algunas improntas realizadas. Fotomicrografía tomada a 1000x en un microscopio Carl Zeiss. Muestra atacada con solución OPS.

En la Figura 4.34 se presenta el perfil de microdurezas de la muestra SB10C4. Como se puede apreciar claramente, esta capa presenta un espesor suficiente para hacer indentaciones sobre ella, libres de influencias de las zonas cercanas. En este sentido, realizaron dos tipos de indentación en la capa C4 (#1 y #1.1) de esta muestra para corroborar la influencia de las inclusiones de Co en la misma. Las indentaciones #1 son aquellas efectuadas sobre partes de la capa C4 libres de inclusiones visibles de Co y las indentaciones #1.1 son aquellas que se realizaron sobre inclusiones de Co de distinto

tamaño. Como era de esperarse, la indentación #1 presenta valores por encima de los 22 GPa. Las características de estas indentaciones permiten decir que los valores de microdureza obtenidos son representativos de la fase (Ti,Ta,Nb,W)(C,N) estudiada. Se pudo apreciar que los menores valores de dureza en las indentaciones #1.1 se dieron al indentar las inclusiones más grandes de Co (hasta 8 GPa), en cambio, al penetrar regiones con tamaños mínimos de inclusión se obtuvieron valores similares a los alcanzados en las indentaciones #1. En este sentido, las inclusiones de Co en la capa C4 juegan un rol importante en las propiedades de la misma y podrían representar un incremento en la tenacidad de la fase, en comparación con la fase de TiCN de los recubrimientos utilizados convencionalmente, sumados a la característica difusional de la capa C4, que también debería ayudar a mejorar la resistencia en la intercara formada con el cuerpo del material.

La indentación #2 del perfil muestra el amplio rango de valores de microdureza obtenidos en la intercara capa C4/cuerpo del material. No obstante, sigue siendo siempre mayor al valor de dureza la siguiente zona (en el cuerpo del material), a diferencia de la muestra SB10 recubierta, donde la indentación #2 era un mínimo del perfil. La alta variación en la indentación #2 se debe a la característica gradiente del material, en la que se obtienen valores altos de dureza si se indenta sobre una parte de la interfase con alto contenido en carbonitruros y menores valores, si la porción de la interfase presenta suficiente cobalto. Tal como en la muestra R123C4, el cuerpo del material de la muestra con características continuas de la serie SB10 presenta un valor de dureza inferior al de la muestra SB10 convencional, debido a la difusión de los carbonitruros en el cuerpo hacia la superficie. En este caso la diferencia es de ~3 GPa, comparada con 1 GPa en las muestras de la serie R123, y es que la capa C4 de la muestra SB10C4 es mucho más gruesa que la de la muestra R123C4.

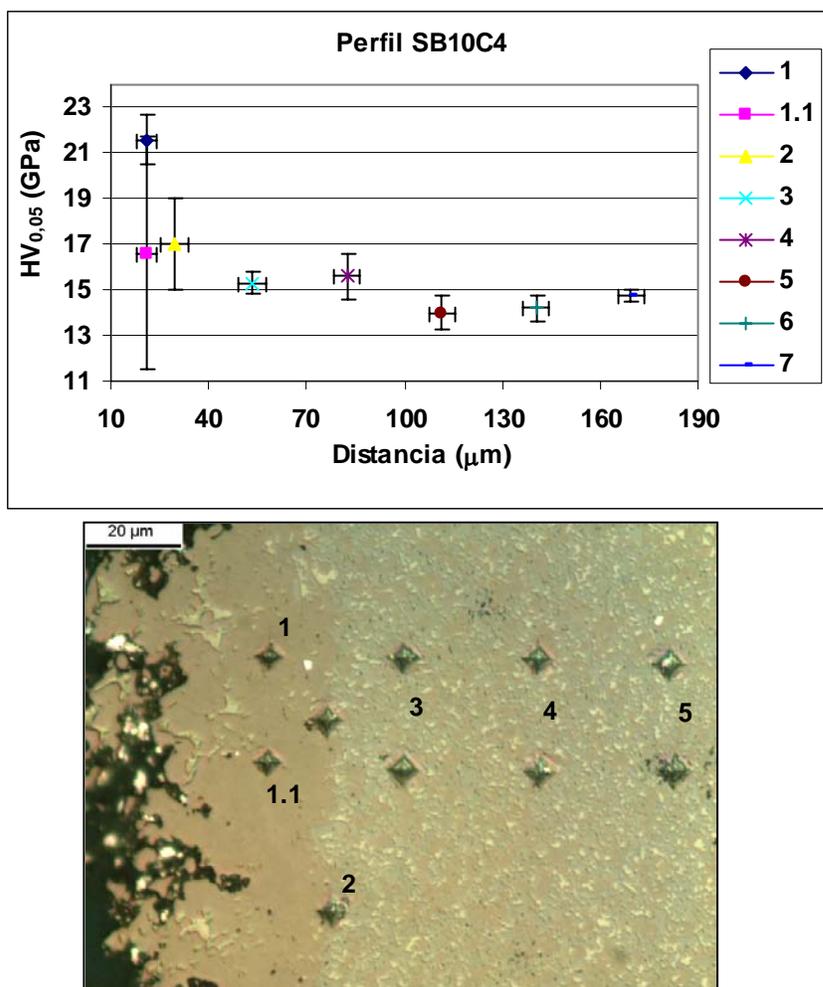


Figura 4.34 Perfil de dureza, obtenido mediante el método de microindentación Vickers en la sección transversal oblicua de una muestra SB10C4 recubierta, junto a la fotomicrografía de algunas improntas realizadas. Fotomicrografía tomada a 1000x en un microscopio Carl Zeiss. Muestra atacada con solución OPS.

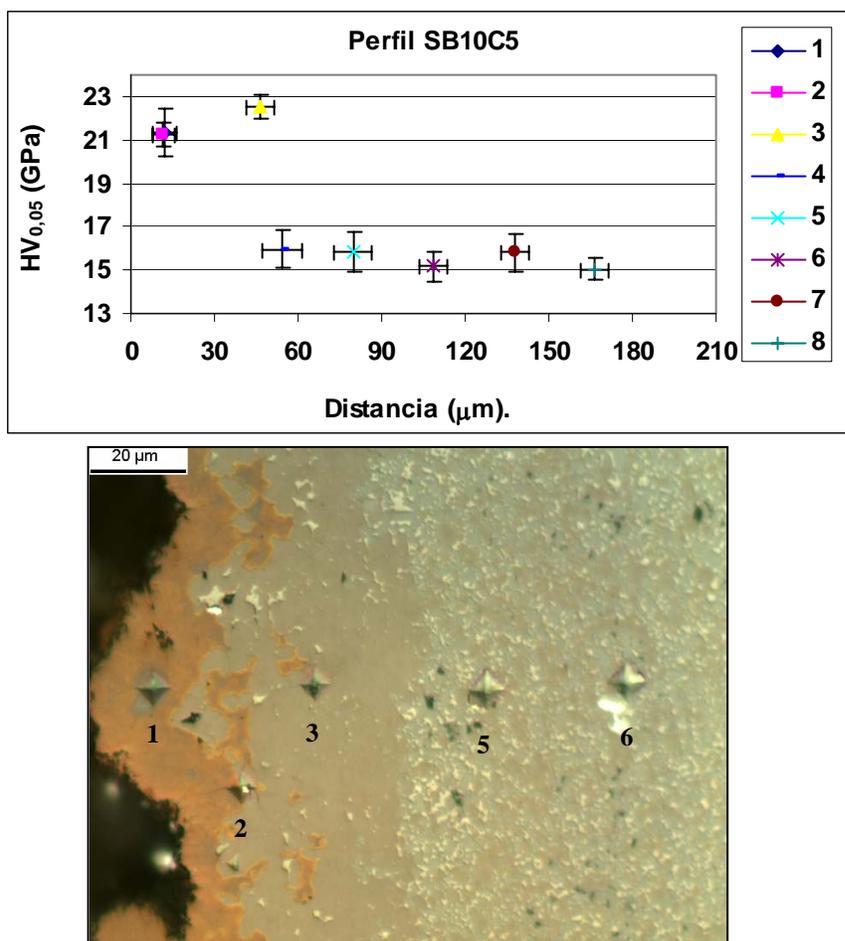


Figura 4.35 Perfil de dureza, obtenido mediante el método de microindentación Vickers en la sección transversal oblicua de una muestra SB10C5 recubierta, junto a la fotomicrografía de algunas improntas realizadas. Fotomicrografía tomada a 1000x en un microscopio Carl Zeiss. Muestra atacada con solución OPS.

Finalmente, el perfil de microdurezas de la muestra SB10C5 se muestra en la Figura 3.35, con características muy similares al de la muestra R123C5: por un lado, las dos primeras indentaciones dentro de la muestra presentan el mismo valor y la #2, una desviación menor que la #1; los valores de dureza de las indentaciones a partir de la intercara capa C4/cuerpo del material son similares a los de la correspondiente muestra con características continuas sin recubrir (SB10C4), aproximándose a los 15 GPa; la dispersión en los valores de distancia es muy alta a partir de la indentación #3, y se mantiene en las indentaciones posteriores, a excepción de la #4. Las diferencias principales se dan en que el valor de dureza en la capa C4 es mayor en la muestra SB10C5 que en las indentaciones #1 y #2 (en la muestra R123C5 era menor) y, como es característico de los insertos para

fresado, el valor mínimo se da al alcanzar el cuerpo del material, no en una capa intermedia.

El recubrimiento de la muestra SB10C5, así como la de la SB10 recubierta, presentó características adecuadas para su caracterización por esta metodología. La diferencia entre ellos consiste en la capa que tienen al lado, en el sentido de que la dureza compuesta obtenida en un caso está afectada por un material de distinta dureza. Es por ello que ambos presentan valores de por encima de los 20 GPa en el recubrimiento, y en el caso de la muestra SB10C5 la dureza promedio es incluso mayor a los 21GPa.

Por otro lado, en esta muestra existe una capa C4 suficientemente amplia para obtener un valor de dureza libre de influencias del cuerpo del material, por lo que se observa un incremento respecto a la indentación en la intercara *recubrimiento/capa C4*, a diferencia de lo que ocurrió en la muestra R123C5, donde se observaba un valor de dureza en la capa C4 disminuido respecto a la intercara de las dos fases duras.

La dispersión en los valores de distancia en las últimas indentaciones de las muestras R123C5 y SB10C5 (y de las muestras R123C4 y SB10C4, pero en menor medida) se dan debido a un error sistemático que se acarrea desde la indentación #3, en la capa C4. La alta variación en el espesor de la capa C4 de estas muestras es amplificada por el ángulo de corte de la muestra, y la necesidad de encontrar un lugar libre de inclusiones de Co obliga a variar la distancia de cada repetición de la indentación #3 respecto a la superficie. El recubrimiento sobre la capa C4 también pronuncia la variación en los valores de distancia de las improntas #3 respecto de la superficie. Como un criterio para distanciar las indentaciones sistemáticamente, se utiliza la indentación #3 como punto de partida y luego se disponen las indentaciones posteriores a distancias constantes sobre una línea perpendicular a la superficie, en dirección al centro del material, a excepción de la indentación #4, que la mayoría de las veces no puede disponerse en la misma línea porque no permitiría el distanciamiento mínimo entre dos indentaciones consecutivas (ver fotomicrografías de las Figuras 4.31 y 4.35). Como resultado se obtiene el mismo error en las indentaciones #3, 5, 6, 7 y 8.

En el Apéndice F se encuentran los datos correspondientes a los perfiles realizados en otras 7 muestras (de la serie R122, para torneado, y EB30, para fresado), como otros ejemplos de la aplicación de la metodología presentada para la medición de perfiles de dureza de insertos para herramientas de corte.

Como primera propuesta a emplear, se ha demostrado que la metodología escogida para evaluar los perfiles de dureza a distintas profundidades de las muestras estudiadas es de utilidad. Sin embargo, una manera para evitar la presencia de estos errores sistemáticos podría ser tomar la intercara con el cuerpo del material (dependiendo de la muestra, esta intercara será con la capa C4, con el recubrimiento o, simplemente, con la baquelita) como punto de partida de distancia, y que los valores en dirección al centro del material crezcan positivamente y los valores hacia la superficie crezcan en sentido contrario. De esta forma, las variaciones de distancia en las distintas repeticiones de una misma indentación se darían en la superficie, reflejando mejor la realidad de la muestra, en cambio de ser reflejados hacia el centro del material, en el cual existe una uniformidad en la disposición de las distintas zonas gradientes. Por otro lado, la presente metodología se ha hallado con el problema de no poder caracterizar la dureza del recubrimiento con un valor libre de influencias. Sería adecuado evaluar muestras con recubrimientos suficientemente espesos para caracterizarlo y luego encontrar relaciones de dureza compuesta que permitieran predecir su dureza en recubrimientos con espesores menores, que son los que se utilizan industrialmente para la elaboración de los insertos reales.

4.7 Perfiles de nanodureza

En general, los perfiles obtenidos mediante los ensayos de nanodureza se corresponden muy bien con los reportados por la microdureza, como se puede observar en el Apéndice G, sin embargo existen varias diferencias, inherentes a cada método de ensayo. Las fotomicrografías colocadas debajo de cada perfil de nanodureza son sólo demostrativas de las zonas indentadas, mas no son las muestras utilizadas para las mediciones, ya que

fueron reveladas por medio de una solución Murakami y las muestras indentadas fueron atacadas con solución OPS.

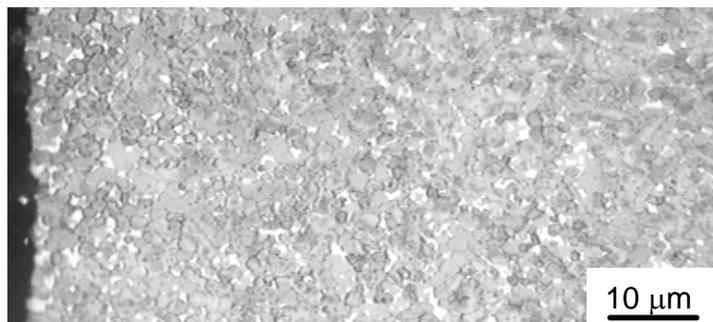
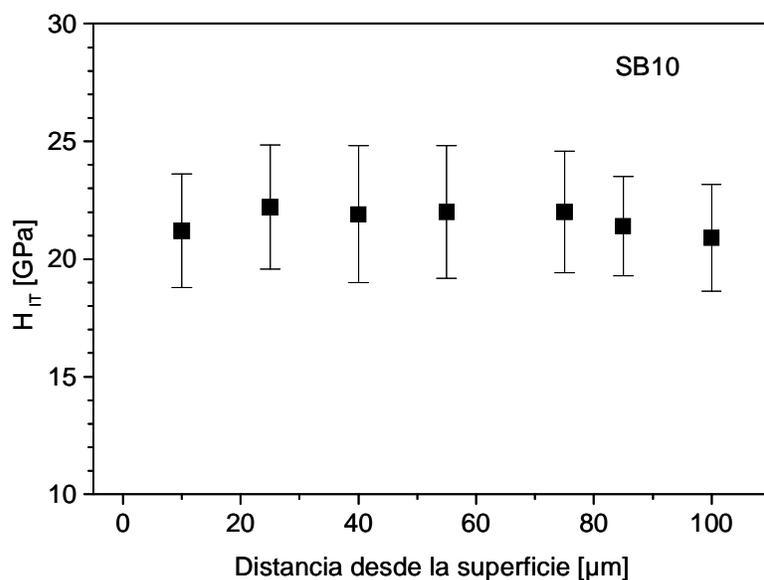


Figura 4.36 Perfil de dureza, obtenido mediante el método de nanoindentación Berkovich en la sección transversal de una muestra SB10, junto a su la fotomicrografía. Fotomicrografía tomada a 1000x en un microscopio Leitz. Muestra atacada con solución Murakami.

Se explicó con anterioridad que las características heterogéneas de las fases presentes en los cuerpos de los metales duros estudiados, obligan a efectuar un número de repeticiones adecuado para obtener valores representativos de una medición. También es bien sabido que conforme la profundidad de indentación disminuye, la zona plástica ocupa un menor volumen. Valores tan altos de desviación estándar como 3,5 GPa son consecuencia de ello, reflejando que distintas indentaciones en una misma zona pueden reflejar la alta diferencia de dureza entre sus distintas fases. Es por ello que en los ensayos

de nanodureza se necesitó de 10 repeticiones por indentación para obtener valores medios representativos. Como ejemplo puede verse el perfil de nanodurezas de la muestra SB10, en la Figura 4.36.

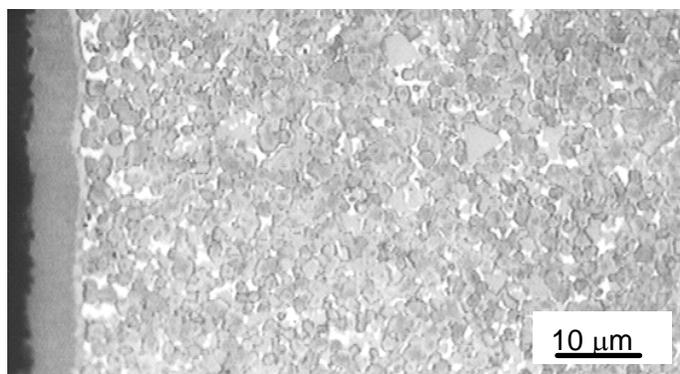
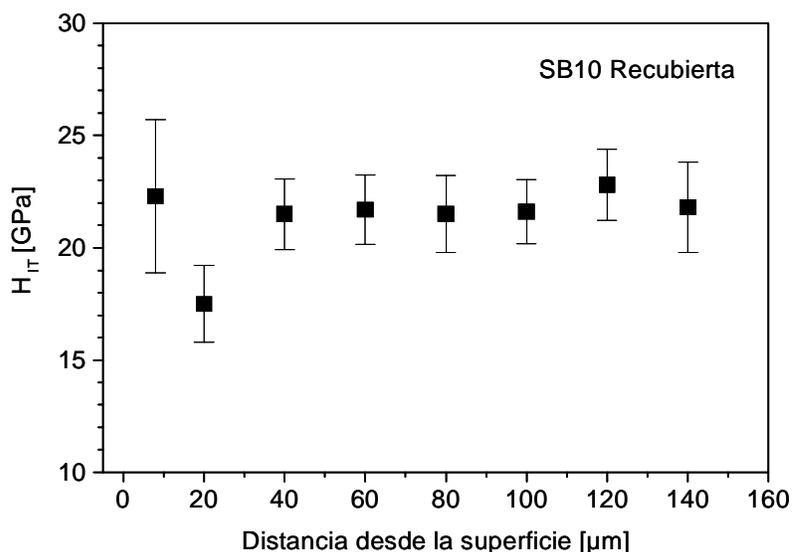


Figura 4.37 Perfil de dureza, obtenido mediante el método de nanoindentación Berkovich en la sección transversal de una muestra SB10 recubierta, junto a su la fotomicrografía. Fotomicrografía tomada a 1000x en un microscopio Leitz. Muestra atacada con solución Murakami.

Por un lado, a pesar de que la nanodureza permite evaluar más específicamente una fase si se indenta certeramente, la baja resolución del sistema óptico del nanoindentador no permitió suficiente precisión en las delgadas capas duras externas. Incluso indentaciones correspondientes a fases uniformes como el recubrimiento de TiCN de la muestra SB10 recubierta presentó errores que no corresponden a este tipo de fase (Figura 4.37) al utilizar una profundidad de indentación tan pequeña ($0,5 \mu\text{m}$), lo que indica que es difícil localizar

las 10 repeticiones de una indentación en posiciones adecuadas dentro del recubrimiento. Esto se constata con el hecho de que las 6 indentaciones correspondientes al sustrato presenten valores tan altos como el recubrimiento y con errores significativamente menores, cuando se supone que es el sustrato el que presenta una heterogeneidad microestructural capaz de hacer variar los valores dentro de una misma indentación (ver Figura 4.36).

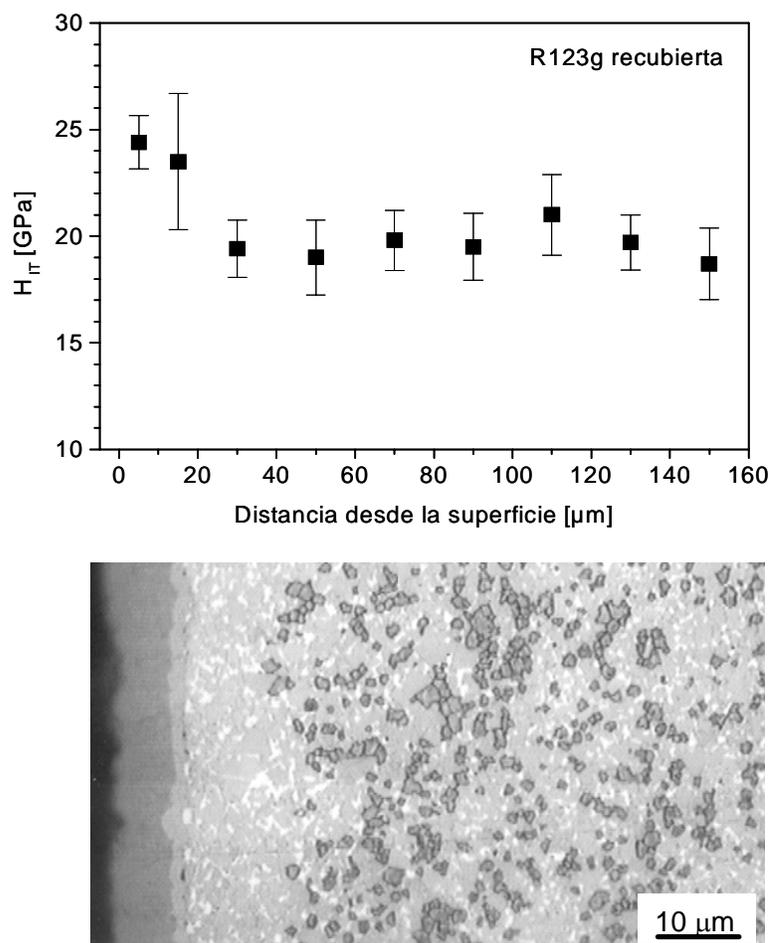


Figura 4.38 Perfil de dureza, obtenido mediante el método de nanoindentación Berkovich en la sección transversal de una muestra R123g recubierta, junto a su la fotomicrografía. Fotomicrografía tomada a 1000x en un microscopio Leitz. Muestra atacada con solución Murakami.

En la Figura 4.38 puede observarse un valor de dureza más representativo en el recubrimiento, puesto que presenta un error aceptable. Según este valor, la dureza del recubrimiento de TiCN por CVD es de $24,5 \pm 1$ GPa. Los valores de nanodureza se

muestran mayores a sus equivalentes valores de microdureza debido a la forma en que son calculados (según norma EN ISO 14577-1), en la que la recuperación elástica juega un papel importante. Como la profundidad de indentación en la nanodureza disminuye en un orden de magnitud respecto a la microdureza, la recuperación elástica en la última es siempre menor, obteniéndose valores también menores al evaluar la microdureza del mismo material (ver Figura 2.23). Si se utiliza la Figura 2.23 como referencia (elaborada por el mismo operario y en el mismo equipo que el actual trabajo^[47]), los $24,5 \pm 1$ GPa de dureza en el recubrimiento de TiCN medidos por el método de nanodureza serían equivalentes a $\sim 21,5 \pm 1$ GPa de dureza, medidos por microdureza. En la Figura 4.33 se muestra un valor de 20 ± 1 GPa en el recubrimiento, lo que está en muy buen acuerdo con el valor estimado por nanodureza. En este sentido, se muestra que la metodología de estudio de perfiles por microdureza utilizada es aplicable, tomando en cuenta que la posible influencia que tienen las zonas adyacentes a la evaluada se dará en mayor o menor medida, dependiendo de las condiciones que presente dicha zona.

El perfil de nanodureza de la muestra SB10C5, mostrado en la Figura 4.39, muestra el valor de dureza en la capa C4 mayor que en el recubrimiento, al igual que lo hace su respectivo perfil de microdureza en la Figura 4.35. A su vez, ese valor se muestra mayor al obtenido para la misma capa en la muestra SB10C4. Investigaciones en recubrimientos de TiCN por CVD han mostrado que estos recubrimientos presentan un estado de esfuerzos residuales de tensión, y que éste influye en los valores de dureza, disminuyéndolos respecto al mismo material libre de esfuerzos o en estado de compresión (como recubrimientos por PVD^[57]). Se determinó en la sección 4.3.2 que esta capa presenta esfuerzos internos de tensión. Es posible que el proceso de recubrimiento, que se lleva a cabo a 1000°C durante ~ 6 horas, hiciera las veces de tratamiento térmico de alivio de tensiones en la capa C4. Incluso sería posible que la diferencia de coeficientes de expansión térmica entre el recubrimiento y la capa C4 invirtieran el signo en el estado de esfuerzos residuales de ésta (según la Ecuación 4), pero habría que determinar si esta diferencia de coeficientes de expansión es positiva o negativa. Si ése fuera el caso, que podría corroborarse si se analizara por DFX el estado de esfuerzos de la capa C4 de la muestra SB10C5, sería lógico

que una capa C4 libre de esfuerzos reflejara una dureza mayor que la misma capa en estado de tensión.

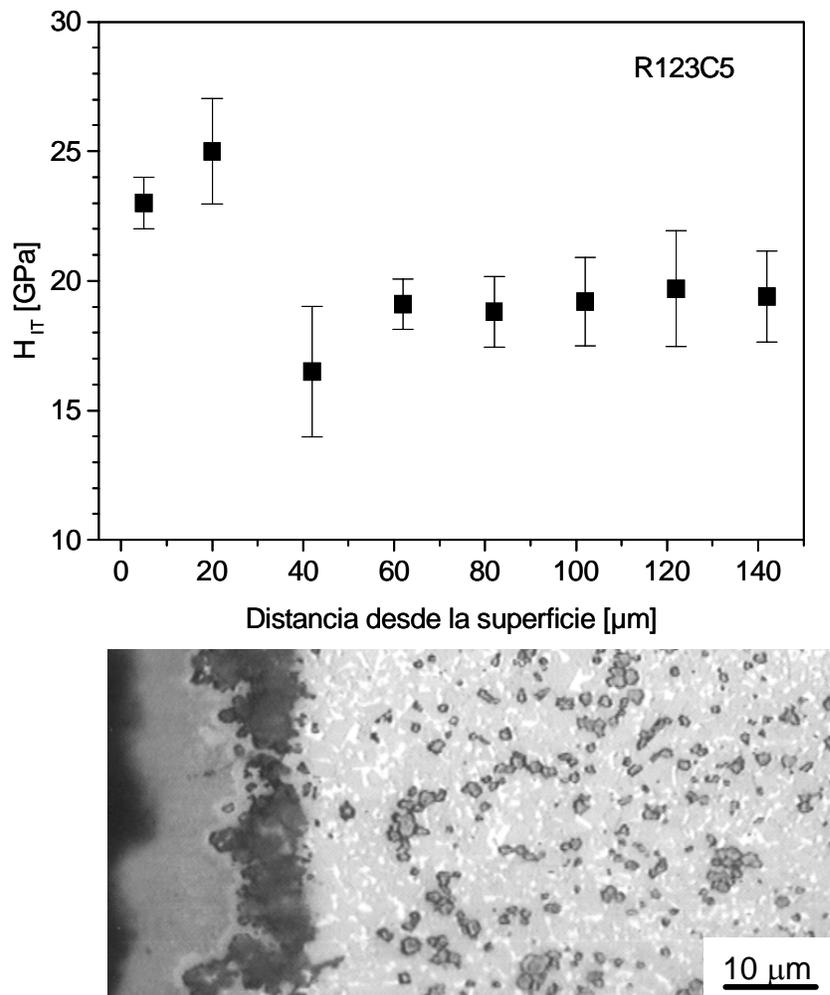


Figura 4.39 Perfil de dureza, obtenido mediante el método de nanoindentación Berkovich en la sección transversal de una muestra R123C5, junto a su la fotomicrografía. Fotomicrografía tomada a 1000x en un microscopio Leitz. Muestra atacada con solución Murakami.

4.8 Ensayos de corte

Los ensayos estándar para observar el comportamiento ante el desgaste de materiales estuvieron limitados por la geometría que presentan los insertos para herramienta estudiados (ver Figura 3.2). Por este motivo se llevaron a cabo 2 ensayos de corte continuo para ilustrar la resistencia al desgaste de los carburos cementados

funcionales gradientes respecto a los convencionales. Las muestras escogidas para la comparación fueron la R123g y la R123C4, correspondientes a la serie R123, para torneado.

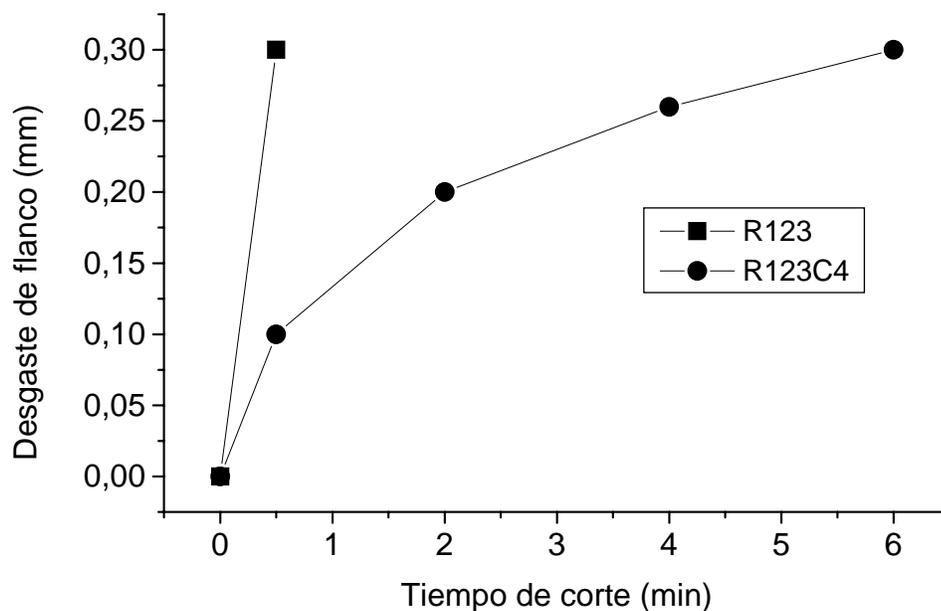


Figura 4.40 Comparación entre resultados de ensayos de corte (torneado) de las muestras R123 y R123C4.

Las curvas presentes en la Figura 4.40 muestran cómo la vida del inserto R123g termina apenas después de 0,35 min, mientras que la muestra R123C4 alcanza los 0,3 mm de desgaste de flanco a los 6 minutos. De esta forma, la vida útil de la herramienta se puede incrementar hasta 17 veces en aplicaciones de torneado. Esta mejora significativa se da gracias a la presencia de la dura capa C4, de manera equivalente a como actúan los recubrimientos de TiCN que se usan en la actualidad^[59], debido a que todas las características favorables (de tenacidad) que presenta la muestra R123 se mantienen por debajo de la capa C4 de la R123C4, adquiriéndose de manera gradual hacia la profundidad de la muestra.

CAPITULO II

FUNDAMENTO TEÓRICO

2.1 Carburo cementado

Los metales duros, cermets y carburos sinterizados pertenecen al grupo de los carburos cementados. Estos materiales son empleados para el maquinado de acero, fundiciones, aceros inoxidable, madera, plásticos y compuestos con matrices metálicas, entre otros. Los primeros carburos cementados fueron desarrollados en paralelo en Alemania, Suecia, Estados Unidos y Austria durante la década de los treinta. Las primeras patentes sobre metales duros fueron otorgadas a la compañía alemana “Osram Studiengesellschaft” en 1923 para la producción de filamentos resistentes al calor para bombillos de luz. En 1927 Friedrich Krupp Company (Alemania) lanzó al mercado los primeros metales duros para operaciones de corte, compuestos de carburo de tungsteno y cobalto (WC-Co) con el nombre WIDIA (WIE DIAMant = duros como el diamante). Inicialmente fueron empleados como materiales resistentes al desgaste pero no trabajaban mucho mejor que los aceros rápidos convencionales en las operaciones de corte de metales. El gran avance en la tecnología de corte se alcanzó en 1929 con la adición de carburo de titanio (TiC) a la composición básica de WC-Co. Desde entonces herramientas de corte de carburo cementado con distintas composiciones y métodos de manufactura, han sido desarrolladas y comercializadas para un amplio rango de aplicaciones^[1-2, 11].

2.1.1 Metal duro y cermet

Los metales duros son materiales compuestos con uno o más componentes duros, relativamente frágiles (WC, TiC, TaC, NbC), sumidos en un enlazante metálico dúctil (Co, Fe, Ni), los cuales son producidos por medio de técnicas de pulvimetalurgia, como se

esquematiza en la Figura 2.1. Los carburos aportan la dureza y el enlazante metálico le imparte tenacidad al compuesto sin detrimento de la dureza proporcionada por los carburos. Hoy en día los metales duros convencionales tipo (Ti,W)C están compuestos básicamente por WC con pocas cantidades de TiC, (Ta,Nb)C y Co. Su microestructura está caracterizada por la presencia de WC en su forma hexagonal^[7].

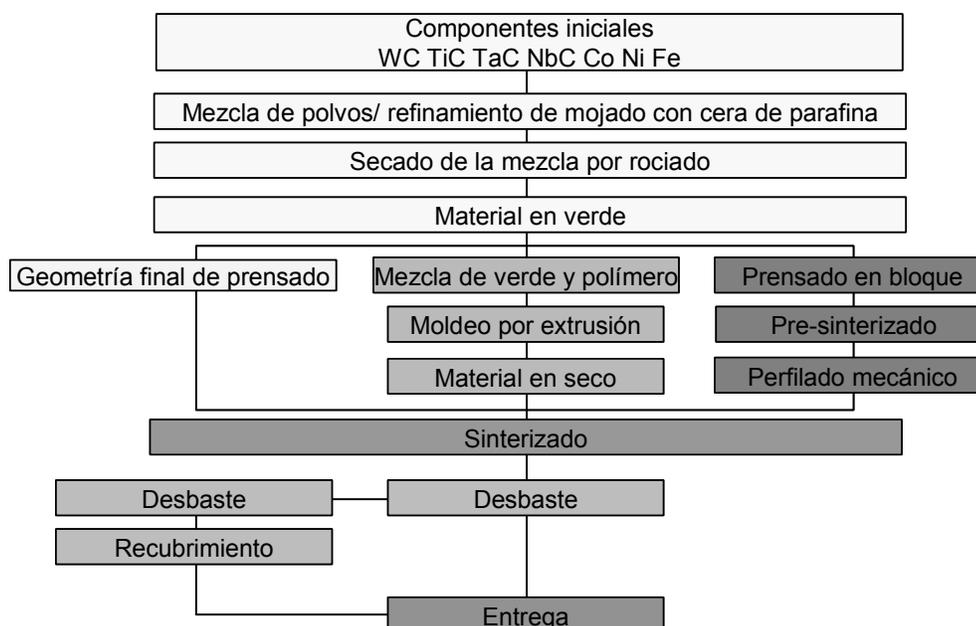


Figura 2.1 Esquema de producción de piezas de carburo cementado por procesos de pulvimetalurgia^[12].

El término cermet (cer: cerámico; met: metal) nace a partir de la conformación de un material compuesto que contiene componentes “cerámicos” (mayoritariamente TiCN), que están sumidos en un enlazante “metálico” principalmente formado por Ni, Co o mezclas de ambos. Las diferencias principales entre los metales duros y los cermets son los altos contenidos de TiC (componente principal), los contenidos menores de WC en la formulación inicial, el uso de Ni (así como Fe y Mo) como fase enlazante y la adición de nitrógeno en forma de TiN o TiCN en el cermet^[1]. La microestructura de los cermets sinterizados con enlazante en fase líquida, presenta granos de una única fase cúbica dura del tipo fcc (cúbica centrada en las caras) y granos hexagonales de WC incorporados en una matriz de fase enlazante. Los granos de la fase dura se muestran con la típica estructura del tipo “core-rim” (núcleo-borde). Al utilizarse materiales no aleados en la composición

inicial los núcleos contienen TiN y los elementos más pesados, como el Mo, W, Ta y Nb, se encuentran sólo en los bordes. Al utilizar materiales pre-aleados en la formulación inicial, como (Ti,Mo)C, (Ti,W)C o (Ti,Ta, Nb, W)C, los núcleos también pueden contener elementos pesados rodeados por bordes de TiN^[13] (ver Figura 2.2).

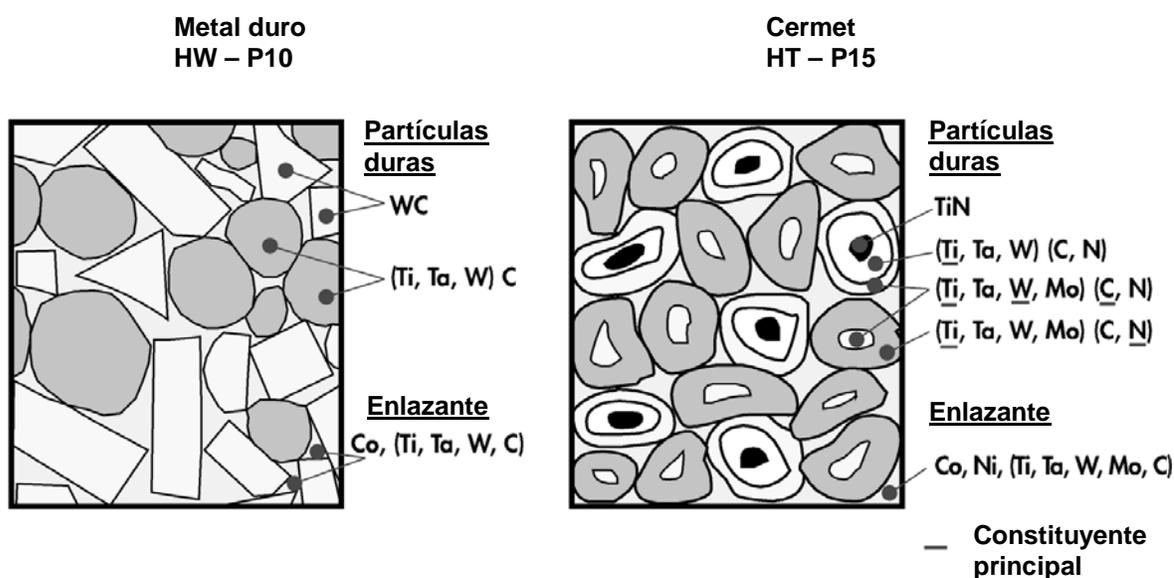


Figura 2.2 Esquema representando las diferencias microestructurales entre un metal duro y un cermet^[13].

2.1.2 Características microestructurales

Hoy en día, la clasificación de los carburos cementados convencionales se da generalmente según su composición o según el tamaño de grano de los carburos que los conforman. A pesar de que en la actualidad existe un amplio número de elementos que sirven de fase enlazante, el cobalto es el más ampliamente utilizado. En este sentido, dependiendo del área de utilidad, los carburos cementados pueden variar en su contenido de cobalto de 3 a 50%^[14,15], y en el área de herramientas de corte existen carburos cementados que varían su contenido en cobalto de 3 a 20% en peso^[16], según su aplicación. Por otro lado, el tamaño de grano del carburo puede variar desde <0,1 μm hasta 8 μm , clasificándose según la Tabla 2.1.

Tabla 2.1 Clasificación de carburos cementados según su tamaño de grano^[17].

Nano (μm)	Super- ultrafino (μm)	Ultra fino (μm)	Sub-micro (μm)	Fino (μm)	Medio (μm)	Grueso (μm)	Muy grueso (μm)
<0,1	0,1-0,3	0,35-0,43	0,5-0,6	0,8-0,95	1,5-2	2-2,5	3-8

En la actualidad, los metales duros generalmente poseen adiciones de carburos, nitruros o carbonitruros de metales de transición en su formulación inicial, además del carburo de tungsteno (WC), entre los cuales se destacan los de titanio (TiC, TiN o TiCN), los de tántalo y los de niobio. Éstos últimos suelen ir siempre juntos, en forma de carburo de tántalo y niobio (Ta,Nb)C, ya que los carburos y nitruros simples de estos elementos presentan propiedades muy similares. El niobio es menos costoso que el tántalo, sin embargo, se ha encontrado que el Nb desmejora las propiedades de los carburos cementados, si se substituye completamente por el Ta, por lo que sólo un máximo de 30% se utiliza respecto al contenido de Ta.

En vista de la gran cantidad de elementos que interactúan en los carburos cementados, los estudios de equilibrio de fase están mayoritariamente fundamentados en los diagramas binarios y terciarios de los elementos, de sus carburos y nitruros, y de los carbonitruros complejos que se forman, aunque estudios sobre sistemas como el WC-TiC-Co son escasos. Ejemplos de los sistemas estudiados se dan en las Figuras 2.3 y 2.4.

En el diagrama binario Co-WC de la Figura 2.3 puede apreciarse que el WC (de estructura hexagonal compacta, hcp) estabiliza la fase β (fcc) del cobalto a temperatura ambiente. Además, el Co presenta un estado de esfuerzos de tensión triaxial que impide el cambio de fase a Co^{bcc} , que es la fase estable a temperatura ambiente. También puede observarse la presencia de una fase η en el diagrama, la que se halla en carburos cementados sólo si ocurre una descarburización del WC; con grados de descarburización altos, también puede hallarse W_2C en la estructura. La fase η tiene la desventaja de ser muy frágil, disminuyendo la tenacidad del carburo cementado, por lo que el control de los parámetros de sinterización (temperatura, formulación inicial y atmósfera, especialmente)

es crucial para la obtención de un material de calidad^[18]. Por otro lado, en la Figura 2.4 se observa el diagrama pseudoternario de las fases TiC-TaC-WC, donde se forma una fase fcc de carburos (o carbonitruros) de Ti, Ta y W (también de Nb, si lo hubiera) por encima de la temperatura eutéctica del diagrama Co-WC de la Figura 2.3. Los nitruros y carbonitruros de Ti, Ta y Nb tienen solubilidad completa entre sí y, aunque la afinidad del W por el nitrógeno es muy baja, el tungsteno presenta ~50% de solubilidad en TiC^[1,2,6]. En la Tabla 2.2 se puede notar el aumento en la solubilidad de los carburos de Ti, Ta, Nb y W en cobalto líquido al incrementar la temperatura.

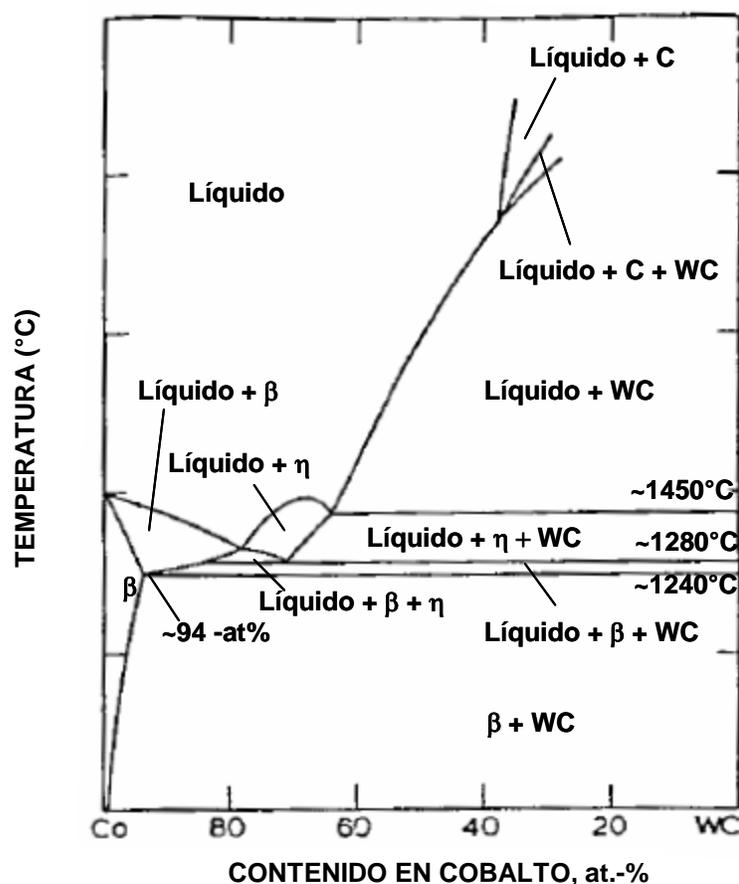


Figura 2.3 Diagrama binario Co-WC, mostrando la solubilidad ~50% del WC en el Co a 1500°C^[7].

Debido a la completa solubilidad que tienen los carburos y nitruros de los elementos de transición ya mencionados, muchas veces la variación del parámetro de red a puede expresarse como función, algunas veces lineal, del contenido atómico de los constituyentes

del carburo, nitruro o carbonitruro complejo. La relación lineal que se da entre el TiC y TiN se ilustra en la Figura 2.5(a)^[19]. En estos casos, las variaciones no son muy altas, como es de esperarse, por el cumplimiento de las reglas de solubilidad de Hume-Rothery. Por otro lado, la parte (b) de la Figura 2.5 muestra un ejemplo de relaciones no lineales, donde el parámetro de red del $(\text{Ti,W})\text{C}_{1-x}$ muestra un decrecimiento acelerado conforme se acerca a los valores del carburo cúbico $\alpha\text{-WC}_{1-x}$. También se han realizado estudios experimentales de la influencia que tiene la variación del átomo no metálico dentro de un mismo carburo, cuyos ejemplos se dan en la Figura 2.6 para el TiC y TaC. Los parámetros de red de los principales carburos y nitruros se encuentran en la Tabla 2.3.

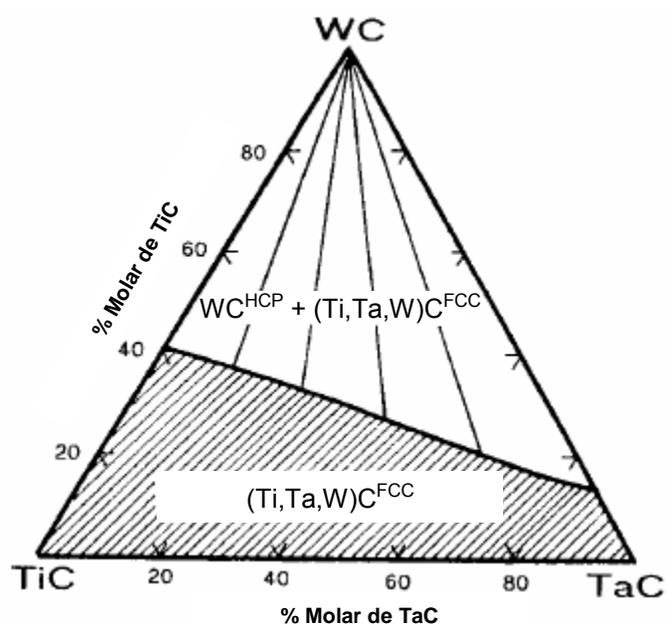


Figura 2.4 Sección isotérmica (a 1450°C) del diagrama pseudoternario TiC-TaC-WC^[1].

Tabla 2.2 Solubilidad de carburos y nitruros en cobalto a distintas temperaturas.

	1400°C ^[6]	1250°C ^[7]
Solubilidad en Co [wt%]		
TiC	10	1
TiN	<0.5	-
WC	39	22
NbC	8.5	5
TaC	6.3	3

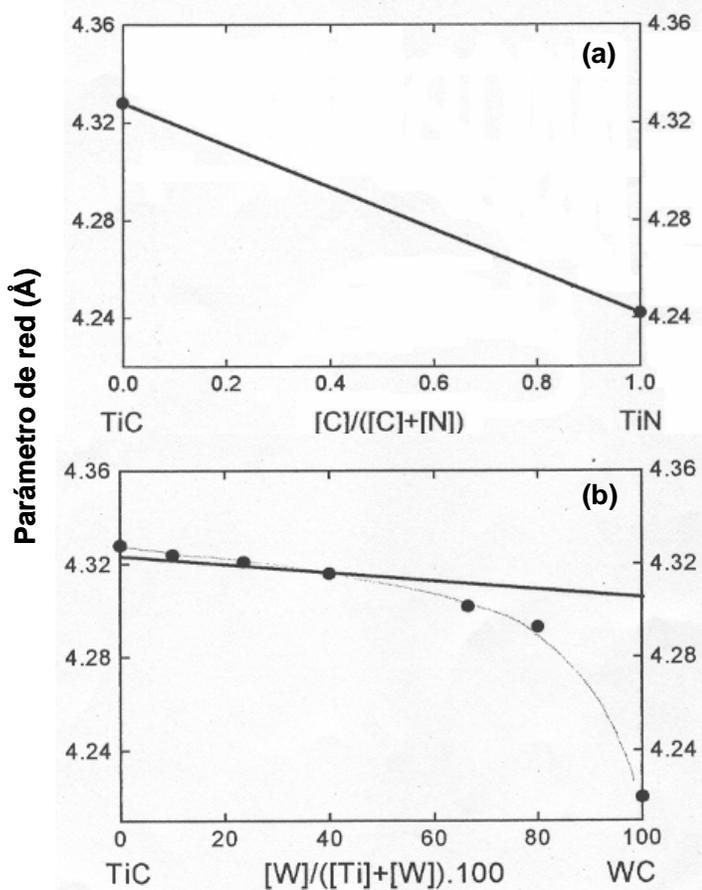


Figura 2.5 Variación del parámetro de red como función de (a) Contenido de carbono en $\text{TiCN}^{[19]}$ y (b) contenido de tungsteno en $(\text{W,Ti})\text{C}^{[20]}$.

Tabla 2.3 Parámetros de red de los carburos principales para metales duros^[21].

Parámetro de Red (nm)	TiC	TaC	WC	NbC	TiN	TaN	NbN	Co
a	0,4328	0,445	0,2906	0,4455	0,4242	0,4238	0,4392	0,35447
c	-	-	0,2837	-	-	-	-	-

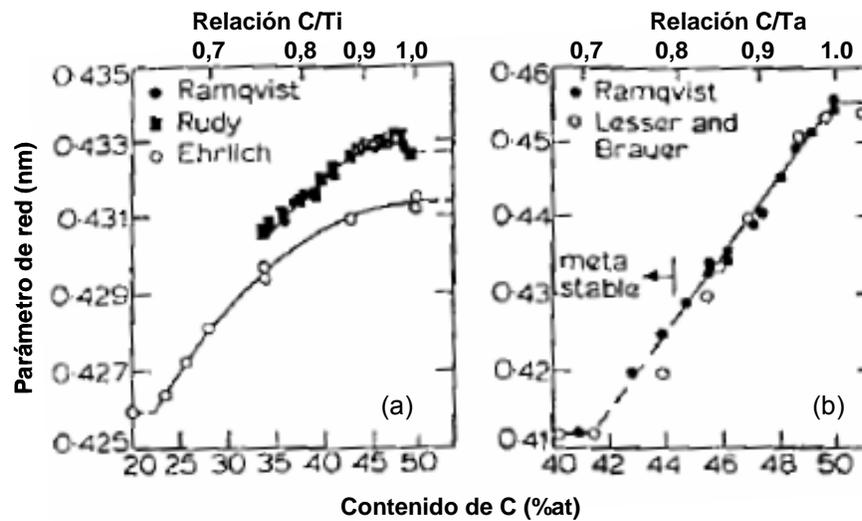


Figura 2.6 Variación del parámetro de red como función del contenido de carbono en (a) TiC y (b) TaC^[7].

2.1.3 Propiedades mecánicas

Entre las propiedades que poseen los carburos cementados, se encuentran:

- La resistencia a la fractura transversal, que permite medir la resistencia del carburo cementado a esfuerzos de tensión, tiene una relación directa con el contenido de carburos, e inversa con el tamaño de grano del WC (ver Figura 2.7).
- La dureza, que determina la capacidad de corte de la herramienta, también se ve incrementada con la cantidad de carburos duros (como el TiC) presentes en la superficie, la disminución en su tamaño de grano y la disminución en la cantidad de cobalto, tal como se aprecia en la Figura 2.8. Usualmente se mide por indentación Vickers.
- La tenacidad a fractura, como muestran las Figuras 2.7 y 2.9 también está íntimamente ligada a la microestructura, y ha demostrado presentar una relación lineal e inversamente proporcional con la dureza, según la ecuación

$$H_v = -mK_{IC} + c \quad (1)$$

donde m y c son constantes positivas, y también suele ser evaluado con el método Palmqvist, por indentación Vickers^[15].

- La resistencia al desgaste, íntimamente ligada a la dureza de la superficie, a la rugosidad y al coeficiente de fricción de la misma, por lo que se usa el TiN en recubrimientos.
- Propiedades a alta temperatura, como la dureza en caliente (mejorada por adiciones de TaC), la resistencia a la oxidación y a la corrosión (inercia química), que adquieren una importancia significativa por las altas temperaturas alcanzadas en el contacto de herramientas de corte (por el coeficiente de fricción).

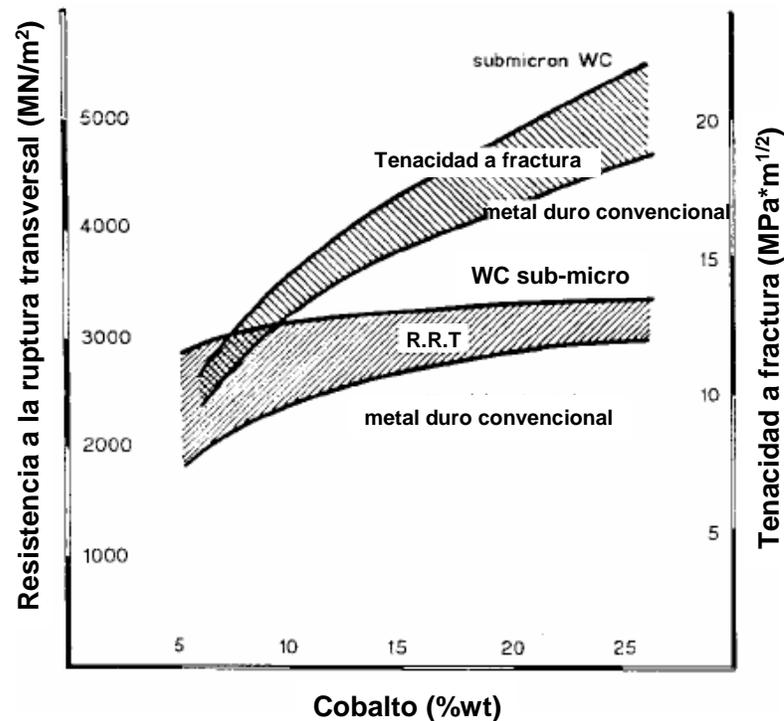


Figura 2.7 Resistencia a la fractura transversal y tenacidad de fractura de metales duros como función del contenido de cobalto y el tamaño de grano del carburo de tungsteno^[1].

De todas éstas, las que determinan las características principales en herramientas de corte son la dureza, la tenacidad y la resistencia al desgaste^[22]. Por otro lado, la gran facilidad y flexibilidad de determinación de dureza, así como la gran relación que tiene con las demás propiedades, la hacen un factor crucial en la evaluación de carburos cementados y el control de calidad de herramientas de corte. Sin embargo, precisamente la flexibilidad con la que se puede llevar a cabo, ha propiciado la falta de estandarización de una metodología que permita comparar valores, debido a que las mediciones son hechas en distintas condiciones. En la Tabla 2.4 se presenta una recopilación de propiedades de los principales constituyentes de los carburos cementados^[23].

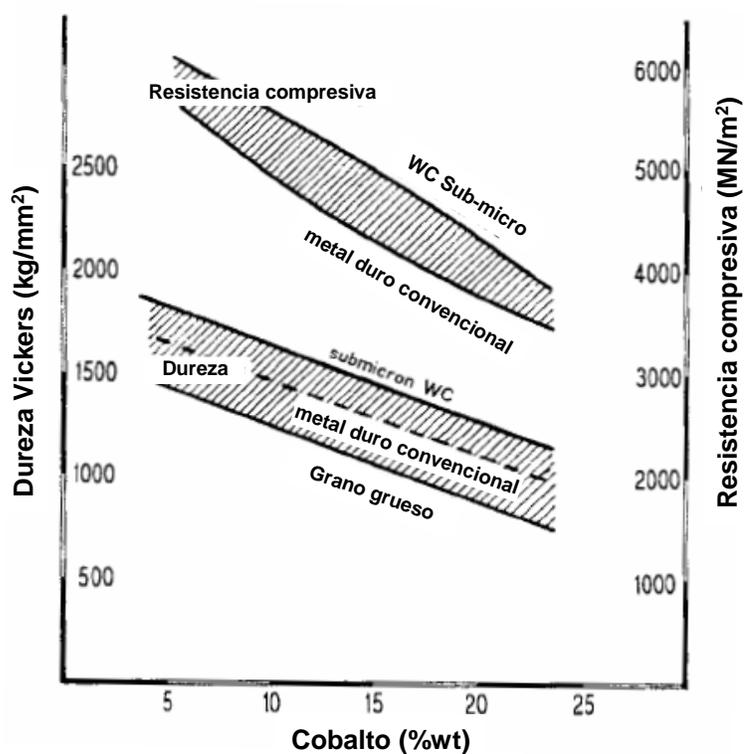


Figura 2.8 Dureza Vickers y resistencia a compresión de metales duros como función del contenido de cobalto y el tamaño de grano del carburo de tungsteno^[1].

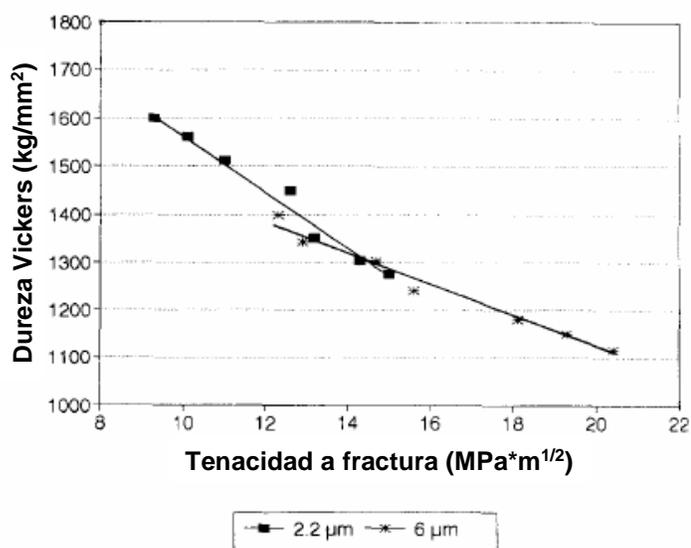


Figura 2.9 Variación Dureza Vickers con respecto a la tenacidad de fractura y al tamaño de grano en el carburo de tungsteno de metales duros^[15].

Tabla 2.4 Propiedades de las fases duras presentes en la formulación inicial de carburos cementados y en recubrimientos de la misma naturaleza química (distintos autores)^[19,23].

	a/c (nm)	δ (gcm ⁻³)	T _f (°C)	α (10 ⁻⁶ K ⁻¹)	C (Wm ⁻¹ K ⁻¹)	H (kJmol ⁻¹)	E (GPa)	HV (GPa)
WC	0,29058 /0,28365	15,72	2776	3,9	19	-	6,9286	23
	0,29 /0,28	15,7	2600	5,2-7,3	121,42	35,2	7,2	20,384
	0,2906 /0,2837	15,72	2776	5,2-7,3	29,3	40,5	7	22,54
TiC	0,4328	4,93	3067	8,5	28,9	-	4,41	28
	0,433	4,93	3067	7,42	20,93	183,8	4	31,36
	0,429- 0,433	4,94	3150	7,4	17-23,5	179,6	3,22	31,36
TaC	0,4455	14,48	3985	6,3	22,1	-	2,842	16
	0,44	14,5	3780	6,29	22,19	161,2	2,9	17,542
	0,4454	14,65	3877	6,04	22,19	159,5	2,91	14,602
NbC	0,447	7,78	3610	6,6	270	-	3,332	18
	0,45	7,78	3490	6,65	14,24	139,8	3,4	23,52
	0,4471	7,51-7,82	3600	6,2	11,25	140,7	2,76- 3,45	19,6
TiN	0,4242	5,39	3050	9,9	29	-	4,116	17
	0,423	5,21	2950	9,35	29,31	336,6	2,5	24,01
	0,4238	5,21	2950	9,4	28,9	303,1	5,9	23,52

TaN	0,4238	15,9	descomp.	8	-	-	-	32
	-	-	-	-	-	-	-	0
	-	-	-	-	-	-	-	0
NbN	0,4392	8,16	descomp.	10,2	3,8	-	3,528	11
	0,44	8,3	2300	10,1	2,93-4,61	237,8	-	13,426
	.439	8,26-8,4	2300	10,1	3,74	237,8	-	13,72

2.2 Mejoras en las herramientas de corte

Los desarrollos principales en el campo de las herramientas de corte se enfocan en adquirir propiedades adecuadas para altas velocidades de maquinado, altas velocidades de alimentación, larga vida de servicio y costos de producción reducidos. En general, para mejorar el desempeño de un inserto de corte las propiedades deseadas deberían ser las siguientes:

- Una superficie resistente al desgaste con alta resistencia al delaminado.
- Elevada dureza en caliente y alta resistencia al choque térmico y mecánico.
- Un núcleo suficientemente tenaz para evitar la propagación de grietas.
- Una superficie químicamente inerte y estable (resistencia termomecánica contra el aire, agentes refrigerantes y el material de la pieza a ser trabajada).
- Bajos costos de producción, confiabilidad, etc.

En años recientes se ha dado una innovación dramática mediante la introducción de recubrimientos refractarios duros para incrementar las velocidades y vida de corte, y así mejorar las condiciones de servicio. Mediante procesos de recubrimiento como el de la deposición química en fase vapor (CVD) o deposición física en fase vapor (PVD), recubrimientos duros refractarios como TiC, TiN, ZrO₂, Al₂O₃, entre otros, son depositados

sobre la superficie de metales duros y cermets. Los materiales elegidos para conformar el recubrimiento difieren en dureza, resistencia a la oxidación y coeficiente de fricción y, por ende, cubren distintas áreas de aplicación. La introducción de procesos de recubrimientos como el PVD y el CVD a bajas temperaturas (400-500°C) evitan la característica pérdida de tenacidad en los metales duros, debido a efectos térmicos inherentes a estos procesos, como la decarburización y consecuente formación de fases η $(W,Co)_6C$ o $(W,Co)_{12}C$ ^[4]. Respecto a la alta resistencia a la oxidación y al desgaste, así como a la disminución en el coeficiente de fricción, recubrimientos multicapa por CVD, conteniendo Al_2O_3 , TiCN (con una dureza de hasta 23,5 GPa^[4]) o Zr(C,N) han demostrado ser ventajosos. El implemento de las técnicas de recubrimiento han incrementado los costos de producción de insertos “indexables”, pero extienden ampliamente la vida de servicio de las herramientas de corte (Figura 2.10)^[3,22].

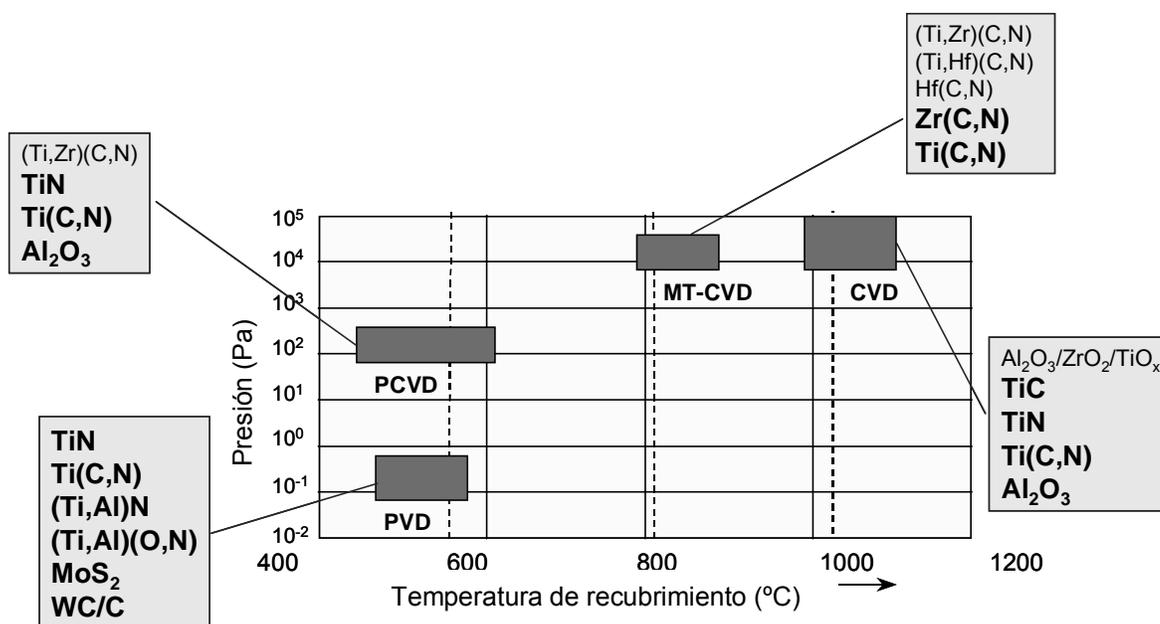


Figura 2.10 Tipos de recubrimientos para carburos cementados y sus rangos de aplicación^[22].

Por otro lado, los procesos por CVD a altas temperaturas (1000°C) han demostrado presentar suficientemente fuertes esfuerzos residuales localizados en la intercara con el substrato, causando problemas de microgrietas y delaminación al ser sometidos a las exigentes condiciones de corte^[3]. Se ha demostrado que estos esfuerzos σ^R se dan como consecuencia de tres componentes, como se muestra en la Ecuación 2

$$\sigma^R = \sigma_p + \sigma_c + \sigma_t \quad (2)$$

La componente σ_p consiste en esfuerzos generados por procesos de precipitación o de transformación de fase que pudieran ocurrir durante el recubrimiento. La componente σ_c consiste en los esfuerzos que se dan como resultado de una competencia por espacio entre cristales vecinos en su etapa de crecimiento, es usualmente de compresión en recubrimientos por CVD, y puede escribirse como

$$\sigma_c = \frac{eE_S E_R t_S}{E_R t_R + E_S t_S} \quad (3)$$

E : módulo de elasticidad (ver Tabla 2.3).

S : sustrato.

R : recubrimiento.

t : espesor.

e : incremento fraccional de longitud del recubrimiento en ausencia de unión con sustrato.

La componente σ_t se da como consecuencia de la diferencia en los coeficientes de expansión térmica (ver Tabla 2.3) entre el recubrimiento y el sustrato, y se ha demostrado que es la que más afecta el signo del estado de esfuerzo. Estos son de tensión en el recubrimiento y de compresión en el sustrato, siguiendo la ley

$$\sigma_t = \frac{E_S E_R \Delta T (\alpha_S - \alpha_R)}{E_S + E_R \frac{t_R}{t_S}} \quad (4)$$

ΔT : variación entre la temperatura de recubrimiento y la temperatura ambiente.

α : coeficiente de expansión térmica^[4].

El reto de los últimos años en la tecnología de corte es producir carburos cementados con una combinación de propiedades excepcionales: tal herramienta de corte debería tener la tenacidad de los metales duros de WC-Co, la resistencia al desgaste de los cermets basados en (Ti,Mo)(C,N) y la confiabilidad de los insertos recubiertos. Por este motivo se han introducido arreglos específicos de las partículas duras en los metales duros mediante mecanismos de difusión, de manera tal que el material resultante sea una variación gradual y atenuada de las propiedades mecánicas en función de la distancia a la superficie, afectadas considerablemente por la distribución de esfuerzos residuales, como se puede observar modelado matemáticamente en la Figura 2.11. De aquí nace el concepto de “propiedades funcionales” de cada una de las partes de la herramienta de corte, lo que quiere decir que cada zona del inserto debe tener propiedades acordes con su función en el material. Dichas herramientas de corte son llamadas graduales, gradientes, gradientes funcionales o metales duros con características continuas^[5, 6]. La Figura 2.12 muestra un dibujo esquemático del concepto de gradiente funcional en carburos cementados.

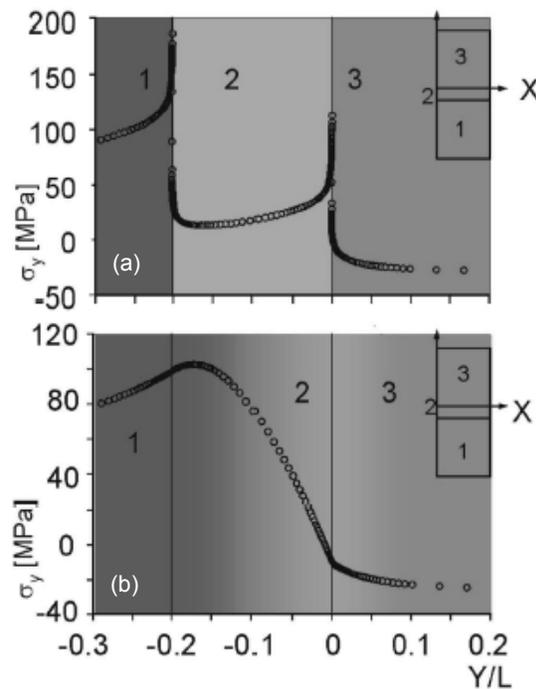


Figura 2.11 Representación de esfuerzos temomecánicos internos en sólidos disímiles (a) con intercaras bien definidas; (b) con variación composicional gradual. Y/L representa la profundidad relativa desde la superficie hasta el final de la tercera capa (de longitud total L)^[24].

En la Figura 2.13 se ejemplifican 2 tipos de gradientes funcionales generados a partir de ciclos de sinterización reactiva en fase líquida (en atmósfera reductora de N_2 y/o CO), por encima de la temperatura eutéctica de la fase Co- β . Como se muestra en la parte central e inferior de la figura, en la superficie del carburo cementado se forma por difusión una capa dura de carbonitruro del tipo $(Ti,W)(C,N)$, a partir del gradiente de concentraciones que se da al incrementar la presión parcial de nitrógeno (en forma de N_2 y carbono, en forma de CO) en la atmósfera reactiva (como se representa en la parte superior de la figura). A partir de esta capa se adquiere la composición y microestructura del carburo carburo convencional, conforme se avanza hacia el cuerpo del material. La difusión de los elementos se da a través de la fase de Co, pues a la temperatura a la cual se realiza la sinterización éste se presenta en fase líquida, facilitando la movilidad de los átomos difusionales con respecto a la fase estable de WC sólido (ver Tabla 2.2).

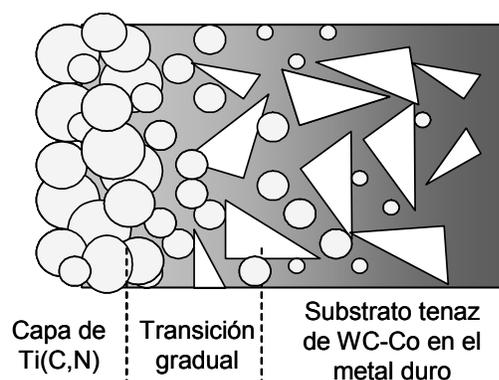


Figura 2.12 Representación de un metal duro con microestructura funcional y características continuas^[25].

En el caso de la parte (b) de la figura, se da una zona caracterizada por la presencia única de granos de WC y Co por previa difusión de los elementos formadores de fase fcc e.i. Ti y, eventualmente, Ta y Nb, hacia el seno del material. Esta situación se permite porque la etapa previa a la atmósfera reactiva de N_2/CO se da al vacío y la composición inicial de esta clase de materiales presenta nitruros. Debido a que el W no presenta afinidad con el nitrógeno, un gradiente de concentración de nitrógeno favorece la difusión de los elementos formadores de nitruros hacia el cuerpo del material, y del W hacia la superficie, precipitándose en forma de WC. En este sentido, la escogencia de la formulación inicial, la temperatura de sinterización, el tiempo de sinterización y la atmósfera controlada (vacío,

gas, presión) son los parámetros clave para controlar la formación de la microestructura y las consecuentes propiedades^[6, 26, 27].

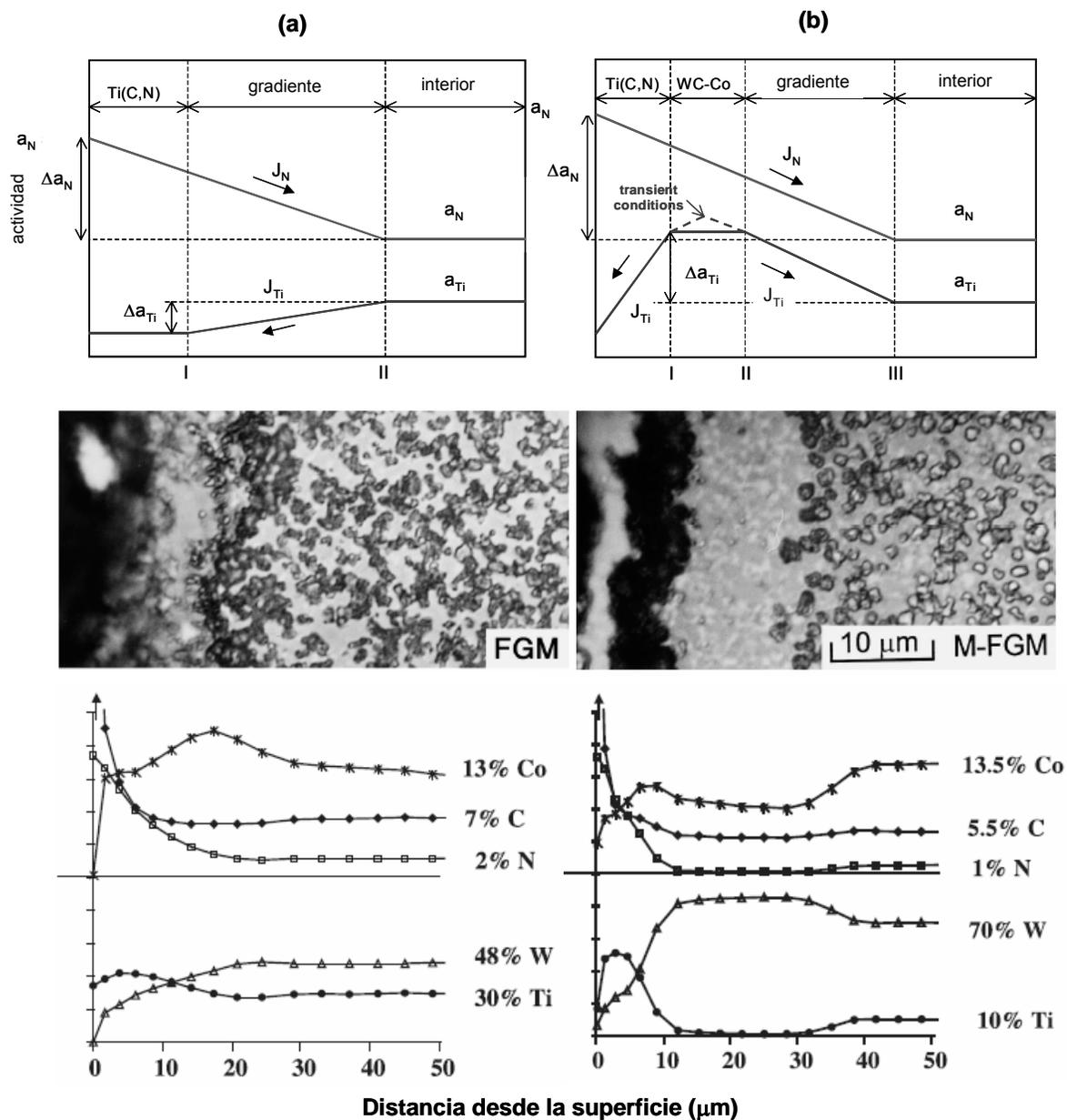


Figura 2.13 Esquema de la teoría difusional (arriba), fotomicrografía (centro) y perfil de composiciones por GDOS de (a) gradiente funcional sin zona WC-Co intermedia y (b) gradiente funcional con zona intermedia tenaz de WC-Co^[6,26].

El metal duro funcional diseñado debería cumplir con las siguientes características:

- Una estructura tipo cermet localizada en la superficie, altamente resistente al desgaste.
- Una estructura tenaz tipo metal duro localizada dentro del material base.
- Una transición gradual entre fases (distribución gradual de elementos).
- Altos esfuerzos residuales de compresión en la superficie, debido a esfuerzos térmicos generados por la composición gradual.
- Una transición en composición gradual hacia el recubrimiento (en caso de que sea necesario recubrir)^[28].

2.3.1 Tendencias futuras

Las tendencias que se están tomando en la tecnología de corte están enfocadas en mejorar la productividad, es decir, “cortar tan rápido como sea posible”, más que producir herramientas de corte con una alargada vida de corte. Para ello se están realizando desarrollos en distintas áreas tecnológicas como el uso de polvos ultrafinos o nanopolvos (con tamaños de grano $<0,2 \mu\text{m}$), tecnologías de sinterización novedosas (“plasma por chispa”, microondas), microestructuras gradientes funcionales y geometrías mejoradas diseñadas por CAD^[29].

2.4 Dureza

Para determinar la dureza, un indentador duro (usualmente de diamante) con una simetría específica es presionado ortogonalmente a una superficie plana del material. Se expresa como la relación que hay entre la carga aplicada y el área de contacto entre el material y el indentador, por lo que presenta unidades de presión, tales como GPa. La dureza no se considera como una propiedad sino más bien como una “pseudo-propiedad”,

puesto que no es una característica intrínseca a la totalidad del material sino más bien depende de las condiciones cercanas a la zona superficial del material en el cual es medida, y donde la extensión de esta zona es dependiente de la carga (o profundidad) de indentación que se utilice. Ésa es precisamente la razón primordial por la cual la dureza juega un papel tan importante en la caracterización de metales duros gradientes y gradientes funcionales.

Los indentadores más comunes son los Vickers, que consisten en una cabeza piramidal de base cuadrada. Los valores determinados por ensayos de dureza Vickers se obtienen de la relación

$$HV_F = 1,854 \frac{F}{d^2} \quad (5),$$

F: carga implementada (convencionalmente expresada en kg).

d^2 : promedio de las diagonales observadas en la impronta dejada en la superficie de la muestra. (mm^2).

HV_F : dureza Vickers

La impronta dejada por el indentador se observa empleando un microscopio óptico y es importante expresar la carga aplicada para cada medición por medio del subíndice en HV_F ya que los valores de dureza obtenidos dependen de la carga utilizada.

La dureza Vickers se define como la resistencia que un material presenta como respuesta cuando un indentador de base piramidal cuadrada es presionado perpendicularmente contra la superficie de dicho material^[30]. Las mediciones de microdureza con indentadores Vickers fueron desarrolladas en 1925 por Smith & Standland en el Reino Unido^[31]. Es el método más utilizado para determinar la dureza de metales duros porque presenta costos de equipo relativamente bajos y condiciones fáciles de operación. Algunos problemas pueden resultar en cuanto a la dificultad de definir los bordes de las esquinas de la impronta, falta de contraste y resolución insuficiente en los microscopios ópticos acoplados a los equipos de medición. Condiciones de la superficie y

de fricción en el contacto con el indentador también pueden llevar a una variación significativa de la forma de la impronta^[32].

Para el caso de sistemas recubiertos en la norma EN ISO 4516:2002^[33] se exponen dos formas de determinar la dureza de los recubrimientos: 1) Indentando directamente sobre la superficie del material recubierto, y 2) indentando sobre la parte correspondiente al recubrimiento en una sección transversal de la muestra preparada metalográficamente. En ambos casos la muestra y el proceso de medición deben presentar ciertos requerimientos mínimos para validar los resultados obtenidos.

Para cumplir con estos requerimientos se debe considerar importantes factores que podrían influir en la obtención representativa de los valores de dureza: la velocidad de indentación, la duración de indentación, la carga, posibles vibraciones, la curvatura de la superficie, la rugosidad de la superficie, la inclinación de la superficie, la inmovilidad de la muestra al ser indentada, la fragilidad de la muestra, la resolución del microscopio y la determinación de la posición de indentación.

2.4.1 Carga

Si se quiere comparar valores de dureza debe escogerse una única carga para realizar todas las mediciones a comparar, debido a que la carga influye de distintas formas. Para seleccionar la carga apropiada es necesario decidir en qué parte de la muestra se realizará la indentación y qué condiciones presenta dicha parte. En caso de que la indentación se llevara a cabo sobre la superficie recubierta de una muestra, las relaciones apropiadas entre la carga, espesor del recubrimiento y dureza están en la norma ISO 4516:2002, de manera tal que las mediciones de microdureza del recubrimiento sean representativas, libres de influencias del sustrato (ver Figura 2.14).

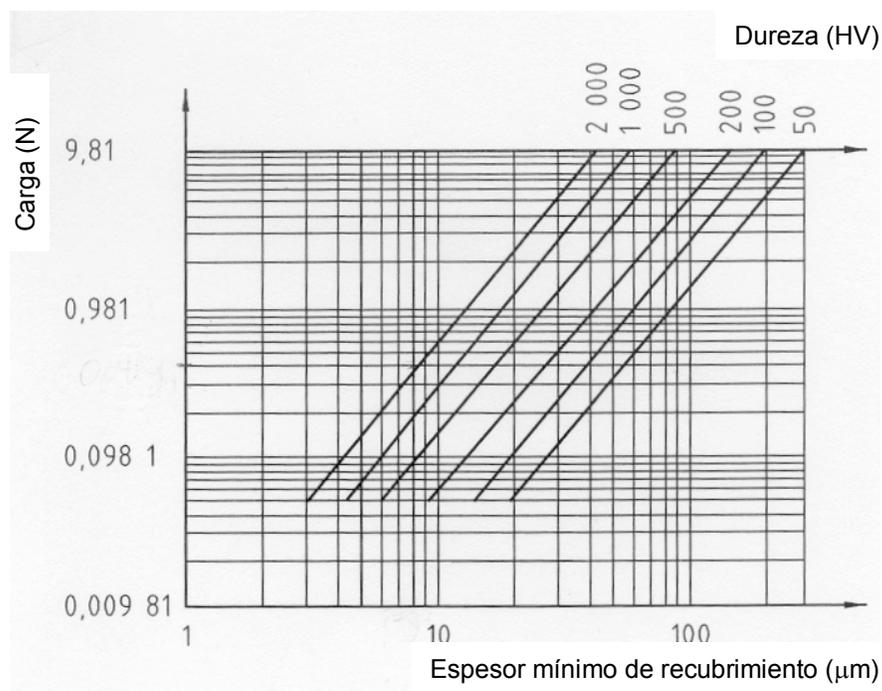


Figura 2.14 Correlación entre mínimo espesor de recubrimiento, carga de indentación y microdureza del material para obtener valores representativos de microdureza, al llevar a cabo ensayos con indentadores Vickers sobre la superficie del material^[33].

De igual forma se presentan relaciones similares entre la carga, dureza y profundidad de penetración en la norma EN ISO 14577-1^[34] para efectuar mediciones de nanodureza sobre la superficie del material no preparada metalográficamente (ver Figura 2.15). El factor más importante a tomar en consideración cuando se escoge una carga es el llamado “efecto de carga”, que se refiere al hecho de que la zona en el material responsable de generar un valor de dureza determinada (oponiéndose al indentador que la penetra) corresponde a un volumen determinado por debajo de la superficie de contacto entre el indentador y la muestra. Este volumen queda con una deformación permanente, adquirida en la contigüidad de la impronta y se le llama *zona plástica*. La Figura 2.16 muestra la zona plástica de un sistema compuesto por un recubrimiento de TiN y cobre como substrato, resuelta por distintas técnicas ópticas, después de haber sido penetrados por un indentador^[30].

La zona plástica es un parámetro importante a considerar, pues delimita la región de acción de cada indentación. Usualmente se asume que la zona plástica alrededor de la

indentación tiene forma semiesférica (ver Figura 2.16). De acuerdo con Lawn^[35], el radio de la zona plástica es:

$$b_i = \frac{d}{2} \left(\frac{E}{H} \right)^{1/2} \cot^{1/3} \xi \quad (6)$$

b_i : radio de la zona plástica.

d : diagonal de la indentación Vickers.

E : módulo de elasticidad del material.

H : dureza del material.

ξ : el semiángulo de la indentación (=74° en indentadores Vickers).

2.4.2 Velocidad y duración de la indentación

Debido a que el método de medición de dureza Vickers es considerado estático, una velocidad de indentación suficientemente baja debe ser implementada para disminuir influencias de la recuperación elástica del material después de la indentación. En la Figura 2.17(a) puede observarse la diferencia entre la profundidad máxima de indentación (h_{\max}) y la obtenida después de la fase de descarga (h_f) al llevar a cabo un ensayo dinámico de (nanodureza). La curva de descarga en la Figura 2.17(b) muestra también la diferencia entre ambas profundidades, lo que significaría que el valor de microdureza obtenido al realizar ensayos con velocidades de indentación muy altas, así como permanencias muy cortas, insuficientes para asegurar la mínima recuperación elástica, no sería representativo si se quiere aplicar un método estático como lo es el ensayo Vickers. Sin embargo siempre se genera en alguna medida esta recuperación elástica, en especial en materiales cerámicos caracterizados por un comportamiento elástico marcado^[36]. Este es el caso de las capas duras de TiCN^[37], pero se considera despreciable en la cuantificación de las mediciones de dureza si éstas se dan bajo las condiciones mínimas ya expuestas. Por ello la norma sugiere velocidades de indentación menores a los 15 $\mu\text{m/s}$ y el indentador debe mantenerse a la

profundidad de penetración máxima durante 10 a 15 s, dependiendo de la carga implementada y el material evaluado.

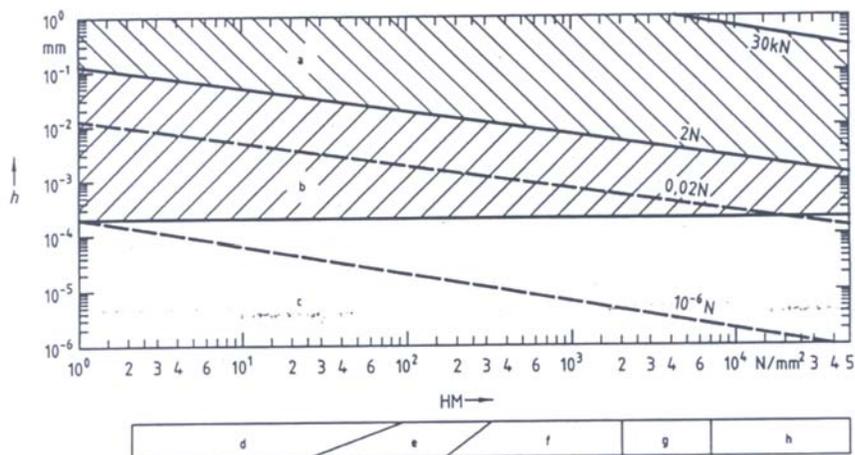


Figura 2.15 Correlación entre mínimo espesor de recubrimiento, carga de indentación y nanodureza del material para obtener valores representativos de nanodureza sobre la superficie de la muestra. “H” representa el rango de durezas para los metales duros^[34].

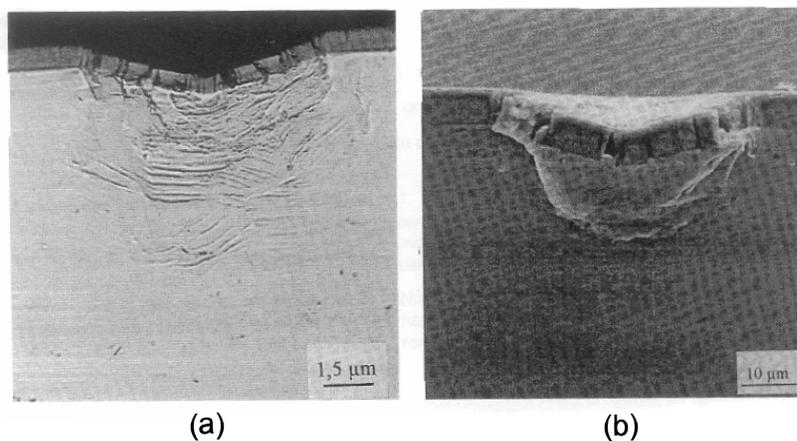


Figura 2.16 Semiesfera de deformación plástica formada bajo una capa de TiN sobre Cu resuelta por medio de (a) Contraste por interferencia (microscopio óptico) y (b) SEM^[30].

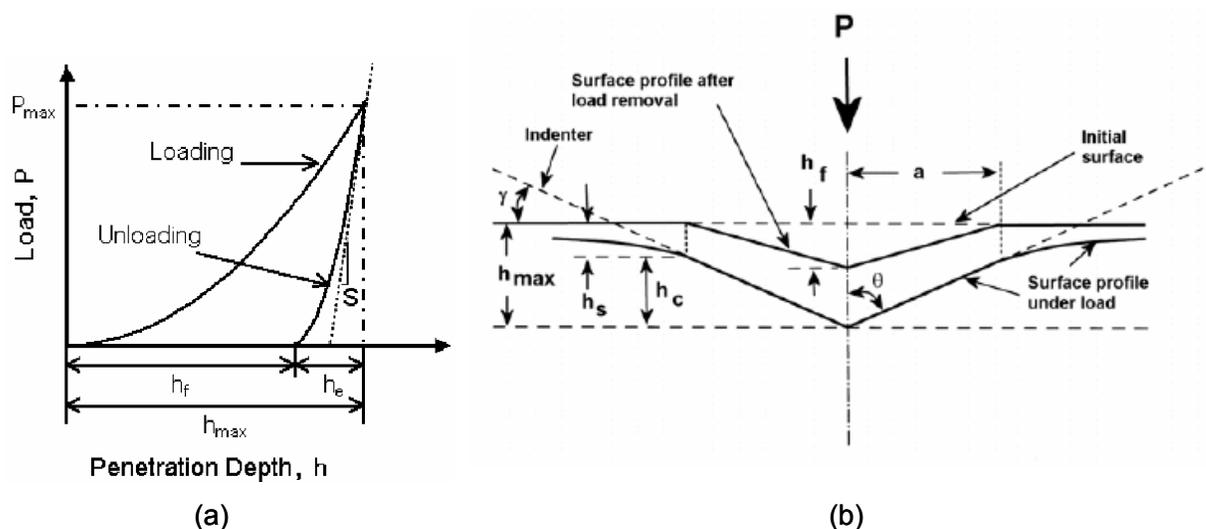


Figura 2.17 Representación de parámetros importantes a considerar al realizar nanodureza. (a) Curva característica obtenida en el ensayo. (b) Identificación gráfica de cada parámetro en un esquema de una sección transversal de la impronta^[36].

2.4.3 Rugosidad

La rugosidad representa un parámetro muy importante en la estimación de ensayos de micro (y nano) dureza. Por esta razón y debido a que algunas veces es muy difícil evitar la ausencia total de rugosidad al hacer modificaciones superficiales o recubrimientos, así como el hecho de que en muchos casos no es adecuado alterarla con técnicas de preparación metalográfica, se han llevado a cabo distintas investigaciones dedicadas a correlacionar los valores obtenidos al medir la dureza en superficies rugosas, aunque principalmente se han enfocado en la escala nanométrica^[38-40]. Al disminuir la profundidad de indentación las dimensiones de la impronta se parecen más a las de la rugosidad, y si ambas fueran de la misma magnitud los valores de dureza serían inmedibles porque:

- El reconocimiento de los bordes de la impronta se hace muy difícil^[33].
- Una superficie rugosa implica partículas sobresalientes del nivel medio de la superficie, así como valles bajo la misma. Las partículas representan partículas débiles y los valles ayudan al indentador a penetrar más de lo que penetraría en una

superficie uniforme, es decir, la superficie deja de ser un material continuo, lo que significa que si la impronta se pudiera identificar apropiadamente, el valor obtenido sería menor a aquél que resultaría de una superficie sin irregularidades topográficas^[41].

Por esta razón la norma EN ISO 4516 especifica un valor máximo de rugosidad aritmética de 0,1 micrómetros ($R_a < 0,1 \mu\text{m}$) y la norma EN ISO 14577-1 va más allá, estableciendo la mínima profundidad de indentación (h) como 20 veces R_a . Como ejemplo, la Figura 2.18 muestra la superficie de una serie de recubrimientos de TiCN a los cuales se le efectuarían mediciones de microdureza Vickers a distintas profundidades de penetración^[42], para los cuales todos los valores de R_a están en el límite o por debajo de 0,1 μm .

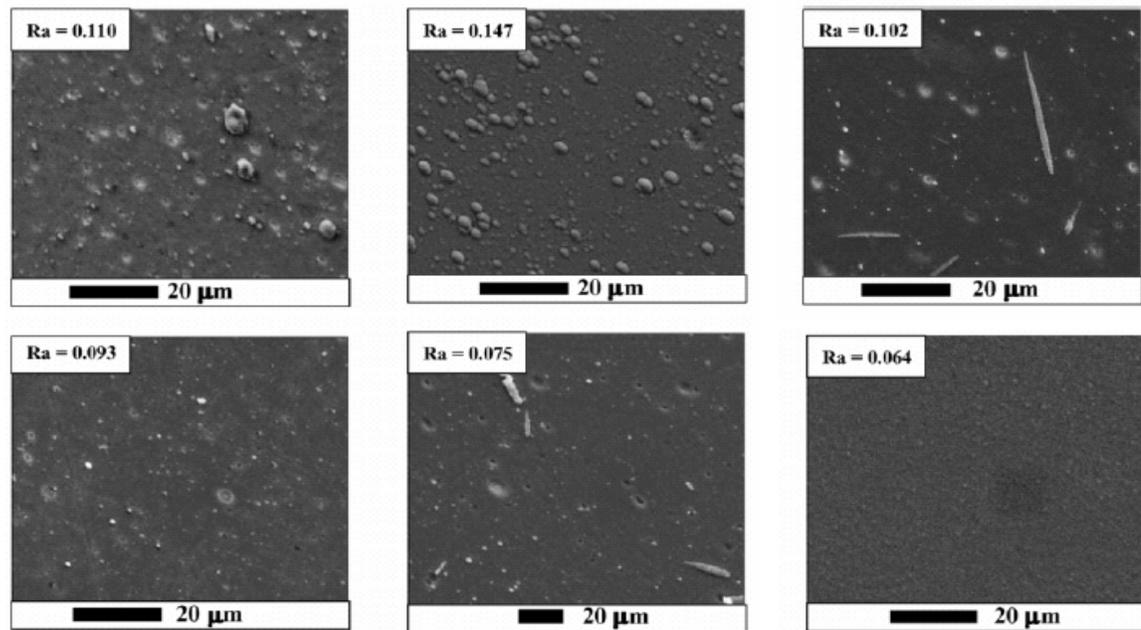


Figura 2.18 Fotomicrografías de SEM de distintas superficies de recubrimientos de TiCN antes de realizar ensayos de microdureza Vickers sobre las mismas^[42].

2.5 Indentación superficial

La dureza de sistemas recubrimiento-substrato puede ser determinada mediante ensayos de dureza sobre la superficie del material. Si la medición de la dureza de finas películas es influenciada por el substrato, la dureza obtenida es entonces una dureza compuesta^[44]. Se han propuesto múltiples modelos para predecir el valor de la dureza compuesta, asumiendo que se puede obtener por medio de la contribución aditiva de la dureza del substrato y la del recubrimiento, dependiendo de la fracción volumétrica afectada por la zona plástica de cada componente del sistema^[45]. La regla general es

$$H_c = aH_f + bH_s \quad (7),$$

H_c : dureza compuesta.

H_f : dureza del recubrimiento.

a y b : parámetros que correlacionan la contribución del recubrimiento y el substrato a la dureza compuesta, respectivamente ($a + b = 1$).

En la Figura 2.19 se presentan las curvas para distintos modelos de dureza compuesta para la evaluación de un recubrimiento de TiCN. Cuando se hacen mediciones de dureza compuesta, la profundidad relativa de indentación (Relative Indentation Depth, RIM) es un parámetro útil para comparar durezas compuestas de distintos sistemas recubrimiento/substrato, independientemente del espesor de recubrimiento y de la profundidad de penetración (o carga) implementada^[46]. La RIM es definida como la relación que hay entre la profundidad de penetración (h) y el espesor del recubrimiento (t), de acuerdo a la Ecuación 8.

$$RIM = \frac{h}{t} = \frac{d}{7t} \quad (8)$$

El tercer término de la Ecuación 8 corresponde a la RIM de una indentación Vickers, donde d es la longitud media de la diagonal de la impronta. En la Figura 2. 20 se

muestra la representación del cambio de las distintas contribuciones del recubrimiento y sustrato en la zona plástica de deformación junto a una curva típica de dureza compuesta como función de la profundidad relativa de indentación. Aunque la mayoría de los estudios de dureza compuesta son realizados por medio de técnicas de nanoindentación, investigaciones, utilizando ensayos de microdureza, también han arrojado buenos resultados, como se puede ver en las Figuras 2.21 y 2.22^[42-43].

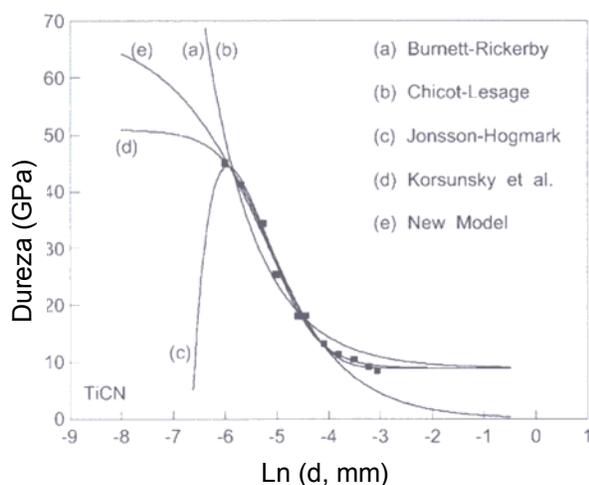


Figura 2.19 Comparación de distintos modelos teóricos (líneas continuas) y datos experimentales (puntos) en respecto a cambios de dureza compuesta como función de la diagonal de indentación en recubrimientos de TiCN de 3,25 μ m de espesor, depositados sobre un sustrato de acero M-2^[45].

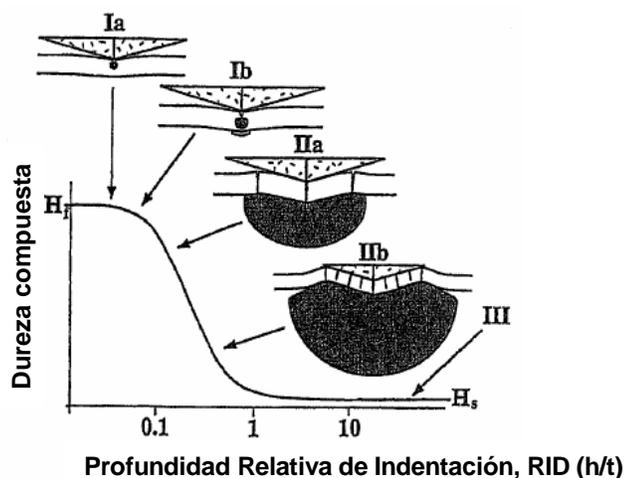


Figura 2.20 Esquema del desarrollo de la zona plástica formada debajo de un recubrimiento indentado^[46].

2.6 Nanoindentación

La nanoindentación o “indentación sensible a la profundidad” (depth sensing indentation) ha sido cada vez más implementada, hasta convertirse en un método importante para evaluar distintas propiedades mecánicas de los materiales, como lo son el módulo elástico (E) y la dureza. En principio consiste en indentar la superficie del material hasta una profundidad predefinida mientras un sensor registra continuamente la carga necesaria para alcanzar dicha profundidad^[34]. La Figura 2.17(a) muestra la típica configuración de la curva obtenida en este tipo de mediciones. Recientemente han tomado lugar investigaciones realizadas a metales duros y distintos carbonitruros han tomado lugar^[47-48].

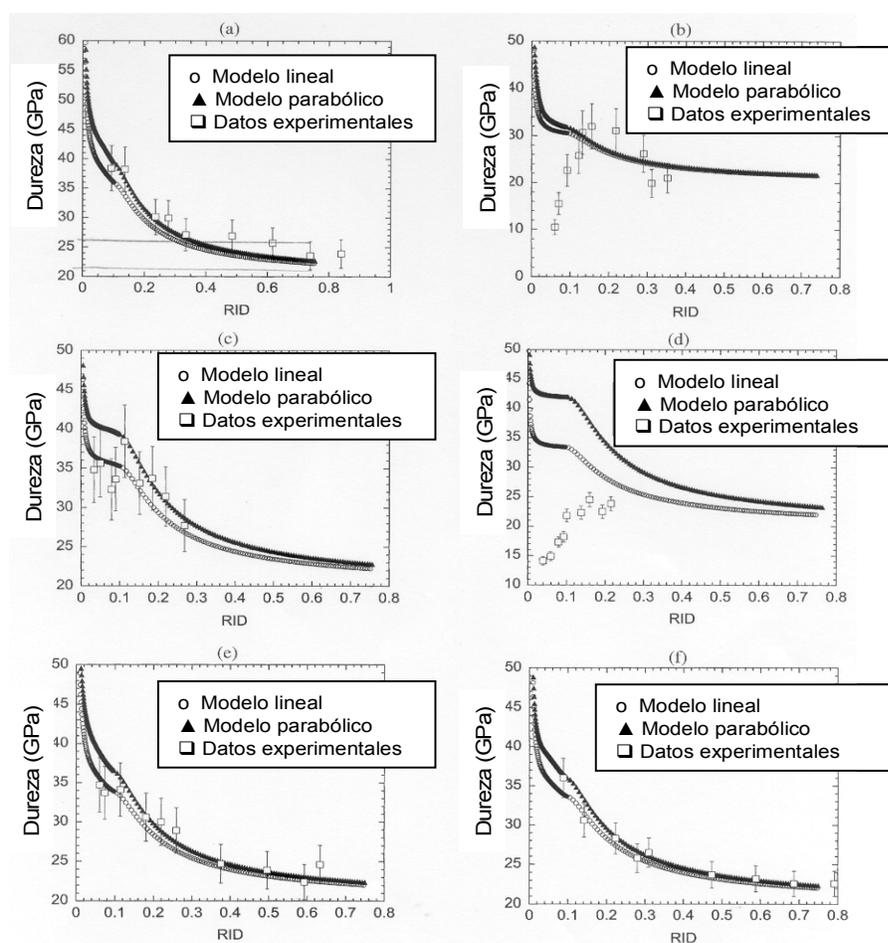


Figura 2.21 Comparación de modelos y valores experimentales de nanodureza como función de la profundidad relativa de indentación (RID), en distintos recubrimientos de TiCN sobre insertos de carburo cementado H-21 para herramientas de corte^[43].

En las Figuras 2.21 y 2.22 se muestran curvas comparativas entre mediciones de microdureza y nanodureza de distintas composiciones de TiCN y las constantes elásticas correspondientes a estas mediciones, respectivamente, sin embargo es de notar que sólo se presentan los valores medios y no sus respectivos errores, con los que se mostraría que los valores no son tan precisos como aparecen en estas curvas, sino que tienen un intervalo de incertidumbre.

El método de indentación sensible a la profundidad (“depth sensing indentation”) es comúnmente llamado nanoindentación porque permite obtener valores de dureza precisos utilizando profundidades de indentación pequeñas, ya que no requiere medir el tamaño de la indentación después de ser generada. Sin embargo hay que tener siempre en cuenta que los valores obtenidos son mayores que los de microdureza porque la forma de comparar estos valores (así como en la Figura 2.23) es mediante el cálculo de la dureza equivalente a la profundidad máxima de indentación (dureza H_{IT}), a partir de la curva de profundidad de indentación vs. carga de indentación obtenida en el ensayo (ver Figura 2.17(a))^[36].

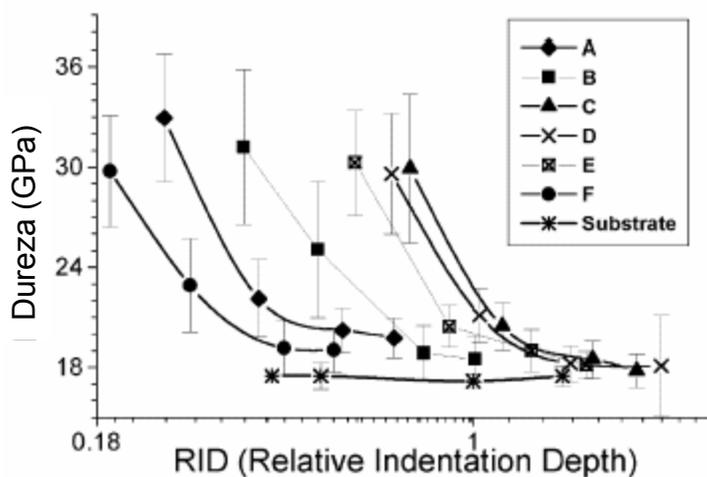


Figura 2.22 Comparación de durezas compuestas entre distintos insertos de carburo cementado para herramientas de corte recubiertos con TiCN, como función de la profundidad relativa de indentación (RID)^[42].

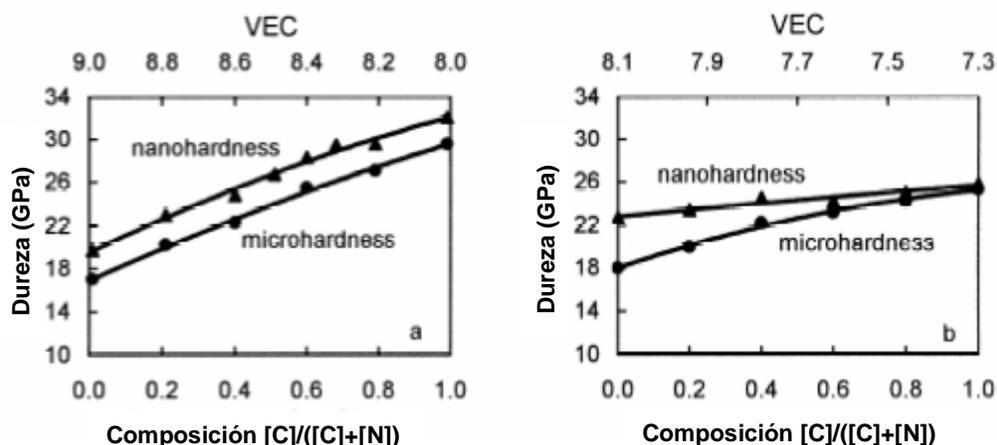


Figura 2.23 Variación de valores de nanodureza y microdureza como función de la concentración de electrones de valencia (VEC) y de la composición de (a) $\text{Ti}(\text{C}_x\text{N}_{1-x})$ y (b) $\text{Ti}(\text{C}_x\text{N}_{1-x})_{0.81}$ ^[47].

2.7 Determinación de esfuerzos residuales

Los esfuerzos residuales existen en los materiales en ausencia de cargas externas y se dan generalmente como consecuencia de variaciones dimensionales inelásticas, distribuidas de forma no homogénea en el volumen del material. Los esfuerzos residuales o internos suelen ser generados por tratamientos tecnológicos como tratamientos térmicos, maquinados, recubrimientos, soldaduras, etc. La importancia de los esfuerzos residuales es que éstos se superponen con los esfuerzos que resultan de ser sometidos a cargas externas, y los esfuerzos resultantes de esta suma determinan las propiedades y tipo de falla que se genera, lo que es crucial en el caso de herramientas de corte, que son de superficies frágiles que se someten a condiciones de alto impacto, altos gradientes de temperatura (a veces cíclicos) y contactos con materiales disímiles a alta velocidad.

Por definición, los esfuerzos internos se equilibran entre sí dentro del mismo material, según la ecuación

$$\sigma_{ij,j} = 0, \text{ e.g. } \sigma_{11,1} + \sigma_{12,2} + \sigma_{13,3} = 0 \quad (9)$$

por lo que esfuerzos de tensión en una parte del material deben equilibrarse con esfuerzos de compresión en otra parte. Por razones de consistencia, entre ambos puntos de equilibrio

debe darse un gradiente de esfuerzos que permita la transición. En este sentido existen 3 tipos de esfuerzos residuales: los esfuerzos residuales de 1er. tipo, los de 2do. tipo y los de 3er tipo. Los de 1er. tipo corresponden a esfuerzos que se equilibran entre partes del material que son generalmente más grandes que varios granos, por lo que se consideran homogéneos en extensiones similares al orden de magnitud del grano; los de 2do. tipo son aquellos que se equilibran entre partes del material que distan unos pocos granos entre sí; los de 3er. tipo consisten en esfuerzos que se equilibran entre lugares pertenecientes a uno o 2 granos^[49-50].

El método de $\text{sen}^2\psi$ es ampliamente utilizado para la determinación de esfuerzos residuales en materiales cristalinos, por medio de técnicas de difracción de rayos X. En este caso, el estudio se limita a esfuerzos residuales de 1er. y 2do. tipo, considerando homogéneos los esfuerzos que se dan entre partes del material dentro del alcance de la profundidad de penetración de los rayos X utilizados, e. i., $s_{(z)} = \text{cte}$. (donde z es la coordenada perpendicular a la superficie). Para hacer un estudio más detallado, considerando gradientes de esfuerzos, métodos más complejos como el de scattering vector^[51], deben ser considerados tomando en cuenta la variación de los esfuerzos residuales con la profundidad de penetración los rayos X, así como la dependencia de éstos con los distintos parámetros (θ , ψ , coeficientes de absorción de cada fase y longitud de onda de los rayos X), como se muestra en el Apéndice B.

2.7.1 Método del $\text{sen}^2\psi$

Los esfuerzos residuales pueden ser determinados en materiales policristalinos por medio de rayos X monocromáticos de longitud de onda l , midiendo los espaciamientos d_{hkl} de planos en los granos del policristal (hkl son los índices de Miller del respectivo plano), a partir de la obtención de las posiciones angulares θ en los perfiles de difracción, según la ley de Bragg.

$$2d_{hkl} \text{sen}(\theta) = n\lambda \quad (10)$$

n : orden de difracción del plano $\{hkl\}$.

Los esfuerzos cambian las distancias interplanares y causan desplazamientos en los ángulos de Bragg ($\Delta\theta = \theta - \theta_0$), donde θ_0 corresponde a la distancia interplanar d_0 del material libre de esfuerzos. A partir de estos valores pueden calcularse las deformaciones de red ε perpendiculares a los planos $\{hkl\}$ medidos, según la ecuación

$$\varepsilon = -\Delta\theta \cot \theta_0, \quad (11)$$

Las deformaciones de red $\varepsilon_{\varphi,\psi}$ usualmente se determinan en varias direcciones φ, ψ , referidas al sistema de coordenadas ajustado a la muestra, mostrado en la Figura 2.24

En el caso de esfuerzos residuales biaxiales ($\varepsilon_3 = 0$), los esfuerzos principales σ_1 y σ_2 pueden ser determinados de acuerdo a la teoría de elasticidad, de donde se obtiene

$$\varepsilon_{\varphi,\psi} = \left(\frac{1}{2}s_2^{\{hkl\}}\right)(\sigma_1 \cos^2 \psi + \sigma_2 \sin^2 \psi) \sin^2 \psi + s_1^{\{hkl\}}(\sigma_1 + \sigma_2) \quad (12)$$

$s_1^{\{hkl\}}$, $s_2^{\{hkl\}}$: constantes elásticas para rayos X, específicas del plano $\{hkl\}$.

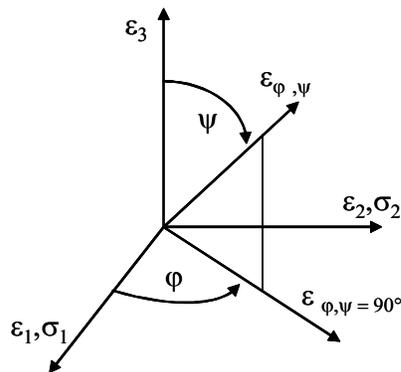


Figura 2.24 Sistema de ejes en la superficie de la muestra.

Identificando la deformación $\varepsilon_{\phi, \psi}$ a partir de la Ecuación 11 y utilizando la Ecuación 12, es posible calcular los esfuerzos internos principales en un material, como se esquematiza en la Figura 2.25^[50].

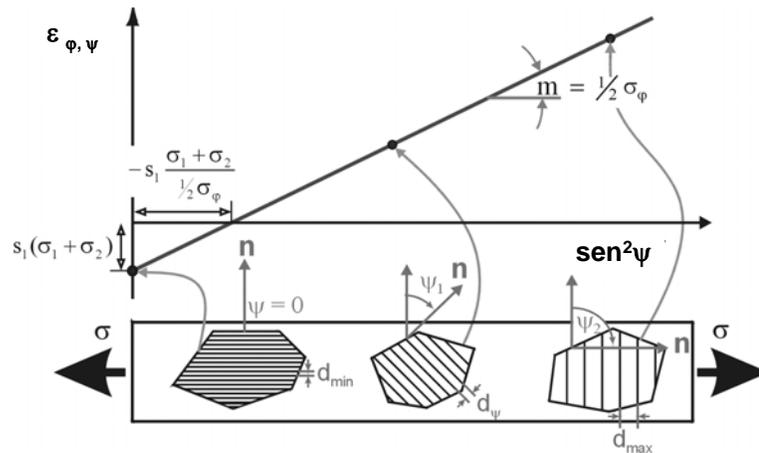


Figura 2.25 Distribución de esfuerzos y deformaciones de acuerdo al método por $\text{sen}^2 \psi$ ^[50].

CAPÍTULO III

PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

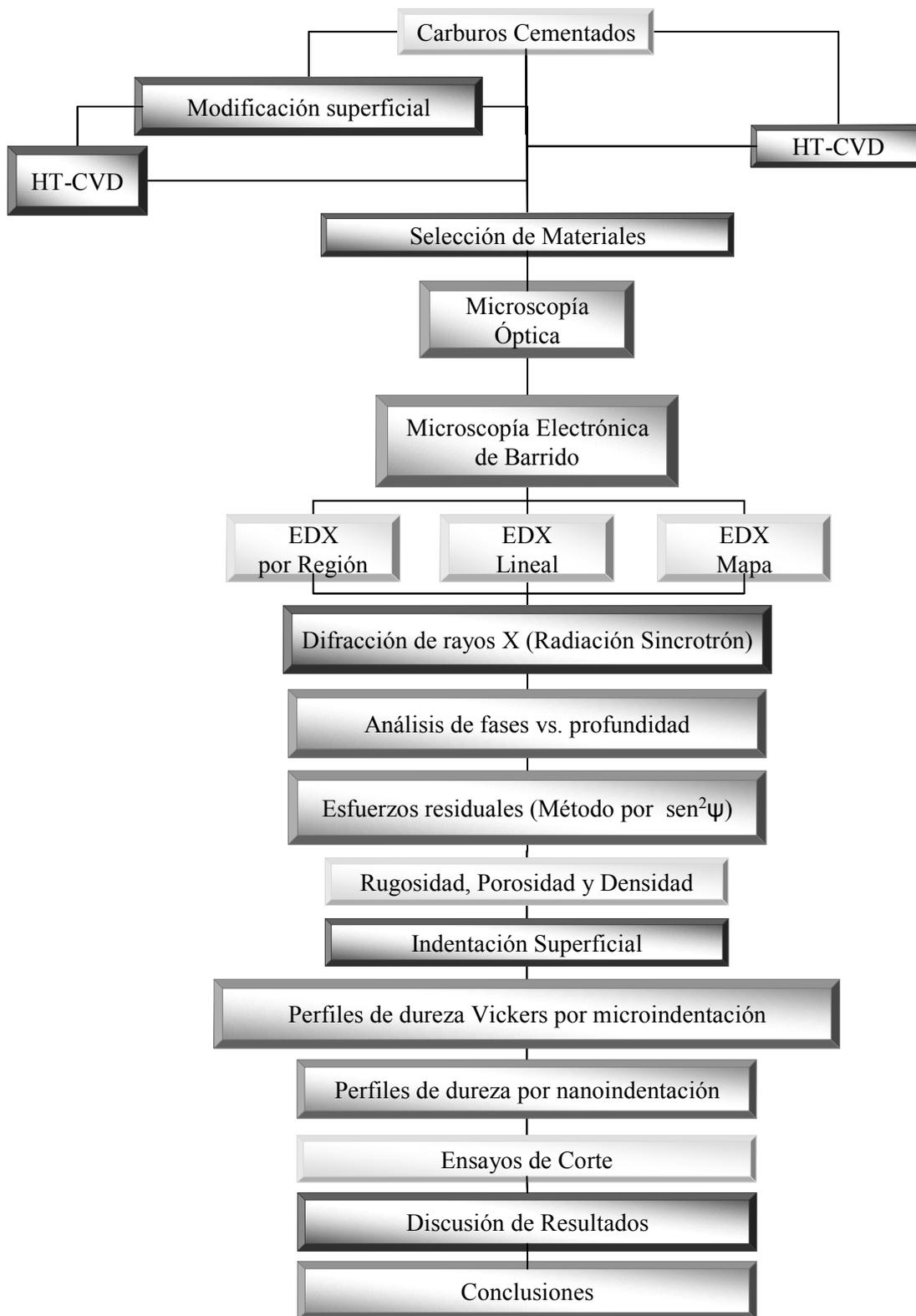


Figura 3.1 Procedimiento metodológico esquematizado.

3.1 Preparación de insertos

Los compactos verdes empleados para los procesos de sinterización fueron preparados por procesos de última tecnología en la empresa BOEHLERIT GMBH & Co, en Kapfenberg, Austria, como se esquematiza en línea central de la Figura 2.1, hasta la fase de sinterizado. Los polvos fueron mezclados, prensados y secados en caliente a $\sim 600^{\circ}\text{C}$ en un horno industrial. Posteriormente, las muestras fueron sinterizadas en uno o dos ciclos: el ciclo 1 consistió en un sinterizado al vacío durante 16 horas a 1450°C (en fase líquida), para producir metales duros convencionales con superficies (1) con una capa libre de carbonitruros del tipo fcc (insertos para torneado) o (2) uniformes (insertos para fresado); y el ciclo 2 consistió en sinterizar durante 5 horas bajo una atmósfera de N_2/CO a 1400°C (sinterización reactiva en fase líquida), para producir una capa externa rica en fase fcc. El primer tipo de muestras será denominado como “metal duro convencional” y se hará referencia al segundo tipo de muestras como “metal duro gradiente funcional”.

Posteriormente, muestras de cada tipo fueron recubiertas mediante la técnica por deposición química en fase vapor a altas temperaturas (HT-CVD) a 1000°C . El recubrimiento consistió de 2 capas: la primera, $0,5\ \mu\text{m}$ de TiN y la segunda, $6\ \mu\text{m}$ de TiCN. La velocidad de recubrimiento fue de $\sim 1\ \mu\text{m}/\text{h}$ y el error del equipo es de $\pm 1\ \mu\text{m}$, según la posición en la cámara de recubrimiento.

3.2 Selección de muestras

Al principio de la investigación 8 series distintas de metales duros fueron preseleccionadas para ser caracterizadas. La Figura 3.2 muestra el acabado superficial de los 8 metales duros en sus configuraciones convencional y gradiente funcional (Figuras 3.2.(a) y 3.2.(b), respectivamente). Después de análisis microestructurales por técnicas de microscopía óptica y ensayos de microdureza preliminares se decidió enfocar la investigación a 4 series principales (encerradas por círculos en la Figura 3.2). Con estas 4 series se logró encontrar los parámetros apropiados para obtener una metodología adecuada para determinar la dureza de distintas zonas de los materiales.

Finalmente se decidió que la caracterización completa se haría sólo para las series R123 y SB10.

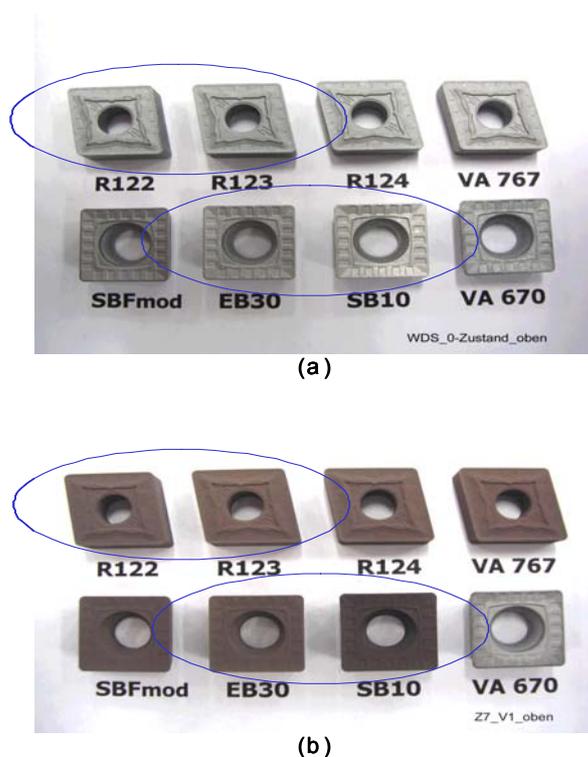


Figura 3.2 Acabado final de los 8 tipos iniciales de carburos cementado en estudio (a) gradientes y (b) gradientes funcionales. Las muestras encerradas en círculo fueron elegidas para la caracterización final.

Esta decisión se tomó considerando que las series R123 y R122 difieren entre sí sólo en un pequeño porcentaje en la composición inicial de WC y Co (en 1%) y las aleaciones SB10 y EB30 también difieren sólo en una variación relativamente pequeña de su composición inicial. Resultados obtenidos a partir de análisis por microscopía (óptica y electrónica de barrido) y ensayos de dureza probaron también que las dos series para torneado presentan condiciones similares y que las dos series para fresado también. Sin embargo, se llevaron a cabo ensayos de perfiles de dureza y difracción de rayos X para muestras de las series R122 y EB30 (presentes en los Apéndices A y C), como complementos del análisis general.

En definitiva, en este trabajo se investigó dos grupos de muestras. El primer grupo (serie R123) corresponde a muestras cuya aplicación es de torneado de acero y el segundo grupo (serie SB10) corresponde a muestras cuya aplicación es de fresado. En la Figura 3.3 se muestra la nomenclatura utilizada. La composición de las muestras investigadas está recopilada en la Tabla 3.1.

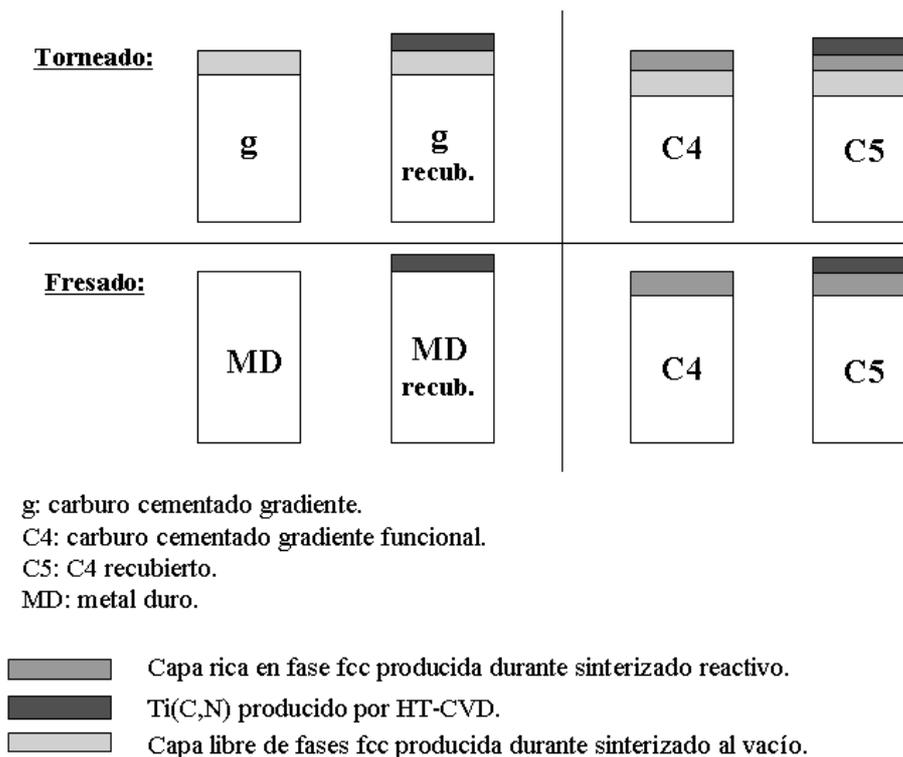


Figura 3.3 Clasificación y nomenclatura de muestras.

Tabla 3.1 Composición de las muestras investigadas.

Aleación	Aplicación	Composición [wt%]				
		WC	TiC	TiN	(Ta,Nb)C	Co
R123	Torneado	84.5	0.0	3.0	5.5	7.0
SB10	Fresado	57,5	18.0	0.0	15.0	9.5

3.3 Microscopía óptica

Fueron empleadas técnicas de microscopía óptica (MO) para los análisis microestructurales, así como para los análisis de micro y nanodureza. Las muestras fueron cortadas con un disco de diamante de forma perpendicular a la superficie y luego fueron embutidas en baquelita negra. Luego fueron desbastadas con partículas de diamante de 74, 20 y 10 μm . Entre cada paso del desbaste las muestras fueron limpiadas por ultrasonido en agua y luego lavadas con metanol. Posteriormente fueron pulidas al menos durante una hora en un paño Struers DP-NAP con pasta de diamante de 3 μm .

3.3.1 Selección del método de ataque

La solución Murakami es comúnmente utilizada para el ataque de metales duros. En la figura 4.1 se presentan las fotomicrografías tomadas por MO. Puede observarse bien que esta solución permite una buena definición de las distintas fases presentes en las secciones de los metales duros. En este sentido, sería muy útil evaluar las propiedades mecánicas (como microdureza, nanodureza, tenacidad de fractura, adhesión del recubrimiento, distribución de esfuerzos residuales y fases por difracción de rayos X, etc.) en cada una de las zonas resueltas. Sin embargo, se intentó realizar una serie de mediciones de dureza en muestras atacadas con este reactivo de ataque y aparecieron dos dificultades importantes:

1. Si bien el ataque permite determinar convenientemente la posición en la cual cada una de las indentaciones tiene que hacerse, la geometría de la impronta no se define bien en la superficie por falta de contraste entre ésta y las fases resueltas. Esto se debe a que el fuerte color oscuro y de algunas fases impide que se establezca el contraste entre las esquinas y los bordes de la huella deprimida y la superficie plana. Debido a que la imagen generada para realizar las mediciones de las diagonales de la impronta es en blanco y negro, las fases de la microestructura aparecen en escala de grises, así como la impronta.
2. Las mediciones de nanodureza no requieren una resolución alta del sistema óptico acoplado al equipo porque los valores se obtienen de la curva generada en el ensayo y no por una medición visual, pero al ejecutar este tipo de ensayos se obtuvo una dispersión desmesurada en los resultados, generalmente muy por debajo de lo esperado. Se cree que la razón para que esa dispersión fuera tan alta es porque la solución Murakami es muy fuerte y disuelve el enlazante metálico, dejando una red débil de carburos en la superficie.

Por estas dos razones fue necesario utilizar una solución OPS como reactivo para realizar los ensayos de micro y nanodureza, y la solución Murakami permaneció como reactivo para revelar las fases con mayor definición y facilitar el análisis microestructural. El reactivo OPS también revela la microestructura gradiente de la

muestra pero lo hace con menor contraste y los colores obtenidos son más claros que los obtenidos utilizando solución Murakami. Las fotomicrografías de las indentaciones de microdureza en el Apéndice F, muestran cómo las posiciones de las indentaciones pueden ser determinadas con precisión en muestras atacadas con OPS. La geometría de las improntas en estas fotomicrografías también aparece claramente definida incluso utilizando el sistema en blanco y negro del durómetro.

Finalmente, se decidió emplear solución Murakami (10g KOH + 100ml H₂O / 10g K₃[Fe₃(CN)₆] + 100ml H₂O) para la resolución de la fase de carbonitruro, cobalto y carburo de tungsteno en la observación óptica de las secciones transversales de todas las muestras. Se tomó 5 fotos de cada perfil, de las cuales se seleccionó la más representativa para cada muestra. En el caso de las muestras destinadas a la evaluación de perfiles de microdureza y nanodureza fue utilizada una suspensión acuosa de SiO₂ (Struers OPS) por 2 minutos, de manera tal que se obtuvieran condiciones superficiales óptimas para la medición de diagonales en la fase de carbonitruros.

Las fotomicrografías que muestran las características microestructurales fueron tomadas utilizando un microscopio Leitz acoplado a una cámara digital Nikon Cool Pix 950. Las fotomicrografías de las indentaciones fueron tomadas por medio de un microscopio óptico Axioplan, Carl Zeiss West Germany, con una cámara CCD Jenoptik-Laser, Optik, Systeme GmbH, modelo Progress 3008 mF, adaptada a un analizador de imágenes. El software implementado por el analizador de imágenes fue el KS 400, versión 3.0. El microscopio está equipado con objetivos de 10x, 25x, 50x y 100x, los cuales permiten una magnificación máxima de 1000x con ayuda de los oculares de 10x de magnificación.

3.4 Microscopía electrónica de barrido (MEB)

Se empleó un microscopio electrónico de barrido Phillips XL30 (XL Series) para realizar los análisis por MEB, el cual también está equipado con un equipo EDAX para análisis químico por medio de técnicas de dispersión de energía de rayos X (EDX). En esta clase de microscopio óptico se puede utilizar energías máximas de 30 kV,

equivalentes a una resolución de 2,0 nm. Se realizaron análisis químicos de EDX en sus distintas modalidades: análisis puntual, lineal (line scan) y mapa de elementos (element mapping). Fueron tomadas fotomicrografías en los modos de electrones primarios (BSE) y de electrones secundarios (SE), según fuera necesario (el recubrimiento de TiCN por CVD no se resuelve en modo BSE), con magnificaciones de 1000x, 2000x y 4000x, dependiendo del tipo de análisis empleado. La resolución lateral de los análisis químicos por EDX es de aproximadamente $5 \mu\text{m}^2$.

3.5 Difracción de rayos X por radiación sincrotrón

Se llevaron a cabo análisis de fase mediante difracción de rayos X (DRX) con radiación sincrotrón con alta resolución espacial, en la estación experimental G3 de las instalaciones de Hasylab, DESY, en Hamburgo. Por medio del anillo de almacenamiento de electrones que se observa en la Figura 3.4 se genera un rayo de fotones de alta energía durante la aceleración de los electrones, gracias a magnetos que hacen desviar la trayectoria rectilínea de los electrones para seguir la trayectoria periférica del anillo. Los fotones liberados entran a la “línea de ensayo” (beamline) (G3), donde el rayo es monocromado a la longitud de onda deseada, colimado a una área específica de la muestra y difractado por la superficie de la muestra, después de lo cual los rayos difractados son registrados por un detector (Figura 3.5).

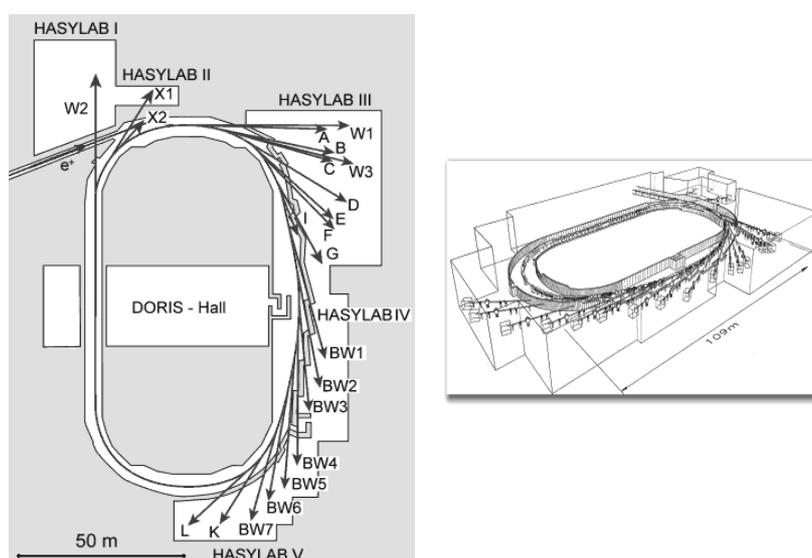


Figura 3.4 Esquema del anillo de almacenamiento “DORIS” en las instalaciones de radiación sincrotrón, DESY, Hamburgo^[52].

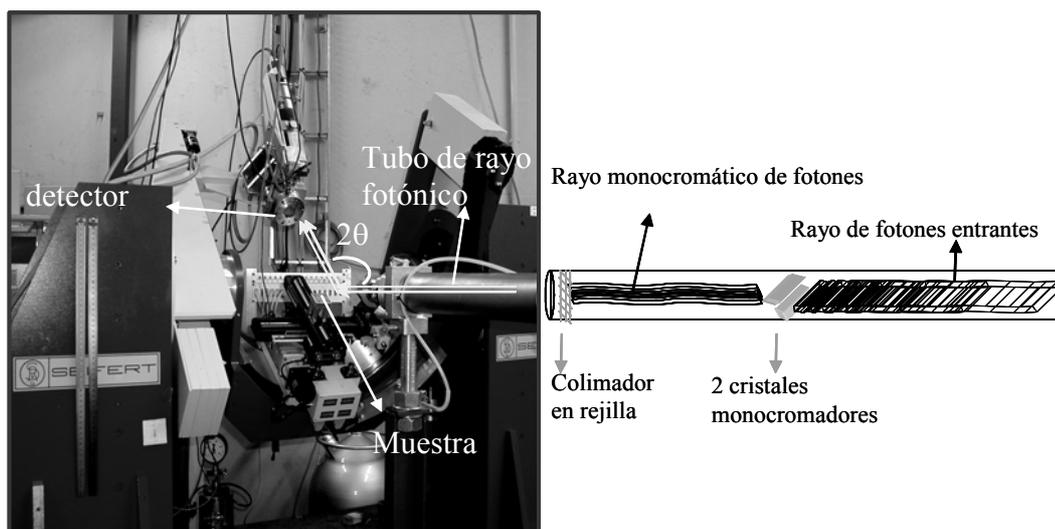


Figura 3.5 Partes del equipo de difracción de rayos X en la línea G3 del sincrotrón en DESY, Hamburgo.

De esta forma se colectan los patrones de difracción que contienen los perfiles de reflexión de cada una de las fases presentes en el volumen analizado, determinado por la profundidad de penetración y el radio del rayo seleccionado. Comparada con la radiación emitida por tubos de rayos X de laboratorio, la radiación sincrotrón tiene las ventajas de que su flujo de fotones es varios órdenes de magnitud mayor y la divergencia de la radiación es menor (mejor resolución angular), además de que su energía es fácilmente ajustable en un amplio intervalo y, por ende, las profundidades de penetración también. Los parámetros utilizados para la identificación de fases se presentan en la Tabla 3.2.

Las mediciones de difracción de rayos X, tanto para análisis de fases como para esfuerzos residuales, están basadas en la Ley de Bragg (Ecuación 10). La comparación de espectros se hizo con los estándares de la base de datos del programa PCPDFWIN, Versión 2.1, junio 2000, Copyright 2000, JCPDS-IDD^[21].

Las mediciones de esfuerzos residuales por DRX fueron realizadas utilizando el llamado *Método $\sin^2 \psi$* . El principio del método consiste evaluar la variación en la intensidad de una reflexión del espectro de cada fase estudiada, conforme la muestra es inclinada a distintos ángulos ψ . (ver Figura 2.24), lo que permite la medición de los esfuerzos $\varepsilon_{\varphi\psi}$ como función de ψ (Figura 2.25). La deformación interna $\varepsilon_{\varphi,\psi}$ puede ser determinada a partir de una regresión lineal de distancias interplanares d_{hkl} y luego

calcular $\sigma_{\phi,\psi}$. Luego de obtener los difractogramas de las muestras utilizando una radiación de 8,05 keV (radiación $\text{CuK}\alpha$), se escogió reflexiones de planos de alto orden (altos índices de Miller, hkl) porque las deformaciones en estos planos son mayores. Se eligieron 2 reflexiones de la fase fcc porque los espectros generados por esta fase (Figuras 4.19, 4.20 y 4.21) lo permitieron y no se realizó análisis de la fase Co porque no hubo alguna reflexión con suficiente intensidad para ello. En conjunto con las condiciones de la Tabla 3.2 presentes en la fila correspondiente a 8,05 keV, se implementaron los parámetros en la Tabla 3.3 para obtener los análisis de esfuerzos residuales.

Tabla 3.2 Parámetros empleados para el análisis de las fases por radiación sincrotrón.

Energía (keV)	Rango 2θ (°)	Avance de ángulo $\Delta 2\theta$ (°)	Tiempo de exposición (μs)	Muestra	Área de incidencia (mm^2)
6,93 (radiación $\text{CoK}\alpha$)	20-100	0,03	900	R123C4 SB10C4	20
8,05 (radiación $\text{CuK}\alpha$)	30-127		600	R123C4 SB10C4 R123 SB10	8
17,5 (radiación $\text{MoK}\alpha$)	12-50	0,015	700		

Tabla 3.3 Parámetros para los análisis de esfuerzos residuales.

Reflecciones	Intervalo de ψ [°]
FCC ₃₃₁	± 0, 20, 40, 60, 70
FCC ₄₂₀	
WC ₂₁₁	

3.6 Rugosidad, densidad y porosidad

Las mediciones de rugosidad de las muestras utilizadas para el análisis microestructural y de dureza se llevaron a cabo con un equipo Hommelwerke Turbo Tester, con un sensor tipo TK300 siguiendo la norma DIN 4768/1. De acuerdo a la norma, el valor de rugosidad aritmética “ R_a ”, como su nombre lo indica, se obtiene por el valor promedio de las desviaciones positivas y negativas del plano de la superficie de la muestra, como sigue:

$$Ra = \frac{1}{l_m} \int_{x=0}^{x=l_m} I_y \, dx \quad (13)$$

La distancia de medición fue $l_m = 4.8$ mm y la velocidad, 0,5 mm/s. Las mediciones se llevaron a cabo en distintas partes de la superficie.

La densidad y porosidad se midieron en los laboratorios de Boehlerit en Kapfenberg, Austria. Para las aleaciones investigadas en este trabajo, la densidad se obtuvo bajo la norma DIN-ISO 3369; y la porosidad, bajo la norma ISO-4505.

3.7 Ensayos de Dureza

3.7.1 Indentación superficial

Los ensayos de dureza Vickers sobre la superficie de las muestras SB10 y SB10 recubierta se llevaron a cabo con la ayuda de un equipo EMCO Test M1C010, empleando cargas de 0,3, 0,5, 1, 2, 3, 5, 10, 20 y 30 kg. El durómetro está equipado con objetivos cuyas magnificaciones son de 150x, 600x, 1200x y 2400x. A la platina del microscopio se encuentran incorporados 2 tornillos micrométricos con pantallas digitales que permiten moverla con una precisión de ± 1 μ m. Para las indentaciones con cargas de 0,05, 0,1 y 0,2 kg se empleó el microdurómetro MHT-4. Se efectuaron 3 repeticiones de cada una de las mediciones realizadas.

Al equipo EMCO Test M1C010 está acoplada una cámara CCD en blanco y negro que permite hacer las mediciones de las diagonales de la impronta, obteniéndose el valor de dureza siguiendo la norma DIN EN ISO 4516. Para mayor precisión las diagonales se midieron utilizando el objetivo con mayor resolución posible, incluyendo todas las mediciones de los perfiles de dureza, para los cuales se empleó el objetivo de 2400x.

3.7.2 Microdureza

El equipo utilizado para llevar a cabo las mediciones de los perfiles de microdureza consistió en un indentador AP para microdureza, adaptado a un microscopio óptico Carl Zeiss West Germany Axioskop (con una magnificación máxima de 1000x), acoplado a una computadora MHT-4 (para fijar los parámetros de la medición) y una pantalla a color que muestra la imagen obtenida por el sistema óptico del microscopio. El microscopio se encuentra sobre una plataforma aislante para evitar cualquier influencia causada por posibles vibraciones a los alrededores. El intervalo de cargas para el cual el indentador está calibrado es de 0,0005-2 N. El indentador consiste en una cabeza piramidal de base cuadrada (Vickers) con una redondez en la punta de $<0,25\mu\text{m}$. Los componentes del equipo se encuentran en la Figura 3.6.



Figura 3.6 Componentes del equipo utilizado para medir microdureza.

Para realizar una indentación los parámetros requeridos para la medición (carga, velocidad de indentación, tiempo de indentación) deben ser definidos previamente en la computadora, luego se coloca la muestra en la platina del microscopio y se determina la posición de la zona de la muestra a ser indentada. Una vez que se encuentra la posición, se procede a rotar manualmente el revólver del microscopio en la posición del indentador y, por último, se oprime el botón del computador para iniciar la medición. Se obtuvo perfiles de microdureza HV_{0,05} de todas las muestras de las series SB10 y R123.

3.7.2.1 Metodología adaptada para la medición de perfiles de dureza

Debido a que el método de indentación superficial sobre las muestras estudiadas no fue apropiado, tuvo que emplearse el método de indentación en secciones transversales de las muestras. Las muestras empleadas fueron insertos reales de carburo cementado, por lo que hubo que considerar hacerle ciertas modificaciones al método de indentación sugerido por la norma EN ISO 4516 para las secciones transversales de las muestras. El procedimiento descrito en los siguientes párrafos fue empleado como una forma fácil, reproducible y representativa de analizar los perfiles de dureza de insertos para herramientas de corte con las características que presentan los materiales aquí estudiados:

Al cortar las muestras perpendicularmente a la superficie, la extensión de algunas de las zonas (especialmente los recubrimientos y capas C4) no era suficiente para realizar indentaciones sobre las mismas sin que parte de la impronta quedara fuera de la zona indentada. Por esta razón, los insertos tuvieron que ser cortados con un ángulo de $\sim 20^\circ$ de inclinación respecto al plano de su superficie, como se indica en la Figura 3.7, de manera tal que las distintas zonas de fases aparecieran alargadas. Al realizar indentaciones en las capas externas de las muestras es probable obtener valores de dureza compuesta entre la zona indentada y la adyacente, dependiendo de la extensión de la zona plástica de la indentación y de la posición de la misma respecto a la intercara entre zonas (ver Figura 3.8). Sin embargo, es más fácil identificar las posiciones donde se debe realizar la indentación, debido a que existe espacio suficiente en cada zona para la misma. Posteriormente, cada muestra ya cortada tuvo que ser

embutida para facilitar la manipulación durante las etapas de desbaste y pulido, así como para asegurar una superficie plana y horizontal, necesaria para realizar indentaciones a baja carga. Es necesaria una preparación metalográfica de la superficie adecuada, para eliminar cualquier esfuerzo inducido en el procedimiento de corte de la muestra.

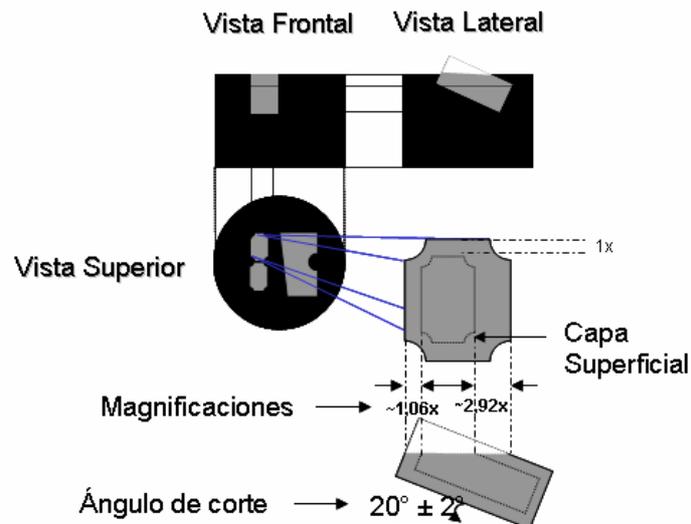


Figura 3.7 Vistas esquematizadas de un inserto de corte seccionado con ángulo para engrandecer las distintas zonas superficiales de la microestructura, embutido para realizar los perfiles de microdureza.

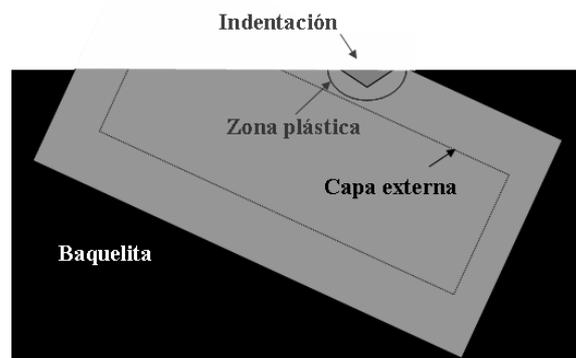


Figura 3.8 Vista esquemática de la extensión de la zona plástica en una muestra inclinada.

Después de considerar la norma DIN EN 4516:2002 y las características microestructurales de las muestras, fueron escogidos los siguientes parámetros de indentación:

- Carga: 0,05 kg.

- Tiempo: 15 s.
- Velocidad de penetración: 0,005 kg/s.
- 6 repeticiones por indentación.

Una vez que los parámetros son programados en la computadora del indentador, se posiciona la muestra en la platina del microscopio. Es importante asegurarse de que las mediciones se llevan a cabo en la parte expandida de la muestra, de manera tal que haya suficiente espacio para la impronta.

Se conoce que el TiCN presenta un comportamiento altamente elástico^[47] y tiende a formar grietas si se aplican cargas muy altas. Por otro lado, pudo observarse que los carburos cementados estudiados presentaron zonas en las cuales granos de 1-5 μm , de distinta naturaleza, coexisten, por lo que hace falta una carga que genere tamaños de impronta suficientemente representativos de la zona. Por estas razones fue escogida una carga de 0,05 kg como adecuada para realizar indentaciones sobre estos materiales, debido a que generalmente permite obtener improntas libres de grietas en TiCN y con la ayuda estadística de un número suficiente de repeticiones, el tamaño de la impronta es también adecuado en las zonas conformadas por más de un tipo de grano.

Se encontraron grietas en el borde de algunas de las improntas realizadas, la mayoría de las cuales se dieron al indentar la intercara entre estas dos zonas (en las muestras R123C5 y SB10C5) y al indentar recubrimientos con espesores muy reducidos. El recubrimiento de las muestras también presentó grietas previas a los ensayos de dureza en algunos lugares, posiblemente debido a esfuerzos residuales de tensión o a la alta rugosidad de las muestras, que puede causar falta de resistencia en la zona del material cercana a la superficie y pueden provocar una fractura si la probeta no es manipulada correctamente. Especial cuidado debe tomarse de no efectuar indentaciones cerca de grietas presentes en la probeta, así como en zonas de alta rugosidad o espesores reducidos, que podrían generar grietas en la impronta por influencias del material de embutición. Por otro lado, las pocas grietas que surgieron en la intercara recubrimiento/capa C4 después de la indentación pudieron generarse a partir de un estado de esfuerzos internos en el material, propenso a formar grietas al ser éste indentado y más si la geometría del indentador puede formar concentradores de

esfuerzos que favorezcan el agrietamiento (como es el caso de las intersecciones anguladas de los indentadores Vickers).

En cualquier caso, se sabe que las grietas que se dan en recubrimientos frágiles (TiC, TiCN, etc.) pueden aparecer en la etapa de descarga del ensayo de dureza y, contrario a lo que se podría pensar si se dieran en la etapa de carga, estas grietas no influyen en el valor de dureza medido, debido a que no afectan la profundidad de indentación y, por ende, tampoco el área de contacto a esta profundidad^[30]. Incluso algunos valores obtenidos en el presente trabajo fueron mayores para indentaciones con grietas que para indentaciones representativas libres de grietas. El hecho de que la aparición de grietas en la intercara recubrimiento/capa *C4* de las muestras estudiadas fue más la excepción que la regla, lleva a pensar que estas grietas son consecuencia de la naturaleza inestable de la mecánica de fractura en materiales sensibles a agrietarse, por lo que pueden o no aparecer según las condiciones específicas de cada indentación. Por esta razón, en aquellas muestras para las cuales se dio el agrietamiento en algunas mediciones, se halló como solución incrementar el número de repeticiones y promediar sólo los valores de 6 indentaciones confiables. Por otro lado, en caso de que el recubrimiento simplemente no tuviera un espesor adecuado y generara grietas en la mayoría de las indentaciones, estos valores no pueden ser tomados como representativos del material.

La cantidad de indentaciones a llevar a cabo a lo largo de las secciones transversales de los insertos dependió del número de zonas y en la extensión de cada una. Dependiendo del tipo de muestra, la distancia desde la superficie hasta la cual se realizaron indentaciones varió entre 95 y 180 μm , equivalentes a un rango de 6 a 8 indentaciones. Esto significa que la clasificación de las indentaciones se hace visualmente (por número, según la zona del material a la que corresponde), pero el valor se expresa con su profundidad media correspondiente (relativa a cada muestra), como se muestra en el Apéndice F. Debido a que cada zona es característica de cada muestra, no siempre presenta una intercara plana y definida, y su espesor puede variar en distintos lugares de una misma muestra. Por ello la distribución de indentaciones muchas veces no puede ser rectilínea (ya sea en repeticiones de indentaciones correspondientes a la misma zona o en indentaciones de zonas consecutivas). Esto significa que la

distribución debe adaptarse a las características microestructurales de cada muestra si se quiere mantener la distancia mínima entre 2 indentaciones, como puede apreciarse si se compararan las distribuciones de las figuras 4.28 y 4.29. Es por ello que si se quiere expresar los valores de dureza como un perfil, la clasificación de las indentaciones debe realizarse principalmente por zona y no por distancia desde la superficie, debido a que puede resultar una alta desviación estándar en el valor de distancia.

Como es sabido, la determinación de las diagonales de la impronta en el ensayo de dureza Vickers juega un papel muy importante al obtener valores de microdureza confiables. Puede observarse en las tablas y fotomicrografías del Apéndice F que las diagonales de las indentaciones en ningún caso son mayores a $8\ \mu\text{m}$, debido a la baja carga empleada (0,05 kg) y la alta dureza de las zonas evaluadas (incluso de la menos dura). Por ende, la implementación de un objetivo de 2400x de magnificación fue de gran importancia para minimizar el error generado y obtener un valor representativo en todas las mediciones. Es por ello que la disponibilidad de este tipo de recursos ópticos es necesaria para validar el procedimiento presentado, o de otra forma la desviación estándar de las mediciones puede aumentar de tal manera que no se pudieran realizar comparaciones precisas entre las distintas muestras o zonas dentro de una misma muestra. Esta alta variación fue corroborada al medir las longitudes de las diagonales directamente en el analizador de imágenes acoplado al equipo MHT-4, en el cual sólo es posible una magnificación máxima de 1000x. Por otro lado, el durómetro utilizado en este caso contaba sólo con un analizador de imágenes en blanco y negro, que permite un menor contraste para encontrar los vértices de la impronta que el que puede ofrecer un analizador de imágenes a color. En cuanto a la precisión en el posicionamiento del indentador en el lugar deseado, se demostró que magnificaciones de 1000x, e incluso de 500x, son suficientes para indentar con exactitud el lugar precisado.

3.7.3 Nanodureza

Se realizaron ensayos de nanodureza por medio de un nanodurómetro MTS Systems XP, USA, equipado con un indentador Berkovich y un sistema de análisis óptico con una magnificación de 1000x. El equipo se muestra en la Figura 3.9, aislado

del medio ambiente en una cámara que evita la influencia de vibraciones. Los ensayos se llevaron a cabo para las muestras de las series SB10 y R123, en las cuales se realizaron indentaciones sobre los distintos gradientes hasta alcanzar distancias entre los 100 y los 190 μm , dependiendo de la extensión de la estructura gradiente en la muestra. Se realizaron 10 repeticiones por cada valor de dureza. La profundidad máxima de indentación (h_{max}) fue de 500 nm, con una velocidad de penetración de 25 nm/s, y fue mantenida durante 15 segundos al alcanzar la carga máxima. A 95% de completitud de la etapa de descarga se llevó a cabo una segunda retención para determinar la variación térmica. Todas las durezas (H_{IT}) fueron calculadas de acuerdo a la norma ISO 14577 para ensayos de nanodureza.

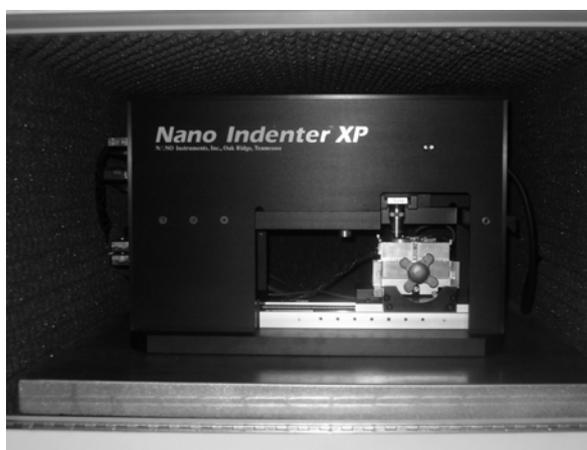


Figura 3.9 Equipo Nano Indenter XP para ensayos de indentación sensible a la profundidad (nanodureza).

3.8 Ensayos de corte

Ensayos de corte en seco de las muestras R123g y R123C4 fueron realizados en los laboratorios de Boehlerit GMBH & Co. KG, según las condiciones de corte presentadas en la Tabla 3.4. Como criterio técnico para determinar la vida de la herramienta, se fijó el desgaste de flanco en 0,3 mm.

Tabla 3.4 Condiciones empleadas en los ensayos de corte.

Velocidad de corte (m/min)	Profundidad de corte (mm)	Velocidad de alimentación (mm/rev)	Material	Dureza (HB)
250	2	0,25	35CrNiMo6	248

CAPÍTULO V

CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

5.1 Conclusiones

- Todas las muestras estudiadas corresponden a metales duros de granos de tamaño medio-grueso.
- Los metales duros con altos contenidos de Ti, Ta y Nb (serie SB10) presentaron granos del tipo “core-rim”, que generalmente aparece en cermets.
- Las condiciones de modificación superficial utilizadas en ambos tipos de muestra permiten generar una capa densa de (Ti,Ta,Nb,W)(C,N) en la superficie, la cual presenta inclusiones de Cobalto irregularmente distribuidas en su volumen. El espesor de esta capa aumenta como función del incremento en el gradiente de nitrógeno entre la superficie y la composición inicial de la muestra; este espesor es de ~5-10 μm en la composición para torneado, y en la composición para fresado este valor se duplica. La intercara entre esta capa y el material base es bien definida en la composición de torneado, aunque no es plana, y es difusa en la composición para fresado.
- La técnica de análisis elemental por dispersión de energía de rayos X no tiene suficiente resolución lateral para realizar análisis cuantitativos del carácter gradiente de la distribución de composiciones en las muestras estudiadas, mas sí es una buena técnica cualitativa para observar la transición que representa la capa de (Ti,Ta,Nb,W)(C,N) entre el recubrimiento de TiCN-TiN y el material base de las muestras modificadas superficialmente.

- La técnica de difracción de rayos X por radiación sincrotrón permite identificar el carácter gradiente de la fase fcc que compone los carbonitruros de la capa externa en los metales duros gradientes funcionales, pero la naturaleza compleja de su microestructura no permite cuantificar esta variación como función de la profundidad.
- Se logró determinar el estado de esfuerzos del carburo de tungsteno y de la fase de carbonitruros del tipo fcc por medio de la técnica de difracción de rayos X. Los esfuerzos residuales de tensión, generados mediante la sinterización reactiva, de las muestras estudiadas, son bajos (<200MPa), comparados con los que generan otro tipo de tratamientos superficiales (>1000MPa). La fase fcc de la capa externa en los metales duros con características continuas se encuentra en estado gradiente de tensión. La elección errónea de las direcciones principales y el carácter gradiente del estado de esfuerzos originaron errores altos (hasta de 80%) al emplear el método elegido ($\text{sen}^2\psi$).
- La aparición de la llamada capa C4 casi triplica la rugosidad en la composición para torneado y en la composición para fresado el valor supera en más de un 500% la condición sin modificación superficial. Recubrir por HT-CVD las muestras sin modificar no aumenta la rugosidad más de 20% y además la disminuye en las muestras modificadas.
- Las condiciones superficiales de las muestras con capas superficiales duras no cumplen con los requerimientos mínimos para determinar la dureza compuesta por medio del método de indentación superficial.
- El método de microindentación diseñado e implementado resultó ser adecuado para el análisis de los perfiles de dureza de insertos de corte de carburo cementado en sus distintas configuraciones. Los perfiles de microdureza de las muestras se corresponden con los perfiles de composición y microestructura.

- Tanto microestructuralmente como en cuanto a la microdureza, los carburos cementados convencionales recubiertos de la serie R123 presentan la misma tendencia en el perfil que los carburos cementados gradientes funcionales: una zona de $\sim 10 \mu\text{m}$ y $\text{HV}_{0,05} > 19 \text{ GPa}$; una zona WC-Co de $\text{HV}_{0,05} = 14-15 \text{ GPa}$; un material base con carbonitruros del tipo fcc, además del WC y Co, con durezas $\sim 17-19 \text{ GPa}$.
- En la serie para fresado la zona dura generada difusionalmente presentó mayor espesor que el recubrimiento ($\sim 15-20 \mu\text{m}$ vs. $7-10 \mu\text{m}$) y los valores de dureza máximos se dieron en la capa formada por difusión ($\sim 23 \text{ GPa}$). El perfil de dureza de la condición gradiente funcional es monótonamente decreciente hasta llegar a valores de $\sim 15 \text{ GPa}$ en el material base. El perfil del metal duro convencional recubierto presentó un mínimo (de $\sim 16 \text{ GPa}$) al indentar la intercara recubrimiento/substrato con la capa de TiN y una alta concentración de Co, alcanzó valores de $\sim 18 \text{ GPa}$ en el substrato.
- Se logró determinar por medio de la ayuda del método de indentación que el recubrimiento HT-CVD de TiCN empleado presenta una dureza de $20 \pm 1 \text{ GPa}$.
- A pesar de la alta rugosidad de la superficie de la herramienta de corte gradiente funcional, su vida útil en aplicaciones de torneado es mejorada en un 1700% respecto a la herramienta convencional.

5.2 Recomendaciones

- Emplear técnicas de mejor resolución lateral, como el de espectroscopia óptica de emisión por descarga incandescente (GDOS), para determinar cuantitativamente la presencia de un gradiente en el perfil de composición de los distintos elementos.
- Determinar los esfuerzos principales verdaderos de las superficies modificadas superficialmente a partir de la medición de 3 direcciones ϕ distintas y considerar la condición $\sigma_3 \neq 0$ mediante el empleo de técnicas como la del “**scattering vector**”. Evaluar los esfuerzos residuales también en insertos recubiertos.
- Efectuar el conformado de insertos por técnicas de sinterización reactiva en **fase sólida**, que probablemente permitan la obtención de mejores gradientes y superficies menos rugosas y poder llevar a cabo los ensayos de indentación superficial.
- Llevar a cabo las mediciones de los perfiles de dureza de muestras recubiertas que presenten los espesores mínimos necesarios que eviten influencias del material de embutición.
- Evaluar los perfiles de dureza en muestras recubiertas con multicapas, por ejemplo, de $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{TiCN}$.
- Llevar a cabo ensayos de desgaste por microabrasión a altas temperaturas ($>800^\circ\text{C}$) en insertos de metales duros gradientes funcionales con y sin recubrimiento y compararlos con ensayos en insertos convencionales recubiertos, para caracterizar los mecanismos de desgaste en condiciones cercanas a la realidad.

REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] ETTMAYER, P. (1989). *HARDMETALS AND CERMETS*, Annual Review of Material Science, 19, 145-164.
- [2] KIEFFER, R. y Benesovsky, F. (1965). *Hartmetalle*, 2da. edición, Ed. Springer, Viena, 541 p.
- [3] BHAT, Deepak G. (1998). *Application of CVD and PVD technologies to cutting tools, and evaluation of tool failure modes*, Revista de la facultad de ingeniería, 13 (2), 15-26.
- [4] KOSSOWSKY, R. (editor) (1989). *Surface modification engineering. Fundamental aspects*, I, Florida, CRC Unscience Series, 190-221.
- [5] DREYER, D.; Kassel, H.; Daub, W. y otros. (2001). *Functionally Graded Hardmetals and Cermets: Preparation, Performance and Production Scale Up*, Proc. 15th Plansee Seminar, 2, 817-832.
- [6] GARCÍA, J.; Chen, L.; Lengauer, W. y otros. (2003). *US Patent* 6, 506, 226.
- [7] EXNER, H.E. (1979). *Physical and chemical nature of cemented carbides*, International Metals Review, 4, 149-173.
- [8] GEE, M.G.; Roebuck, B.; Lindhal, P. y Andren, H-O (1996). *Constituent phase nanoindentation of WC/Co and Ti(C,N) hard metals*, Materials Science and Engineering, A209, pp. 128-136.
- [9] XU, Zhi-Hui (2004). *Mechanical Characterisation of Coatings and Composites. Depth-Sensing Indentation and Finite Element Modelling*, Tesis Doctoral, Department of Materials Science and Engineering Royal Institute of Technology, Estocolmo, Suecia, 50 p.
- [10] RÜDIGER, O.; Grewe, H. y Kolaska, J. (1978). *Verschleiss-Schutzschichten auf hartmetallen*, Wear, 48, 267-282.
- [11] BROOKE, K. (1997). *World directory and handbook of hardmetals and hard materials*, 6ta. edición, Metal Powder Industries Federation (UK), 750 p.
- [12] Cortesía de Boehlerit GmbH & Co KG (2004).
- [13] KOLASKA, H. (1992). *Pulvermetallurgie der Hartmetalle*, Fachverband Pulvermetallurgie, Alemania, 992 p.
- [14] MAKHELE-LEKALA, L.; Luyckx, S. y Nabarro, F.R.N. (2001). *Semi-empirical relationship between the hardness, grain size and mean free path of WC-Co*, International Journal of Refractory Metals & Hard Materials, 19, 245-249.

- [15] O'QUIGLEY, D.G.F.; Luyckx, S. y James, M.N. (1996). *New results on the relationship between hardness and fracture toughness of WC-Co hardmetal*, Materials Science & Engineering, A209, pp. 228-230.
- [16] SCHUBERT, W.D.; Neumeister, H.; Kingler, G. y Lux, B. (1998). *Hardness to toughness relationship of fine-grained WC-Co*, International Journal of Refractory Metals & Hard Materials, 16, 133-142.
- [17] RICHTER, V. y Ruthendorf, M.V. (1999). *On hardness and toughness of ultrafine and nanocrystalline hard materials*, International Journal of Refractory Metals & Hard Materials, 17, 141-152.
- [18] GARCÍA, José y Lengauer, Walter (2001). *Quantitative Mass Spectrometry of Decarburisation and Denitridation of Cemented Carbonitrides During Sintering*, Mikrochimica Acta, 136, 83-89.
- [19] LENGAUER, W. (2000). *Handbook of Ceramic Hard Materials (Ed. R. Riedel)*, I, Alemania, Wiley-VCH, 202-252, 1120 p.
- [20] RUDY, E. (1973). *Constitution of Ternary titanium-tungsten-carbon alloys*", Journal of Less Common Metals, 33, 245-273.
- [21] BERRY, L. G. (editor) (1974). *JCPDS- International Center for Diffraction data Powder Diffraction File*, U.S. Department of Commerce, National Bureau of Standards, and Joint Committee on Powder Diffraction Standards, Swarthmore.
- [22] DREYER, K. Berg y H. van den (2000). *Neue Cermet-Schneidwerkstoffe - Stand der Technik heute*, Keramische Zeitschrift, 52 (12), 1189-1195.
- [23] BERG, G.; Friedrich, C.; Broszeit, E. y Berger, C. (2000). *Handbook of Ceramic Hard Materials (Ed. R. Riedel)*, I, Alemania, Wiley-VCH, 202-252, 1120 p.
- [24] BLEECK, O.; Munz, D.; Schaller, W. y Yang, Y.Y. (1998). *Effect of graded interlayer on the stress intensity factor of cracks in a joint under thermal loading*, Engineering Fracture Mechanics, 60 (5-6), 615-623.
- [25] NOMURA, Toshio; Moriguchi, Hideki; Tsuda Keiichi y otros (1999). *Material design method for the functionally graded cemented carbide tool*, International Journal of Refractory Metals & Hard materials, 17, 397-404.
- [26] CHEN, Limin; Lengauer, Walter y Dreyer, Klaus (2000). *Advances in modern nitrogen-containing hardmetals and cermets*, International Journal of Refractory Metals & Hard Materials, 18, 153-161.

- [27] SCHWARZKOPF, M.; Exner, H.E. y Fischmeister, H.F. (1988). *Kinetics of compositional modification of (W,Ti)C-WC-Co alloy surfaces*, Material Science and Engineering, A105/106, 225-231.
- [28] GARCÍA, José L.; Lengauer, Walter; Vivas, Julio y otros (2002). *Metal Cutting and High Speed Machining*, (Ed: D.Dudzonski y *cía.*), Alemania, Kluvier Academic/Plenum Publishers, 311-319.
- [29] GARCÍA, José L., (2004). Comunicación personal, Austria.
- [30] WIEDERMAN, R.; Schulz-Kroenert, T. y Oettel, H. (1997). *Härtemessung an Hartstoffschichten*, Praktike Metallografie, 34, pp. 486-507
- [31] Davis, J.R. (Editor) (1998). *Metals Handbook*. Metals Park, OH, ASM International, 1312-1314, 1500 p.
- [32] SHERMAN, D. y Brandon, D. (2000). *Handbook of Ceramic Hard Materials* (Ed. Ralf Riedel), Alemania, WILEY-VCH Verlag GmbH, 67-103, 1120p.
- [33] DIN (2002). *DIN EN ISO 4516:2002*, DIN, Alemania, 16 p.
- [34] COMITÉ EUROPÉEN DE NORMALISATION (2002). *Metallische Werkstoffe – Instrumentierte Eindringprüfung zur Bestimmung der Härte und anderer Werkstoffparameter – Teil 1: Prüfverfahren (ISO 14577-1:2002)*, Bruselas, CEN, 29 p.
- [35] LAWN, B.R.; Evans, A.G. y Marshall, D.B. (1980). *Elastic/plastic indentation damage in ceramics: the median/radial crack system*, Journal of the American Ceramics Society, 63, 574.
- [36] OLIVER, W.C. y Pharr, G.M. (1992). *An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments*, Journal of Material Research, 7 (6), 1564-1583.
- [37] BULL, S.J. (2001). *Interface Engineering and Graded Films; Structure and Characterisation*, Journal of Vacuum Science and Technology A19, 1404-1414.
- [38] BOBBI, MS y Biswas, SK (1998). *Estimation of hardness by nanoindentation of rough surfaces*, Journal of Materials Research, 13 (11), 3227-3233.
- [39] BOBBI, M.S. y Biswas, S.K. (1999). *Deconvolution of hardness from data obtained from nanoindentation of rough surfaces*, Journal of Materials Research, 14 (6), 2259-2268.
- [40] MEINHARD, H. y Grau, P. (2001). *Härtemessung auf rauhen Oberflächen*, HTM, 56, 287-293.
- [41] KRELL, A. (2000). *Handbook of Ceramic Hard Materials* (edited by Ralf Riedel), Alemania, WILEY-VCH Verlag GmbH, 183-201, 1120 p.

- [42] BULL, S.J.; Bhat, D.G. y Staia, M.H. (2003). *Properties and performance of commercial TiCN coatings. Part 2: tribological performance*, Surface and Coating Technology, 163-164, 507-514.
- [43] BULL, S.J., Bhat, D.G. y Staia, M.H. (2003). *Properties and performance of commercial TiCN coatings. Part 1: coating architecture and hardness modelling*, Surface and Coating Technology, 163-164, 499-506.
- [44] BÜCKLE, H. (1973). *The Science of Hardness Testing and its Research Applications (J.W. Westbrook, H. Conrad (Eds.)), Metals Park, Oh, American Society of Materials, p. 453.*
- [45] PUCHI-C., Eli Saúl (2002). *A new model for the computation of the composite hardness of coated systems*, Surface and Coating Technology, 160, 177-186.
- [46] KORNSUNSKY, A.M.; McGurk, M.R.; Bull, S.J. y Page, T.F. (1998). *On the hardness of coated systems*, Surface and Coating Technology, 99, 171-183.
- [47] YANG, Q.; Lengauer, W; Koch, W.T. y otros (2003). *Hardness and elastic properties of Ti(C_xN_{1-x}), Zr(C_xN_{1-x}) and Hf(C_xN_{1-x})*, Journal of Alloys Compounds, 309, L5-L9.
- [48] XU, Zhi-Hui (2004). *Mechanical characterization of coatings and composites. Depth-Sensing Indentation and Finite Element Modelling*. Tesis doctoral, Department of Materials Science and Engineering Royal Institute of Technology, Suecia, 50 p.
- [49] PYZALLA, Anke y Reimers, Walter (2003). *Analysis of Residual Stress by Diffraction using Neutron and Synchrotron Radiation (ed. M.E. Fitzpatrick, A. Londini)*, CRC Press, 219-232, 320 p.
- [50] MACHERAUCH, Eckard (1992). *Praktikum in Werkstoffkunde. Skriptum für Ingenieure, Metall- und Werkstoffkundler, Werkstoffwissenschaftler, Eisenhüttenleute, Fertigungs- und Umformtechniker*, 10ma. edición (versión mejorada), Alemania, Fiedr. Vieweg & Sohn Braunschweig, 331-340, 440 p.
- [51] GENZEL, Christoph (1997). *Structural and Residual Stress Analysis by Nondestructive Methods (Ed. V. Hauk)*, Amsterdam, Elsevier, 384-387.
- [52] LAASCH, Wiebke y Weigert, Susanne (webmasters) (2004). *Drawing of the DORIS and some beamlines and experimental stations* [figura en línea], Hamburger Synchrotron Laboratories, Alemania. Disponible: <http://www-hasyllab.desy.de/> (consulta octubre de 2004).
- [53] GARCÍA, JOSÉ L.; Trampert, Susanne; Lengauer, Walter y otros (2000). *EPMA and GDOES in Functional-Gradient Hardmetals Systems*, Mikrochimica Acta, 133, 223-231.
- [54] KÖNIGSHOFER, Rudolf; Eder, Alexander; Lengauer, Walter y otros (2004). *Growth of the graded zone and its impact on cutting performance in high-pressure nitrogen modified functionally gradient hardmetals*, Journal of Alloys and Compounds, 366, 228-232.

- [55] WITHERS, P.J. (2003). *Analysis of Residual Stress by Diffraction using Neutron and Synchrotron Radiation* (ed. M.E. Fitzpatrick, A. Londini), CRC Press, 170-189, 320 p.
- [56] DAO, Ming; Gu, Pei; Maewal, Akhilesh y Asaro, R. J. (1997). *A micromechanical study of residual stresses in functionally graded materials*, *Acta Materialia*, 45 (8), 3265-3276.
- [57] OETTEL, H.; Wiedemann, R. y Preissler, S. (1995). *Residual stress in nitride hard coatings prepared by magnetron sputtering and arc evaporation*, *Surface and Coating Technology*, 74-75, 273-278.
- [58] EIGENMANN, B. y Macherauch, E. (1995). *Determination of inhomogeneous residual stress states in surface layers of machined engineering ceramics by synchrotron X-rays*, Elsevier, *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B*, 97, 92-97.
- [59] GARCÍA, José L.; Lengauer, Walter; Vivas Julio y otros (2001). *Metal cutting and high speed machining* (edited by. Dudzinski, D., Mollinari, A. & Schulz, H.), Londres, Backer and Tylor, 311-318, 489 p.

Apéndice B

Tabla B.1 Información de los espectros de difracción estándar de distintas fases^[21].

	Longitud de onda, λ (Å)			CuK α 1,54056		MoK α 0,700		CoK α 1,78529		I _{rel.} (%)	Multiplicidad	
	h	k	l	d _{hkl} (Å)	θ_{Cu}	2 θ_{Cu}	θ_{Mo}	2 θ_{Mo}	θ_{Co}			2 θ_{Co}
TiCN	1	1	1	2,47276	18,15	36,3	8,14	16,27	21,16	42,32	100	8
	2	0	0	2,14065	21,09	42,18	9,41	18,82	24,65	49,29	49	6
	2	2	0	1,51409	30,58	61,16	13,37	26,73	36,13	72,25	29	12
	3	1	1	1,29102	36,63	73,26	15,73	31,46	43,74	87,49	32	24
	2	2	2	1,23628	38,54	77,08	16,45	32,89	46,22	92,45	9	8
	4	0	0	1,07063	46,01	92,02	19,08	38,16	56,49	112,97	4	6
	3	3	1	0,98234	51,64	103,28	20,87	41,75	65,33	130,65	15	24
	4	2	0	0,95749	53,56	107,12	21,44	42,88	68,79	137,59	15	24
	4	2	2	0,87411	61,79	123,58	23,60	47,21			17	24
	5	1	1	0,82409	69,18	138,36	25,13	50,26			29	24
TiC	1	1	1	2,49268	18	36	8,07	16,14	20,98	41,97	100	8
	2	0	0	2,15923	20,9	41,8	9,33	18,66	24,42	48,84	51	6
	2	2	0	1,52628	30,31	60,62	13,26	26,51	35,79	71,58	24	12
	3	1	1	1,30174	36,28	72,56	15,60	31,19	43,29	86,59	20	24
	2	2	2	1,24641	38,17	76,34	16,31	32,62	45,74	91,48	7	8
	4	0	0	1,07940	45,53	91,06	18,92	37,84	55,79	111,58	4	6
	3	3	1	0,99047	51,05	102,1	20,69	41,39	64,32	128,64	10	24
	4	2	0	0,96538	52,93	105,86	21,26	42,51	67,62	135,23	12	24
	4	2	2	0,88130	60,93	121,86	23,40	46,80			14	24
	5	1	1	0,83095	67,97	135,94	24,91	49,82			19	24

TiN	1	1	1	2,44801	18,34	36,68	8,22	16,44	21,39	42,77	69	8
	2	0	0	2,11957	21,31	42,62	9,50	19,01	24,91	49,81	100	6
	2	2	0	1,49863	30,93	61,86	13,51	27,01	36,56	73,12	56	12
	3	1	1	1,27815	37,06	74,12	15,89	31,78	44,30	88,60	25	24
	2	2	2	1,22372	39,01	78,02	16,62	33,24	46,84	93,68	17	8
	4	0	0	1,05980	46,62	93,24	19,28	38,57	57,38	114,76	8	6
	3	3	1	0,97248	52,38	104,76	21,09	42,19	66,62	133,24	13	24
	4	2	0	0,94781	54,36	108,72	21,67	43,34	70,36	140,71	30	24
	4	2	2	0,86528	62,9	125,8	23,86	47,72			34	24

Co	1	1	1	2,04652	22,11	44,22	9,85	19,69	25,86	51,72	100	8
	2	0	0	1,77238	25,76	51,52	11,39	22,78	30,24	60,48	46	6
	2	2	0	1,25310	37,93	75,86	16,22	32,44	45,43	90,85	25	12
	3	1	1	1,06866	46,12	92,24	19,12	38,24	56,65	113,29	29	24
	2	2	2	1,02327	48,83	97,66	20,00	40,00	60,73	121,46	9	8
	4	0	0	0,88616	60,37	120,74	23,26	46,53			6	6

WC	0	0	1	2,82900	15,8	31,6	7,11	14,21	18,39	36,79	43	2
	1	0	0	2,51976	17,8	35,6	7,98	15,97	20,75	41,50	100	6
	1	0	1	1,87908	24,2	48,4	10,73	21,47	28,36	56,72	96	12
	1	1	0	1,45358	32	64	13,93	27,87	37,89	75,77	21	12
	0	0	2	1,41811	32,9	65,8	14,29	28,58	39,01	78,02	7	2
	1	1	1	1,29193	36,6	73,2	15,72	31,44	43,70	87,41	24	12
	2	0	0	1,25960	37,7	75,4	16,13	32,27	45,13	90,25	12	6
	1	0	2	1,23466	38,6	77,2	16,47	32,94	46,30	92,60	22	12
	2	0	1	1,15117	42	84	17,70	35,40	50,84	101,69	19	12
	1	1	2	1,01450	49,4	98,8	20,18	40,36	61,63	123,26	16	12
	2	1	0	0,95091	54,1	108,2	21,60	43,19	69,84	139,68	13	12
	0	0	3	0,94498	54,6	109,2	21,74	43,48	70,84	141,68	2	2
	2	0	2	0,94149	54,9	109,8	21,82	43,65	71,46	142,93	13	12
	2	1	1	0,90148	58,7	117,4	22,85	45,69	81,97	163,94	30	24
	1	0	3	0,88502	60,5	121	23,30	46,59			15	12
	3	0	0	0,83868	66,7	133,4	24,67	49,33			10	6
	3	0	1	0,80462	73,2	146,4	25,78	51,57			22	12
	1	1	3	0,79250	76,4	152,8	26,21	52,42			29	12
2	1	2	0,78991	77,2	154,4	26,30	52,60			59	24	

Apéndice A

Mapas de elementos obtenidos por EDX en las muestras R123 recubierta, R123C5, SB10 recubierta y SB10C5.

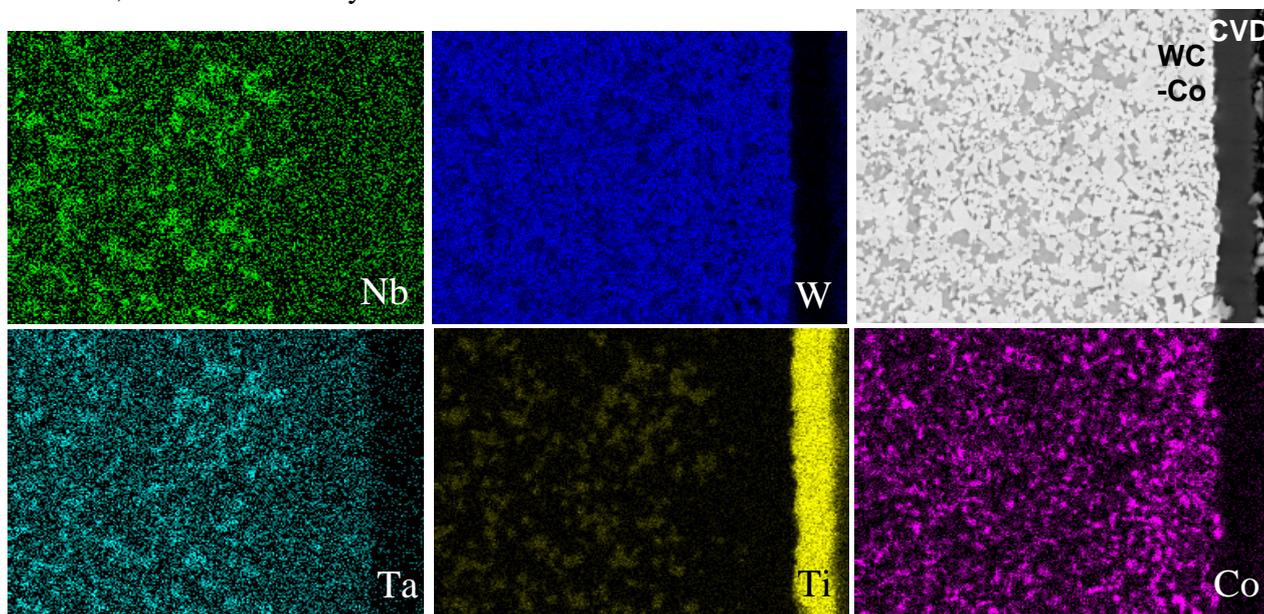


Figura A.1 Mapa de elementos de la muestra R123g recubierta. Fotomicrografía a 2000x por MEB en modo de electrones secundarios. Análisis químico elemental por EDX.

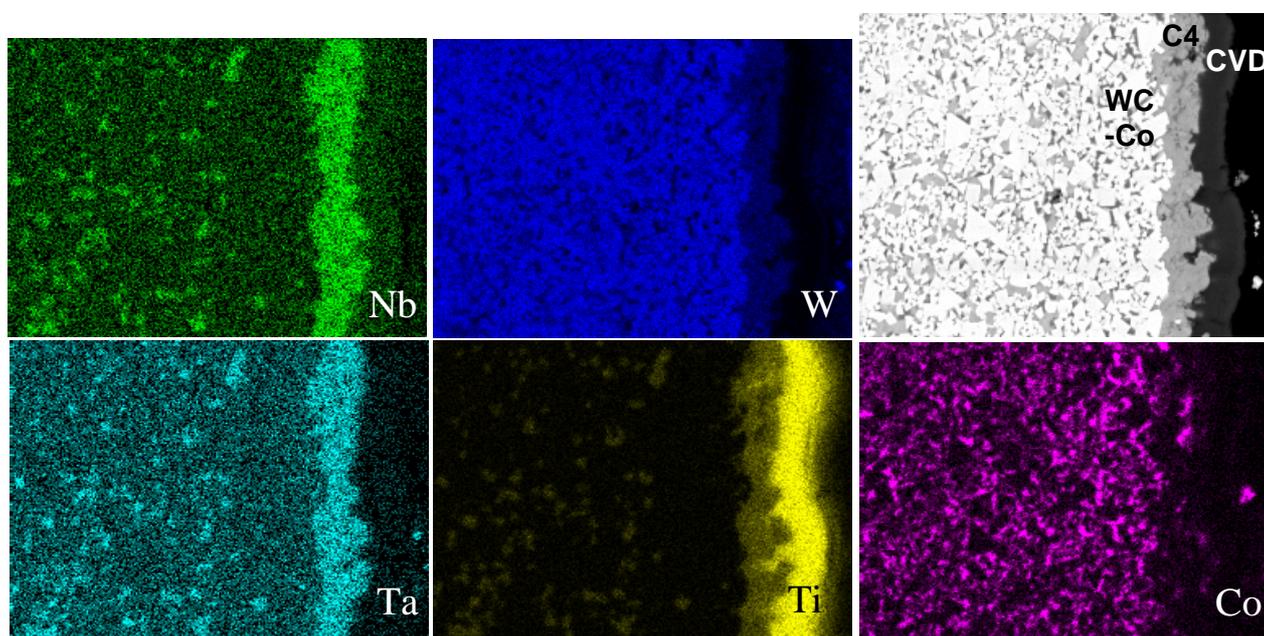


Figura A.2 Mapa de elementos de la muestra R123C5. Fotomicrografía a 2000x por MEB en modo de electrones secundarios. Análisis químico elemental por EDX.

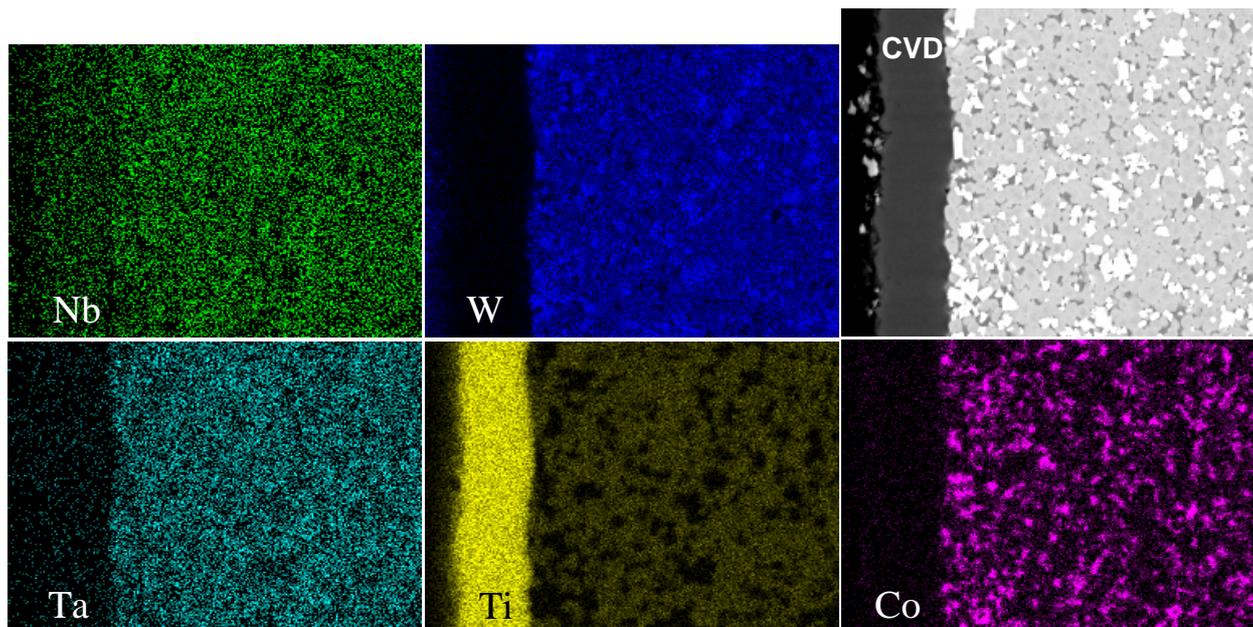


Figura A.3 Mapa de elementos de la muestra SB10 recubierta. Fotomicrografía a 2000x por MEB en modo de electrones secundarios. Análisis químico elemental por EDX.

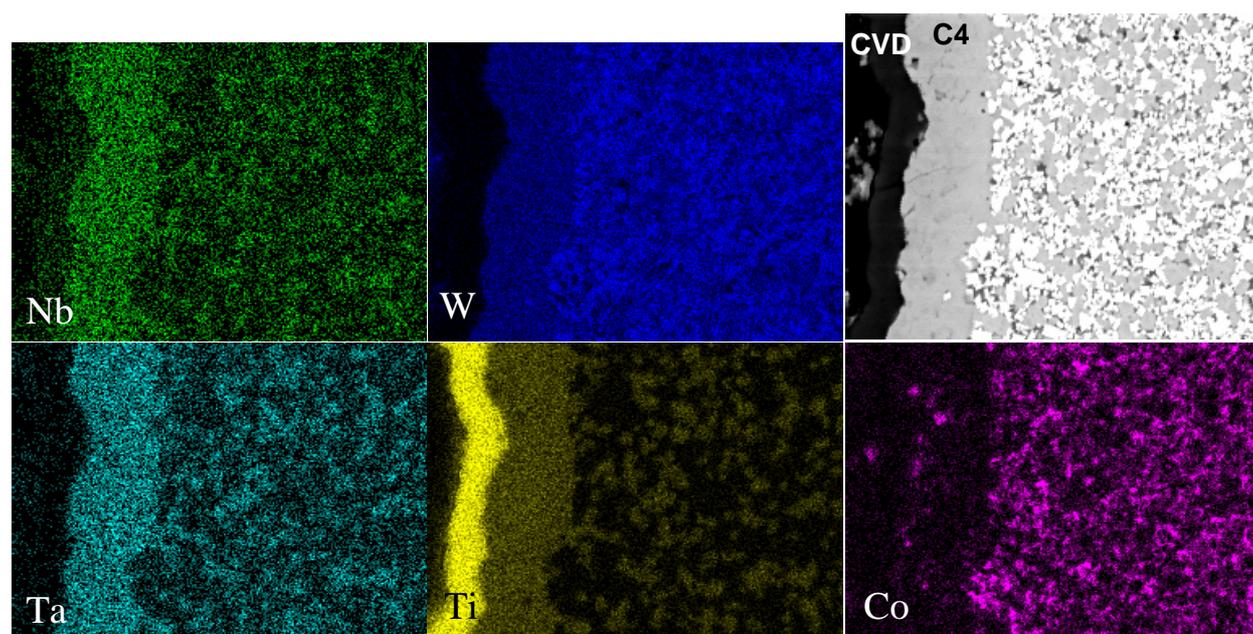


Figura A.4 Mapa de elementos de la muestra SB10C5. Fotomicrografía a 2000x por MEB en modo de electrones secundarios. Análisis químico elemental por EDX.

Apéndice C

Variación de la profundidad de penetración como función de λ , θ y ψ en las distintas fases estudiadas

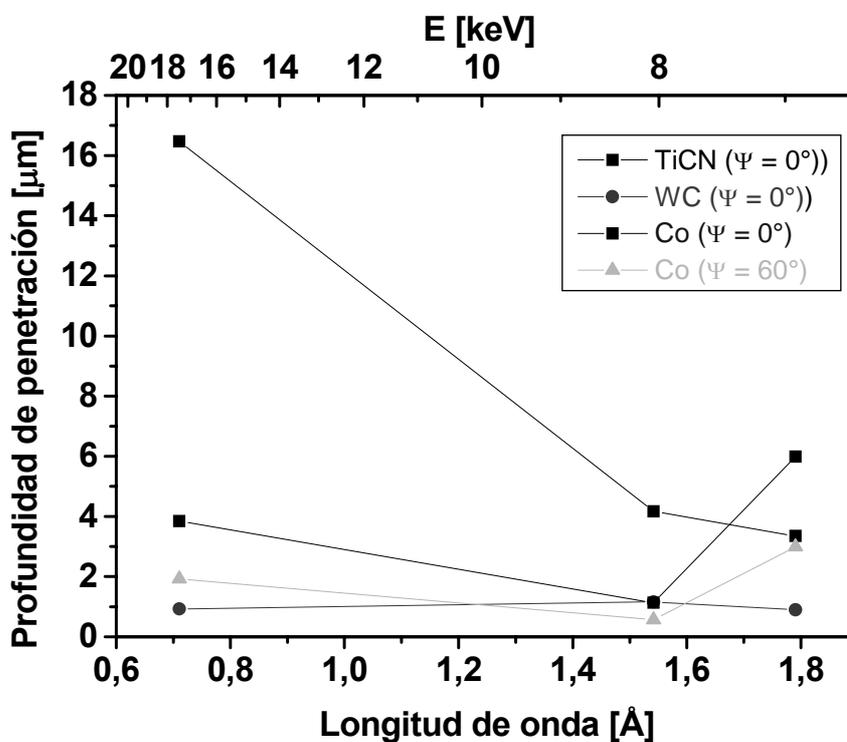


Figura C.1 Profundidad de penetración de la radiación, como función de la longitud de onda y la energía del rayo X para las distintas fases.

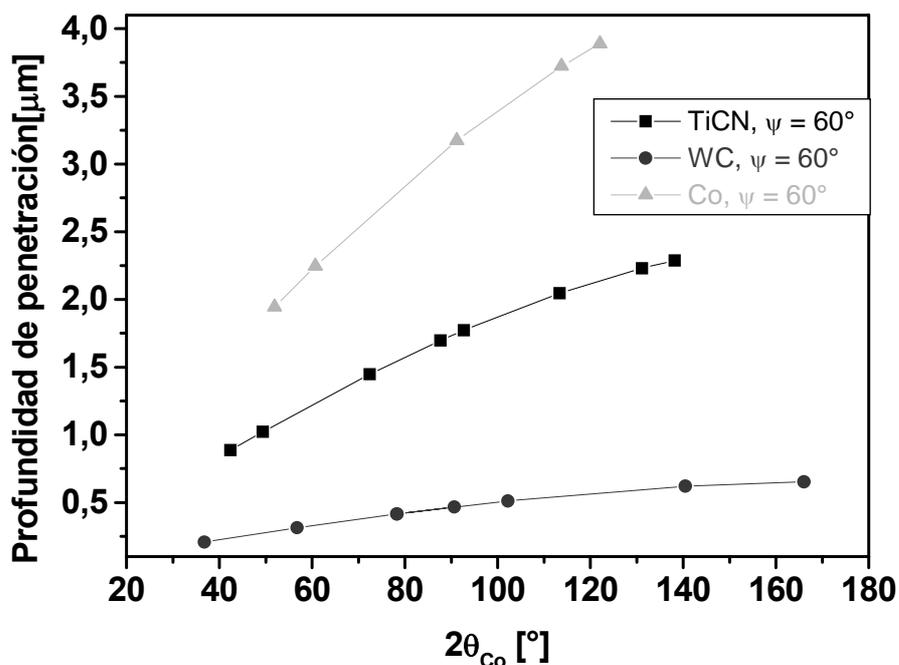


Figura C.2 Profundidad de penetración de rayos X como función del ángulo 2θ para la distintas fases, utilizando radiación $\text{CoK}\alpha$ ($E = 6.93 \text{ keV}$).

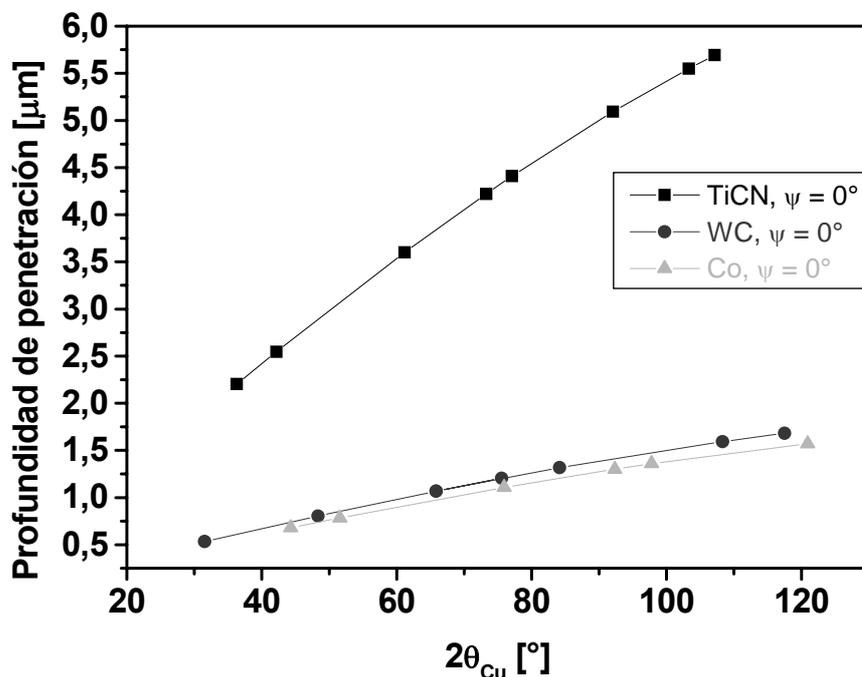


Figura C.3 Profundidad de penetración de rayos X como función del ángulo 2θ para la distintas fases, utilizando radiación $\text{CuK}\alpha$ ($E = 8.05 \text{ keV}$)

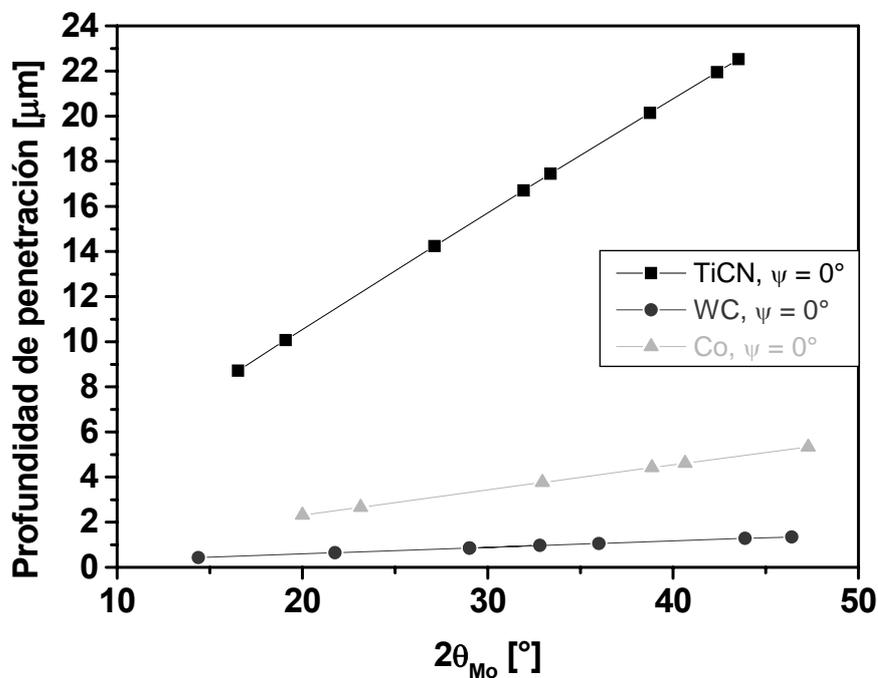


Figura C.4 Profundidad de penetración de rayos X como función del ángulo 2θ para la distintas fases, utilizando radiación $\text{MoK}\alpha$ ($E = 17.5 \text{ keV}$)

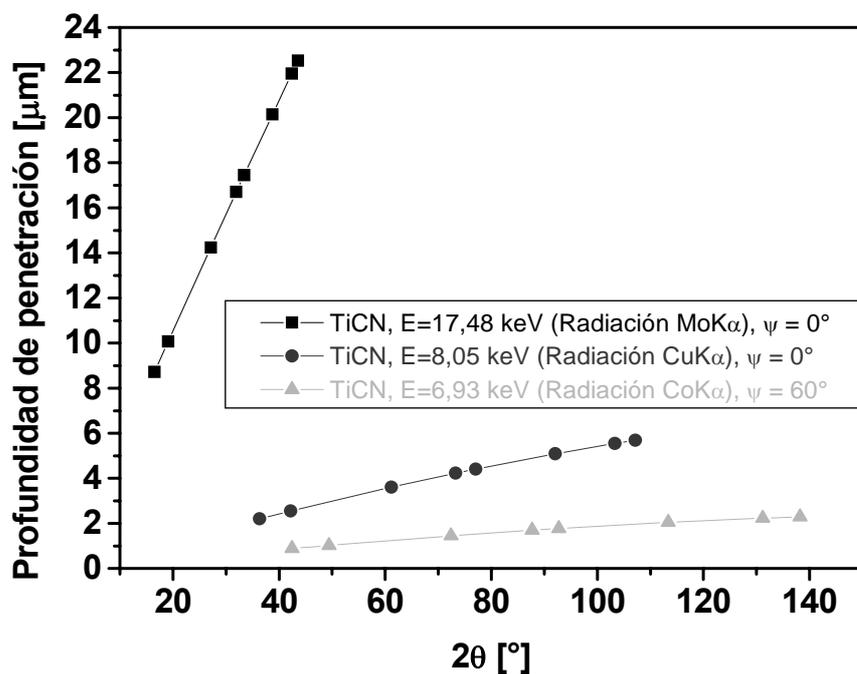


Figura C.5 Profundidad de penetración de rayos X como función del ángulo 2θ para la fase FCC, utilizando distintas radiaciones.

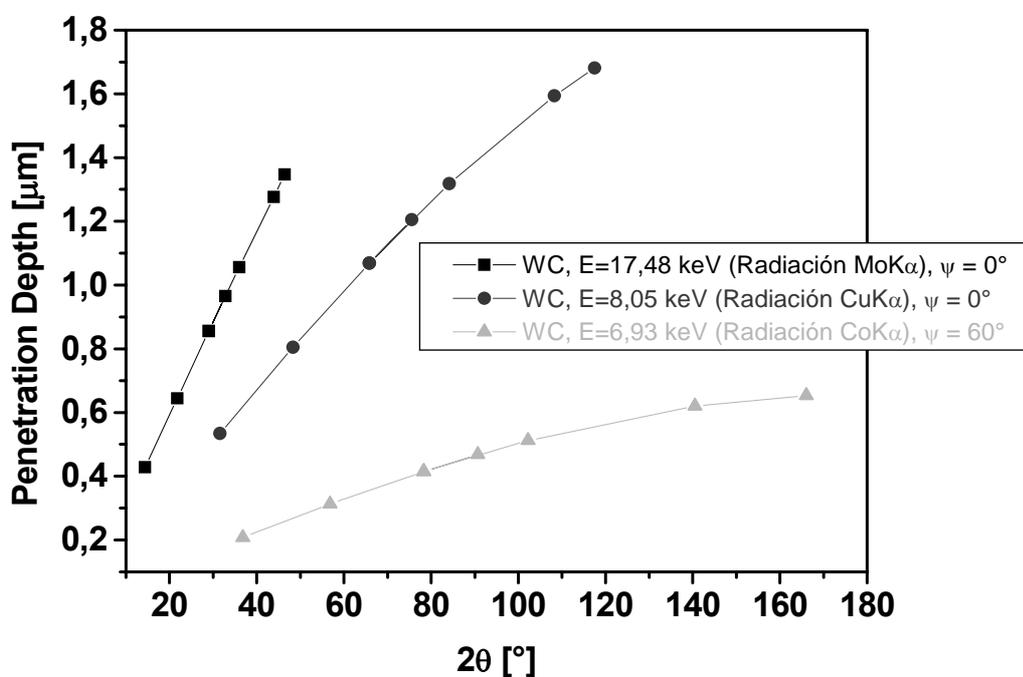


Figura C.6 Profundidad de penetración de rayos X como función del ángulo 2θ para el WC, utilizando distintas radiaciones.

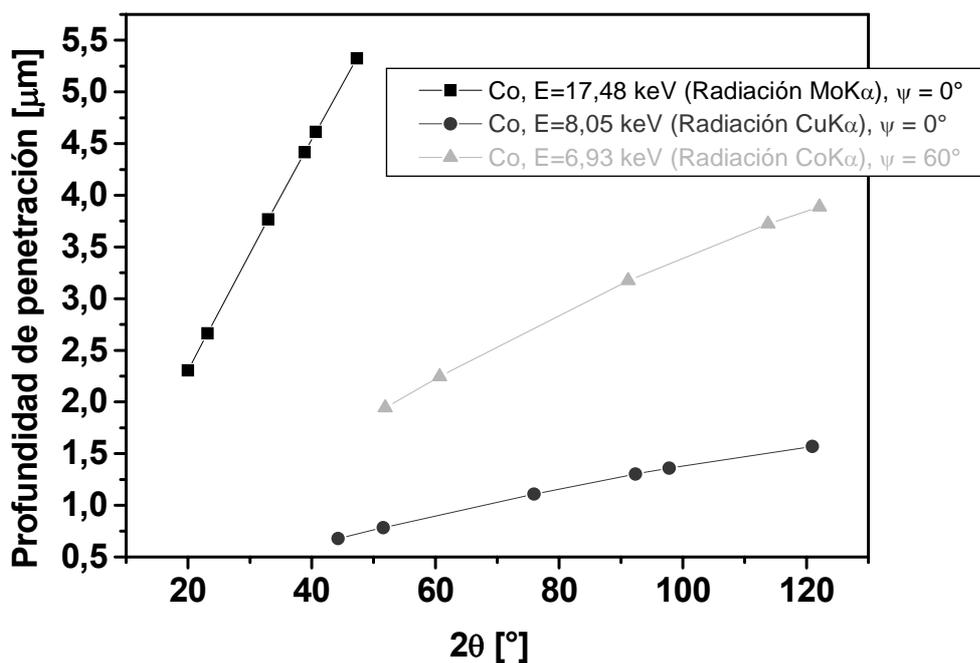


Figura C.7 Profundidad de penetración de rayos X como función del ángulo 2θ para el Co, utilizando distintas radiaciones.

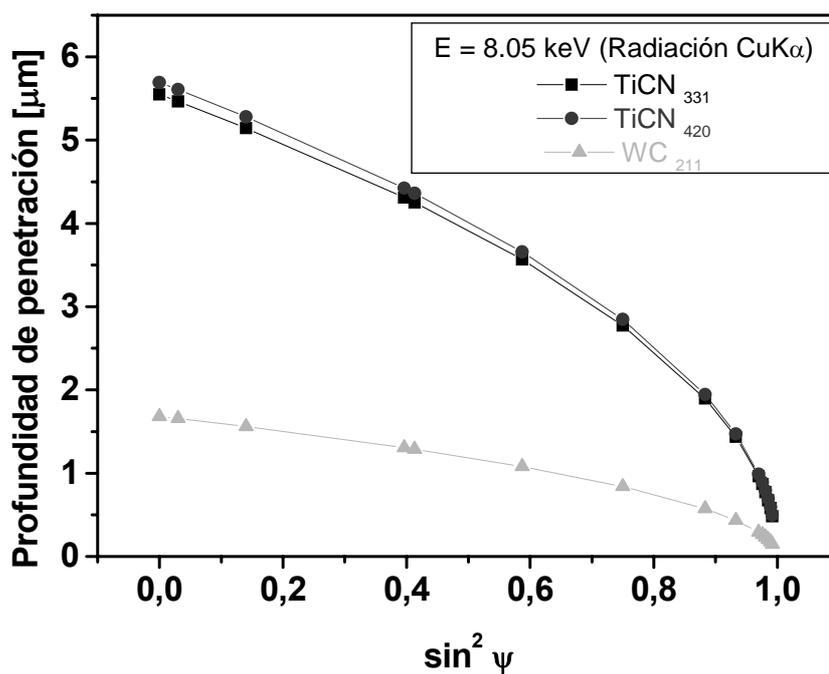


Figura C.8 Profundidad de penetración como función de $\sin^2 \psi$ para las distintas fases, empleando radiación $\text{CuK}\alpha$ ($E = 8.05 \text{ keV}$)

Apéndice D

Regresiones lineales de $\sin^2(\psi)$ vs. d_{hkl} de todas las muestras analizadas por difracción de rayos X.

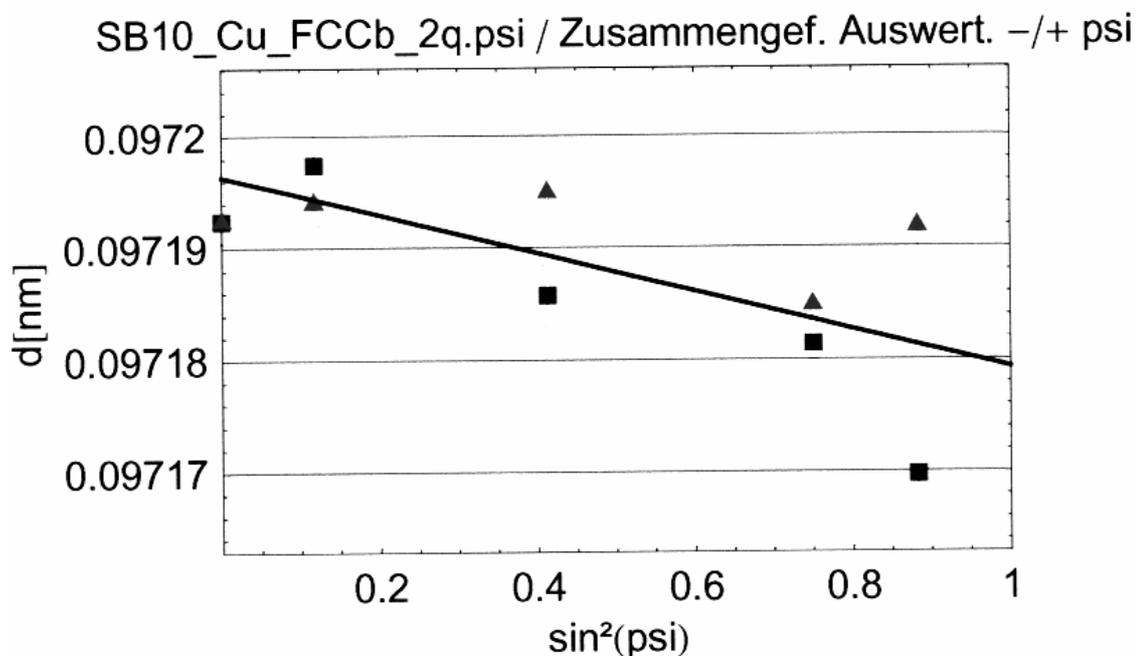


Figura D.1 Curva $d_{420}-\sin^2\psi$ de la reflexión FCC_{420} en la muestra SB10 ($E = 8,05$ keV, radiación $CuK\alpha$).

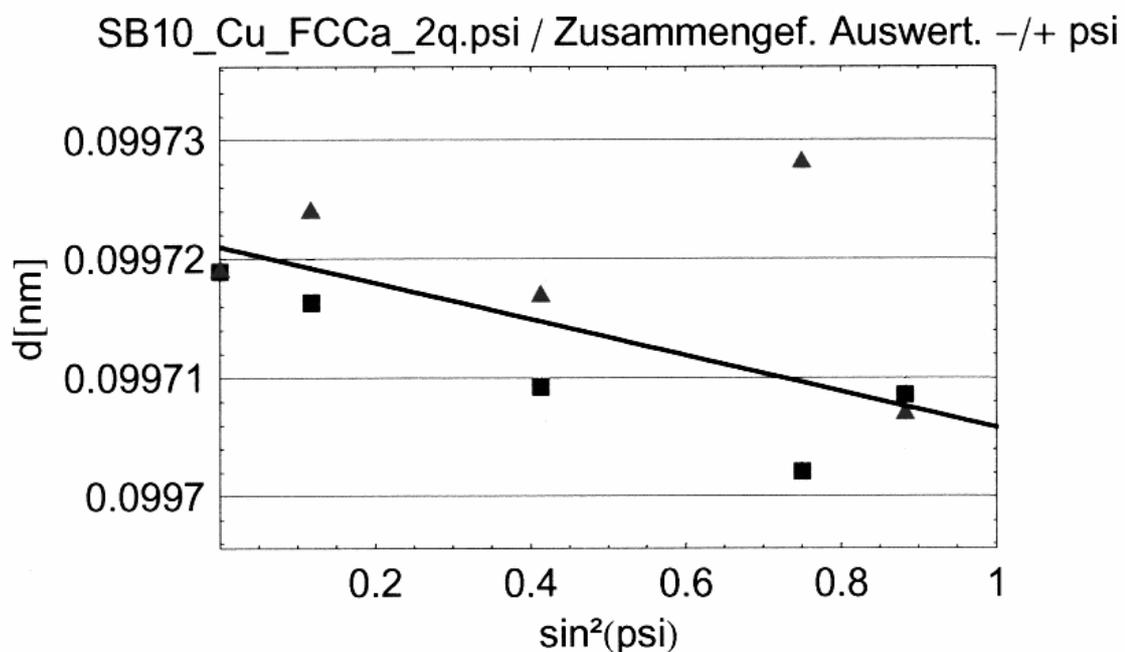


Figura D.2 Curva $d_{331}-\sin^2\psi$ de la reflexión FCC_{331} en la muestra SB10 ($E = 8,05$ keV, radiación $CuK\alpha$).

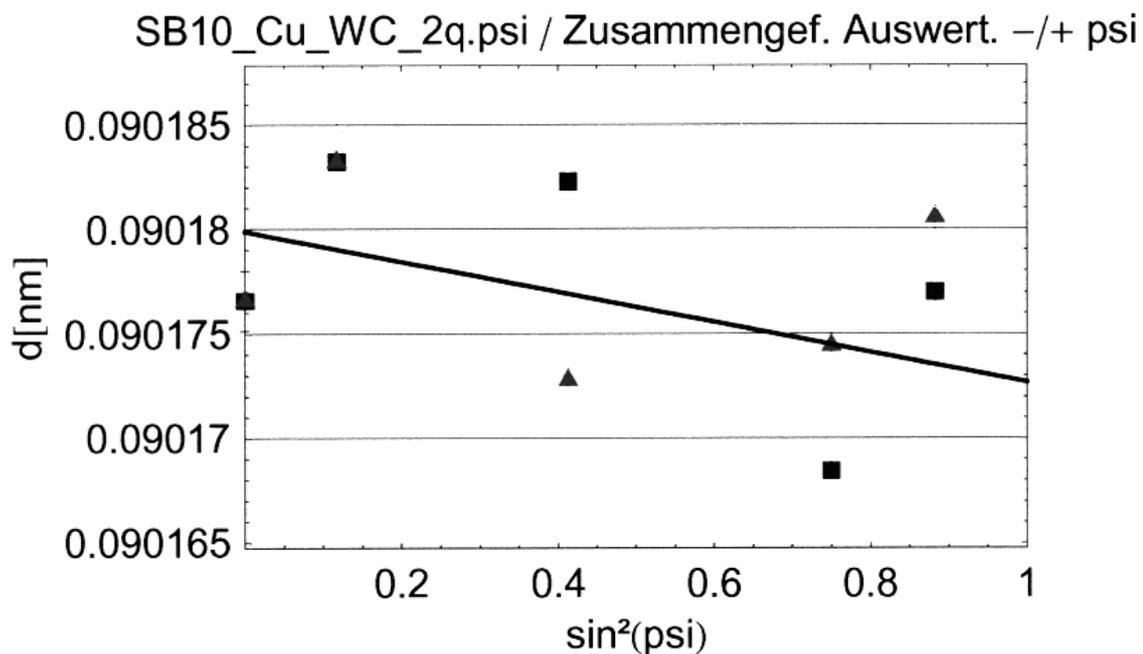


Figura D.3 Curva $d_{211}-\sin^2\psi$ de la reflexión WC_{211} en la muestra SB10 ($E = 8,05$ keV, radiación $CuK\alpha$).

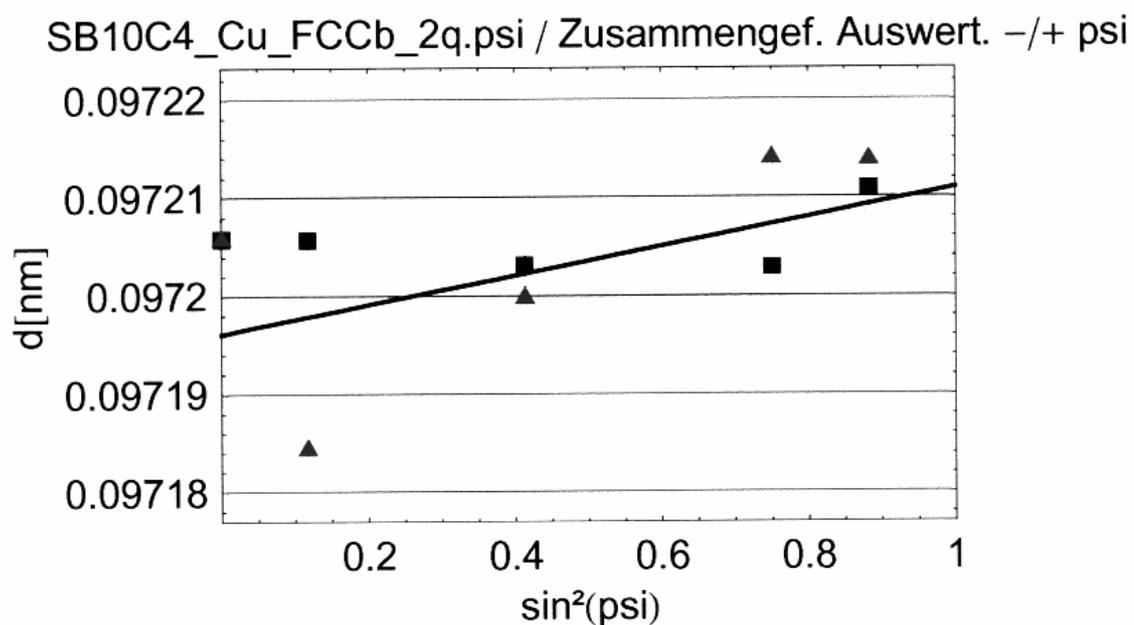


Figura D.4 Curva $d_{420}-\sin^2\psi$ de la reflexión FCC_{420} en la muestra SB10C4 ($E = 8,05$ keV, radiación $CuK\alpha$).

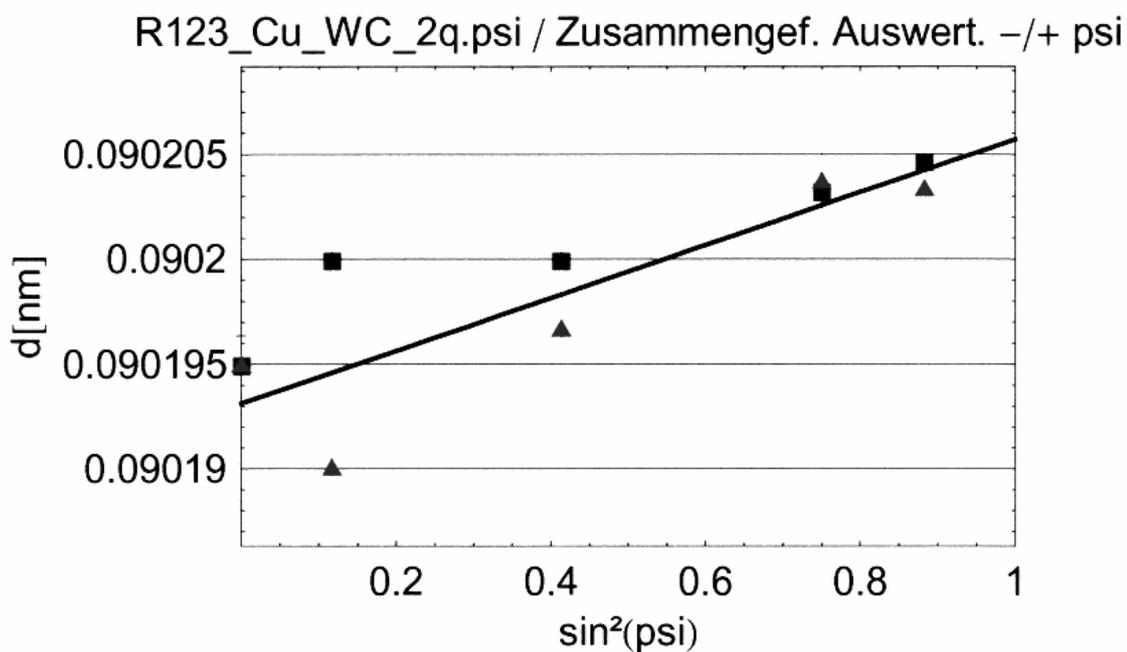


Figura D.5 Curva $d_{211}-\sin^2\psi$ de la reflexión WC_{211} en la muestra R123 ($E = 8,05$ keV, radiación $CuK\alpha$).

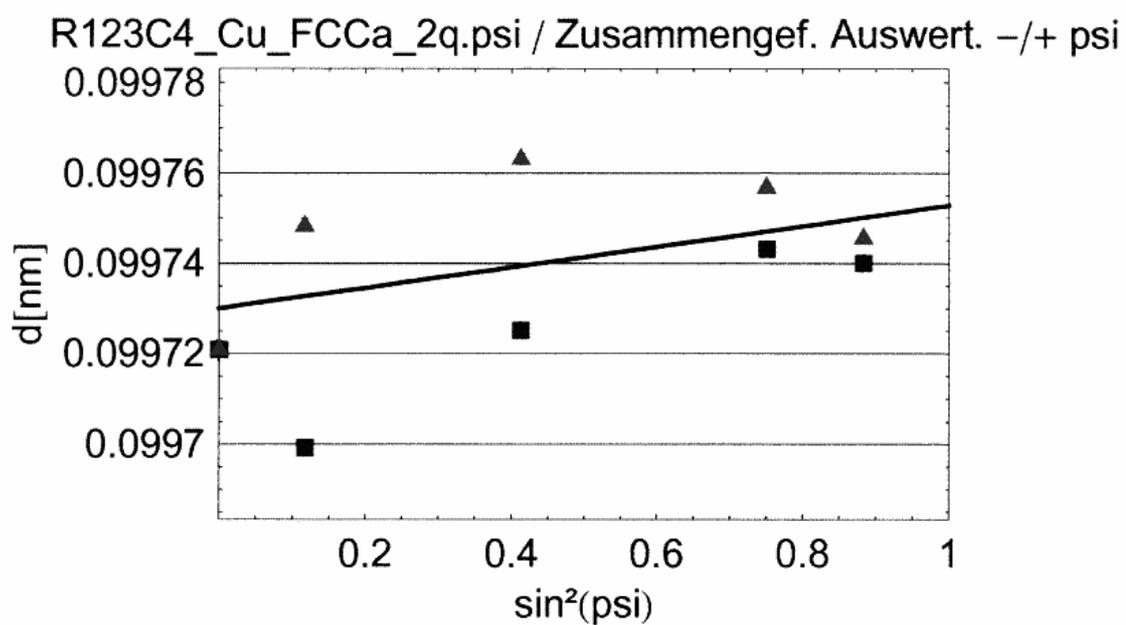


Figura D.6 Curva $d_{331}-\sin^2\psi$ de la reflexión $FCCa_{331}$ en la muestra R123C4 ($E = 8,05$ keV, radiación $CuK\alpha$).

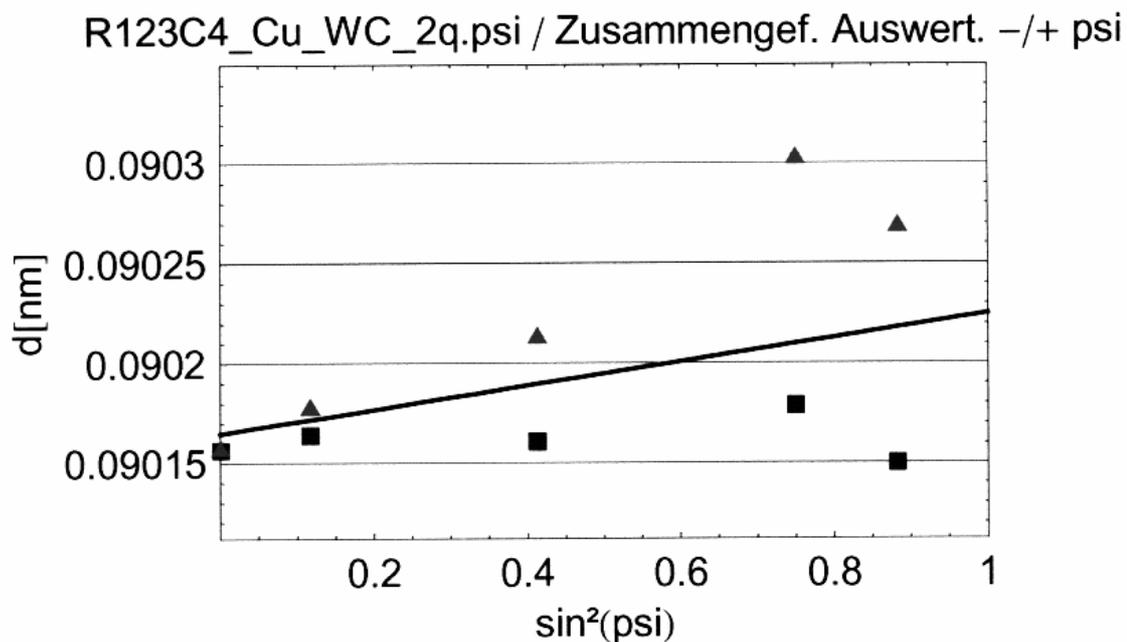


Figura D.7 Curva $d_{211}\text{-sen}^2\psi$ de la reflexión WC_{211} en la muestra R123C4 ($E = 8,05$ keV, radiación $\text{CuK}\alpha$).

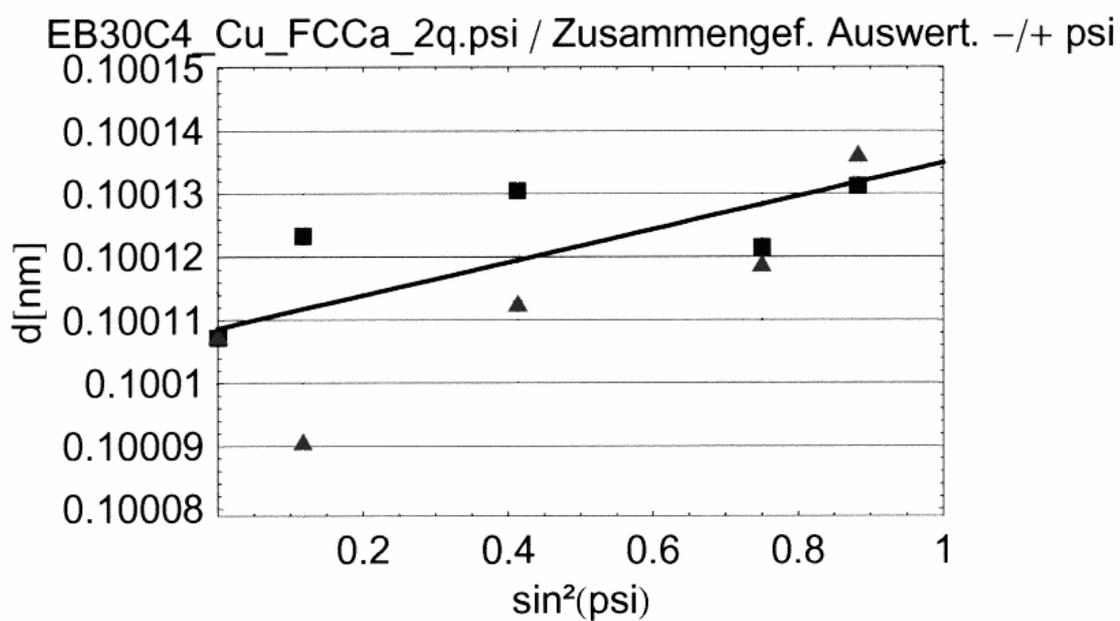


Figura D.8 Curva $d_{331}\text{-sen}^2\psi$ de la reflexión FCCa_{331} en la muestra EB30C4 ($E = 8,05$ keV, radiación $\text{CuK}\alpha$).

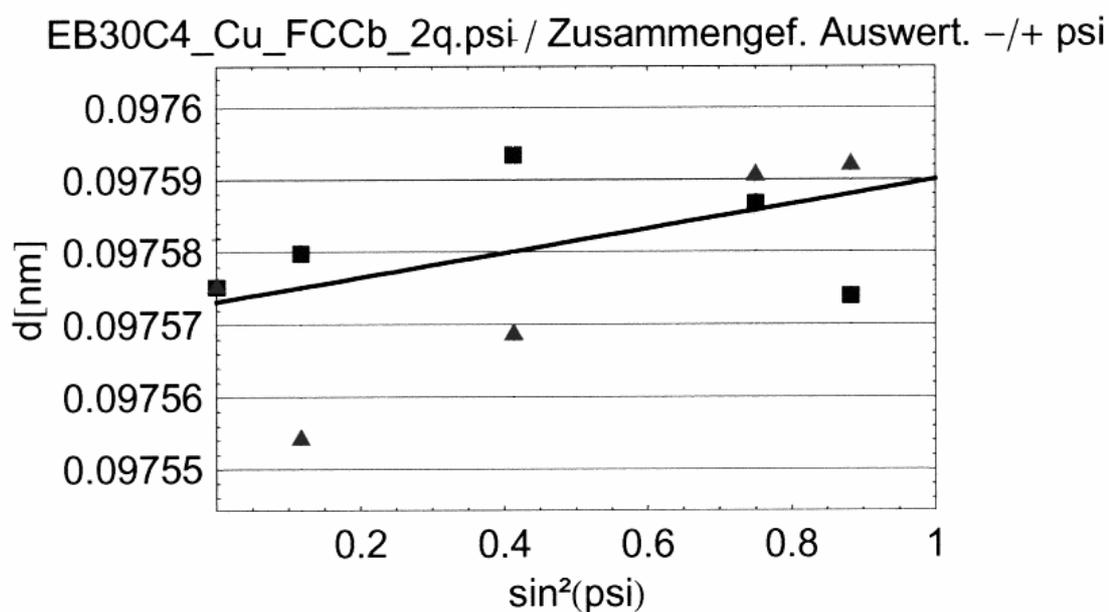


Figura D.9 Curva $d_{420}\text{-sen}^2\psi$ de la reflexión FCC_{420} en la muestra EB30C4 ($E = 8,05$ keV, radiación $\text{CuK}\alpha$).

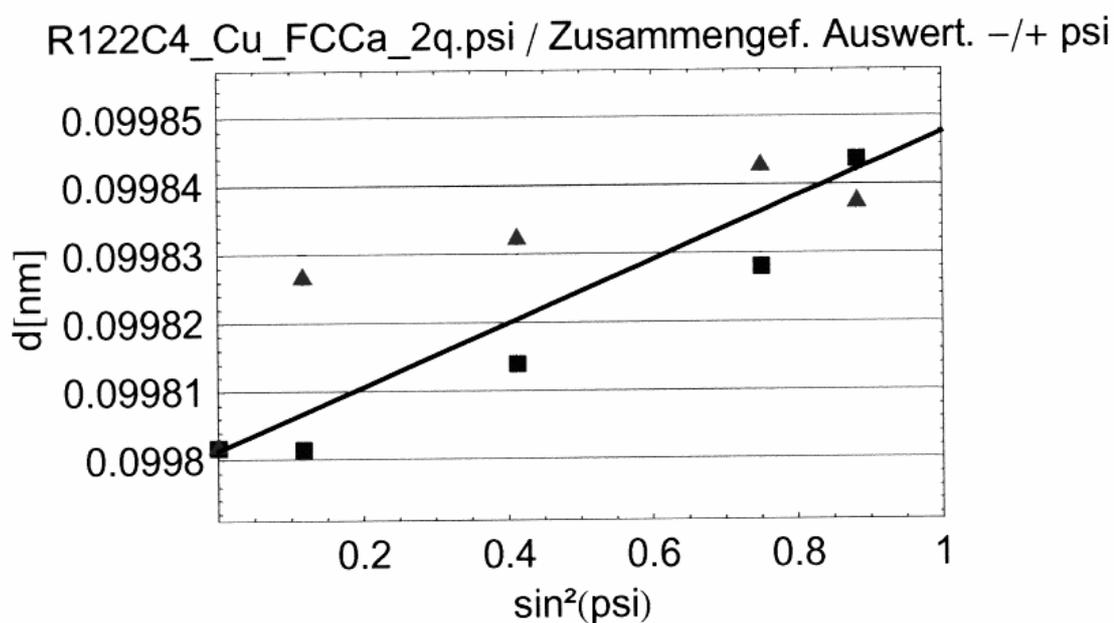


Figura D.10 Curva $d_{331}\text{-sen}^2\psi$ de la reflexión FCC_{331} en la muestra R122C4 ($E = 8,05$ keV, radiación $\text{CuK}\alpha$).

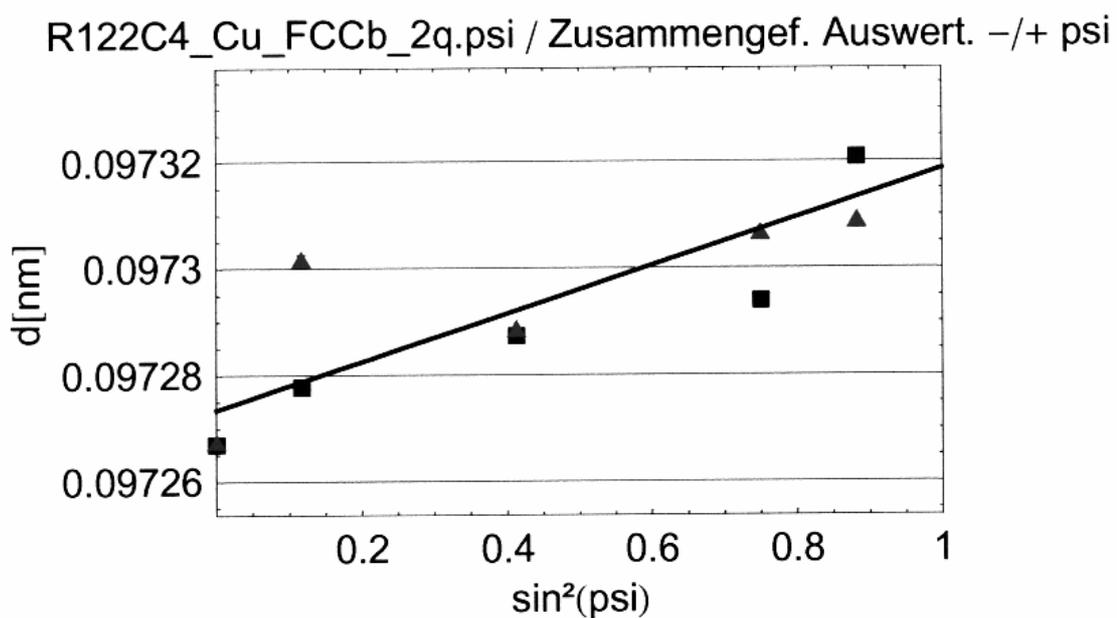


Figura D.11 Curva $d_{420}\text{-sen}^2\psi$ de la reflexión FCC_{420} en la muestra R122C4 ($E = 8,05$ keV, radiación $\text{CuK}\alpha$).

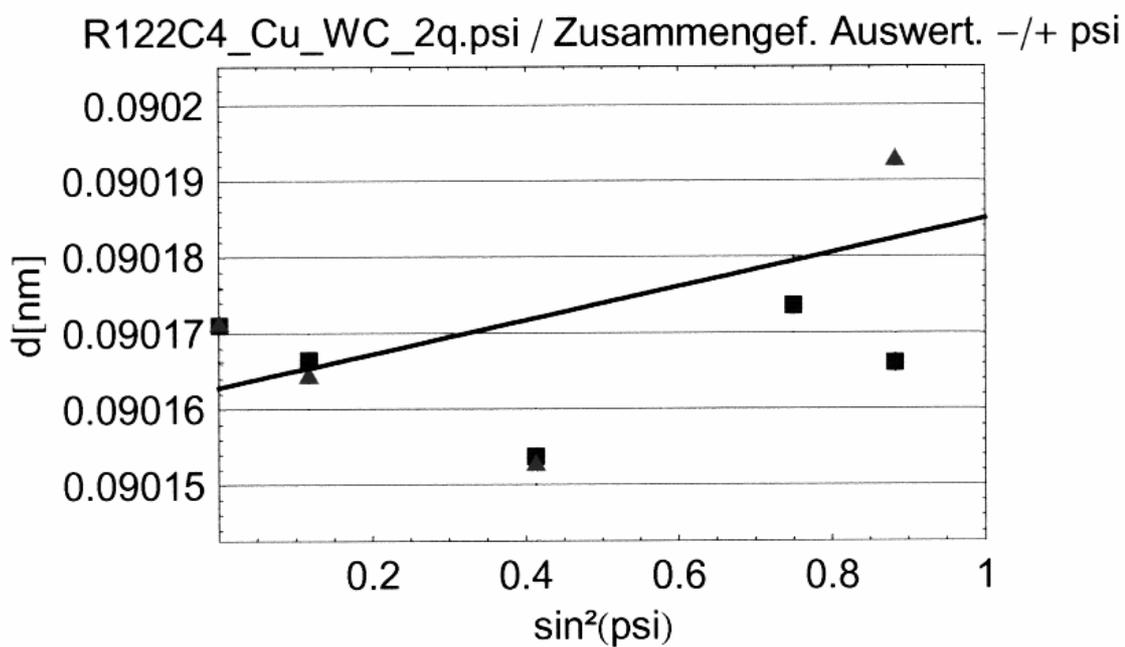


Figura D.12 Curva $d_{211}\text{-sen}^2\psi$ de la reflexión WC_{211} en la muestra R122C4 ($E = 8,05$ keV, radiación $\text{CuK}\alpha$).

Apéndice E

Datos obtenidos en los ensayos de indentación superficial sobre las muestras SB10 y SB10 recubierta, con un tiempo de indentación de 15 s.

Tabla E.1 Valores obtenidos al realizar indentaciones de 1, 2, 3, 5, 10, 20 y 30 kg de carga sobre la muestra SB10.

Carga (kg)	Nº	d (µm)	HV (N/mm²)	HV (GPa)	HV (GPa)	S	%er	h (µm)
1	1	34,5	1593,27	15,61	16,71	0,97	5,80	4,76
	2	32,6	1781,03	17,45				
	3	33,0	1740,91	17,06				
2	1	45,8	1806,39	17,70	17,15	0,66	3,87	6,64
	2	47,5	1675,05	16,42				
	3	46,2	1769,07	17,34				
3	1	59,3	1613,12	15,81	16,87	0,92	5,47	8,21
	2	56,7	1765,26	17,30				
	3	56,4	1785,36	17,50				
5	1	76,4	1618,10	15,86	16,53	0,59	3,55	10,70
	2	74,3	1711,24	16,77				
	3	73,9	1729,89	16,95				
10	1	108,5	1606,79	15,75	16,30	0,57	3,49	15,23
	2	104,8	1722,79	16,88				
	3	106,7	1661,72	16,28				
20	1	152,6	1623,11	15,91	15,73	0,35	2,21	21,93
	2	155,5	1564,01	15,33				
	3	152,4	1627,45	15,95				
30	1	195,7	1481,17	14,52	15,02	0,46	3,03	27,49
	2	190,0	1571,60	15,40				
	3	191,6	1544,93	15,14				

Tabla E.2 Valores obtenidos al realizar indentaciones de 0,05, 0,1, 0,2, 0,3, 0,5, 1, 2, 3, 5, 10, 20 y 30 kg de carga sobre la muestra SB10 recubierta.

Carga (kg)	N°	\bar{d} (μm)	HV (N/mm^2)	HV (GPa)	HV (GPa)	S	%er	h (μm)	RID
0,05	1	8,11	1438,92	14,10	15,33	1,15	7,52	1,11	0,14
	2	7,52	1672,19	16,39					
	3	7,73	1581,21	15,50					
0,1	1	9,55	2075,15	20,34	17,86	2,17	12,14	1,46	0,18
	2	10,45	1730,78	16,96					
	3	10,67	1662,25	16,29					
0,2	2	14,08	1907,98	18,70	16,68	1,85	11,06	2,14	0,27
	3	15,09	1660,40	16,27					
	4	15,68	1538,48	15,08					
0,3	1	18,13	1725,51	16,91	15,56	1,28	8,24	2,70	0,34
	2	19,68	1464,95	14,36					
	3	18,99	1573,90	15,42					
0,5	1	23,62	1694,01	16,60	17,18	0,82	4,78	3,32	0,41
	2	23,46	1717,19	16,83					
	3	22,61	1849,24	18,12					
1	1	33,76	1659,38	16,26	15,98	0,83	5,17	4,87	0,61
	2	33,38	1696,70	16,63					
	3	35,09	1535,69	15,05					
2	1	50,13	1504,97	14,75	16,25	1,34	8,27	6,83	0,85
	2	46,24	1769,07	17,34					
	3	47,14	1701,69	16,68					
3	1	60,21	1564,91	15,34	16,04	0,99	6,17	8,42	1,05
	2	59,68	1593,00	15,61					
	3	56,90	1752,05	17,17					
5	1	77,55	1572,31	15,41	15,10	0,56	3,72	11,19	1,40
	2	80,06	1475,22	14,46					
	3	77,45	1576,39	15,45					
10	1	107,98	1621,76	15,89	15,32	0,78	5,07	15,72	1,97
	2	108,89	1594,95	15,63					
	3	113,31	1472,94	14,43					
20	1	153,26	1610,15	15,78	15,11	0,75	4,97	22,39	2,80
	2	161,01	1458,80	14,30					
	3	155,91	1555,82	15,25					
30	1	187,13	1619,95	15,88	15,06	0,72	4,77	27,46	3,43
	2	193,87	1509,35	14,79					
	3	195,70	1481,17	14,52					

Apéndice F

Condiciones empleadas y datos obtenidos en la medición de perfiles de dureza por microindentación en las muestras de las series R123, R122, EB30 y SB10, utilizando 0,05 kg de carga, aplicada a razón de 0,005 kg/s y posteriormente mantenida durante 15 s.

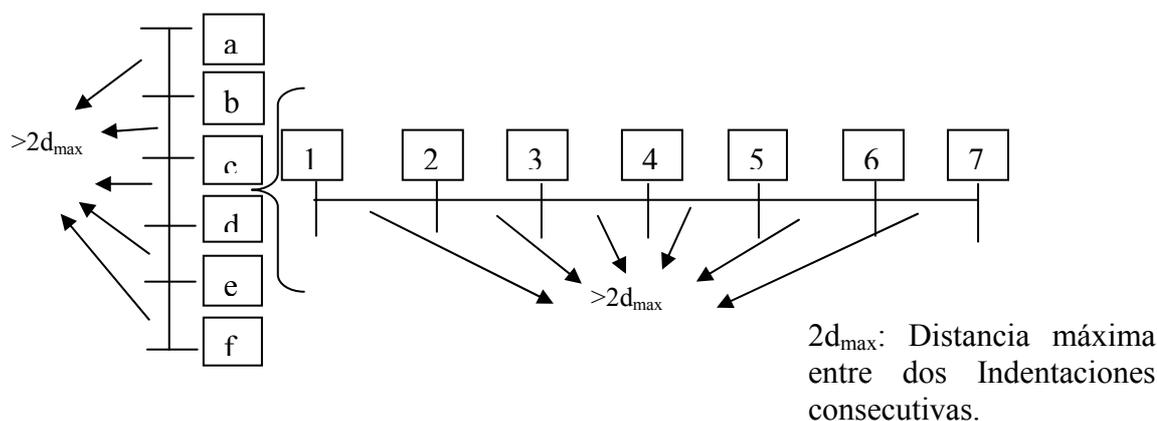


Figura F.1 Distribución de indentaciones en los perfiles de dureza por microindentación.

Tabla F.1 Valores obtenidos al realizar el perfil de microdurezas sobre la muestra R123g

Inden. N°	$\bar{d}(\mu\text{m})$	HV (kg/mm^2)	Dist. (μm)	S	HV (GPa)	S	%error
1	7,59	1596,48	20	1	15,65	0,74	4,72
2	7,46	1668,38	42	1	16,35	0,57	3,49
3	7,34	1724,46	90	1	16,90	0,85	5,02
4	7,07	1863,99	138	1	18,27	1,40	7,65
5	7,27	1757,59	186	1	17,22	0,97	5,62
6	6,91	1950,45	234	1	19,11	1,35	7,08
7	7,18	1804,11	282	1	17,68	1,33	7,52

Inden. N°	Subnr.	$\bar{d}(\mu\text{m})$	HV (kg/mm^2)	HV (GPa)	HV (GPa)	S	%error
1	a	7,78604	1529,44	14,99	15,65	0,74	4,72
	b	7,41274	1687,36	16,54			
	c	7,78604	1529,44	14,99			
	d	7,46607	1663,34	16,30			
	e	7,5194	1639,83	16,07			
	f	7,78604	1529,44	14,99			
2	a	7,5194	1639,83	16,07	16,35	0,57	3,49
	b	7,30608	1736,99	17,02			
	c	7,30608	1736,99	17,02			
	d	7,5194	1639,83	16,07			
	e	7,57273	1616,82	15,84			
	f	7,5194	1639,83	16,07			
3	a	7,33808	1724,464	16,90	16,90	0,85	5,02
	b	7,30608	1736,99	17,02			
	c	7,09277	1843,04	18,06			
	d	7,25275	1762,63	17,27			

	e	7,5194	1639,83	16,07			
	f	7,5194	1639,83	16,07			
4	a	7,41274	1687,36	16,54	18,27	1,40	7,65
	b	6,93278	1929,08	18,90			
	c	6,77279	2021,3	19,81			
	d	6,98611	1899,74	18,62			
	e	6,87945	1959,11	19,20			
	f	7,41274	1687,36	16,54			
5	a	7,62606	1594,28	15,62	17,22	0,97	5,62
	b	7,1461	1815,63	17,79			
	c	7,35941	1711,91	16,78			
	d	7,03944	1871,07	18,34			
	e	7,1461	1815,63	17,79			
	f	7,30608	1736,99	17,02			
6	a	7,03944	1871,07	18,34	19,11	1,35	7,08
	b	6,66613	2086,5	20,45			
	c	7,35941	1711,91	16,78			
	d	6,71946	2053,51	20,12			
	e	6,82612	1989,84	19,50			
	f	6,82612	1989,84	19,50			
7	a	7,19942	1788,84	17,53	17,68	1,33	7,52
	b	6,87945	1959,11	19,20			
	c	7,35941	1711,91	16,78			
	d	7,57273	1616,82	15,84			
	e	7,19942	1788,84	17,53			
	f	6,87945	1959,11	19,20			

Tabla F.2 Valores obtenidos al realizar el perfil de microdurezas sobre la muestra R123g recubierta.

Inden. N°	$\bar{d}(\mu\text{m})$	HV (kg/mm^2)	Dist. (μm)	S	HV (GPa)	S	%error
1	7,01	1889,77	5	1	18,52	1,17	6,33
2	7,61	1603,63	10	1	15,72	0,75	4,78
3	7,78	1533,84	20	1	15,03	0,46	3,09
4	7,74	1760,66	48	1	17,25	0,78	4,53
5	7,19	1794,58	76	1	17,59	0,60	3,42
6	6,94	1927,59	104	1	18,89	1,01	5,33
7	7,07	1858,46	132	1	18,21	1,37	7,50

Inden. N°	Subnr.	$\bar{d}(\mu\text{m})$	HV (kg/mm^2)	HV (GPa)	HV (GPa)	S	%error
1	a	6,6128	2120,29	20,78	18,52	1,17	6,33
	b	6,98611	1899,74	18,62			
	c	7,03944	1871,07	18,34			
	d	7,09277	1843,04	18,06			
	e	7,1461	1815,63	17,79			
	f	7,19942	1788,84	17,53			
2	a	7,73271	1550,61	15,20	15,72	0,75	4,78
	b	7,46607	1663,34	16,30			
	c	7,62606	1594,28	15,62			
	d	7,35941	1711,91	16,78			

	e	7,78604	1529,44	14,99			
	f	7,67939	1572,22	15,41			
3	a	7,94603	1468,47	14,39	15,03	0,46	3,09
	b	7,78604	1529,44	14,99			
	c	7,78604	1529,44	14,99			
	d	7,78604	1529,44	14,99			
	e	7,78604	1529,44	14,99			
	f	7,57273	1616,82	15,84			
4	a	7,25275	1762,63	17,27	17,25	0,78	4,53
	b	7,1461	1815,63	17,79			
	c	7,09277	1843,04	18,06			
	d	7,57273	1616,82	15,84			
	e	7,19942	1788,84	17,53			
	f	7,30608	1736,99	17,02			
5	a	7,09277	1843,04	18,06	17,59	0,60	3,42
	b	7,19942	1788,84	17,53			
	c	7,1461	1815,63	17,79			
	d	7,03944	1871,07	18,34			
	e	7,30608	1736,99	17,02			
	f	7,35941	1711,91	16,78			
6	a	6,77279	2021,3	19,81	18,89	1,01	5,33
	b	6,71946	2053,51	20,12			
	c	6,98611	1899,74	18,62			
	d	7,19942	1788,84	17,53			
	e	7,09277	1843,04	18,06			
	f	6,87945	1959,11	19,20			
7	a	7,19942	1788,84	17,53	18,21	1,37	7,50
	b	6,6128	2120,29	20,78			
	c	7,35941	1711,91	16,78			
	d	7,1461	1815,63	17,79			
	e	7,03944	1871,07	18,34			
	f	7,09277	1843,04	18,06			

Tabla F.3 Valores obtenidos al realizar el perfil de microdurezas sobre la muestra R123C4.

Inden. N°	$\bar{d}(\mu\text{m})$	HV (kg/mm^2)	Dist. (μm)	S	HV (GPa)	S	%error
1	6,6875	2075,51	14	3	20,34	0,87	4,30
2	7,3861	1702,43	26	4	16,85	0,86	5,11
3	7,7327	1551,57	34	3	15,21	0,48	3,15
4	7,3416	1722,45	74	3	16,88	0,77	4,58
5	7,3416	1721,72	119	3	16,87	0,63	3,76
6	7,3327	1725,88	159	3	16,91	0,62	3,68
7	7,2794	1751,52	198	3	17,16	0,70	4,07

Inden. N°	Subnr.	$\bar{d}(\mu\text{m})$	HV (kg/mm^2)	HV (GPa)	HV (GPa)	S	%error
1	a	6,6128	2120,29	20,78	20,34	0,87	4,30
	b	6,66613	2086,5	20,45			

	c	6,50615	2190,37	21,47			
	d	6,87945	1959,11	19,20			
	e	6,77279	2021,3	19,81			
2	a	7,46607	1663,34	16,30	16,85	0,86	5,11
	b	7,25275	1762,63	17,27			
	c	7,57273	1616,82	15,84			
	d	7,35941	1711,91	16,78			
	e	7,09277	1843,04	18,06			
	f	7,57273	1616,82	15,84			
3	a	7,62606	1594,28	15,62	15,21	0,48	3,15
	b	7,83937	1508,7	14,79			
	c	7,8927	1488,38	14,59			
	d	7,57273	1616,82	15,84			
	e	7,73271	1550,61	15,20			
	f	7,73271	1550,61	15,20			
4	a	7,57273	1616,82	15,84	16,88	0,77	4,58
	b	7,35941	1711,91	16,78			
	c	7,41274	1687,36	16,54			
	d	7,1461	1815,63	17,79			
	e	7,41274	1687,36	16,54			
	f	7,1461	1815,63	17,79			
5	a	7,25275	1762,63	17,27	16,87	0,63	3,76
	b	7,46607	1663,34	16,30			
	c	7,5194	1639,83	16,07			
	d	7,30608	1736,99	17,02			
	e	7,35941	1711,91	16,78			
	f	7,1461	1815,63	17,79			
6	a	7,30608	1736,99	17,02	16,91	0,62	3,68
	b	7,41274	1687,36	16,54			
	c	7,57273	1616,82	15,84			
	d	7,25275	1762,63	17,27			
	e	7,19942	1788,84	17,53			
	f	7,25275	1762,63	17,27			
7	a	7,46607	1663,34	16,30	17,16	0,70	4,07
	b	7,30608	1736,99	17,02			
	c	7,35941	1711,91	16,78			
	d	7,03944	1871,07	18,34			
	e	7,30608	1736,99	17,02			
	f	7,19942	1788,84	17,53			

Comentario: El número de indentaciones dependió de la posibilidad y necesidad respecto a la zona. Nunca fue menor a 5.

Tabla F.4 Valores obtenidos al realizar el perfil de microdurezas sobre la muestra R123C5.

Inden. N°	d(μm)	HV (kg/mm ²)	Dist. (μm)	S	HV (GPa)	S	%error
1	6,76	2034,12	11	2	19,93	0,84	4,19
2	6,76	2027,44	12	2	19,87	0,51	2,57
3	6,92	1945,80	19	7	19,07	1,44	7,57
4	7,52	1644,62	24	6	16,12	1,09	6,75
5	8,10	1414,58	30	7	13,86	0,30	2,14

6	7,88	1500,96	37	7	14,71	1,47	9,97
7	7,51	1645,73	66	7	16,13	0,73	4,52
8	7,49	1651,84	95	7	16,19	0,28	1,75

Inden. N°	Subnr.	d(μm)	HV (kg/mm ²)	HV (GPa)	HV (GPa)	S	%error
1	a	6,77279	2021,3	19,81	19,93	0,84	4,19
	b	6,87945	1959,11	19,20			
	c	6,50615	2190,37	21,47			
	d	6,77279	2021,3	19,81			
	e	6,87945	1959,11	19,20			
	f	6,71946	2053,51	20,12			
2	a	6,77279	2021,3	19,81	19,87	0,51	2,57
	b	6,82612	1989,84	19,50			
	c	6,6128	2120,29	20,78			
	d	6,71946	2053,51	20,12			
	e	6,82612	1989,84	19,50			
	f	6,82612	1989,84	19,50			
3	a	6,82612	1989,84	19,50	19,07	1,44	7,57
	b	6,50615	2190,37	21,47			
	c	7,03944	1871,07	18,34			
	d	7,25275	1762,63	17,27			
	e	6,82612	1989,84	19,50			
	f	7,03944	1871,07	18,34			
4	a	7,83937	1508,7	14,79	16,12	1,09	6,75
	b	7,46607	1663,34	16,30			
	c	7,30608	1736,99	17,02			
	d	7,25275	1762,63	17,27			
	e	7,83937	1508,7	14,79			
	f	7,41274	1687,36	16,54			
5	a	8,05269	1429,83	14,01	13,86	0,30	2,14
	b	8,15935	1392,69	13,65			
	c	8,15935	1392,69	13,65			
	d	8,10602	1411,08	13,83			
	e	7,94603	1468,47	14,39			
	f	8,15935	1392,69	13,65			
6	a	7,73271	1550,61	15,20	14,71	1,47	9,97
	b	8,15935	1392,69	13,65			
	c	8,37266	1322,63	12,96			
	d	8,10602	1411,08	13,83			
	e	7,35941	1711,91	16,78			
	f	7,57273	1616,82	15,84			
7	a	7,67939	1572,22	15,41	16,13	0,73	4,52
	b	7,5194	1639,83	16,07			
	c	7,5194	1639,83	16,07			
	d	7,19942	1788,84	17,53			
	e	7,57273	1616,82	15,84			
	f	7,57273	1616,82	15,84			
8	a	7,41274	1687,36	16,54	16,19	0,28	1,75
	b	7,57273	1616,82	15,84			

	c	7,5194	1639,83	16,07			
	d	7,5194	1639,83	16,07			
	e	7,41274	1687,36	16,54			
	f	7,5194	1639,83	16,07			

Tabla F.5 Valores obtenidos al realizar el perfil de microdurezas sobre la muestra SB10.

Inden. N°	$\bar{d}(\mu\text{m})$	HV (kg/mm^2)	Dist. (μm)	S	HV (GPa)	S	%error
1	7,08	1866,88	20	1	18,30	0,66	3,66
2	6,99	1900,30	42	1	18,62	0,32	1,73
3	7,01	1886,82	64	1	18,49	0,66	3,55
4	7,08	1850,34	86	1	18,13	0,87	4,81
5	7,16	1807,40	108	1	17,71	0,46	2,58
6	7,02	1881,06	130	1	18,43	0,38	2,06

Inden. N°	Subnr.	$\bar{d}(\mu\text{m})$	HV (kg/mm^2)	HV (GPa)	HV (GPa)	S	%error
1	a	6,98611	1899,74	18,62	18,13	0,66	3,66
	b	7,03944	1871,07	18,34			
	c	7,1461	1815,63	17,79			
	d	6,87945	1959,11	19,20			
	e	7,19942	1788,84	17,53			
	f	7,25275	1762,63	17,27			
2	a	6,98611	1899,74	18,62	18,51	0,32	1,73
	b	7,09277	1843,04	18,06			
	c	7,03944	1871,07	18,34			
	d	6,98611	1899,74	18,62			
	e	6,93278	1929,08	18,90			
	f	6,87945	1959,11	19,20			
3	a	6,87945	1959,11	19,20	18,49	0,66	3,55
	b	7,19942	1788,84	17,53			
	c	6,98611	1899,74	18,62			
	d	7,09277	1843,04	18,06			
	e	6,87945	1959,11	19,20			
	f	7,03944	1871,07	18,34			
4	a	7,25275	1762,63	17,27	18,13	0,87	4,81
	b	6,93278	1929,08	18,90			
	c	7,19942	1788,84	17,53			
	d	6,87945	1959,11	19,20			
	e	6,98611	1899,74	18,62			
	f	7,25275	1762,63	17,27			
5	a	7,09277	1843,04	18,06	17,71	0,46	2,58
	b	7,30608	1736,99	17,02			
	c	7,09277	1843,04	18,06			
	d	7,25275	1762,63	17,27			
	e	7,09277	1843,04	18,06			
	f	7,1461	1815,63	17,79			
6	a	7,1461	1815,63	17,79	18,43	0,38	2,06
	b	7,03944	1871,07	18,34			
	c	7,03944	1871,07	18,34			
	d	6,98611	1899,74	18,62			
	e	6,93278	1929,08	18,90			

	f	6,98611	1899,74	18,62		
--	---	---------	---------	-------	--	--

Tabla F.6 Valores obtenidos al realizar el perfil de microdurezas sobre la muestra SB10 recubierta.

Inden. N°	$\bar{d}(\mu\text{m})$	HV (kg/mm ²)	Dist. (μm)	S	HV (GPa)	S	%error
1	6,75	2038,70	11	1	19,98	0,66	3,32
2	7,60	1607,87	22	1	15,76	0,86	5,45
3	7,29	1748,55	33	1	17,14	0,91	5,33
4	7,06	1863,50	61	1	18,26	0,72	3,94
5	7,14	1820,51	89	1	17,84	0,31	1,76
6	6,99	1900,85	117	1	18,63	0,57	3,06
7	7,10	1839,65	145	1	18,03	0,60	3,31

Inden. N°	Subnr.	$\bar{d}(\mu\text{m})$	HV (kg/mm ²)	HV (GPa)	HV (GPa)	S	%error
1	a	6,82612	1989,84	19,50	19,98	0,66	3,32
	b	6,87945	1959,11	19,20			
	c	6,77279	2021,3	19,81			
	d	6,71946	2053,51	20,12			
	e	6,55948	2154,9	21,12			
	f	6,71946	2053,51	20,12			
2	a	7,67939	1572,22	15,41	15,76	0,86	5,45
	b	7,78604	1529,44	14,99			
	c	7,78604	1529,44	14,99			
	d	7,35941	1711,91	16,78			
	e	7,41274	1687,36	16,54			
	f	7,57273	1616,82	15,84			
3	a	7,5194	1639,83	16,07	17,14	0,91	5,33
	b	7,09277	1843,04	18,06			
	c	7,41274	1687,36	16,54			
	d	7,41274	1687,36	16,54			
	e	7,03944	1871,07	18,34			
	f	7,25275	1762,63	17,27			
4	a	7,03944	1871,07	18,34	18,26	0,72	3,94
	b	6,98611	1899,74	18,62			
	c	7,03944	1871,07	18,34			
	d	7,09277	1843,04	18,06			
	e	6,87945	1959,11	19,20			
	f	7,30608	1736,99	17,02			
5	a	7,09277	1843,04	18,06	17,84	0,31	1,76
	b	7,19942	1788,84	17,53			
	c	7,19942	1788,84	17,53			
	d	7,1461	1815,63	17,79			
	e	7,1461	1815,63	17,79			
	f	7,03944	1871,07	18,34			
6	a	7,1461	1815,63	17,79	18,63	0,57	3,06
	b	6,98611	1899,74	18,62			
	c	7,03944	1871,07	18,34			
	d	6,82612	1989,84	19,50			
	e	6,93278	1929,08	18,90			
	f	6,98611	1899,74	18,62			
7	a	7,1461	1815,63	17,79	18,03	0,60	3,31

b	7,1461	1815,63	17,79
c	7,09277	1843,04	18,06
d	7,19942	1788,84	17,53
e	7,1461	1815,63	17,79
f	6,87945	1959,11	19,20

Tabla F.7 Valores obtenidos al realizar el perfil de microdurezas sobre la muestra SB10C4.

Inden. N°	$\bar{d}(\mu\text{m})$	HV (kg/mm^2)	Dist. (μm)	S	HV (GPa)	S	%error
1	6,50	2200,99	21	3	21,57	1,09	5,05
1.1.	7,70	1695,48	21	3	16,62	5,11	30,78
2	7,34	1733,82	30	4	16,99	2,01	11,83
3	7,71	1562,31	53	4	15,31	0,48	3,13
4	7,64	1591,10	82	4	15,59	1,00	6,43
5	8,06	1429,29	111	4	14,01	0,74	5,28
6	8,00	1450,49	140	4	14,21	0,58	4,09
7	7,85	1505,66	169	4	14,76	0,30	2,01

Inden. N°	Subnr.	$\bar{d}(\mu\text{m})$	HV (kg/mm^2)	HV (GPa)	HV (GPa)	S	%error
1	a	6,34616	2302,2	22,56	21,57	1,09	5,05
	b	6,34616	2302,2	22,56			
	c	6,6128	2120,29	20,78			
	d	6,71946	2053,51	20,12			
	e	6,45282	2226,73	21,82			
1.1	a	10,5058	840,051	8,23	16,62	5,11	30,78
	b	6,45282	2226,73	21,82			
	c	7,5194	1639,83	16,07			
	d	7,03944	1871,07	18,34			
	e	6,98611	1899,74	18,62			
2	a	7,30608	1736,99	17,02	16,99	2,01	11,83
	b	6,87945	1959,11	19,20			
	c	7,25275	1762,63	17,27			
	d	8,15935	1392,69	13,65			
	e	7,25275	1762,63	17,27			
	f	7,19942	1788,84	17,53			
3	a	7,73271	1550,61	15,20	15,31	0,48	3,13
	b	7,67939	1572,22	15,41			
	c	7,73271	1550,61	15,20			
	d	7,5194	1639,83	16,07			
	e	7,8927	1488,38	14,59			
	f	7,67939	1572,22	15,41			
4	a	7,35941	1711,91	16,78	15,59	1,00	6,43
	b	7,78604	1529,44	14,99			
	c	7,67939	1572,22	15,41			
	d	7,5194	1639,83	16,07			
	e	8,05269	1429,83	14,01			
	f	7,46607	1663,34	16,30			
5	a	7,99936	1448,96	14,20	14,01	0,74	5,28
	b	8,47932	1289,57	12,64			
	c	8,10602	1411,08	13,83			

	d	7,94603	1468,47	14,39			
	e	7,83937	1508,7	14,79			
	f	7,99936	1448,96	14,20			
6	a	7,94603	1468,47	14,39	14,21	0,58	4,09
	b	8,26601	1356,98	13,30			
	c	8,05269	1429,83	14,01			
	d	7,78604	1529,44	14,99			
	e	8,05269	1429,83	14,01			
	f	7,8927	1488,38	14,59			
7	a	7,73271	1550,61	15,20	14,76	0,30	2,01
	b	7,94603	1468,47	14,39			
	c	7,78604	1529,44	14,99			
	d	7,8927	1488,38	14,59			
	e	7,83937	1508,7	14,79			
	f	7,8927	1488,38	14,59			

Tabla F.8 Valores obtenidos al realizar el perfil de microdurezas sobre la muestra SB10C5.

Inden. N°	$\bar{d}(\mu\text{m})$	HV (kg/mm ²)	Dist. (μm)	S	HV (GPa)	S	%error
1	6,52	2181,96	12	4	21,38	1,10	5,13
2	6,54	2167,74	12	4	21,24	0,57	2,69
3	6,36	2296,65	46	5	22,51	0,56	2,48
4	7,55	1627,26	54	7	15,95	0,86	5,42
5	7,57	1620,19	80	5	15,88	0,92	5,78
6	7,74	1549,13	109	5	15,18	0,70	4,63
7	7,59	1612,10	138	5	15,80	0,84	5,32
8	7,78	1534,06	167	5	15,03	0,52	3,44

Inden. N°	Subnr.	$\bar{d}(\mu\text{m})$	HV (kg/mm ²)	HV (GPa)	HV (GPa)	S	%error
1	a	6,6128	2120,29	20,78	21,38	1,10	5,13
	b	6,66613	2086,5	20,45			
	c	6,66613	2086,5	20,45			
	d	6,55948	2154,9	21,12			
	e	6,29283	2341,39	22,95			
	f	6,34616	2302,2	22,56			
2	a	6,50615	2190,37	21,47	21,24	0,57	2,69
	b	6,39949	2263,99	22,19			
	c	6,50615	2190,37	21,47			
	d	6,55948	2154,9	21,12			
	e	6,6128	2120,29	21,12			
	f	6,66613	2086,5	20,45			
3	a	6,34616	2302,2	22,56	22,51	0,56	2,48
	b	6,45282	2226,73	21,82			
	c	6,39949	2263,99	22,19			
	d	6,29283	2341,39	22,95			
	e	6,39949	2263,99	22,19			
	f	6,2395	2381,59	23,34			
4	a	7,19942	1788,84	17,53	15,95	0,86	5,42
	b	7,62606	1594,28	15,62			
	c	7,73271	1550,61	15,20			

	d	7,67939	1572,22	15,41			
	e	7,46607	1663,34	15,41			
	f	7,62606	1594,28	15,62			
5	a	7,83937	1508,7	14,79	15,88	0,92	5,78
	b	7,78604	1529,44	14,99			
	c	7,62606	1594,28	15,62			
	d	7,35941	1711,91	16,78			
	e	7,5194	1639,83	16,07			
	f	7,30608	1736,99	17,02			
6	a	7,78604	1529,44	14,99	15,18	0,70	4,63
	b	7,62606	1594,28	15,62			
	c	7,94603	1468,47	14,39			
	d	7,5194	1639,83	16,07			
	e	7,94603	1468,47	14,39			
	f	7,62606	1594,28	15,62			
7	a	7,83937	1508,7	14,79	15,80	0,84	5,32
	b	7,62606	1594,28	15,62			
	c	7,5194	1639,83	16,07			
	d	7,46607	1663,34	16,30			
	e	7,78604	1529,44	14,99			
	f	7,30608	1736,99	17,02			
8	a	7,94603	1468,47	14,39	15,03	0,52	3,44
	b	7,67939	1572,22	15,41			
	c	7,57273	1616,82	15,84			
	d	7,83937	1508,7	14,79			
	e	7,78604	1529,44	14,99			
	f	7,83937	1508,7	14,79			

Tabla F.9 Valores obtenidos al realizar el perfil de microdurezas sobre la muestra R122g.

Inden. N°	$\bar{d}(\mu\text{m})$	HV (kg/mm ²)	Dist. (μm)	S	HV (GPa)	S	%error
1	7,49	1654,35	19	1	16,21	0,35	2,21
2	7,01	1885,96	67	1	18,48	0,48	2,58
3	7,15	1816,98	137	1	17,81	0,62	3,48
4	7,06	1863,17	207	1	18,26	0,65	3,54
5	7,09	1844,09	277	1	18,07	0,55	3,05
6	7,21	1789,09	347	1	17,53	1,14	6,48
7	7,16	1809,45	417	1	17,73	0,88	4,94

Inden. N°	Subnr.	$\bar{d}(\mu\text{m})$	HV (kg/mm ²)	HV (GPa)	HV (GPa)	S	%error
1	a	7,5194	1639,83	16,07	16,01	0,35	2,21
	b	7,4661	1663,34	16,30			
	c	7,3594	1711,91	16,78			
	d	7,5727	1616,82	15,84			
	e	7,5194	1639,83	16,07			
	f	7,786	1529,44	14,99			
2	a	7,0928	1843,04	18,06	18,46	0,48	2,58
	b	6,8795	1959,11	19,20			
	c	7,0394	1871,07	18,34			
	d	6,9861	1899,74	18,62			
	e	7,0928	1843,04	18,06			

	f	6,9861	1899,74	18,62			
3	a	6,9328	1929,08	18,90	17,81	0,62	3,48
	b	7,0928	1843,04	18,06			
	c	7,1461	1815,63	17,79			
	d	7,1994	1788,84	17,53			
	e	7,2528	1762,63	17,27			
	f	7,2528	1762,63	17,27			
4	a	7,0394	1871,07	18,34	18,26	0,65	3,54
	b	6,9861	1899,74	18,62			
	c	7,0394	1871,07	18,34			
	d	7,0394	1871,07	18,34			
	e	6,9328	1929,08	18,90			
	f	7,3061	1736,99	17,02			
5	a	7,1461	1815,63	17,79	18,07	0,55	3,05
	b	7,1461	1815,63	17,79			
	c	6,9861	1899,74	18,62			
	d	7,1461	1815,63	17,79			
	e	7,1994	1788,84	17,53			
	f	6,9328	1929,08	18,90			
6	a	7,3061	1736,99	17,02	17,53	1,14	6,48
	b	7,0394	1871,07	18,34			
	c	7,1461	1815,63	17,79			
	d	7,5194	1639,83	16,07			
	e	6,8795	1959,11	19,20			
	f	7,3594	1711,91	16,78			
7	a	7,2528	1762,63	17,27	17,73	0,88	4,94
	b	7,4661	1663,34	16,30			
	c	6,9861	1899,74	18,62			
	d	6,9861	1899,74	18,62			
	e	7,1461	1815,63	17,79			
	f	7,1461	1815,63	17,79			

Tabla F.10 Valores obtenidos al realizar el perfil de microdurezas sobre la muestra R122g recubierta.

Inden. N°	d(μm)	HV (kg/mm ²)	Dist. (μm)	S	HV (GPa)	S	%error
1	6,79	2012,57	6	1	19,72	0,76	3,84
2	7,16	1811,98	9	2	17,76	1,23	6,92
3	7,74	1547,74	20	2	15,17	0,40	2,65
4	7,74	1818,45	49	2	17,82	0,90	5,07
5	7,04	1873,47	78	2	18,36	0,84	4,57
6	7,09	1847,73	107	2	18,11	1,16	6,38
7	7,03	1876,82	136	2	18,39	0,54	2,93

Inden. N°	Subnr.	d(μm)	HV (kg/mm ²)	HV (GPa)	HV (GPa)	S	%error
1	a	6,6661	2086,5	20,45	19,72	0,76	3,84
	b	6,6128	2120,29	20,78			
	c	6,9328	1929,08	18,90			
	d	6,7728	2021,3	19,81			
	e	6,8795	1959,11	19,20			

	f	6,8795	1959,11	19,20			
2	a	6,8261	1989,84	19,50	17,76	1,23	6,92
	b	6,9328	1929,08	18,90			
	c	7,1994	1788,84	17,53			
	d	7,3594	1711,91	16,78			
	e	7,1994	1788,84	17,53			
	f	7,4661	1663,34	16,30			
3	a	7,7327	1550,61	15,20	15,17	0,40	2,65
	b	7,6261	1594,28	15,62			
	c	7,6794	1572,22	15,41			
	d	7,8927	1488,38	14,59			
	e	7,6794	1572,22	15,41			
	f	7,8394	1508,7	14,79			
4	a	7,1461	1815,63	17,79	17,82	0,90	5,07
	b	7,1461	1815,63	17,79			
	c	7,1994	1788,84	17,53			
	d	6,8261	1989,84	19,50			
	e	7,1994	1788,84	17,53			
	f	7,3594	1711,91	16,78			
5	a	6,9861	1899,74	18,62	18,36	0,84	4,57
	b	7,2528	1762,63	17,27			
	c	6,7728	2021,3	19,81			
	d	7,0928	1843,04	18,06			
	e	7,0928	1843,04	18,06			
	f	7,0394	1871,07	18,34			
6	a	7,4127	1687,36	16,54	18,11	1,16	6,38
	b	6,9861	1899,74	18,62			
	c	7,1461	1815,63	17,79			
	d	6,7728	2021,3	19,81			
	e	6,9861	1899,74	18,62			
	f	7,2528	1762,63	17,27			
7	a	7,0394	1871,07	18,34	18,39	0,54	2,93
	b	7,0394	1871,07	18,34			
	c	6,8795	1959,11	19,20			
	d	7,0394	1871,07	18,34			
	e	7,1994	1788,84	17,53			
	f	6,9861	1899,74	18,62			

Tabla F.11 Valores obtenidos al realizar el perfil de microdurezas sobre la muestra R122C4.

Inden. N°	$\bar{d}(\mu\text{m})$	HV (kg/mm^2)	Dist. (μm)	S	HV (GPa)	S	%error
1	6,83	1997,01	16	4	19,57	1,50	7,66
2	7,21	1788,09	27	7	17,52	0,61	3,42
3	7,70	1566,86	42	1	15,36	0,67	4,36
4	7,37	1708,53	84	1	16,74	0,44	2,64
5	7,31	1734,98	124	1	17,00	0,76	4,47
6	7,38	1706,41	164	1	16,72	0,85	5,08
7	7,17	1803,84	205	1	17,68	0,68	3,87

Inden. N°	Subnr.	$\bar{d}(\mu\text{m})$	HV (kg/mm^2)	HV (GPa)	HV (GPa)	S	%error
1	a	6,7728	2021,3	19,81	19,57	1,50	7,66
	b	7,1994	1788,84	17,53			
	c	6,5595	2154,9	21,12			
	d	6,9861	1899,74	18,62			
	e	6,6128	2120,29	20,78			
2	a	7,2528	1762,63	17,27	17,86	0,61	3,42
	b	6,9861	1899,74	18,62			
	c	7,2528	1762,63	17,27			
	d	7,0394	1871,07	18,34			
	e	7,1461	1815,63	17,79			
	f	7,5727	1616,82	15,84			
3	a	7,6794	1572,22	15,41	15,36	0,67	4,36
	b	7,6794	1572,22	15,41			
	c	7,6794	1572,22	15,41			
	d	7,4661	1663,34	16,30			
	e	7,6794	1572,22	15,41			
	f	7,9994	1448,96	14,20			
4	a	7,4127	1687,36	16,54	16,74	0,44	2,64
	b	7,4127	1687,36	16,54			
	c	7,5194	1639,83	16,07			
	d	7,3061	1736,99	17,02			
	e	7,2528	1762,63	17,27			
	f	7,3061	1736,99	17,02			
5	a	7,4661	1663,34	16,30	17,00	0,76	4,47
	b	7,2528	1762,63	17,27			
	c	7,1994	1788,84	17,53			
	d	7,5727	1616,82	15,84			
	e	7,2528	1762,63	17,27			
	f	7,1461	1815,63	17,79			
6	a	7,3061	1736,99	17,02	16,72	0,85	5,08
	b	7,5727	1616,82	15,84			
	c	7,4661	1663,34	16,30			
	d	7,5727	1616,82	15,84			
	e	7,1994	1788,84	17,53			
	f	7,1461	1815,63	17,79			
7	a	7,2528	1762,63	17,27	17,68	0,68	3,87
	b	7,3594	1711,91	16,78			
	c	7,1994	1788,84	17,53			
	d	6,9861	1899,74	18,62			
	e	7,1994	1788,84	17,53			
	f	7,0394	1871,07	18,34			

Tabla F.12 Valores obtenidos al realizar el perfil de microdurezas sobre la muestra EB30.

Inden. N°	$\bar{d}(\mu\text{m})$	HV (kg/mm^2)	Dist. (μm)	S	HV (GPa)	S	%error
1	7,59	1610,55	21	1	15,78	0,83	5,29
2	7,46	1673,29	42	1	16,40	1,16	6,95
3	7,16	1813,20	63	1	17,77	0,93	5,25
4	6,99	1902,69	84	1	18,65	1,48	7,93

5	7,18	1802,88	105	1	17,67	1,19	6,74
6	6,91	1947,32	126	1	19,08	0,99	5,19
7	7,16	1810,43	147	1	17,74	1,00	5,62

Inden. N°	Subnr.	d(μm)	HV (kg/mm ²)	HV (GPa)	HV (GPa)	S	%error
1	a	7,946	1468,47	14,39	15,72	0,83	5,29
	b	7,4661	1663,34	16,30			
	c	7,6261	1594,28	15,62			
	d	7,4661	1663,34	16,30			
	e	7,4661	1663,34	16,30			
	f	7,6794	1572,22	15,41			
2	a	7,6261	1594,28	15,62	16,68	1,16	6,95
	b	7,0928	1843,04	18,06			
	c	7,1994	1788,84	17,53			
	d	7,3594	1711,91	16,78			
	e	7,6794	1572,22	15,41			
	f	7,786	1529,44	14,99			
3	a	7,2528	1762,63	17,27	17,77	0,93	5,25
	b	6,9861	1899,74	18,62			
	c	7,2528	1762,63	17,27			
	d	7,3594	1711,91	16,78			
	e	6,9328	1929,08	18,90			
4	a	7,3594	1711,91	16,78	18,65	1,48	7,93
	b	6,8795	1959,11	19,20			
	c	6,8261	1989,84	19,50			
	d	6,7195	2053,51	20,12			
	e	6,8261	1989,84	19,50			
	f	7,3594	1711,91	16,78			
5	a	7,5194	1639,83	16,07	17,67	1,19	6,74
	b	7,4127	1687,36	16,54			
	c	7,0394	1871,07	18,34			
	d	6,8795	1959,11	19,20			
	e	7,1994	1788,84	17,53			
	f	7,0394	1871,07	18,34			
6	a	7,0928	1843,04	18,06	19,08	0,99	5,19
	b	6,7195	2053,51	20,12			
	c	7,1461	1815,63	17,79			
	d	6,7195	2053,51	20,12			
	e	6,8795	1959,11	19,20			
	f	6,8795	1959,11	19,20			
7	a	7,0394	1871,07	18,34	17,74	1,00	5,62
	b	7,0928	1843,04	18,06			
	c	7,1994	1788,84	17,53			
	d	7,5727	1616,82	15,84			
	e	6,9861	1899,74	18,62			
	f	7,0928	1843,04	18,06			

Tabla F.13 Valores obtenidos al realizar el perfil de microdurezas sobre la muestra EB30 recubierta.

Inden. N°	d(μm)	HV (kg/mm ²)	Dist. (μm)	S	HV (GPa)	S	%error
-----------	-------	--------------------------	------------	---	----------	---	--------

1	6,84	1986,65	12	1	19,47	0,78	4,00
2	7,80	1524,03	24	2	14,94	0,46	3,05
3	7,56	1623,57	36	2	15,91	0,88	5,51
4	7,64	1685,16	64	2	16,51	0,68	4,13
5	7,53	1636,90	92	2	16,04	0,48	3,02
6	7,50	1650,08	120	2	16,17	0,79	4,87
7	7,51	1646,36	148	2	16,13	0,82	5,11

Inden. N°	Subnr.	d(μm)	HV (kg/mm ²)	HV (GPa)	HV (GPa)	S	%error
1	a	6,8795	1959,11	19,20	19,47	0,78	4,00
	b	6,9861	1899,74	18,62			
	c	6,6661	2086,5	20,45			
	d	6,7195	2053,51	20,12			
	e	6,9861	1899,74	18,62			
	f	6,7728	2021,3	19,81			
2	a	7,9994	1448,96	14,20	14,94	0,46	3,05
	b	7,8394	1508,7	14,79			
	c	7,946	1468,47	14,39			
	d	7,7327	1550,61	15,20			
	e	7,7327	1550,61	15,20			
	f	7,5727	1616,82	15,84			
3	a	7,1994	1788,84	17,53	15,91	0,88	5,51
	b	7,786	1529,44	14,99			
	c	7,6794	1572,22	15,41			
	d	7,5194	1639,83	16,07			
	e	7,5727	1616,82	15,84			
	f	7,6261	1594,28	15,62			
4	a	7,2528	1762,63	17,27	16,51	0,68	4,13
	b	7,5194	1639,83	16,07			
	c	7,6794	1572,22	15,41			
	d	7,4127	1687,36	16,54			
	e	7,3061	1736,99	17,02			
	f	7,3594	1711,91	16,78			
5	a	7,4127	1687,36	16,54	16,04	0,48	3,02
	b	7,6261	1594,28	15,62			
	c	7,4661	1663,34	16,30			
	d	7,6794	1572,22	15,41			
	e	7,5727	1616,82	15,84			
	f	7,4127	1687,36	16,54			
6	a	7,3594	1711,91	16,78	16,17	0,79	4,87
	b	7,3594	1711,91	16,78			
	c	7,7327	1550,61	15,20			
	d	7,3061	1736,99	17,02			
	e	7,5727	1616,82	15,84			
	f	7,6794	1572,22	15,41			
7	a	7,3061	1736,99	17,02	16,13	0,82	5,11
	b	7,6261	1594,28	15,62			
	c	7,7327	1550,61	15,20			

	d	7,5727	1616,82	15,84			
	e	7,5727	1616,82	15,84			
	f	7,2528	1762,63	17,27			

Tabla F.14 Valores obtenidos al realizar el perfil de microdurezas sobre la muestra EB30C4.

Inden. N°	$\bar{d}(\mu\text{m})$	HV (kg/mm ²)	Dist. (μm)	S	HV (GPa)	S	%error
1	6,62	2119,82	19	3	20,77	1,45	6,98
2	7,76	1545,98	30	7	15,15	1,42	9,39
3	7,95	1471,59	51	1	14,42	0,83	5,76
4	8,03	1438,39	82	1	14,10	0,71	5,01
5	8,05	1431,22	114	2	14,03	0,56	3,96
6	7,99	1453,88	145	2	14,25	0,61	4,29
7	7,96	1464,16	176	2	14,35	0,72	4,98

Inden. N°	Subnr.	$\bar{d}(\mu\text{m})$	HV (kg/mm ²)	HV (GPa)	HV (GPa)	S	%error
1	a	6,4528	2226,73	21,82	20,77	1,45	6,98
	b	6,8261	1989,84	19,50			
	c	6,4528	2226,73	21,82			
	d	6,4528	2226,73	21,82			
	e	6,9328	1929,08	18,90			
2	a	7,3061	1736,99	17,02	15,15	1,42	9,39
	b	8,2127	1374,66	13,47			
	c	7,9994	1448,96	14,20			
	d	7,786	1529,44	14,99			
	e	7,5194	1639,83	16,07			
3	a	8,3193	1339,64	13,13	14,42	0,83	5,76
	b	7,786	1529,44	14,99			
	c	7,6794	1572,22	15,41			
	d	8,106	1411,08	13,83			
	e	7,946	1468,47	14,39			
	f	7,8394	1508,7	14,79			
4	a	7,9994	1448,96	14,20	14,10	0,71	5,01
	b	8,266	1356,98	13,30			
	c	7,7327	1550,61	15,20			
	d	8,1594	1392,69	13,65			
	e	8,1594	1392,69	13,65			
	f	7,8927	1488,38	14,59			
5	a	7,8394	1508,7	14,79	14,03	0,56	3,96
	b	8,0527	1429,83	14,01			
	c	8,106	1411,08	13,83			
	d	7,8927	1488,38	14,59			
	e	8,2127	1374,66	13,47			
	f	8,2127	1374,66	13,47			
6	a	8,266	1356,98	13,30	14,25	0,61	4,29
	b	7,946	1468,47	14,39			
	c	7,786	1529,44	14,99			
	d	8,0527	1429,83	14,01			
	e	8,0527	1429,83	14,01			

	f	7,8394	1508,7	14,79			
7	a	7,9994	1448,96	14,20	14,35	0,72	4,98
	b	8,1594	1392,69	13,65			
	c	7,786	1529,44	14,99			
	d	7,6794	1572,22	15,41			
	e	7,9994	1448,96	14,20			
	f	8,1594	1392,69	13,65			

Tabla F.15 Valores obtenidos al realizar el perfil de microdurezas sobre la muestra EB30C5.

Inden. N°	\bar{d} (μm)	HV (kg/mm ²)	Dist. (μm)	S	HV (GPa)	S	%error
1	7,00	1894,43	12	5	18,57	1,13	6,10
2	6,61	2125,70	13	3	20,83	1,31	6,31
3	6,41	2260,38	33	5	22,15	0,95	4,28
4	7,49	1655,77	43	11	16,23	1,04	6,39
5	6,44	1446,90	59	5	14,18	1,00	7,04
6	8,18	1390,54	87	5	13,63	0,93	6,79
7	7,97	1459,98	115	5	14,31	0,53	3,73
8	8,05	1430,40	143	5	14,02	0,35	2,53

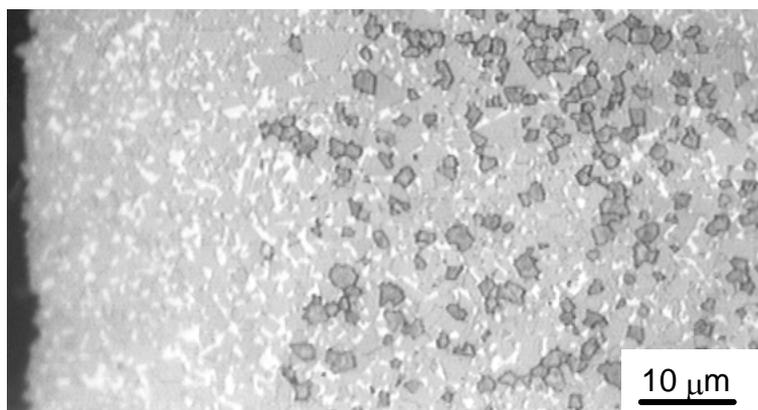
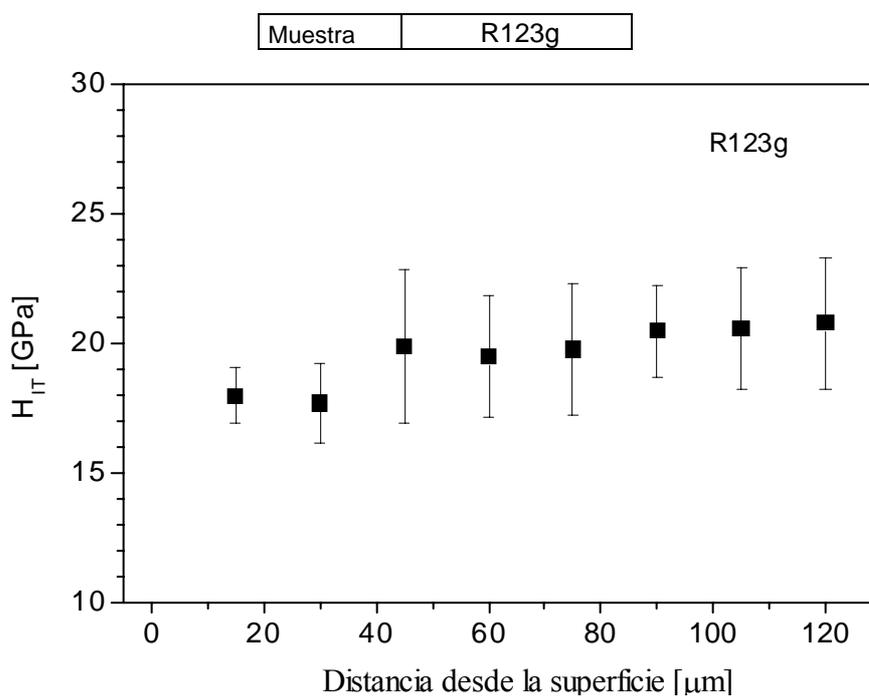
Inden. N°	Subnr.	\bar{d} (μm)	HV (kg/mm ²)	HV (GPa)	HV (GPa)	S	%error
1	a	7,0928	1843,04	18,06	18,57	1,13	6,10
	b	6,7728	2021,3	19,81			
	c	7,0928	1843,04	18,06			
	d	7,2528	1762,63	17,27			
	e	7,0928	1843,04	18,06			
	f	6,7195	2053,51	20,12			
2	a	6,3995	2263,99	22,19	20,83	1,31	6,31
	b	6,5595	2154,9	21,12			
	c	6,8795	1959,11	19,20			
	d	6,5062	2190,37	21,47			
	e	6,4528	2226,73	21,82			
	f	6,8795	1959,11	19,20			
3	a	6,2395	2381,59	23,34	22,15	0,95	4,28
	b	6,3995	2263,99	22,19			
	c	6,3995	2263,99	22,19			
	d	6,6661	2086,5	20,45			
	e	6,3995	2263,99	22,19			
	f	6,3462	2302,2	22,56			
4	a	7,1994	1788,84	17,53	16,23	1,04	6,39
	b	7,3594	1711,91	16,78			
	c	7,786	1529,44	14,99			
	d	7,3061	1736,99	17,02			
	e	7,5727	1616,82	15,84			
	f	7,7327	1550,61	15,20			
5	a	8,106	1411,08	13,83	14,18	1,00	7,04
	b	7,5727	1616,82	15,84			
	c	8,266	1356,98	13,30			
	d	7,946	1468,47	14,39			

	e	7,8927	1488,38	14,59			
	f	8,3193	1339,64	13,13			
6	a	7,7327	1550,61	15,20	13,63	0,93	6,79
	b	8,266	1356,98	13,30			
	c	8,3193	1339,64	13,13			
	d	8,5327	1273,5	12,48			
	e	8,0527	1429,83	14,01			
	f	8,1594	1392,69	13,65			
7	a	7,9994	1448,96	14,20	14,31	0,53	3,73
	b	7,8394	1508,7	14,79			
	c	7,8927	1488,38	14,59			
	d	8,266	1356,98	13,30			
	e	7,946	1468,47	14,39			
	f	7,8927	1488,38	14,59			
8	a	8,0527	1429,83	14,01	14,02	0,35	2,53
	b	8,1594	1392,69	13,65			
	c	8,1594	1392,69	13,65			
	d	8,0527	1429,83	14,01			
	e	7,8927	1488,38	14,59			
	f	7,9994	1448,96	14,20			

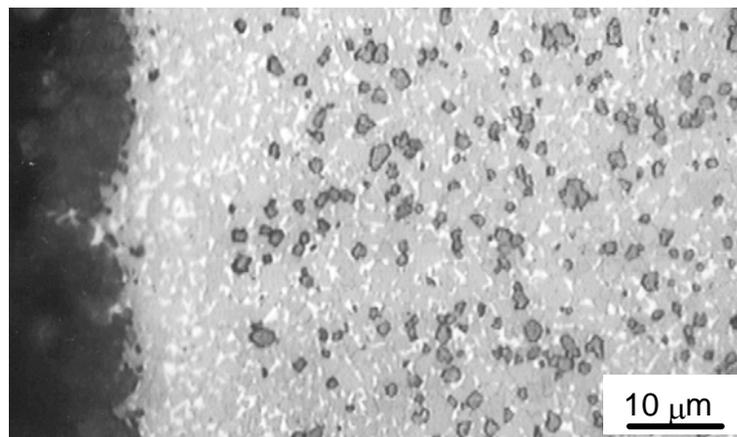
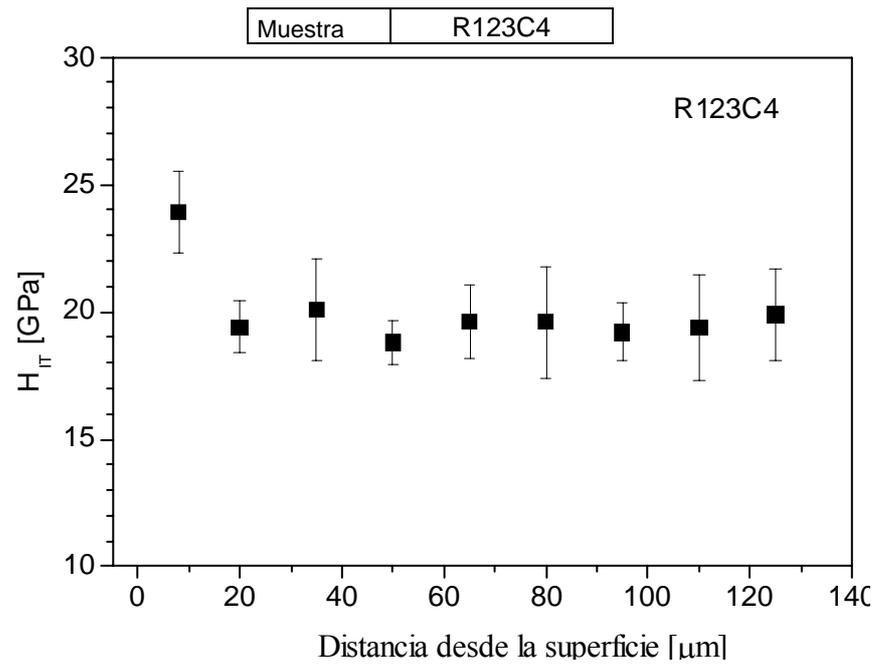
Apéndice G

Resultados complementarios de los ensayos de nanodureza en las muestras R123g, R123C4, SB10C4 y SB10C5.

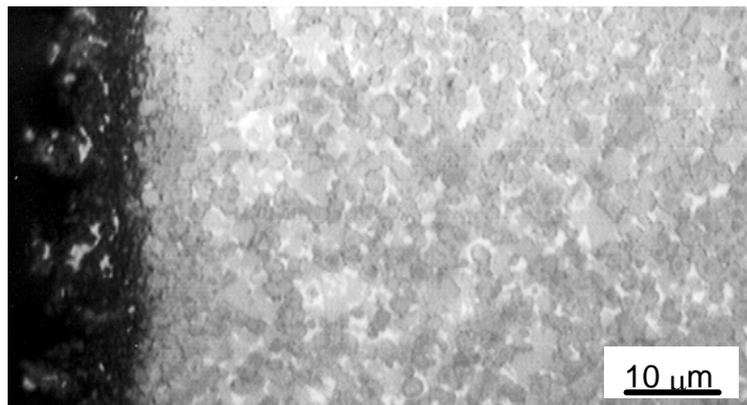
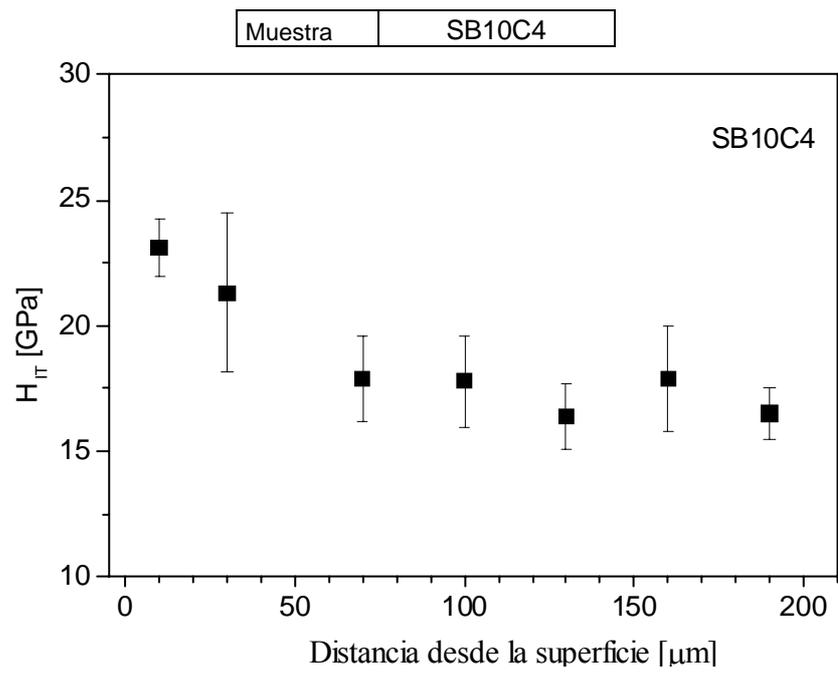
Condiciones de Medición	Max. prof. (nm):	500
	Tiempo mant. (s):	15
	Velocidad (nm/s):	25
	Magnificación:	1000x
	Repeticiones/valor:	10
	Nro. de valores:	8



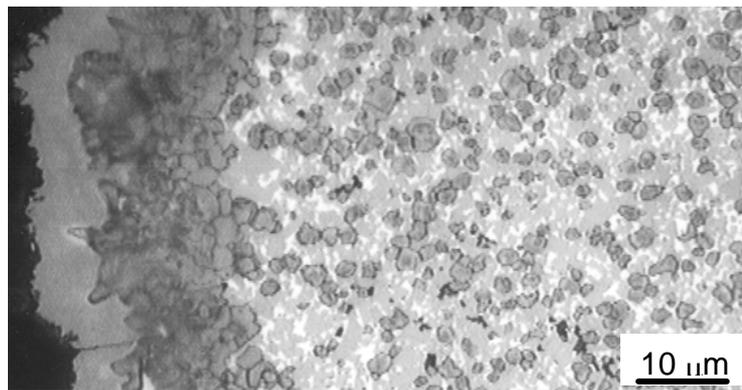
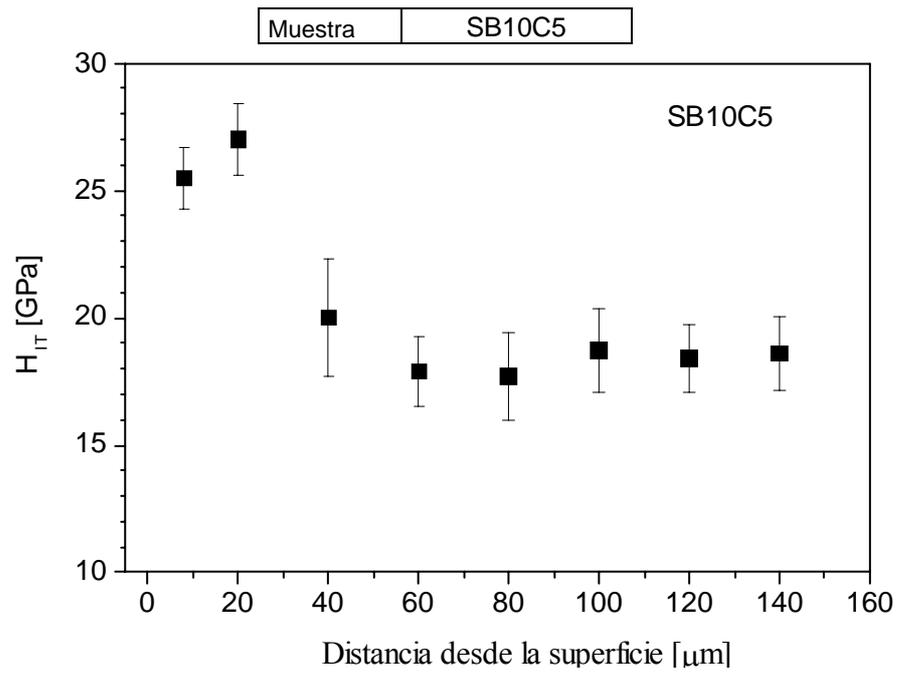
Resultado G.1 Perfil de nanodureza (arriba) y fotomicrografía de la muestra R123g (abajo).



Resultado G.2 Perfil de nanodureza (arriba) y fotomicrografía de la muestra R1234 (abajo).



Resultado G.3 Perfil de nanodureza (arriba) y fotomicrografía de la muestra SB104 (abajo).



Resultado G.4 Perfil de nanodureza (arriba) y fotomicrografía de la muestra SB105 (abajo).