



UNIVERSIDAD DE CONCEPCIÓN
FACULTAD DE INGENIERÍA
DEPARTAMENTO DE INGENIERÍA DE MATERIALES

**DESARROLLO DE UN PROCESO DE INDUCCIÓN DE AUTOLUBRICACIÓN
MEDIANTE EL USO DE PASTAS DE GRAFITO PARA ACEROS PRODUCIDOS
POR PRESS AND SINTER.**

POR

FELIPE IGNACIO ROZAS URRUTIA

Memoria de Título presentada a la Facultad de Ingeniería de la Universidad de
Concepción para optar al título profesional de Ingeniero Civil de Materiales.

Profesor Guía: Dr. Nicolás Ignacio Araya Rivera

Noviembre 2025

Concepción (Chile)

© 2025 Felipe Ignacio Rozas Urrutia

© 2025 Felipe Ignacio Rozas Urrutia

Se autoriza la reproducción total o parcial, con fines académicos, por cualquier medio o procedimiento, incluyendo la cita bibliográfica del documento.



AGRADECIMIENTOS

A Manuel y Pahola, por postergarse y dárme todo.

A Cristina, por ser quien más me ha entendido.

A Gabriela, por ser nuestra alegría.

A Felipe y Sebastián, por siempre estar ahí.

A Jorge y Matías, por reconocerme.

A Diego y Carlos, por acompañarme.

A Nelson y Andrea, por ser los primeros.

A Emilio, por valorarme.

A Jaime, por aceptarme.

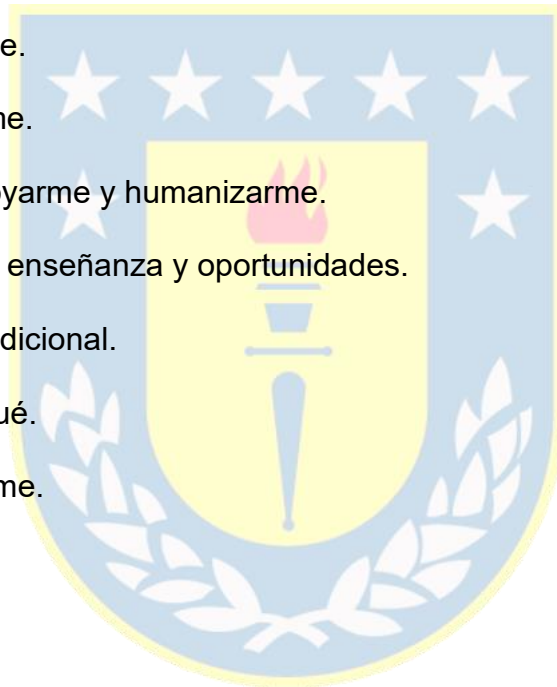
A Juan Pablo, por apoyarme y humanizarme.

A Nicolás, por la guía, enseñanza y oportunidades.

A Ariela, por ser incondicional.

A Ara, ella sabe por qué.

Y a mí, por conservarme.



RESUMEN

En el presente trabajo se estudia el efecto en las propiedades mecánicas y tribológicas de un sistema auto lubricante ferroso producido por metalurgia de polvos cuyo proceso de impregnación de la fase lubricante, el cual para el presente estudio fue grafito, se realiza comprimiendo el cuerpo verde y previo a la etapa de sinterizado.

La hipótesis es que el grafito en los poros causará una cementación *in situ* durante la sinterización que reducirá la tasa de desgaste y el coeficiente de roce en seco del material. El objetivo es estudiar el efecto que esto tiene en el coeficiente de fricción y su evolución en el tiempo en contraste a muestras de referencia.

Se produjeron 3 tipos de muestras, rutas 1, 2 y 3. Ruta 1 representa el estudio principal, mientras que ruta 2 equivale al estándar industrial y ruta 3 es una variante. Las muestras de la ruta 1 fueron compactadas a 200 MPa, impregnadas por filtración de la pasta de grafito en poros aplicando 600 MPa sobre la pasta contra el cuerpo verde, y posteriormente sinterizadas a 1100°C. Las demás muestras fueron compactadas a 600 MPa para ruta 2 y a 200 MPa para ruta 3, sinterizadas a 1100°C y finalmente impregnadas a 600 MPa.

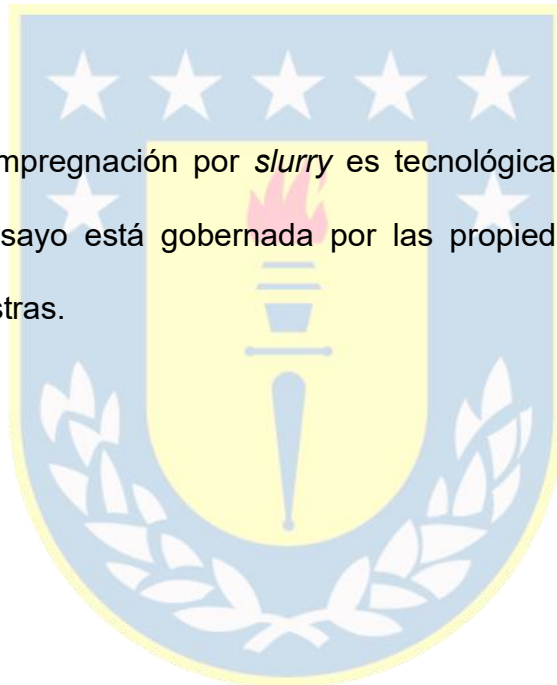
La microestructura se caracterizó mediante microscopía óptica y microscopía electrónica de barrido. Se determinó la micro dureza Vickers antes y se realizó la caracterización tribológica en un tribómetro universal utilizando una configuración de deslizamiento en seco con una geometría *ball on flat* recíprocante.

La cementación de la muestra de la ruta principal produce granos de perlita hasta los 1030 micrones de profundidad y muestra una porosidad inferior a la muestra

compactada a 200 MPa antes de la impregnación, y superior a la compactada a 600 MPa antes de la impregnación.

Las muestras de la ruta 1 mostraron mayor dureza, coeficiente de fricción estable y por debajo de 0.25. Las muestras de la ruta 2 tuvieron la menor dureza y las muestras de la ruta 3 registraron una levemente superior a la anterior. Las 2 muestras de referencia parten con menor coeficiente de fricción, y las muestras de la ruta 2 eventualmente superan a las de la ruta 1. La muestra compactada a 600 MPa termina su régimen de lubricación antes, a pesar de ser la que alcanza menor coeficiente de fricción.

Se concluye que la impregnación por *slurry* es tecnológicamente viable, y que la primera etapa del ensayo está gobernada por las propiedades mecánicas de la superficie de las muestras.



ABSTRACT

In the present work, the effect on the mechanical and tribological properties of a self-lubricating ferrous system produced by powder metallurgy is studied. The process of impregnation of the lubricant phase which in the present study was graphite was carried out by compressing the green compact prior to the sintering stage.

The hypothesis is that the graphite within the pores will cause an in situ cementation during sintering, which will reduce the wear rate and the dry friction coefficient of the material. The objective is to study the effect of this process on the coefficient of friction and its evolution over time in contrast to reference samples.

Three types of samples were produced: routes 1, 2, and 3. Route 1 represents the main study, while route 2 corresponds to the industrial standard and route 3 is a variant. The samples from route 1 were compacted at 200 MPa, impregnated by filtration of the graphite paste into the pores by applying 600 MPa on the paste against the green compact, and subsequently sintered at 1100°C. The remaining samples were compacted at 600 MPa for route 2 and at 200 MPa for route 3, sintered at 1100°C, and finally impregnated at 600 MPa.

The microstructure was characterized by optical microscopy and scanning electron microscopy (SEM). Vickers microhardness was determined prior to tribological testing, which was carried out in a universal tribometer using a dry sliding configuration with a reciprocating ball-on-flat geometry.

The cementation of the main route sample produced pearlite grains up to 1030 microns deep and exhibited a porosity lower than that of the sample compacted at 200 MPa before impregnation, but higher than that of the one compacted at 600 MPa before impregnation.

The route 1 samples showed higher hardness, a stable friction coefficient, and values below 0.25. Route 2 samples exhibited the lowest hardness, while route 3 samples registered slightly higher values. Both reference samples initially presented lower friction coefficients, and route 2 samples eventually surpassed those of route 1. The sample compacted at 600 MPa reached the end of its lubrication regime earlier, despite achieving the lowest friction coefficient.

It is concluded that slurry impregnation is technologically feasible, and that the initial stage of the test is governed by the mechanical properties of the sample surfaces.



ÍNDICE

CAPÍTULO 1 - INTRODUCCIÓN	12
CAPÍTULO 2 – HIPOTESIS Y OBJETIVOS	17
2.1 - Hipótesis	17
2.2 - Objetivo Principal.....	17
2.3 - Objetivos Específicos	17
CAPÍTULO 3 - REVISIÓN DE LITERATURA.....	18
3.1 - Metalurgia de Polvos y Materiales Porosos.....	18
3.1.1 - Porosidad.....	18
3.1.2 - Producción de materiales porosos mediante metalurgia de polvos	19
3.1.3 - Control de la porosidad por metalurgia de polvos	21
3.1.4 - Influencia de la porosidad en las propiedades mecánicas y tribológicas del material	23
3.1.4.1 - Influencia en propiedades mecánicas.....	24
3.1.4.2 - Influencia en propiedades tribológicas.....	25
3.2 - Lubricación Sólida	27
3.2.1 - Fricción	27
3.2.2 - Lubricación.....	28
3.2.3 - Grafito como lubricante sólido	29
3.3 - Cementación.....	32
CAPÍTULO 4 – METODOLOGÍA.....	36
4.1 - Producción de Muestras	36
4.1.1 - Materiales	36
4.1.2 - Compactación	37
4.1.3 - Sinterización.....	37
4.1.4 Impregnación.....	38
4.1.4.1 Preparación del slurry	38
4.1.4.2 Impregnación del slurry.....	38
4.2 - Técnicas de Caracterización	39
4.2.1 - Microscopía óptica.....	39
4.2.2 - Microscopía electrónica de barrido	40
4.2.3 Análisis de imagen.....	40
4.2.4 - Dureza	43

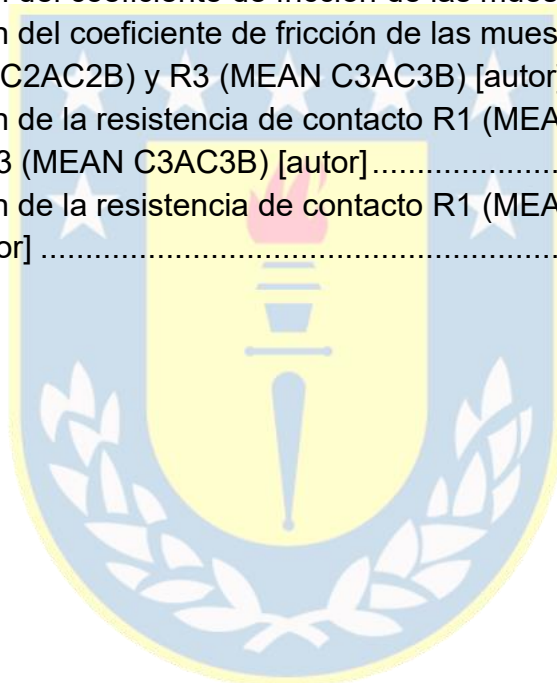
4.2.5 – Caracterización tribológica	44
CAPÍTULO 5 – RESULTADOS Y DISCUSIONES	45
5.1 - Producción de Muestras Impregnadas	45
5.2 - Medición de Dureza	51
5.3 - Desempeño Tribológico	52
CAPÍTULO 6 – CONCLUSIONES	61
CAPÍTULO 7 – REFERENCIAS	63



TABLA DE FIGURAS

FIGURA 1 Diagramas de flujo de manufactura de materiales porosos autolubricantes producidos por impregnación. Comparación entre impregnación en vacío y ruta propuesta [autor].....	15
FIGURA 2 Imagen SEM de hierro compactado a (a) 100 MPa y (b) 290 MPa [19].	19
FIGURA 3 Microscopías ópticas a x500 de aumento de mismo cuerpo verde de hierro compactado a (a) 150 MPa, (b) 262.5 MPa, (c) 375 MPa, (d) 487.5 MPa y (e) 600 MPa. Adicionalmente (f) cuerpos verdes del mismo material [autor].....	20
FIGURA 4 Imágenes SEM de acero inoxidable 316 L sinterizado a (a) 1150°C, (b) 1200°C, (c) 1250°C y (d) 1300°C [25]	21
FIGURA 5 Curva de compactación de polvos de hierro lubricado con 0.8% de cera amida, 0.6% de kenolube y 0.8% de estearato de zinc [27].....	22
FIGURA 6 Esquema de evolución gradual de los poros durante la sinterización [21].	23
FIGURA 7 Relación entre propiedades mecánicas y porosidad de $\text{FeNi}_2\text{Mo}_{0.5}\text{Co}_{0.3}$ sinterizado a 1120°C. Adaptado de [17].....	25
FIGURA 8 Tasa de desgaste de compuestos Cu-W deslizando contra SiC en función de su porosidad y carga en test pin-on-disk. Adaptado de [31].	26
FIGURA 9 Sistema tribológico con sus partes [37].	28
FIGURA 10 Diagrama ternario del carbono según hibridación [40].	30
FIGURA 11 Esquema de transformación martensítica de (a) grafito A-B a (b) grafito A-A, seguida de una (c) nucleación de grafito amorfo y (d) tetragonalización generalizada [42].....	31
FIGURA 12 Diagrama de fases metaestable del Hierro - Carbono [44].....	32
FIGURA 13 Perfil calculado de concentración de carbono muestra R1 [autor].....	34
FIGURA 14 Diagrama de flujo de producción de muestras por 3 rutas [autor].	36
FIGURA 15 Curva de ciclo de sinterización [autor].....	38
FIGURA 16 Esquema del proceso de impregnación por slurry [autor].....	39
FIGURA 17 Indicaciones para ajustar threshold para determinación de porosidad en programa Image J [autor]	41
FIGURA 18 Indicaciones para calibrar herramienta de medición de área y toma de medición en programa Image J [autor].....	42
FIGURA 19 Rótulo de secciones de una esfera con que determinar el volumen desgastado [48].....	43
FIGURA 20 muestras impregnadas a 600 MPa, compactada a 600 MPa y a 200 MPa respectivamente [autor].	45
FIGURA 21 imágenes SEM de muestras a (a) 600 MPa (SE), (b) 600 MPa (BS), (c) 600 MPa (Bin), (d) 200 MPa (SE), (e) 200 MPa (BS) y (f) 200 MPa (Bin) [autor].....	46
FIGURA 22 muestras R1 con marca por impregnación con (a) 25.4 mm y (b) 10 mm de diámetro [autor].	47
FIGURA 23 (a) imagen SEM (BS) de muestra R1 impregnada y (b) mapa (Bin) describiendo distribución de grafito [autor].....	48

FIGURA 24 Imagen de corte transversal de muestra R1 sinterizada con aumentos de (a) x100 y (b) x 500. Flechas indican lubricante y flecha roja indica lubricante encapsulado más profundo [autor].	49
FIGURA 25 Imagen de corte transversal de muestra R1 sinterizada tomada a x100 (a) sin ataque y (b) con ataque [autor].	50
FIGURA 26 Imágenes SEM de corte transversal de muestra R1 atacada tomadas a (a) x100 con SE y a (b) x300 con BS [autor].	50
FIGURA 27 Mediciones de macro y microdureza [autor].	51
FIGURA 28 Tasa de desgaste para las 3 rutas [autor].	53
FIGURA 29 Micrografía de desgaste en contracuerpos de (a) R1.1, (b) R1.2, (c) R2.1, (d) R2.2, (e) R3.1 y (d) R3.2 [autor]	54
FIGURA 30 Evolución del coeficiente de fricción de las muestras R1 [autor].	55
FIGURA 31 Evolución del coeficiente de fricción de las muestras R2 [autor].	56
FIGURA 32 Evolución del coeficiente de fricción de las muestras R3 [autor].	57
FIGURA 33 Evolución del coeficiente de fricción de las muestras R1 (MEAN C1AC1B), R2 (MEAN C2AC2B) y R3 (MEAN C3AC3B) [autor].	58
FIGURA 34 Evolución de la resistencia de contacto R1 (MEAN C1AC1B), R2 (MEAN C2AC2B) Y R3 (MEAN C3AC3B) [autor]	59
FIGURA 35 Evolución de la resistencia de contacto R1 (MEAN C1AC1B) y R3 (MEAN C3AC3B) [autor]	60



CAPÍTULO 1 - INTRODUCCIÓN

El uso responsable y eficiente de la energía es un vértice que determina el nivel de progreso que tenemos como civilización y nuestra capacidad para cuidar el planeta, ambos con impacto directo en la sociedad al punto de motivar 3 de los objetivos declarados el 25 de septiembre de 2015 por Naciones Unidas para la agenda 2030. Concretamente, se aborda la dependencia de combustibles fósiles y la eficiencia actual en los sistemas de transporte, manufactura, producción de energía y urbano residencial [1].

Análisis cuantitativos al consumo energético mundial determinaron que, en total, un 23% de este es producto de fenómenos tribológicos, es decir, aquellos derivados del movimiento relativo entre 2 superficies [2], donde un 20% es calor derivado de la fricción y un 3% por remanufactura derivada del desgaste. En este contexto, se propone la implementación de ingeniería de superficies, materiales y lubricación como paradigma de abordaje a estos problemas, estimando a corto plazo (8 a 10 años) una reducción de pérdidas de energía en transporte del 25%, en generación de energía un 20%, y en minería un 15%, con una reducción en las emanaciones de CO₂ de 1640 Mt [3], [4]. A mediano y largo plazo se espera que los efectos se dupliquen o tripliquen, lo que valida e incentiva los esfuerzos en contribuir al desarrollo de estas soluciones en sus diversas aristas.

Soluciones tribológicas van desde materiales resistentes al desgaste, a sustancias lubricantes que reducen la fricción y el desgaste. Actualmente la lubricación líquida (hidrodinámica) es predilecta. Una capa de fluido separa efectivamente ambas superficies en movimiento relativo [5]. Esta se ve en uso civil e industrial. Sin embargo, en condiciones severas de operación del sistema, como con temperaturas, presiones

o radiación extrema, o cuando el sistema de trabajo es particularmente sensible a la contaminación, como en la industria alimenticia, farmacéutica u óptica, los lubricantes sólidos suelen ser más adecuados [6].

Los lubricantes sólidos son sustancias con baja resistencia al cizalle, alta resistencia al desgaste y buena adherencia [7]. Estos se clasifican en inorgánicos, metálicos, poliméricos y de uso en alta temperatura, y pueden usarse en varios formatos; polvos libres, polvo disperso en aceite, o integrados en la matriz del equipo. Funcionan nivelando los valles y picos en las asperezas de la superficie mientras permanece adherido a esta, alcanzando una lubricación seca y limpia, resistencia a la contaminación, corrosión y un amplio rango de temperaturas de operación [8].

Para operar en la interfaz entre las 2 superficies de interés el lubricante debe ingresar en un momento adecuado. Esto frecuentemente impone restricciones en la instalación del sistema mecánico, y, al consumirse, se ha de repetir el proceso de deposición, lo cual significa detención de maquinarias y potencialmente intervenciones a la infraestructura de turno [9]. Para enfrentar esta limitante, cuando el servicio lo amerita, se requiere de un sistema de suministro perpetuo, denominado tecnología auto lubricante.

En los sistemas auto lubricantes, la fase lubricante reposa físicamente dentro de la matriz y es extraída gradualmente en función del uso y sistema tribológico, presuntamente, por deformación plástica de las cavidades reservarias [10].

Hay 3 vías principales para conseguir auto lubricación [11];

- Formación de la fase lubricante *in-situ*, la cual es función de reacciones metalúrgicas durante la producción de la matriz.
- Implementación de la fase lubricante como refuerzo de la matriz en el proceso de producción de la matriz.
- Impregnación de un sustrato poroso, donde se deposita la fase lubricante en la superficie de los poros abiertos de la matriz.

De estas opciones, la impregnación de sustrato poroso destaca por permitir un estudio separado de las propiedades de la matriz y de la fase lubricante, y también, favorece el control de la disposición de la fase lubricante en superficie de forma agnóstica a la composición y microestructura de la matriz, evitando la precipitación de fases no deseadas durante el sinterizado o una sinterización dificultada por la distribución de la fase lubricante en la matriz [12].

En materiales autolubricantes ferrosos es común encontrar coeficientes de fricción entre 0.04 y 0.2 [13], y se ha encontrado que el régimen de lubricación termina al perderse el acceso al lubricante (poros cerrados plásticamente) en lugar de acabarse el lubricante [10], [14]. Adicionalmente, se ha documentado que una mayor porosidad se correlaciona con mayor resistencia al rayado y un régimen de lubricidad prolongado, debido a un mayor suministro de lubricante disponible en el tiempo, sin embargo, menor porosidad se correlaciona con mayor resistencia al desgaste debido a las propiedades mecánicas del material [14].

De la literatura se extrapola que al realizar el proceso de impregnación con grafito en un cuerpo verde ferroso y posteriormente sinterizarlo es esperable un grado de cementación alrededor de los poros superficiales conservando suficiente lubricante

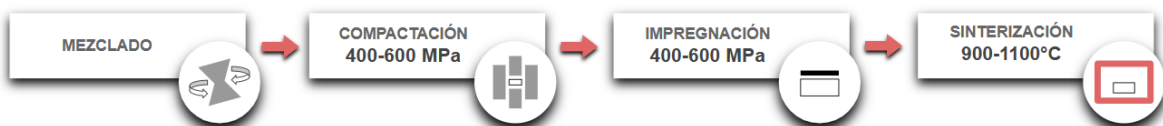
como para obtener un coeficiente de fricción inferior a 0.2. La cementación local aumentaría la resistencia mecánica en la superficie, pudiendo obtener mayor resistencia al desgaste y un régimen de lubricación extendido. En la figura 1 se muestra el cambio propuesto aplicado al flujo de producción de materiales autolubricantes impregnados al vacío.

FIGURA 1 Diagramas de flujo de manufactura de materiales porosos autolubricantes producidos por impregnación. Comparación entre impregnación en vacío y ruta propuesta [autor].

RUTA DE IMPREGNACIÓN POR VACÍO :



RUTA DE IMPREGNACIÓN PROPUESTA :



Actualmente la impregnación de un sustrato poroso aplicado a materiales ferrosos producidos por metalurgia de polvos se realiza aplicando vacío a las piezas a impregnar, mientras estas están sumergidas en una suspensión del lubricante en acetona [14]. Alternativamente, se emplea lubricante sólido como aditivo en aceites al impregnar piezas porosas [15].

Al impregnar con vacío surgen problemas técnicos, como la volatilización de la acetona o alcohol como medio de impregnación, la cual condensa dentro de la bomba de vacío formando una emulsión con el aceite lubricante lo que disminuye la eficiencia de la bomba o directamente lleva a falla. Por otro lado, la literatura reporta impregnación de lubricantes sólidos sin vacío y con aceite como medio para disulfuro de molibdeno, el cual tiene reacciones indeseadas con el hierro a elevadas

temperaturas. Por lo tanto, el objetivo de este trabajo es desarrollar un proceso simple y escalable de impregnación con grafito para aceros que sea amigable con la infraestructura donde se aplique y donde la fase lubricante sea únicamente en seco.



CAPÍTULO 2 – HIPOTESIS Y OBJETIVOS

Este trabajo estudia el efecto en el coeficiente de roce que tiene realizar un proceso de impregnación de lubricante en una matriz porosa en la cual hay sinergia metalúrgica entre ambas partes. En otras instancias se afronta el problema de sellado de poros eligiendo una matriz con una dureza base elevada o directamente se asume como una variable limitante.

2.1 - Hipótesis

La impregnación de probetas de hierro poroso previamente a la sinterización de éstas incrementará la dureza de la probeta localmente en los poros por difusión del lubricante en la matriz, resultando en un incremento de la dureza superficial de la probeta y una mayor duración del grafito como lubricante durante ensayos tribológicos de deslizamiento en seco.

2.2 - Objetivo Principal

Desarrollar un proceso simple y versátil de impregnación de lubricante sólido para materiales producidos por metalurgia de polvos.

2.3 - Objetivos Específicos

- Analizar la viabilidad técnica del nuevo proceso de impregnación por pastas de grafito.
- Estudiar el efecto de la cementación en poros sobre el coeficiente de fricción de hierro sinterizado al ser impregnado con grafito previamente al sinterizado.

CAPÍTULO 3 - REVISIÓN DE LITERATURA

Esta sección brinda una revisión general de conceptos claves útiles para un mejor entendimiento de la motivación y objetivos que se presentan en este trabajo. Primero, se abordará la metalurgia de polvos como proceso productivo de materiales porosos y cómo los poros determinan el comportamiento general del material. Después, se explorará el fenómeno auto lubricación, junto al proceso de impregnación por *slurry* para su producción. Adicionalmente se contemplará la sinergia metalúrgica entre el hierro y el carbono y sus implicaciones termodinámicas para el estudio.

3.1 - Metalurgia de Polvos y Materiales Porosos

3.1.1 - Porosidad

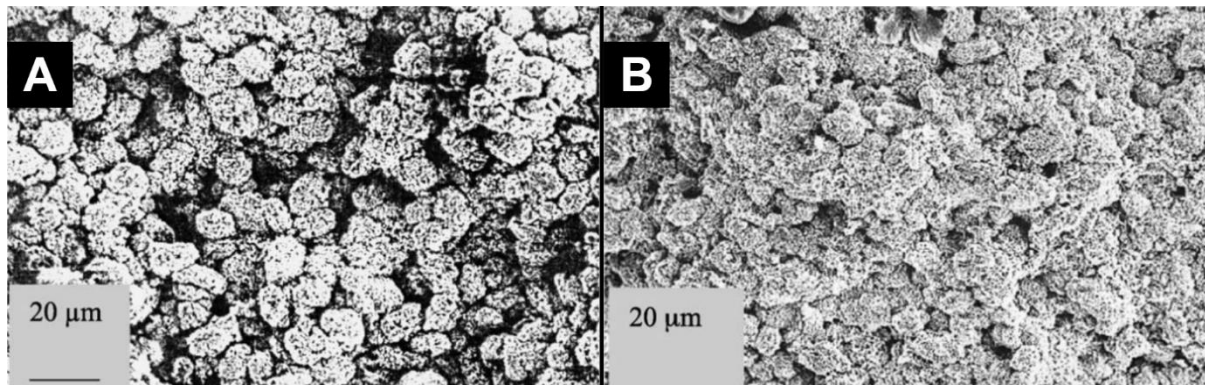
Los poros son discontinuidades en una matriz, representando el volumen abierto en un material dado y pueden ser clasificados en porosidades interconectadas o cerradas. Se suelen representar como un porcentaje y se obtiene sustrayendo de 100 la densidad relativa en porcentaje del material, como se ve en la ecuación 1 [16].

$$Porosidad(\%) = 100 \left(1 - \frac{\rho}{\rho_0} \right) \quad \text{Ecuación 1}$$

En la ecuación, ρ representa la densidad del material poroso, y ρ_0 representa la densidad del material sin poros.

En metalurgia de polvos los poros resultan del espacio entre las partículas tras aplicar presión y/o temperatura, y se puede controlar su tamaño y distribución según el tamaño de partícula de los polvos a usar, su composición química, presión de compactación, tiempo y temperatura de sinterizado [17], [18]. En la figura 2 se visualiza claramente la influencia de compactar un mismo tipo de polvo con distintas presiones, donde las zonas oscuras corresponden a los poros.

FIGURA 2 Imagen SEM de hierro compactado a (a) 100 MPa y (b) 290 MPa [19].



Los poros cerrados se limitan a usos en aislamiento y estructuras estáticas livianas, mientras que son perjudiciales para el general de las aplicaciones y deben ser minimizados. Materiales cuya porosidad tiene aplicación tecnológica suelen producirse por metalurgia de polvos [16], [20].

3.1.2 - Producción de materiales porosos mediante metalurgia de polvos

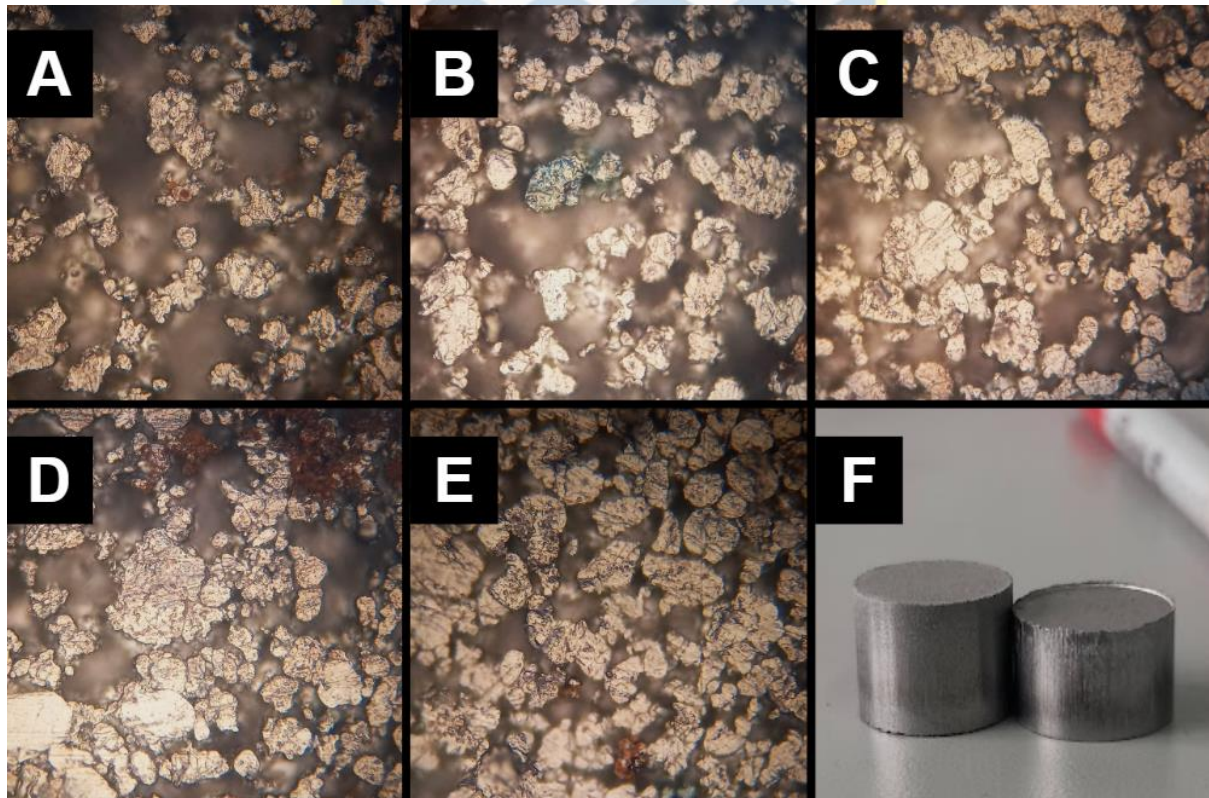
La metalurgia de polvos es la ciencia y tecnología del procesamiento de polvos metálicos y cerámicos, incluyendo la fabricación, caracterización y conversión de los polvos en componentes de uso ingenieril. Se busca dar forma al polvo mediante matrices molde y densificar este cuerpo mediante calor y presión hasta tener un producto final o semiterminado [21].

Dentro del paradigma de la producción de piezas por metalurgia de polvos, hay numerosas técnicas para dar con el formado del producto final. Entre estas están el prensado isostático en caliente, prensado en caliente, sinterización por plasma, y la más simple y usada en la industria, prensado y sinterizado o *press and sinter* [22], [23]. La técnica consta de 2 etapas:

- **Compactación:** El polvo es vertido en un molde de suficientes propiedades mecánicas. Los polvos son prensados uniaxialmente con tal presión que sufren

deformación plástica en sus zonas de contacto, anclándose mecánicamente y logrando un grado de soldadura en frío, cuando la naturaleza de la superficie de los polvos lo permite. Esto dota al ahora denominado “cuerpo verde”, de suficiente resistencia mecánica para ser manipulado y pasar a los siguientes pasos de producción con bajo riesgo de dañar la pieza [21]. En la figura 3 se aprecia cómo las partículas de polvo adquieren más puntos de contacto en base a la presión aplicada, así como 2 cuerpos verde de hierro.

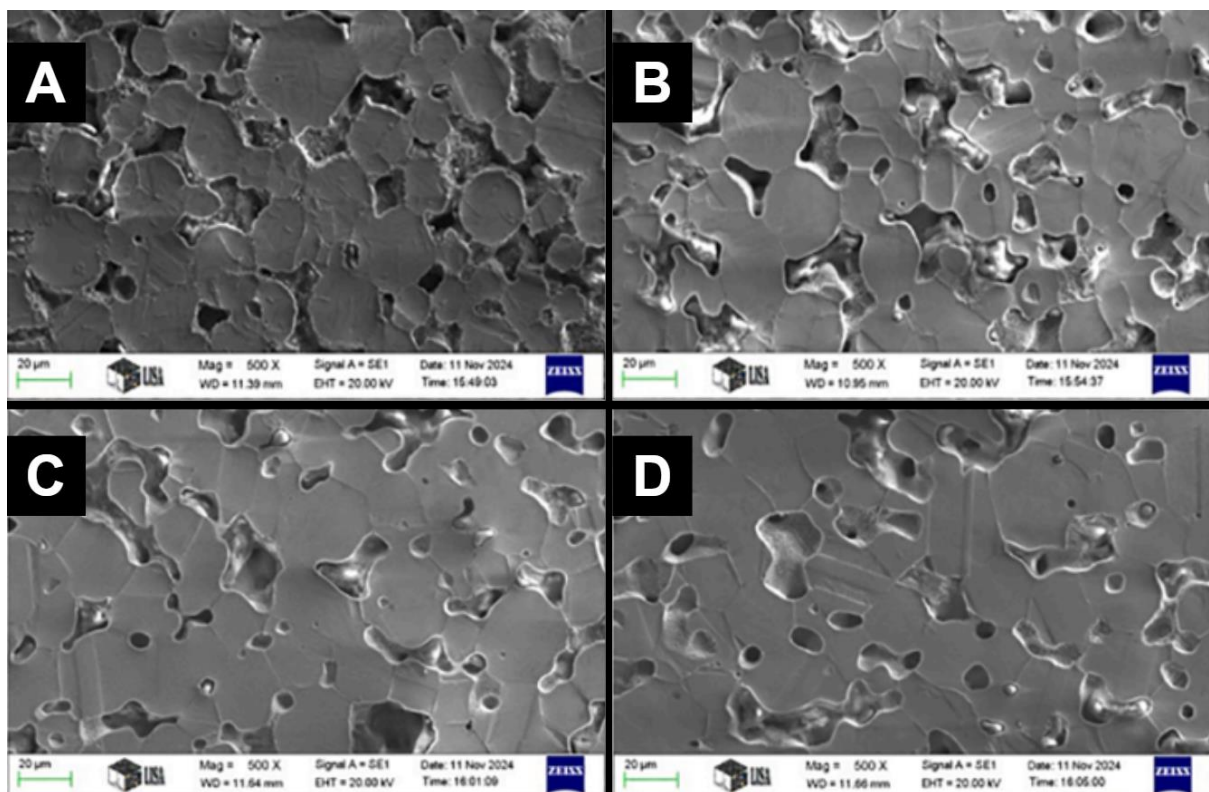
FIGURA 3 Microscopías ópticas a x500 de aumento de mismo cuerpo verde de hierro compactado a (a) 150 MPa, (b) 262.5 MPa, (c) 375 MPa, (d) 487.5 MPa y (e) 600 MPa. Adicionalmente (f) cuerpos verdes del mismo material [autor].



- Sinterización: el cuerpo verde es sometido a temperatura y por acción de fenómenos difusivos en las interfases entre las partículas, estas discontinuidades desaparecen gradualmente formando cuellos de sinterizado entre partículas que dotan al ahora “cuerpo sinterizado” de continuidad y

coherencia. La fuerza impulsora detrás de este fenómeno es la reducción de la energía libre de Gibbs al minimizar la superficie disponible [24]. El proceso se suele realizar entre el 70 y 90% de la temperatura de fusión del material. En la figura 4 se ve la formación de cuellos de sinterizado y superficies suavizadas por la difusión en función de la temperatura.

FIGURA 4 Imágenes SEM de acero inoxidable 316 L sinterizado a (a) 1150°C, (b) 1200°C, (c) 1250°C y (d) 1300°C [25]



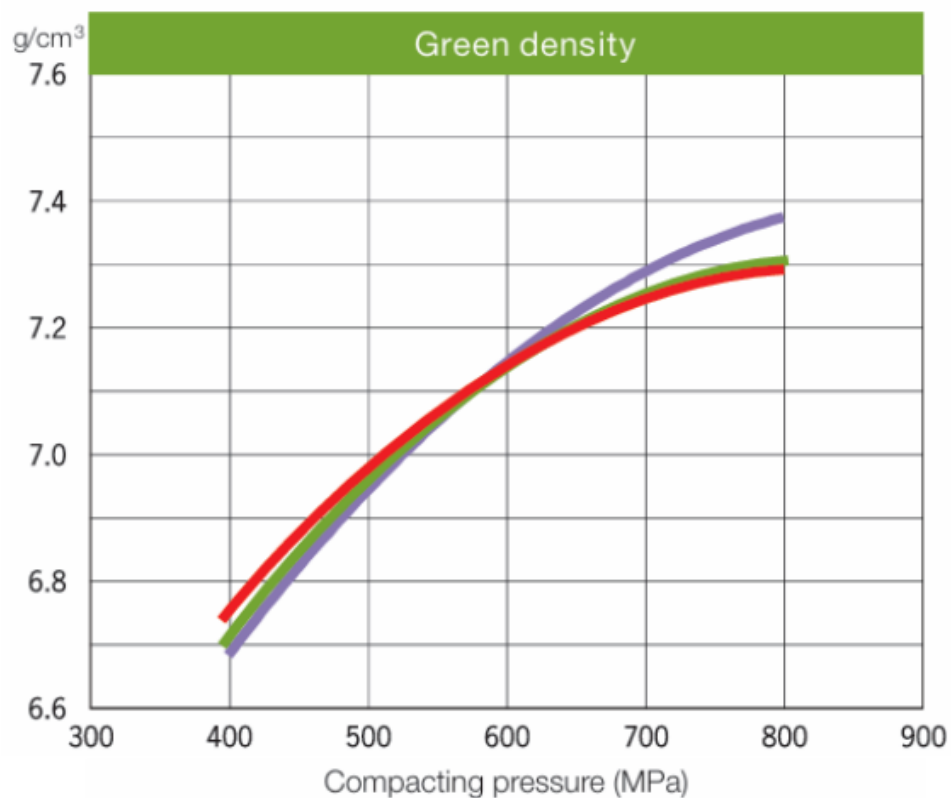
3.1.3 - Control de la porosidad por metalurgia de polvos

Tras la sinterización, el material ya presenta sus propiedades finales, las cuales son fuertemente influenciadas por la porosidad remanente [26]. En piezas producidas por metalurgia de polvos, la porosidad es todo espacio no ocupado por las partículas de polvo que conforman el cuerpo verde, significando que esta disminuye con la presión de compactación. El efecto concreto de esta etapa en la porosidad depende de la

presión de compactación junto al tamaño, forma y propiedades mecánicas de las partículas, así como al uso de *binders*, lubricantes y *space holders* [21].

Para cuantificar directamente la relación entre la presión y la porosidad, se elaboran las curvas de presión vs densidad conocidas como curvas de compactación. En la figura 5 se muestra la curva de compactación correspondiente a los polvos utilizados en este trabajo; polvos de hierro HOGANAS AHC 100.29.

FIGURA 5 Curva de compactación de polvos de hierro lubricado con 0.8% de cera amida, 0.6% de kenolube y 0.8% de estearato de zinc [27].



La sinterización tiene un efecto similar. Al tratarse de reducción de la energía libre de Gibbs a través de la destrucción de área superficial, la sinterización se ve acelerada con partículas de menor tamaño [17]. Al tratarse de fenómenos difusivos el tiempo y temperatura también influyen significativamente, y se expresan en las ecuaciones 2 y 3 [28].

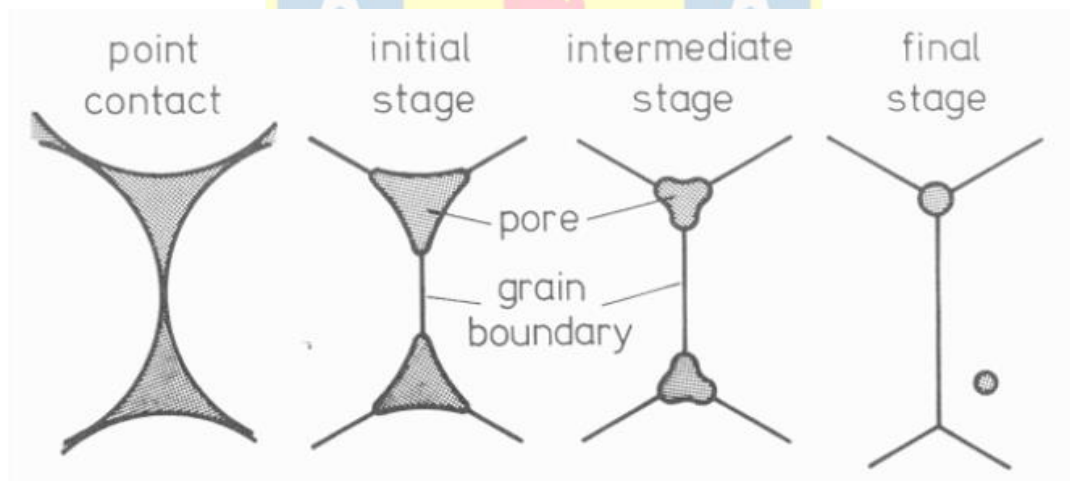
$$\dot{\rho} \propto e^{\frac{-Q}{RT}} \quad \text{Ecuación 2}$$

En la ecuación 2 $\dot{\rho}$ representa la velocidad de densificación en función de la temperatura (T), donde Q es la energía de activación para la difusión del carbono en el hierro y R la constante de los gases ideales.

$$1 - \frac{\rho}{\rho_0} \propto t^{-n} \quad \text{Ecuación 3}$$

En la ecuación 3 se expresa que la porosidad decrece con el tiempo (t) dependiendo de un coeficiente (n) que varía según el mecanismo de difusión principal. En la figura 6 se muestra la evolución de los poros durante el sinterizado.

FIGURA 6 Esquema de evolución gradual de los poros durante la sinterización [21].



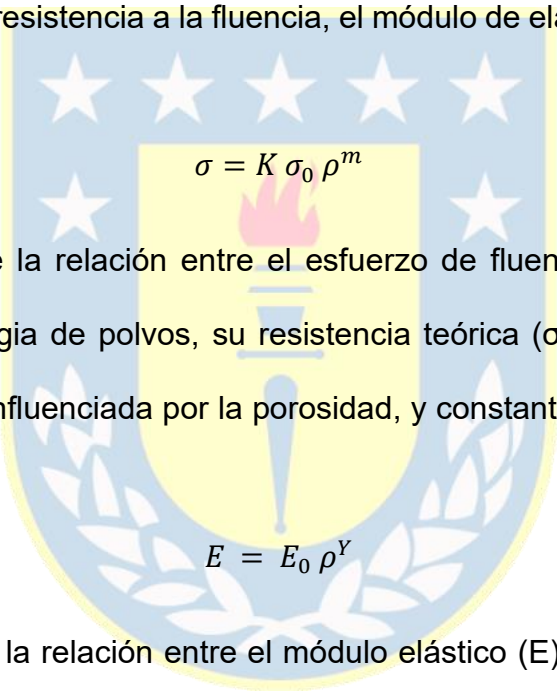
3.1.4 - Influencia de la porosidad en las propiedades mecánicas y tribológicas del material

Los poros afectan directamente las propiedades de los materiales. Al ser discontinuidades actúan como concentradores de esfuerzos, zonas de nucleación y propagación de grietas [29]. También pueden actuar como reservorios de partículas

externas y promueven la corrosión [10]. Estos efectos se ven en el desempeño mecánico y tribológico de los materiales.

3.1.4.1 - Influencia en propiedades mecánicas

La porosidad de una matriz no ofrece soporte frente a la presión localizada de un indentador, afectando la macro y micro dureza, resultando en una dureza aparente distinta a la del material de la matriz. Esto llevó a la ISO a recomendar mediciones en dureza Vickers para productos producidos por metalurgia de polvos [24]. La porosidad también detrimenta la resistencia a la fluencia, el módulo de elasticidad y la ductilidad del material [21].


$$\sigma = K \sigma_0 \rho^m$$

Ecuación 4

La ecuación 4 expone la relación entre el esfuerzo de fluencia (σ) de un material producido por metalurgia de polvos, su resistencia teórica (σ_0), su densidad (ρ), la cual es directamente influenciada por la porosidad, y constantes de procesamiento y geometría K y m [17].

$$E = E_0 \rho^Y$$

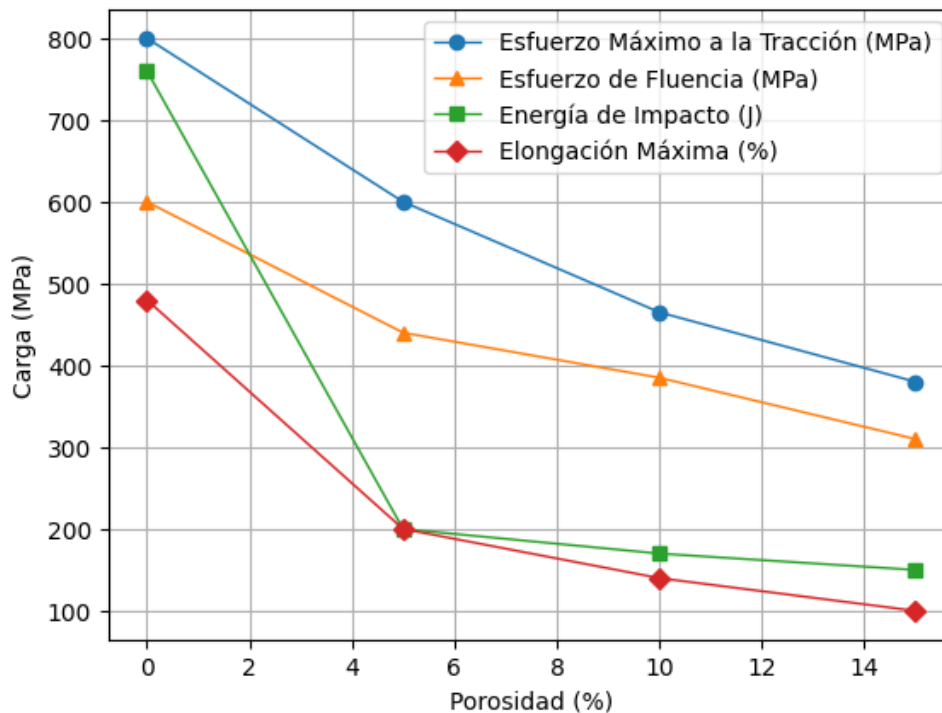
Ecuación 5

La ecuación 5 expone la relación entre el módulo elástico (E) de la nueva pieza, su módulo a densidad total (E_0), su densidad (ρ) y una constante (Y) dependiente de la morfología y distribución de los poros [17].

Contrario a los ejemplos anteriores, los ensayos Charpy o Izod son imprecisos y con alta variabilidad, escapando de la tendencia lineal y, por tanto, netamente comparativos y sin uso significativo para diseño de piezas. Modificaciones deben ser tomadas en cuenta [24]. El mayor impacto se encuentra en la resistencia a la fatiga. Holmberg et al. encontraron que un aumento en la densidad de 6.8 g/cm³ a 7.15 g/cm³ implica un aumento de hasta 4 veces más ciclos de carga, sin identificar mayor efecto

con el desgaste superficial [29]. La figura 7 resume el efecto de la porosidad en las propiedades mecánicas de piezas producidas por metalurgia de polvos.

FIGURA 7 Relación entre propiedades mecánicas y porosidad de $\text{FeNi}_2\text{Mo}_{0.5}\text{Co}_{0.3}$ sinterizado a 1120°C . Adaptado de [17].

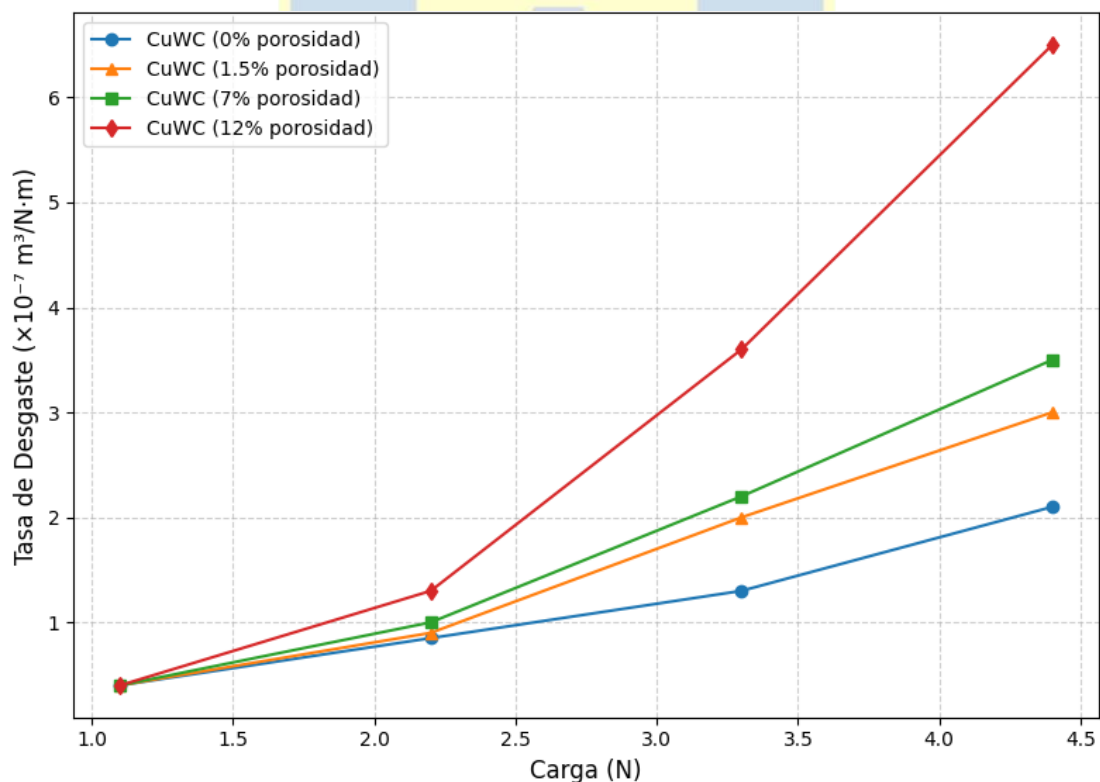


3.1.4.2 - Influencia en propiedades tribológicas

Aún se encuentra en discusión en qué momento la porosidad es más perjudicial que beneficiosa en sistemas diseñados para desgaste [30]. Todos los efectos descritos previamente afectan la superficie del material y su desempeño tribológico. La naturaleza discontinua del material a nivel superficial se ve exacerbada con la porosidad, lo que disminuye el área real de contacto entre superficies, aumentando la presión en puntos de contacto y por tanto la tasa de desgaste [31]. Deshpande et. al. Encontraron que la tasa de desgaste crece mostrando una tendencia al comportamiento exponencial en función de la porosidad para muestras de CuWC, con un aumento drástico entre el 7 y 12 % en porosidad. Sus resultados se ven en la figura 8 [31].

Por otro lado, se ha encontrado que los poros pueden actuar como acumuladores de *debris*, captando partículas abrasivas y siendo llenados hasta aumentar el área real de contacto, lo que favorece una menor tasa de desgaste [32]. Adicionalmente, el primer uso comercial que se le encontró a las piezas porosas producidas por pulvimetalurgia fue en sistemas autolubricantes [33]. En estos, los poros actúan como reservorios de un material lubricante el cual es automáticamente suministrado a la interfaz tribológica conforme el material está en servicio, permitiendo una lubricación continua y más duradera [34]. Se ha reportado que a mayor porosidad hay más lubricante disponible en superficie y por tanto aumenta la distancia de deslizamiento bajo lubricación [14].

FIGURA 8 Tasa de desgaste de compuestos Cu-W deslizando contra SiC en función de su porosidad y carga en test *pin-on-disk*. Adaptado de [31].



3.2 - Lubricación Sólida

3.2.1 - Fricción

La fricción es la resistencia al movimiento relativo entre 2 superficies en contacto, siendo una propiedad de un sistema cuando hay al menos 2 cuerpos en contacto. El parámetro de caracterización principal es el coeficiente de fricción (COF) (μ), siendo un parámetro adimensional extraído de la división entre la fuerza tangencial (F) y la carga normal (W), como se indica en la ecuación 6 [34].

$$\mu = \frac{F}{W}$$

Ecuación 6

Al haber movimiento relativo entre 2 superficies la resistencia al movimiento se debe, burdamente, a la acción de principalmente 2 fenómenos que trabajan en paralelo; adhesión y anclaje. La naturaleza y proporción de cada uno depende del sistema tribológico y evoluciona en el tiempo. La primera diferencia clara se ve entre la fricción que se opone al inicio del movimiento (roce estático) y aquella que se manifiesta cuando las superficies ya están en movimiento (roce dinámico) [35].

Solo con tener una carga normal la fuerza se distribuye en todas las asperezas en contacto deformándolas hasta que su área real de contacto sea suficiente para que la relación “carga normal (W)” sobre “área real (A)” iguale al “esfuerzo de fluencia (σ_0)” del material, como se señala en la ecuación 7 [35].

$$\sigma_0 = \frac{W}{A}$$

Ecuación 7

Tras haberse deformado las primeras capas de la superficie se forman enlaces entre estas, contribuyendo a la fricción estática. Adicionalmente, las asperezas en ambas superficies pueden acoplarse entre sí, formando una barrera mecánica que se opone

al deslizamiento. Cuando se supera el cizalle necesario para romper o deformar estas asperezas y la adhesión existente empieza el movimiento entre superficies [36]. Al ser deformadas las asperezas, se van formando más puntos de adhesión si el material y el sistema lo permiten.

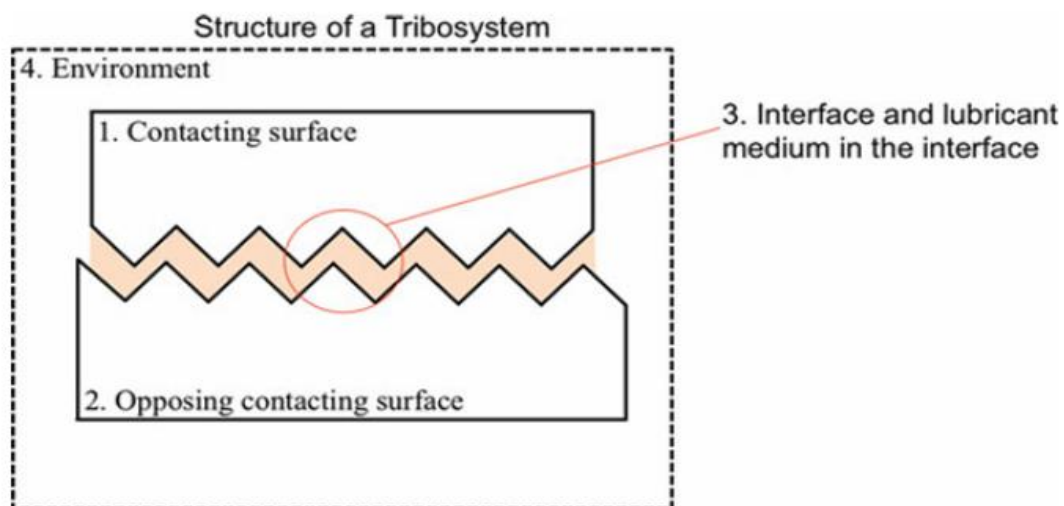
Al aumentar la velocidad relativa entre las 2 superficies el área efectiva entre estas disminuye si se priva de tiempo suficiente al sistema para deformar las asperezas superficiales, disminuyendo la fricción y siendo esta área, a su vez, función de la carga. Sin embargo, con el aumento de la temperatura del sistema, la superficie puede experimentar variaciones de volumen que aumentan el área de contacto y por tanto la fricción [37].

El uso de lubricantes busca reducir esta fricción atacando los mecanismos de interacción entre las superficies y distribuyendo el calor del sistema.

3.2.2 - Lubricación

El sistema tribológico, como se describe en la figura 9, consiste en una 1) superficie de contacto, 2) una superficie de oposición, 3) una interfase y 4) el ambiente.

FIGURA 9 Sistema tribológico con sus partes [37].



La lubricación consiste en imponer una sustancia con menor resistencia al cizalle que ambas superficies en la interfase, reduciendo las asperezas en contacto y la resistencia al cizalle de aquellas uniones que aún quedan. Estas sustancias presentan baja resistencia al cizalle según su estado. Para lubricantes líquidos, su viscosidad determina la resistencia que opondrán las láminas infinitesimales que les caracterizan como fluido, mientras que, para sólidos, es la plasticidad que experimenten en alguna dirección planar preferencial [36].

3.2.3 - Grafito como lubricante sólido

Los lubricantes sólidos son usados cuando los lubricantes líquidos no consiguen cumplir con los requisitos tecnológicos impuestos por las condiciones de operación. Los aceites o grasas no pueden ser usados cuando la aplicación es dificultosa, presentan problemas de sellado, peso elevado, u otros motivos como las condiciones ambientales o requerimientos de esterilización o limpieza. Para estos casos la lubricación sólida es preferida, tanto por reducir el peso como por simplificar la lubricación, implicando que para numerosas operaciones la lubricación sólida termine siendo más económica [16].

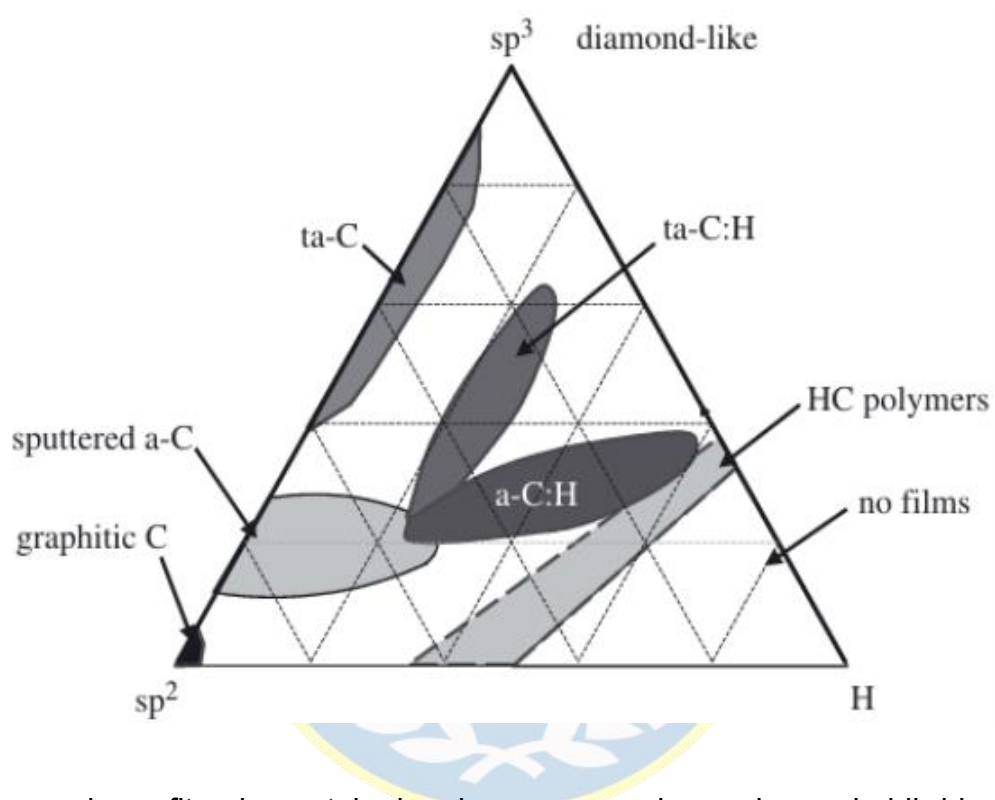
Los lubricantes sólidos pueden ser sólidos de ordenamiento atómico laminar, metales dúctiles, metales de transición con no metales, etc. [38] Para este trabajo se seleccionó grafito como lubricante sólido por su conveniencia tecnológica (reacción metalúrgica con el hierro, no toxicidad) y amplia literatura.

El carbono al enlazarse puede adoptar diversas formas alotrópicas según su tipo de hibridación, pudiendo tomar la estructura sp^1 para polímeros e hidrocarburos de enlace simple, sp^2 para moléculas de enlace doble y triple, y sp^3 para estructuras tridimensionales como el diamante. Cada hibridación despliega distintos tipos de

enlace, donde los enlaces σ confieren las propiedades mecánicas y los enlaces π las propiedades eléctricas y ópticas [39].

En la figura 10 se muestra el diagrama ternario del carbono en función de su hibridación, donde se puede ver el rango de cada alótropo.

FIGURA 10 Diagrama ternario del carbono según hibridación [40].



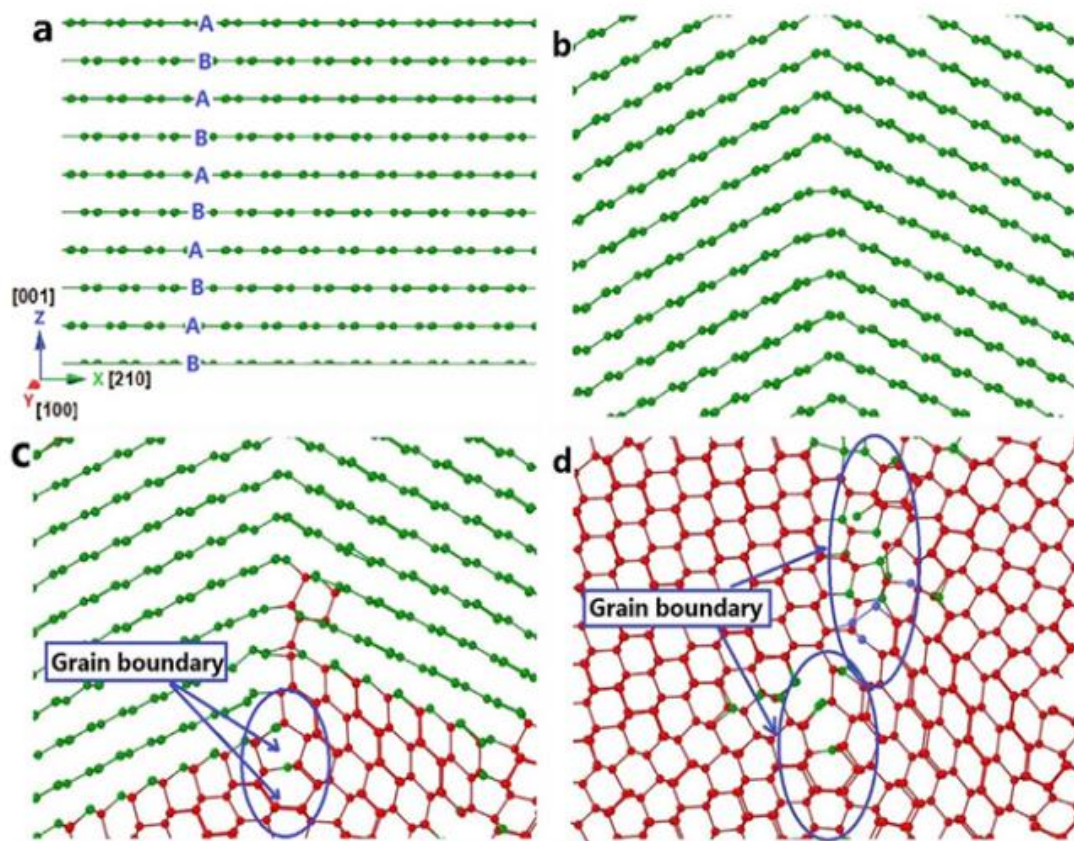
En la forma de grafito elemental, el carbono se arregla en planos de hibridación sp^2 con estructura cristalina hexagonal y orden A-A, A-B o A-B-C, intercalando entre enlace simple y doble en el plano, y, por tanto, formando enlaces π próximos entre sí que levantan una zona de deslocalización de electrones por ambos lados del plano. Esto interactúa con los enlaces π de los planos colindantes por fuerzas débiles de Van der Waals facilitando el cizalle interplanar [40].

El grafito sirve como lubricante sólido mientras en el sistema tribológico haya un mínimo, más no nulo, grado de humedad, la temperatura del sistema no supere los

450°C, ya que comienza a oxidarse y por tanto se volatiliza, y mientras el nivel de amortización no supere cierto umbral [41].

El deslizamiento induce cizalle en la estructura del grafito. Conforme avanza la exposición, el esfuerzo mecánico distorsiona la red cristalina produciendo una transformación martensítica en el grafito con ordenamiento A-B a grafito A-A o A-B-C como se ve en la figura 11 [42].

FIGURA 11 Esquema de transformación martensítica de (a) grafito A-B a (b) grafito A-A, seguida de una (c) nucleación de grafito amorfo y (d) tetragonalización generalizada [42].



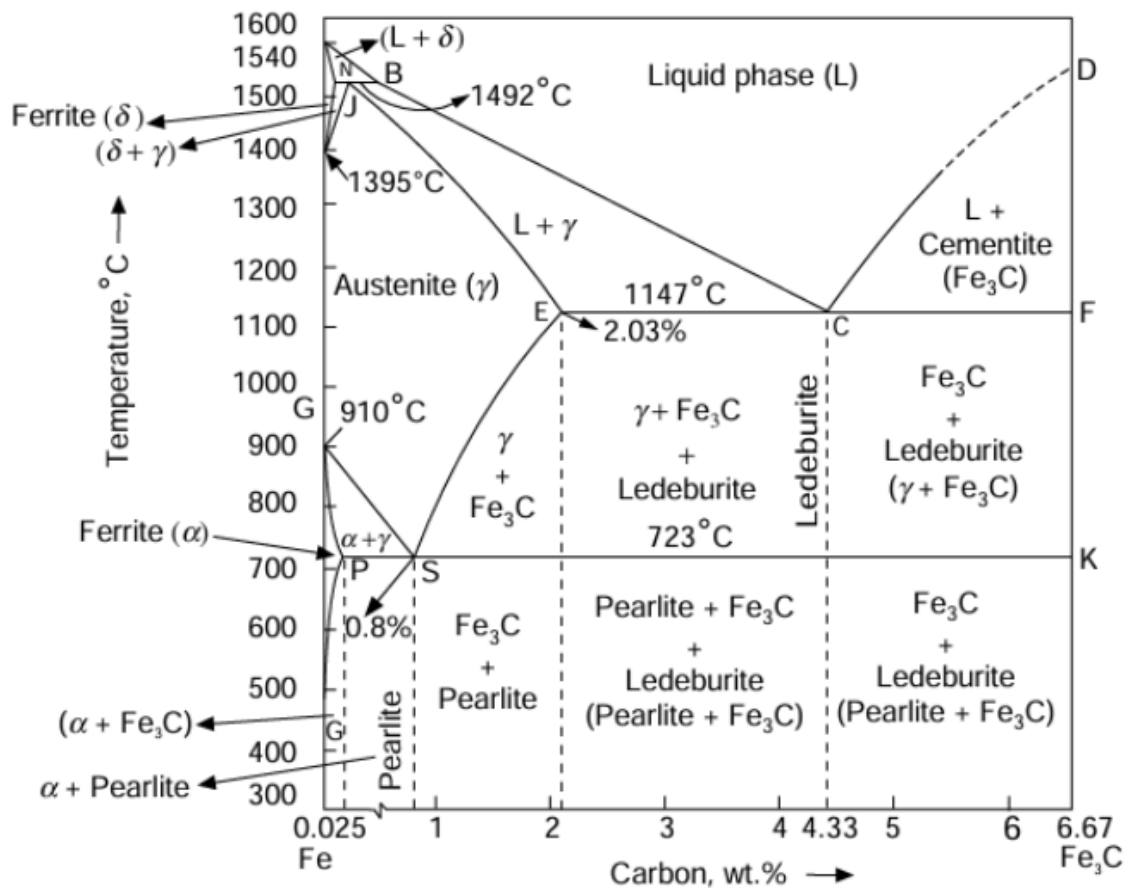
A causa de la transformación martensítica, el grafito pierde simetría y se crean nano cristales de grafito disperso, los cuales con la inducción de defectos en la red propician la nucleación de grafito amorfo, el cual aún es en parte sp^2 . Posteriormente, nuclea y crece la fase amorfa, y eventualmente nuclea la fase tetragonal, conservando

clústeres de grafito sp^2 [43]. La capacidad del grafito de lubricar es directamente proporcional a la cantidad de grafito sp^2 disponible.

3.3 - Cementación

En el presente trabajo se emplean polvos de hierro puro para la matriz de todas las muestras y para la ruta 1 se someterán a temperatura teniendo carbono en los poros. La relación entre la composición, temperatura y microestructura se plasma en el diagrama de fases hierro-carbono, ver figura 12.

FIGURA 12 Diagrama de fases metaestable del Hierro - Carbono [44].



Las muestras serán llevadas a 1100°C a una tasa de 10°C/minuto y se mantendrán a esa temperatura durante 1 hora. Para este ciclo de sinterización los efectos difusivos entre el hierro y el carbono se hacen relevantes por sobre los 900°C al ser donde

empieza a formarse la austenita para un hierro puro. Esto se debe a que los efectos difusivos empiezan a manifestarse a $0.5 T_f$ y son especialmente fuertes desde los $0.7 T_f$. Para el hierro puro $0.5 T_f$ es 750°C , sin embargo, a esa temperatura el hierro aún se encuentra en su fase cúbica centrada en el cuerpo (ferrita α) en la cual el carbono tiene una solubilidad máxima del 0.025% en peso. La austenita (ferrita γ) por otra parte, siendo cúbica centrada en las caras tiene más espacios intersticiales en los que se puede acomodar el carbono, y en ella el carbono alcanza una solubilidad máxima del 2% en peso a los 1100°C [45].

Para conocer la profundidad teórica que debiese alcanzar el carbono en el hierro, y por tanto la microestructura esperada, se deben utilizar la segunda ley de difusión de Fick que describe la variación de concentración de una especie con respecto a la variación del tiempo [46], como se ve en la ecuación 8, donde C es la concentración, t el tiempo y x la distancia.

$$\frac{dC}{dt} = D \frac{d^2C}{dx^2}$$

Ecuación 8

Al resolver la ecuación diferencial, se obtiene una expresión dependiente de la función error, profundidad en mm (x), tiempo en segundos (t), concentración a distancia de interés (C_x), Concentración de la matriz (C_0), concentración superficial (C_s) y coeficiente de difusión (D), ver ecuación 9.

$$\frac{C_x - C_0}{C_s - C_0} = \text{erf}\left(\frac{x}{2\sqrt{Dt}}\right)$$

Ecuación 9

De esas variables, la única restante por definir es D, la cual tiene la siguiente forma descrita en la ecuación 10 [47].

$$D = D_0 e^{\left(\frac{-Q}{RT}\right)}$$

Ecuación 10

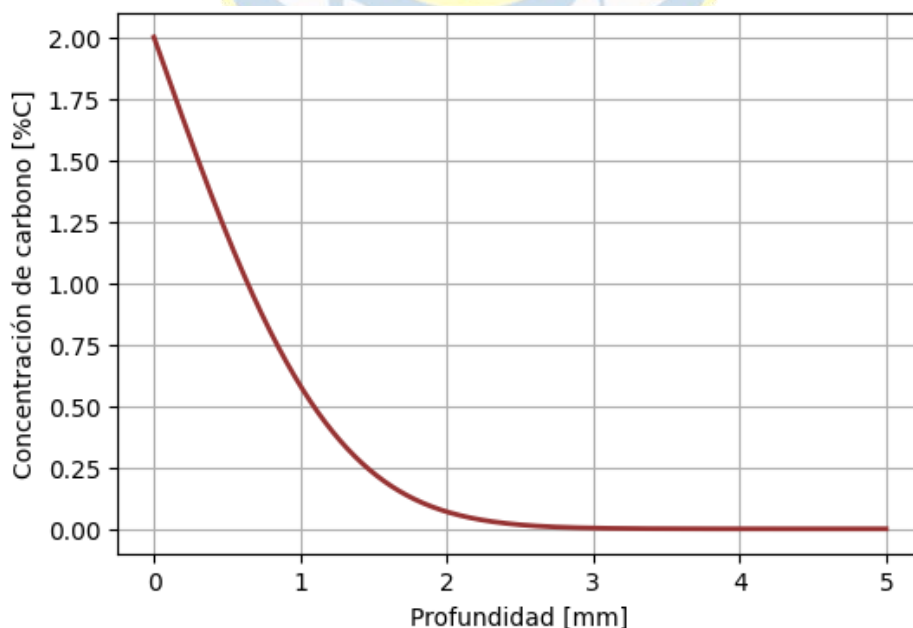
El coeficiente de difusión (D) depende del coeficiente de difusión a temperatura infinita (D_0) en m^2/s , energía de activación para la difusión (Q) en J/mol , la constante de los gases (R) en J/molK y la temperatura absoluta (T) en K .

Al tratarse de un tratamiento corto y con elevada concentración de carbono se consideran los efectos difusivos desde que la rampa ingresa a los 900°C , por lo que el coeficiente de difusión pasa a su forma integral (τ) dependiente del tiempo (t) reflejada en la ecuación 11.

$$\tau(t) = \int_{t_0}^{t_1} D(t) dt = \int_{t_0}^{t_1} D_0 \exp\left(\frac{-Q}{RT(t)}\right) dt \quad \text{Ecuación 11}$$

Se determina el valor de τ de forma numérica con valores de $D_0 = 30.8 \text{ mm}^2/\text{s}$, $Q = 125000 \text{ J/mol}$ y $R = 8.314 \text{ J/molK}$. Valores obtenidos de la literatura [47]. Esto da un valor de $4.485 \times 10^{-7} \text{ m}^2$ que al ser reemplazado en la ecuación 9 da el siguiente perfil de concentración a visualizar en la figura 13.

FIGURA 13 Perfil calculado de concentración de carbono muestra R1 [autor].



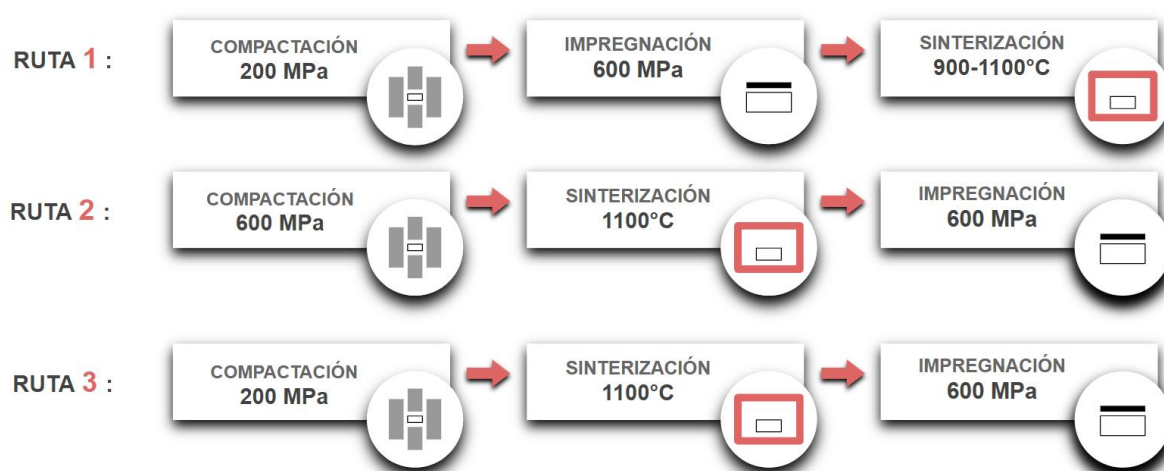
Según el perfil determinado sería esperable encontrar granos diferenciables de perlita a una distancia poco superior al milímetro, así como una completa saturación de carbono en forma de perlita y cementita por debajo de los 800 μm .



CAPÍTULO 4 – METODOLOGÍA

El desempeño tribológico depende del sistema completo que lo compone, incluyendo influencias externas a los parámetros de control como temperatura o humedad. Por lo tanto, con el fin de obtener datos de referencia representativos durante la caracterización tribológica de las probetas es que se plantean 3 rutas de producción detalladas en la figura 14.

FIGURA 14 Diagrama de flujo de producción de muestras por 3 rutas [autor].



La ruta 1 representa el experimento principal de este trabajo, mientras que la ruta 2 actúa como referente del modelo estándar en la industria actualmente, y la ruta 3 como una alternativa la cual busca comparar la técnica de *sizing* respecto a la propuesta de este trabajo.

4.1 - Producción de Muestras

4.1.1 - Materiales

Como material para la matriz de las probetas se seleccionó polvo de hierro elemental de $d_{50}=100.29\ \mu\text{m}$ proveído por HOGANAS. Este contiene una pureza del 99.87 % con las principales impurezas siendo carbono ($<0.01\%$) y oxígeno (0.12%).

Adicionalmente, el polvo fue tamizado bajo una malla de 75 μm con el fin de asegurar un fácil acceso para el lubricante durante la impregnación, ya que posee una amplia distribución de tamaño de partícula, lo que produce poros más pequeños al haber polvo más fino en la superficie. Para el lubricante se seleccionó polvo de grafito de $d_{50}=1\ \mu\text{m}$ proveído por Nanografi, buscando facilitar una expedita deposición de lubricante en la superficie de los poros. La ventaja de esta selección radica en su simpleza, evitando el ruido de las interacciones entre otros elementos aleantes y facilitando la difusión del carbono en la red cristalina del hierro.

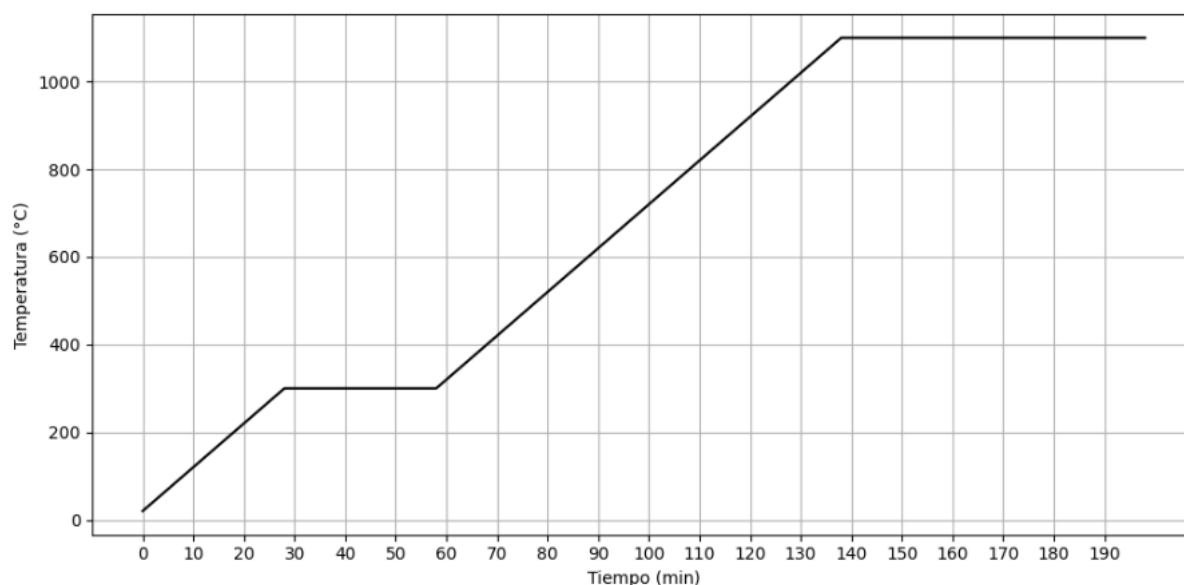
4.1.2 - Compactación

Se produjeron 6 probetas cilíndricas con diámetro de 25.4 mm y altura de 6 mm para caracterización tribológica, y de 10 mm de diámetro con 4 mm de altura para el resto de los ensayos. La compactación a 200 MPa fue realizada en una prensa manual uniaxial, mientras que la compactación y re-compactación a 600 MPa se realizó en una prensa hidráulica con una matriz flotante. Ambas instancias con lubricación por estearato de zinc.

4.1.3 - Sinterización

La sinterización de las muestras fue llevada a cabo en un horno de *Hot-Pressing* de marca Advanced Technologies, modelo HP20-4560-20 en modo horno, usando un flujo continuo de argón con 5% de hidrógeno en mezcla. Se realizó una parada de homogeneización a 300°C durante 30 minutos. Posteriormente, se llega a una isoterma de 1100°C la cual se mantiene por 1 hora. Todo el proceso se realizó con una velocidad de calentamiento de 10°C por minuto. El proceso completo se muestra en la figura 15.

FIGURA 15 Curva de ciclo de sinterización [autor].



4.1.4 Impregnación

4.1.4.1 Preparación del slurry

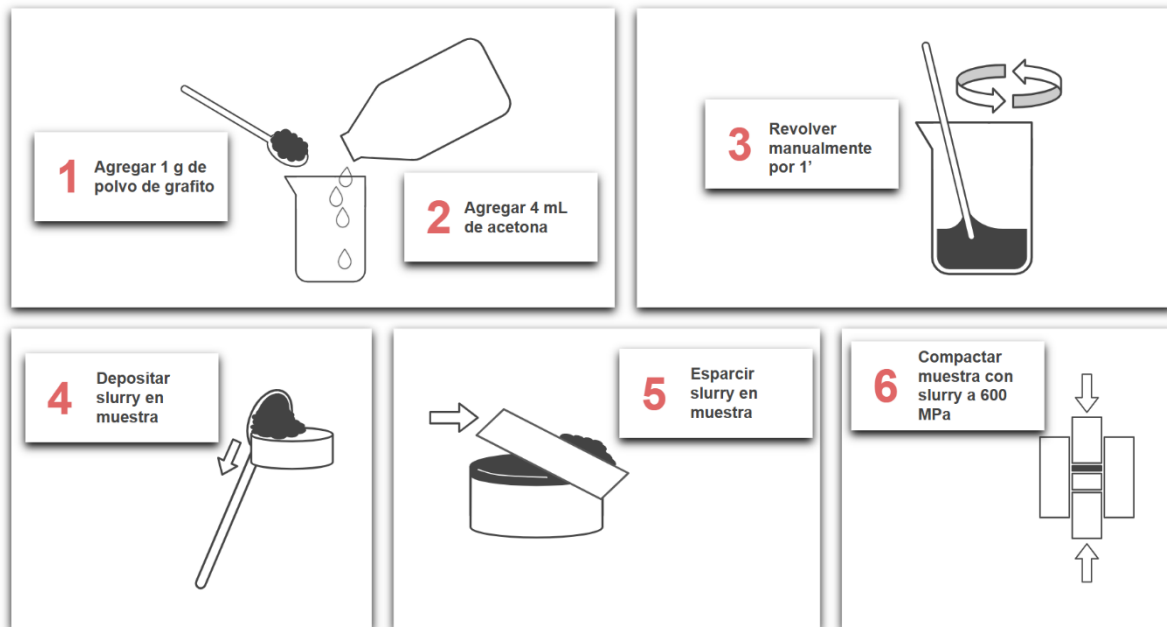
Se produjeron 5 pastas, desde ahora llamadas *slurry*, en mezclas de 2, 2.5, 3, 3.5 y 4 mL de acetona por cada 1 g de grafito en polvo, esto dentro de un vaso de precipitados de 50 mL. Todas fueron mezcladas mecánicamente con cuchara metálica por 1 minuto. El criterio para seleccionar una mezcla fue que retuviera la facilidad para ser depositada en las muestras en el tiempo que toma impregnar al menos 3 muestras. Esto quiere decir, que aún se adhiera a la muestra y que no se seque ni quiebre en el proceso de esparcir (figura 16, paso 5).

4.1.4.2 Impregnación del slurry

A cada muestra, cuerpos verdes y sinterizados, se les esparció suficiente *slurry* para cubrir toda su superficie con al menos 2 mm de espesor. Fueron puestas en la misma matriz de acero de diámetro de 25.4 mm, lubricado nuevamente, y se aplicó una

presión de 600 MPa. En la figura 16 se presenta un esquema visual del proceso de impregnación.

FIGURA 16 Esquema del proceso de impregnación por *slurry* [autor]



Finalizado el proceso de impregnación, las muestras son llevadas a un desecador y se aplica vacío hasta alcanzar vacío máximo, y posteriormente se restaura la presión atmosférica finalizando el proceso. Esto se hace para extraer la acetona remanente.

4.2 - Técnicas de Caracterización

4.2.1 - Microscopía óptica

Con el fin de estudiar la microestructura, las muestras fueron preparadas metalográficamente bajo la norma ASTM E3-11, y posteriormente atacadas químicamente con nital 3% para ser analizadas con aumento de 100x y 500x en un microscopio óptico Leica DMi8.

4.2.2 - Microscopía electrónica de barrido

Se empleó un microscopio electrónico de barrido (SEM) Jeol JSM-6010 plus con el fin de identificar la porosidad disponible para la impregnación, la distribución de lubricante post impregnación y microestructura resultante. La información de los electrones secundarios es usada para estudiar la topografía de superficie, y se utilizó el detector de electrones retrodispersados para estudiar la distribución de lubricante sobre las superficies.

4.2.3 Análisis de imagen

Para analizar la distribución de poros y lubricante disponible, se utiliza la herramienta de control de umbral (*thresholding*) en el software Image J®, con el fin de contrastar las fases presentes. En la figura 17 (b) se indica como acceder al *threshold* una vez abierta la imagen a analizar. Se seleccionó un valor para el límite inferior de brillo (*brightness*) en la vecindad de la pronunciación de la curva en el histograma (figura 17 (c)) por reflejar, a criterio, la porosidad para cada imagen SEM tratada.

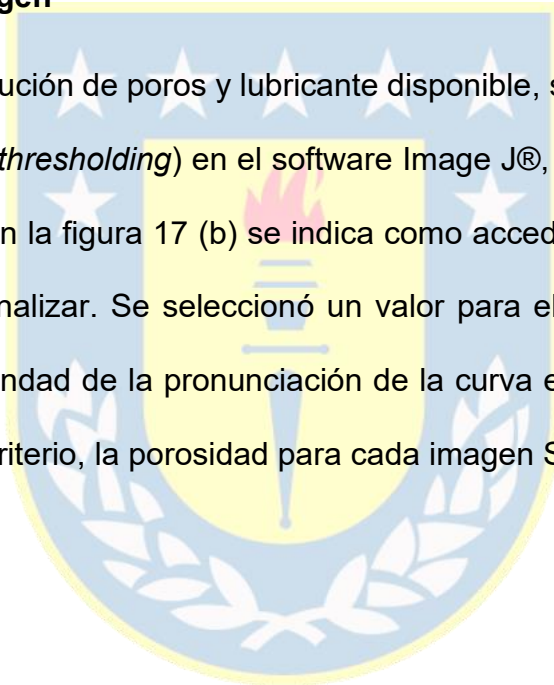
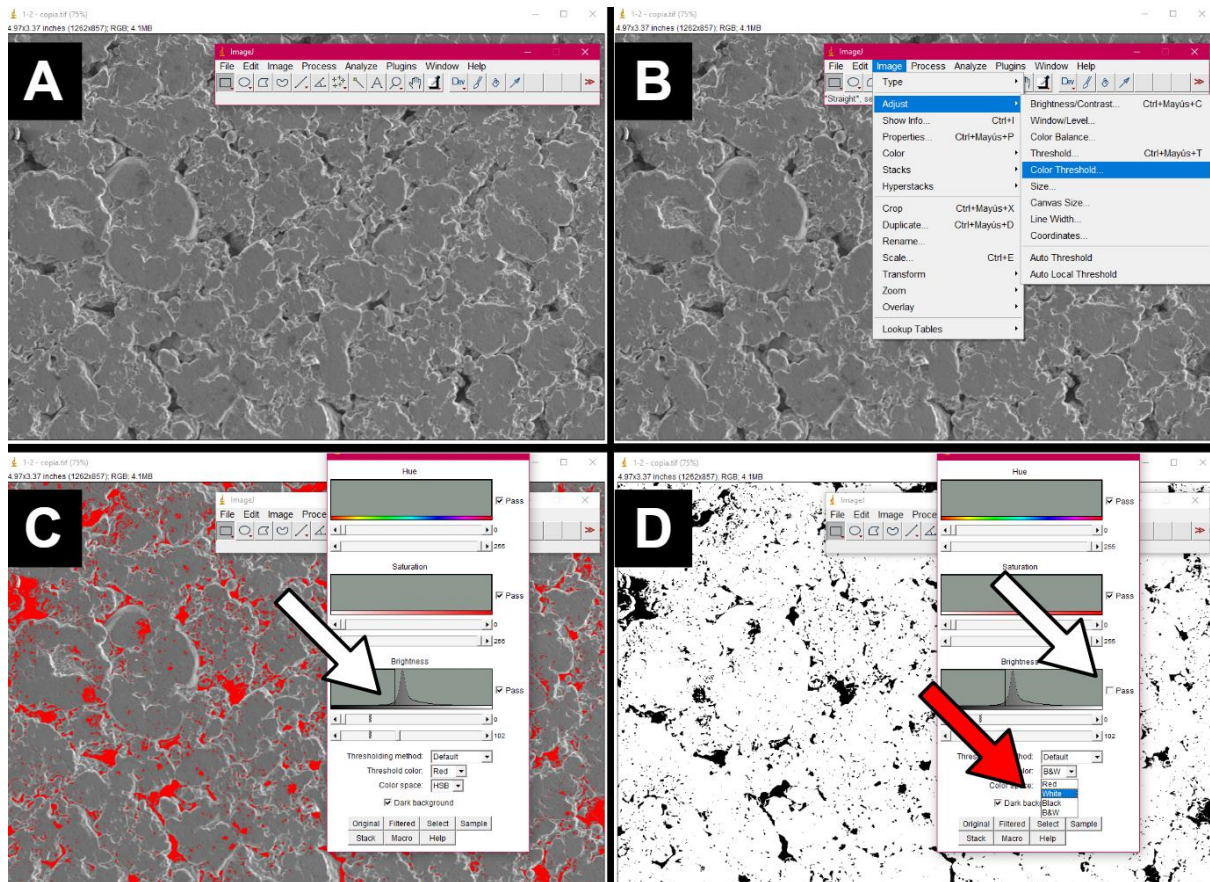


FIGURA 17 Indicaciones para ajustar *threshold* para determinación de porosidad en programa Image J [autor]

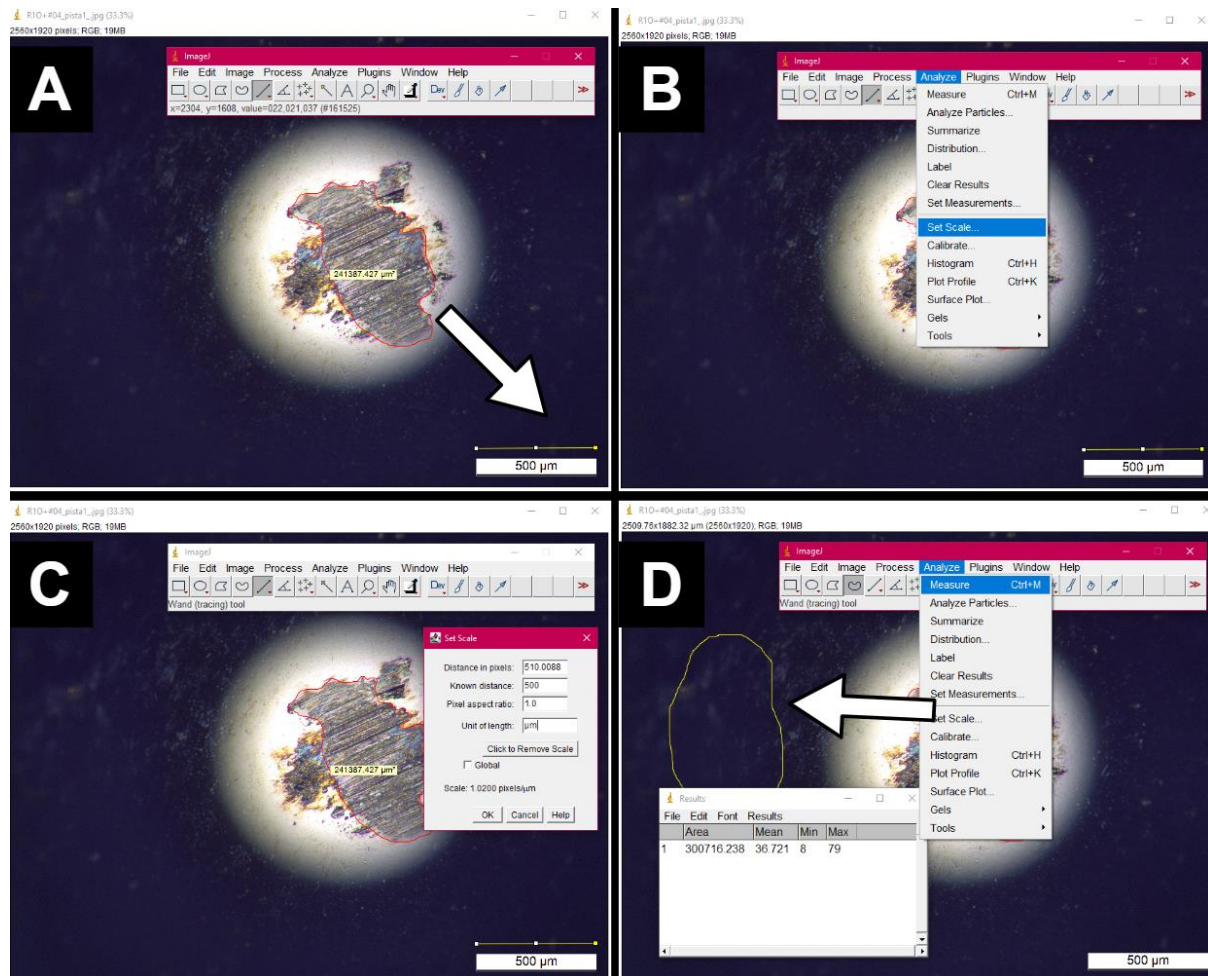


Finalmente, se invirtió el campo de trabajo seleccionando en la casilla *Pass* (figura 17 (d) flecha blanca) y adicionalmente se seleccionó como color de umbral (*threshold color*) la opción B&W (figura 17 (d) flecha roja). Con esto la imagen se da por binarizada (*Bin*).

Posteriormente se determina el porcentaje de cada una utilizando un script en Python. Para abrir las imágenes se usó el módulo *IMAGE* de la librería *PIL*, y para discriminar pixeles blancos de los negros las imágenes fueron transformadas a matrices usando la librería *numpy*. A contar de ahí, se contaron pixeles blancos (matriz) y negros (poro/lubricante).

Para determinar la tasa de desgaste se emplea el mismo software, Image J®, con la función de medición de área (*measure*). En la figura 18 se indican los pasos a seguir para realizar la medición de un área arbitraria.

FIGURA 18 Indicaciones para calibrar herramienta de medición de área y toma de medición en programa Image J [autor].



Primero se calibró la equivalencia píxel/µm, esto, seleccionando la función de línea recta de la barra superior e insertando una línea sobre la guía de escala en la parte inferior derecha como indica la flecha en la figura 18 (a). En la figura 18 (b) se muestra como acceder al menú de calibración, una vez insertada la línea. Se ingresó 500 µm como distancia de referencia y posterior a eso se seleccionó el área a medir con la

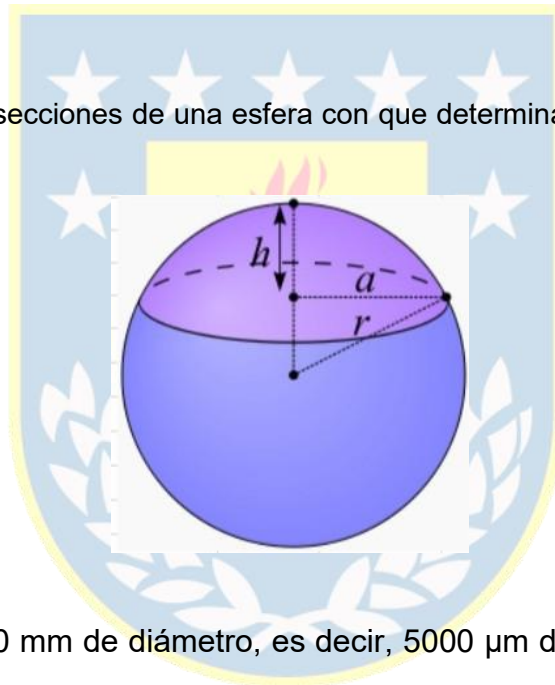
función trazo libre, también en la barra superior. La figura 18 (d) indica como extraer la medición de área en μm^2 , así como donde visualizarlo.

Tras dar con un área, se calculó un radio equivalente (a) para determinar el volumen perdido del contracuerpo mediante la siguiente ecuación:

$$V_w = \frac{1}{6}\pi h(3a^2 + h^2) \quad \text{Ecuación 12}$$

En la ecuación, h representa la altura de la sección de volumen perdido (V_w), como se ve en la figura 19.

FIGURA 19 Rótulo de secciones de una esfera con que determinar el volumen desgastado [48].



Como la bola es de 10 mm de diámetro, es decir, 5000 μm de radio, h se determinó con la ecuación 13:

$$h = r - \sqrt{r^2 - a^2} \quad \text{Ecuación 13}$$

4.2.4 - Dureza

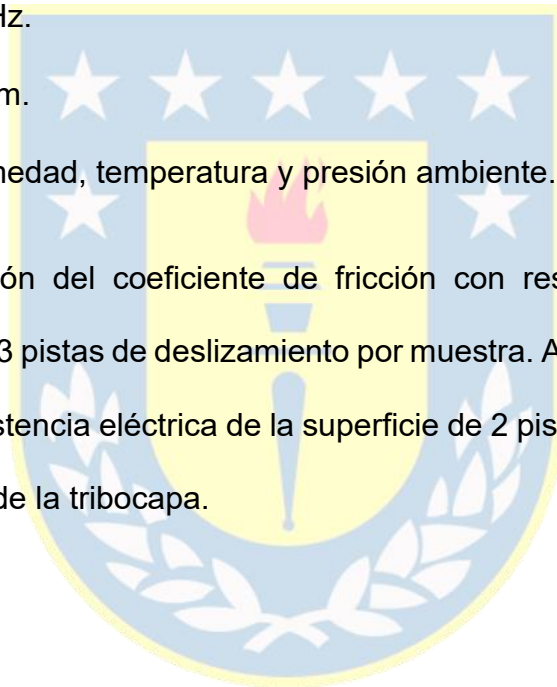
La macro y micro dureza fueron medidas bajo la norma ASTM B933-16. Se realizaron 6 lecturas por condición, 3 a 1000 gf y 3 a 10 gf en un total de 5 instancias; ruta 1, ruta 2 pre impregnación, ruta 2 post impregnación, ruta 3 pre impregnación y ruta 3 post impregnación. El equipo usado fue un durómetro LECO modelo LM 300AT.

4.2.5 – Caracterización tribológica

Se empleó un tribómetro UMT modelo CERT en configuración *ball on flat* recíproco en un régimen de deslizamiento en seco. Los parámetros de caracterización son basados en el trabajo de Mello y Binder de 2006 [45] y son los siguientes:

- Contra Cuerpo: bola de acero AISI 52100 de 10 mm de diámetro.
- Carga: 7 N.
- Tiempo: 1 h.
- Frecuencia: 2 Hz.
- Amplitud: 10 mm.
- Atmósfera: humedad, temperatura y presión ambiente.

Se registró la variación del coeficiente de fricción con respecto al tiempo de 6 muestras, 2 por ruta y 3 pistas de deslizamiento por muestra. Adicional a eso, se midió la evolución de la resistencia eléctrica de la superficie de 2 pista por ruta, con el fin de estimar la naturaleza de la tribocapa.

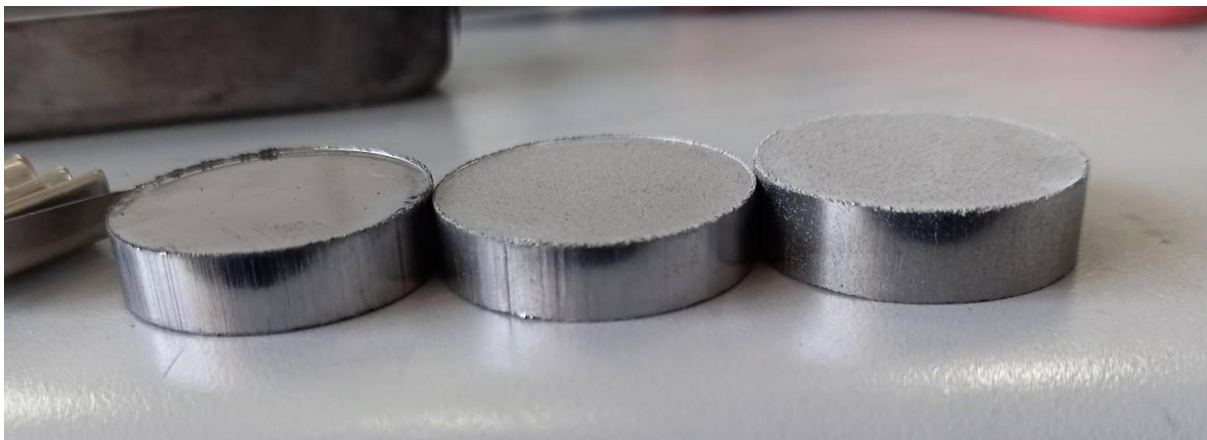


CAPÍTULO 5 – RESULTADOS Y DISCUSIONES

5.1 - Producción de Muestras Impregnadas

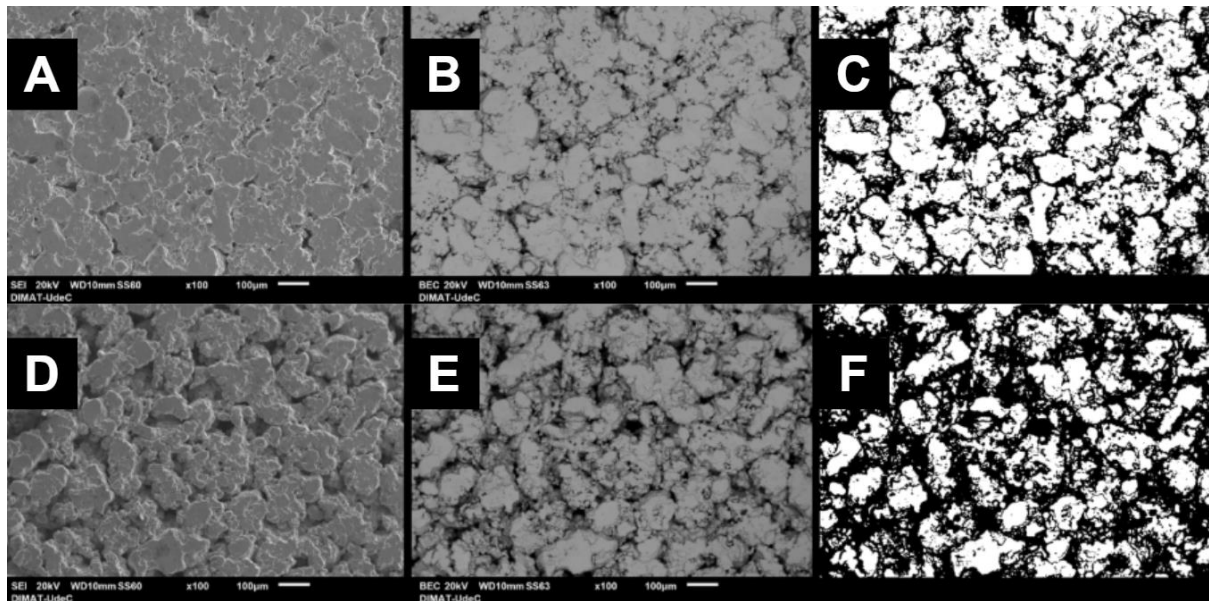
Tras la compactación, y de forma consecuente a lo discutido en la revisión de literatura, las muestras tienen una evidente diferencia en su porosidad. En primera instancia queda expuesto al comparar sus dimensiones (figura 20).

FIGURA 20 muestras impregnadas a 600 MPa, compactada a 600 MPa y a 200 MPa respectivamente [autor].



Las muestras fueron sometidas a SEM con electrones retrodispersados (BS) para obtener una imagen con menos ruido derivado de la topografía de la superficie. Tras binarizar las imágenes (figura 21) se determinó el porcentaje de área disponible para el ingreso del *slurry* a 200 MPa (ruta 1 y 3) y a 600 MPa (ruta 2). Para las rutas 1 y 3 hay un 57.26% de la superficie disponible para disponer lubricante, mientras que para la ruta 2 un 35.03%.

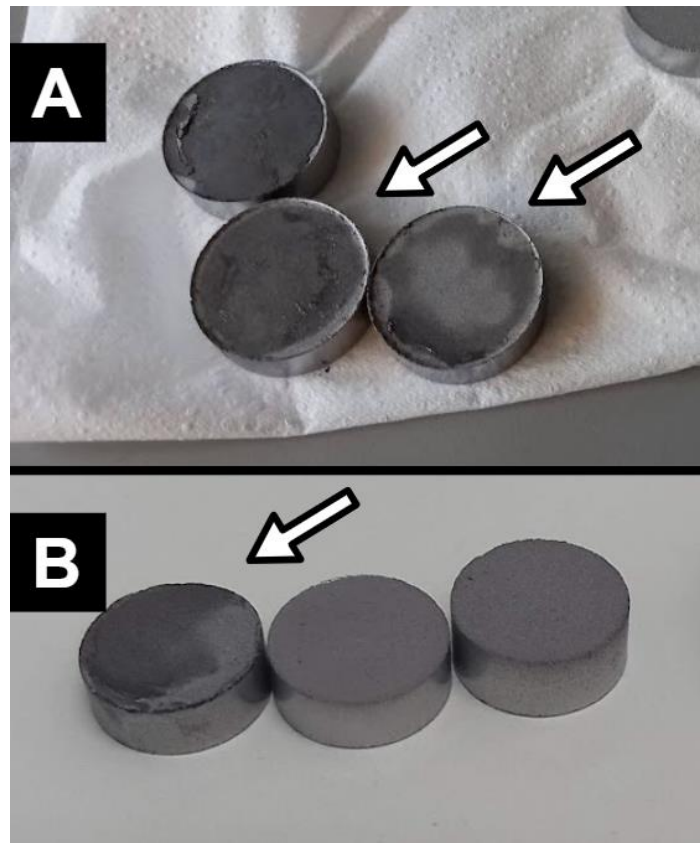
FIGURA 21 imágenes SEM de muestras a (a) 600 MPa (SE), (b) 600 MPa (BS), (c) 600 MPa (Bin), (d) 200 MPa (SE), (e) 200 MPa (BS) y (f) 200 MPa (Bin) [autor].



Las muestras al ser impregnadas adquieren una película de grafito en su superficie (figura 20, muestra de la izquierda), fácilmente removible independiente de si es pre sinterizado (R1) o post sinterizado (R2 y R3).

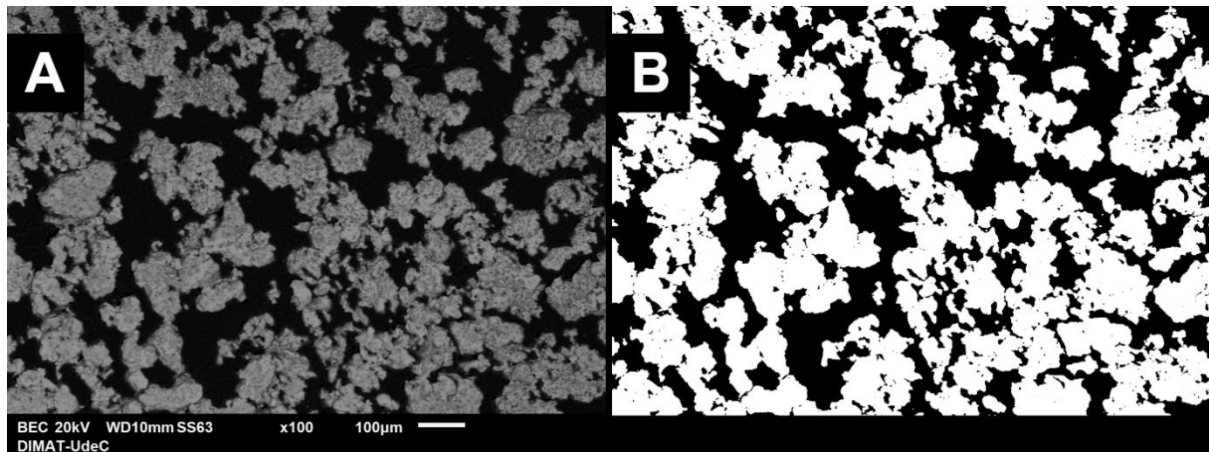
Las muestras de R1, tras ser sinterizadas presentan una coloración en su superficie remanente tanto de la impregnación como la cementación (figura 22). Su irregularidad se puede atribuir a la dificultad técnica de conseguir una transmisión de esfuerzo uniforme tanto por la posible inconsistencia en la distribución de *slurry* durante la impregnación, matriz de compactación insuficientemente centrada o una combinación de estos factores. Este efecto se ve en las muestras de 25.4 mm de diámetro y en las de 10 mm de diámetro.

FIGURA 22 muestras R1 con marca por impregnación con (a) 25.4 mm y (b) 10 mm de diámetro [autor].



Tras la sinterización de las muestras R1, fueron inspeccionadas en SEM nuevamente para analizar la distribución del lubricante en los poros. La figura 23 (a) muestra que los poros están saturados de *slurry*, y realizando el mismo análisis descrito previamente, se determinó que ocupa un 43.54 % de la superficie. Esta ubicación entre los valores descritos ($35.03 < 43.54 < 57.26$) para R1 pre impregnación y R2 se atribuye a que, al retirar la película de grafito sobrante de la superficie de la muestra, esta retiene una pequeña parte del grafito depositado dentro de los poros, posiblemente, de los bordes. Además, durante la impregnación, parte del lubricante pudo ser extruido de los poros durante el acomodo de las partículas superficiales.

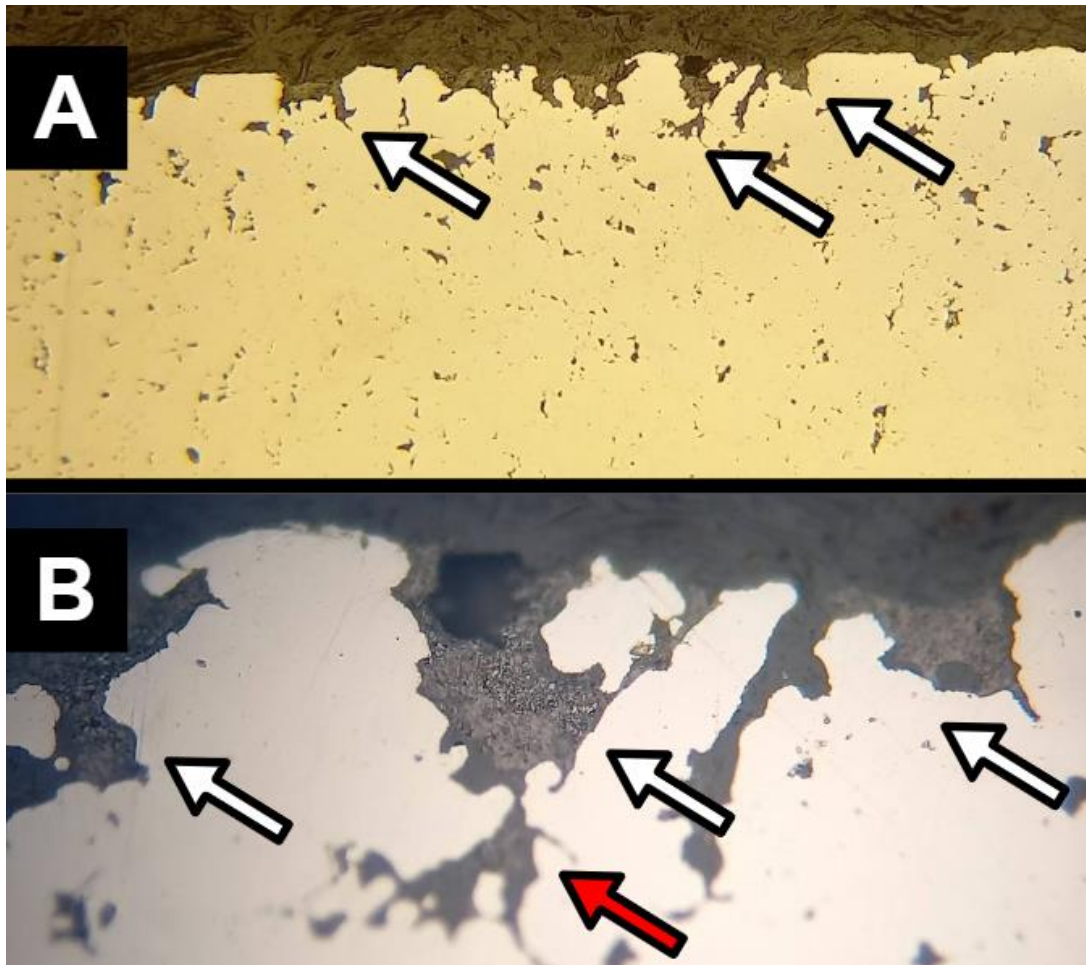
FIGURA 23 (a) imagen SEM (BS) de muestra R1 impregnada y (b) mapa (Bin) describiendo distribución de grafito [autor].



Se hizo un corte transversal en una muestra R1 buscando visualizar la distribución en profundidad del lubricante y posteriormente la microestructura resultante del cementado.

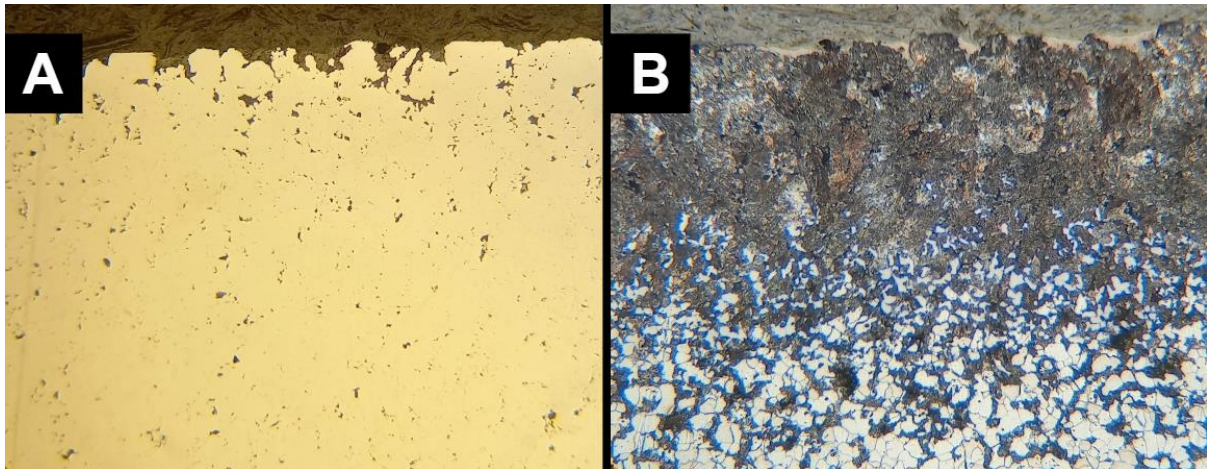
En la figura 24 se puede reconocer la fase lubricante en los poros de la frontera del material. Es fácilmente identificable con aumento de x100 (figura 24(a)) e incluso se puede identificar poros encapsulando lubricante (figura 24(b) flecha roja). Se recalca cómo la superficie retiene una topografía accidentada y mucha porosidad abierta, mientras que a mayor profundidad esta decrece y se homogeniza la matriz. Los poros superficiales se ven menos llenos que en la vista frontal (figura 23), esto se puede atribuir al proceso de preparación metalográfica en su generalidad, pudiendo haber removido una parte sustancial del lubricante.

FIGURA 24 Imagen de corte transversal de muestra R1 sinterizada con aumentos de (a) x100 y (b) x 500. Flechas indican lubricante y **flecha roja indica lubricante encapsulado más profundo** [autor].



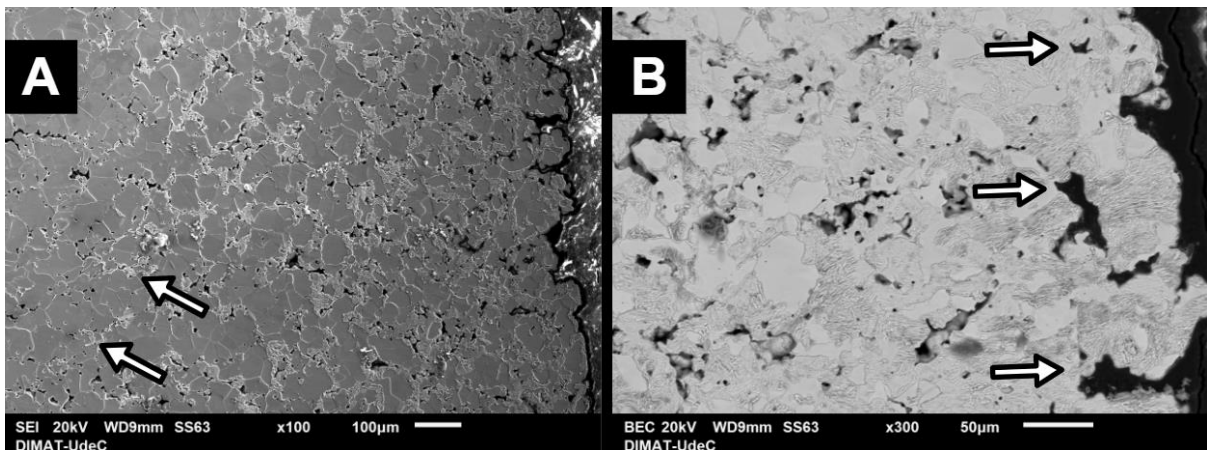
Tras el pulido la muestra fue atacada con nital 3% revelando una amplia penetración del carbono en la matriz ferrítica. La microestructura observada (figura 25) es perlita (parte oscura) con ferrita (parte clara). Adicionalmente se ve un claro sobre ataque en la zona más superficial, con algunas zonas más oxidadas que dificultan identificar la cementita presente.

FIGURA 25 Imagen de corte transversal de muestra R1 sinterizada tomada a x100 (a) sin ataque y (b) con ataque [autor].



La muestra fue sometida a SEM nuevamente para determinar el alcance de la cementación y del *slurry*. En la figura 26 (a) se ve una imagen SEM (SE) con magnificación x100 que revela granos perlíticos a una profundidad de hasta 1030 μm , 200-300 μm por debajo de lo esperado según lo discutido en la revisión de literatura. Por otro lado, en la figura 26 (b) se ve una imagen SEM (BS) con magnificación x300 y se distingue *slurry* hasta una profundidad de 90 μm . Se utilizó electrones retrodispersados para no confundir la oscuridad de los poros con lubricante a la de aquellos sin.

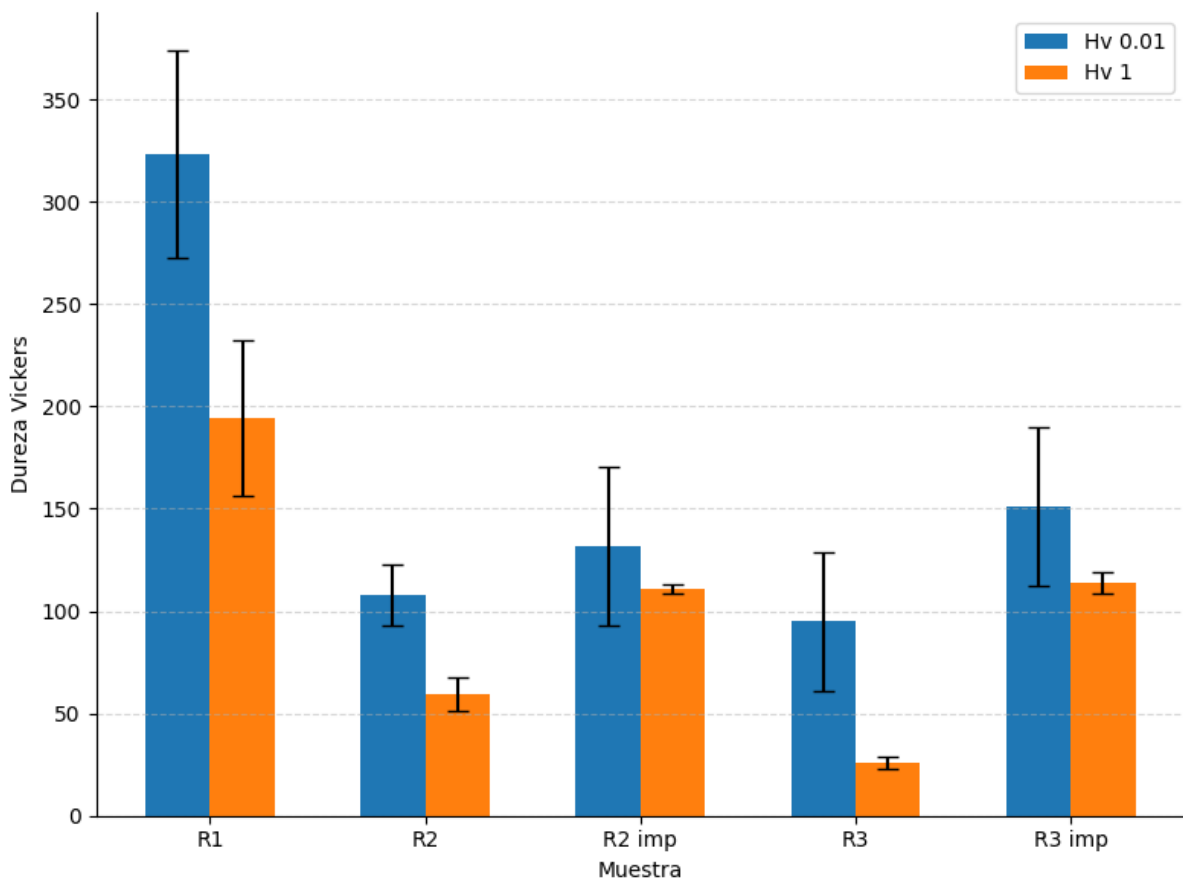
FIGURA 26 Imágenes SEM de corte transversal de muestra R1 atacada tomadas a (a) x100 con SE y a (b) x300 con BS [autor].



5.2 - Medición de Dureza

Para las muestras de R1 se midió dureza únicamente finalizada la sinterización, sin embargo, a las muestras R2 y R3 se les midió previo a la impregnación y posterior a esta, ya que al ya estar sinterizadas podrían variar de forma no intuitiva sus propiedades mecánicas o desempeño tribológico. En la figura 27 se presentan las mediciones de dureza de las 5 condiciones.

FIGURA 27 Mediciones de macro y microdureza [autor].



Se utilizaron cargas de 1000 y 10 gf para discriminar entre propiedades intrínsecas de la matriz y distorsiones superficiales producidas por la impregnación. Es evidente señalar la dureza adquirida por R1 como la más elevada, resultado consistente con la microestructura observada. También es la que presenta más diferencia entre las

mediciones a distinta carga, ambos resultados esperados, dado el gradiente microestructural.

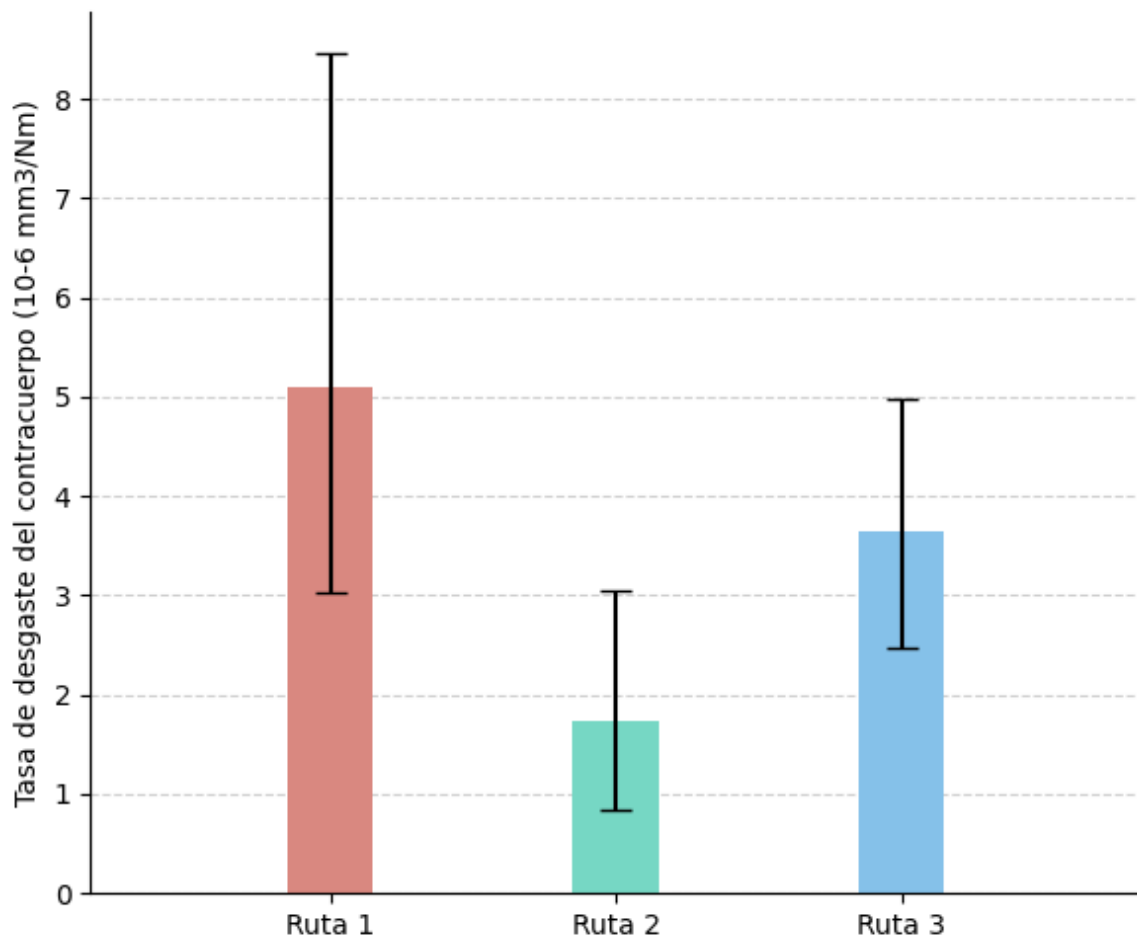
Se puede observar cómo el proceso de impregnación incrementó significativamente la dureza de R2 y R3, llegando a la misma dureza a 1000 gf de carga, pero con mayor dureza para R3 con 10 gf de carga. Esto podría deberse a la resistencia que ofrece el *slurry* a la compresión en los poros más grandes, y, por tanto, más ricos en lubricante, lo que también podría ser factor con lo ocurrido con la porosidad superficial y la distribución de lubricante para R1.

5.3 - Desempeño Tribológico

Se caracterizaron 2 muestras por ruta y se registró el coeficiente de fricción (COF) y el tiempo. Para graficar los resultados, el tiempo se cambió por desplazamiento en función de la velocidad del contracuerpo. A cada par se le determinó una curva de valor medio. Las curvas COF vs distancia de todas las muestras se ven en la figura 33.

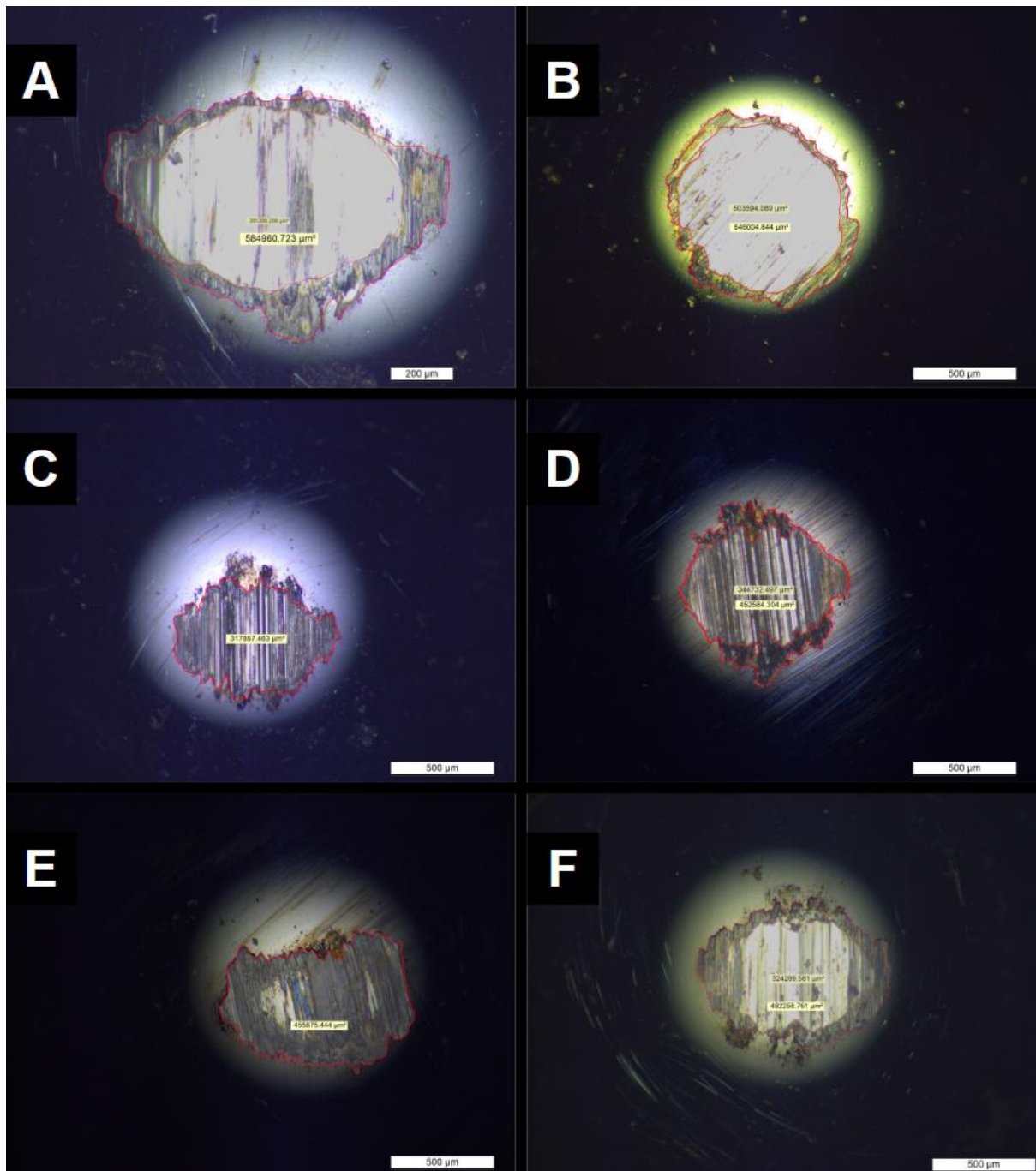
De estos ensayos, se registró el área desgastada de cada contracuerpo. Estos valores fueron transformados a volumen desplazado sobre carga por distancia para ser graficados. Se determinó valor medio a cada muestra. Los contracuerpos presentan una tasa de desgaste del mismo orden de magnitud, siendo superior tanto en promedio como valores extremos para R1, seguido de R3, sin embargo, R1 presenta la mayor variación. Los resultados se plasman en la figura 28.

FIGURA 28 Tasa de desgaste para las 3 rutas [autor].



En la figura 29 se ven ejemplos de las marcas de desgaste en los contracuerpos para las 3 rutas después del ensayo tribológico. Las áreas externas señaladas se utilizaron para determinar la tasa de desgaste (figura 28), mientras que el área interna, presente en las muestras de R1 y R3, corresponde a restos de lubricante, óxidos y *debris* en general, lo que se condice con la ausencia de surcos. Estas zonas sugieren una mayor superficie real de contacto, lo que aumentaría la adhesión hasta cierto punto. La incertidumbre radica en que no se puede distinguir el *debris* del lubricante ni hay registro de la evolución en el tiempo por sobre los gráficos COF vs distancia.

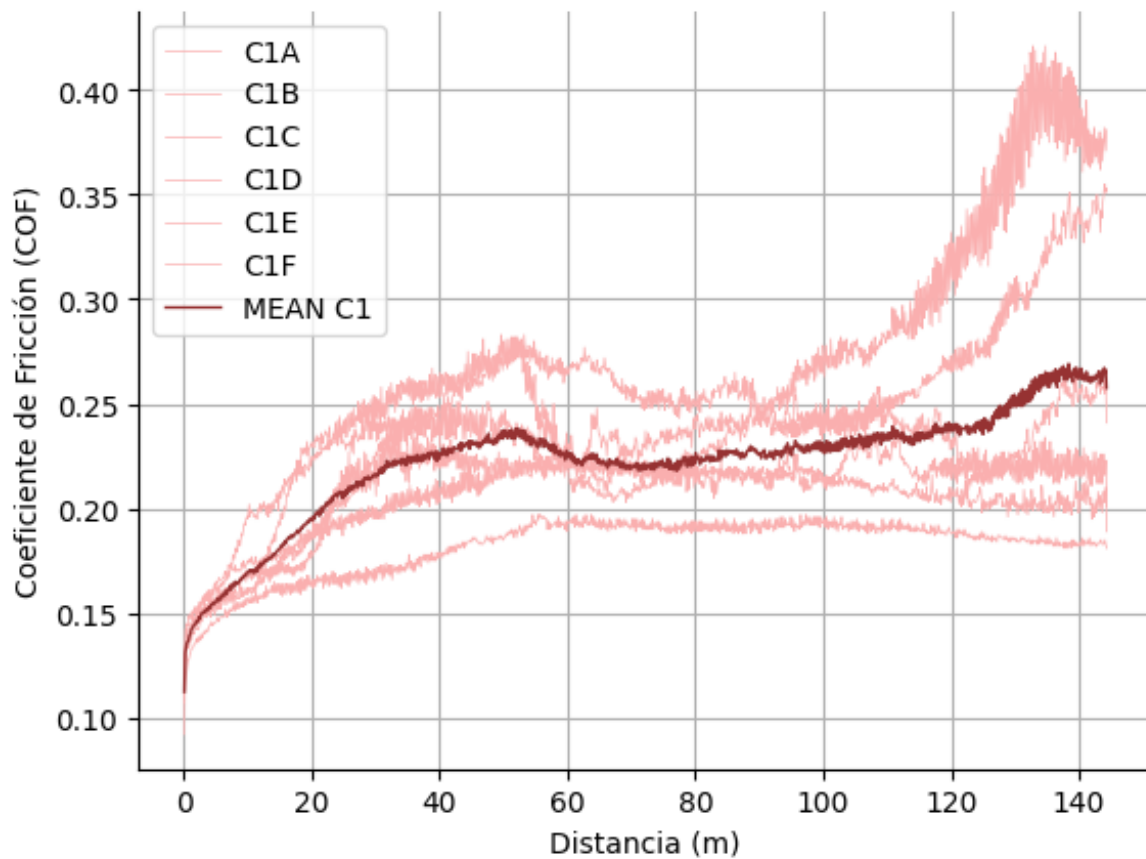
FIGURA 29 Micrografía de desgaste en contracuerpos de (a) R1.1, (b) R1.2, (c) R2.1, (d) R2.2, (e) R3.1 y (f) R3.2 [autor]



Las muestras R1 (figura 30), presentan un comportamiento poco disperso y convergente a un COF 0.217 tras 50 m de recorrido, levemente sobre el límite de lo que se considera un régimen lubricado (COF 0.2). En general, no tiende a superar el valor de 0.25, pero 2 pistas aumentan su COF drásticamente llegando a los 100 m de

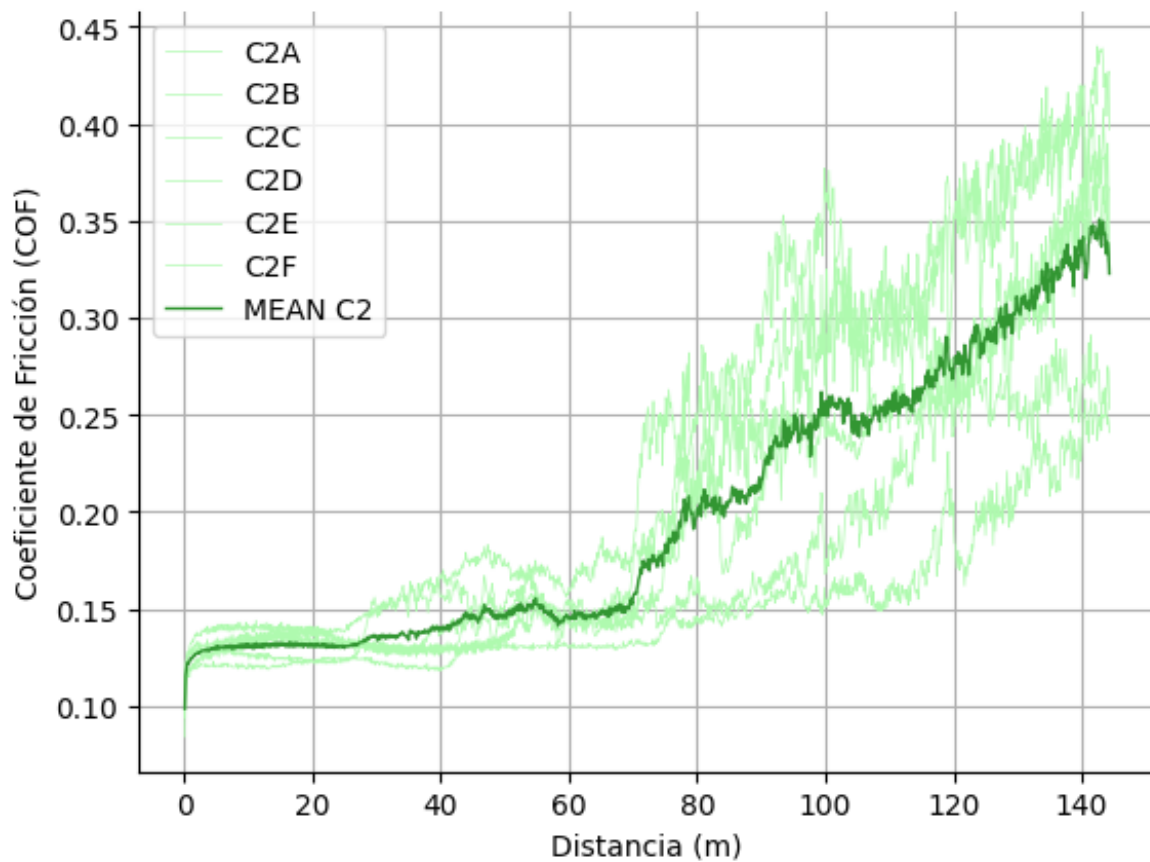
recorrido, lo que eleva el promedio. Es la ruta que tiene mayor COF previo al periodo de estabilización, pero la de periodo estacionario más estable.

FIGURA 30 Evolución del coeficiente de fricción de las muestras R1 [autor].



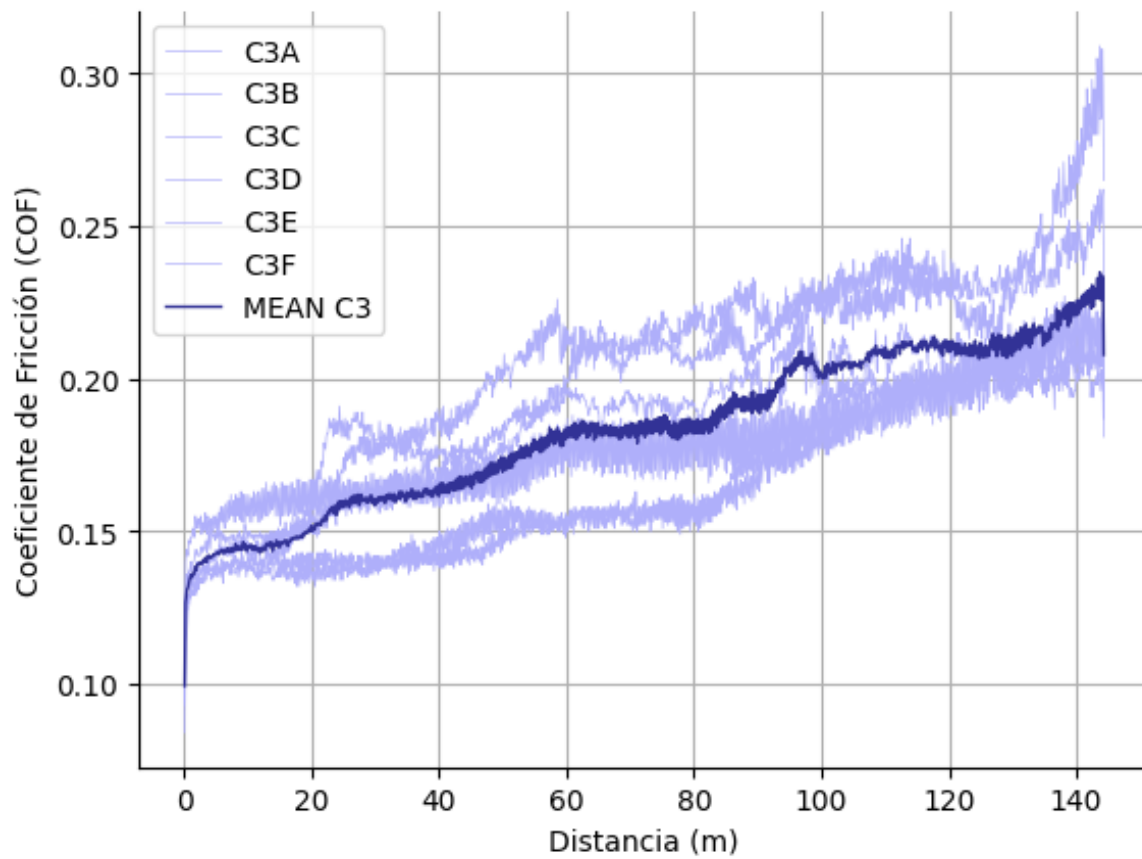
Las muestras R2 son las que alcanzan un COF más bajo y estable en la primera etapa del ensayo, rondando el COF 0.13. Sin embargo, alcanzados los 70 m el comportamiento se vuelve inconsistente y llegando a los 80 m el COF se dispara por sobre 0.2 rápidamente. Poco antes de los 30 m las muestras mostraron un comportamiento más inestable, aunque aún inferior a 0.15; y posterior a los 70 m de recorrido todas las muestras pierden lubricación. Son las muestras con mayor COF registrado, y su comportamiento se plasma en la figura 31.

FIGURA 31 Evolución del coeficiente de fricción de las muestras R2 [autor].



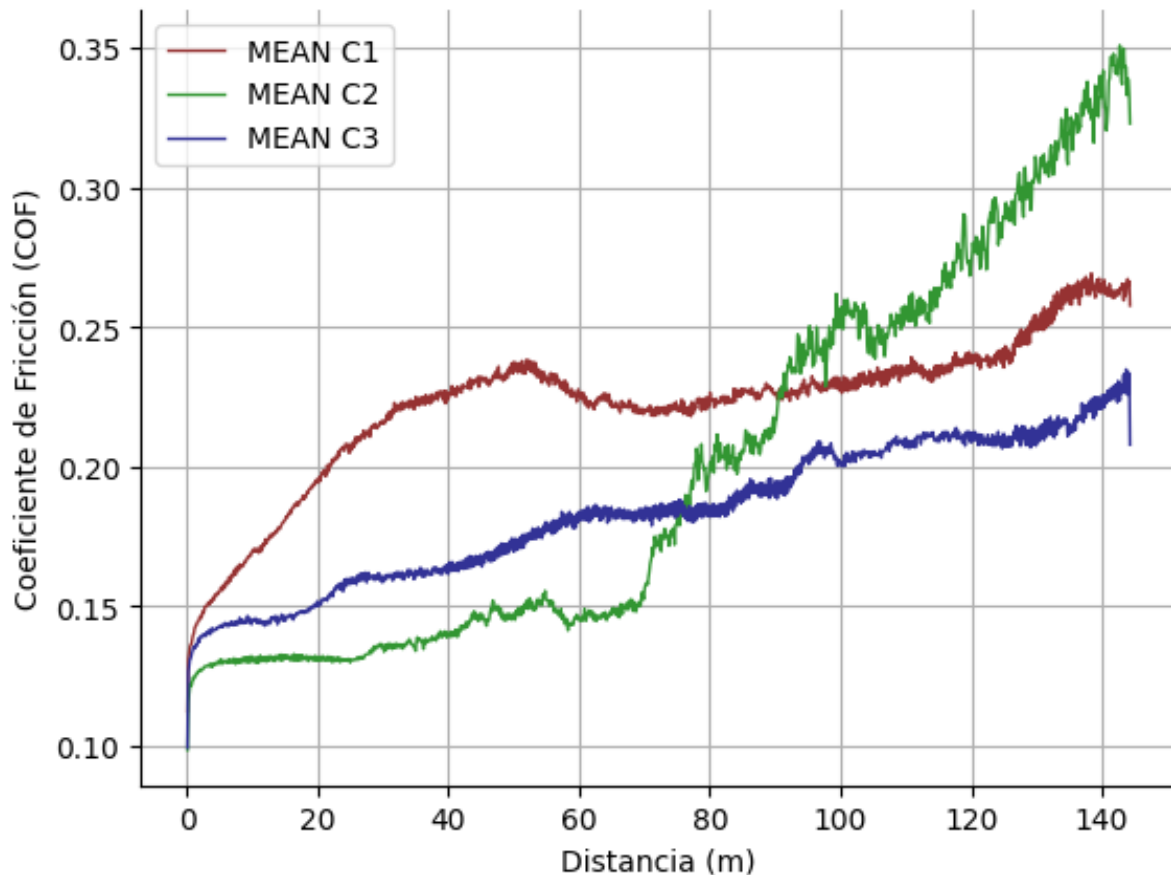
Las muestras R3 (figura 32) divergen levemente desde el inicio con un COF 0.14. Todas aumentan su COF en el tiempo a tasas diferentes hasta llegar a los 90 m donde se supera COF 0.2. También aquí, la mitad de las muestras convergen en comportamiento y valores. El comportamiento general tiende al alza de forma casi lineal, y en el proceso hay escalones de COF medianamente constante. Si bien no todas las muestras comparten COF en estos instantes, todas presentan esos escalones en los mismos momentos.

FIGURA 32 Evolución del coeficiente de fricción de las muestras R3 [autor].



El comportamiento general de las 3 rutas tiende a definirse entre los 60 y 80 m recorridos. Con el aumento de la dureza las muestras adquieren mayor COF durante el inicio del ensayo tribológico, pero también mayor estabilidad en el tiempo. El comportamiento exhibido por las muestras R2 es consistente con que se haya acabado el suministro de lubricante desde los poros y haya aumentado significativamente la adhesión entre cuerpo y contracuerpo. Las muestras R1 y R3 tienen virtualmente la misma cantidad de lubricante disponible, por lo que la diferencia en su comportamiento ha de deberse a la cementación o a la naturaleza del flujo de lubricante durante la impregnación, ya que ambas se impregnaron desde los 200 MPa, pero R1 se impregno previo a sinterizar y R3 después.

FIGURA 33 Evolución del coeficiente de fricción de las muestras R1 (MEAN C1AC1B), R2 (MEAN C2AC2B) y R3 (MEAN C3AC3B) [autor].

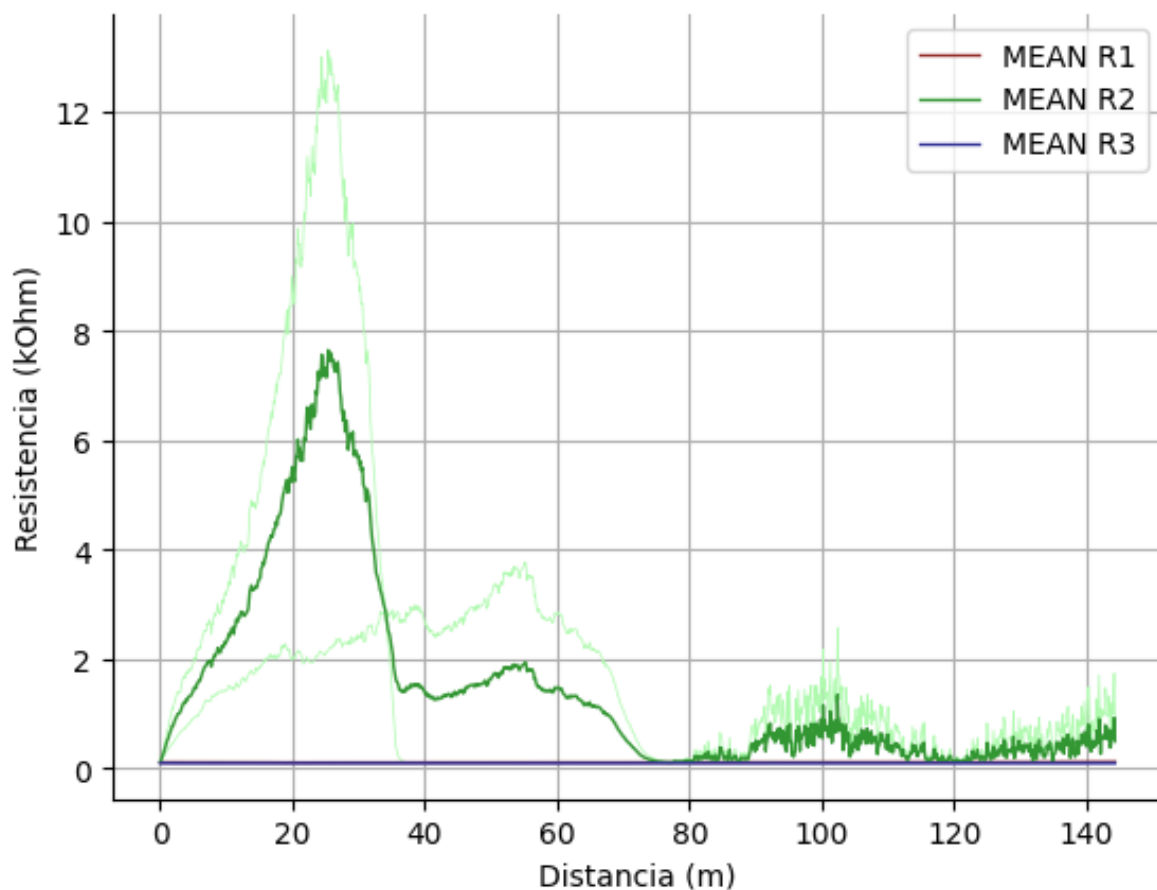


Analizando la variación de la resistencia eléctrica (ver figura 34), destaca la curva correspondiente a la muestra R2. Sus valores registrados se exceden por 2 órdenes de magnitud y comparando las 3 rutas a la vez no se puede identificar el comportamiento ni tendencias para R1 o R3.

La resistencia alcanza su valor más alto antes de ingresar a la zona errática, y posterior a los 20 m de recorrido es inversamente proporcional al COF registrado. La resistencia llega a un mínimo alrededor de los 70 m, donde el COF se dispara. Esto sugiere que el lubricante es depositado libremente en la superficie los primeros 70 m y al acabarse, viéndose una reducción abrupta de la resistencia, vuelven a estar en contacto las muestras y los contracuerpos. Después de los 90 m hay unas zonas de

mayor resistencia, pero con el COF tan bajo es probable que sea producto del *debris*. Aun así, no parece ser relevante, pues no hay registro de *debris* en los contracuerpos para ninguna muestra R2.

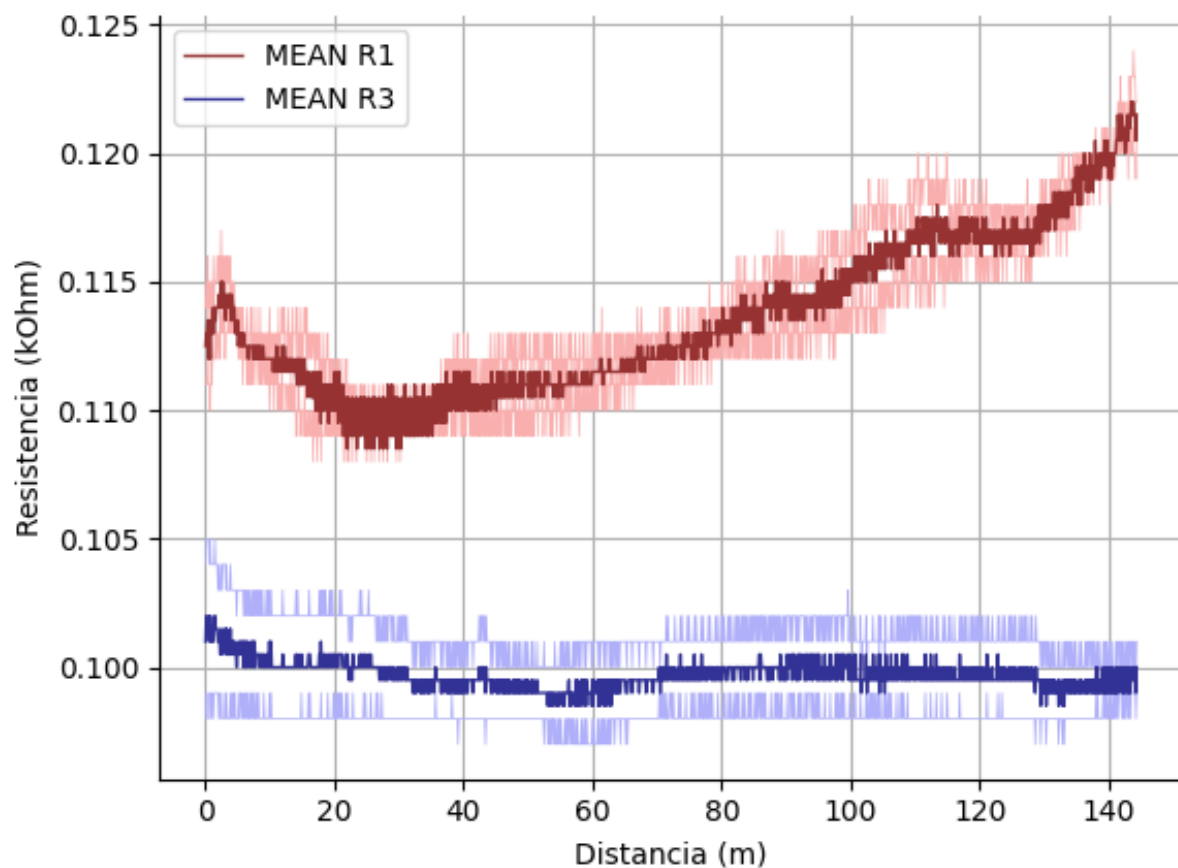
FIGURA 34 Evolución de la resistencia de contacto R1 (MEAN C1AC1B), R2 (MEAN C2AC2B) Y R3 (MEAN C3AC3B) [autor]



Las muestras R1 y R3 presentan resistencias en el mismo orden de magnitud (ver figura 35), con R1 promediando valores más elevados. R3 es estático durante todo el ensayo, con una leve tendencia al decrecimiento, y R1 tiene un mínimo a los 25 m. Al comparar con el COF registrado, en este instante R1 empieza a regularizar su comportamiento y a tener un COF más constante. Posterior a los 30 m, la resistencia sube de forma clara y constante.

Considerando que R1 y R3 tienen virtualmente la misma cantidad de lubricante, se estima que el alza en la resistencia se debe al *debris* acumulado, recordando como los contracuerpos R1 eran los que más retenían, sin embargo el fenómeno es demasiado sensible a muchas variables como para afirmarlo con esta información. Si bien hay más adhesión, es posible que debido a su elevada dureza el *debris* actuase parcialmente como lubricante.

FIGURA 35 Evolución de la resistencia de contacto R1 (MEAN C1AC1B) y R3 (MEAN C3AC3B) [autor]



CAPÍTULO 6 – CONCLUSIONES

Basado en los resultados de este estudio surgen las siguientes conclusiones:

- La cementación producida por el *slurry* tiene menor grado de penetración al teórico, el cual ya omitía el efecto del enfriamiento desde los 1100°C y la penetración del lubricante durante la impregnación. Esto se atribuye a una interfase de contacto entre el grafito y la matriz metálica inconsistente durante el sinterizado.
- Es posible obtener COF inferiores a 0.2 realizando impregnación por *slurry* con o sin sinterización, partiendo con muestras compactadas a 200 y 600 MPa.
- Los primeros 60 m de las rutas 1 y 3 estuvieron gobernadas por las propiedades mecánicas superficiales. Posteriormente, la duración del periodo estacionario depende de la cantidad de lubricante en los poros, al menos, en la duración del ensayo. Esto se ve en la facilidad de las muestras R2 para liberar lubricante durante los primeros 60 m de recorrido y el abrupto incremento del COF posterior.
- Se comprueba parcialmente la hipótesis, al haberse registrado un aumento de dureza claramente atribuible a la cementación. Sin embargo, se requiere de ensayos más prolongados para determinar si hay aumento del régimen de lubricación, puesto que las muestras R3 también llegan al periodo estacionario para el final del ensayo, sin poder diferenciar, y las muestras R2 contaban con menos lubricante en sus poros.
- Desde los 100 m de recorrido, la diferencia en desempeño de las muestras R1 y R3 son únicamente derivadas de las propiedades mecánicas, pero no es posible determinar los mecanismos asociados (liberación estable de lubricante,

adhesión, etc.). Esto se debe a que ambas tienen virtualmente la misma cantidad de lubricante en los poros y no hay picos en la resistencia que indiquen que se haya acabado el grafito.



CAPÍTULO 7 – REFERENCIAS

- [1] “Objetivos y metas de desarrollo sostenible - Desarrollo Sostenible.” Accessed: Oct. 24, 2025. [Online]. Available: <https://www.un.org/sustainabledevelopment/es/objetivos-de-desarrollo-sostenible/>
- [2] H. A. Ajimotokan, “Principles and Applications of Tribology,” 2024, doi: 10.1007/978-3-031-57409-2.
- [3] K. Holmberg and A. Erdemir, “Influence of tribology on global energy consumption, costs and emissions,” *Friction*, vol. 5, no. 3, pp. 263–284, Sep. 2017, doi: 10.1007/S40544-017-0183-5/METRICS.
- [4] K. Holmberg, P. Kivikytö-Reponen, P. Härkisaari, K. Valtonen, and A. Erdemir, “Global energy consumption due to friction and wear in the mining industry,” *Tribol Int*, vol. 115, pp. 116–139, Nov. 2017, doi: 10.1016/J.TRIBOINT.2017.05.010.
- [5] G. W. Stachowiak and A. W. Batchelor, “Engineering Tribology,” *Engineering Tribology*, pp. 1–872, Jan. 2025, doi: 10.1016/C2024-0-01158-7.
- [6] G. Hammes *et al.*, “Effect of hexagonal boron nitride and graphite on mechanical and scuffing resistance of self lubricating iron based composite,” *Wear*, vol. 376–377, pp. 1084–1090, Apr. 2017, doi: 10.1016/J.WEAR.2017.01.115.
- [7] K. Miyoshi, “Solid Lubrication Fundamentals and Applications,” *Solid Lubrication Fundamentals and Applications*, Jun. 2019, doi: 10.1201/9780429134333.
- [8] S. Sharma and A. Anand, “Solid Lubrication in Iron Based Materials – A Review,” 2016.
- [9] Q. J. Wang and Y. W. Chung, “Encyclopedia of Tribology,” *Encyclopedia of Tribology*, pp. 1–4139, Jan. 2013, doi: 10.1007/978-0-387-92897-5.
- [10] B. Dubrujeaud, M. Vardavoulias, and M. Jeandin, “The role of porosity in the dry sliding wear of a sintered ferrous alloy,” *Wear*, vol. 174, no. 1–2, pp. 155–161, May 1994, doi: 10.1016/0043-1648(94)90097-3.
- [11] J. Daniel, B. De Mello, C. Binder, G. Hammes, R. Binder, and A. N. Klein, “Tribological behaviour of sintered iron based self-lubricating composites,” *Friction*, vol. 5, no. 3, pp. 285–307, 2017, doi: 10.1007/s40544-017-0186-2.
- [12] K. P. Furlan *et al.*, “Metallurgical Aspects of Self-lubricating Composites Containing Graphite and MoS₂,” *J Mater Eng Perform*, vol. 26, no. 3, pp. 1135–1145, Mar. 2017, doi: 10.1007/S11665-017-2563-4/FIGURES/19.

- [13] K. Jradi, M. Schmitt, and S. Bistac, "Surface modifications induced by the friction of graphites against steel," *Appl Surf Sci*, vol. 255, no. 7, pp. 4219–4224, Jan. 2009, doi: 10.1016/J.APSUSC.2008.11.019.
- [14] N. Araya Rivera, G. Oliveira Neves, S. Saucedo, C. Binder, A. N. Klein, and J. D. Biasoli de Mello, "Vacuum Impregnation of Solid Lubricant as a Versatile Tool for Producing Self-Replenishable Solid Lubrication," *Tribology Transactions*, vol. 67, no. 1, pp. 33–46, 2024, doi: 10.1080/10402004.2023.2286266.
- [15] H. Wiśniewska-Weinert, "Deposition of MoS₂ particulate layers by pressure impregnation of porous sliding bearings," *Archives of Civil and Mechanical Engineering*, vol. 14, no. 2, pp. 255–261, Feb. 2014, doi: 10.1016/J.ACME.2013.09.005.
- [16] S. R. Angelo P.C., "Powder metallurgy: Science, Technology and Applications," *Eastern Economy Edition*, vol. New-Delhi, pp. 131–133, 2008, Accessed: Oct. 24, 2025. [Online]. Available: https://books.google.com/books/about/POWDER_METALLURGY.html?hl=es&id=7cmb7BgZtvIC
- [17] R. M. German, "POWDER METALLURGY AND PARTICULATE MATERIALS PROCESING ; R. M. German , Metal Powder Industries Federation , Princeton ," vol. 38, pp. 95–96, 2006, Accessed: Oct. 24, 2025. [Online]. Available: https://books.google.com/books/about/Powder_Metallurgy_and_Particiulate_Ma.html?hl=es&id=xiUeAgAACAAJ
- [18] J. D. B. De Mello, R. Binder, A. N. Klein, and I. M. Hutchings, "Effect of compaction pressure and powder grade on microstructure and hardness of steam oxidised sintered iron," *Powder Metallurgy*, vol. 44, no. 1, pp. 53–61, 2001, doi: 10.1179/003258901666176.
- [19] D. Poquillon, J. Lemaitre, V. Baco-Carles, P. Tailhades, and J. Lacaze, "Cold compaction of iron powders - Relations between powder morphology and mechanical properties: Part I: Powder preparation and compaction," *Powder Technol*, vol. 126, no. 1, pp. 65–74, Jun. 2002, doi: 10.1016/S0032-5910(02)00034-7.
- [20] K. Kondoh, Ed., "Powder Metallurgy," p. 134, Mar. 2012, doi: 10.5772/1922.
- [21] R. M. German, "POWDER METALLURGY SCIENCE.," *Powder Metall Sci*, 1984, doi: 10.1016/0261-3069(85)90117-7.
- [22] J. M. . Capus, "Metal powders : a global survey of production, applications and markets to 2010," p. 220, 2005, Accessed: Oct. 24, 2025. [Online]. Available:

https://books.google.com/books/about/Metal_Powders.html?hl=es&id=m61iY9mslPYC

- [23] F. Hanejko, "Cost efficiency allied to high performance parts the aim for single-run processing," *Metal Powder Report*, vol. 63, no. 3, pp. 12–16, Mar. 2008, doi: 10.1016/S0026-0657(08)70037-7.
- [24] G. S. Upadhyaya, "Powder Metallurgy Technology," *Cambridge International Science Publishing*, no. 1, pp. 1–5, 2014, doi: 10.1073/pnas.0703993104.
- [25] A. M. Fahim, T. Mikó, M. Z. Ahmed, and Z. Gácsi, "Effect of cold compaction pressure and sintering temperature on the densification and microstructure of 316L stainless steel powder," *Results in Engineering*, vol. 27, p. 106030, Sep. 2025, doi: 10.1016/J.RINENG.2025.106030.
- [26] D. J. Stiles, "Effect of porosity on thermal response, hardness, hardenability and microstructure of powder metallurgy steels," *Surface Engineering*, vol. 21, no. 1, pp. 12–16, Feb. 2005, doi: 10.1179/174329405X41307.
- [27] "Pressing and Sintering_AHC100.29_1530HOG.pdf pressing-and-sintering_ahc100.29_1530hog.pdf." Accessed: Oct. 24, 2025. [Online]. Available: https://www.hoganas.com/api/Brochure/?pdf=/globalassets/downloads/library/pressing-and-sintering_ahc100.29_1530hog.pdf&mode=brochure&title=Pressing%20and%20Sintering_AHC100.29_1530HOG.pdf#page=1
- [28] C. H. Hsueh, A. G. Evans, R. M. Cannon, and R. J. Brook, "Viscoelastic stresses and sintering damage in heterogeneous powder compacts," *Acta Metallurgica*, vol. 34, no. 5, pp. 927–936, May 1986, doi: 10.1016/0001-6160(86)90066-0.
- [29] A. Holmberg, M. Andersson, and Å. K. Rudolphi, "Rolling fatigue life of PM steel with different porosity and surface finish," *Wear*, vol. 426–427, pp. 454–461, Apr. 2019, doi: 10.1016/J.WEAR.2019.01.006.
- [30] Q. Chen, D. Y. Li, and B. Cook, "Is porosity always detrimental to the wear resistance of materials?—A computational study on the effect of porosity on erosive wear of TiC/Cu composites," *Wear*, vol. 267, no. 5–8, pp. 1153–1159, Jun. 2009, doi: 10.1016/J.WEAR.2008.12.058.
- [31] P. K. Deshpande and R. Y. Lin, "Wear resistance of WC particle reinforced copper matrix composites and the effect of porosity," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 418, no. 1–2, pp. 137–145, Feb. 2006, doi: 10.1016/J.MSEA.2005.11.036.
- [32] N. Alexeyev and S. Jahanmir, "Mechanics of friction in self-lubricating composite materials II: Deformation of the interfacial film," *Wear*, vol. 166, no. 1, pp. 49–54, Jun. 1993, doi: 10.1016/0043-1648(93)90278-T.

- [33] C. Teisanu and S. Gheorghe, "Development of New PM Iron-Based Materials for Self-Lubricating Bearings," *Advances in Tribology*, vol. 2011, no. 1, p. 248037, Jan. 2011, doi: 10.1155/2011/248037.
- [34] E. R. . Braithwaite, "Solid lubricants and surfaces," p. 286, 1964.
- [35] B. Bhushan, "Principles and applications of tribology: Second edition," *Principles and Applications of Tribology: Second Edition*, pp. 1–980, Feb. 2013, doi: 10.1002/9781118403020.
- [36] H. Heshmat, "Tribology of Interface Layers," *Tribology of Interface Layers*, May 2010, doi: 10.1201/EBK0824758325.
- [37] P. L. Menezes, S. P. Ingole, M. Nosonovsky, S. V. Kailas, and M. R. Lovell, "Tribology for scientists and engineers: From basics to advanced concepts," *Tribology for Scientists and Engineers: From Basics to Advanced Concepts*, vol. 9781461419457, pp. 1–948, Jul. 2013, doi: 10.1007/978-1-4614-1945-7/COVER.
- [38] A. Erdemir, "A crystal-chemical approach to lubrication by solid oxides," *Tribol Lett*, vol. 8, no. 2–3, pp. 97–102, 2000, doi: 10.1023/A:1019183101329/METRICS.
- [39] B. Lesiak *et al.*, "C sp²/sp³ hybridisations in carbon nanomaterials – XPS and (X)AES study," *Appl Surf Sci*, vol. 452, pp. 223–231, Sep. 2018, doi: 10.1016/J.APSUSC.2018.04.269.
- [40] A. C. Ferrari and J. Robertson, "Raman spectroscopy of amorphous, nanostructured, diamond-like carbon, and nanodiamond," *Philosophical Transactions of the Royal Society of London. Series A: Mathematical, Physical and Engineering Sciences*, vol. 362, no. 1824, pp. 2477–2512, Nov. 2004, doi: 10.1098/RSTA.2004.1452.
- [41] N. I. Araya Rivera, "Effect of the characteristics of pores and solid lubricant on the tribological behaviour of sintered steel impregnated with graphite," 2020, Accessed: Oct. 24, 2025. [Online]. Available: <https://repositorio.ufsc.br/handle/123456789/216205>
- [42] H. Xie, F. Yin, T. Yu, J. T. Wang, and C. Liang, "Mechanism for direct graphite-to-diamond phase transition," *Sci Rep*, vol. 4, no. 1, pp. 1–5, Aug. 2014, doi: 10.1038/SREP05930;TECHMETA.
- [43] A. Ferrari and J. Robertson, "Interpretation of Raman spectra of disordered and amorphous carbon," *Phys Rev B*, vol. 61, no. 20, p. 14095, May 2000, doi: 10.1103/PhysRevB.61.14095.
- [44] T. V. Rajan, C. V. Sharma, and A. Sharma, "Heat Treatment: Principles and Techniques, 2nd Edition," *PHI Learning Private Limited*, pp. 1–10, 2011.

- [45] “Steel Heat Treating Fundamentals and Processes,” *Steel Heat Treating Fundamentals and Processes*, Aug. 2013, doi: 10.31399/ASM.HB.V04A.9781627081658.
- [46] R. E. . Smallman and A. H. W. . Ngan, “Physical Metallurgy and Advanced Materials,” p. 673, 2011.
- [47] S. J. Lee, D. K. Matlock, and C. J. Van Tyne, “An Empirical Model for Carbon Diffusion in Austenite Incorporating Alloying Element Effects,” *ISIJ International*, vol. 51, no. 11, pp. 1903–1911, 2011, doi: 10.2355/ISIJINTERNATIONAL.51.1903.
- [48] “Archivo:Spherical Cap.svg - Wikipedia, la enciclopedia libre.” Accessed: Nov. 04, 2025. [Online]. Available: https://es.wikipedia.org/wiki/Archivo:Spherical_Cap.svg

