



**INSTITUTO DE
TECNOLOGIA**

PROF. JORGE A. SABATO

UNIVERSIDAD NACIONAL
DE GENERAL SAN MARTIN
COMISION NACIONAL
DE ENERGIA ATOMICA

**MAESTRIA EN
CIENCIA Y
TECNOLOGIA
DE MATERIALES**

DESGASTE POR DESLIZAMIENTO DE TIN DEPOSITADO SOBRE ACERO PARA HERRAMIENTAS TIPO AISI-M2

Félix Jorge Martínez Rodríguez

UNIVERSIDAD NACIONAL DE GENERAL SAN MARTÍN
COMISIÓN NACIONAL DE ENERGÍA ATÓMICA
INSTITUTO DE TECNOLOGÍA
"Pof. Jorge A. Sabato"

**Desgaste por deslizamiento de TiN depositado sobre
acero para herramientas tipo AISI-M2. (*)**

Ing. Félix J. Martínez Rodríguez.

Directores:
Dra. Elena Forlerer.
Ing. Alfredo Hey.

**(*)Tesis para optar por el título de Magister en Ciencia y Tecnología de
Materiales.**

**República Argentina
2001**

Dedicado a:

Nancy, mi esposa.

Mis dos hijos:

Jorge Félix y

Félix Alejandro

AGRADECIMIENTOS

Nuestro más sincero agradecimiento, a todas las personas que de una forma u otra, contribuyeron a la realización de este trabajo.

En especial a los Directores: Ing. Alfredo Hey y la Dra. Elena Forlerer, quien de manera permanente nos brindó todo el apoyo durante el desarrollo de las diversas tareas, que fue necesario ejecutar, así como la corrección de los manuscritos.

A las autoridades y personal de la Secretaría de Ciencia y Tecnología de la UTN, de la Facultad Regional de Buenos Aires y en particular a los colegas del Laboratorio de Tribología, donde se realizaron los ensayos de desgaste: Sr. Santiago Corujeiras Gallo, Ing. Sebastián Calderón y Srta. Valeria Cerutti.

A las autoridades y personal de la Unidad de Actividad de Materiales del Centro Atómico Constituyentes y en particular a los especialistas, técnicos y trabajadores del Departamento de Materiales: Dra. Norma Mingolo, Dra M. Ortiz, Dra. Cristina Oviedo, Magister P. Perillio, Sras. Silvia Adriana Domínguez y Sara Novas; Dr. Adolfo Rodrigo, Dr. Edgardo Cabanillas, Ing. Carlos Lazorza, Ing. Ismael Segundo Nuñez, Sres. Fernando M. Rodríguez, Ramón Castillo Guerra, Ricardo Montero, Oscar Carpineta, José Cuccieniello, Sergio Nechi, Daniel Goicochea, Víctor Vanzully y Flavio Conde.

A la Licenciada Mariana Rosenbusch, del Laboratorio de Microscopía Electrónica, del Departamento de Química de Reactores.

Con el temor de haber podido involuntariamente, olvidar a alguien, a todos muchas gracias.

RESUMEN

Utilizando el proceso PVD de plateado iónico reactivo se elaboraron recubrimientos de 2-3 micrones de espesor de TiN, sobre muestras de acero para herramientas AISI-M2.

Se verificó el espesor del recubrimiento, la adherencia, rugosidad y la microdureza.

Ensayos de desgaste por fricción se realizaron en una máquina tipo block-on-ring LFW-1 de Dow Corning con determinadas condiciones de ensayos.

Se estudió el sustrato y el recubrimiento antes y después del desgaste y se modificó el proceso de deposición, propiedades de la superficie (acabado superficial), para incrementar la adherencia del recubrimiento y reducir el desgaste.

Para analizar los films transferidos y debris expulsados de la zona de contacto, durante el proceso de desgaste, se usaron técnicas de microscopía óptica, microscopía electrónica de barrido (SEM), microscopía electrónica de transmisión (TEM) y Espectrometría de fotoelectrones generados por RX. La última, también junto con la microsonda electrónica, se utilizó para analizar composición de la interface. Con DRX, se identificaron las fases presentes, se midieron las tensiones residuales y se realizó el análisis de la influencia de las mismas en microestructura y adherencia del film.

El desgaste fue medido por ancho de escara y profundidad, para distintos tipos de muestras.

Se analizó la dinámica del comportamiento de los debris y la influencia en la tasa de desgaste, en función de las variaciones del coeficiente de fricción en el tiempo, para muestras con diferente acabado superficial del recubrimiento y la adherencia.

Se obtuvo un incremento en la adherencia del recubrimiento de 19 N hasta 35 N, cuando se incrementó el acabado superficial de la superficie de los sustratos y se realizó una limpieza con iones de Ar, previo al proceso de deposición durante un tiempo de 45 minutos. Se logró disminuir las dimensiones de la escara y tasa de desgaste con las mejoras del acabado superficial y la adherencia del recubrimiento.

ABSTRACT

TiN coatings 2 - 3 microns thick were produced by physical vapor deposition (PVD) on AISI M2 tool steel samples.

Coating thickness, adhesion, microhardness and surface profiles were measured.

Friction wear testing was performed in a block-on-ring LFW-1 Dow Corning testing machine. Scar width and depth were measured.

The characteristics of the base metal and of the coatings were studied prior to and after wear testing.

Different steps of the coating process, particularly surface preparation, were modified to increase adherence and improve wear resistance.

Optical microscopy, transmission and scanning electron microscopy, and EDAX were used in the analysis of transferred films and debris produced during testing. The interface composition was determined by electron microprobe and EDAX. X rays were used to measure residual stresses and to identify structural components and phases.

The origin of debris particles and its behavior during friction, the changes in friction coefficient and the effect on wear rates are analyzed for specimens with different degrees of surface finish and adherence.

INDICE

	Pág.
Capítulo 1: Introducción.	1
1.1- Objeto de estudio.	2
1.2- Definición del objetivo.	2
Capítulo 2: Conceptos y definiciones generales. Actualización Bibliográfica.	3
2.1- Introducción.	3
2.2- Aspectos tecnológicos fundamentales sobre recubrimientos de TiN.	7
2.2.1- Variables y factores fundamentales sobre el proceso.	7
2.2.1.1- Factores asociados al sustrato y al recubrimiento.	7
2.2.1.2- Variables de control directo del proceso.	10
2.2.1.3- Factores asociados al diseño del reactor de plasma.	14
2.3- Conceptos fundamentales sobre desgaste.	14
2.3.1- Rugosidad Lineal.	14
2.3.1.1- Métodos de medición de la rugosidad.	15
2.3.2- Mecánica del contacto.	16
2.3.2.1- Caso del contacto elástico.	16
2.3.2.2- Contacto Plástico.	17
2.3.3- Área de contacto.	17
2.3.4- Fricción.	19
2.3.5- Particularidad de la fricción en metales.	23
2.3.6- Influencia de la temperatura en la fricción.	23
2.3.7- Valores típicos del coeficiente de desgaste.	24
2.3.8- Génesis de la fricción.	25
2.3.9- Tipos de desgastes.	28
2.3.9.1- Teoría del desgaste por delaminación.	31
2.3.10- Lubricación.	33
2.3.11- Tipos de Lubricación.	34
2.3.12- Definición del problema.	34
2.3.13- Análisis sistémico del desgaste.	35
2.3.14- Organización de tareas y técnicas experimentales	36

Capítulo 3: Descripción del equipamiento utilizado.	37
3.1- Reactor de plasma PVD.	37
3.2- Medición de la adherencia.	40
3.3- Medición del espesor.	42
3.4- Medición de la microdureza.	43
3.5- Medición de la rugosidad.	44
3.6- Difracción de Rayos X.	45
3.7- Máquina de desgaste.	46
3.8- Medición del ancho y profundidad de la escara.	47
3.9- Microscopía electrónica de barrido.	48
3.10- Microsonda electrónica.	49
3.11- Espectrometría de fotoelectrones generados por R.X.	49
3.12- Microscopía electrónica de transmisión.	50
3.13- Ruta crítica para la ejecución de las tareas.	50
 Capítulo 4: Experiencias realizadas sobre acero AISI-O1.	 52
4.1- Composición química, clasificación y aplicaciones.	52
4.2- Preparación de las muestras.	52
4.3- Medición de macrotensiones.	52
4.4- Proceso de deposición de TiN por PVD.	53
4.5- Caracterización del recubrimiento.	54
4.5.1- Medición de propiedades mecánicas del recubrimiento.	54
4.5.2- Análisis de composición por microsonda electrónica.	56
4.5.3- Medición de macrotensiones posterior al recubrimiento.	58
4.5.4- Ensayo de desgaste.	58
4.5.4.1- Caracterización del desgaste.	59
4.6- Análisis preliminar de resultados obtenidos en el acero AISI-O1.	63
 Capítulo 5: Experiencias realizadas sobre acero AISI-M2.	 64
5.1- Caracterización del sustrato.	64
5.1.1- Características y especificaciones normalizadas.	64
5.1.2- Tratamientos térmicos.	64
5.1.3- Caracterización metalográfica.	65

5.1.4- Medición de macro tensiones antes del recubrimiento.	67
5.1.5- Identificación de fases.	67
5.2- Proceso de recubrimiento PVD.	68
5.2.1- Parámetros del proceso.	68
5.2.2- Caracterización de propiedades mecánicas del recubrimiento.	69
5.3- Caracterización del recubrimiento por DRX.	69
5.3.1- Identificación de compuestos cristalinos.	69
5.3.2- Medición de macro tensiones.	70
5.3.3- Análisis de composición por microsonda.	70
5.4- Ensayo de desgaste.	72
5.4.1- Caracterización de los ensayos de desgaste.	72
 Capítulo 6: Experiencias realizadas sobre AISI-M2, con modificaciones en algunos de los ensayos.	 79
6.1- Proceso de recubrimiento PVD.	79
6.1.1- Parámetros del proceso.	79
6.1.2- Caracterización de propiedades mecánicas del recubrimiento.	80
6.2- Caracterización del recubrimiento por DRX.	80
6.2.1- Medición de macro tensiones.	80
6.3- Análisis de composición por microsonda.	80
6.4 - Ensayos de desgaste.	83
6.4.1- Caracterización de los ensayos de desgaste.	83
6.4.2- Caracterización del ensayo de desgaste del espécimen con recubrimiento pulido con paño y de pasta diamante de un μ .	89
 Capítulo 7: Análisis y discusión de los resultados.	 91
7.1- Caracterización del sustrato.	91
7.2- Propiedades mecánicas del recubrimiento.	92
7.3- Tensiones residuales posterior al recubrimiento.	94
7.4- Identificación de fases posterior al recubrimiento.	95
7.5- Análisis por microsonda de la composición.	96
7.6- Estructura del recubrimiento.	96
7.7- Análisis de los ensayos de desgaste.	97
Capítulo 8: Conclusiones y Sugerencias.	104
Referencias.	105

Capítulo 1: Introducción.

Innumerables son los elementos en movimiento, pares de fricción, que encontramos en la vida cotidiana, en los cuales van a estar presentes la fricción y el desgaste.

En el caso particular de la construcción de maquinarias se estima que, aproximadamente el 95% de las causas de salida de servicio de los elementos de máquinas lo constituyen el desgaste y la fatiga, sin considerar aquellos que continúan trabajando siendo causa de pérdida de eficiencia en mecanismos y máquinas.

En general las pérdidas por problemas tribológicos, tienen como fuentes fundamentales: la industria, el transporte y el sector de producción de energía, pudiéndose clasificar como pérdidas directas (por fricción) e indirectas (por desgaste), siendo estas últimas mayores que las primeras.

Debe señalarse además que en ingeniería mecánica, se nota cada vez más la tendencia hacia las altas cargas, mayores velocidades y operaciones a elevadas temperaturas, con una disminución del peso de los elementos de las máquinas, incrementándose entonces el interés por los problemas relacionados con la fricción, lubricación y el desgaste.

La fricción ocurre en la zona de contacto entre los dos cuerpos, originando esfuerzos cortantes en una capa muy fina así como cambios durante el proceso de interacción de las capas superficiales, que pueden ser divididos en:

- De configuración geométrica de la superficie: Geometría de Contacto.
- De estructura de los sólidos cristalinos: Cambios en la estructura de la capa superficial que afectan el componente mecánico de la fricción.
- De las películas que surgen en la superficie: Que afectan al componente molecular de la fricción.

El deslizamiento externo, ocurre en presencia de una capa debilitada en la superficie del sólido, en la cual se localiza la deformación como resultado del esfuerzo cortante. Con la finalidad de disminuir dicho esfuerzo en la capa superficial, algunos métodos pueden ser aplicados, como por ejemplo la lubricación y los recubrimientos.

En el caso particular de la industria de elaboración de metales, se utilizan además otras técnicas para reducir pérdidas por conceptos de fricción y desgaste, tales como la de implantación iónica y temple superficial con láser; sin embargo en la última década se ha incrementado la utilización de películas delgadas de recubrimientos cerámicos en forma de multicapas para mejorar la resistencia al desgaste y a la corrosión. Con la incorporación de nuevas técnicas y combinaciones de compuestos, los mecanismos de desgaste y la caracterización de interfaces son motivos de una intensa investigación. Precisamente el objeto de estudio de nuestro trabajo lo constituye:

1.1-Objeto de Estudio.

El desgaste por deslizamiento en recubrimientos de TiN contra otros aceros. El recubrimiento se depositó sobre acero para herramienta AISI-M2, llevándose a cabo los ensayos para espesores entre 2 y 3 micrones. Siendo el objetivo fundamental el siguiente:

1.2-Definición del Objetivo.

Fabricar recubrimientos multicapas (Ti-TiN) y analizar las características del desgaste, de acuerdo con propiedades del recubrimiento y determinadas condiciones de ensayos.

Capítulo 2: Conceptos y definiciones generales.

Actualización Bibliográfica.

2.1- Introducción.

Recubrimientos delgados y duros sobre determinados sustratos, constituyen combinaciones de materiales tribológicamente beneficiosas, ejemplo: una película dura sobre un sustrato menos duro, garantiza la protección contra el rayado por parte de una contraparte dura o debrisa. Por esto son utilizadas en aplicaciones relacionadas con el desgaste abrasivo y erosivo.

Un ejemplo de aplicación específico es el TiN, en casos que se requiere alta resistencia al desgaste, a la corrosión y bajo coeficiente de fricción. [1] Figura 2.1.

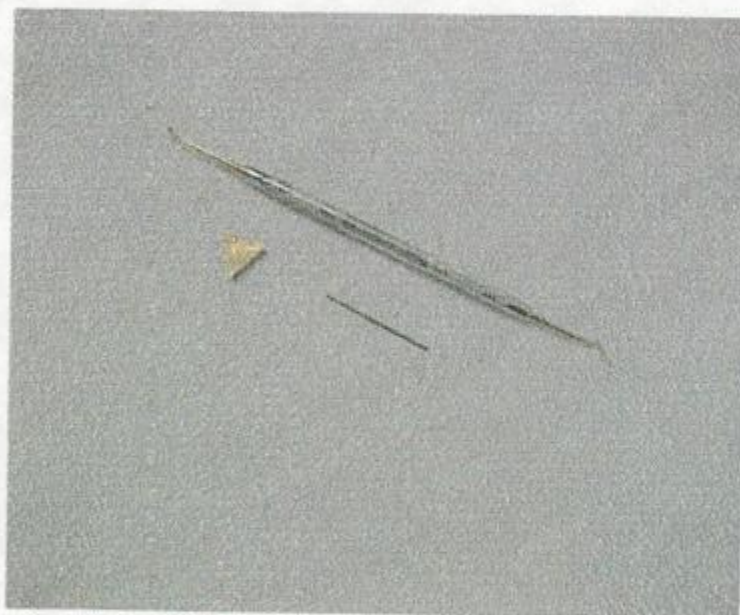


Figura 2.1: Aplicaciones típicas del TiN.

Otra importante atracción es su color dorado, por lo cual se ha fomentado su empleo en aplicaciones decorativas.

Por las características de unión química [2], se clasifica como un cerámico metálico, dentro de los cuales encontramos además, carburos y boruros de metales de transición, tales como TiC y WC.

Una serie de aleaciones del Ti están involucradas en los procesos que estudiaremos, para comprender mejor dichos procesos nos familiarizaremos con algunos aspectos de dichas aleaciones: (TiN, TiO₂, TiFe).

El Ti es un metal blanco, plateado, de baja densidad (4.5 g/cm³) y elevada temperatura de fusión (1672 °C), que posee dos transformaciones alotrópicas:

- De baja temperatura denominada α , presentando red hexagonal, a 20 °C.

- De alta temperatura denominada β presentando red cúbica centrada en el cuerpo, a 900°C .

En la formación de aleaciones de Ti, tiene importancia fundamental los siguientes aspectos: Capacidad del elemento de aleación de disolverse en el mismo y la influencia que ejerce en la posición de la temperatura de transformación $\alpha \leftrightarrow \beta$.

Existen elementos como el Nitrógeno y el Oxígeno, que son totalmente solubles en el mismo, elevan la temperatura de transformación, ensanchan la zona α , denominándose estabilizadores α . Figura 2.2.

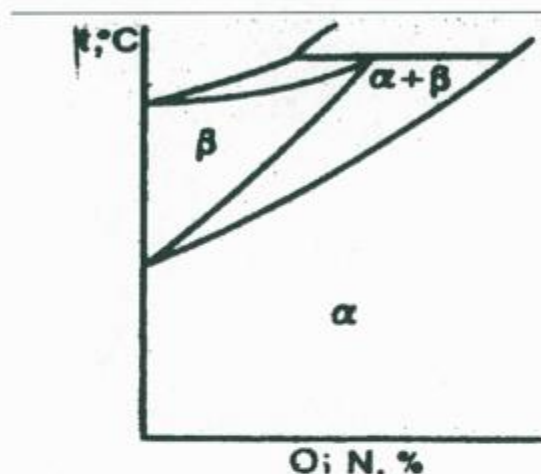


Figura 2.2. Influencia del O y el N.

Elementos como el V, Al y Sn forman soluciones sólidas sustitucionales. El N, O, C; forman soluciones sólidas intersticiales aumentando la resistencia a la rotura de un modo más brusco que en las primeras, disminuyendo mucho la plasticidad. Figura 2.3.

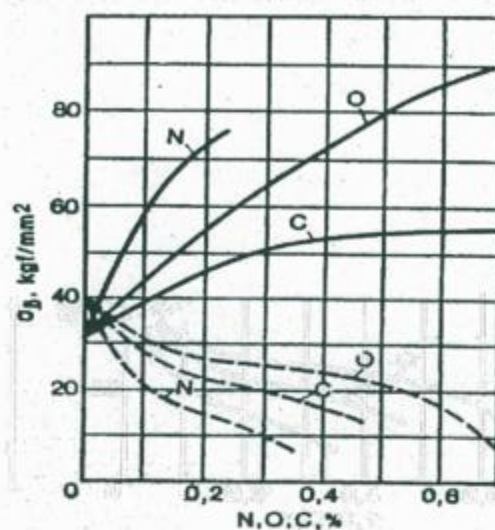


Figura 2.3: Influencia del O, N, C sobre la rotura y plasticidad.

Debido a la elevada capacidad de reacción del Ti con O, existe la posibilidad de formación de Rutilo (TiO_2) [3]. Sin embargo, la formación de una determinada fase no sólo depende del calor de reacción sino de la presión parcial de Oxígeno: por debajo de 10^{-5} Torr se ha detectado la formación de TiO y Ti_2O_3 y por encima de 10^{-5} Torr, TiO_2 [4].

La formación de una densa película de rutilo, realiza funciones protectoras cuando es insoluble en el medio circundante, favoreciendo entonces la resistencia a la corrosión [5], pero la presencia de partículas de este tipo, como las identificadas durante el desgaste de TiN en aire [6], no son deseables, pues incrementan el valor del coeficiente de fricción.

La Figura 2.4 [7], muestra el Diagrama de equilibrio de fases del N-Ti. El N al igual que el O, son elementos cuyos radios atómicos no difieren del radio atómico del Ti, en más de un 12-15%, formando con el mismo solución sólida no limitada. Como es isomorfo del Ti_α , es decir posee red cristalina hexagonal, ensancha la región α la cual posee una amplia homogeneidad, constituyendo fases metálicas estables hasta el punto de fusión.

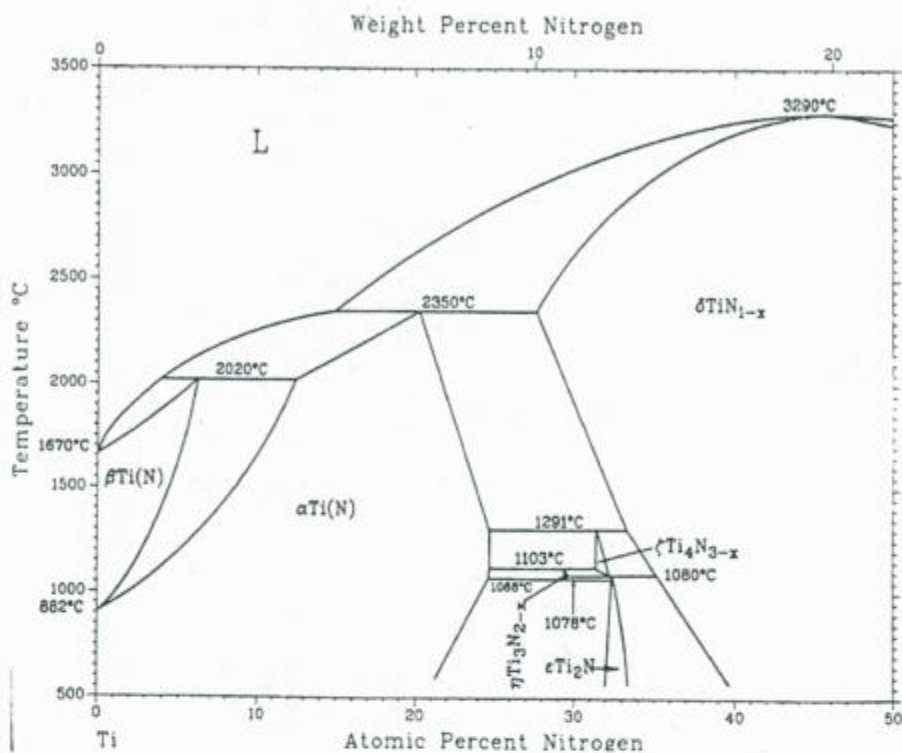


Figura 2.4: Diagrama de Equilibrio N-Ti.

Elementos tales como el hierro cuya solubilidad en el Ti resulta limitada, forman compuestos intermetálicos, descienden la temperatura de transformación y por su isomorfismo con el Ti_{β} , ensanchan dicha región denominándose estabilizadores β . Figura 2.5.

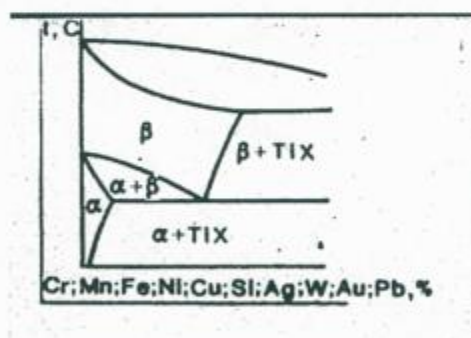


Figura 2.5: Influencia del hierro y otros elementos.

2.2- Aspectos tecnológicos fundamentales relacionados con recubrimientos de TiN.

Los primeros recubrimientos de TiN para herramientas de corte, con destino comercial fueron realizados por Deposición Química en Fase Vapor (CVD), a principios de la década de 1970 [8], comenzando posteriormente a utilizarse, los realizados por Deposición Física en Fase Vapor (PVD), asistidos por plasma. La conveniencia de empleo de este tipo de recubrimiento se fundamenta en su elevada dureza, la buena adhesión a sustratos de acero y su estabilidad química.

Optimizar el proceso de deposición, es fundamental para obtener un producto con propiedades finales elevadas. El proceso se caracteriza por una gran cantidad de variables, dificultándose el análisis teórico del problema, por lo que la dependencia de las propiedades con las variables, se determina experimentalmente a partir de la modificación de una variable por vez dentro de cierto entorno, observándose el efecto resultante sobre las propiedades del recubrimiento.

Para el caso de procesos reactivos de producción de recubrimientos duros por técnicas de PVD, dentro de los que se incluye el TiN, se definen como variables y factores fundamentales del proceso los siguientes: factores asociados al sustrato procesado y al recubrimiento; variables de control directo del proceso; factores asociados al diseño del reactor de plasma [9].

2.2.1-Variables y factores fundamentales del proceso.

2.2.1.1- Factores asociados al sustrato procesado y al recubrimiento.

Se ha comprobado durante este trabajo, la influencia del acabado superficial en la adherencia del recubrimiento y el desgaste.

La adherencia depende en gran medida de fuerzas de valencia y de anclaje mecánico. Cuando las irregularidades son iguales o superiores a 1μ [10], originan como resultado el tipo de interface denominado de anclaje mecánico entre la superficie del sustrato y el recubrimiento, Figura 2.6

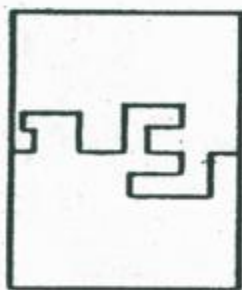


Figura 2.6: Interface de anclaje mecánico

Se ha comprobado que en films multicapas, diferentes morfologías de la interface, conducen a la contribución de distintas tensiones y que la cuantificación precisa de dicha morfología, resulta de importancia para estimar el efecto de la rugosidad en las tensiones residuales del film delgado [11].

Investigaciones realizadas para el caso de rugosidad sinusoidal [12], mostraron que una relajación de tensiones se produce con el incremento de la relación σ/ξ , siendo σ (Ra), amplitud de la rugosidad y ξ , la longitud de correlación lateral. Un 60% de disminución del valor de las tensiones residuales se obtuvo para relaciones σ/ξ cercanas a la unidad.

Un incremento en rugosidad favorece la producción de recubrimientos porosos [13], debido a efectos de sombra que se producen por las crestas altas de la superficie, que dificultan la deposición de átomos o moléculas incidentes en los valles de la misma. Al producirse deposición preferencial en los puntos de la superficie del sustrato rugoso, tiende a obtenerse un recubrimiento con estructura columnar y espacios vacíos entre las columnas, lo cual trae como consecuencia una película poco densa y propiedades mecánicas relativamente pobres. Una película porosa, al tener menor superficie de contacto con el sustrato, posee menor contribución de fuerzas de unión de valencia a la adherencia y además facilita la migración de vapores y líquidos corrosivos a la interfase, aspecto indeseable desde el punto de vista de degradación de la interface a largo plazo[13].

La energía de unión entre el recubrimiento y el sustrato, depende de las propiedades superficiales y de la compatibilidad entre ambos materiales. La existencia de capas adsorbidas, en forma de sustancias que modifican las características químicas superficiales del sustrato, puede modificar la energía de unión superficial, con respecto a la que es característica del recubrimiento y el sustrato, disminuyendo de esta manera la adherencia. Por dicha razón resulta típico la realización de una limpieza con solventes químicos antes de introducir el sustrato en el reactor. Suele realizarse también una limpieza en condiciones de baja presión con la finalidad de eliminar vestigios de gases adsorbidos y películas contaminantes, basada en el impacto de iones pesados positivos sobre un sustrato inmerso en un plasma y con un potencial negativo respecto al mismo. En este proceso denominado bombardeo iónico o sputtering, la transferencia de la cantidad de movimiento producido por el impacto de iones energéticos, provoca la eyección de impurezas superficiales del sustrato, resultando una limpieza efectiva en el caso de contaminantes no eliminables con solventes, tales como capas de óxidos superficiales[13].

Para recubrimientos duros, la adherencia, también depende de la compatibilidad fisicoquímica de los materiales del sustrato y depósito, de la diferencia entre los respectivos coeficientes de expansión térmica y de la dureza del sustrato. La compatibilidad fisicoquímica, establece el tipo de interface [14], Figura 2.7.

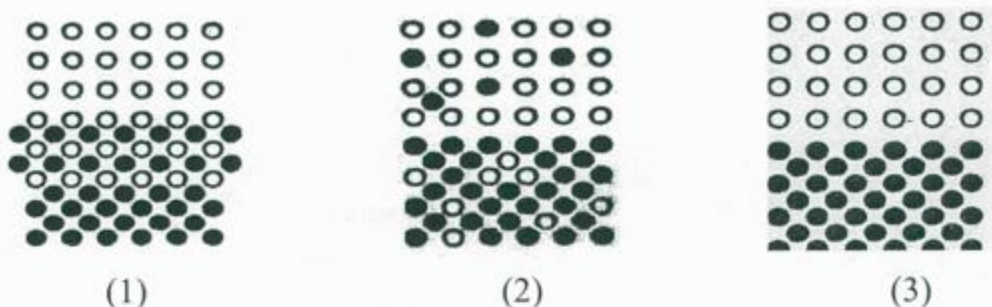


Figura 2.7: Otros tipos de interfases.

Si se producen reacciones químicas entre los átomos que se depositan y el sustrato, será del tipo compuesta (1), resultando ser relativamente frágil.

Si los átomos adsorbidos en el sólido pueden difundir en el mismo, la interface será por difusión (2), caracterizada por gradientes suaves en las propiedades entre ambos.

Al no existir afinidad química, ni efectos de solubilidad, se origina una interface abrupta (3), con cambio brusco de propiedades mecánicas en escala de unas pocas dimensiones atómicas.

Las tensiones que se establecen en la interface dependen de varios factores:

- Tensiones internas del recubrimiento, propias del proceso de deposición atómica.
- Tensiones que se originan por diferencias de expansión térmica entre materiales del sustrato y recubrimiento.
- Tensiones como resultado de la influencia de la rugosidad [11].

La deposición de recubrimientos duros por técnicas de plasma tiene lugar a temperatura relativamente altas $(500-800)^{\circ}\text{C}$. Es posible que se desarrollen tensiones importantes en la interface cuando ambos materiales se enfrían hasta la temperatura ambiente en el caso que exista una marcada diferencia entre sus respectivos coeficientes de expansión térmica. Este efecto reduce propiedades de adherencia del recubrimiento.

La adherencia puede ser incrementada significativamente al depositar un delgado recubrimiento de otro material, antes de aplicar el recubrimiento principal, siempre que tenga una mayor afinidad química por ambos materiales que la existente entre ellos, por ejemplo, la deposición de una delgada intercapa de Ti sobre acero antes de aplicar el recubrimiento de TiN incrementa la adherencia, como resultado de efectos químicos y mecánicos[15].

La deformación del recubrimiento bajo el efecto de fuerzas externas, depende considerablemente de la capacidad portante del sustrato. Así para una fuerza dada aplicada sobre el recubrimiento, cuando más blando sea el material del sustrato, tanto mayor será la deformación incrementándose la posibilidad

de fractura de la película en esas condiciones. El recubrimiento puede fallar tanto por fallas de adherencia en la interface, como por fallas cohesivas resultantes de fracturas, del recubrimiento como del sustrato, cuando las tensiones inducidas por deformación del conjunto sustrato- recubrimiento supera el límite de ruptura de uno de los componentes. La adherencia conceptualmente a nivel interfacial es importante, pero en la practica el conjunto recubrimiento-sustrato debe diseñarse teniendo en cuenta la posibilidad de fallas adhesivas y cohesivas del sistema mecánico en su conjunto. La carga crítica de adherencia, aumenta linealmente con la dureza del sustrato. Figura 2.8 [16].

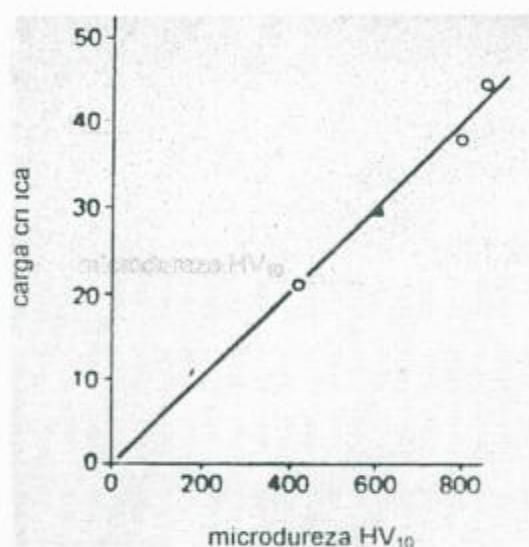


Figura 2.8: Dependencia de la carga, crítica de la dureza de sustrato.

2.2.1.2-Variantes de control directo del proceso.

Constituyen un conjunto determinado de variables que pueden ajustarse a voluntad del operario previo o bien durante el desarrollo del proceso y dentro de las mismas encontramos:

1- Temperatura del sustrato.

Controla los procesos de difusión durante el crecimiento del recubrimiento afectando directamente la estructura del mismo. Una alta temperatura favorece la desorción de impurezas, promueve la difusión superficial de los átomos adsorbidos hacia posiciones de equilibrio, favoreciendo la coalescencia de los centros de nucleación, desarrollándose una mayor perfección estructural, con una mayor densidad y por lo tanto mejores propiedades mecánicas que en un recubrimiento producido a menor temperatura. Una forma de interpretar el efecto de la temperatura sobre la morfología de la película es en base a los denominados modelos de zonas, en los que se determina la estructura del

recubrimiento en función de la relación T_s / T_m . Donde T_s es la temperatura del sustrato y T_m la temperatura de fusión.

De acuerdo con el modelo clásico desarrollado por Morchan y Demchishin [17] Figura 2.9.

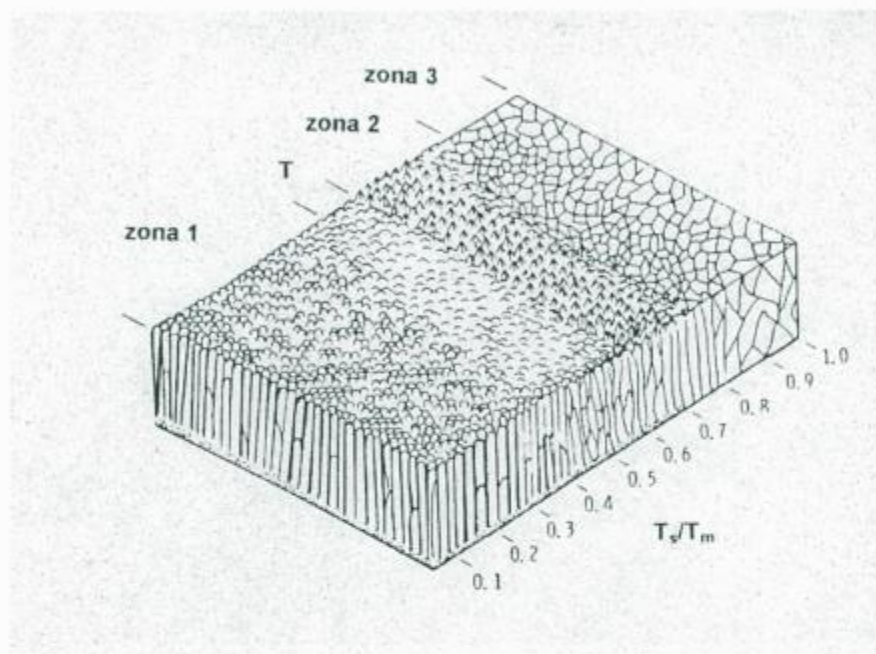


Figura 2.9: Influencia de la temperatura en la estructura del recubrimiento.

Se tienen los siguientes resultados:

- Zona 1: Para bajas temperaturas de deposición (T_s / T_m) < 0.3 . Efectos de difusión no importantes, se caracterizan por una estructura columnar con granos pequeños, débilmente unidos entre sí, lo que produce una porosidad longitudinal en la estructura.
- Zona 2: Al aumentar la temperatura del sustrato, aumentan los efectos de difusión y se produce una estructura más densa, con mayor grado de unión entre columnas y con límites entre las mismas similares a bordes de granos.
- Zona 3: Se caracteriza por una estructura más perfecta, caracterizada por efectos de recristalización y por granos equiaxiales.

2- Flujo de ingreso de los gases de trabajo al reactor de plasma.

El flujo de ingreso de gases o vapores de trabajo (átomos/seg.), al reactor de plasma, conjuntamente con otros factores asociados al diseño del equipo, tales como la geometría de inyección y la de circulación de los mismos alrededor del sustrato, controlan los siguientes aspectos : Velocidad de crecimiento de la película, la uniformidad de la misma, su densidad, dureza, adherencia y estequiometría del compuesto formado.

Un incremento del flujo de uno de los gases o vapores activos, provocará un incremento de las especies respectivas en el plasma, siempre y cuando el aumento de la presión, no reduzca la energía cinética media de los electrones libres.

En relación con la uniformidad superficial del recubrimiento, la geometría de flujo de las especies gaseosas alrededor del sustrato, constituye un factor de fundamental importancia. En el caso de la técnica PVD de plateado iónico reactivo, las especies evaporadas deben atravesar una región de plasma que usualmente tiene una presión mayor que $5 \cdot 10^{-3}$ Torr, reduciéndose significativamente la distancia de recorrido libre de las especies evaporadas en comparación con la técnica de evaporación en vacío clásica, que ocurre en condiciones de alto vacío: 10^{-5} Torr. Se produce en la técnica de plateado iónico un incremento de la colisionalidad, lo que le confiere mayor poder de cobertura del sustrato, pero aún así presenta limitaciones, para el caso de piezas de geometría compleja y en particular para recubrimiento de agujeros.

Un incremento en la velocidad de deposición, como resultado de un elevado flujo de gases y vapores reactivos, puede favorecer el crecimiento de un recubrimiento poroso, lo cual se explica como resultado de la existencia de una competición entre la velocidad de adsorción de las especies reactivas y la cinética de difusión de las mismas sobre el sustrato, lo que trae como consecuencia una transición de una estructura densa de mayor perfección, a una de tipo columnar de menor densidad.

3- Propiedades del plasma.

La temperatura electrónica (T_e) y la concentración de electrones libres (n_e), son parámetros del plasma que determinan la velocidad de reacción para los distintos procesos colisionales de interés (disociación molecular, ionización y excitación de niveles vibro-rotacionales y electrónicos de especies pesadas), los cuales generan especies activadas, que dan lugar a la formación del recubrimiento cuando se depositan sobre el sustrato. La primera puede determinarse como:

$$T_e = (m_e \langle c^2 \rangle / 2) \times (2/3 K) \text{ donde:}$$

m_e : masa del electrón.

$\langle c^2 \rangle$: velocidad cuadrática media.

K: constante de Boltzman.

T_e , queda definida entonces por la energía cinética media de los electrones.

Otras propiedades características son el grado de ionización (α) y la presión normal del plasma.

$$\alpha = n_e / n_n$$

Donde n_n es la concentración de átomos neutros.

El grado de ionización (α) depende del tipo de descarga que va ser empleada para producir el plasma, siendo baja (10^{-4} - 10^{-6}), para descargas de corriente continua, aumentando con la frecuencia para descargas de corrientes alternas tipo RF o microondas. En general es muy bajo para plasmas de procesamiento por lo que la presión total corresponde a la del gas neutro y los procesos colisionales importantes corresponden a colisiones electrón-especie neutra.

La presión del plasma por su parte determina la frecuencia de colisiones y la longitud de recorrido medio libre de las distintas especies presentes, estando estrechamente ligada a los valores T_e y n_e .

La uniformidad espacial del plasma también resulta importante y está vinculada principalmente con la geometría de inyección de gases, la dinámica del flujo y las características geométricas de descarga eléctrica que forma el plasma. Las dos últimas están vinculadas con la geometría de la pieza a ser recubierta.

4-Potencial de referencia del sustrato.

En un sustrato sujeto a potencial de referencia negativo respecto al plasma, la superficie de la película en formación queda expuesta a un bombardeo de iones provenientes del plasma. Dicha condición caracteriza a la técnica de PVD de plateado iónico reactivo, desarrollada por Mattox a mediados de la década del 60 con potencial de referencia del sustrato del orden de (3-10) Kv, para fuentes de poder de corriente continua [18].

El bombardeo iónico promueve una buena adherencia del recubrimiento como resultado de diferentes efectos. La relevancia de dichos efectos depende en gran medida de la energía de los iones incidentes, por lo que en la práctica incide fuertemente el potencial de referencia utilizado. Los principales resultados del bombardeo iónico con relación a la adherencia son los siguientes. [18], [19].

1-Modificación de la morfología superficial del sustrato previo a la deposición, formándose una superficie rugosa a escala microscópica que promueve una buena adherencia.

2-Desorción de especies débilmente unidas a la superficie, importante como proceso de limpieza antes de la deposición y durante la formación de la interface y crecimiento del recubrimiento. Se eliminan impurezas de la superficie y especies que no han reaccionado químicamente. Este proceso puede afectar la estequiometría del compuesto del recubrimiento.

3-Formación de una interface mixta. Interfase deseudodifusión.

4-Aumento de densidad de nucleación al nivel de la interface, por formación de defectos superficiales e implantación de especies.

5-Incremento de movilidad superficial de las especies adsorbidas por el sólido, a partir del aporte de energía térmica resultante del bombardeo superficial, lo que mejora la calidad estructural del recubrimiento.

Otro aspecto importante lo constituye la generación de tensiones compresivas, relativamente altas [20]. Lo cual es resultado directo del carácter atómico de la formación del material del recubrimiento bajo efectos del impacto de partículas energéticas, que produce una estructura con átomos en posiciones más próximas entre sí que en el caso de un sólido del mismo material producido metalúrgicamente [13].

2.2.1.3- Factores asociados al diseño del reactor de plasma.

Algunos ya han sido analizados con anterioridad, tales como: La geometría del flujo de gases en el interior del reactor, en la región de plasma y en la vecindad del sustrato, la simetría de la descarga eléctrica al sustrato cuando este posee un potencial de referencia asignado.

El otro factor importante a considerar es la concentración de impurezas en fase gaseosa, la cual va estar presente en mayor o menor grado en cualquier proceso de deposición, de conjunto con especies reactivas utilizadas para formar el recubrimiento.

Una de las fuentes son gases tales como O, N, C, H, vapor de agua, resultado del desgase de superficies internas de la cámara de reacción y pequeñas pérdidas de vacío. Impurezas provenientes de las bombas de vacío que migran a contracorriente hacia la cámara en el caso de no contarse con trampas frías adecuadas. Otras especies se introducen involuntariamente (Caso de gases impuros), a través de los gases de trabajo, o voluntariamente, tales como los gases pesados empleados en procesos de sputtering o para modificar determinadas propiedades del recubrimiento. En todos los casos la concentración de impurezas debe resolverse acorde con los valores máximos o mínimos aceptables para el proceso de interés.

2.3- Desgaste: Conceptos fundamentales.

La caracterización de la topografía de las superficies es una contribución importante al estudio del efecto de la rugosidad del sustrato en la adherencia de recubrimientos, así como en los mecanismos de desgaste y en la transferencia de material entre las superficies en contacto [21].

2.3.1-Rugosidad lineal.

Se conoce todo un conjunto de parámetros estadísticos que permite evaluar la rugosidad lineal de la superficie, los más utilizados son R_a , R_z , y algunos de los que evalúan la pendiente de las asperezas, Δ_a , Δ_q . Esta última es importante al definir el ángulo de ataque en el desgaste por abrasión. Debe señalarse que en

terminaciones habituales de la industria, la pendiente de las rugosidades no es superior a 10^0 .

Ra: Es la desviación media aritmética de las irregularidades del perfil.

Se define con respecto a una línea de altura media del perfil que determina que áreas iguales, estén por encima y por debajo de esta línea media. Fig. 2.10

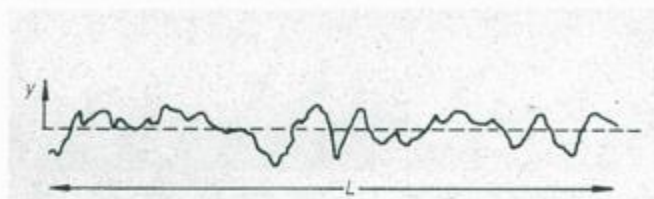


Figura 2.10: Línea media del perfil en longitud de referencia L.

R_z: Se define como la desviación de las irregularidades del perfil medida sobre diez puntos.

Estos parámetros no dan información sobre la distribución de crestas en la superficie, empleándose entonces la distribución de probabilidad de las irregularidades y la distribución espacial de picos y valles sobre la superficie.

La función de autocorrelación $C(\beta)$ y la distribución espectral de momentos $P(w)$, permiten analizar la distribución estadística en altura y proveer información sobre las frecuencias espaciales presentes en la superficie, respectivamente. Algunos perfilómetros modernos computan automáticamente ambos valores de dichas funciones.

2.3.1.1- Métodos de medición de la rugosidad.

Pueden agruparse según las siguientes categorías:

Métodos de contacto: Constan de una punta que con mínimo de carga recorre en forma lineal la superficie, registrándose los desplazamientos en dicha punta. No permite conocer la topografía real pues el diámetro y forma de la punta sensora filtra la información recogida. En realidad nunca se conoce la punta real, existiendo siempre esta limitación de interacción de la misma con la superficie; ya sea diamante, W, haz de iones, electrones o fotones. Los equipos más difundidos son los microscopios de fuerza atómica y los perfilómetros lineales.

Métodos sin contacto: Se utilizan en general perfilómetros láser, los cuales trabajan buscando enfocar la imagen de la superficie. Los desplazamientos del cabezal, dan cuenta de la rugosidad y barren la superficie. Se utilizan además interferómetros ópticos digitalizados que relacionan la rugosidad con variaciones en las franjas de interferencia.

La microscopía electrónica de barrido (SEM) también es utilizada para estos análisis, a partir de hacer corresponder en las imágenes digitalizadas, variaciones en los tonos de gris con variaciones cualitativas de altura en la superficie.

2.3.2- Mecánica del contacto.

Resulta importante conocer la densidad de distribución de rugosidades, debido a que las superficies en contacto, al no ser planas como idealmente se establece, realizarán el contacto precisamente a través de las crestas más sobresalientes de sus rugosidades. Al incrementar la carga normal, estas crestas deformarán elásticamente primero y plásticamente después.

En el caso dinámico, el movimiento relativo de las superficies en contacto puede ser deslizamiento, rodadura, rototraslación y vibraciones, lo que implica presencia de fuerzas tangenciales que serán analizadas al estudiar el mecanismo de fricción.

2.3.2.1- Caso del contacto elástico.

También denominado contacto de Hertz entre dos cuerpos no conformes. Se eligen dos contornos esféricos de amplia aplicación en ingeniería.

Analizaremos el caso de una superficie esférica en contacto con una plana.

Cuando una esfera de material elástico es presionada contra una superficie plana, la zona de contacto, se convierte en un círculo de radio α . Hipótesis fundamental propuesta por Hertz (1881). Si R , es el radio de la esfera, E modulo de Young y N la carga normal:

$$\alpha = (3NR/4E)^{1/3}$$

El área de contacto entre la esfera y el plano puede calcularse como:

$$\pi\alpha^2 = 0.83\pi (NR/E)^{2/3}$$

La presión media es proporcional a la raíz cúbica de la carga normal, pero no es constante sobre el círculo de contacto sino que tiene un máximo en el centro.

Para simular el contacto entre dos crestas, un modelo simplificador calcula como se aproximan los centros de curvatura de dos esferas inicialmente tangentes. La distancia entre los centros de las esferas (α) es proporcional al modulo de Young (E), al coeficiente de Poisson (ν) y a los radios de las esferas (R_1 y R_2) y a la carga $P < P_e$ (límite elástico). Figura 2.11

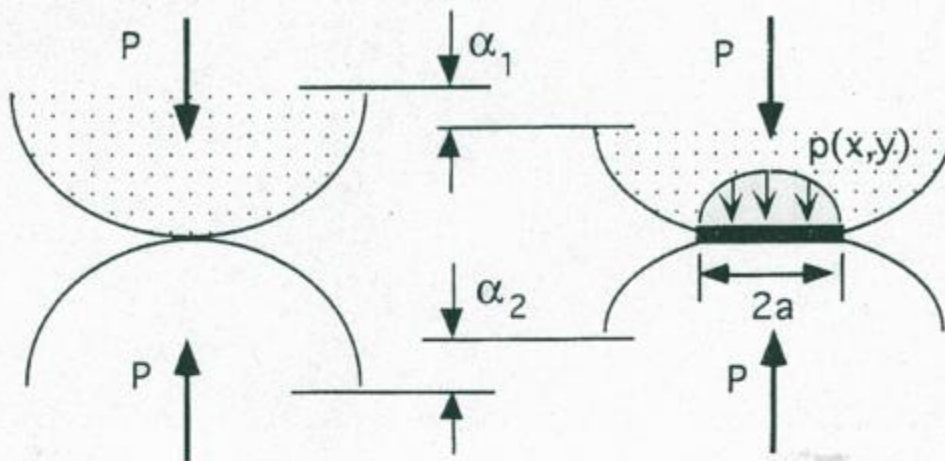


Figura 2.11: Modelo simplificador para el cálculo.

Sí se define la constante:

$$K_i = 1 - \nu_i^2 / \pi E_i \quad i = 1, 2$$

Para $0 < P < P_e$, P_e límite elástico para la presión calculada con el área real, se obtiene:

$$\alpha = \alpha_1 + \alpha_2 = \{ [9\pi^2 P^2 (K_1^2 + K_2^2) (R_1 + R_2)] / 16 R_1 R_2 \}$$

2.3.2,2- Contacto plástico.

Se manifestará cuando la tensión supere el límite elástico. El cálculo para dos esferas deformadas plásticamente supone que la presión de contacto es aproximadamente uniforme en el área de contacto y para calcular esta última se utiliza el cociente entre la carga y la dureza de indentación.

Se considera que la dureza de indentación representa, de manera más aproximada, la deformación plástica bajo una carga en un volumen que no presenta superficies libres, como en el caso del test de compresión en volumen. Si Y es el límite de fluencia, es una buena aproximación tomar $H = 3Y$.

Para cargas $P > P_e$, α será mayor que la ecuación anterior con $P = P_e$:

$$\alpha = \alpha_1 + \alpha_2 = \{ [9\pi^2 P^2 (K_1^2 + K_2^2) (R_1 + R_2)] / 16 R_1 R_2 \}$$

2.3.3- Área de contacto.

Las superficies de los cuerpos sólidos son tan solo idealmente lisas, en la práctica, como resultado del maquinado u otros procesos tecnológicos empleados en los materiales para la obtención de los mismos aparecerán como resultados microrelieves o rugosidades superficiales, los cuales no desaparecen

durante el uso, sino que tan sólo experimentan cambios. De esta manera podemos reconocer dos tipos de desviaciones del perfil de la superficie ideal: la rugosidad superficial y la ondulación.

Debido a las ondulaciones, cuando dos superficies reales entran en contacto éste no es continuo, sino que los puntos reales de interacción se producen solo en los máximos de la onda; de esta manera solo ciertas partes de la superficie soportaran la carga aplicada. La suma de todas estas áreas discretas forma el área real de contacto (A_r) y el total de área, que consiste de la anterior, más las regiones que aparecen como si interactuaran, pero no lo hacen, se denomina área aparente de contacto. Figura 2.12.

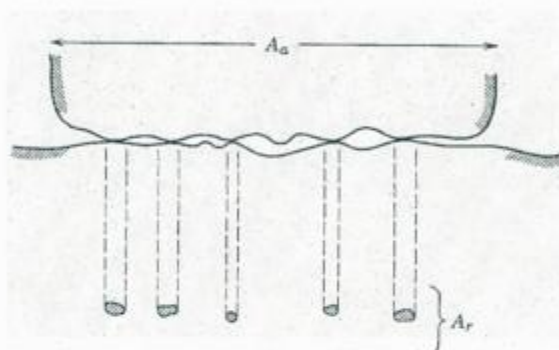


Figura 2.12: Área de contacto.

A partir de esta sobresimplificación, pueden hacerse, dentro de otras, las siguientes apreciaciones: El área real de contacto es siempre menor que el área aparente, definiendo las partes de la superficie donde existe una fuerte interacción entre los cuerpos; consecuentemente, si otros factores se mantienen, la fuerza de fricción estará directamente relacionada con la misma. Al dar solución a problemas térmicos de la fricción esta área determina las dimensiones de la fuente de calor, una vez que la energía mecánica en la misma se transforma en calor para después disiparse.

El daño superficial de los sólidos durante el deslizamiento está estrechamente relacionado con dicha magnitud y los esfuerzos en capas cercanas a la superficie se determinan por las dimensiones de dicha área.

La formación de la misma bajo la carga aplicada ocurre como resultado de la penetración o aplastamiento de las microasperezas individuales. Mientras mayor sea la deformación, mayor será su magnitud y por lo tanto la determinación de la deformación de contacto será importante para poder calcular su magnitud.

De esta manera y de acuerdo con [22], el área real de contacto para dos superficies presionadas por una fuerza normal a la interfase de contacto, puede determinarse como:

$$A_r \geq L/p$$

L: carga normal.

p: Valor de la dureza de penetración (elevado esfuerzo de compresión generado, sin haber alcanzado aún el punto de fluencia), relacionada con la dureza de acuerdo al tipo de ensayo:

Vickers: $R = k_1 - k_2 / \sqrt{p}$

Brinell: $R = k_1 - k_2 / p$

Donde : R, es la dureza, k_1 y k_2 son constantes.

2.3.4- Fricción.

Para dos cuerpos que interactúan, de acuerdo con lo analizado anteriormente, la carga ejercida por uno de los mismos debe ser soportado por aquella porción de material que de manera efectiva apoye o contacte, es decir por el área real de contacto.

Pero como dicha área es relativamente pequeña, entonces la presión será elevada y llega a superar el límite de fluencia del material, las rugosidades en contacto deformarán elásticamente al inicio y plásticamente después, lográndose el equilibrio nuevamente cuando la nueva área sea capaz de soportar el peso del cuerpo superior.

En presencia de superficies secas y limpias, esto es sin óxidos y gases adsorbidos, puede formarse soldadura, como resultado del acercamiento de los átomos de las mismas.

Mientras los cuerpos permanezcan inmóviles, la soldadura constituirá el nuevo estado de equilibrio, pero si el cuerpo apoyado inicia su deslizamiento, la fuerza necesaria para moverlo será la que se necesite para eliminar la misma, constituyendo entonces la Fuerza de Fricción.

De manera general puede definirse entonces la:

Fricción: Resistencia que se manifiesta asociada al movimiento de un objeto sólido, cuando se mueve tangencialmente con respecto a la superficie de otro en contacto.

Es expresada en términos de una fuerza externa originada por el contacto entre dos cuerpos, que tiende a oponerse al desplazamiento tangencial de uno con respecto al otro. Desde este punto de vista resulta importante distinguir dos posibilidades que pueden ocurrir generalmente.

- Resultante de la fuerza tangencial mucho más pequeña que la fuerza de fricción. El movimiento tangencial no ocurre, pues la fuerza de fricción puede llegar a ser igual y opuesta a la resultante de fuerzas aplicadas.

- Resultante de fuerzas aplicadas es mayor que la fuerza de fricción. El movimiento se produce y la fuerza de fricción actúa en sentido opuesto a la velocidad relativa a la superficie.

Para expresar dicha magnitud como función de variables macroscópicas principales, esto es: la carga aplicada, la dimensión de la región de contacto y la velocidad de deslizamiento, tres relaciones cuantitativas son utilizadas:

1-Fuerza de fricción es proporcional a la fuerza normal (Ley de Amonton's).

$$F = \mu L$$

A partir de la misma se define el coeficiente de fricción (μ). Alternativamente se expresa también en términos de un ángulo constante en reposo, o un ángulo de fricción, $\tan \theta = \mu$, que normalmente se muestra como el ángulo de un plano inclinado, sobre el cual un objeto, solo bajo la acción de su peso se encontrará en estado estacionario.

2-La fuerza de fricción es independiente del área aparente de contacto. Cuerpos con superficie aparente grandes o pequeñas tienen el mismo coeficiente de fricción.

3-La fuerza de fricción es independiente de la velocidad de deslizamiento. Implica que la fuerza requerida para iniciar el movimiento, será la misma, que la necesaria para mantenerlo a cualquier velocidad específica.

Dichas leyes facilitan el marco cuantitativo, con el cual generalmente se considera la fricción para el estudio ingenieril de los materiales.

Para la mayoría de los materiales en la práctica las dos primeras leyes son bien obedecidas. Para el caso de acero sobre aluminio, la Figura 2.13 [22], muestra como la fricción es independiente de la carga para un amplio, rango de ensayo.

De la misma manera, en la Figura 2.14 [22] se observa el efecto de cambio de área de contacto sobre la fricción de madera sobre acero, no manifestándose variaciones significativas.

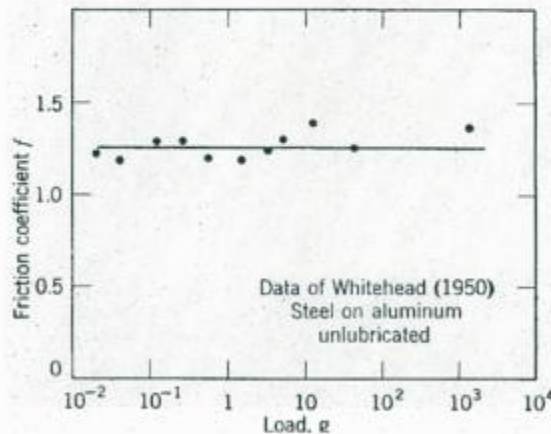


Figura 2.13: Dependencia de la fricción con la carga normal Al contra acero.

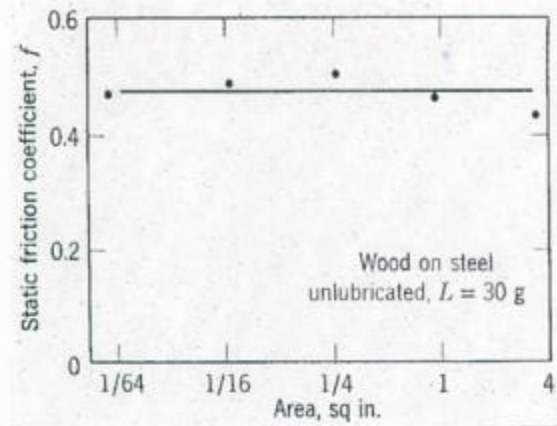


Figura 2.14: Influencia del área de contacto en fricción de madera contra acero.

Sin embargo existen casos en los que la fuerza de fricción no es proporcional a la carga aplicada, una de dichas excepciones la constituye el Teflón, tal como es mostrado por la Figura 2.15 [22].

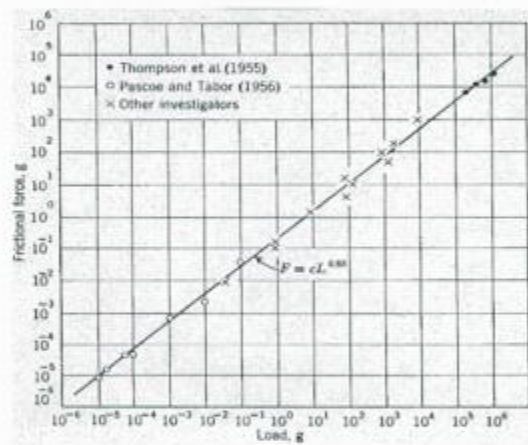


Figura 2.15: Efecto de la carga sobre la fricción de Teflón.

Otro ejemplo específico, lo constituye también el caso del Cu, Figura 2.16 [22].

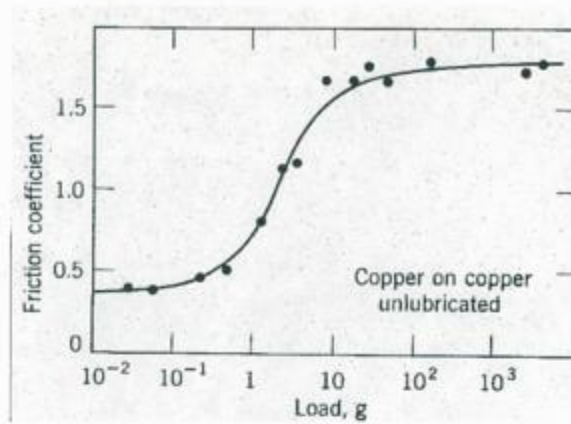


Figura 2.16: Variación de la fricción en Cu con la carga aplicada.

Los valores de los coeficientes de fricción son listados por tablas en la bibliografía como coeficientes de fricción estático y dinámico, pues aún cuando la tercera ley establece que la fricción es independiente de la velocidad, la fuerza de fricción requerida para iniciar el deslizamiento es usualmente mayor que para mantenerlo. Algunas investigaciones han mostrado que el coeficiente de fricción estático, es una función del tiempo de contacto [22].

Otras experiencias muestran como el coeficiente de fricción presenta una pendiente positiva para bajos valores de velocidad de deslizamiento y viceversa. Figura 2.17 [22].

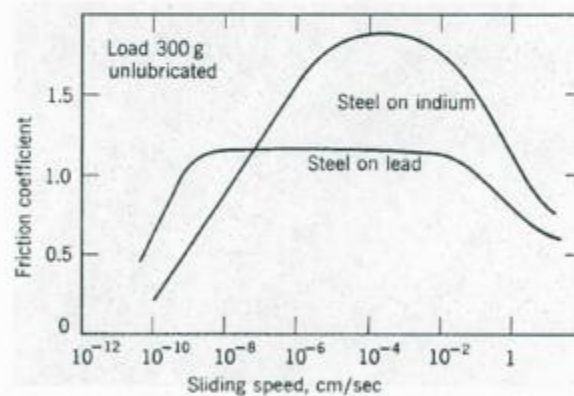


Figura 2.17: Relación entre la fricción y la velocidad de deslizamiento.

Aspecto no menos importante lo constituye el relacionado con la rugosidad de la superficie deslizante, tal como muestra la Figura 2.18 [22]. Solo cuando la fricción es constante, el coeficiente de fricción no es afectado por la rugosidad.

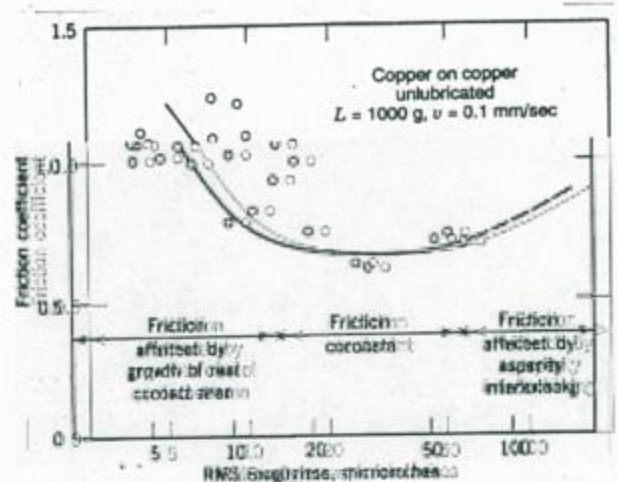


Figura 2.18: Relación entre fricción y rugosidad

2.3.5- Particularidad de la fricción en metales.

Debe destacarse en primer lugar que los metales pueden ser empleados en condiciones de lubricación o no. Lo cierto es que como resultado de la naturaleza físico- química de su superficie, la composición química y el medio circundante, el coeficiente de fricción se verá afectado por una serie de factores, tales como capas finas de óxidos, aire, agua absorbida de la atmósfera que los rodea, etc. Resultando entonces en última instancia el coeficiente de fricción una combinación de los mismos. Figura 2.19.

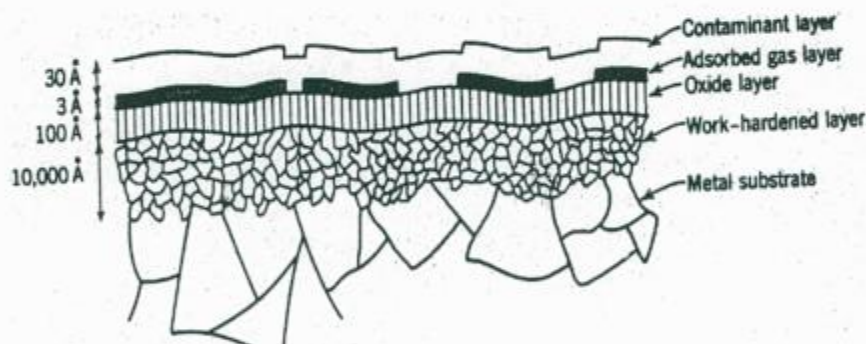


Figura 2.19: Característica de superficies de los metales.

2.3.6- Influencia de la temperatura en la fricción.

Dicho problema debe ser abordado desde dos puntos de vista; una vez que para dos cuerpos deslizándose los cambios en temperatura de sus volúmenes se producen por calentamiento y/o enfriamiento externo, o puede producirse la elevación de la temperatura como resultado del deslizamiento de una superficie sobre un substrato frío; en este último caso, el coeficiente es prácticamente

insensible a variaciones de temperatura. No obstante cambios en las propiedades del material pueden ser encontrados.

Algunos materiales han mostrado cambios del coeficiente de fricción con la temperatura durante ensayos , atribuyéndoselas a la formación de finas capas de óxidos sobre los mismos. Cuando las temperaturas alcanzaron valores próximos a la de líquidus ocurrió un incremento abrupto del coeficiente de fricción. [22].

2.3.7-Valores típicos del coeficiente de desgaste.

Algunos de los valores comunes del coeficiente de desgaste para aceros para herramientas en contacto con otros materiales pueden ser observados en la tabla 2.1[22].

Tabla 2.1 Coeficiente de desgaste según Hirst (1957).

Combinación	Coeficiente de desgaste k
Acero bajo carbono contra acero para herramienta.	$70 \cdot 10^{-4}$
Latón 60/40 contra acero para herramienta.	6.0
Teflón contra acero para herramienta.	0.25
Latón 70/30 contra acero para herramienta.	1.7
Baquelita moldeada contra acero para herramienta.	0.024
Acero para herramienta contra acero para herramienta.	1.3
Stelita #1 contra acero para herramienta.	0.55
Acero inoxidable ferrítico contra acero para herramienta.	0.17
Baquelita laminada contra acero para herramienta.	$67 \cdot 10^{-4}$

Dichos valores pueden ser utilizados para calcular el volumen de desgaste [22], cuya expresión de cálculo es determinada teniendo en consideración las leyes de desgaste adhesivo. Ley de Archard.

$$V = k L x / p$$

L: Carga normal.

x: Distancia de deslizamiento.

p: Dureza de la superficie.

K- Coeficiente de desgaste. [$\text{mm}^3/\text{N.m}$].

2.3.8- Génesis de la fricción (GF).

Contraria a los postulados de la teoría de la fricción por adhesión, establece que la fuerza de fricción, esto es el coeficiente de fricción (μ), es afectada por la distancia de deslizamiento y por la contribución de tres componentes involucrados en la fricción: 1-Deformación de las asperezas (μ_d), 2-surcado por partículas de desgaste y dureza de las asperezas (μ_p), 3- adhesión de la porción del plano de la superficie de deslizamiento (μ_a), de modo que el coeficiente de fricción no es una propiedad simple del material. Dependiendo de las condiciones de deslizamiento, existen de cuatro a seis estados. El coeficiente de fricción μ_i se encuentra en el rango de 0.1-0.2, para muchas superficies maquinadas e independiente de las condiciones ambientales, lubricantes, materiales y topografías de las superficies; μ_p varía de 0 - 1.0 y μ_a de 0 - 0.4. Solamente μ_a depende de las cualidades de adhesión de la superficie. De acuerdo con la teoría de la GF, la compatibilidad de la superficie es determinada más por las propiedades mecánicas de los materiales, tales como la dureza, que por su solubilidad relativa a bajas temperaturas [23]. El modelo se convalidó para fricción entre aceros de diferente contenido de carbono (1010, 1040, 1090 y Fe Armco).

Algunos de los resultados y observaciones importantes de la "Génesis de la Fricción", son los siguientes:

- Usualmente el coeficiente de fricción tiene un valor inicial bajo, el cual incrementa hasta alcanzar el valor del estado estático.
- El coeficiente de fricción a veces decae después de alcanzar un valor máximo, si el elemento estacionario es mucho mas duro que el espécimen en movimiento, en el caso contrario el coeficiente de fricción no muestra caída.
- Aun cuando se use o no lubricante, el coeficiente de fricción inicial se encuentra en el rango 0.1- 0.2.
- El coeficiente de fricción del estado estático y la tasa de desgaste son elevados cuando los metales que deslizan uno contra otro son iguales o el espécimen blando es el que se encuentra en movimiento, deslizando contra uno mas duro.

Los cambios en el coeficiente de fricción y el comportamiento durante el desgaste están relacionados con cambios en la topografía de la superficie. Cuando el elemento estacionario es mas duro que el espécimen, la superficie dura es pulida hasta acabado espejo y los puntos elevados de la superficie blanda, también adquieren la misma terminación.

Lo anterior no ocurre cuando el elemento estacionario y el espécimen blando que deslizan uno contra otro son metales idénticos. Cuando metales idénticos deslizan uno contra otro, tiene lugar el comportamiento mostrado por la Figura 2.20.

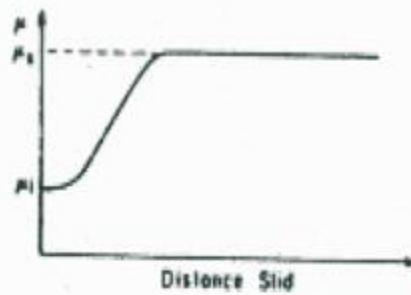


Figura 2.20: Comportamiento de la fricción, para metales idénticos

Cuando la dureza del elemento estacionario es mucho más grande que la del espécimen en movimiento, tiene lugar el comportamiento de la Figura 2.21

Figura 2.21: Comportamiento de la fricción, estacionario más duro.



La caída en el coeficiente de fricción está asociado con el pulido mutuo de las superficies [24], [25].

Cuando partículas de desgaste son cepilladas por la interfase de deslizamiento el coeficiente de fricción decrece a un valor bajo y gradualmente alcanza de nuevo el valor del estado estático, tal como muestra la Figura 2.22 [26] [27].

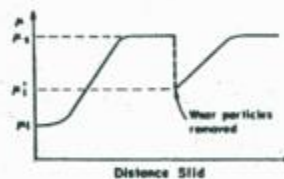


Figura 2.22: Partículas cepilladas por la interfase de deslizamiento. Cuando el ensayo de fricción es realizado con superficies extremadamente pulidas, las ranuras por surcado se forman desde el inicio del ensayo.

De acuerdo con los postulados de la Génesis de la Fricción, el coeficiente de fricción entre las superficies de deslizamiento, se debe a la combinación de varios efectos, como habíamos enunciado con anterioridad (μ_d, μ_p, μ_a).

La contribución relativa de estas componentes depende de la condición de la interfase de deslizamiento, la cual es afectada por la historia del mismo, el material específico utilizado, la topografía de la superficie y el medio ambiente.

Para una mejor comprensión, del comportamiento de la fricción dependiendo del tiempo, cualitativamente se puede subdividir en las siguientes etapas, tal como muestra la Figura 2.23

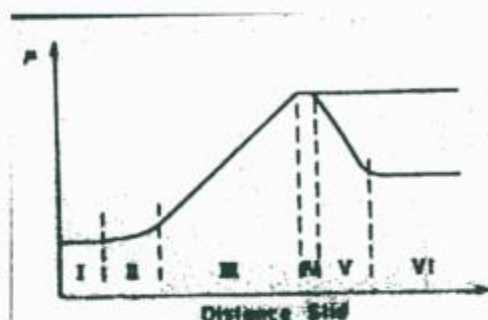


Figura 2.23: Comportamiento de la fricción en el tiempo.

- Estado 1: El valor del coeficiente de fricción parece estar controlado por el surcado de la superficie por las asperezas. La adhesión no juega un papel determinante en este estado debido a la contaminación natural de la superficie.

La deformación de la aspereza tiene lugar al principio del deslizamiento, lo cual afecta el coeficiente estático de fricción. Sin embargo en el estado 1 la deformación de la aspereza no es el factor más importante que determina el coeficiente de fricción dado que la aspereza deforma tan pronto como comienza el deslizamiento y la superficie es fácilmente pulida, con la generación de nuevas asperezas. Consecuentemente el coeficiente de fricción (μ_i) en este estado es enormemente independiente de la combinación de materiales, condición de la superficie y las condiciones del medio ambiente.

- Estado 2: La fuerza de fricción comienza a aumentar lentamente debido a un incremento en adhesión. Cuando la interfase es lubricada el estado 1 persiste por un largo periodo de tiempo y el 2 no va a estar presente. La inclinación en el estado puede ser empinada si las partículas de desgaste generadas por la deformación de la aspereza y la fractura son atrapadas, entre la superficie de deslizamiento y la superficie arada.

- Estado 3: Caracterizado por un incremento de pendiente en la inclinación, debido a un rápido incremento en el número de partículas atrapadas entre las superficies de deslizamiento como consecuencia de la elevada tasa de desgaste.

La inclinación es también afectada por la adhesión debido a que se incrementa la limpieza del área interfacial. La fuerza requerida para deformar la aspereza continúa contribuyendo con la fuerza friccional en este estado a todo lo largo de la superficie donde las asperezas están presentes. Las partículas de desgaste son generadas cuando los procesos de formación de partículas de desgaste por la deformación de la subsuperficie, nucleación del crack y propagación del mismo sean completados de acuerdo con la teoría de delaminación [28].

- Estado 4: Es alcanzado cuando el número de partículas atrapadas en la interfase permanece constante. En este estado la contribución de la adhesión a la fricción también permanece constante. La deformación de las asperezas continúa siendo importante dado que el desgaste por delaminación crea nuevas superficies rugosas, con asperezas.

Sin embargo, en muchos casos, la deformación de la aspereza no es tan importante como el surcado, dado que la misma deforma fácilmente y la frecuencia de generación de nuevas asperezas es baja. Cuando dos metales iguales deslizan uno contra otro o cuando los mecanismos del estado cinco no juegan un papel significativo, el coeficiente de fricción en el estado cuatro es el coeficiente de fricción del estado estático entre los dos metales.

- Estado 5: En algunos casos tales como cuando el elemento estacionario desliza contra un espécimen blando, las asperezas de la superficie dura son gradualmente removidas, creando un acabado espejo, en este caso la fuerza friccional decrece debido al decrecimiento en surcado y deformación de la aspereza.

El surcado decrece debido a que las partículas de desgaste no pueden anclar en una superficie dura y pulida.

- Estado 6: Eventualmente, cuando la superficie dura comienza a pulir a espejo en una gran extensión, la superficie blanda adquiere el mismo acabado espejo (Sobre adherencia de debris duros) y la fuerza de fricción alcanza el nivel mostrado por este estado.

La superficie de desgaste no llega a alisar completamente debido a la existencia de depresiones, como consecuencia de la creación de partículas de desgaste por delaminación.

2.3.9- Distintos tipos de desgaste.

El desgaste es definido como destrucción de material, generado como resultado de repetidos disturbios de las uniones por fricción, constituyendo la capacidad de las capas superficiales de resistir repetidas deformaciones una de las principales características de la resistencia al desgaste de los materiales [29].

De manera general puede decirse que, el desgaste constituye, la remoción de material de una superficie sólida como resultado de una acción mecánica.

Puede ser considerado como un perjuicio, pero en ocasiones se le utiliza con efecto benéfico. Tales como el caso de obtención de superficies por pulido, grabados en las mismas, medición de propiedades mecánicas, etc.

- Desgaste adhesivo: Para dos superficies que entran en contacto y luego son separadas en forma normal o tangencial, se puede desarrollar desprendimiento de material de una hacia la otra, dicho material puede ser removido de alguna manera de las superficies originales, formándose un fragmento de desgaste adhesivo.

Este tipo de desgaste generalmente ocurre cuando dos cuerpos deslizan uno sobre otro, fragmentos de uno son desprendidos y adheridos al otro cuerpo. En el proceso dichos fragmentos pueden volver a la superficie original de la cual se forman y vuelta a transferir, o perderse como debris.

Existe vinculado al mismo, una fuerte fuerza adhesiva y un íntimo contacto. La remoción de material se manifiesta en forma de pequeñas partículas. Es considerada la forma más común de desgaste en el cual la temperatura en el área real de contacto puede ser baja y la interdifusión atómica y recristalización suelen estar ausentes. Generalmente tienen lugar en superficies lisas y el proceso es independiente de la rugosidad superficial.

Para determinados sistemas y partículas se han obtenido leyes cuantitativas, como por ejemplo el caso de materiales no lubricados.[30]

- 1- La cantidad de material desprendido por desgaste es generalmente proporcional a la carga L .
- 2- La cantidad de material desprendido por desgaste es generalmente proporcional a la distancia recorrida (x).
- 3- La cantidad de material desprendido por desgaste es proporcional a la dureza (p) de la superficie donde se lleva a cabo el desgaste.

Lo cual puede escribirse como: $V = c L x / p$

Donde c , es una constante no dimensional dependiente del material y el exacto grado de contacto.

O también puede escribirse la modificación de [31], la cual fue descrita en 2.3.7

- Desgaste abrasivo.

Ocurre cuando una superficie dura y rugosa, o una blanda conteniendo partículas duras, desliza sobre otra superficie más blanda, originando una serie de surcos en las mismas. Siendo el material de estos últimos desplazado en forma de partículas abrasivas.

En ocasiones puede originarse confusión entre desgaste fino abrasivo y la forma benigna del desgaste adhesivo, pues ambas áreas de desgaste son causadas por pequeñas partículas duras. Lo que en el último de los casos; son

pequeñas partículas adhesivas transferidas de la superficie blanda, pegadas a la superficie, que rayan a la dura y en el otro son partículas abrasivas, pero en ambos las superficies son cubiertas por líneas rayadas en la dirección de deslizamiento.

Procesos de desgaste abrasivo no ocurren cuando las superficies involucradas son lisas, o cuando las partículas presentes en los materiales son pequeñas.

Tal como en el caso del desgaste adhesivo se han obtenido leyes cuantitativas para este proceso, por ejemplo:

$$V = L \times \tan \theta / p$$

- θ ángulo producido en los surcos

O también: $V = k L x / p$

k_{abr} : Coeficiente de desgaste abrasivo, que representa físicamente, la tangente promedio de los surcos producidos.

- Desgaste Corrosivo.

Se manifiesta cuando el deslizamiento de las superficies tiene lugar en un medio corrosivo. En la ausencia del deslizamiento, los productos de la corrosión forman un film sobre la superficie.

- Desgaste por fatiga

Este tipo de desgaste en las superficies se manifiesta, cuando tiene lugar la repetición de procesos de deslizamiento de rotación. Los repetidos ciclos de carga y descargas a los cuales son sometidos los materiales, inducen sobre la superficie la formación de fracturas, que se suelen propagar, rompen la superficie y forman grandes fragmentos que dejan la misma.

- Otras formas de desgaste

Fretting: Surge cuando dos superficies están en contacto bajo desplazamiento de oscilaciones tangenciales de pequeña amplitud.

Erosivo: Ocurre cuando una partícula es transportada por un medio fluido hacia una superficie sólida, removiendo material de la misma. Puede ocurrir a bajas velocidades (5 - 200 m/s), a altas velocidades, por un fenómeno de cavilación del líquido que interviene.

Otras formas de desgaste se describen en la literatura, sobre temas afines. No obstante debemos destacar que en general los principales procesos que tienen lugar en la práctica, son los primeros cuatro mencionados o combinaciones de los mismos.

2.3.9.1- Teoría del desgaste por delaminacion.

A continuación se realiza la descripción general del mecanismo de delaminacion [28], el cual cuenta de varias etapas.

Etapa 1: Deformación plástica superficial.

Cargas normales y tangenciales son transmitidas a través de los puntos de contacto de las superficies deslizantes.

Las asperezas del material más blando son deformadas plásticamente con suma facilidad, pero además por sollicitación repetitiva, algunas asperezas pueden ser fracturadas.

Se genera una superficie lisa, por deformación plástica.

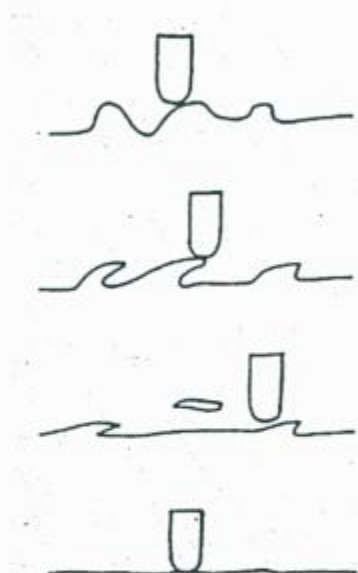


Figura 2.24: Deformación plástica de las asperezas.

- Etapa 2: Acumulación de energía.

Es consecuencia de la tracción de la superficie dura sobre la blanda y de ciclos de carga repetitivos, se produce además una deformación plástica subsuperficial acumulativa en cada ciclo de carga.



Figura 2.25: Acumulación de energía.

- Etapa 3: Nucleación de Fisuras.

Las cargas repetitivas causan fisuras subsuperficiales que tienden a nuclearse. Pero como las superficies están sometidas a elevadas tensiones de compresión, impiden que las fisuras emerjan.



Figura 2.26: Nucleación de fisuras.

- Etapa 4: Propagación de la fisura.

Los ciclos de carga y las deformaciones causan propagación de las fisuras paralelas a la superficie y por debajo de esta. Las fisuras vecinas se unen.



Figura 2.27: Propagación de la fisura.

La profundidad de las mismas es función del material y del coeficiente de fricción resultante.

- Etapa 5: Delaminación.

En algunas posiciones las fisuras cambian de dirección, alcanzando la superficie y se desprenden partículas lamelares.

El espesor de las lamelas dependerá del material, las cargas normales y tangenciales.

Se crean superficies pulidas casi espejo. El componente desgaste por surcado desaparece gradualmente. Los pequeños cráteres sirven como lugar de anclaje para nuevas partículas de desgaste.

Las partículas lamelares desprendidas presentan dos tipos de superficies: La superior que soporta el deslizamiento y que es lisa y la inferior, donde se produjo la fractura, es rugosa y puede presentar pozos o señales de falla por corte. Con el desprendimiento de la partícula lamelar de desgaste el material expone una nueva superficie rugosa, sobre la se cual reinicia el ciclo según la etapa uno.

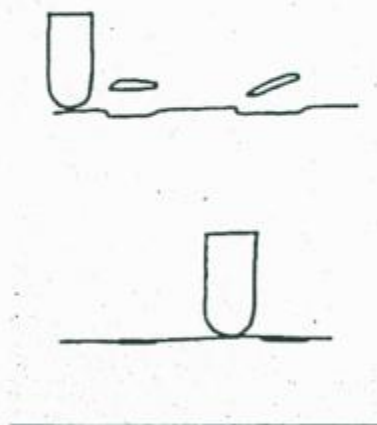


Figura 2.27: Delaminación.

2.3.10- Lubricación.

Elevados valores del coeficiente de fricción, son intolerables para elementos de máquinas, al originar desgaste severo y pérdida de energía por fricción. Por ello se utilizan entre las superficies deslizantes lubricantes que pueden ser aceites, grasas, gases, sólidos como el grafito o el disulfuro de molibdeno. El índice de viscosidad es la propiedad que los caracteriza y puede incrementarse incorporando aditivos, como por ejemplo de extrema presión.

2.3.11- Tipos de lubricación.

Hidrodinámica: La película de lubricante que separa las superficies suele ser mayor que la rugosidad media de las mismas. Se requiere que el lubricante fluya en forma convergente a la dirección del movimiento. El fluido adherido a las superficies en movimiento es arrastrado por el canal que se va estrechando (esfera rodando sobre una superficie plana). La presión hidrostática solo causa deformaciones elásticas en las crestas de las superficies.

Elastohidrodinámica: La capa de lubricante es delgada, valores típicos entre 0.01- 2.0 micrones y las presiones hidrostática locales, producen deformación plástica en las crestas.

Limite: Las superficies en movimiento separadas por pocas capas de lubricantes, valores típicos 0.005 - 0.05 micrones y adsorbidas en ambas superficies, permitiendo el contacto entre las mismas.

Sólida: El lubricante se adhiere a las superficies y provee baja resistencia a las tensiones de corte, por ejemplo grafito y sulfuro de molibdeno.

2.3.12-Definición del problema.

De acuerdo con los diferentes aspectos analizados hasta el momento podemos asegurar que: el desgaste por deslizamiento constituye un proceso de fricción y por lo tanto debe ser analizado utilizando la mecánica del contacto entre dos cuerpos, considerándose como uno de los parámetros fundamentales el coeficiente de fricción.

Sin embargo, a toda escala desde un film delgado de unas pocas capas atómicas hasta un recubrimiento protector de varios milímetros, la presencia de un tercer cuerpo preexistente sobre las superficies en contacto o generado durante las primeras etapas del mismo juega un papel muy importante.

Por dicha razón resulta fundamental estudiar no sólo el desgaste de la superficie de interés, sino también la transferencia de film o partículas a la contraparte, así como la presensencia de debris, teniendo en cuenta entre otros aspectos: su composición química, estructura cristalina, dureza, dimensión media de partículas o fracción media de área recubierta.

La presencia de debris de mayor dureza que las superficies en contacto, da lugar al comienzo del desgaste abrasivo-adhesivo, convirtiendo al microvolumen de contacto en un verdadero molino de bolas.

La topografía de la superficie, la composición química y la microestructura deben ser evaluadas, entonces, antes y después del desgaste.

Recientemente se ha demostrado que en los debris formados en desgaste por deslizamiento de TiN contra Zafiro se forma Dióxido de Titanio, mientras que contra aceros se forman compuestos ternarios de Ti-Fe-O.[6]

En estudios realizados en la aleación ZA27 [32] y en polímeros [33], se ha comprobado, desgastando contra un acero al Mn, que no solo se incorpora Fe a los debris sino también Mn.

Un aspecto no claro todavía, es que ocurre cuando la dureza de una de las superficies en contacto es del orden de los 2000 Hv como en el caso del TiN, así como la incidencia del acabado del recubrimiento y la densidad de crestas desde el punto de vista de la mecánica del contacto en la resistencia al desgaste y por lo tanto en la falla muy temprana.

2.3.13- Análisis sistémico del desgaste.

Establecer una conexión entre la fricción y el desgaste es muy complejo debido a que intervienen muchos factores. Por eso la conveniencia de tratar dicho problema como un sistema:

Variables de entrada	Variables del proceso	Salida
Condiciones iniciales de los Materiales.	Cambios en Rugosidad.	Fuerza de Fricción.
Medio ambiente.	Cambios en las propiedades de la película.	
Carga.	Transferencia de calor.	
Velocidad.	Cambios en propiedades mecánicas.	
Temperatura.		Tasa de Desgaste.
Tiempo.	Cambios microestructurales	

Teniendo en consideración los aspectos anteriores se propone para el cumplimiento del objetivo propuesto la siguiente: Organización de tareas y técnicas experimentales.

2.3.14 - Organización de las tareas y técnicas experimentales.

1-Caracterización del sustrato.

- 1.1-Análisis de características y especificaciones del acero AISI-M2.
- 1.2-Tratamientos térmicos.
- 1.3- Caracterización microestructural.
- 1.4-Macrodureza.
- 1.5- Identificación de compuestos.
- 1.6-Medición de macro tensiones.

2-Recubrimiento por proceso PVD.

- 2.1-Análisis y puesta a punto de la técnica empleada.
- 2.2-Medición del espesor.
- 2.3-Medición de la adherencia.
- 2.4-Medición de la rugosidad.
- 2.5-Medición de la microdureza.

3-Caracterización del recubrimiento por método de Difracción de Rayos X.

- 3.1-Identificación de compuestos cristalinos.
- 3.2-Medición de Macro tensiones.

4-Ensayos de Desgaste.

- 4.1-Análisis y calibración de la máquina de ensayo de fricción y desgaste utilizada.
- 4.2-Caracterización de los ensayos realizados.

5-Análisis por técnicas de Microscopía electrónica.

- 5.1-Observación por SEM-EDAX de escara de desgaste y contraparte.
- 5.2-Análisis con Microsonda electrónica.
- 5.3- XPS.
- 5.3-Análisis de los desechos por TEM.

Capítulo 3: Descripción del equipamiento utilizado.

3.1- Reactor de plasma PVD.

Para realizar la deposición del recubrimiento de TiN, se utilizó un reactor de plasma de plateado iónico reactivo, con evaporador de arco catódico rotante, cuyas partes principales se ilustran en la Figura 3.1.

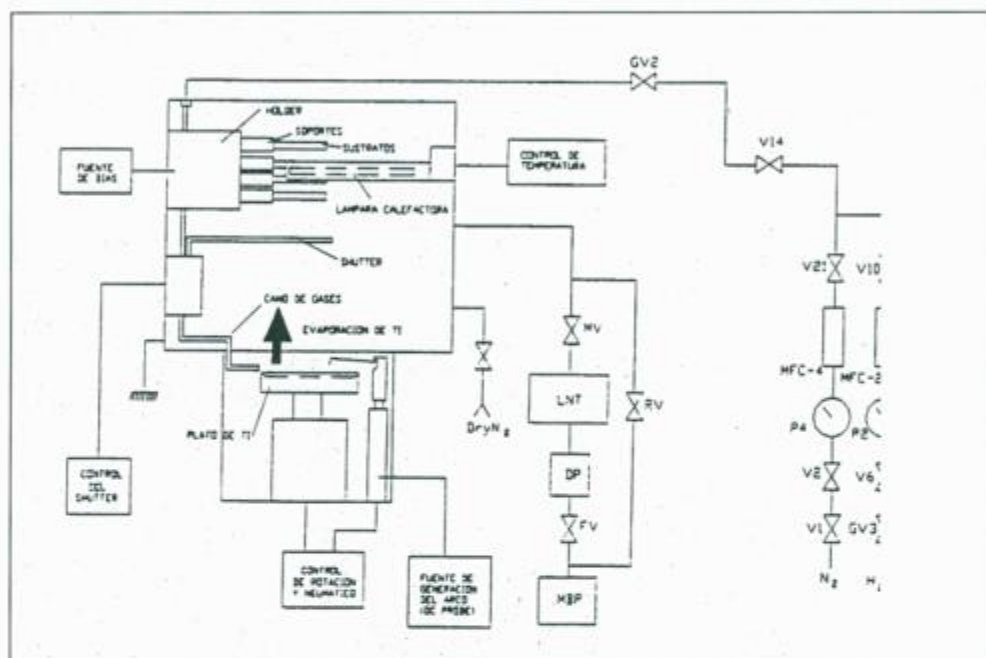


Figura 3.1: Reactor de Plasma PVD.

Como requerimientos más importantes para esta técnica, observamos que presenta:

- Un sistema de vacío con una cámara de acero inoxidable, bomba mecánica y una bomba difusora.
- Un sistema para el ingreso de los gases, tanto durante los procesos de limpieza como de deposición del recubrimiento, los cuales son el N_2 y el Ar, interviniendo fundamentalmente en esta etapa los caudalímetros (MFC) y las válvulas (V).
- Un sistema de evacuación del reactor, el cual garantiza la evacuación del mismo previo al comienzo del proceso, con la finalidad de eliminar vapores y especies contaminantes, con una presión inferior a 5×10^{-5} Torr. En dicha operación intervienen, bomba mecánica (MBP), bomba difusora, válvulas FV, RV y MV.

Una vez alcanzado dicho vacío, se apaga la bomba difusora la cual no se utiliza durante el proceso de deposición, pues la presión en el mismo es del orden de (10 - 40) mTorr y puede ser lograda mediante las bombas mecánicas.

En la práctica, con anterioridad a la habilitación de la línea de vacío de las bombas mecánicas, se purga la cámara de vacío del reactor dejando penetrar N_2 , hasta que la presión en la misma supere la presión de la línea de vacío de las bombas mecánicas, (aproximadamente un Torr), con lo que se evita la contaminación de la cámara con aceite de las bombas.

Posteriormente se evacua nuevamente la cámara hasta una presión inferior a 1×10^{-3} Torr, a partir de cuyo valor se inicia la deposición.

- Un sistema para la evaporación del blanco (Ti): El arco para producir la evaporación se establece sobre la base de una fuente de corriente continua, cuyo valor debe estar en el orden de 60 - 80 A, siendo el cátodo en este caso el Ti que se encuentra alojado en un crisol con posibilidad de movimiento rotatorio en el orden de 400 - 500 rpm, lo que permite discriminar en masa a las especies evaporadas, garantizando que partículas masivas o microgotas liberadas por el metal, experimenten una fuerza centrífuga mayor que la asociada a las especies atómicas del vapor y de esta manera las microgotas sean desviadas radialmente en su trayectoria hacia el sustrato, asegurando que solamente especies atómicas del vapor sean depositadas.

- Un sistema para la polarización del sustrato: Una descarga de corriente continua que se establece entre el evaporador y el sustrato que actúa como cátodo de dicha descarga, a partir de una tensión negativa aplicada por la Fuente de BIAS y cuyos valores deben estar en el orden de 200 - 400 V; permite atraer los iones hacia el sustrato, garantizando una buena intermixing con el recubrimiento.

Estabilizado el sistema, se abre el obturador (Shutter), dando inicio al proceso de deposición, siendo el tiempo una variable del sistema que debe ser fijado previamente. En general, para procesos PVD por arco, son cortos, menores a sesenta minutos, como resultado de la elevada velocidad de deposición.

Concluido el proceso de deposición, se cierra el obturador, se corta el potencial del sustrato, así como la corriente de arco, disminuyéndose a cero la rotación del cátodo, se retira el electrodo y se cierra la entrada de N_2 a la cámara.

Para el enfriamiento del sistema se le deja evacuando durante 30 minutos, se cierra la cámara con N_2 hasta presión atmosférica.

Para la deposición se utilizaron sustratos con la forma geométrica y dimensiones especificadas en la Figura 3.2.

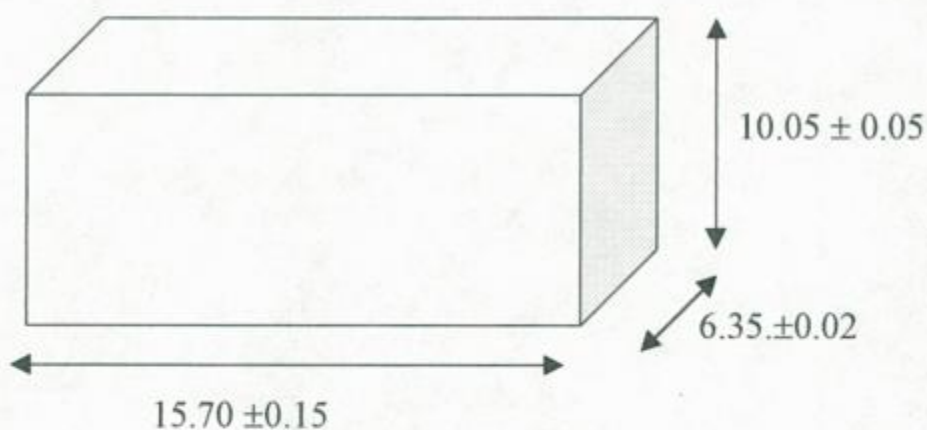


Figura 3.2: Dimensiones y forma geométrica de la probeta.

Los substratos fueron sometidos a pulido previo, desbaste grueso con papel de lija # 220, en una máquina rotativa de pulido, seguido de dos etapas intermedias y una final con papel de lija # 600. Otros especímenes fueron sometidos a pulido fino con paños afelpados y pasta de diamante de 7 y 1 micrón respectivamente, hasta alcanzar terminación especular. El proceso de pulido fue seguido de una limpieza química con solventes fuera del reactor, la cual fue ejecutada con acetona, en una cuba de ultrasonido durante un tiempo de 45 minutos.

Con la finalidad de optimizar la ejecución del proceso, fue diseñado y construido un soporte como el mostrado en la Figura 3.3, el cual permite la elaboración de hasta diez especímenes en condiciones óptimas de deposición.

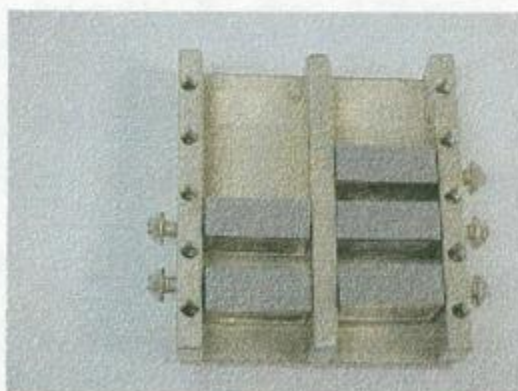


Figura 3.3: Soporte para probetas.

Dicho soporte conjuntamente con el conector al terminal de tensión del reactor Figura 3.4, fue sometido a limpieza química meticulosa con un solvente, acetona.



Figura 3.4: Conector al terminal de tensión.

Finalmente antes del inicio del proceso de deposición, se sometieron los sustratos nuevamente a un proceso de limpieza, mediante sputtering en una descarga de argón, durante un tiempo de treinta minutos.

3.2- Medición de la adherencia del recubrimiento.

La adherencia del recubrimiento al sustrato constituye una de las propiedades más importantes del mismo desde el punto de vista funcional al determinar su vida útil. Sin embargo es una de las propiedades menos entendidas debido a falta de métodos adecuados para medir cuantitativamente dicha magnitud, dificultándose entonces la verificación de modelos teóricos para su análisis.

Adherencia: Se define como la condición bajo la cual dos superficies están unidas por fuerza de valencia, anclajes mecánicos o ambos [34].

Esta definición se refiere a dicha propiedad al nivel de la interface entre las superficies del sustrato-recubrimiento. En la práctica se comportan como un sistema mecánico único que presenta deformaciones producidas por sollicitaciones externas. Dichas fallas pueden manifestarse tanto en el recubrimiento como en el sustrato y son del tipo adhesivo o cohesivo.

Distintos tipos de métodos de medición de la adherencia se han desarrollado, descritos en [16; 34; 35; 36; 37;38]. En el caso particular de los recubrimientos

duros es utilizado el de indentación y el de rayado (Scratch Test), tal como muestra la Figura 3.5 [39], en el último caso, se utiliza una punta dura generalmente de diamante, la cual desliza sobre el recubrimiento con velocidad constante, al mismo tiempo que aumenta la fuerza que dicha punta ejerce sobre la película. Este incremento de fuerza aplicada produce una deformación elasto-plástica creciente del conjunto recubrimiento-substrato, que genera tensiones en el mismo. La fuerza de carga para la cual se produce la falla, que puede ser cohesiva/adhesiva, se denomina carga crítica de adherencia L_c .

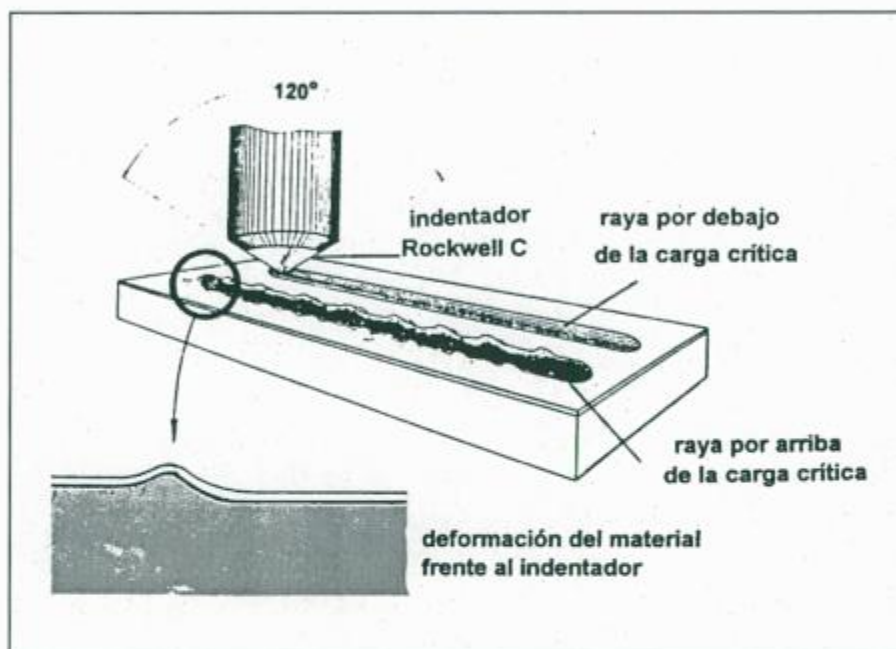


Figura 3.5: Prueba de rayado (Scratch Test).

La determinación de la carga crítica de adherencia puede realizarse por medios ópticos o por emisión acústica.

A los efectos de la determinación de L_c por el primero de los medios, se adopta el siguiente criterio: tomar como tal a la correspondiente a la primera falla adhesiva o cohesiva observada en el recubrimiento, con pérdida parcial del mismo, a partir de la observación con un microscopio óptico con magnificación de 400x. En estas condiciones se determina la longitud del trazo hasta la primera falla observada y conociendo la velocidad de incremento de la carga aplicada, se determina el valor de L_c .

El proceso de rayado es acompañado por las señales de emisión acústica. Ondas acústicas resultantes del daño se registran utilizando un detector de emisión acústica sintonizado a una frecuencia de 100 kHz. La señal resultante da valores de la raíz cuadrática de la onda de emisión acústica y es registrada,

junto con la señal de la fuerza aplicada. Al producirse la falla de adherencia del recubrimiento, la señal acústica muestra un súbito cambio que incluye oscilaciones de alta frecuencia. La fuerza para la cual se produce este cambio en dicha señal, se identifica con la carga crítica de adherencia.

La Figura 3.6, muestra al equipo de rayado modelo CSEM REVESTTEST, el cual fue utilizado para realizar las mediciones correspondientes y cuyas especificaciones técnicas fundamentales son las siguientes:

- Punta de diamante Rockwell C de 0.2 mm de radio.
- Velocidad de la mesa de traslación, para traslación del substrato bajo la punta de indentación: 4 a 40 mm/min.
- Carga aplicada al recubrimiento y que varia linealmente con el tiempo: 0 a 200N.
- Velocidad de carga ajustable: 40 a 400 N/ min.



Figura 3.6: Equipo para medición de adherencia.

3.3- Medición del espesor del recubrimiento.

Para la medición de este parámetro se utilizó el fenómeno de abrasión esférica, mediante el cual es desgastada la superficie del recubrimiento con una esfera de diámetro conocido impregnada en pasta de pulido diamante de 1μ , a partir de lo cual una vez que se ha llegado a la superficie del substrato, quedan delimitadas dos circunferencias, la del recubrimiento y la del substrato.

Midiendo dichos radios y conociendo el de la esfera de pulido, puede calcularse el espesor del recubrimiento sobre la base de consideraciones trigonométricas, de acuerdo con la fórmula indicada en la Figura 3.7.

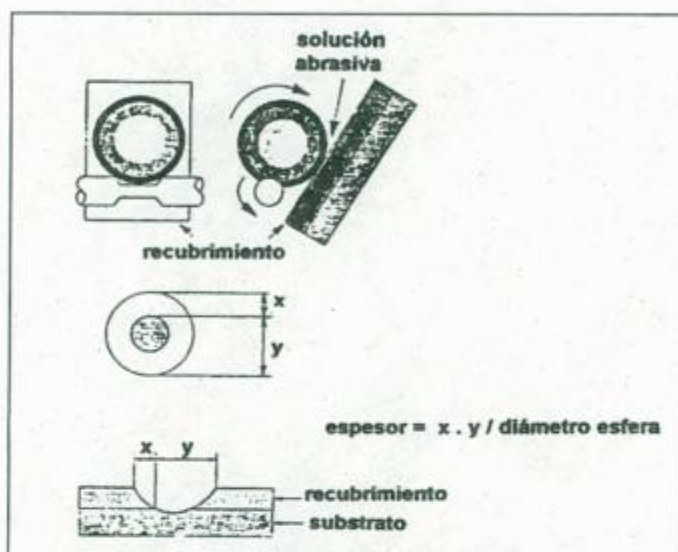


Figura 3.7: Medición del espesor

Por otro lado, en la Figura 3.8 se muestra el equipo CSEM CALOTEST, el cual fue empleado para dichas mediciones.

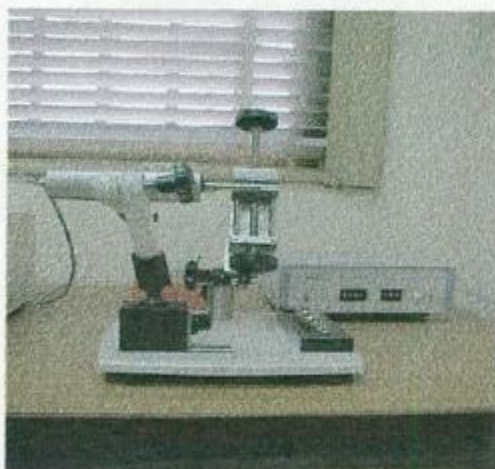


Figura 3.8: Equipo para la medición del espesor.

3.4- Medición de microdureza del recubrimiento.

Fue utilizado el microdurometro Vickers modelo MVK-H200, mostrado en la Figura 3.9, el cual posee una plataforma de indentación que permite colocar el sustrato con el recubrimiento hacia arriba, debajo de una torreta que contiene lentes de observación y objetivos para enfocar la imagen que puede ser

observada en un monitor de vídeo, para seleccionar la zona donde se realizará la impronta.



Figura 3.9: Microdurometro Vickers.

En dicho monitor aparece una cruz que se posiciona en el punto deseado, utilizando los ajustes de la mesa de coordenadas x-y. Aparecen además barras de medición, que llevadas a los extremos de las diagonales de la impronta con un tornillo de ajuste, permiten determinar las dimensiones de las mismas, así como el valor de la dureza, el cual aparece automáticamente en un indicador digital.

Durante la medición de la dureza, la indentación tiene un efecto perturbador sobre el recubrimiento y material del substrato, que se extiende hasta profundidades del orden de diez veces la profundidad de la impronta [39].

En el caso de indentación Vickers la profundidad de la impronta puede calcularse aproximadamente como $\delta = d/7$, donde d representa a la diagonal de la misma. La profundidad total afectada por la impronta es del orden de $1.4d$, lo que significa que a menos que el espesor del recubrimiento sea mayor a $1.4d$, la medida de la dureza estará afectada por propiedades de dureza del substrato.

Una de las vías para reducir dicho efecto, es disminuir la carga aplicada, de manera de reducir la dimensión de la impronta, satisfaciendo la condición de no perturbación. El límite de reducción depende de la posibilidad de observar claramente la impronta y poder medir sus dimensiones.

3.5- Medición de la rugosidad del recubrimiento.

Para dicha medición fue empleado el Rugosímetro electrodinámico mostrado en la Figura 3.10, destinado al examen de superficies.



Figura 3.10: Rugosímetro Electrodinámico.

Características técnicas fundamentales del Rugosímetro SURFEST SV-400

- Rango de medición y lectura mínima.

Rango de medición (μ) :	600	80	8
Resolución (μ) :	0.1	0.01	0.01

- Velocidad de medición (mm/s): 0.1; 0.5; 1.0

3.6- Difracción de Rayos X.

Constituye una de las técnicas no destructivas con una utilización suficientemente efectiva en el análisis de materiales que han sido procesados superficialmente, permitiendo dentro de otros aspectos los siguientes: Identificación de fases presentes, medición de macrotensiones, así como de orientaciones cristalinas preferenciales [40].

En esencia se realizaron mediciones de tensiones residuales y la identificación de compuestos en muestras sin recubrir, así como especímenes recubiertos con TiN.

Las tensiones residuales se determinan a partir del cálculo de la pendiente m de la recta obtenida por la ley del $\sin^2 \psi$ a partir de la expresión:

$$\sigma = -m \cdot k$$

$$\text{Siendo: } k = \pi \cotg \theta / 360 \cdot (S_2 / 2)$$

Empleando un equipo portátil RIGAKU-STRAINFLEX PSF, el cual emplea geometría de haces paralelos, permitiendo disminuir el error en la determinación del ángulo de difracción introducido por posicionamiento de la muestra.

Debido a que el espesor de capa del recubrimiento no permite con el equipo medir tensiones en el mismo, como resultado de la baja intensidad de los picos de difracción. Se refieren las medidas a la fase mayoritaria del substrato el Fe α , mediante el plano difractante {211} con el ángulo 2θ igual a 156° . La tensión en el recubrimiento constituye la diferencia observada en primera estimación entre las tensiones medidas en la muestra antes y después de realizada la deposición.

Se utilizó radiación Cr K_α ($\lambda = 2.229100 \text{ \AA}$), con filtro de Vanadio, con la finalidad de obtener radiación monocromática o sea eliminar la longitud de onda correspondiente a la línea K_β . La tensión de operación para el tubo de rayos x, es fijada en 30 kV. y la corriente es variable hasta 10 mA.

El equipo tiene la posibilidad de realizar un barrido angular en 2θ desde 140° - 170° . Los ángulos Ψ de medida pueden variarse entre 0 y 30 grados y el registro de la intensidad difractada se realiza por pasos en 2θ , con tiempo de conteo variable. El control del equipo y procesamiento de datos es efectuado por medio de un programa a través de una PC.

Para la obtención de la intensidad difractada versus ángulo de difracción 2θ , se utilizó un difractómetro Philips PW 1810. La radiación empleada en este caso fue Cu K_α ($\lambda = 1.541838 \text{ \AA}$), filtrada con monocromador. Se realiza el barrido para ángulos de difracción 2θ entre 20 y 120 grados.

La tensión y corriente del tubo de rayos X se fijan en 40 kV. y 20 mA. Las intensidades se registran durante un segundo a intervalos de 0.02 grados en 2θ .

Con estas condiciones fueron obtenidos los diagramas de difracción. La posición angular de los picos esta relacionada a través de la Ley de Bragg con los espaciados interplanares característicos de cada fase. El equipo posee un soft que realiza de forma automática los cálculos, obteniéndose listados de espaciados e intensidades. La identificación de fases cristalinas presentes en la muestra se realiza de forma automática por un soft de búsqueda en la base de datos almacenados en una unidad de CD-ROM.

3.7-Máquina de desgaste.

Los ensayos de desgaste fueron realizados en una máquina para fricción y desgaste DOW CORNING modelo (LFW-1), del tipo block on - ring.

En la misma las experiencias pueden realizarse con varios tipos de lubricantes: Líquidos, gases atmosféricos y temperatura hasta 200°C . La velocidad de rotación y la carga también pueden ser variadas de manera de simular las condiciones de servicio.

La Figura 3.11 muestra un esquema de las partes fundamentales de la máquina. El bloque a examinar es cargado contra un anillo que rota a determinada velocidad y número de revoluciones, la fuerza de fricción es medida constantemente, mediante una celda de carga y sus valores registrados y procesados en el tiempo, mediante el software de una PC. Dichos datos, conjuntamente con el de fuerza normal aplicado, permiten el cálculo del coeficiente de fricción.

ESQUEMA DE MAQUINA: DOW CORNING, MODELO LFW1

NORMAS ASTM D 2714-68 Y G77-97

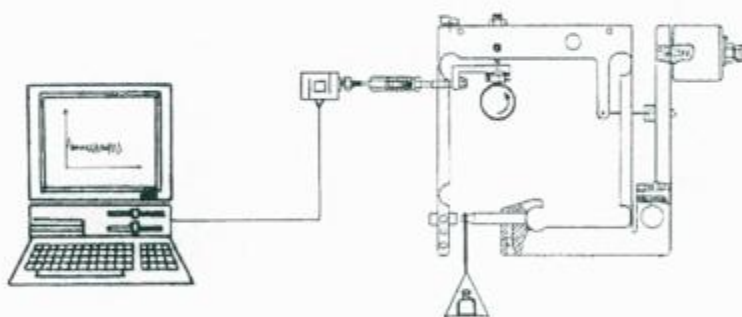


Figura 3.11: Máquina de desgaste.

El volumen de la escara de desgaste del bloque puede ser calculado entonces a partir del ancho de la escara del mismo. Así como el volumen desgastado del anillo, a partir de la pérdida en peso de dicho elemento.

3.8- Medición del ancho y profundidad de la escara.

A los efectos de medición del ancho de la escara en el bloque fue empleado el pequeño Escleroscopio Durimet, mostrado por la Figura 3.12. El mismo posee una platina de medición para la colocación de las muestras, con husillos que poseen márgenes de medición de hasta 25 mm, para los desplazamientos en los

ejes x-y, además un ocular para mediciones de precisión, con una raya reticular en posición vertical que puede ser ubicada en un conjunto de crestas o valles tomadas como referencia a la entrada y salida de la escara respectivamente, durante el proceso de verificación.



Figura 3.12: Escleroscopio Durimet.

Debido a las posibilidades técnicas del Rugosímetro Electrodinámico SURFEST SV-400. El cual fue descrito en el epígrafe 3.5, de poder ser utilizado como perfilómetro y perfilógrafo, se aprovechó esta última para verificar también el ancho de la escara, así como la profundidad de la misma.

3.9- Microscopía electrónica de barrido.

En las experiencias correspondientes se trabaja con el Microscopio electrónico Phillips PSEM 500, el cual permite la observación y análisis de todo tipo de superficies. Las imágenes son obtenidas mediante un sistema óptico-electrónico y posteriormente visualizadas en la pantalla de un tubo de rayos catódicos a partir de las señales amplificadas provenientes de un detector y obtenidas como resultado de la incidencia de un haz de electrones sobre la superficie a analizar y la emisión de electrones secundarios. Requisito indispensable para la observación de la muestra es hacerla conductora, por lo

que en todos los casos se requirió de un metalizado previo el cual fue realizado con oro. El margen posible de aumento de este equipo varía desde 12 a 50000 x.

Con dicha técnica se efectuó la observación de la estructura de granos del recubrimiento, para lo cual se practicaron entallas a la muestra con disco de corte adiamantado, se le enfrió en nitrógeno líquido ($T = -195.8^{\circ}\text{C}$) por debajo de la temperatura de transición dúctil-frágil, fracturándose posteriormente con un golpe. De esta manera la fractura producida es del tipo frágil, debido a que el material no se deforma, pudiéndose observar sin distorsión la sección transversal del mismo.

Otros análisis importantes que permitió realizar esta técnica fueron los relacionados con la caracterización de las zonas desgastadas de forma cualitativa, así como semicuantitativa con el auxilio de la espectroscopia por dispersión de rayos x, obteniéndose de esta manera los espectros correspondientes.

3.10- Microsonda electrónica.

Una Microsonda CAMECA-SX50, con una corriente de haz de 10 o 20nA a una tensión de aceleración de 20 Kv. y radiaciones de $\text{NK}\alpha$, $\text{TiK}\alpha$ y $\text{FeK}\alpha$, fue empleada para realizar las experiencias relacionadas con la distribución de dichos elementos en dirección perpendicular a la superficie del recubrimiento. Este tipo de microanálisis permite la obtención y análisis de la radiación X característica de elementos presentes en el microvolumen de aproximadamente un micrón cúbico, con el cual interacciona el haz de electrones.

Además de los perfiles cualitativos de los elementos de interés, se realizaron análisis cuantitativos. Por dicha razón no se efectuó el metalizado de los especímenes, pero además para obtener buenos resultados en las mediciones de composición, se realizó la preparación de superficies de las muestras, con un desbaste inicial hasta papel # 600, concluyendo con pulido con paños y pasta de diamante de 1 y 7 micrones.

3.11- Espectrometría de fotoelectrones generados por Rayos X.

Esta técnica de análisis de superficies, permite determinar el estado de combinación química de los elementos de la superficie de la muestra, sobre la cual se hace incidir el haz de fotones monoenergéticos de rayos X, de energía conocida, que son absorbidos perdiendo su energía en el proceso de fotoemisión; esto es parte de esta energía es gastada en arrancar electrones desde los distintos niveles atómicos y el resto cedida como energía cinética a dichos electrones.

Conocida la energía de fotones incidentes, se puede medir la energía cinética de los electrones y calcular la energía de enlace que poseían estos últimos cuando estaban ligados al núcleo del átomo, por un simple balance energético.

Como dicha energía de enlace de los electrones es característica tanto para cada elemento puro como, como para los compuestos, se puede determinar la composición de la superficie en estudio.

El equipo utilizado fue el espectrómetro de electrones ESCA 3 MARK 2 de VG, el cual posee dos cámaras que funcionan en ultra alto vacío, aproximadamente ($5 \cdot 10^{-10}$ Torr). Las energías se calibraron tomando el pico del Au 4f 7/2 en 84 eV con respecto al nivel de Fermi. Se utilizó un cañón de iones de argón para remover controladamente las capas superficiales.

Fueron ejecutadas las experiencias tanto en la superficie correspondiente a la huella del contacto de la contraparte con el bloque.

3.12- Microscopía electrónica de transmisión.

El microscopio electrónico de transmisión Phillips CM 200, fue utilizado para realizar las experiencias correspondientes. El mismo posee un sistema óptico-electrónico el cual permite obtener y visualizar las imágenes en una pantalla de observación.

Mediante la apertura de objetivo se pueden eliminar los haces difractados, dejando pasar solamente el haz transmitido a través de la muestra para obtener de esta manera la denominada imagen de campo claro o también podemos seleccionar uno de los haces difractados obteniéndose de esta manera la imagen de campo oscuro. Ambas formas de operación a pesara de sus diferencias, nos van a permitir obtener información acerca de la estructura del material.

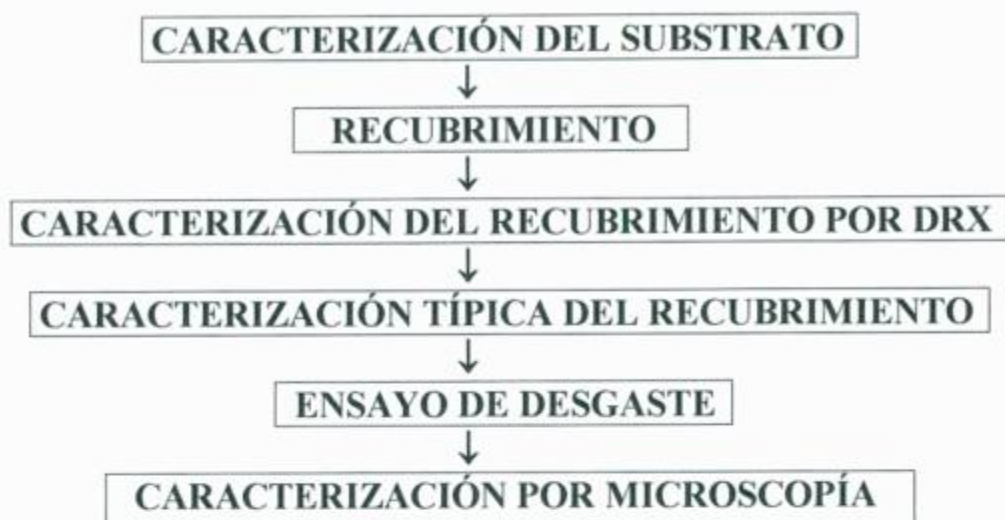
En este equipo las variaciones de potencia en la lente intermedia son las que hacen aparecer en la pantalla final la imagen electrónica de la muestra, o el diagrama de difracción, este último resulta de importancia para obtener información en relación con la estructura; en ambos casos mencionados la trayectoria de los electrones hasta dicha lente va a resultar la misma.

El empleo de esta técnica permitió el análisis de los debris que fueron obtenidos durante el proceso de desgaste, los cuales fueron recolectados, para su colocación en las grillas de Cu normalizadas para los portamuestras del microscopio, por medio de la limpieza inicialmente con acetona, en cuba de ultrasonido y posteriormente con alcohol, tanto la probeta como la contraparte es decir el anillo.

Fueron obtenidas las imágenes correspondientes de dichos debris, los diagramas de difracción, así como información relacionada con la composición de los mismos, este último mediante el auxilio del análisis dispersivo en energía de rayos x..

3.13- Ruta crítica para ejecución de las tareas.

Para optimizar la ejecución de las tareas y técnicas experimentales se elaboró y llevó a cabo el siguiente flujo de trabajo:



COMISION NACIONAL DE ENERGIA ATOMICA
CENTRO DE INFORMACION C.A.C.

Capítulo 4: Experiencias realizadas sobre acero TIPO AISI-O1.

Breve descripción de ensayos y resultados obtenidos con el acero para herramientas tipo AISI- O1.

Antes de realizar los ensayos correspondientes al acero para herramientas tipo AISI-M2, se ejecutaron ensayos sobre un lote de muestras de acero tipo AISI-O1, otro tipo de acero para herramientas que por Normas [41], es recomendado para realizar la calibración de la Máquina de ensayos de Fricción y Desgaste empleada en el desarrollo del presente trabajo, permitiendo al mismo tiempo realizar el ajuste del resto de diferentes técnicas que posteriormente también fueron utilizadas.

4.1-Composición química, clasificación y aplicaciones.

El acero AISI-O1, esta clasificado dentro de los empleados para trabajo en frío, templable en aceite, con aplicaciones en herramientas y piezas que requieren una buena resistencia mecánica y estabilidad dimensional.

Su composición química acorde con las normas AISI, SAE y UNS debe ser la siguiente:

Tabla 4.1: Composición química del acero tipo AISI- O1

Composición	C	Mn	Si	Cr	Ni	Mo	W	V	Co
%	0.85-1.0	1.0-1.4	0.5	0.4-0.6	0.3	-	0.4-0.6	0.3	-

4.2- Preparación de las muestras.

Fueron utilizadas seis muestras en total, con tratamientos térmicos previo y dureza aproximada de 57.5 HRc, divididas en dos grupos realizándoseles diferente preparación superficial.

Tabla 4.2: Preparación superficial de las muestras AISI-O1.

GRUPO	IDENTIFICACIÓN			PREPARACIÓN
1	6/5	6/6	6/7	Papel 600
2	6/4	6/8	6/9	Ataque Electrolítico

4.3-Medición de macrotensiones

Posterior a dicha preparación superficial se realizó la medición de las macrotensiones. Los resultados se presentan en la tabla 4.3.

En la misma se observan las columnas de tensiones transversales y longitudinales a los surcos de abrasión de la terminación de la superficie con papeles de carburo de silicio número 600 y pulido electrolítico. Los valores negativos corresponden a tensiones de compresión y los positivos de tracción.

Tabla 4.3: Medición de Macrotensiones.

No de Muestra	Dirección de medición	
	TRANSVERSAL	LONGITUDINAL
6/5	$\sigma = 1.6 \pm 9.0 \text{ MPa}$	$\sigma = 83 \pm 10.0 \text{ MPa}$
6/6	$\sigma = -46 \pm 8.0 \text{ MPa}$	$\sigma = 65.5 \pm 4.0 \text{ Mpa}$
6/7	$\sigma = 87 \pm 9.0 \text{ MPa}$	$\sigma = 141.0 \pm 3.0 \text{ Mpa}$
6/4	$\sigma = 273 \pm 8.0 \text{ Mpa}$	$\sigma = 329.8 \pm 9.0 \text{ Mpa}$
6/8	$\sigma = 372 \pm 9.0 \text{ Mpa}$	$\sigma = 436.0 \pm 12.0 \text{ Mpa}$
6/9	$\sigma = 397.8 \pm 6.0 \text{ MPa}$	$\sigma = 496.8 \pm 10.0 \text{ Mpa}$

Con posterioridad fueron sometidas al proceso de recubrimiento, para lo cual se utilizaron las condiciones descritas a continuación, con la finalidad de depositar una intercapa de Ti de espesor inferior a un micrón, así como un recubrimiento de TiN de aproximadamente tres micrones.

4.4- Proceso de deposición de TiN por PVD.

Deposición de intercapa de Ti:

- Presión inicial de cámara..... $< 3 \times 10^{-3} \text{ Torr}$
- Caudal de Argón $1 \text{ cm}^3/\text{min}$
- Corriente de Arco..... 80 A
- Tensión de BIAS.....-500V
- Tiempo..... 3 min
- Espesor aproximado..... $< 0.3 \mu$

Deposición de Recubrimiento de TiN:

- Presión de trabajo de la cámara..... $3 \times 10^{-2} \text{ Torr}$
- Caudal de Nitrógeno..... $40 \text{ cm}^3/\text{min}$
- Corriente de arco..... 80 A
- Tensión de BIAS.....-300 V
- Distancia Substrato cátodo..... 19 cm
- Velocidad de rotación del cátodo..... 400 rpm
- Tiempo.....17 min

Debe destacarse que el proceso de deposición fue ejecutado con el auxilio del soporte de la Figura 3.3 del Capítulo 3, el cual permite realizar el depósito sobre un total de hasta diez muestras simultáneamente.

4.5- Caracterización del recubrimiento.

Con dicha finalidad fueron utilizados los métodos, así como diferentes técnicas que fueron descritas en el capítulo 3, con las condiciones y parámetros que se especificaran en cada uno de los casos.

4.5.1- Medición de las propiedades mecánicas del recubrimiento.

En la Tabla 4.4 se muestran los valores de cada una de las propiedades del recubrimiento que fueron medidas, esto es: El espesor, la carga crítica de adherencia, la rugosidad superficial obtenida y la microdureza.

Tabla 4.4: Propiedades del Recubrimiento

No de Muestras	Espesor (μ)	Adherencia Lc (N)	Rugosidad Ra (μ)	Microdureza HV (50)
6/4	2.77	-	-	1112
6/5	2.80	20.63	0.39	-
6/6	2.87	22.13	0.41	972.1
6/7	-	-	-	-
6/8	2.83	-	-	-
Promedios	2.81	21.38	0.4	1042.5

4.5.1.1- Medición del espesor.

Las muestras inicialmente fueron desengrasadas con un solvente (Isopropanol) y posteriormente ensayadas con las siguientes condiciones:

- Diámetro de la esfera: 25.4 mm
- Velocidad de giro del eje del motor: 200 rpm
- Solución abrasiva de diamante de un micrón
- Tiempo de desgaste: 1 min

4.5.1.2 - Medición de la adherencia.

De acuerdo con lo explicado en 3.2, a un total de cuatro muestras se les realizó la medición del valor de la carga crítica, utilizando el método óptico. La Figura 4.1 muestra la huella provocada por el indentador de diamante Rockwell C, en la que podemos observar la falla del recubrimiento, con respecto a la cual se mide la longitud del trazo que de conjunto con el valor de la velocidad de

incremento de la carga aplicada, son utilizados para calcular la carga crítica de adherencia del depósito

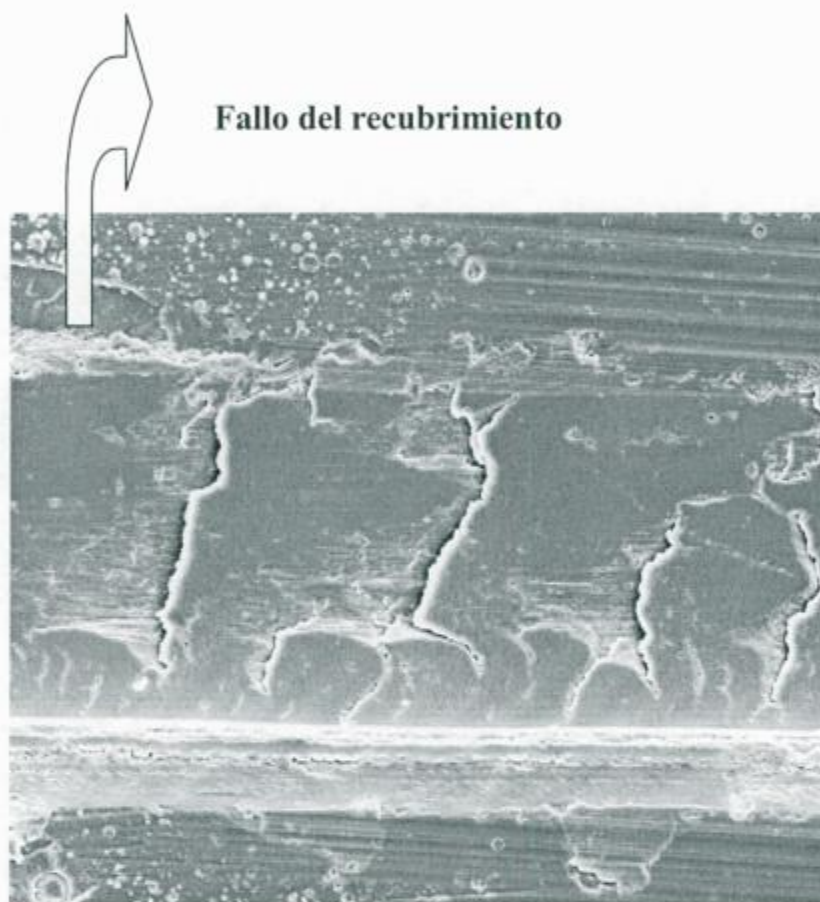


Figura 4.1: Huella del identador

Diferentes parámetros para la medición:

- Radio de la punta del identador: 0.2 mm
- Velocidad de traslación de la mesa: 10 mm/min
- Carga aplicada al recubrimiento: 80 N
- Velocidad de carga ajustable: 100 N/min

4.5.1.3 - Medición de la rugosidad.

La verificación del acabado superficial del recubrimiento se realizó con las siguientes condiciones de ajuste del perfilómetro.

- Longitud de la línea de referencia L: 0.8mm
- Velocidad de Medición V: 0.5 mm/s

4.5.1.4 - Medición de la microdureza.

Los valores de microdureza fueron medidos con cargas de 50 g , valor hasta el cual se disminuyó con la finalidad de disminuir la dimensión de la impronta para satisfacer la condición de no perturbación y al mismo tiempo que fuera visible. Dichos valores están influenciados por la dureza del sustrato, una vez que la profundidad de la impronta superó la décima parte del espesor del recubrimiento.

4.5.2- Análisis de composición con Microsonda electrónica.

Las figuras 4.2; 4.3; 4.4, corresponden a los perfiles de Fe, Ti y N los cuales fueron obtenidos durante el análisis de composición por medio de la Microsonda electrónica, realizado en el corte transversal de la muestra. En los mismos observamos: en la parte superior los números de cuenta que fueron detectados para cada elemento, en la parte inferior los valores de la tensión del haz de electrones utilizado y la magnificación para cada caso.

En la tabla 4.5 se describen los tiempos y longitudes de barrido que fueron utilizados para cada uno de los elementos que fueron analizados

Tabla 4.5: Tiempos y longitudes de barrido.

Elementos.	Tiempo de Barrido (s).	Longitud de Barrido (μ)
Fe	40	60
Ti	40	80
N	120	80

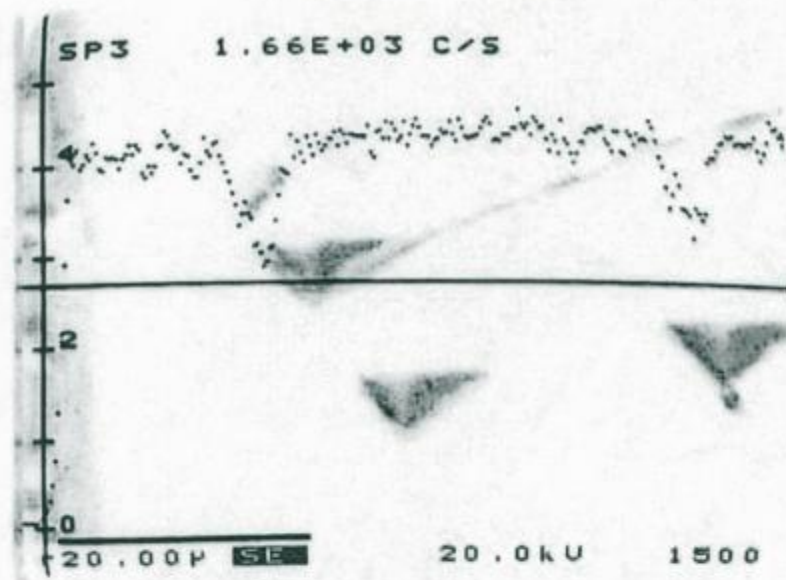


Figura 4.2: Perfil de concentración de Fe.

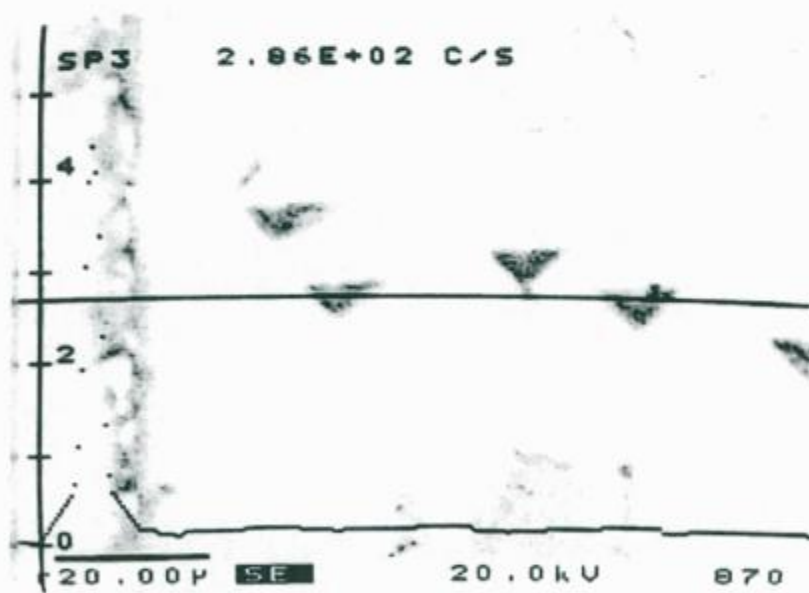


Figura 4.3: Perfil de concentración de Ti.

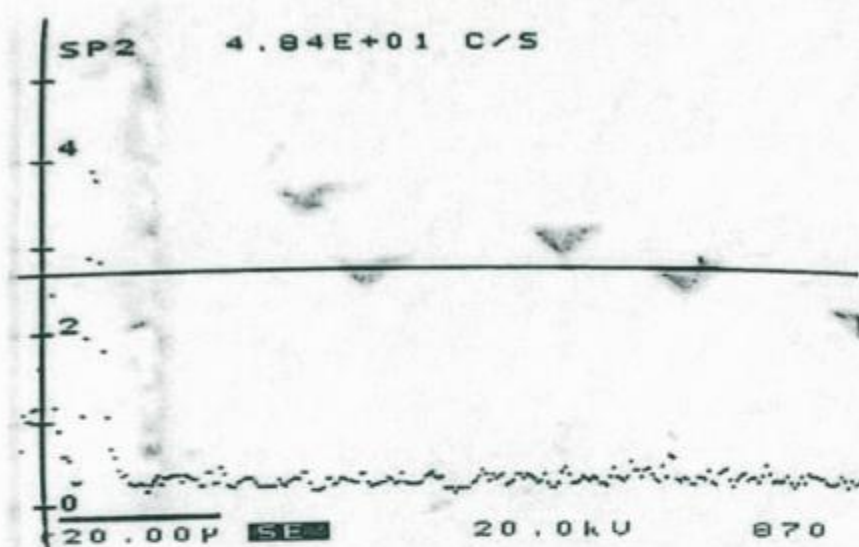


Figura 4.4: Perfil de concentración de N.

4.5.3- Medición de macrotensiones posterior al recubrimiento.

En la Tabla 4.6 se observan los valores de las tensiones residuales promedio que fueron medidos posterior al recubrimiento, así como el parámetro de red, se utilizó para ello la técnica de DRX y las condiciones descritas en 3.6.

Tabla 4.6: Tensiones residuales.

Muestra	Tensiones residuales σ (GPa).	Parámetro de red, a ($\text{\AA}$).
O1 + TiN	-5.85	4.2715

4.5.4- Ensayo de Desgaste.

Las condiciones con las cuales se realizaron dichos ensayos fueron las siguientes:

- Velocidad lineal: 21.960 m/min
- Lubricación pasiva: Aceite mineral SSU-340.
- Carga real: 27.2 kg
- Tiempo: 0.5 h

Con posterioridad a los mismos se realizaron las caracterizaciones correspondientes.

4.5.4.1- Caracterización del desgaste.

- Medición del ancho y profundidad de la escara.

Ambos parámetros fueron verificados por mediciones indirectas. Caso particular del ancho se utilizó dos técnicas, medición por Microscopía auxiliándonos con el Escleroscopio tal como se describió en el capítulo # 3 y con el empleo del Perfilómetro, mientras que la profundidad sólo fue medida con el auxilio de éste último.

La tabla 4.7 muestra dichos resultados, tanto para el acero AISI - O1 sin recubrir, como recubierto. De la misma manera en la Figura 4.5 se observa el perfil evaluado en proximidades y sobre la superficie de la escara de desgaste por medio del Rugosímetro electrodinámico, así como algunas de las condiciones de la medición, como son: Longitud de la línea de referencia, (L); Total de veces que se ejecuta la verificación en dicha longitud de referencia, (N); Parámetros de verificación, (Ry); (Rt), así como la escala con la cual fue obtenido el gráfico del perfil en el caso particular de la muestra recubierta. Debe destacarse que por esta vía fueron medidos los anchos de escara siguientes: Ancho de escara máximo, esto es teniendo en consideración los efectos de acumulación de material en las zonas de entrada y salida de la escara y el Ancho simétrico, esto es sin considerar dicho efecto, al tener en cuenta la simetría en altura de sus puntos tanto, a la entrada como a la salida de la misma.

Tabla 4.7: Resultados de medición del ancho y profundidad de la escara.

TIPO DE MUESTRAS			AISI-01	AISI-O1 +TiN
Ancho máximo de escara.	T É C N I C A S	PERFILÓMETRO	-	0.43 mm.
Ancho simétrico de escara.			-	0.36 mm.
Profundidad de escara.			-	0.56 μ
Ancho de escara.		MICROSCOPIA	1.52 mm.	0.35 mm.
Profundidad de escara.			1.19 μ .	-

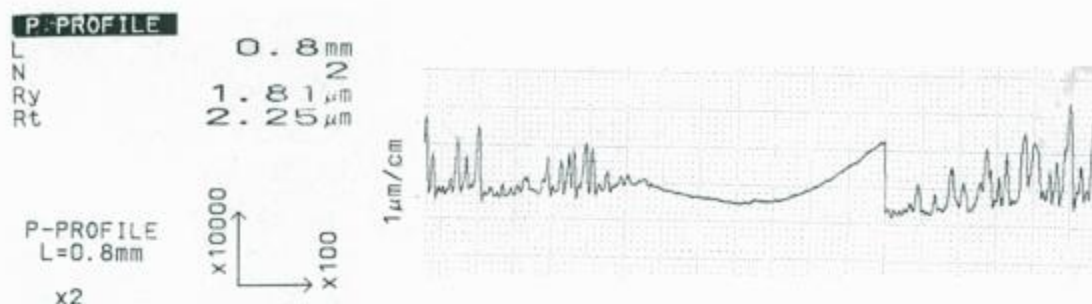


Figura 4.5: Medición de ancho y profundidad de la escara por técnicas de Perfilometría.

- Coeficiente de Fricción.

Con los valores de Fuerza de Fricción medidos con las condiciones de ensayos especificadas en 4.5.4 y con el valor de carga normal aplicado, se obtiene para las muestras AISI-O1+TiN, el correspondiente Coeficiente de Fricción. Los respectivos valores de dicho parámetro fueron graficados vs tiempo en unidades arbitrarias en un Gráfico como el mostrado en la Figura 4.6.

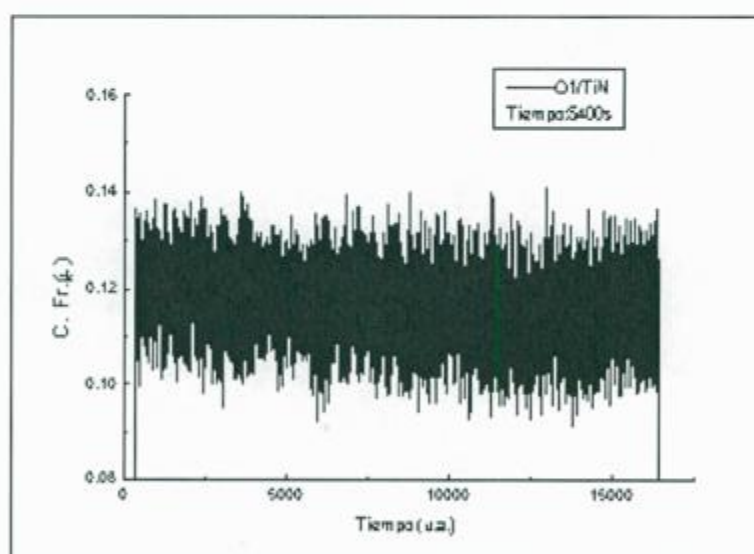


Figura 4.6: Coeficiente de fricción.

- Observación por SEM de la superficie del recubrimiento.

La observación por SEM, muestra que dicha superficie se caracteriza por su rugosidad y topografía. Destacándose en ella las crestas de acreción del TiN, producidas por el método de deposición, así como las cúpulas de las ampollas de Ti que solidifican sobre el cerámico. Figura 4.7



Figura 4.7: Superficie del recubrimiento

- Observación por SEM de la zona desgastada.

Se realizó también, con el auxilio de ésta técnica el análisis de la topografía y morfología de la superficie en la zona desgastada, observándose cuales son las principales formas de fallas que se manifestaron y que son mostradas por las Figura 4.8, modo de falla en las cúpulas de ampollas de Ti, Figura 4.9, Deformación plástica y surcado.



Figura 4.8: Micrografía SEM. Modos de fallas en cúpulas de ampollas de Ti, $M=10000X$.

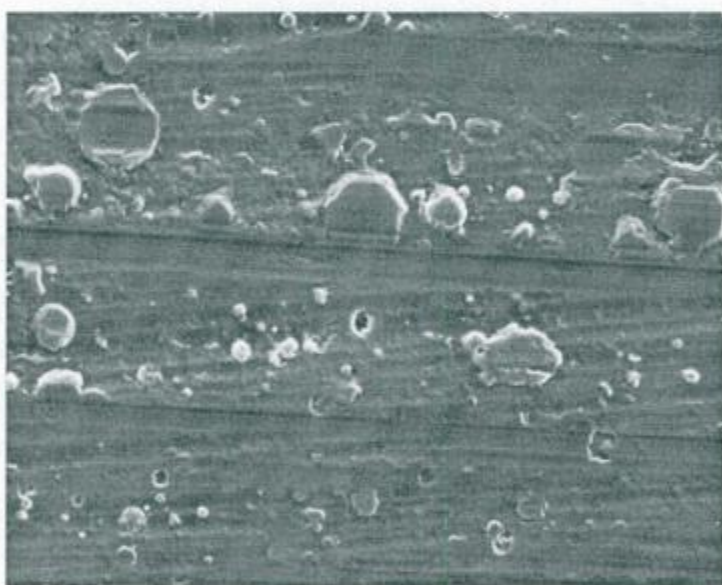


Figura 4.9: Micrografía SEM. Deformación plástica y surcado. $M=2000X$

Como se explicara al comienzo de este capítulo las experiencias con este acero tienen como objetivo fundamental el ajuste y afinado de las técnicas fundamentales que serán empleadas además durante las diferentes experiencias

con el acero AISI-M2, objeto de estudio. Por lo tanto resulta importante entonces realizar un análisis al menos de los resultados fundamentales.

4.6 - Análisis preliminar de los principales resultados obtenidos en el acero AISI-O1.

El primer resultado importante que debe ser considerado es el relacionado con las tensiones residuales, tal como se observa en la Tabla 4.3, en la generalidad de los casos se manifestaron tensiones de tracción, aspecto no beneficioso considerando que sobre dichas superficies realizaremos el depósito de TiN. Dichas tensiones son atribuidas al hecho de que las muestras durante el proceso de elaboración con la finalidad de obtener sus dimensiones finales fueron sometidas a rectificado, posterior al tratamiento térmico. Se destaca además que los mayores valores se corresponden con el conjunto de muestras que fueron sometidas a pulido electrolítico, esto debido a que dicho proceso es capaz de eliminar las capas de deformación del papel #600 el cual introduce valores de tensiones menores y que pudieran llegar incluso a ser de compresión tal como se observa en la muestra 6/6.

Otro aspecto importante se relaciona con las propiedades del recubrimiento. De acuerdo con los resultados especificados en la Tabla 4.4, puede afirmarse que no existe dispersión en cuanto a las propiedades del recubrimiento que fueron medidas con independencia del tratamiento previo superficial de las muestras. Tampoco influyó la posición de ubicación de las mismas en el dispositivo empleado para la realización del depósito. Aún cuando en el caso de la muestra 6/9 el valor de la carga crítica de adherencia resultó inferior a las restantes, lo cual se atribuye al proceso de pulido electrolítico, dicha diferencia al ser comparada con el resto de los resultados es menor que un 10%.

Por último en cuanto a los resultados del Coeficiente de Fricción obtenidos, Figura 4.6, encontramos que existe correspondencia con los publicados por la literatura, para el caso de desgaste de TiN vs Acero [8], [42].

Capítulo 5: Experiencias realizadas sobre acero TIPO AISI-M2.

En correspondencia con los resultados que fueron obtenidos en las experiencias con el acero tipo AISI-O1, se ejecutan las del acero tipo AISI-M2. En este último caso el acabado superficial de la superficie a ser recubierta con TiN, corresponde al obtenido con papel de carburo de silicio # 600. Sólo se introduce variación en el tiempo de duración del ensayo de desgaste, el cual fue incrementado al doble.

5.1- Caracterización del sustrato.

5.1.1- Características y especificaciones normalizadas.

Dicho acero se encuentra clasificado dentro de los denominados rápidos ledeburíticos, son templeables al aire y están destinados fundamentalmente a la fabricación de herramientas de corte de alta velocidad, así como matrices y punzones.

Su composición química de acuerdo con las normas AISI, SAE, UNS, debe ser la siguiente:

Tabla 5.1: Composición Química del acero AISI- M2.

Composición	C	Mn	Si	Cr	Ni	Mo	W	V
	0.78	0.15	0.20	3.75		4.5	0.4	1.7
%	a	a	a	a	0.30	a	a	a
	0.88	0.44	0.45	4.50		5.5	0.6	2.2

A un conjunto de cinco muestras se les midió la macrodureza del material en condiciones de entrega, determinándose que el valor promedio de la misma era de 18 HRc.

Con la finalidad de mejorar las propiedades mecánicas de dicho material se sometieron dichos especímenes a determinados regímenes de tratamientos térmicos.

5.1.2- Tratamientos térmicos.

El proceso de tratamiento térmico fue el que se describe a continuación:

- Austenitizado a temperatura de 1230°C , con un mantenimiento de la misma durante un tiempo de 5 minutos, así como del potencial de carbono.

- Temple en aceite a temperatura de 170°C , durante un tiempo de mantenimiento de 3 minutos.

- Enfriamiento en aire con tiempo de mantenimiento de tres minutos.

- Revenido en horno a temperatura de 500⁰ C al aire y un mantenimiento durante un tiempo de una hora.
- Enfriamiento al aire con mantenimiento durante un tiempo de 5 minutos
- Revenido en horno a temperatura de 500⁰ C al aire y mantenimiento durante un tiempo de una hora.
- Enfriado al aire.

Se realizó la medición de la macrodureza y se obtuvo como resultado, valor promedio de la misma 63 HRc.

Posteriormente, se realizó la preparación metalográfica de las superficies de las muestras con la finalidad de ejecutar:

1- Caracterización metalográfica: En este caso después de pulidas hasta papel de carburo de silicio # 600, fueron pulidas con pasta de diamante de 1 y 7 micrones respectivamente y posteriormente atacadas con reactivos con la finalidad de revelar la estructura correspondiente.

2- Deposición del recubrimiento de TiN: Como se había explicado al comienzo de este Capítulo, se ejecuta el pulido hasta papel de carburo de silicio # 600.

5.1.3- Caracterización metalográfica.

Se realizó tanto en muestras de acero en condiciones de entrega, como en muestras con tratamiento térmico. En el primero de los casos los substratos fueron pulidos con papel de carburo de silicio (220, 320, 400, 600) y posteriormente con paños y pasta de diamante de 7 y 1 micrón respectivamente y atacados a continuación con el reactivo nital 4% durante un tiempo de tres segundos, lavadas con agua, alcohol, secadas y finalmente, observadas en el microscopio óptico.

Como muestra la Figura 5.1, se observa la estructura típica para este tipo de material en estado laminado y recocido, al reconocerse en la misma la presencia de carburos primarios, gruesos y separados, los secundarios más finos y los eutectoides muy finos.

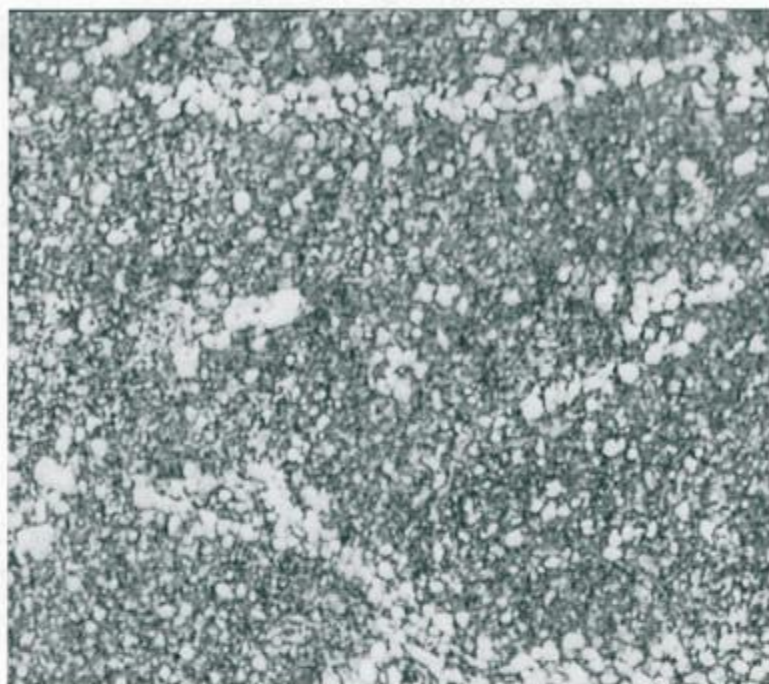


Figura 5.1: Análisis Metalográfico M2 (as received).
Micrografía óptica M=500x.

Para los substratos tratados térmicamente se procede de manera similar que en el caso anterior desde el punto de vista del pulido, pero se realiza el ataque con una solución de nital 4- pycral 10. Posteriormente fue analizada con el microscopio óptico, encontrándose tal y como se observa en la Figura 5.2, que ocurrió una disminución en la cantidad de carburos secundarios, los cuales, como resultado del calentamiento a 1230 grados celsius, se disuelven en la austenita, provocando la saturación de la misma con carbono y elementos de aleación. Es precisamente esta austenita fuertemente aleada la que se transforma en martensita durante el temple, con el mismo contenido de elementos de aleación, lo que le confiere al material la estabilidad durante el trabajo, es decir, la dureza en caliente.

Además se observa también la presencia de los denominados carburos masivos, los cuales no se disuelven durante los diferentes ciclos térmicos siendo los que otorgan a este tipo de material la necesaria resistencia al desgaste.

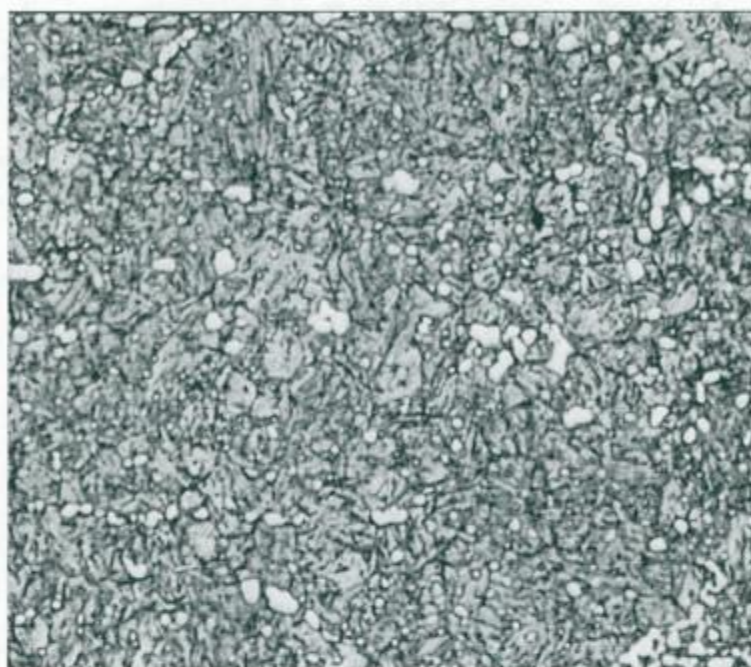


Figura 5.2: Análisis Metalográfico acero M2.Tratado térmicamente.
Micrografía óptica M=500x.

5.1.4 - Medición de macrotensiones antes del recubrimiento.

Las tensiones residuales fueron medidas sobre dos de los sustratos que fueron seleccionados al azar antes de realizar el recubrimiento. Obteniéndose los valores promedios que son mostrados por la Tabla 5.2 y que como puede observarse revelan tensiones de compresión satisfactorias, en ambos casos.

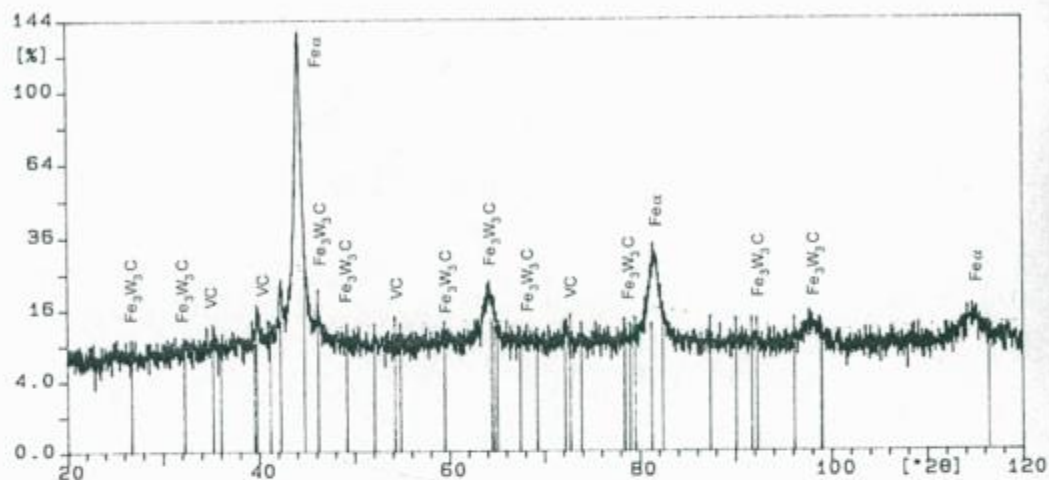
Tabla 5.2: Resultados de medición de macrotensiones.

No de la muestra	Valores promedios de tensiones residuales σ [MPa]
1	-713.3 $\pm$ 12.28
2	-632.16 $\pm$ 16.52

5.1.5 - Identificación de fases.

Empleando la técnica de DRX, se identificaron las fases para cuatro de los sustratos, uno de los difractograma se muestra en la Figura 5.3, en el mismo se observa en el eje de las (x), la posición y anchos de los picos, así como en el eje de las (y), las intensidades de los mismos y que se corresponden con cada uno de los compuestos cristalinos que fueron identificados, los cuales fueron:

- Fase Fe- α . Estructura cúbica de cuerpo centrado.
- Fase Fe₃W₃C. Correspondiente al carburo tipo M₆C.
- Fase VC. Correspondiente al carburo tipo MC.



Como en todas las muestras analizadas se observaron, las mismas fases, igual ancho, altura relativa y posición de los picos se puede plantear que desde éste punto de vista existe homogeneidad en las muestras.

Concluida entonces la caracterización del sustrato, estamos en condiciones de realizar el proceso de deposición del recubrimiento sobre éste tipo de material.

5.2- Proceso de recubrimiento PVD.

5.2.1- Parámetros del proceso.

Los parámetros para la ejecución de la deposición de la intercapa de Ti, así como del recubrimiento de TiN, fueron los mismos que los empleados en el caso del acero tipo AISI-O1, con excepción del tiempo de deposición de TiN que se redujo en dos minutos.

Deposición de intercapa de Ti:

- Presión inicial de cámara..... $< 3 \times 10^{-3}$ Torr
- Caudal de Argón..... $1 \text{ cm}^3/\text{min}$
- Corriente de Arco..... 80 A
- Tensión de BIAS..... - 500 V
- Tiempo..... 3 min
- Espesor aproximado..... $< 0.3 \mu$

Deposición de Recubrimiento de TiN:

- Presión de trabajo de la Cámara..... 3×10^{-2} Torr

- Caudal de Nitrógeno..... 40 cm³/min.
- Corriente de arco..... 80 A
- Tensión de BIAS..... -300 V
- Distancia Substrato cátodo..... 19 cm.
- Velocidad de rotación del cátodo..... 400 rpm.
- Tiempo..... 15 min.

5.2.2- Caracterización de propiedades mecánicas del recubrimiento.

Con este objetivo fueron utilizados los métodos, medios y condiciones de medición que fueron descritas en los epígrafes 3.2 a 3.6, así como en 4.5. Los resultados obtenidos en este caso en particular son los mostrados por la tabla 5.3, en los que puede observarse los valores promedios de espesor, adherencia, acabado superficial y microdureza que fueron medidos sobre dos muestras verificadas.

Tabla 5.3: Resultados de caracterización de propiedades del recubrimiento.

Propiedades	Espesor (μ).	Adherencia Lc (N).	Rugosidad (μ).	Microdureza HV (50).
Resultados	2.06	19.02	0.5	1144.5

5.3- Caracterización del recubrimiento por Difracción de Rayos X.

5.3.1-Identificación de compuestos cristalinos.

Tal como muestra la Figura 5.4, fue obtenido el correspondiente difractograma, para muestra recubierta, con las condiciones especificadas en 3.6. Se obtuvo como información fundamental la siguiente: En el eje de las (x), posición y anchos de los picos, en el de las (y), las intensidades, identificándose las siguientes fases:

- TiN, la cual presenta estructura cúbica de centrada en las caras.
- Fe α , de estructura cúbica centrada en el cuerpo.
- Fe₃C, estructura cúbica centrada en el cuerpo.

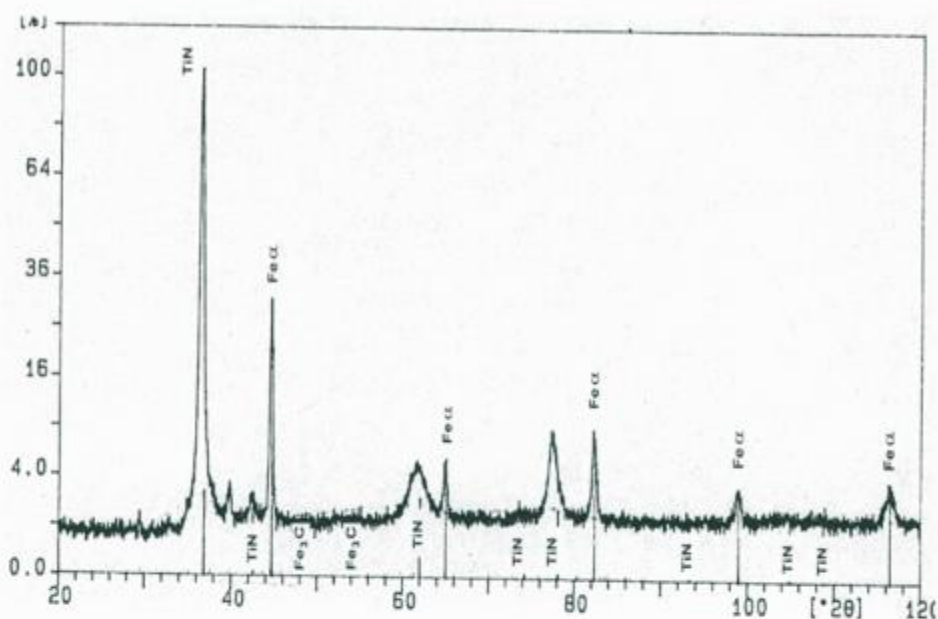


Figura 5.4: Identificación de fases.

5.3.2- Medición de macro tensiones.

Una vez ejecutado el proceso de deposición, nuevamente fueron medidos los valores de tensiones residuales empleándose las técnicas de DRX, siendo determinados los valores promedios de tensiones, así como de parámetro de red, mostrados en la Tabla 5.4.

Tabla 5.4: Tensiones residuales.

Muestra	Tensiones residuales σ (GPa).	Parámetro de red, a ($\text{\AA}$)
M2 + TiN	-5.10	4.2654

5.3.3- Análisis de la composición por Microsonda electrónica.

Con las mismas condiciones desde el punto de vista de tiempo y longitud de barrido que las explicadas en la Tabla 4.6, fueron obtenidos los perfiles de concentración de Fe, Ti y N, mostrados por las Figuras 5.5, 5.6 y 5.7, en las mismas puede observarse en la parte superior los números de cuentas que fueron detectados para cada elemento, así como en la inferior los valores de tensión y las magnificaciones respectivamente.

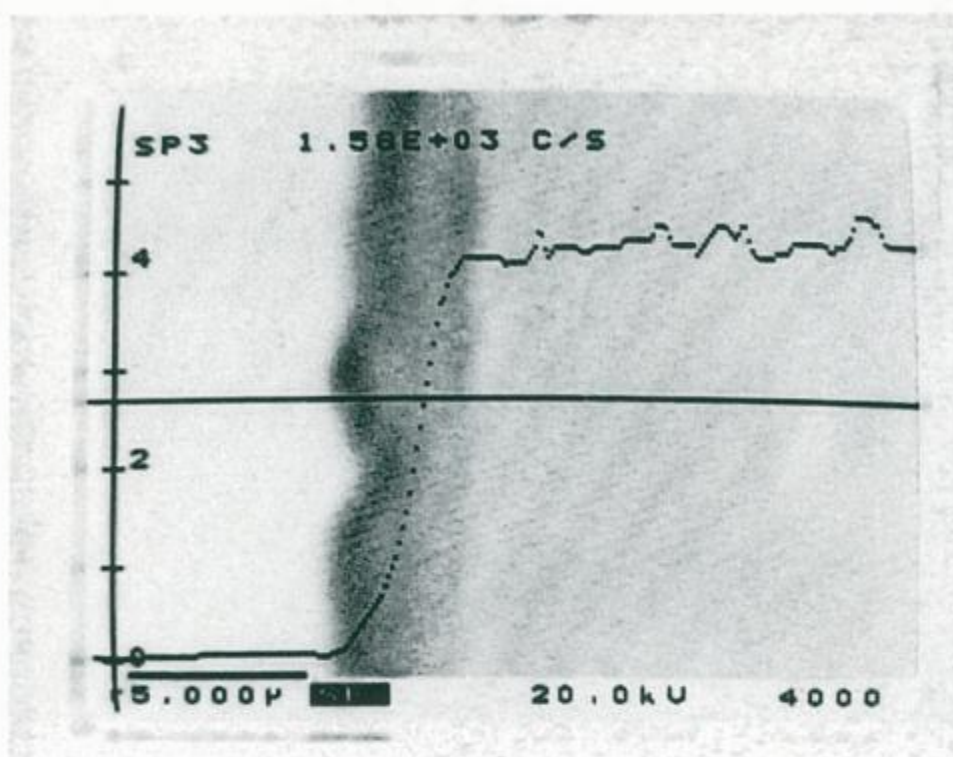


Figura 5.5: Perfil de concentración de Fe.

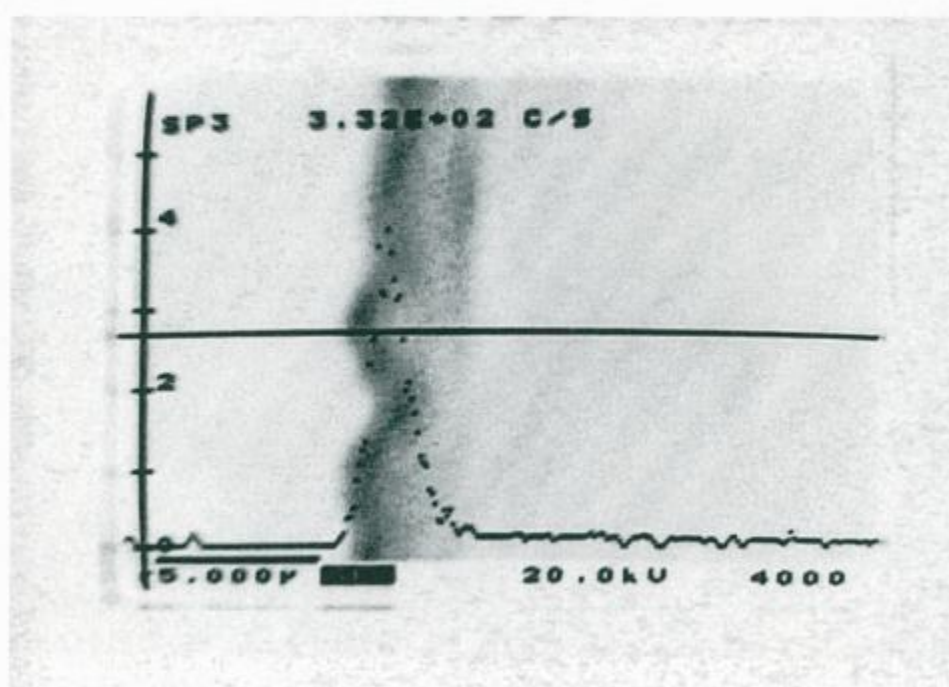


Figura 5.6: Perfil de concentración de Ti

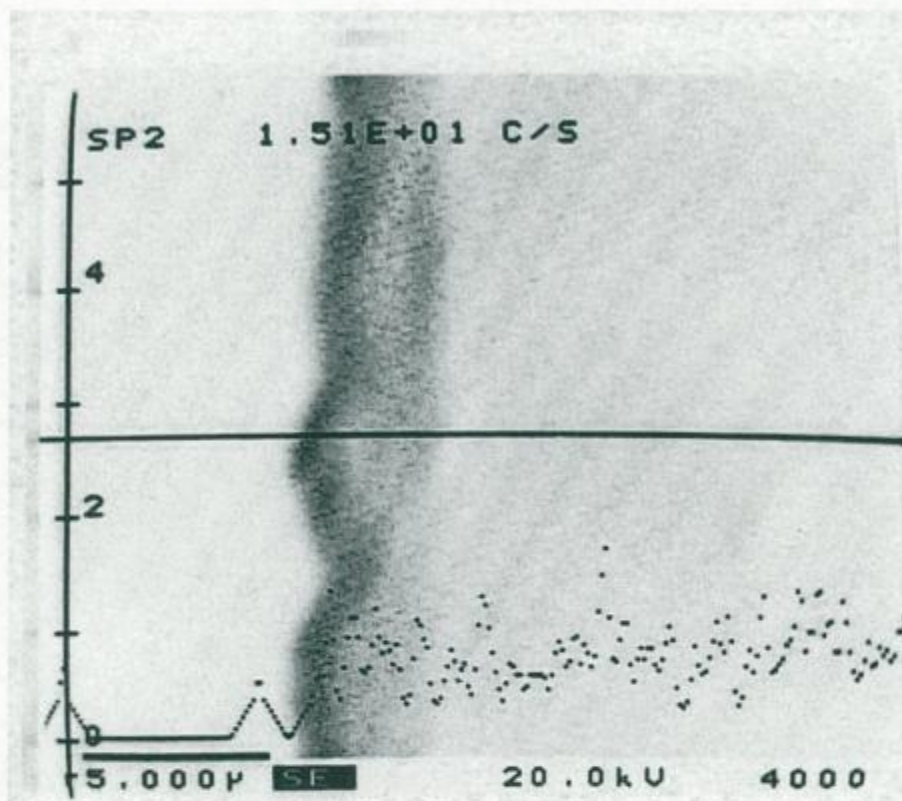


Figura 5.7: Perfil de concentración de N.

5.4- Ensayo de desgaste.

Las condiciones con las cuales se desarrollaron dichos ensayos fueron las siguientes:

- Velocidad lineal: 32.9867 m/min
- Carga real: 13.6 kg.
- Tiempo: 1 h
- Lubricación pasiva con aceite mineral, SSU 340.

El tiempo fue incrementado al doble en comparación con el de los ensayos de AISI-O1+TiN, teniendo en consideración, los pequeños valores de ancho y profundidad de escara que fue obtenida en estas muestras con tiempo de 30 minutos. Las variaciones en la velocidad y la carga se realizan con la finalidad de aproximarnos lo más posible a valores reales a los que puede estar sometida una herramienta de corte durante su trabajo.

5.4.1- Caracterización de los ensayos de desgaste.

- Medición del ancho y profundidad de la escara.

Se procedió de la misma manera que en el epígrafe 4.5.4.1, la Tabla 5.4 precisamente muestra de forma comparativa los resultados para el acero AISI-M2, así como para el AISI-M2 + TiN.

Por otro lado en la Figura 5.8 puede observarse el perfil de la escara, el cual fue obtenido con el Perfilómetro. Dicha figura muestra los parámetros que se utilizaron para la Medición: Longitud de referencia (L), Número de muestreos en dicha longitud de referencia (N), así como los empleados para estimar la rugosidad, (Ry), (Rt), además de la escala con la cual se obtuvo el gráfico.

Tabla 5.4: Resultados de Ensayos de Desgaste.

TIPO DE MUESTRAS			AISI-M2	AISI-M2 +TiN
Ancho máximo de escara.	T É C N I C A S	PERFILÓMETRO	-	0.57 mm.
Ancho simétrico de escara.			-	0.35 mm.
Profundidad de escara.			-	0.75 μ
Ancho de escara.		MICROSCOPIA	0.86 mm.	0.35 mm.
Profundidad de escara.			0.94 μ .	-

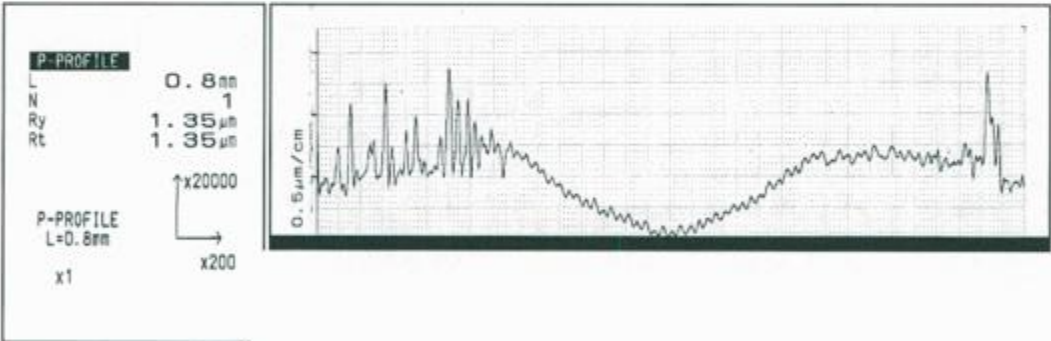


Figura 5.8: Medición de ancho y profundidad de la escara.

- Coeficiente de Fricción.

Se construyó el gráfico del coeficiente de fricción, mostrado por la Figura 5.9, tal como se observa, se grafica dicho valor vs tiempo en unidades arbitrarias. Los valores del coeficiente de fricción fueron calculados con los valores de Fuerza de fricción medidos durante el ensayo y con el valor de fuerza normal aplicado.

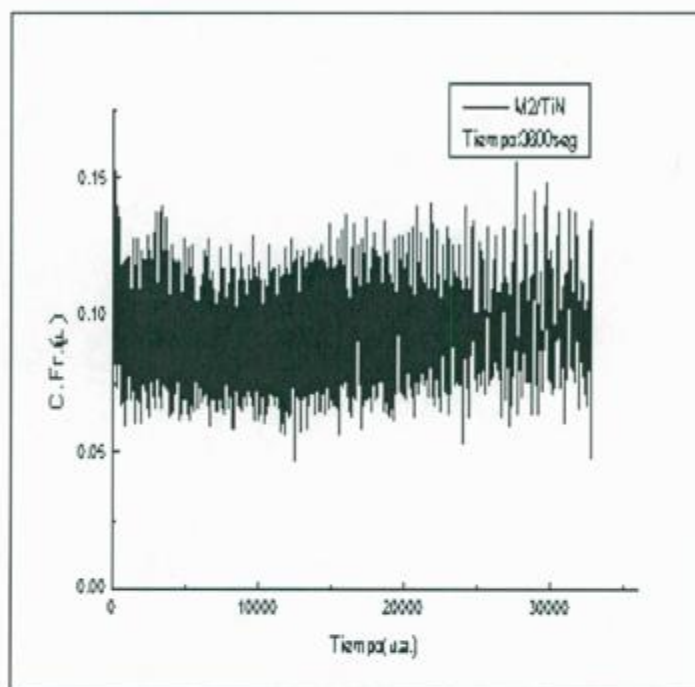


Figura 5.9: Gráfico de Coeficiente de fricción.

- Observación por SEM de la zona desgastada.

Esta técnica nos permitió, observar en los especímenes, así como en la contraparte (anillos), cuales son los principales tipos de fallas que se produjeron, a partir del análisis de la morfología y topografía de la zona desgastada y la huella en la contraparte.

Como muestran las Figuras 5.10 y 5.11. se observan fallas en las cúpulas de las ampollas de Ti del recubrimiento, así como deformación plástica y surcado respectivamente, caso de la Figura 5.12

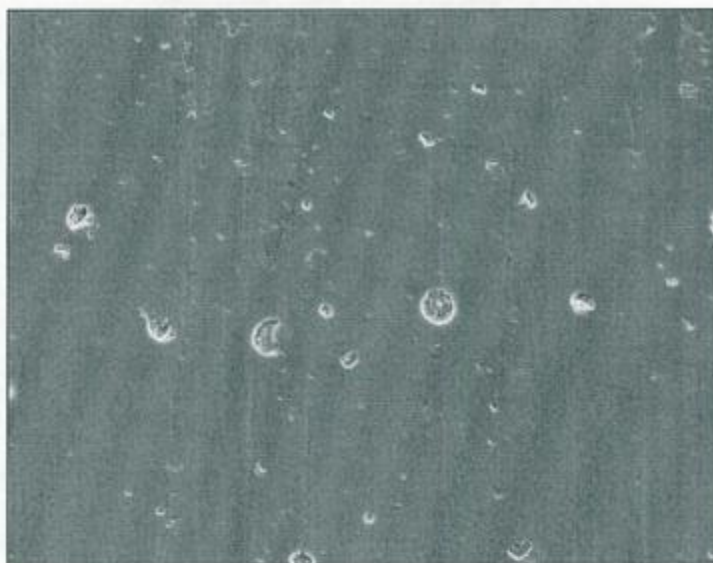


Figura 5.10: Micrografía SEM, zona desgastada, cúpulas de ampollas de Ti, M = 1000x.

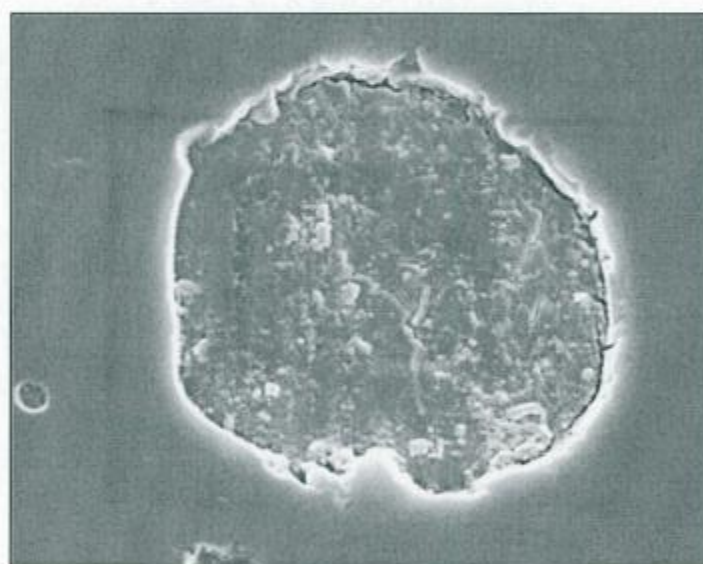


Figura 5.11: Modo de falla en cúpulas de ampollas de Ti, M = 4200x.

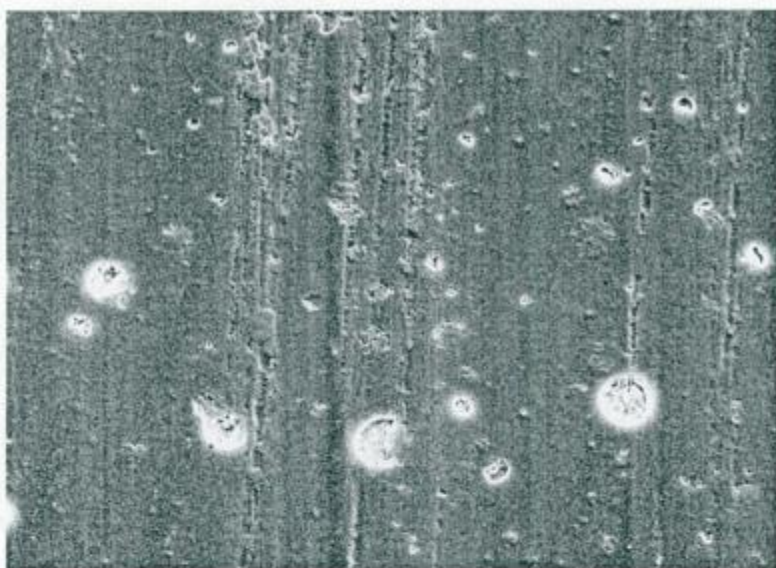


Figura 5.12: Deformación plástica y surcado, espécimen.

En el caso de la contraparte, tal como muestra la Figura 5.13, se observó la manifestación de deformación plástica y surcado, pero además la presencia de microcorte, Figura 5.14.

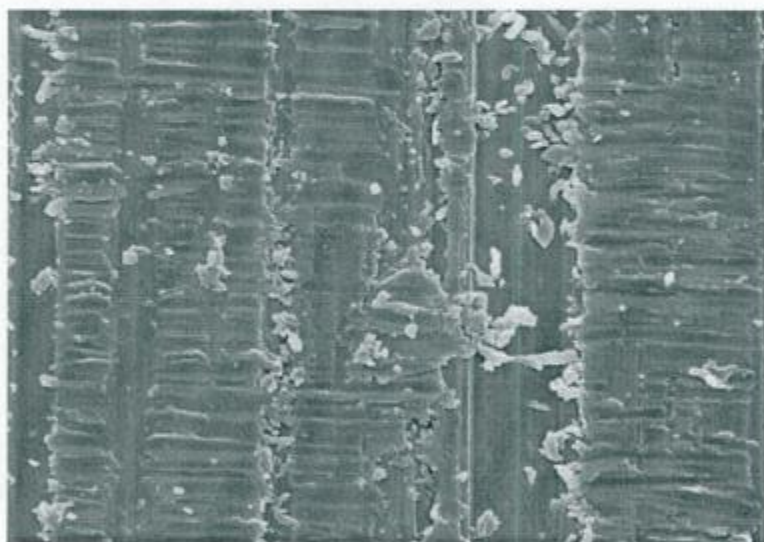


Figura 5.13: Deformación plástica y surcado, contraparte

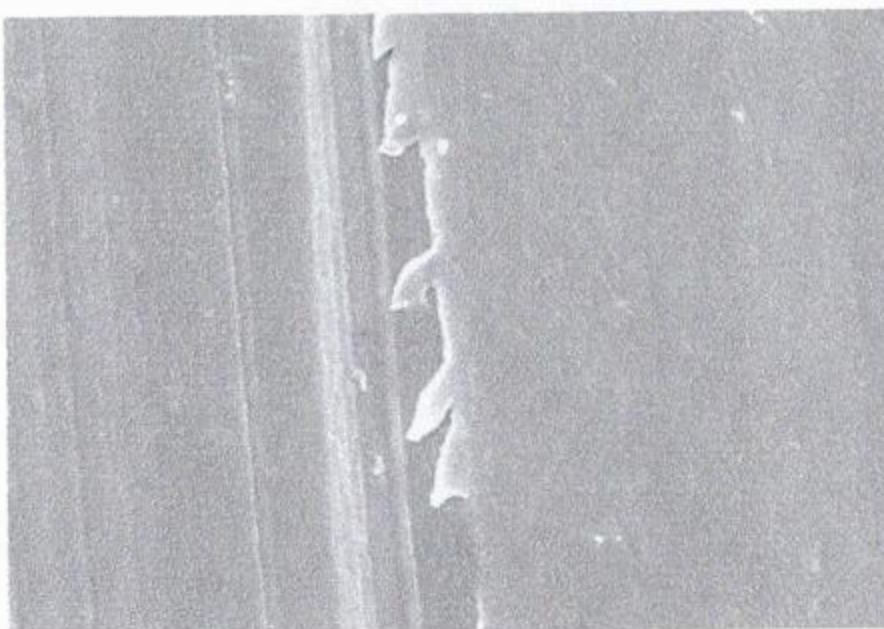


Figura 5.14: Microcorte, contraparte.

La Figura 5.15, muestra comparativamente dos probetas en las que se realizó el ensayo de desgaste, la de la izquierda corresponde al AISI-O1+TiN, mientras que la de la derecha al AISI-M2+TiN. La Figura 5.16 se corresponde con micrografías de las zonas de salida de las escaras en ambos especímenes. Las diferencias observadas en cuanto a la severidad del desgaste, corroboran los resultados obtenidos desde el punto de vista de dimensiones de la escara y por lo tanto de la tasa de desgaste.

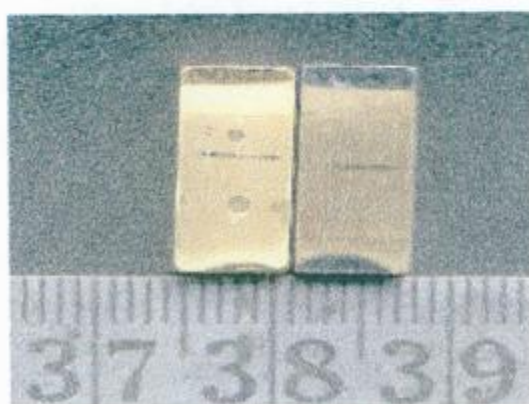


Figura 5.15: Especímenes AISI-O1+TiN, AISI-M2+TiN.



AISI-O1+TiN



AISI-M2+TiN

Figura 5.16: Zonas de salida de las escaras de desgaste.

Capítulo 6: Experiencias realizadas sobre acero tipo AISI-M2, con modificaciones en algunos de los ensayos.

Se realizaron nuevas experiencias sobre los sustratos de acero tipo AISI-M2. La preparación de la superficie de los mismos, alcanzando un acabado superficial por pulido hasta paño con pasta de diamante de un micrón. Se introdujeron algunas modificaciones en el proceso de deposición del recubrimiento, lo cual garantizó un incremento significativo en cuanto a la adherencia del mismo, además se ensayó al desgaste un espécimen cuyo recubrimiento fue pulido con paño y pasta de diamante de un micrón.

6.1- Proceso de recubrimiento PVD.

Un lote compuesto por cinco muestras después de pulidas sus superficies con paño y pasta de diamante de un micrón, se les ejecutó la preparación descrita en 3.1, destacándose que en esta oportunidad antes de realizar la deposición del recubrimiento, se realizó un proceso de limpieza por sputtering, durante un tiempo de 45 minutos, con una presión de 15 mTorr de argón y una tensión de BIAS de -1000 V en el reactor de plasma.

6.1.1- Parámetros del proceso.

Deposición de intercapa de Ti:

- Presión inicial de cámara..... $< 3 \times 10^{-3}$ Torr
- Corriente de Arco..... 80 A
- Tensión de BIAS..... - 500 V
- Tiempo..... 3 min
- Espesor aproximado..... $< 0.3 \mu$

Deposición de Recubrimiento de TiN:

- Presión de trabajo de la Cámara..... 3×10^{-2} Torr
- Caudal de Nitrógeno..... $40 \text{ cm}^3/\text{min.}$
- Corriente de arco..... 80 A
- Tensión de BIAS..... -300 V
- Distancia Sustrato cátodo..... 20 cm
- Velocidad de rotación del cátodo..... 400 rpm
- Tiempo..... 14 min

6.1.2- Caracterización de las propiedades mecánicas del recubrimiento.

Se utilizaron los métodos, medios y condiciones que fueron descritos en los epígrafes 3.2 a 3.6 y en 4.5; en el caso particular de la adherencia, el valor de la carga crítica fue medido empleando el método de emisión acústica, trazando la pendiente hasta interceptar el eje de las (x), en la curva de la señal de emisión acústica obtenida y en la cual se origina un súbito cambio, al producirse la falla del recubrimiento, tal como muestra la Figura 6.1.

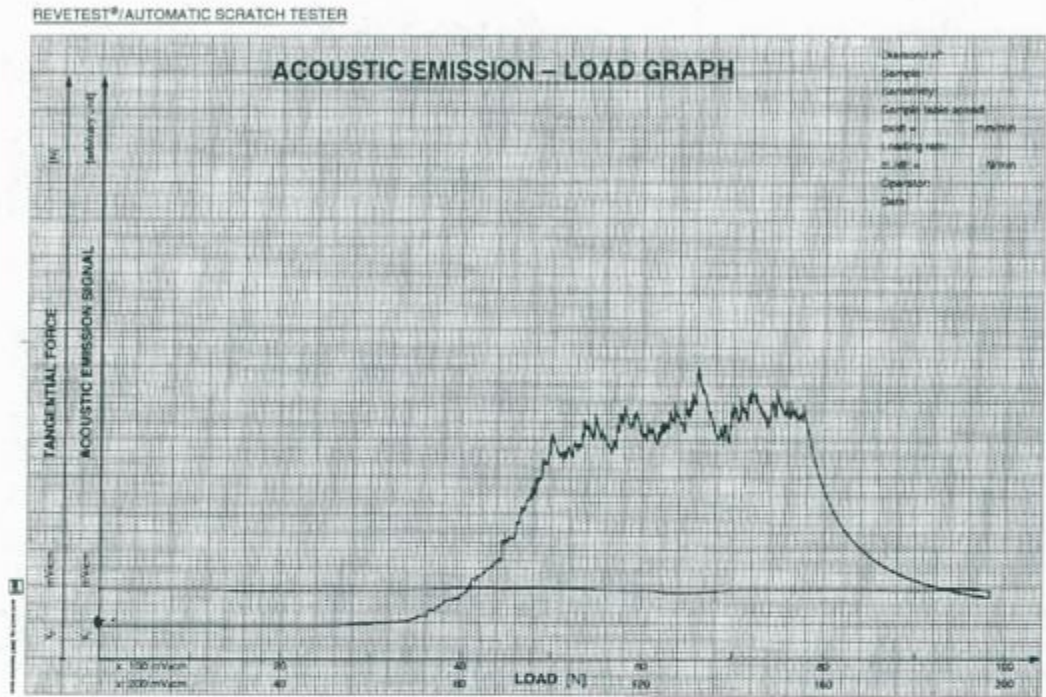


Figura 6.1: Medición de la adherencia.

Los resultados de las respectivas mediciones de las propiedades del recubrimiento son mostrados en la Tabla 6.1.

Tabla 6.1: Resultados de caracterización de propiedades del recubrimiento.

Propiedades	Espesor (μ).	Adherencia Lc (N).	Rugosidad (μ).	Microdureza HV (50).
Resultados	2.70	35	0.3	1585

6.2- Caracterización del recubrimiento por Difracción de Rayos X.

6.2.1-Medición de macro tensiones.

Fueron medidos los valores de tensiones residuales, empleando la técnica de DRX, obteniéndose los valores que se muestran en la tabla 6.2

Tabla 6.2: Tensiones residuales.

Muestra	Tensiones residuales σ (GPa).	Parámetro de red, a ($\text{\AA}$).
M2 + TiN	-6.70	4.2780

6.3- Análisis de composición por Microsonda Electrónica.

Con las mismas condiciones que las descritas en la tabla 4.6, se obtuvieron los perfiles de concentración de Fe, Ti, y N. Dichos perfiles son los mostrados por las Figuras 6.2, 6.3, y 6.4. En la parte superior de las mismas aparecen los respectivos números de cuentas para cada uno de los elementos detectados, así como en la parte inferior, los valores de tensión del haz de electrones utilizado y las correspondientes magnificaciones.

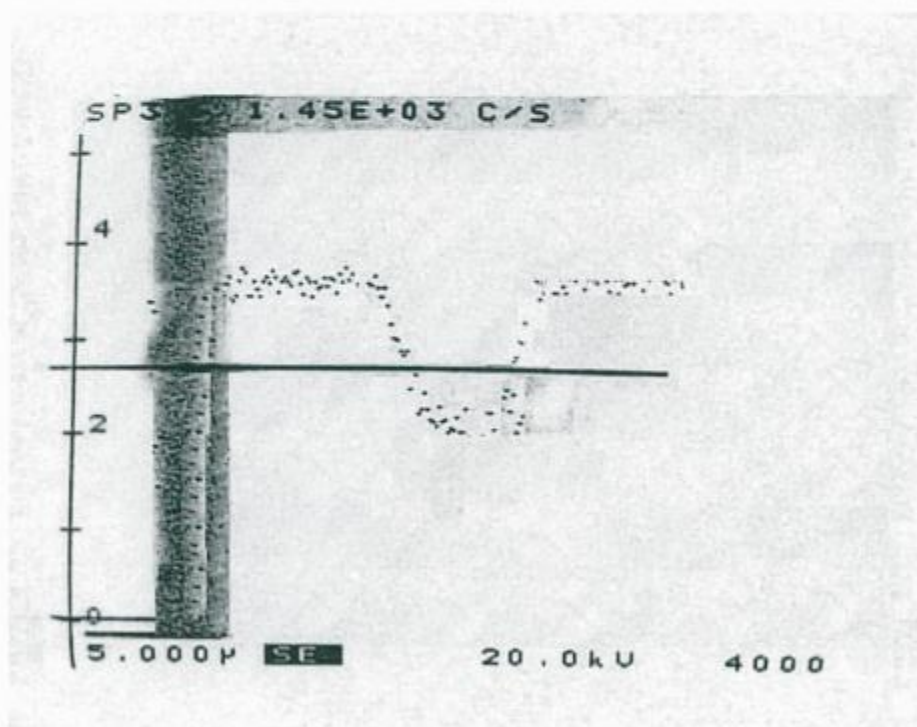


Figura 6.2: Perfil de concentración de Fe.

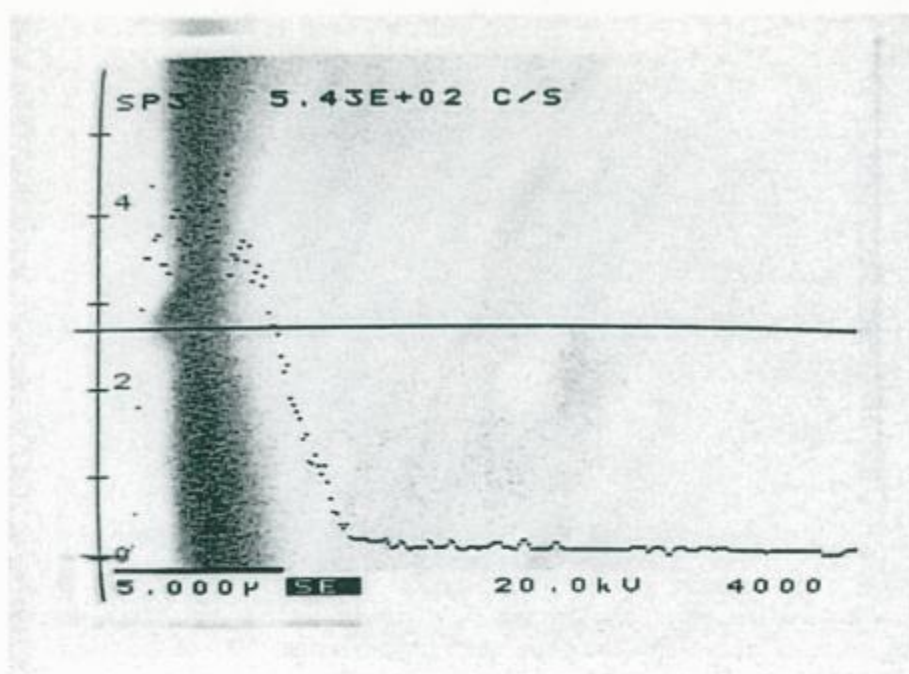


Figura 6.3: Perfil de concentración de Ti.

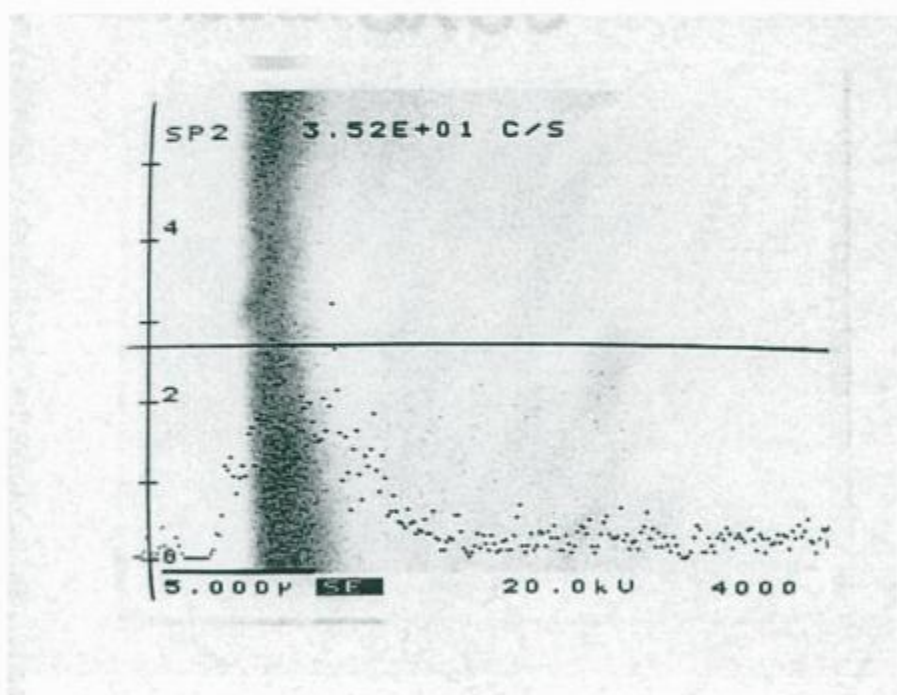


Figura 6.4: Perfil de concentración de N.

6.4- Ensayos de desgaste.

Las condiciones con las cuales se desarrollaron estos ensayos fueron las mismas que las descritas en 5.4. Los resultados corresponden a los ensayos para el caso de los especímenes cuyo recubrimiento no fue pulido posterior a la deposición.

6.4.1- Caracterización de los ensayos de desgaste.

- Medición del ancho y profundidad de la escara.

El procedimiento para dichas mediciones fue el mismo que el empleado en 4.5.4.1, mostrándose los resultados correspondientes en la Tabla 6.3, de manera comparativa con los obtenidos en el caso de los especímenes cuyos sustratos fueron recubiertos con terminación superficial correspondiente al papel # 600, así como menor carga crítica de adherencia.

Tabla 6.3: Resultados de Ensayos de Desgaste.

TIPO DE MUESTRAS			AISI-M2+TiN (Acabado sustrato papel #600).	AISI-M2 +TiN (Acabado sustrato: pañó y pasta diamante 1 μ).
Ancho máximo de escara.	TÉCNICAS	PERFILÓMETRO	0.57 mm.	0.50 mm
Ancho simétrico de escara.			0.35 mm.	0.35 mm
Profundidad de escara.			0.75 μ	0.5 μ
Ancho de escara.		MICROSCOPIA	0.35 mm.	0.34mm
Profundidad de escara.			-	-

La Figura 6.5, muestra el perfil de la escara, obtenido mediante el perfilómetro, en el mismo aparecen los parámetros empleados en la medición, esto es: Longitud de referencia (L), Número de muestreos en dicha longitud (N) y los empleados para estimar la rugosidad, (Ry), (Rt), así como la escala con la cual se obtuvo dicho gráfico.

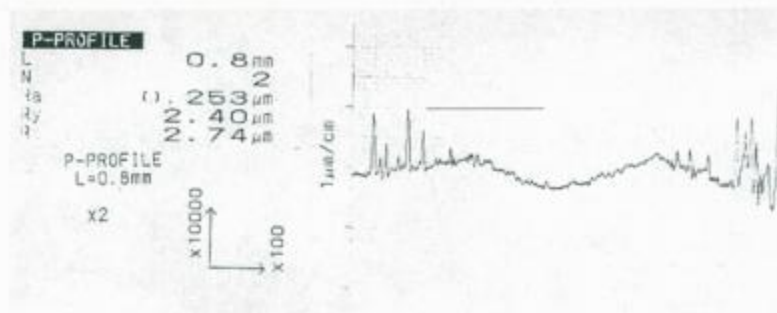


Figura 6.5: Medición de ancho y profundidad de la escara.

- Coeficiente de fricción.

Se calcularon los valores del coeficiente de fricción, con los valores de fuerza de fricción medidas durante el ensayo y el de la carga normal aplicada en el desarrollo del mismo, a partir de lo cual se elaboro la gráfica de los resultados de dicho coeficiente vs unidades arbitrarias de tiempo, tal como se observa en la Figura 6.6.

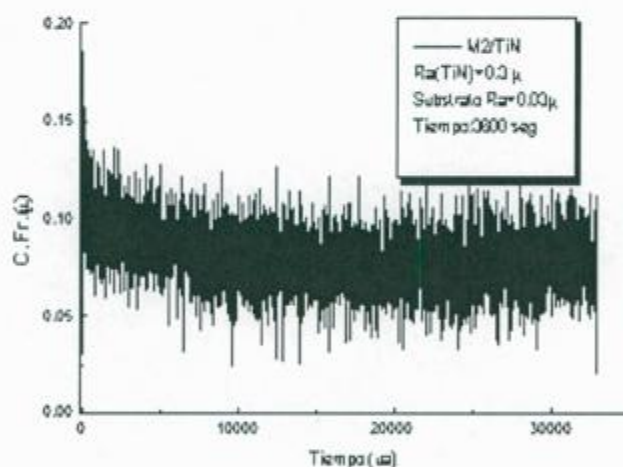


Figura 6.6: Coeficiente de fricción.

- Observación por SEM, de la zona desgastada.

Permitió observar a partir del análisis de la topografía y morfología de la zona desgastada, en el espécimen, los tipos de fallas que con anterioridad habíamos observado: las cúpulas de las ampollas de Ti, la deformación plástica y el surcado y debris adheridos. En estos últimos (Figura 6.7) con el análisis EDAX, se identificó que estaban compuestos por Ti. Debe destacarse que se observó la presencia de desgaste por delaminación, tal como muestra la Figura 6.8, a la salida de la escara de desgaste. El análisis por EDAX identificó al recubrimiento y al sustrato.

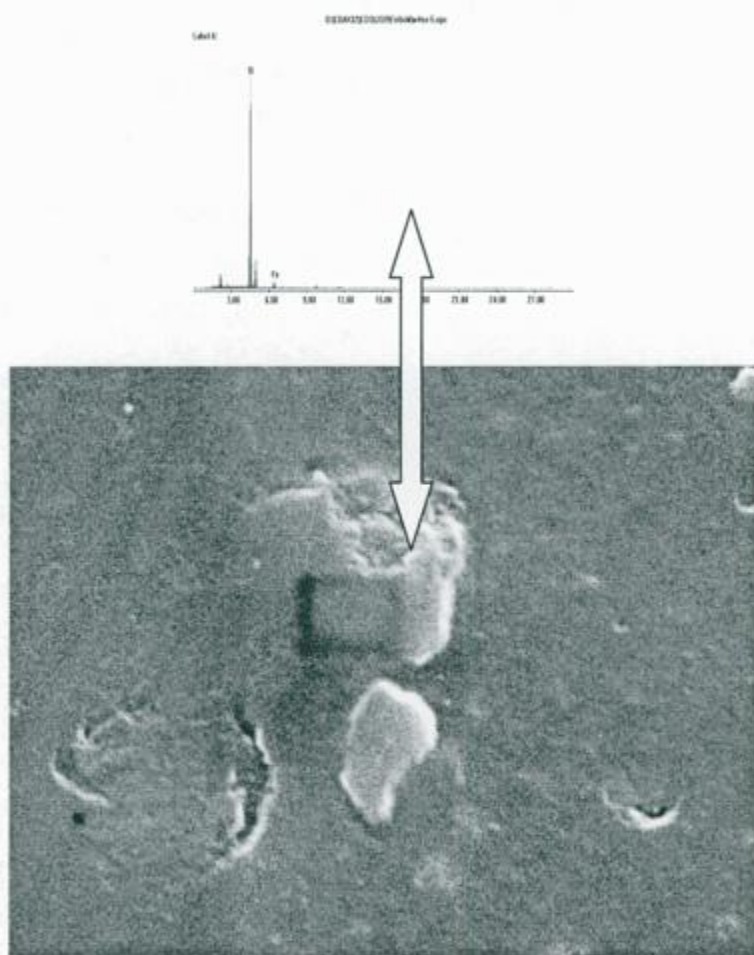


Figura 6.7:Debris.Micrografia SEM.

- Observación por SEM de la estructura del recubrimiento.

Fue empleada esta técnica con la finalidad de analizar la sección transversal de la superficie de fractura de la muestra recubierta con TiN. Observándose, tal como muestra la Figura 6.9, la microestructura típica para este tipo de recubrimiento, con una estructura columnar muy densa. Al igual que en el caso anterior, por medio de EDAX, pudo identificarse el recubrimiento y el sustrato.

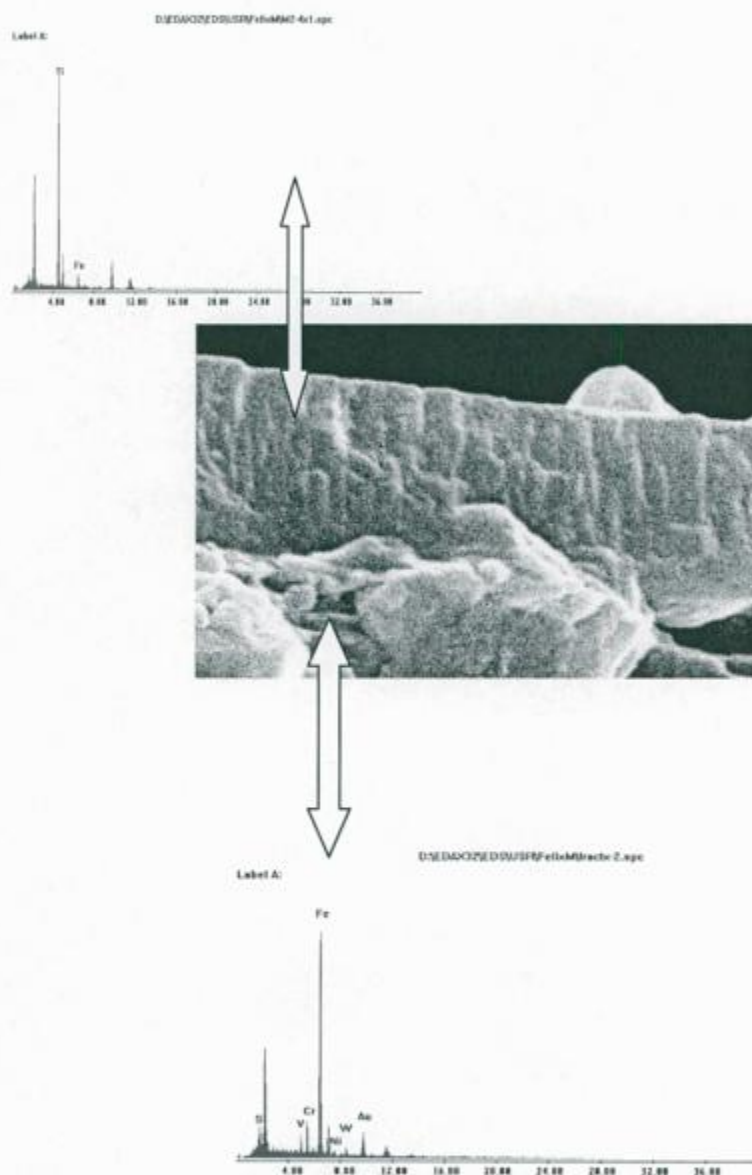


Figura 6.9: Estructura del recubrimiento

- Análisis por TEM, de los debris.

El espécimen y la contraparte fueron sometidos a un proceso meticuloso de limpieza con acetona en cuba de ultrasonido y posteriormente con alcohol, para eliminar de las respectivas superficies los debris formados durante el proceso desgaste, después de concluido el ensayo, posteriormente fueron capturados y colocados en grillas para ser analizados por medio de esta técnica. Las Figura 6.10, muestra la imagen de las partículas y el espectro correspondiente, así como la Figura 6.11 el diagrama de difracción, los cuales fueron obtenidos mediante el microscopio de transmisión Phillips CM 200.

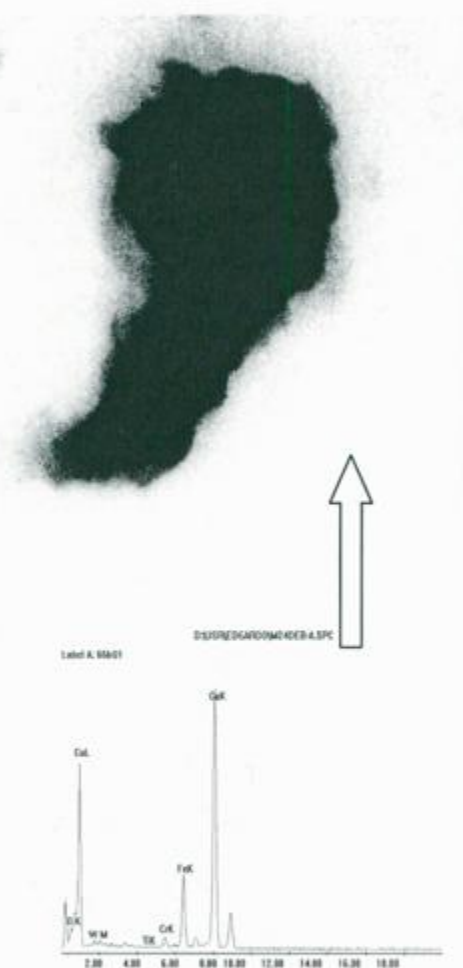


Figura 6.10: Debris, TEM.

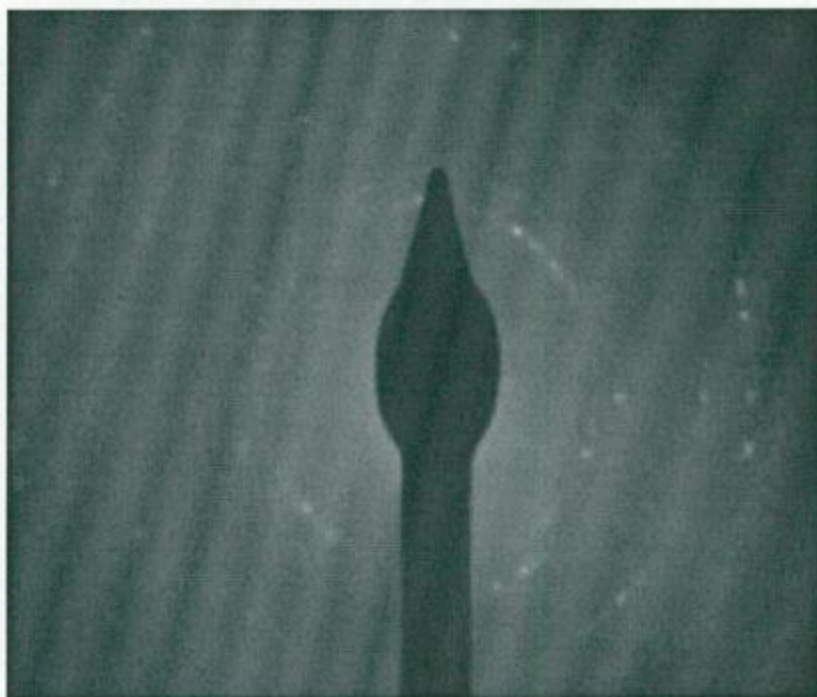


Figura 6.11: Diagrama de difracción

6.4.2- Caracterización del ensayo de desgaste, del espécimen cuyo recubrimiento fue pulido, con paño y pasta de diamante de 1μ .

- Medición del ancho y profundidad de la escara.

El procedimiento empleado, fue el descrito en 4.5.4.1, en la Tabla 6.4 se muestran los resultados obtenidos, comparativamente con los del AISI-M2+TiN cuyo sustrato fue pulido hasta paño con pasta de diamante de un micrón. La Figura 6.12 se corresponde con el perfil de la escara, obtenida mediante el empleo del Perfilómetro.

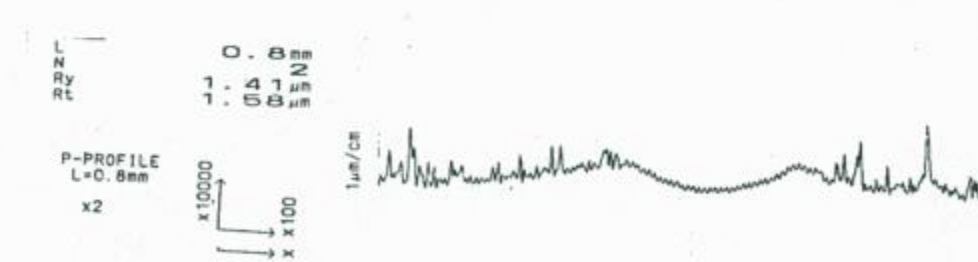


Figura 6.12: Medición del ancho y profundidad de la escara.

Tabla 6.4: Resultados de Ensayos de Desgaste.

TIPO DE MUESTRAS			AISI-M2 +TiN (Acabado sustra to paño y pasta diamante 1 μ).	AISI-M2+TiN (Acabado del recubrimiento: pañoy pasta diamante 1 μ).
Ancho máximo de escara.	T É C N I C A S	PERFILÓMETRO	0.50 mm	0.40mm
Ancho simétrico de escara.			0.35 mm.	0.25mm
Profundidad de escara.			0.5 μ	0.35 μ
Ancho de escara.		MICROSCOPIA	0.34mm	0.42mm
Profundidad de escara.			-	-

- Coeficiente de fricción.

Finalmente se calcularon los valores del coeficiente de fricción, con los valores de fuerza de fricción medidas durante el ensayo y el de la carga normal aplicada en el desarrollo del mismo, a partir de lo cual se elaboró la gráfica de los resultados de dicho coeficiente vs unidades arbitrarias de tiempo, tal como se observa en la Figura 6.13.

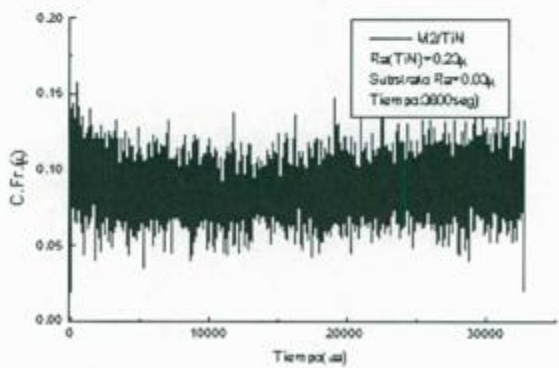


Figura 6.13: Gráfico del coeficiente de fricción.

Capítulo 7: Análisis y discusión de los resultados.

7.1- Caracterización del sustrato.

En correspondencia con las verificaciones realizadas en (5.1.3-5.1.5), en sustratos que fueron elegidos aleatoriamente, se verificó la existencia de similitud en las mismas desde el punto de vista de la estructura cristalina, macrodureza, fases presentes y tensiones residuales.

Para el caso del material "as received", se observó la estructura característica para el mismo en estado laminado y recocido, esto es presencia de los carburos primarios, gruesos y separados; secundarios, más finos y eutectoides muy finos, que entran en fondo sorbítico básico. Dicha estructura coincide con las publicadas por la literatura especializada en Metalografía y microestructura, para este tipo de material y en las condiciones explicadas[5], [43]. De manera similar ocurrió después de haber sido sometido al tratamiento térmico, en este caso se observó una disminución en la cantidad de los carburos secundarios, así como la presencia de los denominados carburos masivos, los cuales permanecen en la estructura sin cambios durante los diferentes ciclos térmicos. Estos son los más duros de todos, proporcionando al material la necesaria resistencia al desgaste.

El valor de la macrodureza que fue medido después del tratamiento térmico fue de 63 HRc, coincidiendo con el que se establece por la literatura especializada para este tipo de material en similares condiciones, de TT, esto es (62-64) HRc [5], [43], [44], [45].

Los valores de tensiones residuales que fueron medidos antes de realizar la deposición, es decir sobre los sustratos vírgenes, con pulido mecánico hasta papel de carburo de silicio # 600, fueron del tipo compresivo y su valor promedio $\sigma = - 672.73 \pm 14$ MPa, valores similares son reportados por P.Perillio [46], medidas sobre dicho acero, con el mismo método de medición.

En las cuatro muestras que se utilizaron para la identificación de los tipos de fases presentes por el método de DRX, se encontraron las características para este tipo de material [5]: Fase $Fe\alpha$, la cual presenta estructura cúbica de cuerpo centrado; fase Fe_3W_3C , correspondiente al carburo tipo M_6C , el cual precipita posterior al revenido como partículas muy finas en la Martensita evitando su engrosamiento a elevadas temperaturas y constituyendo la base del endurecimiento secundario y garantizando el endurecimiento al rojo; además se identifica la fase CV, correspondiente al carburo tipo MC, los más duros de todos y que suministran la resistencia al desgaste.

Una razonable homogeneidad en cuanto a los aspectos anteriormente analizados, se observó en las muestras verificadas, de manera que puede asegurarse que los resultados de los ensayos posteriores no se vieron afectados por diferencias significativas en los sustratos.

7.2- Propiedades mecánicas del recubrimiento.

Con las condiciones especificadas en 5.2 y 6.1, se llevó a cabo el proceso de recubrimiento, obteniéndose los resultados que aparecen resumidos en las Tablas 5.3 y 6.1.

Los valores de espesores del recubrimiento obtenidos 2.06 y 2.7 micrones, están acordes con las condiciones del proceso, pero además corresponden con los óptimos reportados por Posti y Nieminen 2-3 micrones, [8], para recubrimiento de flanco cortante de una herramienta de corte, en función de la longitud de maquinado, para el caso de proceso de corte interrumpido. Figura 7.1.

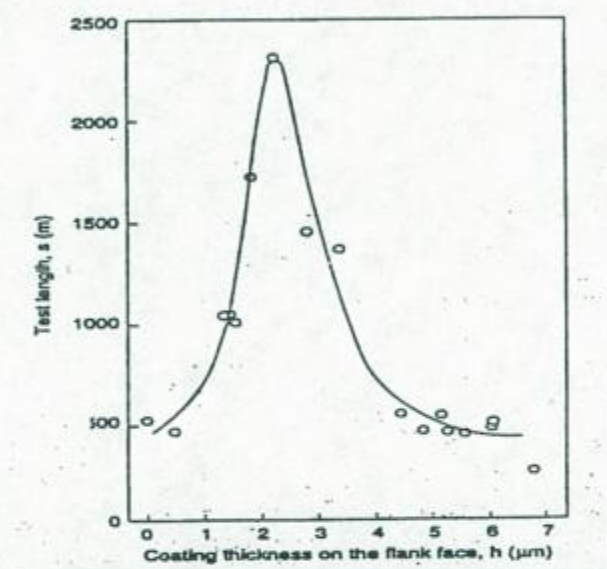


Figura 7.1:Espesor de recubrimiento vs longitud de maquinado.
Según Posti y Nieminen [8].

Sin embargo, no tuvimos el mismo éxito con la adherencia, pues para las muestras cuya superficie fue pulida hasta obtener acabado superficial con $R_a=0.05 \mu$, correspondiente al papel de carburo de silicio # 600, se obtuvo como se muestra en la Tabla 5.2, valores en la carga crítica, similares a los obtenidos para el acero AISI-O1, Tabla 4.4, aún cuando este último presenta menor dureza 57.5 HRC y distinta composición química. Lo anterior constituyó una de las razones por la cual se introdujeron modificaciones que permitieron incrementar la carga crítica de adherencia hasta 35 N. Para esto, como se explicó en 6.0, se realiza el pulido de las muestras hasta alcanzar acabado superficial $R_a= 0.03\mu$, correspondiente a paño con pasta de diamante de un micrón. De acuerdo con A. F Jankowski [10], esto garantiza la obtención de un recubrimiento menos poroso, es decir con menos espacios vacíos entre las

columnas, lo que trae como consecuencia una película mucho más densa y por lo tanto propiedades mecánicas superiores.

En este sentido debe tenerse en cuenta además la influencia de este parámetro en las tensiones generadas en el film, las que a su vez están íntimamente relacionadas con la adherencia del recubrimiento, de acuerdo con los resultados reportados por G. Palasantzas [11]. Éste muestra que con la disminución del factor de rugosidad (H) (exponente fractal) y el incremento de la relación σ/ξ , (σ : amplitud de rugosidad, ξ longitud de correlación lateral), las tensiones medidas en la interface decrecen. Figuras 7.2 y 7.3.

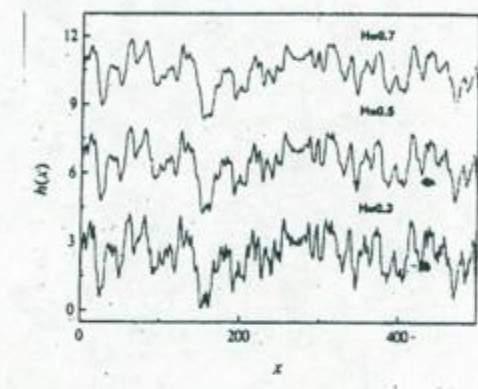


Figura 7.2:Factor de Rugosidad

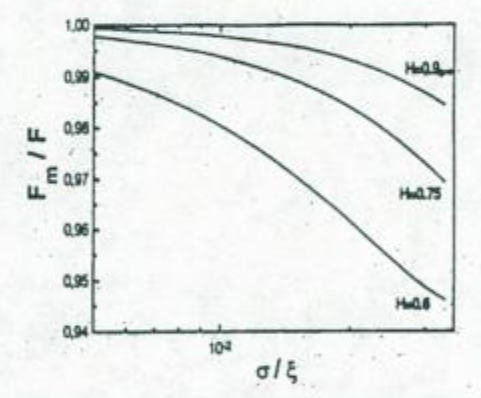


Figura 7.3: Dependencia de las tensiones internas de H y σ/ξ .

Otro aspecto importante lo constituyó, el haber sometido el sustrato, a un proceso de limpieza por Sputtering con Argón y tensión de BIAS negativa, poniéndose de manifiesto las condiciones explicadas en relación con los efectos

de la limpieza y el potencial de referencia del sustrato en (2.2.1), que son reportadas por D.M. Mattox [13], [18], [19].

Con relación a la rugosidad superficial del recubrimiento, se observó que con la introducción de las modificaciones del proceso de deposición se logra mejorar la misma desde 0.5 a 0.3 micrones, valor que coincide con el reportado por Wilson. S y A.T. Alpas [47].

Con una carga de (50g), fue posible la observación de la impronta en los especímenes durante la medición de la microdureza, los valores medidos fueron (1723.5Hv) y (1585 Hv). La Figura 7.4 corresponde con los reportados por P.Perillio [46], para TiN depositado por proceso CVD sobre sustratos de acero M2. Para el mismo valor de carga, nuestros resultados coinciden con la experiencia del sustrato previamente nitrurado y son superiores al de la experiencia del sustrato sobre el que previamente se depositó, una intercapa de Ti.

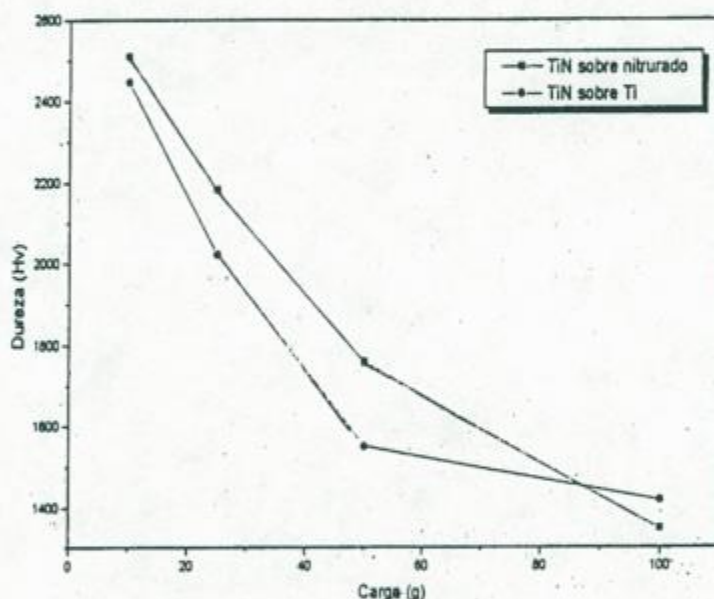


Figura 7.4: Medición de microdureza TiN depositado sobre M2 (CVD).
Según P. Perillio [46]

7.3 - Tensiones residuales posterior al proceso de deposición.

Los valores de tensiones residuales fueron medidos posteriormente al proceso de deposición obteniéndose los valores -5.10 y -6.70 Gpa que aparecen en las Tablas 5.4 y 6.2

Dichos resultados corroboran lo planteado por D.Rickerby [20], en relación con la obtención de tensiones de compresión relativamente altas en el film,

como resultado del impacto de partículas energéticas, al someter al sustrato a un potencial de referencia negativo respecto del plasma (Tensión de BIAS).

También Yamamoto. S. e Ichimura. H. [48], reporta la dependencia entre la tensión de BIAS y las tensiones internas del film de TiN, depositado sobre acero M2, encontrando que, en la misma medida en que se incrementa la tensión de BIAS, ocurre lo mismo con las tensiones internas al aplicar el valor de tensión de -100V: las tensiones internas comienzan a decrecer. Como las mismas están relacionadas con defectos puntuales, clusters y bordes de cristalitas que se generan durante la deposición [11], [48] y dado que la tensión de BIAS determina la concentración de los mismos, se atribuye entonces a dicha causa la relajación de tensiones mencionada.

Los valores de tensiones internas reportados por Yamamoto.S. e Ichimura. H. [49], son de aproximadamente -5 Gpa para una tensión de BIAS (-200, -400) V, Figura 7.5; la empleada en este trabajo fue de -300V. Además, fueron medidos valores de tensiones residuales similares a las obtenidas en este trabajo.

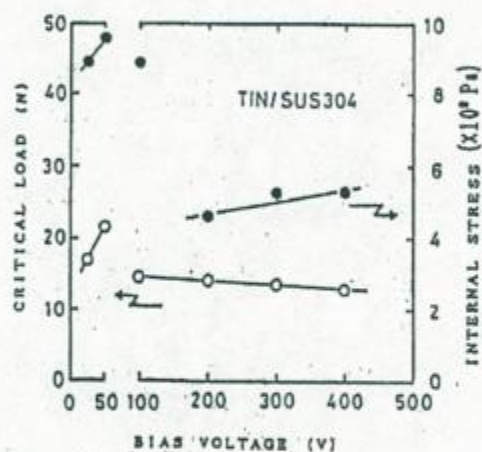


Figura 7.5: Dependencia de las tensiones internas de la tensión de BIAS.
Según Yamamoto y col. [49]

7.4- Identificación de fases posterior a la deposición.

Empleando nuevamente la técnica de DRX, se realizó la identificación de las fases presentes, esta vez sobre la superficie recubierta. De acuerdo con el difractograma se encuentra TiN, la cual presenta estructura fcc. Debe destacarse que Yamamoto. S. e Ichimura. H. [48], reportan que films de TiN depositados sobre acero HSS, mostraron tener la estructura del NaCl. La misma de acuerdo con las tablas de Cristalografía [50], libre de tensiones, posee parámetro de red $a = 4.2442 \text{ \AA}$. En nuestro trabajo fueron medidos los siguientes valores para el parámetro de red $a = 4.2654 \text{ \AA}$ y

$a = 4.2780 \text{ \AA}$, como muestran las Tablas 5.4 y 6.2, los cuales están afectados por la presencia de las tensiones residuales así como de la precisión de la medición efectuada.

Otras fases que fueron identificadas fueron las correspondientes a la ferrita y la cementita. Éstas presentan estructura (bcc), perteneciendo evidentemente al sustrato, dado que la penetración de la radiación $K\alpha$ del Cu es de 3-5 μ .

7.5-Análisis de la composición por Microsonda Electrónica.

En ambos casos 5.3.3 y 6.3, el análisis de los perfiles de concentración correspondientes nos muestran que durante el proceso de deposición, las interfaces TiN/Ti y Ti/Fe, sufrieron modificaciones, como resultado del proceso de difusión de N, Ti, Fe, hacia y desde el interior del sustrato, lo que trae como consecuencia, la formación posterior en las mismas de diferentes compuestos.

A partir de estos resultados y de acuerdo con M.Ohring [14], se obtiene entonces en nuestro caso una interface por difusión, esto es debido a la difusión de las especies del recubrimiento en el material del sustrato y viceversa, caracterizándose por una transición gradual de las propiedades en ambos materiales y generalmente por una alta adherencia.

De acuerdo con lo anterior se establece la necesidad de realizar el estudio de las interfaces mediante microscopía electrónica de transmisión a alta resolución, con la finalidad de verificar la formación en la misma de compuestos de Ti-O-Fe, existen algunos trabajos similares, tal como el realizado por R.N Bolster y col. [51], sobre films de TiN depositado sobre Si, por el método IBAD (Ion-Beam-Assisted Deposition).

7.6- Estructura del recubrimiento.

Como se observó en la Figura 6.9, como consecuencia del proceso de deposición utilizado, se obtiene una microestructura típica, o sea una estructura columnar, muy densa y en correspondencia con las condiciones que se utilizaron. Debe destacarse que Yamamoto. S. e Ichimura. H. [48], estudiaron la morfología de los films de TiN depositado sobre sustratos, sometidos a tensiones de BIAS en el rango de 50-400 V, encontrando cambios apreciables en la morfología con el incremento de la tensión de BIAS, para valores muy bajos, $\leq -200 \text{ V}$, se encontraron poros en las estructuras de los depósitos. Sin embargo la morfología cambia a una microestructura mucho más densa, a más alta tensión de BIAS, $> -200 \text{ V}$.

Un aspecto también importante, que se tuvo en consideración, al menos desde el punto de vista cualitativo, fue el relacionado con la homogeneidad, en las dimensiones y distribución de los carburos del sustrato, lo cual se encontró que es bastante homogénea. Hulfman. L. [52], en estudios realizados sobre el papel del sustrato en la nucleación de las fases del film, encuentra que los

carburos MC, actúan precisamente como centros de nucleación y crecimiento (epitaxial local), del recubrimiento.

7.7- Análisis de los ensayos de desgaste.

- Ancho y profundidad de la escara.

Como se observa en las Tablas 5.4, 6.3 y 6.4, los valores de los anchos y profundidades de las escaras que fueron medidos disminuyeron en las distintas muestras ensayadas, en la misma medida en que fue mejorado el acabado superficial, ya sea del sustrato o del propio recubrimiento, es decir la disminución se verifica comparativamente con el AISI-M2 sin recubrir en el siguiente orden: AISI-M2 + TiN (sustrato pulido hasta papel # 600), AISI-M2 +TiN (sustrato pulido con paño y pasta de diamante de un micrón), AISI-M2 +TiN (recubrimiento pulido con paño y pasta de diamante de un micrón). Debe destacarse que las condiciones con las cuales se desarrollaron los ensayos para todas las muestras fueron las mismas.

De la geometría del contacto entre el anillo y el bloque, durante el desarrollo del ensayo de desgaste puede obtenerse [41]:

$$V = D^2 t / 8 [2 \sin^{-1} b / D - \sin^{-1} b / D]$$

Donde:

V: volumen de la escara de desgaste.

D:diámetro del ring.

b: ancho de la escara.

t: ancho del block.

Además a partir de la Tasa de desgaste [21], puede obtenerse:

$$K = V / NL$$

Donde:

K: coeficiente de desgaste; V: volumen de la escara; N: carga normal aplicada; L: distancia recorrida.

La rugosidad que determina el área real de contacto es una variable implícita en estas dos ecuaciones. Puede asegurarse entonces que ocurrirá el decrecimiento en el coeficiente de desgaste K, en función precisamente de las condiciones de acabado superficial de cada una de las muestras que fueron analizadas, esto es:

-AISI-M2 (sin recubrir), $R_a = 0.05 \mu$ (superficie del sustrato).

-AISI-M2 + TiN (acabado del sustrato hasta papel #600), $R_a = 0.5 \mu$ (recubrimiento).

-AISI-M2 + TiN (acabado del sustrato hasta paño y pasta de diamante de un micrón), $R_a = 0.3 \mu$ (recubrimiento).

-AISI-M2 +TiN (acabado del recubrimiento con paño y pasta de diamante de un micrón), $R_a = 0.23 \mu$ (recubrimiento).

- Coeficiente de fricción.

Diferencias en cuanto a los valores de este parámetro son verificadas, pudiéndose observar en los gráficos de las Figuras 7.6 y 7.7.

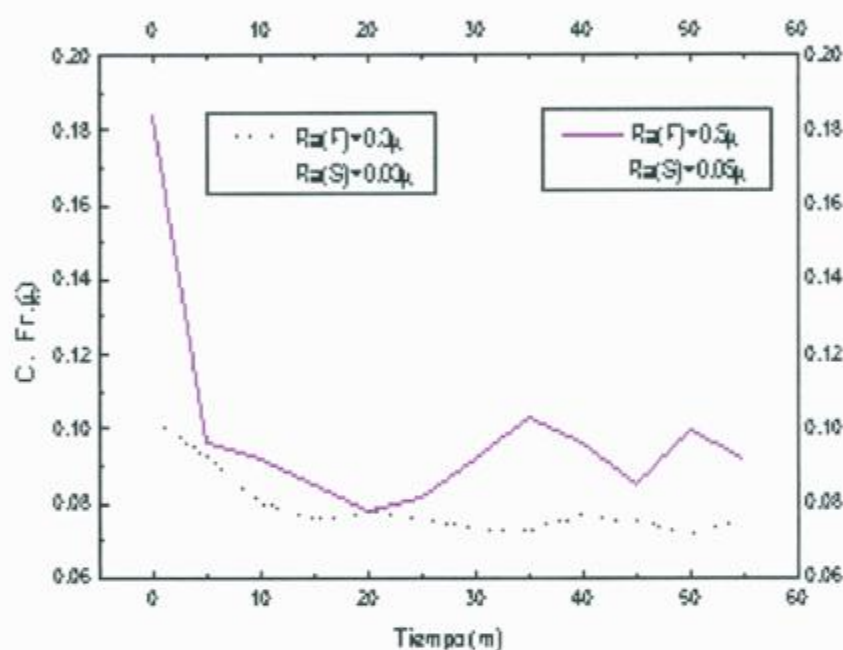


Figura 7.6: Comparación de coeficientes de fricción para distintas condiciones de acabado superficial y carga crítica de adherencia.

F =film, S= sustrato

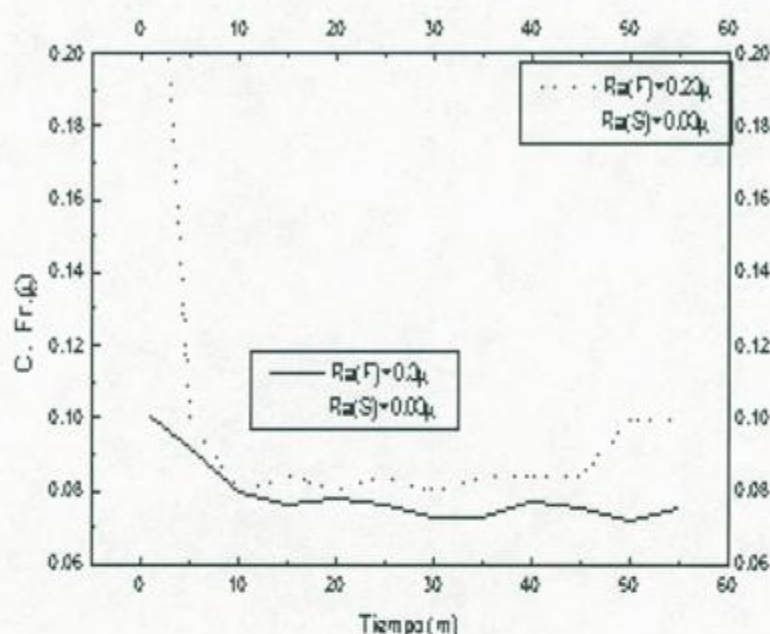


Figura 7.7: Comparación del coeficiente de fricción para diferentes condiciones de acabado superficial del recubrimiento.

Pudo observarse de acuerdo con la Figura 7.6, que con el incremento de la carga crítica de adherencia así como la mejora del acabado superficial, se disminuyó el valor del coeficiente de fricción. En la Figura 7.7 se observa sin embargo un ligero incremento del coeficiente de fricción para el caso del espécimen cuyo recubrimiento fue pulido en relación con el que no lo fue. Lo anterior se atribuye a la presencia de óxidos de hierro en la zona de contacto de dicha muestra con el anillo durante el desarrollo del ensayo, los cuales fueron detectados durante la observación por microscopía óptica de la escara de desgaste, inmediatamente después de concluido éste, tal como muestran las Figuras 7.8 y 7.9. Lo anterior se debe a que durante el pulido del recubrimiento, realizado manualmente, no se pudo controlar la profundidad del mismo.



Figura 7.8: Óxidos de Fe. Escara de desgaste.

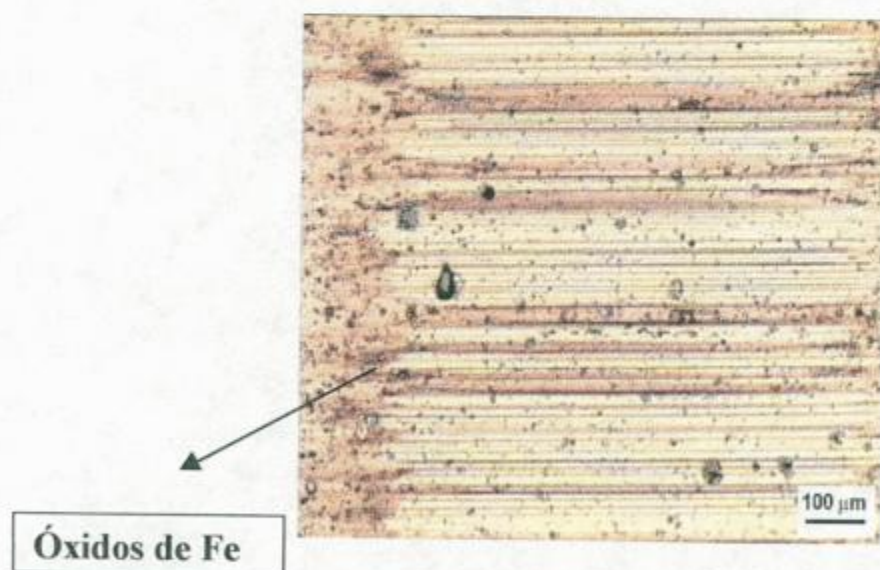


Figura 7.9: Presencia de Óxidos de Fe.

Debe destacarse que se corrobora que el coeficiente de fricción, no es una propiedad de los materiales en contacto y si de las superficies de estos, pues mantuvimos los materiales, se utilizó la misma máquina y condiciones de ensayos, encontrándose variaciones en dicho parámetro, como resultado de variaciones en el acabado superficial y en la carga crítica de adherencia del recubrimiento.

Existe correlación del comportamiento de los debris con todo lo anteriormente analizado. El mayor desprendimiento se produjo siempre al inicio del proceso en aquellas muestras con peor acabado superficial, siendo además las que presentan mayores valores y variaciones de dicho parámetro durante el desarrollo del proceso, así como mayores dimensiones del ancho y profundidad de la escara y por lo tanto de la tasa de desgaste.

Se ha demostrado que la medición del coeficiente de fricción por deslizamiento entre superficies metálicas, con acabados como los que generalmente se emplean en construcción de maquinarias, muestra un transitorio de rápida variación cuando el ensayo es realizado al aire, variando en función de la velocidad relativa, la carga y la lubricación. De acuerdo con N.P.Suh [23], en este proceso pueden distinguirse hasta seis etapas.

Nosotros encontramos coincidencias en nuestro trabajo, tanto desde el punto de vista de las condiciones, como de los resultados descritos por la Teoría de la Génesis de la Fricción: El elemento estático, es el de mayor dureza (bloque con el recubrimiento de TiN), mientras que el elemento en movimiento es el más blando, en este caso el anillo.

Se observó en todos los ensayos un valor elevado del coeficiente de fricción al inicio, con posterioridad el coeficiente de fricción comienza a disminuir, alcanzando finalmente el estado estacionario, lo cual corresponde con las etapas 5 y 6, del modelo de Suh y colaboradores en la GF.

De esta manera podemos decir que, en un principio, las asperezas del recubrimiento de TiN son gradualmente removidas produciéndose un acabado espejo de la superficie, la fuerza de fricción como consecuencia decrecerá, debido a un decrecimiento en el surcado y la deformación plástica de las asperezas, pues la dureza y el pulido del TiN impiden que las partículas del desgaste penetren en la superficie del recubrimiento. Alcanzada cierta magnitud (extensión del pulido), en la superficie del TiN, ocurrirá lo mismo con la superficie del anillo. Como consecuencia la fuerza de fricción permanecerá constante, alcanzándose entonces el estado estacionario. La superficie desgastada, no se alisa completamente, pues como un resultado del desgaste por delaminación, van a existir depresiones en la misma.

- Caracterización por SEM de la zona desgastada y la contraparte.

Este tipo de análisis cualitativo de la morfología de la zona desgastada en el espécimen y la contraparte, conjuntamente con el de EDAX, garantizó poder

explicar y corroborar muchos de los aspectos que en relación con las características del proceso de fricción se pusieron de manifiesto, permitiendo de esta manera completar la información en relación con el fenómeno del desgaste.

El análisis de la morfología superficial de la zona de desgaste, mostró, como se observa en las Figuras 5.10 y 5.11, que las primeras zonas de falla, lo constituyen, las cúpulas de las ampollas de Ti del recubrimiento. Lo anterior trae como consecuencias en primer lugar, el contacto temprano del substrato con la contraparte; pero además la incorporación de partículas duras (debris), en la zona de contacto, esto es (TiO y Ti-Fe).

La Figura 6.7, muestra precisamente debris que fueron observados en la zona de desgaste. No presentan forma esférica como puede apreciarse, sino más bien de hojuelas finas uniformes. Consideramos probable que dichos debris sean de ilmenita, óxido ternario de estructura romboédrica, (FeTiO_3), pues I.L.Singer y colaboradores lo reportan identificado en [6], durante trabajos de investigación de desgaste de TiN, contra acero, en aire.

Otra de las manifestaciones típicas, que como habíamos analizado tiene lugar durante el contacto, contribuyendo con las restantes al desarrollo del desgaste, son la deformación plástica y el surcado. Se manifiestan como resultado de interacción de las crestas de las microasperezas y de partículas del desgaste duras con las superficies. Aspectos como los anteriores son mostrados por la Figura 6.12.

Por último en cuanto al espécimen, el desgaste por delaminación también pudo ser observado, tal como muestra la Figura 6.8.

Las manifestaciones características que fueron observadas en el caso particular de la contraparte o anillo, fueron la deformación plástica y surcado, Figura 5.13, así como el microcorte, Figura 5.14.

- Análisis por TEM de los debris.

Procediendo de la forma que se describe en 3.12, pudo obtenerse la micrografía que muestra la Figura 6.10 ($M=40000\times$) de los debris formados en la zona de desgaste durante la realización de los ensayos. Aparentemente constituyen un conglomerado uniforme de pequeños cristalitas, los que dan lugar a una hojuela fina y uniforme. El patrón de difracción que se obtiene para los mismos, Figura 6.11, coincide con el reportado por I.L.Singer y col. [6]. De acuerdo con los mismos, el indexado se corresponde con una estructura romboédrica de grupo espacial con parámetros de red $a = 5.03 \text{ \AA}$ y $c = 13.74 \text{ \AA}$ y la comparación con datos standard de difracción de rayos X, indicó mayor correspondencia con la hematita ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$), que con Ti_2O_3 que posee el mismo grupo espacial, no obstante ocasionalmente se detectaron manchas de reflexión de un grupo cristalino diferente y que fueron generalmente identificadas como rutilo (TiO_2). Como la difracción de electrones indica una sola fase, sugiere que los debris generados por deslizamiento de acero contra TiN en aire están

formados fundamentalmente por partículas del óxido ternario ilmenita junto con la hematita ($\text{FeTiO}_3/\alpha\text{Fe}_2\text{O}_3$).

- Análisis de la composición química de la zona de contacto de la contraparte mediante XPS.

En la superficie de la huella, como la mostrada por la Figura 5.13 y que es el resultado del contacto de la contraparte con el bloque, se realizó el análisis de composición química, en correspondencia con el procedimiento descrito en 3.11, como resultado del mismo se detecta la presencia de Fe así como dicho elemento y Ti, en estado combinado con O [53]. Lo anterior está en correspondencia con los obtenidos por I.L.Singer y col [6], los cuales reportan que la zona de contacto de la contraparte de acero que deslizó contra el TiN en aire, contenía pequeñas hojuelas de Fe, cubiertas por una fina capa de óxido de Ti, así como también debris densos de ilmenita (FeTiO_3).

Capítulo 8: Conclusiones.

- 1- Las tensiones residuales del recubrimiento fueron de compresión en el rango de -5, a -7 Gpa. Dichas tensiones son propias del proceso de deposición y no son influidas por las tensiones residuales del sustrato.
- 2-La adherencia del recubrimiento es una función del acabado superficial, así como de la limpieza (sputtering) y otros factores del proceso de deposición, al cual fue sometida la superficie del sustrato.
- 3- La rugosidad tiene efecto en la generación de un gradiente funcional más uniforme a lo largo de toda la superficie, garantiza un frente plano de crecimiento del recubrimiento, pero tiene un efecto sobre las tensiones residuales (Palasantzas). Una menor rugosidad puede incrementar tensiones de compresión del recubrimiento, favoreciendo la resistencia a la fatiga superficial.
- 4- Las variaciones bruscas del coeficiente de fricción dan cuenta de la dinámica de debris (generación y expulsión), en la zona de desgaste.
- 5- La rugosidad final del recubrimiento, tiene efecto en la tasa de desgaste (ancho de escara y profundidad de la misma). Con el incremento del acabado superficial disminuyó la tasa de desgaste.

- SUGERENCIAS PARA PRÓXIMOS TRABAJOS.

- 1-Incrementar en una hora el tiempo de limpieza (sputtering), con Ar y tensión de BIAS de -1000 V del sustrato, con la finalidad de continuar incrementando la carga crítica de adherencia del recubrimiento.
- 2-Se recomienda estudiar el acabado superficial, así como las tensiones residuales del sustrato, después de haber sido sometido al proceso de sputtering por Ar y tensión de BIAS de -1000 V, por tiempos de 30 minutos y de una hora.
- 3-Realizar análisis del comportamiento del proceso de desgaste (Verificación de la tasa y caracterización de los mecanismos de desgaste operantes), después del incremento de la adherencia.
- 4-Verificación de los resultados y comportamiento obtenidos en herramientas de corte, utilizando condiciones de ensayos similares a las de trabajo de las mismas.

Referencias:

- [1]- D.T.Quinto, "Mechanical Property and Structure Relationships in Hard Coatings for Tools," J Vac Sci Technol. A6 (1988) 2149-2157.
- [2]- H. Holleck, "Material Selection for Hard Coatings", J Vac Sci Technol. A4 (1986), 2661-2669.
- [3]- I. Vaquila. "Tesis de Doctorado en Física." UNR. (1997).
- [4]- C. Oviedo. Journal of Physics: Condensed Matter Vol 5 (1993) 153.
- [5] - A.P. Guliáev, Metalografía, Tomo 2, ed. Mir Moscú, (1987).
- [6]-I. L. Singer, S. Fayeulle, P. D. Ehni "Friction and wear behavior of TiN in air: The chemistry of transfer films and debris formation." Wear 149 (1991) 375-394.
- [7] - H. Okamoto. Journal of Phase Equilibrium Vol 14 No 4 (1993) 536.
- [8]- Kenneth Holmberg, "Coatings Tribology", Eds. Adlan Matthews, Elsevier North Holland ISBN 0444 888705 London 1994.
- [9]- A. Rodrigo. "Efectos de las Variables de Procesos Reactivos de Deposición por Plasma sobre Propiedades de Recubrimientos Duros". Tercer Curso Latinoamericano de Procesamiento de Materiales por Plasma.CNEA. Buenos Aires (2000).
- [10]- A.F Jankowski "Adhesion of PVD Ti coatings to be substrates"Thin Solid Films 154 (1987) 183-198.
- [11]-G. Palasantzas and J.Th. M. de Hosson. Acta mater. 48 (2000) 3641-3645.
- [12]- F. Spaepen, Acta mater, 48, (2000), 31.
- [13]- D. M. Mattox "Adhesion and Surface Preparation" Cap 3, en "Deposition Technologies for Films and Coatings", Eds. R. F. Bunshah et al., Noyes Publications, Park Ridge (1982).
- [14]- M. Ohring "The Materials Science of Thin Films", Academic Press, San Diego, CA (1992).

- [15]- S.Bull, P.R. Chalker "The role of Titanium interlayers in the adhesion of titanium nitride layers" Proc Conf. On Surface Modification Technologies V, Birmingham, UK (Sept 1991) 205- 215.
- [16]-A. J. Perry "Scratch adhesion testing of hard coatings" Thin Solid Films 107 (1983) 167- 180.
- [17]-B.A Mochan, A.V. Demchishin, Phys Met Metallurgy, 28 (1969) 83.
- [18]-D.M Mattox "Ion Plating Technology" Cap 6 "Deposition Technologies for Films and Coatings", Eds. RF Bunshah et al, Noyes Publications, Park Ridge (1982).
- [19]- D. M. Mattox "Ion Plating Technology" Cap 13 on " Handbook of Plasma Processing Technology", Eds. RF Bunshah et al, Noyes Publications, Park Ridge, (1990).
- [20]- D. S. Rickerby, P. J. Burnett "Correlation of process and system parameters with structure and properties of physically deposited hard coatings", Thin Solids Films 157 (1988) 195-222.
- [21]-E. Forlerer. "Tribología y Recubrimientos". Tercer Curso Latinoamericano de Procesamiento de Materiales por Plasma". CNEA. Buenos Aires (2000).
- [22]- Rabinowicz, E. Friction and Wear of Materials John Wiley & Sons, New York, Inc. (1995), 2^{da} Edición.
- [23]- Nam P. Suh, H. C. Sin. Wear, 69 (1981) 91- 114
- [24]- M.Tohkai. "Microstructural aspects of friction", M.S Thesis, Departament of Mechanical Engineering Massachusetts Institute of Technology, 1979.
- [25]- N.P.Suh, H, C.Sim, M.Tohkai and N.Saka, "Surface topography and requirements for dry sliding surfaces", CIRP, Ann.Int. Inst.Prod.Eng. Res., 29 (1980) 413-418.
- [26]-E.P. Abrahamson, S. Jahanmir and N.P.Suh, "The effect of surface finish on the wear of sliding surfaces", CIRP, Ann. Int. Inst. Prod. Eng.Res., 24 (1975) 513-514.

- [27]-K. Kuwahara and H. Masumoto, "Influence of wear particles on the friction and wear between copper disk and pin of various kinds of metal", J. Jpn. Soc Lubr. Eng. ,25 (1980) 126-131
- [28]-N.P. Suh, "The delamination theory of wear", Wear 25 (1973) 111-124.
- [29]- Kragelski, I.V. Friction and Wear Butterworths, London (1965).
- [30]- Holm, R.; Electrical contact, Almquist and Stockholm. (1946).
- [31]- Archad, J.F.; "Contact and rubbing of flat surface", J.Appl. Phys.,24 981-988. (1953).
- [32]- Rafael A. Auras. Producción y propiedades de compuestos de base Al-Zn y partículas de alúmina y de carburo de silicio. Tesis de Maestría, Instituto de Tecnología Prof. "Jorge A Sabato", UNSAM, CNEA. (1999).
- [33]- M. M. Barreiro, S. Calderón, J.Gonzalez, E. Forlerer. "Desgaste en dos resinas compuestas a altas cargas". Congreso de la Sociedad Argentina de Investigación Odontológica SAIO99, 11-13 de Noviembre de 1999, Mar del Plata, Pcia. Bs. As.
- [34]- American Society for testing Materials, D907-70, Philadelphia, USA (1970).
- [35]-P. Laeng, P.A. Steinmann, H.E. Hintermann "La mesure de adherence l des couches minces fortement adherentes" Oberflaeche-Surface, 23 (1982) 108-117.
- [36]- J. Valli, "A review of adhesion test methods for thin hard coatings". J.Vac. Sci Technol. A4 (1986) 3007- 3014.
- [37]- P.R Chalker, S.J.Bull, D.S. Rickerby "A Review of methods for evaluation of coating-substrate adhesion" Mats. Sci and Engineering A140, (1991) 583-592.
- [38]-P.C. Jindal, D.T Quinto, G.J. Wolfe , "Adhesion measurements of CVD and PVD Hard coatings on WC- Co substrates" Thin Solids Films 154 (1987) 361-375.

- [39]- A. Rodrigo. "Caracterización de Adherencia, Dureza y Espesor de Recubrimientos Duros". Tercer Curso Latinoamericano de Procesamiento de Materiales por Plasma.CNEA. Buenos Aires (2000).
- [40]- B.D. Cullity " Elements of X-Ray Diffraction". Addison-Wesley Publishing Company Inc., London, 1978.
- [41]- Standart Test Method for Racing Resistance of Materials to Sliding wear Using Block-on-Ring Wear Test". ASTM G77-97.
- [42]- Z.P. Huang, Y.Sun and T. Bell. "Friction behaviour of TiN, CrN and (TiAl)N coatings" Wear, 173 (1994) 13-20.
- [43]- "Metals Handbook - Desk Edition", American Society for Metals (ASM), Ohio, EEUU, edición nov.84 7^{ma} reimpresión, set 92.
- [44]- "Metallurgy and Heat Treatment of Tool Steels", Robert Wilson, McGraw-Hill, Londres, UK, 1975.
- [45]- "Böhler S600. Acero Rápido", Böhler Edelstahl Gmbtt, RFA.
- [46]- P. Perillio. "Mejora de la adherencia de recubrimientos duros sobre acero en base a métodos de pretratamiento del sustrato por procesos de plasma", Tesis de Maestría, UNSAM, Instituto de Tecnología "Prof Jorge A Sabato", 1998.
- [47]- S. Wilson, A.T. Alpas. "Tribo-layer formation during sliding wear of TiN coatings", Wear 245 (2000) 223-229.
- [48]- Yamamoto, S. and Ichimura, H "Effect of substrate bias voltage on the properties of arc ion-plated TiN films onto high speed steels", J. Mater. Res, Vol 11, No 5, May 1996.
- [49]- Yamamoto, S. and Ichimura, H "Adhesion of TiN Coating on Steels" Composites/Corrosion Coating of Advanced Materials, edited by S. Kimura, Material Research Society (1989) p118.
- [50]- Pearson Handbook of Crystallographic Data, Vol 3
- [51]- R.N.Bolster, I.L.Singer, R.A.Kant,B.D.Starwell and C.R.Gossett. "Tribological behaviour of TiN films deposited by High Energy Ion-Beam Assited Deposition" Surface and Coatings Technology, 36 (1988) 781-790.

[52]- L.Hulfman. "Role of Subtrates of Films Nucleation". Tercer Curso Latinoamericano de Procesamiento de Materiales por Plasma. CNEA, Buenos Aires, Agosto 2000.

[53]-C.Oviedo.Información personal, Laboratorio de análisis de superficies, CNEA.

