

SEP

SECRETARÍA DE
EDUCACIÓN PÚBLICA



TECNOLÓGICO NACIONAL DE MÉXICO INSTITUTO TECNOLÓGICO DE CELAYA

DEPARTAMENTO DE INGENIERÍA MECÁNICA

**“INFLUENCIA DE LA RUGOSIDAD DEL SUSTRATO AISI H13 EN LA ADHESIÓN Y
DESEMPEÑO TRIBOLÓGICO DE RECUBRIMIENTOS DELGADOS DE NITRURO
DE TITANIO”**

TESIS

**QUE PARA OBTENER EL GRADO DE
MAESTRO EN CIENCIAS EN INGENIERÍA MECÁNICA**

PRESENTA:

ING. RICARDO ORTEGA ALVAREZ

DIRECTORES DE TESIS:

MC. LUIS DANIEL AGUILERA CAMACHO

DR. J. SANTOS GARCÍA MIRANDA

CELAYA, GUANAJUATO.

JULIO 2018

CELAYA, GTO., 11/junio/2018
DEPARTAMENTO DE INGENIERÍA MECÁNICA
OFICIO No. IMP 060/2018
ASUNTO: Autorización de Impresión

M.C. GILBERTO RUÍZ MONDRAGÓN
JEFE DEL DEPARTAMENTO DE INGENIERÍA MECÁNICA
PRESENTE

Comunicamos a usted, que de acuerdo a la convocatoria hecha por esta Jefatura a su digno cargo, se determinó aprobar la impresión del Proyecto de Tesis de Maestría, titulado:

“Influencia de la Rugosidad del sustrato AISI H13 en la adhesión y Desempeño Tribológico de Recubrimientos Delgados de Nitruro de Titanio.”

Que para obtener el Grado de:

Maestro en Ciencias en Ingeniería Mecánica

Presenta:

Ricardo Ortega Alvarez

Lo que comunicamos a Usted, para los efectos consiguientes.

ATENTAMENTE
La técnica por un México mejor ®

M.C. LUIS DANIEL AGUILERA CAMACHO
Presidente

DR. J. SANTOS GARCÍA MIRANDA
Secretario

DRA. KARLA JUDITH MORENO BELLO
Vocal

M.I. BENJAMÍN ARROYO RAMÍREZ
Vocal Suplente

ASR/rchf

SECRETARÍA DE
EDUCACIÓN PÚBLICA
TECNOLÓGICO NACIONAL
DE MÉXICO
INSTITUTO TECNOLÓGICO
DE CELAYA
DEPTO. ING. MECÁNICA



Aniversario
TecNM
en Celaya
1958-2018

Av. Tecnológico y Antonio García Cubas S/N C.P. 38010 Celaya, Gto.
A.P. 57 Conmutador: (461) 611 75 75 correo electrónico: lince@itcelaya.edu.mx
www.itcelaya.edu.mx



Para explicar toda la naturaleza no basta ni un hombre ni una edad completa. En su lugar, lo mejor es que el hombre busque un poco de verdad y certeza, dejando el resto para los demás, para los que vendrán, con conjeturas y sin dar nada por hechos

Isaac Newton

AGRADECIMIENTOS

A:

Dios por permitirme llegar aquí, por su compañía y el apoyo brindado en cada paso de mi vida.

Instituto tecnológico de Celaya por darme la oportunidad de formar parte de la comunidad lince.

Mis padres, que dedicaron años de su vida en educarme y formarme y de quienes recibo un apoyo incondicional siempre, resaltando el amor infinito de mi madre Esthela y la fortaleza de mi padre Antonio.

Mis asesores el Dr. J. Santos García, el Dr. Daniel Aguilera y la Dra. Karla Judith de quienes he aprendido que es posible trabajar en equipo y cuyo apoyo ha sido incondicional. Especialmente, le agradezco a la Dra. Karla por la confianza depositada en mí desde un comienzo.

Los profesores del ITC quienes hacen una excelente labor formando personas y profesionistas.

A mis compañeras Tere y Vicky quienes en conjunto con mis asesores forman parte de una segunda familia para mí.

A mis hermanos Gabriel, Gerardo y Antonio y a mis hermanas Elizabeth, Sanjuana, Claudia y Cristina, quienes soportaron carencias debidas a mí educación y la de mis hermanos. En especial, agradezco a mi hermano Antonio por todo ese tiempo invertido en impulsarme y orientarme durante mi educación superior.

A mi amiga Gaby por alentarme en los años de desinterés motivándome a continuar con mis estudios y cuya influencia ha sido algo positivo en mi vida.

A mi amiga Ruth Alejo, quien me mostró una perspectiva diferente de la vida, resaltando pequeños detalles ufanos de la misma.

A mi amigo Cristian por su amistad y apoyo por más de 20 años.

A aquellas personas que no he mencionado, pero saben quiénes son, ya que han sido una influencia positiva en mi vida.

ÍNDICE

ÍNDICE DE FIGURAS	v
ÍNDICE DE TABLAS	vii
NOMENCLATURA.....	viii
RESUMEN	ix
ABSTRACT	x
INTRODUCCIÓN.....	xi
CAPÍTULO I MARCO DE REFERENCIA	1
1.1 Antecedentes	1
1.2 Planteamiento del problema.....	3
1.3 Justificación.	4
1.4 Objetivos	4
1.4.1 Objetivo general	4
1.4.2 Objetivos específicos	4
1.5 Impacto	5
1.6 Alcances.....	5
CAPÍTULO II MARCO TEÓRICO.....	6
2.1 Aceros	6
2.1.1 Acero AISI H13.....	7
2.2 Deposición física de vapor (PVD).....	8
2.3 Nitruro de Titanio (TiN)	10
2.4 Rugosidad	11
2.5 Dureza.....	13
2.5.1 Dureza Brinell.....	13
2.5.2 Dureza Rockwell	14

2.5.3	Dureza Vickers	16
2.5.4	Dureza Knoop.....	17
2.5.5	Dureza compuesta.....	18
2.6	Adhesión	19
2.6.1	Adhesión por Scratch	19
2.6.2	Adhesión por indentación.....	20
2.7	Tribología.....	21
2.7.1	Fricción.....	21
2.7.2	Desgaste	22
2.8	Esfuerzos de contacto	24
2.9	Metalografía.....	25
CAPÍTULO III METODOLOGÍA.....		26
3.1	Esquema general de la metodología	26
3.2	Especificaciones para fabricación de probetas de acero.....	27
3.3	Preparación superficial de las muestras	27
3.4	Medición de la rugosidad superficial.....	28
3.4.1	Tratamiento térmico	29
3.4.2	Ensayos de dureza sobre sustratos de acero AISI H13.....	29
3.4.3	Revelación de la microestructura de los sustratos de acero AISI H13.....	29
3.5	Recubrimiento de los sustratos	31
3.6	Medición del espesor de recubrimiento	32
3.7	Revelación de la microestructura del recubrimiento	32
3.8	Ensayos de microdureza sobre el recubrimiento.	33
3.9	Evaluación de la adhesión sustrato/recubrimiento.....	33
3.10	Ensayos tribológicos	34

CAPÍTULO IV ANÁLISIS DE RESULTADOS.....	36
4.1 Microestructura del recubrimiento.....	36
4.2 Medición del espesor del recubrimiento	37
4.3 Rugosidad	39
4.4 Dureza	40
4.5 Adhesión	41
4.6 Propiedades tribológicas	43
4.6.1 Coeficiente de fricción.....	43
4.6.2 Perfil de huella y volumen perdido.....	45
4.6.3 Análisis de los mecanismos de desgaste.....	49
CONCLUSIONES.....	54
REFERENCIAS	55

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 2.1	Esquema del proceso de deposición física de vapor.	10
Figura 2.2	Asperezas de una superficie real.	11
Figura 2.3	Parámetros R_i , R_e y R_z de un conjunto de asperezas superficiales.	12
Figura 2.4	R_q de un conjunto de asperezas superficiales.	13
Figura 2.5	Principio de la prueba de dureza Brinell A) Se aplica una fuerza F sobre la superficie; B) El material es deformado.	14
Figura 2.6	Principio de ensayo de dureza Rockwell	15
Figura 2.7	Principio de ensayo de dureza Vickers	16
Figura 2.8	Geometría de un indentador Knoop.	17
Figura 2.9	Esquema de huella de indentación y variables importantes.	18
Figura 2.10	Ensayo de Scratch	19
Figura 2.11	Mecanismos de desgaste	22
Figura 2.12	Configuración del sistema -on-disk.	23
Figura 2.13	A) Elementos esféricos sometidos a compresión, B) Distribución de esfuerzos en el área de contacto.	24
Figura 3.1	Esquema de la metodología del proyecto.	26
Figura 3.2	Especificaciones de las probetas.	27
Figura 3.3	Rugosímetro Mitutoyo SJ-400.	28
Figura 3.4	Durómetro universal TH722.	30
Figura 3.5	Microscopio metalográfico Zeiss.	30
Figura 3.6	Pulidora electromecánica Struers Labpol-1.	30
Figura 3.7	Mufla Furnace 48000.	31
Figura 3.8	A) Corte transversal de probeta recubierta con TiN; B) Medidas de una sección de recubrimiento.	32
Figura 3.9	Súper Micro-Durómetro Vickers/Knoop, SMVK-1000ZS (3009).	33
Figura 3.10	Montaje de probeta recubierta para ensayo.	34
Figura 3.11	Análisis de la huella de desgaste. A) Zonas representativas de los cuadrantes para la huella de desgasta y B) Distribución de ensayos de perfilometría a lo largo de toda la huella.	35

Figura 4.1	Microestructura del TiN en campo polarizado a 500x de TiN atacado con reactivo Kroll's.	36
Figura 4.2	Micrografía del acero AISI H13 en campo polarizado a 500x, A) Austenita retenida, M) Martensita.	37
Figura 4.3	Sección transversal de muestras AISI H13/TiN a 500x con Ra de a) 0.06 μm , b) 0.11 μm , c) 0.28 μm , d) 0.47 μm , e) 0.90 μm en donde 1) Baquelita, 2) Recubrimiento y 3) Sustrato.....	38
Figura 4.4	Espesores obtenidos para cada rugosidad de sustrato.	39
Figura 4.5	Cambio en la superficial rugosidad para los distintos sistemas.	39
Figura 4.6	Dureza de los distintos sistemas bajo una carga de 50 gr	40
Figura 4.7	Dureza de los distintos sistemas bajo una carga de 100 gr	41
Figura 4.8	Resultados de adhesión vistas a 100x para Ra de sustrato de A) 0.06; B) 0.11; C) 0.28; D) 0.47; E) 0.90.....	42
Figura 4.9	Agrietamiento del recubrimiento visto a 500x para Ra de sustrato (μm) de a) 0.06; b) 0.11; c) 0.28; d) 0.47; e) 0.90.....	42
Figura 4.10	Coefficiente de fricción en seco de los sistemas H13/TiN ensayados con pin de Al ₂ O ₃	43
Figura 4.11	Evolución del coeficiente de fricción de muestras con sustratos de mayor y menor rugosidad.	44
Figura 4.12	Coefficiente de fricción promedio para las distintas rugosidades de sustrato.....	45
Figura 4.13	Perfiles de huella de desgaste para muestra con Ra de 0.28 μm	46
Figura 4.14	Perfiles promedio de huellas de desgaste para las distintas rugosidades de sustrato.....	46
Figura 4.15	Anchos de huella de los distintos sistemas	47
Figura 4.16	Volumen perdido durante la prueba de desgaste.....	48
Figura 4.17	Razón de desgaste de las distintas muestras	49
Figura 4.18	Huella de desgaste de sistema con 0.06 μm de Ra.....	50

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 2.1	Influencia de los aleantes en los aceros.....	6
Tabla 2.2	Clasificación de aceros para herramientas de acuerdo a la AISI.....	7
Tabla 2.3	Composicion química del acero AISI H13.....	8
Tabla 2.4	Propiedades del acero AISI H13	8
Tabla 2.5	Propiedades del Nitruro de Titanio.....	11
Tabla 2.6	Variables utilizadas para el cálculo de dureza Brinell [29].....	14
Tabla 2.7	Escalas de dureza Rockwell [30].....	15
Tabla 2.8	Variables utilizadas para el cálculo de dureza Vickers [31].....	16
Tabla 2.9	Variables utilizadas para el cálculo de dureza Knoop [32].	17
Tabla 2.10	Carga utilizada para ensayo en función de dureza de sustrato	20
Tabla 2.11	Clasificación de las huellas de adhesión.	20
Tabla 2.12	Valores de interés para el ensayo pin-on-disk.....	23
Tabla 3.1	Rugosidades permitidas para cada sistema.....	28
Tabla 3.2	Condiciones para ensayo de fricción.....	34

NOMENCLATURA

CVD Deposición Química de Vapor (Chemical Vapor Deposition)

PVD Deposición Física de Vapor (Physical Vapor Deposition)

TiN Nitruro de Titanio (Titanium Nitride)

HR Dureza Rockwell

HB Dureza Brinell

HV Dureza Vickers

HF Ácido fluorhídrico

HNO₃ Ácido Nítrico

RESUMEN

El acero AISI H13 es ampliamente utilizado en la industria metalmeccánica para la fabricación de herramientas que estarán sometidas a cargas cíclicas, debido a esto, dichas herramientas sufren desgaste y fallas por fatiga. Con el aumento de la demanda de esta industria, se han propuesto diferentes alternativas para prolongar la vida útil de estas herramientas. Se ha demostrado que el uso de nitruro de titanio (TiN) como recubrimiento mejora el rendimiento tribológico de las herramientas. Sin embargo, para ser depositado, los proveedores exigen un acabado superficial específico, el cual varía entre ellos para la misma aplicación. Esto se debe a que el impacto que tiene el acabado superficial del sustrato sobre las propiedades finales de los elementos revestidos no es bien conocido.

En el presente trabajo se evaluó la influencia de la rugosidad de sustratos de acero AISI H13 sobre la adhesión y el desempeño tribológico de recubrimientos delgados de TiN obtenidos por deposición física de vapor (PVD). Para este propósito, se fabricaron muestras con cinco rugosidades superficiales diferentes a partir de acero comercial AISI H13. La caracterización se llevó a cabo mediante pruebas de rugosidad por perfilometría de contacto conforme al estándar ISO 1996; la medición de espesor del recubrimiento se obtuvo a través de microscopía óptica. Las pruebas de microdureza se llevaron a cabo de acuerdo al estándar ASTM C 1327-03 bajo cargas de 50 y 100 gr. Por otro lado, las pruebas de adhesión se realizaron siguiendo lo especificado en la norma BSI 1071-8. Además, las pruebas de fricción se realizaron utilizando la configuración perno en disco (pin-on-disk) y siguiendo la metodología del estándar ASTM G 99-05. Estos experimentos se llevaron a cabo en condiciones secas y utilizando pines de alúmina, la velocidad de deslizamiento fue de $0,05 \text{ ms}^{-1}$, la distancia de deslizamiento de 1000 m y el radio de desgaste de 2 mm.

Los resultados mostraron que no hay una dependencia de la rugosidad de sustrato con las propiedades de adhesión, dureza, rugosidad y espesor de recubrimiento. Además, en los ensayos tribológicos se observó que la rugosidad del sustrato y del recubrimiento influyen más en el coeficiente de fricción que el espesor de recubrimiento.

De los cinco compuestos estudiados, la muestra con menor rugosidad en sustrato ($0.06 \mu\text{m}$) obtuvo el menor espesor de recubrimiento, pero el mejor comportamiento tribológico.

ABSTRACT

AISI H13 steel is widely used in the metal- mechanic industry for the manufacture of tools that will be subjected to cyclic loads, due to this, such tools suffer wear and fatigue failure. With the increase in demand for this industry, different alternatives have been proposed to prolong the service-life of these tools. It has been shown that the use of Titanium Nitride (TiN) as coating improves the tribological performance of the tooling. However, to be deposited, suppliers demand a specific surface finish which varies between them for the same application. This is because the impact that the surface finish of the substrate has over the final properties of the coated elements is not well known.

In this work, the influence of substrates roughness of AISI H13 steel on the adhesion and tribological performance of thin TiN coatings obtained by physical vapor deposition (PVD). For this purpose, samples with five different surface roughness were manufactured from commercial AISI H13 steel. The characterization was carried out through roughness tests by contact profilometry and according to the ISO 1996 standard; the thickness measurement of the coating was obtained through optical microscopy. Microhardness tests were carried out according to the ASTM C 1327-03 standard under loads of 50 and 100 gr. On the other hand, the adhesion tests were accomplished in accordance with that specified in the BSI 1071-8 standard. In addition, the friction tests were executed by using the pin on disk configuration and following the methodology of the ASTM G 99-05 standard. These experiments were carried out in dry condition and by using alumina pins, the sliding speed was 0.05 ms^{-1} , the sliding distance 1000 m and the radius of wear 2 mm.

The results showed that there is no dependence on the substrate roughness with properties of adhesion, hardness, roughness and coating thickness. In addition, in tribological tests it was observed that, substrate and coating roughness have more influence in kinetic friction coefficient more than coating thickness.

Furthermore, from the five compounds studied, the one with $0.06 \mu\text{m}$ of substrate roughness, presented the best tribological behavior.

INTRODUCCIÓN

En la industria metal mecánica, en el área de conformado de metales, se realizan operaciones cíclicas por periodos prolongados, debido a ello, los herramientas utilizados para dichas operaciones se desgastan, fatigan y fallan. Los materiales utilizados para estas aplicaciones son aceros grado herramienta. El acero H13 es un acero al alto cromo con una excelente combinación de dureza y resistencia a la fractura y cuyas propiedades mantiene a temperaturas de hasta 600 °C, es por ello que es ampliamente utilizado para la fabricación de herramientas de trabajo en caliente tales como matrices de prensa para forja o moldes para extrusión. Con la demanda actual de volumen de productos, se busca que los herramientas tengan la máxima duración, es por ello que se utilizan con frecuencia recubrimientos cerámicos como el Nitruro de Titanio (TiN), ya que tiene elevada dureza y punto de fusión, así como una elevada resistencia al desgaste, mejorando con ello las propiedades del sistema.

Actualmente, este tipo de recubrimientos los realizan proveedores especializados quienes demandan un acabado superficial específico. Sin embargo, dicho valor varía entre los mismos ya que el impacto que tiene el acabado superficial del sustrato sobre las propiedades finales de los elementos recubiertos no es bien conocido.

En el presente trabajo se evaluó la influencia de la rugosidad de muestras de acero AISI H13 endurecidas mediante un tratamiento térmico sobre la adhesión y desempeño tribológico de recubrimientos cerámicos de TiN, para ello se fabricaron muestras de acero y se pulieron con lija de diferente tamaño de grano.

La caracterización del sistema AISI H13-TiN se realizó mediante ensayos de rugosidad, microdureza Vickers, adhesión y ensayos de fricción en seco utilizando la configuración pin-on-disk. Además, mediante microscopía óptica se midió el espesor del TiN depositado en las distintas rugosidades.

El trabajo consta de cuatro capítulos, en el primer capítulo se presentan el planteamiento del problema, el estado del arte, así como los objetivos del proyecto; el segundo capítulo se dedica al desarrollo del marco teórico; en el tercer capítulo se explica la metodología empleada, así como el equipo y material utilizado; en el capítulo cuatro se muestran y discuten los resultados obtenidos, y posteriormente se exponen las conclusiones del estudio.

CAPÍTULO I MARCO DE REFERENCIA

1.1 Antecedentes

El ser humano desde sus inicios ha buscado satisfacer las necesidades de supervivencia más elementales, para lograr este objetivo ha fabricado objetos de diferente material. Los primeros registros del uso de materiales se encuentran en la edad de piedra, la cual tiene diferente fecha de inicio para cada continente. La característica que define esta era es la fabricación de utensilios y herramientas con piedra debido a su facilidad para trabajarse. Sin embargo, este material no satisfacía todos los requisitos deseados, procediéndose a la búsqueda de materiales con mejores propiedades, encontrando al cobre, bronce y finalmente al hierro, iniciando la era de los metales [1].

El uso del hierro supuso una nueva era, su uso se extendió rápidamente debido a sus propiedades mecánicas (superior módulo de elasticidad y mayor dureza comparado a sus antecesores) y permitía ser combinado con otros materiales como madera, piedra y cerámica [2]. Debido a sus propiedades superiores, este material ofrecía ventajas bélicas y aseguraba rutas comerciales. A partir de entonces, se intensificó la búsqueda de materiales con propiedades mecánicas superiores, y como fruto de tal actividad, hace aproximadamente unos 3000 años, se logró obtener acero. Sin embargo, su producción en cantidades industriales comenzó en el siglo XIX [3]. Desde su descubrimiento y hasta la actualidad, el acero ha jugado un papel importante en el desarrollo social. El estudio intensivo de este material comenzó en el siglo XX, en donde el proceso de fabricación se hizo bajo un control estricto y se agregaron nuevos materiales como aleantes, obteniendo una diversidad de aceros con propiedades mecánicas diferentes [4]. Dentro de los diversos aceros usados en la industria se tienen aquellos clasificados como grado herramienta (aceros destinados a la fabricación de útiles o herramientas), los cuales pueden ser usados en condiciones de frío o caliente. Algunos ejemplares de este tipo son: el acero SAE D2 (alto Carbón-alto Cromo), SAE M2 (Molibdeno-Tungsteno), SAE M4 (Molibdeno-Tungsteno), SAE H13 (Cromo-Molibdeno) y SAE 4140 (medio Carbón-Cromo Molibdeno). Tales aceros son especiales para operaciones típicas de trabajado en frío como lo es el estampado y formado, troquelado fino y punzonado, entre otras (Facultad Regional del Rosario s.f.). Las características generales de estos aceros son: baja deformación en el temple, alta dureza de temple, alta templabilidad desde bajas temperaturas de austenización, libres de fisuras en zonas intrincadas después del temple y, en el caso de herramientas de corte, mantienen el filo de corte por tiempo

prolongado. Sin embargo no poseen propiedades de dureza al rojo como los aceros rápidos.

Dentro de la industria de manufactura, debido al incremento diario en la demanda del maquinado se tiene la necesidad de aumentar el rendimiento de herramientales y herramientas de corte reduciendo con ello los costos de producción, tal incremento se puede obtener mediante la combinación de elevada resistencia mecánica y bajo coeficiente de fricción [5]. Los recubrimientos son una opción que ofrece mejoras en el material.

Los recubrimientos se han catalogado como recubrimientos con alta resistencia al desgaste, alta dureza, baja fricción, así como alta resistencia a la corrosión y buena resistencia a altas temperaturas [6]. El comportamiento tribológico de sistemas compuestos por sustrato-recubrimiento es el resultado de la combinación de las propiedades de ambos materiales y de los parámetros de deposición del recubrimiento.

Los cerámicos son ampliamente utilizados como recubrimientos ya que presentan elevada dureza, alta estabilidad química, elevado punto de fusión y bajo coeficiente de fricción, sin embargo, son muy frágiles. Los carburos y nitruros de Titanio (TiC y TiN) son un tipo particular de cerámico identificados a mediados del siglo XIX, cuya comercialización inicio a finales de los 60 con herramientas recubiertas de TiC [7]. El estudio de los recubrimientos de Nitruro de Titanio (TiN) aumentó en los años 80, siendo el principal interés los métodos físicos de deposición de vapor y su influencia en el crecimiento de la capa y en las propiedades físicas y mecánicas del recubrimiento.

Se ha observado que el TiN y TiC depositado en herramientas de corte disminuyen el coeficiente de fricción y aumentan la resistencia al desgaste [8], es por ello que en la actualidad son ampliamente utilizados en industrias de mecanizado a alta velocidad y deformación de metales, en dónde las herramientas recubiertas experimentan impactos inevitables a temperaturas elevadas con carga dinámica elevada [9][10][11].

Debido al campo tan amplio que existe sobre la aplicación del TiN, diversos investigadores han evaluado características y comportamientos diferentes de este recubrimiento. Takadoun evaluó la influencia de la rugosidad del sustrato en un compuesto conformado por un acero estructural 35CD4 y TiN depositado mediante CVD con espesores de 1.5, 3 y 5 μm , en donde concluyó que la adhesión del recubrimiento disminuye al aumentar la rugosidad superficial del sustrato y la rugosidad del sustrato influye en el desgaste del material, además observó que el recubrimiento con espesor de 3 μm mostró una mejor resistencia al desgaste que los de 1.5 y 5 μm [12].

Larsson y colaboradores estudiaron los mecanismos de falla de los recubrimientos mediante rayado

e indentación, concluyendo que la indentación estática permite realizar un estudio más directo sobre la resistencia a la fractura y la adhesión del recubrimiento, mientras que la prueba dinámica de rayado, ofrece una mejor evaluación de la capacidad de carga de un sistema recubrimiento/sustrato, además de poder ser utilizada para encontrar la rugosidad superficial óptima de los componentes recubiertos utilizados en diversas aplicaciones de deslizamiento [13].

A. Conde y colaboradores evaluaron la resistencia a la corrosión y desgaste de TiN depositado mediante PVD sobre un acero M2 inmerso en una solución de NaCl concentrado a 0.6 M. Mediante rayos X y XPS (Espectroscopia de Fotoelectrones emitidos por Rayos X) observaron la composición elemental del recubrimiento y corroboraron que presenta un crecimiento de tipo columnar, dicho crecimiento fomenta la aparición de defectos entre los que se encuentran poros. Al sumergir los sistemas sustrato/recubrimiento, observaron que los poros permiten el paso de fluido hasta su interfaz y debido a la gran diferencia de potencial entre los materiales, la degradación del sustrato se potencializa. Sin embargo, este fenómeno no afecta la respuesta del recubrimiento frente a desgaste, ya que independientemente del espesor, el TiN muestra una menor tasa de desgaste respecto al acero base [14].

Respecto a la adhesión de un recubrimiento cerámico sobre un sustrato metálico, Franco Junior y colaboradores demostraron que esta aumenta cuando la dureza y el grado de recuperación elástica del acero se acerca a la del recubrimiento [15].

Finalmente, Guojia Ma y colaboradores determinaron a partir de ensayos de desgaste de tipo pin-on-disk, que el desgaste del recubrimiento ocurre en tres etapas principales, la primera de baja fricción, la segunda con un incremento de fricción mayor debido a las partículas desprendidas por abrasión lo que provoca la tercera etapa que es la falla del recubrimiento debido al incremento de la fricción la cual conlleva a mayores tensiones de cizalladura y una aceleración en el desgaste y la fractura del mismo [16].

1.2 Planteamiento del problema

Desde su comercialización en la década de los sesenta y hasta la actualidad, los recubrimientos duros de Nitruro de Titanio son ampliamente utilizados en diversos procesos que involucran corte y deformado de metales. Dentro de estas actividades, se desea que el recubrimiento se mantenga adherido al sustrato la mayor cantidad de ciclos con el mínimo desgaste, es por ello que existe la necesidad de analizar y determinar la rugosidad superficial que debe tener un acero AISI H13

cuando se use como sustrato, de tal manera que el compuesto sustrato/recubrimiento exhiba el mejor comportamiento de adhesión, dureza, rugosidad y desempeño tribológico, ya que hasta el momento no existe un estudio detallado de este tema.

1.3 Justificación.

El acero AISI H13 es uno de los más utilizados en la industria de manufactura, sobre todo en el área de estampado y forja debido a sus propiedades mecánicas y costo. Sin embargo, para que los herramientas puedan ser sometidos a las condiciones de trabajo durante una gran cantidad de ciclos, es necesario recubrirlos. Los recubrimientos duros de Nitruro de Titanio son ampliamente utilizados para estas prácticas debido a que se ha demostrado que prolongan la vida útil de los herramientas, además de tener buenas propiedades mecánicas.

Para un mejor diseño de herramientas es necesario caracterizar el comportamiento del recubrimiento de TiN cuando varía la rugosidad superficial del acero.

1.4 Objetivos

1.4.1 Objetivo general

Evaluar la influencia de la rugosidad superficial de sustratos de acero AISI H13 en la adhesión y desempeño tribológico del recubrimiento cerámico de Nitruro de Titanio (TiN).

1.4.2 Objetivos específicos

- Obtener probetas circulares de acero de $\frac{1}{2}$ "x $\frac{1}{4}$ " y pulirlas a diferentes rugosidades.
- Tratar térmicamente las probetas de acero.
- Evaluar la dureza de sustratos de acero AISI H13 mediante la escala Rockwell C.
- Recubrir las probetas de H13 (sustrato) con TiN utilizando la técnica "Deposición Física de Vapor" (PVD).
- Evaluar la rugosidad superficial del recubrimiento TiN.
- Analizar el cambio de la rugosidad superficial de las muestras antes y después de ser recubiertas.
- Evaluar la dureza del recubrimiento.
- Medir el espesor del recubrimiento mediante microscopía óptica.

- Evaluar la adhesión del recubrimiento sobre el sustrato mediante la norma BSI 1071-8.
- Evaluar el coeficiente de fricción, los mecanismos de desgaste y la razón de desgaste del sistema AISI H13-TiN mediante el método pin-on-disk.

1.5 Impacto

La caracterización tribomecánica del sistema AISI H13/TiN permitirá determinar las condiciones superficiales del sustrato de acero para que el sistema tenga el mejor desempeño tribológico bajo determinadas condiciones. Este estudio contribuirá a la generación de conocimiento nuevo y los resultados obtenidos podrán ser aplicados a la industria de forja y corte, debido al uso extendido de este tipo de materiales. Además, permitirá determinar las condiciones que aseguren la mayor vida útil de los herramientas y con ello, impactar económicamente dentro de este sector.

1.6 Alcances

El presente trabajo se centra en la evaluación de la influencia de la rugosidad superficial del sustrato de acero sobre la adhesión y el comportamiento tribológico de recubrimientos delgados de Nitruro de Titanio (TiN) depositados mediante un método físico (PVD), dicha caracterización del recubrimiento se centrará en la evaluación de la rugosidad bajo la norma ISO 1997, la microdureza Vickers bajo la norma ASTM C1327-03, su desempeño tribológico contra alúmina a una carga de 5N mediante el método pin-on-disk de acuerdo a la norma ASTM G99-05, así como la evaluación de adhesión mediante método de carga estática de acuerdo a la norma BSI 1071-8. La obtención del espesor y análisis de las improntas al igual que los diferentes mecanismos de desgaste se hará mediante microscopía óptica.

CAPÍTULO II MARCO TEÓRICO

2.1 Aceros

El acero es la mezcla del elemento carbono (no metal) con el elemento hierro (metal). Dentro de la clasificación general del mismo se tienen los aceros ordinarios, los aceros aleados, aceros para herramienta y aceros inoxidable.

Los aceros ordinarios o sin alear, se clasifican en función del contenido de carbono y pueden contener hasta un 0.5% de silicio, 0.8% manganeso, 0.04% fósforo y 0.04% azufre. Dentro de estos aceros se encuentran los de bajo carbono (0.08-0.25%), medio carbono (0.25-0.60%) y alto carbono (0.60-2.11%). Para concentraciones superiores a las mencionadas, se obtienen lo que son hierros fundidos [17].

Un acero aleado, además de contener los elementos propios del acero de baja aleación en mayor concentración, puede contener níquel, cromo, vanadio, wolframio, molibdeno, cobalto, cobre, titanio, zirconio, plomo, selenio, niobio, aluminio y boro.

La diferencia principal entre un acero de baja aleación y uno de alta aleación es que en el de baja aleación, la suma del porcentaje en peso de los aleantes (sin incluir el carbono) asciende como máximo a un 5% [18]. La función de cada aleante dentro del acero es diferente, en la tabla 2.1 se enlistan algunos de los aleantes y los efectos que estos tienen sobre el acero.

Tabla 2.1 Influencia de los aleantes en los aceros.

Elemento	Efecto
Carbono	.06-.40% permite la cementación superficial. .40-.60% permite una fácil cementación. .60-.80% incrementa la templabilidad. ≥.80% incrementa la resistencia al desgaste, pero no la dureza.
Manganeso	Reduce la fragilidad y aumenta la capacidad de endurecimiento profundo.
Silicio	Incrementa tenacidad y resistencia a la tracción.
Cromo	Incrementa la resistencia al desgaste y la tenacidad.
Níquel	Mejora la tenacidad y un poco la resistencia al desgaste.
Vanadio	Incrementa la resistencia al desgaste y refina la estructura de grano.
Molibdeno	Mejora su resistencia al calor y templabilidad.
Cobalto	Añade resistencia al calor.
Wolframio	Añade resistencia al desgaste.
Niobio	Incrementa resistencia al desgaste.
Azufre, fosforo, Calcio, Plomo.	Mejora la maquinabilidad.

Los aceros para herramienta, los cuales se caracterizan por ser aceros de alta calidad utilizados en procesos de corte o formado. La AISI (American Iron and Steel Institute) clasifica los aceros para herramientas de acuerdo con el método de templado, a sus características particulares y a la industria específica de aplicación. Los más utilizados se muestran en la tabla 2.2 [19].

Tabla 2.2 Clasificación de aceros para herramientas de acuerdo a la AISI

Grupo	Símbolo y tipo
Templado en agua	W
Resistentes al impacto	S
Trabajo en frío	O Templable en aceite
	A Mediana aleación y templable en aire
	D Alto carbono, alto cromo
Trabajo en caliente	H (H1-H19, incluso base Cromo; H20-H39, incluso base Tungsteno; H40-H59, incluso base Molibdeno)
Alta velocidad	T Base Tungsteno
	M Base Molibdeno
Moldes	P Aceros para moldes (P1-P19, incluso, bajo carbono; P20-P39, incluso, otros tipos)
Propósitos específicos	L Baja aleación
	F Carburo-Tungsteno

La clasificación anterior, permite hacer una rápida selección del tipo de acero en función de las necesidades que se tengan, ahorrando tiempo y encaminando en la dirección adecuada el estudio.

2.1.1 Acero AISI H13

Dentro de la clasificación general de aceros aleados y aceros para herramientas se encuentran los correspondientes a la serie H, estos aceros son ampliamente utilizados en la fabricación de troqueles que estarán sometidos a altas cargas y temperaturas de forjado, tienen elevada resistencia mecánica y térmica (conservan sus propiedades a temperaturas más altas que los otros aceros). El acero AISI H13 se encuentra dentro de esta serie y es el segundo acero de tipo H con el mayor contenido de cromo (esto implica que tiene una excelente resistencia al desgaste). Además, contiene silicio y molibdeno, aleantes que contribuyen a incrementar su resistencia mecánica y térmica, conservando sus propiedades a temperaturas de operación de 566-594°C [20]. En la tabla 2.3 se muestran los aleantes presentes en el acero AISI H13.

Tabla 2.3 Composición química del acero AISI H13

Aleante	Carbono	Cromo	Manganeso	Molibdeno	Fosforo	Azufre
%	0.400	4.850	0.490	1.250	0.013	0.020

El H13 es uno de los aceros para trabajado en caliente más universales, ya que se utiliza en la fabricación de dados de extrusión para aleaciones ligeras, camisas para extrusión, herramientas para fundición a presión, punzones y matrices para prensar, cuchillas para corte en caliente, moldes para plástico, insertos para dados, mandriles, pernos, eyectores, rodillos de laminación [21]. Sin embargo, este material muestra un alto coeficiente de fricción (COF) y una pobre resistencias al desgaste por deslizamiento [22]. La tabla 2.4 muestra algunas de las propiedades de este acero.

Tabla 2.4 Propiedades del acero AISI H13

Propiedad	Valor
Resistencia última a la tensión (MPa)	1990
Módulo de Elasticidad (GPa)	207
Densidad (gr/cm ³)	7.80
Dureza Brinell	215
Módulo de Poisson	0.30

2.2 Deposición física de vapor (PVD)

Existen diferentes métodos para endurecer la superficie de metales, dentro de la clasificación general se tienen dos, los métodos químicos (cementación, nitruración, tratamiento de difusión de Toyota, deposición química de vapor y cementación metálica) y los métodos físicos (endurecimiento por inducción, endurecimiento por flama, templado electrolítico, endurecimiento por chispa y deposición física de vapor) [23].

El proceso de deposición física de vapor permite depositar variedad de elementos inorgánicos (metales, aleaciones y compuestos) sobre diferentes sustratos, se caracteriza por evaporar el material de recubrimiento, convirtiéndolo posteriormente en plasma el cual rodea completamente al sustrato y se adhiere a su superficie, sin que exista interacción química con él. Los espesores de recubrimiento obtenidos van desde Angstroms hasta milímetros [24].

De manera general el proceso de PVD se divide en dos categorías;

- La pulverización catódica o Sputtering.- Es el fenómeno de transferencia de átomos desde la superficie de un electrodo hasta un objetivo, dicho fenómeno es debido al intercambio de momento con iones que bombardean los átomos de la superficie. Tanto el objetivo como el sustrato se colocan en una cámara de vacío a una presión de 13.3 mPa a 13.33 μ Pa.
- Procesos de evaporación. - Es este proceso, los vapores se producen a partir de un material ubicado en una fuente que puede ser calentado por diversos métodos (arco eléctrico, resistencia eléctrica, laser o inducción). La evaporación del material se lleva a cabo al vacío en un rango de presión de 1.3 mPa a 13nPa.

Los pasos de la deposición física del vapor son los siguientes:

1. **Creación de la especie de fase de vapor:** el material se puede poner en la fase de vapor por evaporación o pulverización catódica.
2. **Transporte desde la fuente al sustrato:** las especies de vapor se transportan desde la fuente al sustrato.
3. **Crecimiento de la película en el sustrato:** el vapor se condensa en la superficie del sustrato y comienza la formación de la película mediante procesos de nucleación y crecimiento.

Tanto en el proceso de evaporación como el de sputtering, la cámara de vacío suele llenarse con un gas inerte (generalmente argón) el cual actúa como un gas de protección por si alguno de los materiales es susceptible a oxidación. En la figura 2.1 se muestra un arreglo típico para la deposición de películas por medio de vapor. Dentro de las ventajas que se tiene al usar esta técnica se encuentra la capacidad de lograr apariencias que no están disponibles con las técnicas de cromado tradicionales; pueden recubrirse una gran variedad de sustratos plásticos y metálicos y por su naturaleza no deja residuos peligrosos.

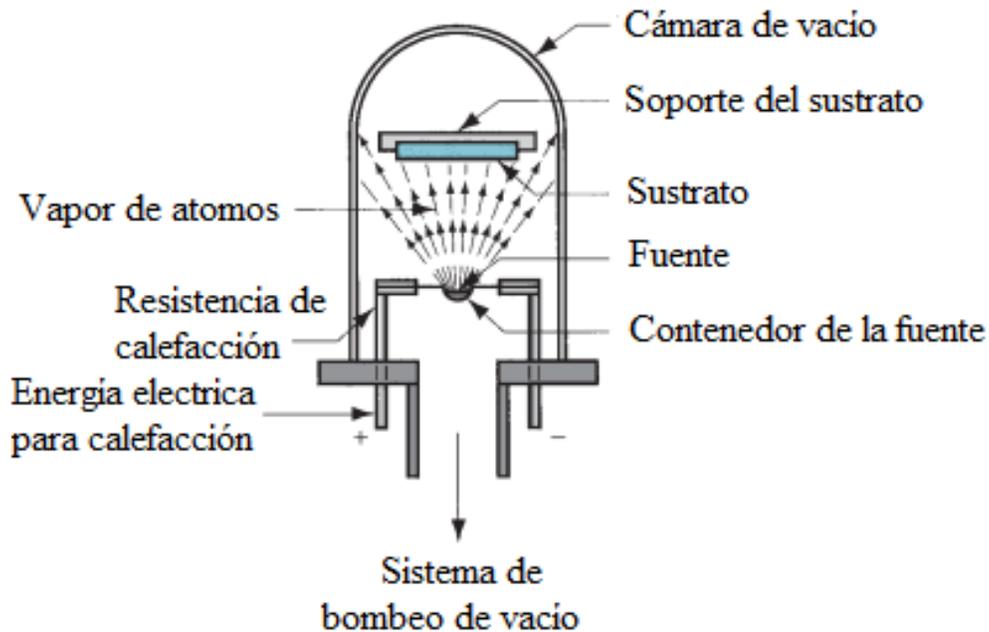


Figura 2.1 Esquema del proceso de deposición física de vapor.

2.3 Nitruro de Titanio (TiN)

El titanio es un elemento de transición cuya estructura electrónica presenta una capa d incompleta. Dicha estructura electrónica permite que el titanio forme soluciones sólidas de tipo sustitucional con elementos como el carbono y el nitrógeno cuya diferencia de radios está dentro de 20% [25]. El TiN es el resultado de la unión de Titanio con Nitrógeno mediante un enlace de tipo iónico, presenta una estructura cubica centrada en las caras (constante de red $a=0.424$ nm) y puede ser utilizado como recubrimiento depositándolo mediante CVD, PVD o evaporación reactiva. Dentro de sus propiedades destacan su estabilidad química, una alta resistencia a la oxidación, elevada dureza, alto punto de fusión y elevada resistencia al desgaste, además de que posee un agradable color dorado [26]. Algunas magnitudes de sus propiedades se enlistan en la tabla 2.5.

Por ser un material con una buena combinación de resistencia mecánica, dureza y bajo coeficiente de fricción, el TiN es ampliamente utilizado como recubrimiento para herramientas de corte, ya que prolonga la vida de las mismas y permite que sean utilizadas en más aplicaciones.

Tabla 2.5 Propiedades del Nitruro de Titanio

Propiedad	Valor
Densidad (g/cm ³)	5.40
Punto de fusion °C	2950
Peso molecular	64.95
Composicion	TiN _{0.06} – TiN _{1.1}
Calor especifico (J/mol*K)	33.74
Conductividad térmica (W/m*°C)	19.2
Coefficiente de expansion térmica (°C ⁻¹)	9.35x10 ⁻⁶
Modulo de elasticidad (GPa)	251
Dureza Vickers (GPa)	18-21

2.4 Rugosidad

La rugosidad superficial (R) de cualquier material se puede describir como el conjunto de desviaciones verticales con respecto a una superficie nominal, sobre una longitud especificada (L). Para expresarla se utilizan unidades de longitud (μm) y se utiliza la media aritmética de esas desviaciones (R_a). La ecuación utilizada para el cálculo de la misma es la 2.1.

$$R_a = \frac{1}{L} \int_0^L |J_i| dl \quad 2.1$$

Donde R_a es el valor medio de la rugosidad en μm , J_i es la desviación vertical con respecto a la superficie nominal (convertida en valor absoluto) y L es la distancia especificada sobre la cual se miden las desviaciones. La figura 2.2 muestra una superficie rugosa y los parámetros importantes:

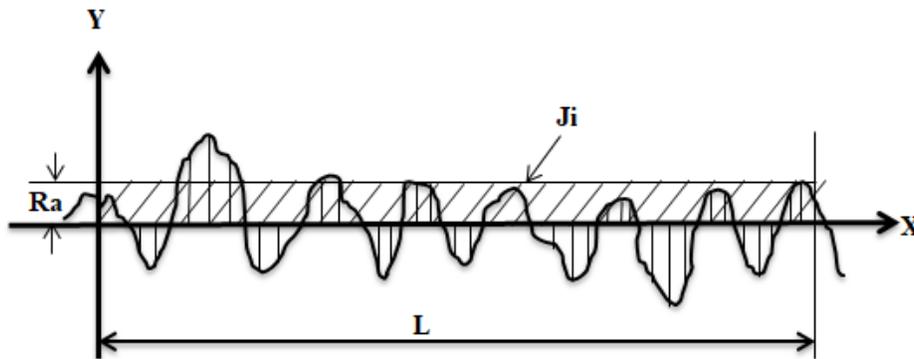


Figura 2.2 Asperezas de una superficie real.

En la figura 2.3 y figura 2.4 se muestran otros parámetros que además de **Ra**, describen la rugosidad de una superficie. Estos parámetros son:

- **Rt**.- Se define como la suma de la altura máxima desde el centro (**Re**) más la altura mínima (**Ri**) desde el centro que es medido sobre la longitud **L**. Se calcula a partir de la ecuación 2.2.

$$R_t = R_e + R_i \quad 2.2$$

- **Rz**.- Se define como la distancia entre la altura máxima y la altura mínima medida, de las irregularidades respecto a **L**. Se calcula a partir de la ecuación 2.3.

$$R_z = \frac{1}{L} \sum_{i=1}^L R_t \quad 2.3$$

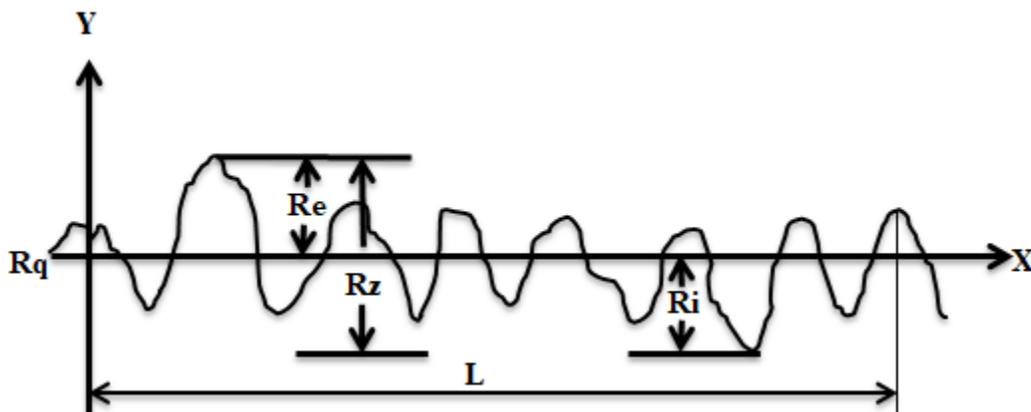


Figura 2.3 Parámetros Ri, Re y Rz de un conjunto de asperezas superficiales.

Como puede apreciarse en la figura 2.3 y la ecuación 2.2, diferentes superficies pueden tener el mismo valor de **Rt**, por lo cual esta medida no describe completamente la superficie [27] [28].

- **Rq**.- Se define como la raíz cuadrada de la desviación media del perfil medido, o lo que es lo mismo, la raíz de la media sobre las irregularidades o imperfecciones que se tienen en la muestra de longitud **L**. Este valor está representado en la figura 2.4.

$$R_q = \sqrt{\frac{1}{L} \sum_{i=1}^N J_i^2} \quad 2.4$$

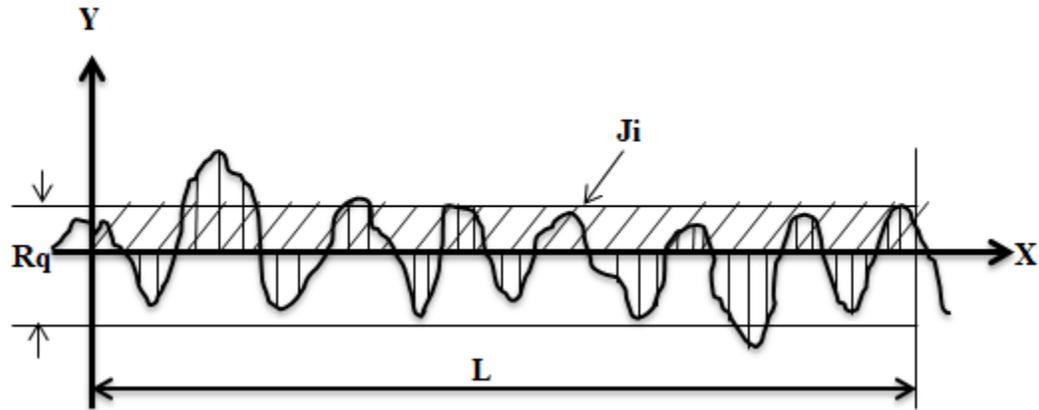


Figura 2.4 R_q de un conjunto de asperezas superficiales.

2.5 Dureza

En términos generales, la dureza de un material es la capacidad de un sólido de oponerse a la deformación superficial debida a la penetración, abrasión o rayado. De manera específica, esta propiedad se define como la resistencia superficial a la penetración o impresión permanente. La primera escala de dureza fue propuesta en 1822 por el geólogo alemán F. Mohs, basándose en la capacidad que tenía un mineral de rayar a otro, su escala consistió en diez niveles, en donde uno es el valor más bajo correspondiente al material más suave (talco) y diez el valor más alto correspondiente al diamante. A pesar de que la escala es cualitativa, se relaciona a la dureza Knoop [4].

Actualmente se utilizan distintas escalas de dureza en función de lo que se desea medir y las aplicaciones a las que este destinado el material, para cada caso las cargas y geometría de los indentadores varían. Para macrodureza se tienen las escalas Rockwell y Brinell, mientras que para microdureza se utilizan las escalas Vickers y Knoop.

2.5.1 Dureza Brinell

La escala Brinell se introdujo en 1900 por el ingeniero metalúrgico J. A. Brinell, es utilizada para materiales blandos, el ensayo se hace utilizando un indentador de bola con diámetro y material definidos. El material del indentador se selecciona de acuerdo a la naturaleza del material a ensayar (el primero debe ser más duro que el segundo). Para materiales muy suaves se utiliza acero, mientras que para materiales más duros que el acero se utiliza carburo de tungsteno [4]. En la figura 2.5 se muestra el esquema representativo de este tipo de ensayos, así como las variables importantes.

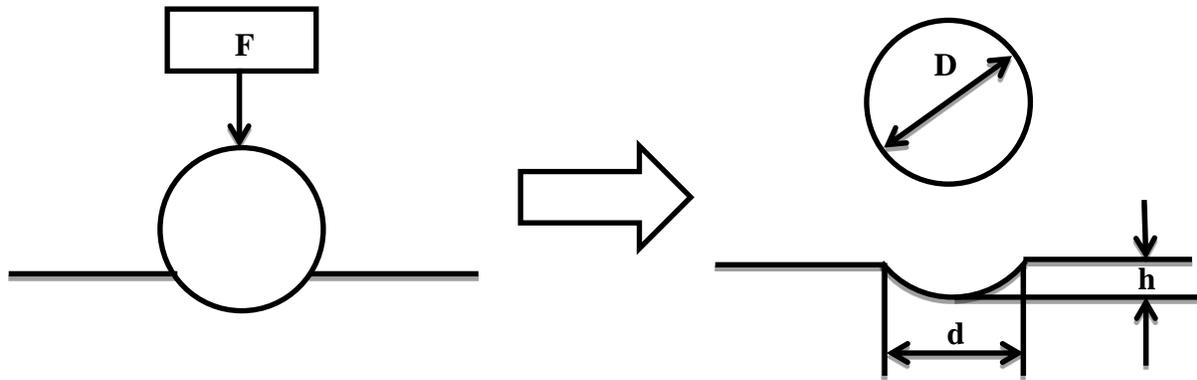


Figura 2.5 Principio de la prueba de dureza Brinell A) Se aplica una fuerza F sobre la superficie; B) El material es deformado

La tabla 2.6 muestra las variables y relaciones utilizadas para el cálculo de la dureza Brinell, siguiendo lo especificado por la norma ASTM E 10 – 01 [29].

Tabla 2.6 Variables utilizadas para el cálculo de dureza Brinell [29].

Símbolo	Designación
D	Diámetro de la bola, mm
F	Fuerza de aplicada, N
d	Diámetro medio de la indentación, mm
h	Profundidad de la indentación, mm
	$h = \frac{D - \sqrt{D^2 - d^2}}{2}$
HB	Dureza Brinell
	$HB = 0.102 \frac{2F}{\pi D(D - \sqrt{D^2 - d^2})}$

2.5.2 Dureza Rockwell

La escala de dureza Rockwell la introdujo S. P. Rockwell en 1922, el ensayo consiste en medir la profundidad de la huella que deja un indentador sobre una superficie, para ello primero se aplica una pequeña carga (precarga, F_0) y después una carga mayor (F_1). La diferencia de las profundidades de penetración debida a las distintas cargas es la medida de la dureza del material [4]. En la figura 2.6 se puede apreciar mejor este procedimiento.

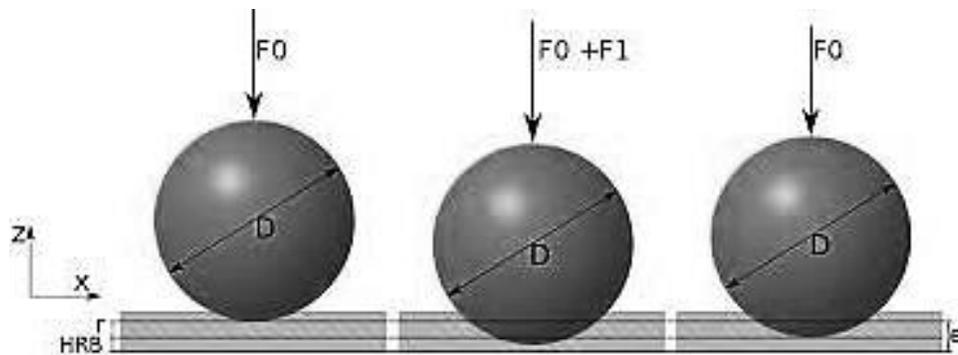


Figura 2.6 Principio de ensayo de dureza Rockwell

La norma ASTM E18-03 [30] establece la metodología para obtener la dureza Rockwell, así como las diferentes escalas que la componen, en la tabla 2.7 se muestra dicha clasificación.

Tabla 2.7 Escalas de dureza Rockwell [30]

Simbolo de escala	Indentador	Fuerza total, kgf	Marcar figuras	Aplicación típica de escalas
B	Bola de diamante 1/16"	100	Rojo	Aleaciones de cobre, aceros suaves, aleaciones de aluminio, hierro maleable, etc.
C	Diamante	150	Negro	Acero, fundiciones duras, hierro maleable perlítico, titanio, acero endurecido en profundidad y otros materiales más duros que B100.
A	Diamante	60	Negro	Carburos cementados, acero fino y acero superficial endurecido.
D	Diamante	100	Negro	Acero fino y acero endurecido de caja media, hierro maleable perlítico.
E	Bola de 1/8"	100	Rojo	Aleaciones de hierro fundido, aluminio y magnesio, cojinetes de metal.
F	Bola de 1/16"	60	Rojo	Aleaciones de cobre recocido, láminas finas y delgadas.
G	Bola de 1/16"	150	Rojo	Hierro maleable, aleaciones de cobre-níquel-zinc y cobre-níquel. Límite superior G92 para evitar el posible aplanamiento de la bola.
H	Bola de 1/8"	60	Rojo	Aluminio, zinc, plomo
K	Bola de 1/8"	150	Rojo	Teniendo metales y otros materiales muy suaves o delgados, se utiliza la bola más pequeña y la carga más pesada que no da efecto de yunque
L	Bola de 1/4"	60	Rojo	
M	Bola de 1/4"	100	Rojo	
P	Bola de 1/4"	150	Rojo	
R	Bola de 1/2"	60	Rojo	
S	Bola de 1/2"	100	Rojo	
V	Bola de 1/2"	150	Rojo	

2.5.3 Dureza Vickers

La escala de dureza Vickers fue desarrollada en 1922. Esta escala utiliza un indentador de diamante en forma de pirámide, la dureza se obtiene a partir de medir las diagonales de la impronta dejada por el indentador [4]. La figura 2.7 muestra un esquema típico de este ensayo.

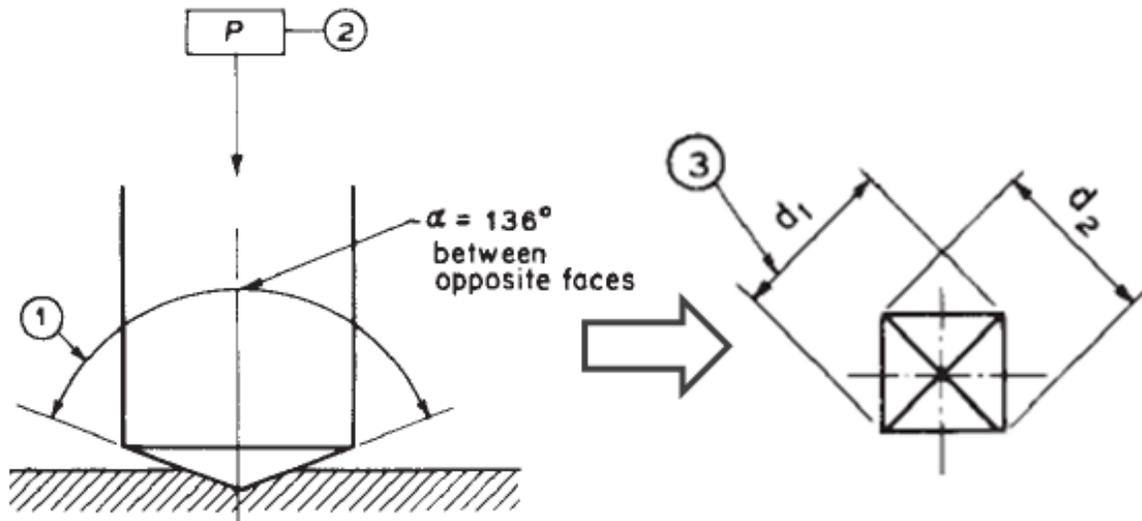


Figura 2.7 Principio de ensayo de dureza Vickers

En la norma ASTM E 92-82 [31] se establece la metodología a seguir durante los ensayos de microdureza Vickers en materiales cerámicos avanzados. En la tabla 2.8 se muestran las variables y relaciones utilizadas para obtener dicho valor.

Tabla 2.8 Variables utilizadas para el cálculo de dureza Vickers [31].

Símbolo	Designación
P	Carga aplicada, kgf
d	Promedio de la longitud de las diagonales, mm $d = \frac{d_1 + d_2}{2}$
HV	Dureza Vickers, $HV = 1.8544 \frac{P}{d^2}$

2.5.4 Dureza Knoop

La escala de dureza Knoop fue desarrollada por F. Knoop en 1939, es similar a la escala Vickers, sin embargo, el indentador y la impronta varían, en esta escala, la punta que penetra tiene una forma de pirámide alargada (una diagonal más grande que la otra). Las cargas utilizadas son similares a las de la escala Vickers (25 g-5 kg) [4]. En la figura 2.8 se muestra la geometría de este indentador así como las dimensiones de sus ángulos entre caras.

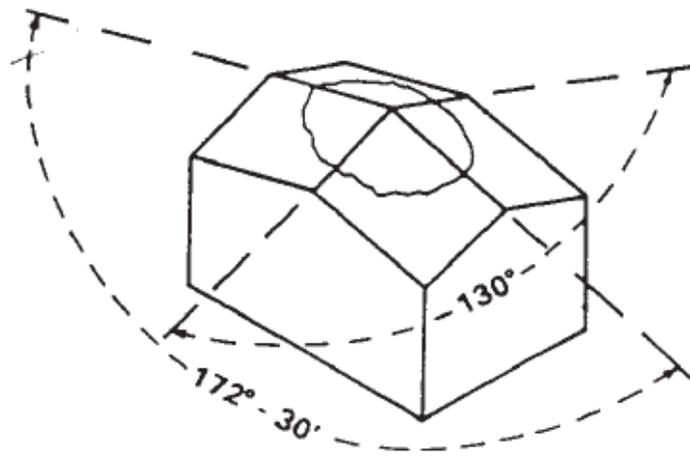


Figura 2.8 Geometría de un indentador Knoop.

De acuerdo a la norma ASTM C 1326-03 [32] aplicada a cerámicos avanzados, para el cálculo de dureza Knoop, solo es necesario conocer la carga aplicada y la dimensión de la diagonal más grande de la impronta. La tabla 2.9 muestra la relación sugerida por la norma para el cálculo de dicho valor.

Tabla 2.9 Variables utilizadas para el cálculo de dureza Knoop [32].

Símbolo	Designación
P	Carga aplicada, N
d	Diagonal más grande, mm
HK	Dureza Knoop

$$HK = 0.014229 \frac{P}{d^2}$$

2.5.5 Dureza compuesta

Debido a que el espesor de películas de recubrimientos cerámicos es del orden de micrómetros, la determinación de su dureza mediante microindentación se limita a un rango de cargas.

Puchi Cabrera propuso un modelo de dureza compuesta en donde considera que la contribución del sustrato a la dureza del sistema tiene lugar desde que el indentador atraviesa una fracción del espesor de la película (t_c). Para ello se basa en la geometría de la impronta la cual se muestra en la figura 2.9 [33].

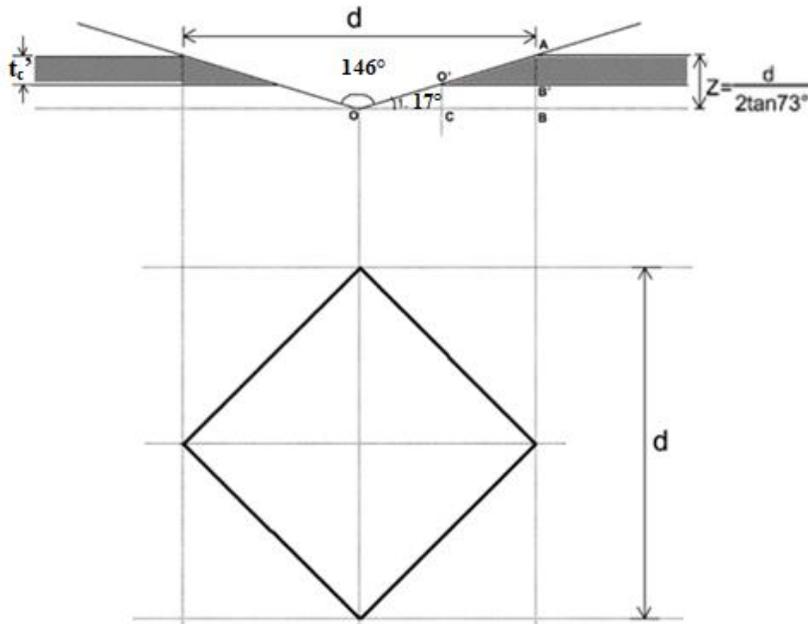


Figura 2.9 Esquema de huella de indentación y variables importantes.

De acuerdo a este modelo, la dureza del sistema se calcula a partir de la relación 2.5

$$H = H_S + (H_C - H_S) \exp(-kZ_R^n) \quad 2.5$$

En donde k y n son parámetros del material que caracterizan el cambio en la dureza a medida que el penetrador pasa del recubrimiento al sustrato, H_c y H_s corresponden a las durezas de recubrimiento y sustrato respectivamente, y la función Z_R representa la profundidad relativa de la indentación, la cual se calcula a partir de la relación 2.6 en donde d es la longitud de la diagonal de indentación y t_c el espesor del recubrimiento.

$$Z_R = \frac{z}{t_c} = \frac{d}{7t_c} \quad 2.6$$

Según Jönsson y Hogmark, la fracción del espesor de la película a partir de la cual el sustrato comienza a contribuir a la dureza del compuesto varía entre 0.07 y 0.2.

2.6 Adhesión

La palabra adhesión proviene del latín “adhaerere”, que significa “permanecer en”. La adhesión se puede definir como la cualidad de dos superficies de ofrecer resistencia a la separación. En materiales recubiertos, esta característica es muy importante y es la primera que debe ser revisada ya que determina si funciona o no el material compuesto.

Esta característica se puede evaluar de manera cualitativa o cuantitativa, para el primer caso, la prueba consiste en aplicar una carga hasta que el recubrimiento falle, mientras que, para el segundo caso, se va aplicando una carga y se analiza el comportamiento de la superficie ante dicho evento. Dentro de los métodos más utilizados se encuentran los de Scratch, desprendimiento e indentación [34].

2.6.1 Adhesión por Scratch

Este ensayo consiste en producir y evaluar los daños que se originan en un revestimiento debido a la acción de una carga en un punto de contacto. La carga puede ser constante o variable, y se transmite a través de un indentador con punta de diamante, el cual realiza un rayado en línea recta sobre el recubrimiento, el resultado obtenido se expresa como la fuerza o el trabajo que se requiere para separar o perturbar el revestimiento del sustrato. La figura 2.10 muestra un arreglo típico para este tipo de ensayos.

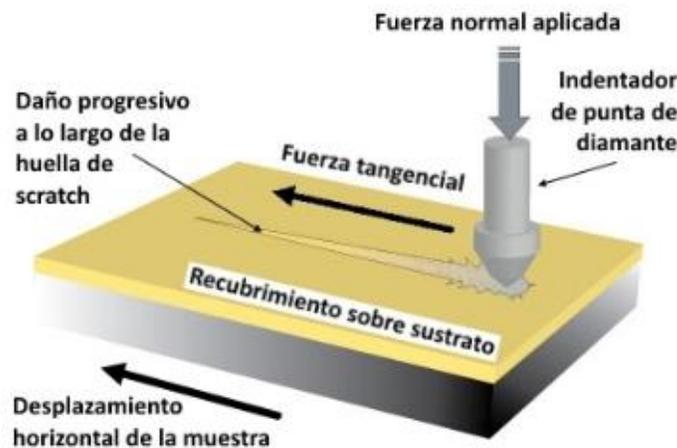


Figura 2.10 Ensayo de Scratch

2.6.2 Adhesión por indentación

Este ensayo consiste en penetrar el recubrimiento mediante la aplicación de una carga a través de un indentador de bola, y por medio de microscopía óptica, evaluar la impronta y la superficie alrededor de la misma.

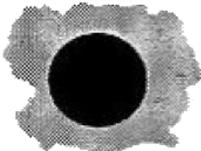
La norma británica BSI 1071-8 especifica una metodología para evaluar la adhesión mediante la escala Rockwell, la carga aplicada está en función de la dureza del sustrato. La tabla 2.10 muestra los valores utilizados para las distintas situaciones [35].

Tabla 2.10 Carga utilizada para ensayo en función de dureza de sustrato

Dureza del sustrato HRC	Escala utilizada
<54	HRC (1 471 N)
54	HRD (981 N)
>54	HRA (588.6 N)

Posterior a la indentación, las huellas se deben observar a 100 aumentos y compararlas con los esquemas mostrados en la tabla 2.11, de esta manera, se pueden etiquetar dentro de alguna clase y calificar su comportamiento [35].

Tabla 2.11 Clasificación de las huellas de adhesión.

Clase	Observaciones	Apariencia
0	Sin grietas ni delaminación adhesiva	
1	Agrietamiento sin delaminación adhesiva del recubrimiento	
2	Delaminación adhesiva parcial con o sin grietas	
3	Delaminación adhesiva completa	

2.7 Tribología

La tribología es la ciencia que estudia superficies que interactúan en movimiento relativo. Su interés principal se centra en la fricción, lubricación y desgaste. Debido a ello, es una ciencia interdisciplinaria que incluye conceptos de mecánica de materiales, mecánica de fluidos, química y física. Conceptualmente, la fricción es un fenómeno que se caracteriza por la pérdida de energía mientras que el desgaste es un fenómeno que se caracteriza por la pérdida de masa, en donde se identifican cuatro mecanismos básicos: abrasión, adhesión, fatiga de contacto y tribo-corrosión. Ingenierilmente, el fenómeno de fricción es muy importante ya que existen una gran cantidad de elementos mecánicos sometidos a esta condición. Para minimizar los efectos provocados por la fricción (principalmente el desgaste) se añade una sustancia lubricante en la interfaz de las superficies en contacto de modo que el rozamiento entre ellas sea mínimo [36].

El análisis ingenieril de elementos con movimiento relativo se hace mediante un tribosistema, el cual es un conjunto de elementos que interactúan por medio de fricción y a través de los cuales se puede transmitir movimiento o energía. Estos sistemas sirven para identificar la naturaleza de los mecanismos de desgaste presentes en cada triboelemento y sus principales implicaciones.

2.7.1 Fricción

La fricción está definida como la fuerza tangencial que se opone al movimiento de una superficie respecto a otra, dicha fuerza puede presentarse de tres maneras; estática (cuerpos en reposo), dinámica (cuerpos en movimiento) y fluida (fluidos en movimiento). El estudio de este fenómeno es muy importante ya que influye directamente en el desgaste de superficies en contacto, sin embargo, aún es un fenómeno complejo de analizar [37].

Las primeras aportaciones importantes sobre este tema son las leyes de fricción en seco descritas por Amontons en el siglo XVII, las cuales se resumen a lo siguiente:

- 1) La fuerza de fricción máxima generada es proporcional a la fuerza normal de las superficies en contacto. $f = \mu N$, donde N es la fuerza normal y μ la constante de proporcionalidad conocida como coeficiente de fricción.
- 2) La fuerza máxima que puede generarse es independiente del tamaño del área de contacto.
- 3) La fuerza de fricción estática es mayor que la cinética.

2.7.2 Desgaste

El desgaste se define como la pérdida superficial de material. En superficies en contacto con movimiento relativo se da por diferentes mecanismos, dentro de los que se encuentran:

- Abrasivo: Es el más común de los mecanismos de desgaste, se presenta cuando partículas duras se deslizan a lo largo de una superficie sólida más suave, removiendo material de la superficie.
- Adhesivo: Se debe a la transferencia de material de una superficie a otra cuando altas cargas, alta temperatura o alta presión hacen que las asperezas de las dos superficies entren en contacto, se suelden e inmediatamente se separen, modificando la topografía de los elementos en contacto.
- Fatiga: cuando la superficie de un material se somete a cargas cíclicas se producen las fracturas superficiales o fatiga superficial.
- Corrosivo: es producido por las reacciones químicas oxidativas, las cuales van removiendo material de la superficie.
- Erosión: se presenta cuando un fluido a cierta velocidad choca con un sólido y retira pequeñas partículas de su superficie.
- Delaminación: es causado por la separación de capas superficiales del material debajo de la superficie en contacto.

En la figura 2.11 se muestra los principales mecanismos de desgaste y los modelos matemáticos utilizados para su comprensión.

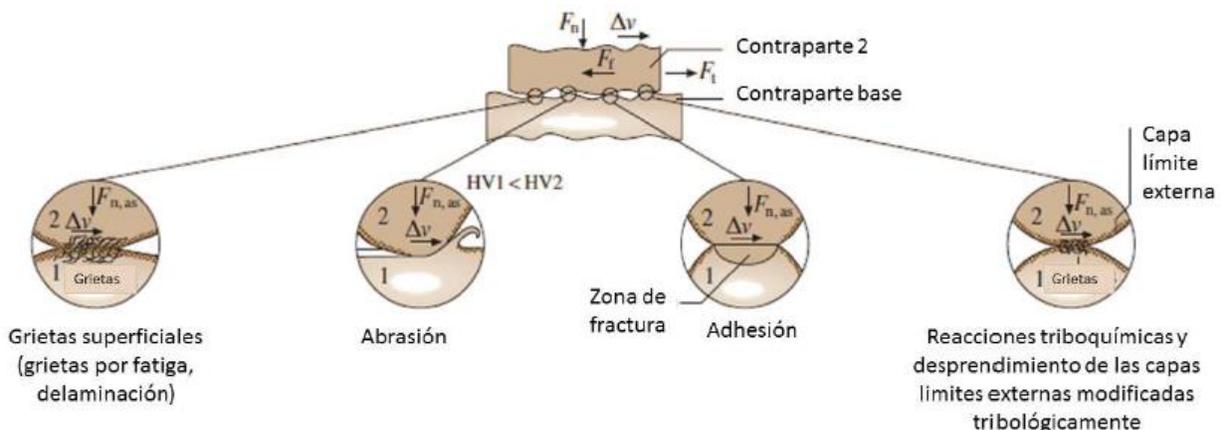


Figura 2.11 Mecanismos de desgaste

La técnica pin-on-disk es uno de los métodos utilizados para evaluar el desempeño tribológico de un material, la norma ASTM G 99-05 especifica los parámetros para la realización de estos ensayos, dentro de los cuales destaca la forma esférica del pin y la cara plana del disco. La figura 2.12 muestra un esquema típico correspondiente a este ensayo.

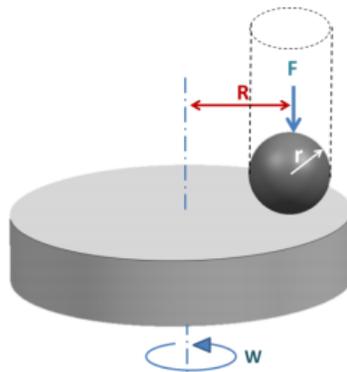


Figura 2.12 Configuración del sistema Pin-on-disk

Existen parámetros que pueden ser obtenidos de manera directa a partir de este tipo de ensayos, en la tabla 2.12 se muestran las variables importantes que se deben considerar, así como las relaciones matemáticas utilizadas para la obtención de las magnitudes de las mismas [38].

Tabla 2.12 Valores de interés para el ensayo pin-on-disk

Variable	Descripción
r	Radio del pin, mm
d	Diámetro del pin, mm
h	Altura, mm $h = r - \left[r^2 - \frac{d^2}{4} \right]^{1/2}$
V_p	Volumen perdido del pin, mm ³ $V_p = \left(\frac{\pi h}{6} \right) \left[\frac{3d^2}{4} + h^2 \right]$
R	Radio de la huella de desgaste, mm
t	Ancho de huella de desgaste, mm
V_d	Volumen perdido del disco $V_d = 2\pi r \left[r^2 \sin^{-1} \left(\frac{t}{2r} \right) - \left(\frac{t}{4} \right) (4r^2 - t^2)^{1/2} \right]$
F	Fuerza aplicada, N
S	Distancia recorrida, m
K	Razón de desgaste, mm ³ /N*m $K = \frac{V}{FS}$

2.8 Esfuerzos de contacto

Cuando dos esferas sólidas con diámetros d_1 y d_2 se presionan entre sí con una fuerza F , éstos se deforman y el punto de contacto se convierte en una huella o superficie de contacto circular de radio a [39]. La distribución de esfuerzos normales de compresión es no uniforme, tal como se muestra en la figura 2.13.

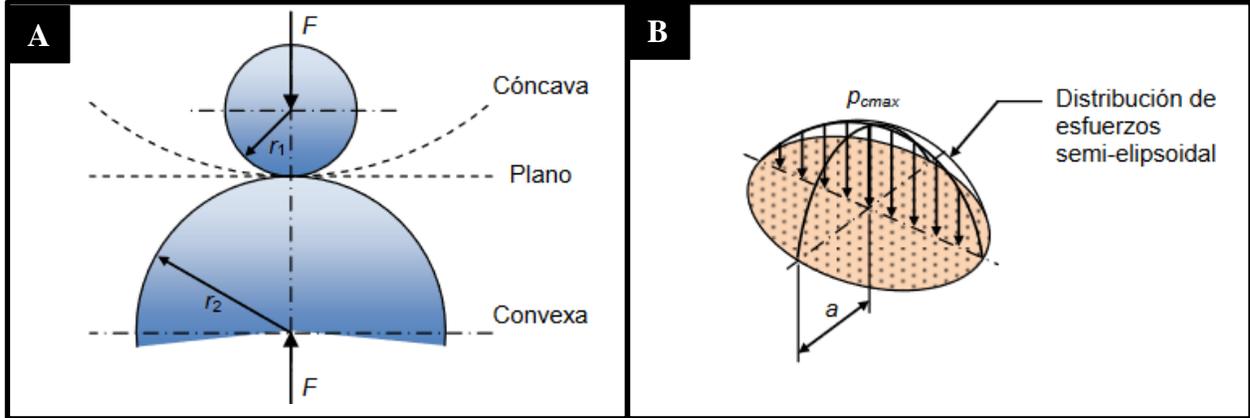


Figura 2.13 A) Elementos esféricos sometidos a compresión, B) Distribución de esfuerzos en el área de contacto

Las ecuaciones para el cálculo del radio de la huella a (ecuación 2.7), el esfuerzo de compresión máxima p_{max} y el esfuerzo cortante máximo S_{smax} (ecuación 2.8), así como la profundidad, z_τ (ecuación 2.9) medida a partir de la superficie de contacto se muestran a continuación.

$$a = \left(\frac{3F}{8} \frac{\frac{1-v_1^2}{E_1} + \frac{1-v_2^2}{E_2}}{\frac{1}{d_1} + \frac{1}{d_2}} \right)^{\frac{1}{3}} \quad 2.7$$

$$P_{m\acute{a}x} = \frac{3F}{2\pi a^2} \quad 2.8$$

$$S_{smax} = \frac{P_{max}}{2} \left[\frac{1-2\nu}{2} + \frac{2}{9}(1+\nu)\sqrt{2(1+\nu)} \right] \quad 2.9$$

$$z_\tau = a \sqrt{\frac{2+2\nu}{7-2\nu}} \quad 2.10$$

En donde ν corresponden a los respectivos módulos de Poisson de cada material. Las ecuaciones anteriores también se satisfacen para el caso de una superficie plana y una esfera, simplemente se sustituye el radio de la superficie plana por ∞ .

2.9 Metalografía

La metalografía es la ciencia que estudia las características microestructurales de un metal o aleación relacionándolas con propiedades físicas, químicas y mecánicas, mediante este estudio, a través de observar la superficie a varios aumentos en un microscopio metalográfico se pueden apreciar los diversos compuestos y fases, las formas y tamaños que adoptan en la estructura, así como las configuraciones en las que se encuentran.

Para poder apreciar a detalle la microestructura primero se debe establecer el tamaño adecuado de las probetas en función del equipo que se utilizará y posteriormente se sigue un proceso de desbaste, pulido y ataque químico.

El desbaste consiste en la remoción de material con abrasivos de grano cada vez más fino, dicho proceso debe realizarse en la misma dirección. La probeta desbastada con el grano más fino es entonces pulida con paños impregnados de abrasivos que suelen ser suspensiones de alúmina, magnesia o polvo de diamante, de esta manera se obtiene una superficie con acabado espejo en donde se pueden observar (si existen) grietas, poros o diferentes fases. Posteriormente se ataca químicamente para opacar la superficie y poderla apreciar mediante microscopía óptica [40].

CAPÍTULO III METODOLOGÍA

3.1 Esquema general de la metodología

En la Figura 3.1 se muestran las diferentes etapas de desarrollo del proyecto. La etapa inicial consistió en la fabricación de las probetas de acero en torno convencional, posteriormente siguieron las etapas de pulido, tratamiento térmico, recubrimiento y finalmente los ensayos de caracterización del sistema.

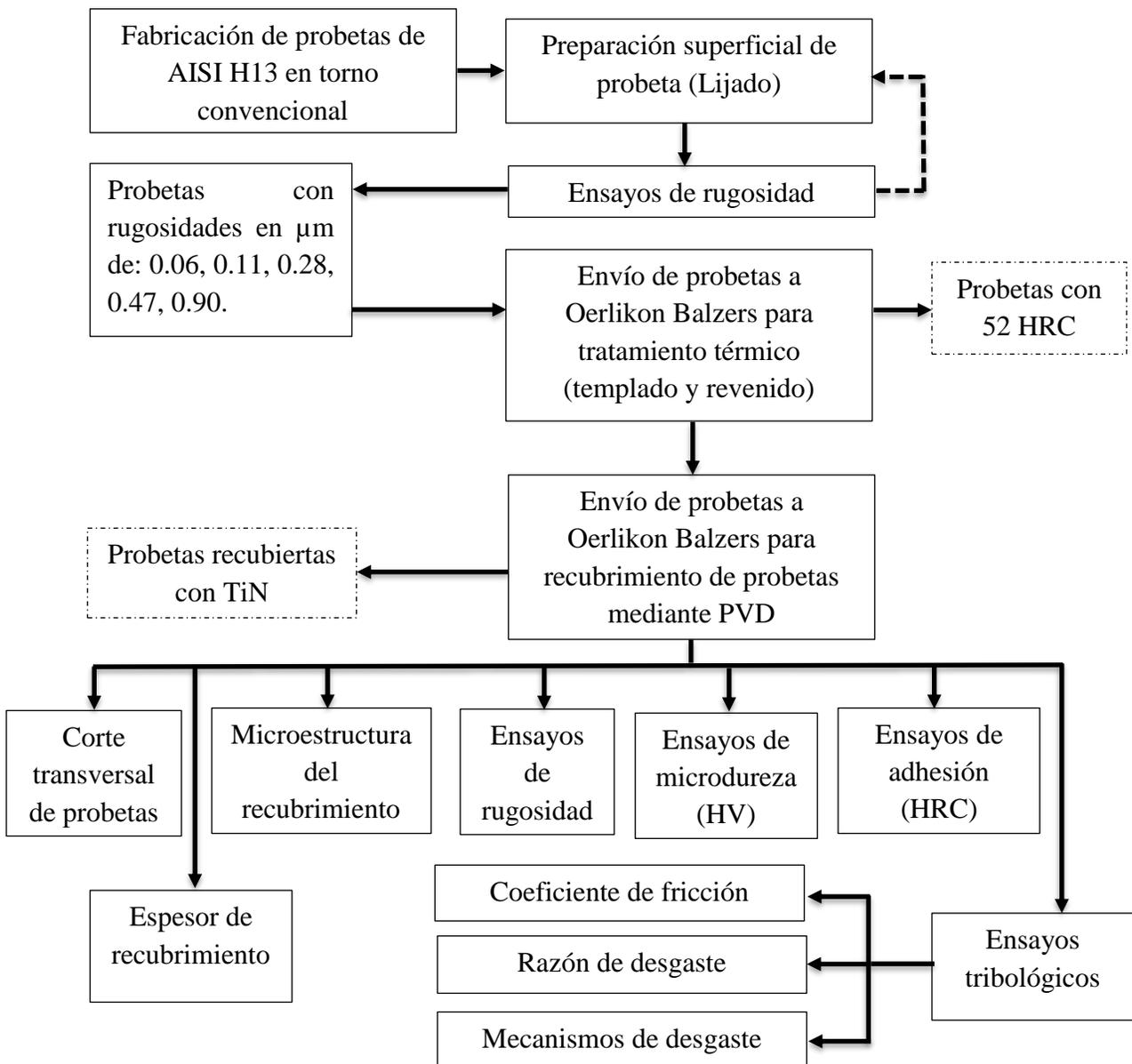


Figura 3.1 Esquema de la metodología del proyecto.

3.2 Especificaciones para fabricación de probetas de acero.

En la Figura 3.2 se muestra el diagrama con las especificaciones dimensionales para la fabricación de las probetas de acero AISI H13. Se fabricaron en total 20 probetas con iguales dimensiones en un torno convencional.

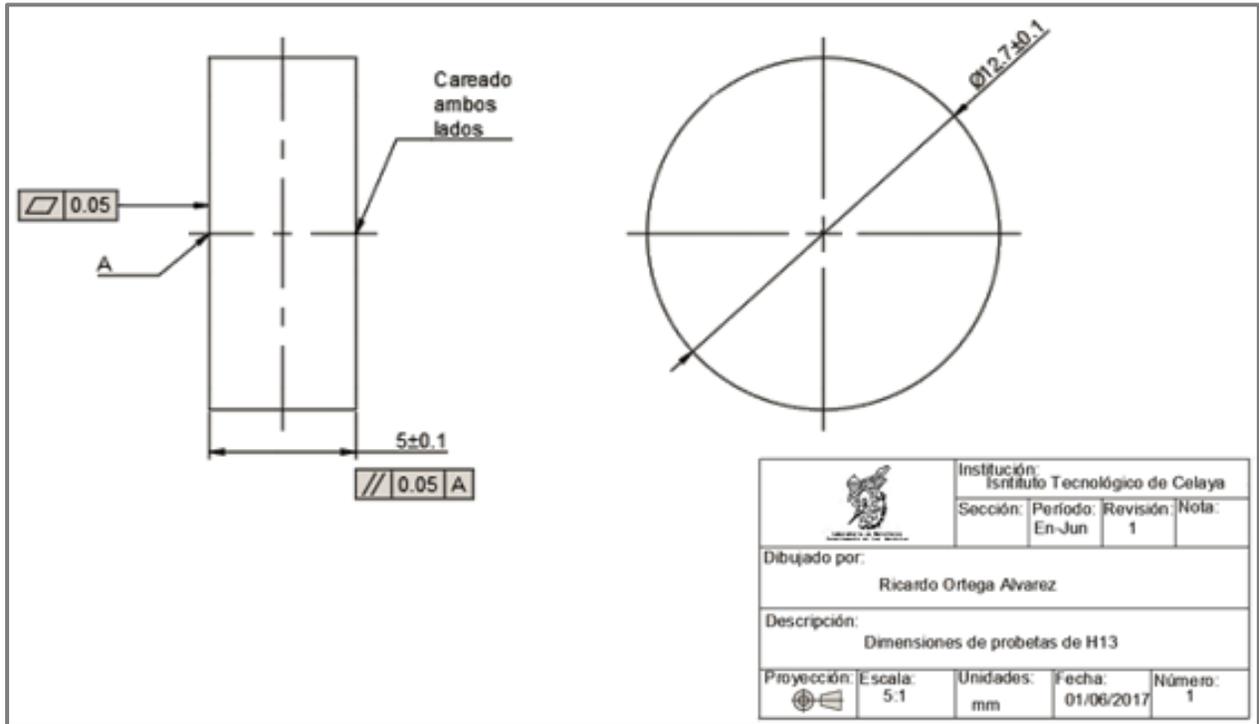


Figura 3.2 Especificaciones de las probetas

3.3 Preparación superficial de las muestras

La preparación superficial de las probetas de acero consistió en el pulido de una de sus caras con papel de lija hasta obtener la rugosidad deseada, dicho pulido se realizó a mano, mediante un movimiento de vaivén de la probeta sobre la lija, aplicando una presión uniforme y utilizando agua como refrigerante. El pulido inicial se realizó con lija de número 80 y se detuvo hasta observar líneas paralelas y en una sola dirección sobre la superficie de la muestra. Posteriormente se realizó un cambio de lija a una con grano más fino y se repitió la operación anterior. El orden de las lijas utilizadas fue de número 80, 120, 240, 400, 600, 800 y 1000. Para cada cambio de lija, la probeta fue lavada con chorro de agua y girada 90° antes de seguir el procedimiento anterior de lijado.

Se establecieron cinco sistemas con rugosidad de sustrato diferente, en la tabla 3.1 se muestran las rugosidades de los distintos sistemas, así como el número de la lija utilizada en el último proceso de pulido.

Tabla 3.1 Rugosidades de los distintos sistemas.

# de lija ultima	Número de sistema	Promedio de Ra (μm) del sistema
80	1	0.90
120	2	0.47
240	3	0.28
400	4	0.11
1000	5	0.06

3.4 Medición de la rugosidad superficial

Posterior al pulido se realizó la medición de la rugosidad en cada probeta, dicho ensayo se hizo en condiciones estándar de laboratorio con un rugosímetro marca Mitutoyo SJ400 mostrado en la Figura 3.3, bajo el parámetro Ra en μm y la norma ISO 1997. Los perfiles fueron obtenidos utilizando un filtro Gaussiano sobre una longitud de 4 mm, con un rango de $800\mu\text{m}$ y un módulo de medición (cut-off) de 0.8 mm.



Figura 3.3 Rugosímetro Mitutoyo SJ-400.

Para cada probeta se realizaron cuatro mediciones en distintos puntos de la zona pulida de manera que el palpador del rugosímetro quedara en dirección perpendicular a las líneas superficiales. La rugosidad final fue el promedio de las mediciones realizadas sobre cada una de las superficies. Para determinar la rugosidad del recubrimiento, se siguió el mismo procedimiento utilizado para los diferentes sustratos de acero.

3.4.1 Tratamiento térmico

Posterior al proceso de pulido, las probetas se enviaron a la empresa Oerlikon Balzers para ser sometidas a un tratamiento térmico consistente de un templado y revenido. La finalidad de este tratamiento fue asegurar una dureza de 52.4 HRC para todas las muestras.

Debido a políticas de la empresa, no fue proporcionada la información específica sobre las condiciones del proceso y la tecnología utilizada.

3.4.2 Ensayos de dureza sobre sustratos de acero AISI H13

La dureza de los sustratos de acero AISI H13 se evaluó antes y después de ser tratadas térmicamente. Para ello, se utilizó un durómetro universal Time Group Incorporation TH722 en escala Rockwell C (1471 N) con un indentador de diamante y una precarga de 98 N. El tiempo que se aplicó la carga fue de 15 segundos.

Se realizaron al menos cinco indentaciones para una muestra de rugosidad siguiendo el procedimiento de la ASTM E18-03. En la figura 3.4. se muestra el equipo utilizado.

3.4.3 Revelación de la microestructura de los sustratos de acero AISI H13

La microestructura del acero se observó a través de un microscopio metalográfico de la marca Zeiss mostrado en la figura 3.5, se utilizó un lente de 500 aumentos y un filtro polarizado. Previo a la observación en microscopio, las probetas fueron preparadas superficialmente, tratadas térmicamente y atacadas químicamente.



Figura 3.4 Durómetro universal TH722



Figura 3.5 Microscopio metalográfico Zeiss

La preparación superficial consistió en el pulido de una de las caras, para ello se utilizaron lijas con tamaño de grano de 80, 120, 240, 400, 600, 800, 1000, 1500, 2000, 3000 y 4000. La operación se realizó bajo chorro de agua sobre una pulidora marca Struers Labpol-1 mostrada en la figura 3.6. La superficie se pulió por cinco minutos con cada una de las lijas. Al finalizar con la lija 4000 se pulió la cara con un paño para pulido por cinco minutos, para ello, el paño fue mojado con alúmina con tamaño de partícula de $0.05\ \mu\text{m}$.



Figura 3.6 Pulidora electromecánica Struers Labpol-1

El tratamiento térmico consistió en temple con agua a 750°C y revenido a 300 °C. Para el revenido, el tiempo de permanencia fue de 30 minutos a 300 °C y posteriormente enfriado a condiciones ambientales. El equipo utilizado para calentar las muestras fue una mufla de la marca Barnstead Thermolyne modelo FA48055 la cual es mostrada en la figura 3.7, y la rampa utilizada para el calentamiento en ambos procesos fue de 17°C/min.

El ataque químico consistió en colocar sobre la superficie Nital al 5% durante un periodo de 5 segundos, posteriormente se lavó con chorro de agua, chorro de metanol y se secó con aire.



Figura 3.7 Mufla Furnace 48000

3.5 Recubrimiento de los sustratos

En relación con el procedimiento y condiciones utilizadas para la deposición física de vapor del recubrimiento cerámico sobre los sustratos de acero, la información conocida se limita a lo encontrado en las diferentes fuentes literarias, ya que para este proceso se contrataron los servicios del mismo proveedor externo a la institución el cual trato térmicamente las muestras. Debido a políticas internas de la empresa, no fue proporcionada información detallada sobre las condiciones a las cuales se realizó el recubrimiento ni tampoco un certificado de calidad, debido a que la rugosidad superficial estaba fuera del rango aceptado por la empresa.

3.6 Medición del espesor de recubrimiento

Para evaluar el espesor del recubrimiento, se cortaron por mitad las probetas recubiertas, se utilizó un disco de diamante de la marca Struers y el corte se realizó bajo chorro de agua. Posteriormente se encapsuló en baquelita una mitad de cada probeta de modo que la sección transversal quedará expuesta. A continuación, se pulió la superficie siguiendo el procedimiento descrito anteriormente hasta alcanzar un acabado espejo.

Las muestras encapsuladas se observaron a través de un microscopio metalográfico Zeiss a 500 aumentos y las imágenes fueron procesadas utilizando el Software ZEN™, para cada espécimen se tomaron imágenes a cuatro zonas del espesor de recubrimiento y se realizaron 50 mediciones para cada zona, obteniendo un valor de 200 mediciones para el espesor de recubrimiento, el valor final fue el promedio de esos datos.

En la figura 3.8 se muestra una probeta encapsulada en baquelita y las distintas mediciones realizadas sobre el espesor del recubrimiento.

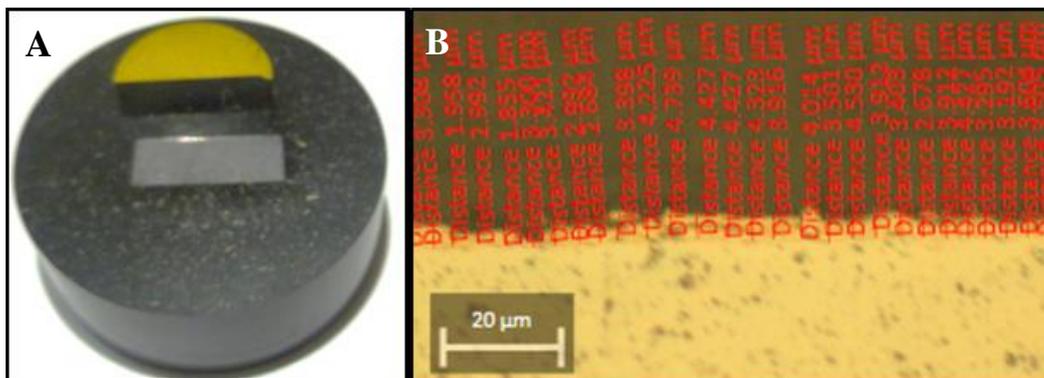


Figura 3.8 A) Corte transversal de probeta recubierta con TiN; B) Medidas de una sección de recubrimiento.

3.7 Revelación de la microestructura del recubrimiento

Para observar la microestructura del recubrimiento se siguió la metodología especificada en el volumen 9 del ASM Handbook para aleaciones de Titanio [41]. La preparación de las muestras consistió en un ataque químico con reactivo Kroll's (2ml HF + 10ml HNO₃ + 88ml Agua destilada) por periodos de 15 segundos, un lavado posterior con metanol y secado aire.

Posteriormente, la superficie atacada se observó mediante un microscopio metalográfico Zeiss a una magnificación de 500 aumentos.

3.8 Ensayos de microdureza sobre el recubrimiento.

La dureza del recubrimiento se evaluó mediante microdureza Vickers y para ello se empleó un microdurómetro Vickers-Knoop, modelo SMVK-1000ZS de la marca Metrotec Quality Control el cual se muestra en la figura 3.9. Las cargas de ensayo fueron 50 y 100 gr aplicados por 15 segundos a 25 °C. La metodología que se siguió fue la correspondiente para cerámicos avanzados establecida en la norma ASTM C 1327-03 [31].



Figura 3.9 Súper Micro-Durómetro Vickers/Knoop, SMVK-1000ZS (3009).

3.9 Evaluación de la adhesión sustrato/recubrimiento.

La adhesión entre el recubrimiento y el sustrato se llevaron a cabo de manera cualitativa de acuerdo con la norma BSi 1071-8, Anexo D, enfocadas al análisis de recubrimientos cerámicos por medio de indentaciones Rockwell, en donde en función de la dureza del sustrato se establece la carga de ensayo. Debido a la dureza obtenida por el sustrato después del tratamiento térmico, los ensayos se realizaron con la escala Rockwel D (981 N con un indentador de 1.58 mm de diámetro). La carga se aplicó por periodos de 10 segundos en condiciones estándar de laboratorio.

Para cada muestra se realizaron tres indentaciones sobre la superficie recubierta y posteriormente, las improntas fueron observadas a través de un microscopio metalográfico Zeiss a una magnificación de 100 aumentos, realizando la comparación con los criterios mostrados en la tabla 2.11.

3.10 Ensayos tribológicos

Los ensayos de fricción se realizaron en un tribómetro de la marca CMS Instruments mediante la configuración Pin-on-Disk y siguiendo la metodología de la norma ASTM G99-95 A. En la figura 3.10 se muestra el montaje de una probeta sobre el tribómetro utilizado.



Figura 3.10 Montaje de probeta recubierta para ensayo.

Tanto el pin como las muestras se limpiaron con metanol antes y después del ensayo, en la tabla 3.2 se muestran las condiciones bajo las cuales se realizaron los ensayos.

Tabla 3.2 Condiciones para ensayo de fricción

Condición	Valor
Lubricante	No
Temperatura	25 °C
Humedad	50%
Pin	Al ₂ O ₃
Diámetro de pin	3 mm
Carga normal	5 N
Radio de huella	2 mm
Distancia recorrida	1000 m
Velocidad lineal	10 m/s
Adquisición de datos	2 Hz

El análisis correspondiente al ensayo tribológico consistió en la determinación del ancho de huella para el cálculo de volumen perdido y razón de desgaste, además del análisis del perfil de huella de desgaste y los distintos mecanismos de desgaste.

El ancho de huella de desgaste se obtuvo observando la huella a 50 aumentos a través de un microscopio metalográfico Zeiss y el software Zen descritos anteriormente. Para ello, la huella se dividió en cuatro cuadrantes y se realizaron al menos 50 mediciones en cada cuadrante. Posteriormente se obtuvo un promedio de los datos de los cuatro cuadrantes y se utilizaron las relaciones de la tabla 2.12.

En la figura 3.11 A se muestran cuatro zonas correspondientes a cada uno de los cuadrantes para una muestra con $0.90 \mu\text{m}$ de rugosidad en sustrato.

La topografía de la huella de desgaste se analizó mediante perfilometría superficial, para ello, se realizaron ocho mediciones de rugosidad distribuidas a lo largo de la superficie de la huella, la figura 3.11 B muestra la dirección y distribución de las mediciones. Los datos obtenidos del software del rugosímetro se graficaron con ayuda del software OriginLab.

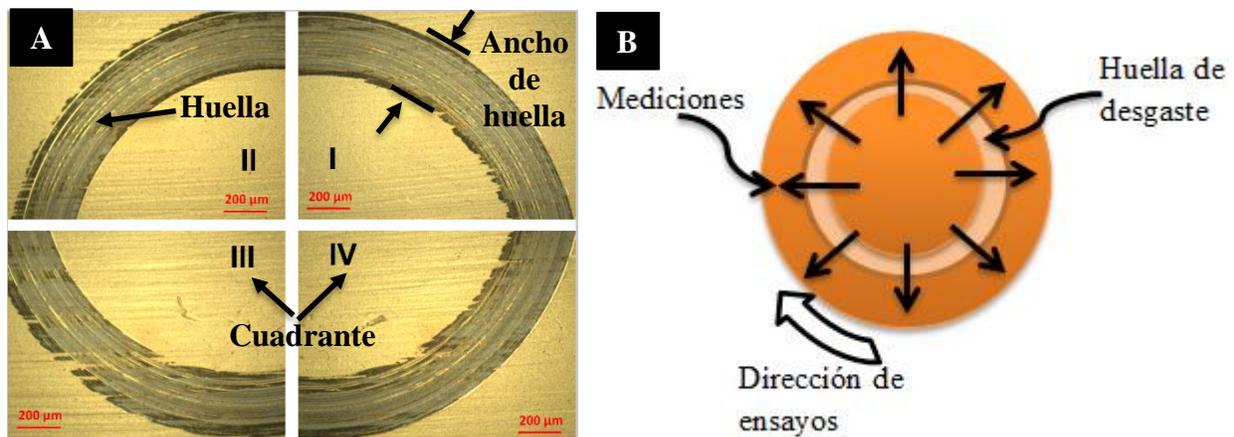


Figura 3.11 Análisis de la huella de desgaste. A) Zonas representativas de los cuadrantes para la huella de desgasta y B) Distribución de ensayos de perfilometría a lo largo de toda la huella.

Para analizar los diferentes mecanismos de desgaste, las huellas fueron observados a través del microscopio metalografico Zeiss, con un filtro polarizado y un lente con 500 aumentos.

CAPÍTULO IV ANÁLISIS DE RESULTADOS

4.1 Microestructura del recubrimiento

En la figura 4.1 se muestra la microestructura del TiN a 500 aumentos vista con un lente polarizado, después de ser atacada con el reactivo Kroll's por periodos de 15 segundos. En ella se aprecian granos distribuidos sobre la superficie con longitudes promedio de $2.5 \mu\text{m}$, correspondiendo con lo reportado con Laura Lara y colaboradores quienes encontraron granos de TiN obtenidos mediante PVD con espesores de $3 \mu\text{m}$ y alturas de 705 nm . [44]

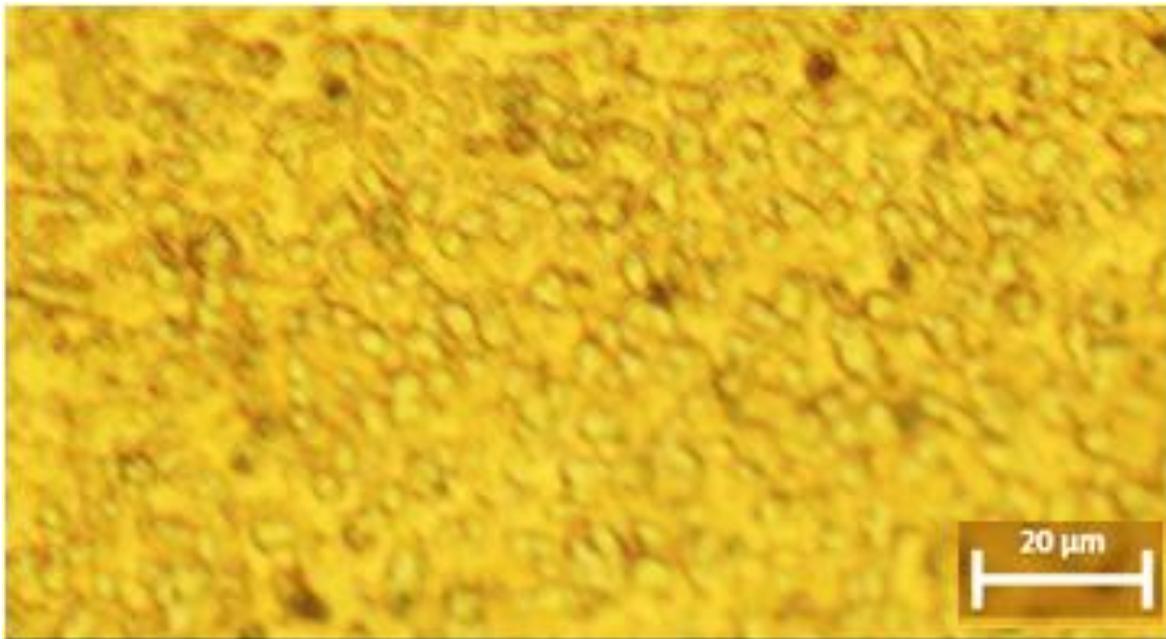


Figura 4.1 Microestructura del TiN en campo polarizado a 500x de TiN atacado con reactivo Kroll's.

En la figura 4.2 se muestra la microestructura del acero AISI-H13 después del ataque térmico y químico, en donde se aprecia un tamaño de grano muy pequeño cuyas dimensiones no son posibles determinar a la magnificación observada. Al igual que lo reportado por M. Newishy y colaboradores, las fases principales después del tratamiento térmico son austenita retenida (fase clara) y martensita (fase oscura). Los carburos están presentes, pero no son visibles a esta magnificación. [43]

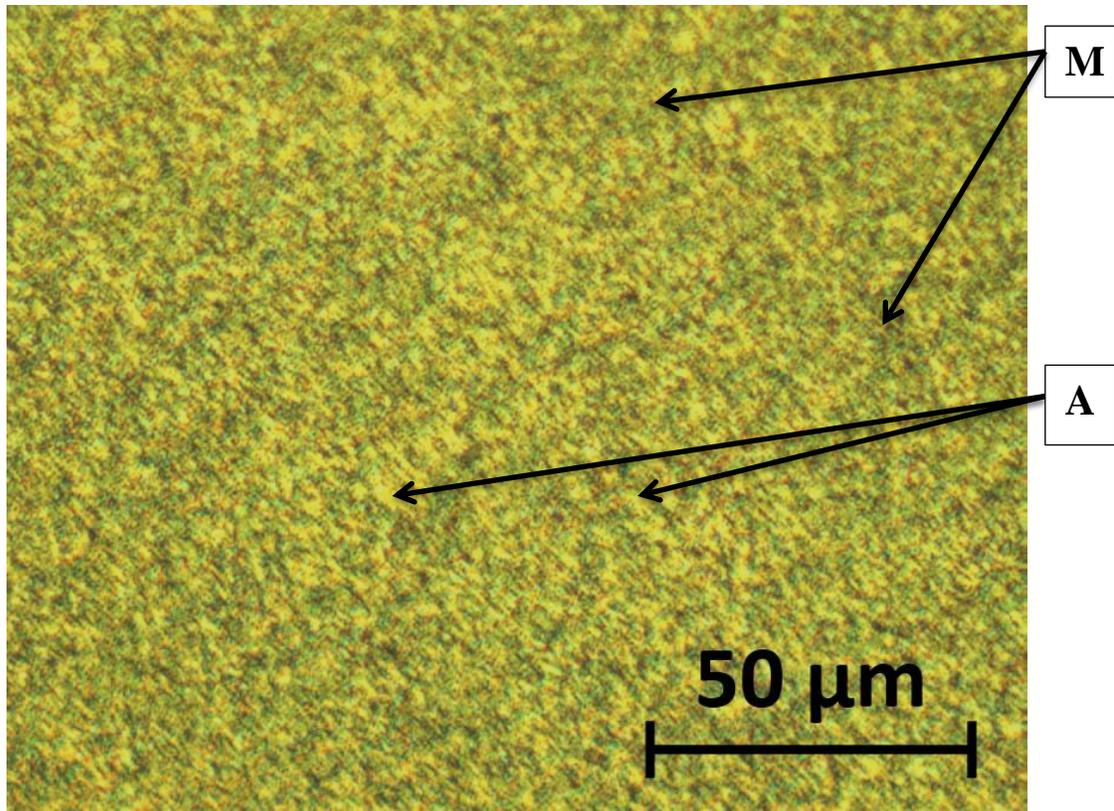


Figura 4.2 Micrografía del acero AISI H13 en campo polarizado a 500x, A) Austenita retenida, M) Martensita.

4.2 Medición del espesor del recubrimiento

Como se mencionó en la sección 3.6, se cortó una probeta de cada rugosidad y por medio de microscopía óptica se obtuvo la magnitud de los distintos espesores del recubrimiento. En la figura 4.3 se muestra la vista transversal de las probetas con diferente rugosidad recubiertas con TiN, las imágenes fueron tomadas con el microscopio metalográfico a una magnificación de 500 aumentos y escaladas al 200% para tener una vista igual a la que provee un objetivo con aumento de 1000x. En las imágenes la zona etiquetada con números 1 corresponde encapsulado de baquelita; la etiquetada con el número 2 indica el recubrimiento (TiN) y la etiqueta número 3 corresponde al sustrato (AISI H13). En cada imagen se especifica el valor del espesor de recubrimiento.

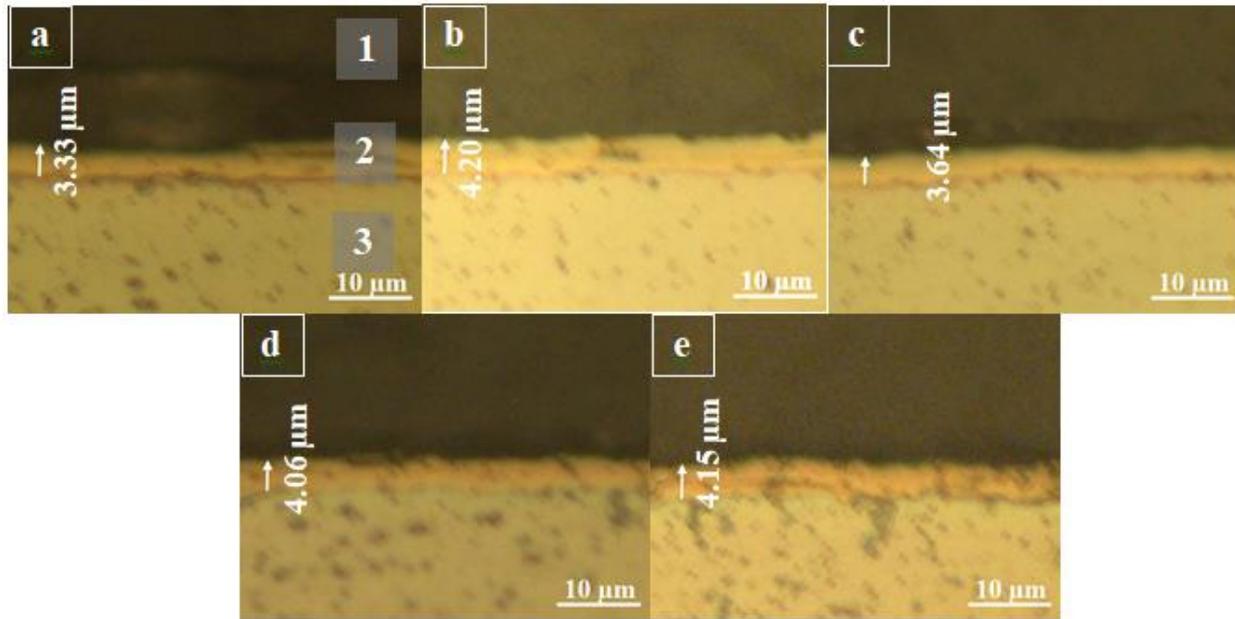


Figura 4.3 Sección transversal de muestras AISI H13/TiN a 500x con Ra de a) 0.06 μm , b) 0.11 μm , c) 0.28 μm , d) 0.47 μm , e) 0.90 μm en donde 1) Baquelita, 2) Recubrimiento y 3) Sustrato.

De acuerdo a lo descrito por Conde y colaboradores [14], la variación en las magnitudes de los espesores fue el resultado del crecimiento de tipo columnar de la capa de TiN, ya que durante la deposición el material comienza a concentrarse en el espacio que hay entre cresta y valle de la topografía superficial.

En la figura 4.4 se muestra una gráfica de barras con los datos de los distintos espesores obtenidos relacionados con las distintas rugosidades en sustrato. Se puede apreciar que el menor valor de rugosidad en sustrato (0.06 μm) y el valor cercano al doble del mismo (0.11 μm) obtuvieron el menor y mayor espesor de recubrimiento respectivamente, además, entre estas muestras se obtuvo un incremento de tan solo el 26% en esta propiedad en relación con el valor más bajo. Por otra parte, la desviación estándar de los datos muestra una variación de 0.33 y el comportamiento de los mismos no es lineal, con lo cual no se ve una clara influencia en la variación del espesor de recubrimiento con respecto a la rugosidad del sustrato.

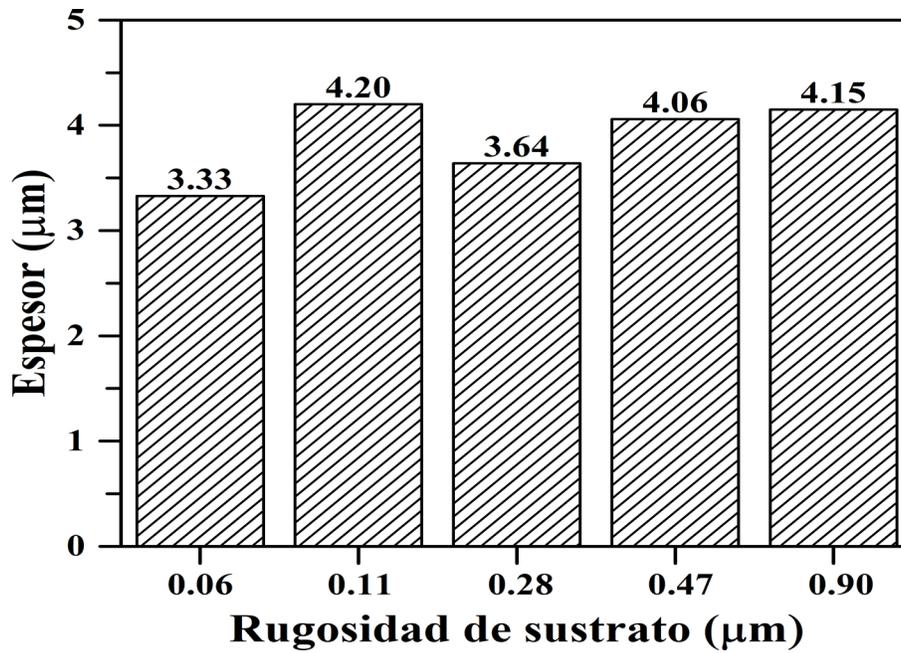


Figura 4.4 Espesores obtenidos para cada rugosidad de sustrato.

4.3 Rugosidad

En la gráfica mostrada en la figura 4.5 se compara la rugosidad en sustrato y la obtenida por el recubrimiento al ser depositado sobre esa superficie.

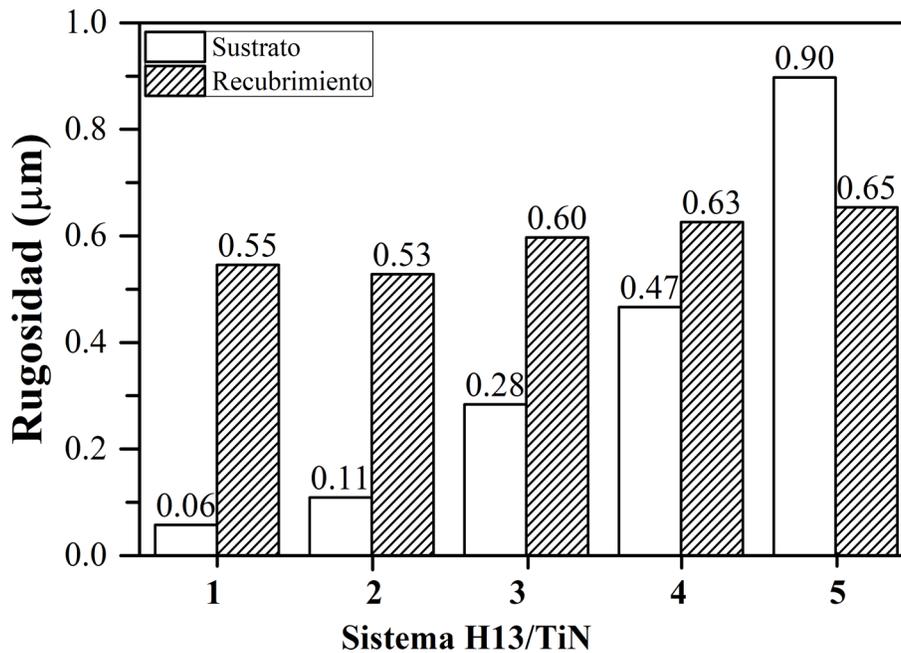


Figura 4.5 Cambio en la superficial rugosidad para los distintos sistemas.

A partir del análisis de las distintas rugosidades de los recubrimientos, se observa que existe muy poca variación en los mismos, ya que la desviación estándar del conjunto de datos respecto a la media arroja un valor de 0.05, esto hace evidente que la rugosidad del recubrimiento es poco influenciada por la rugosidad del sustrato.

De acuerdo con Laura Lara y colaboradores [44] la principal influencia en la rugosidad del recubrimiento se debe a las condiciones del proceso PVD, y para este caso particular, todas las probetas fueron recubiertas a las mismas condiciones y como consecuencia las rugosidades fueron similares.

4.4 Dureza

En la figura 4.6 y figura 4.7 se muestran los promedios de microdureza obtenida en los distintos sistemas ensayados bajo la escala Vickers con cargas de 50gr y 100 gr. De acuerdo con lo enunciado en la literatura correspondiente a dureza en recubrimientos, a partir de cierta profundidad de indentación hay una contribución del sustrato en la magnitud de esta propiedad, dicha profundidad puede variar de acuerdo con la teoría utilizada. [33]

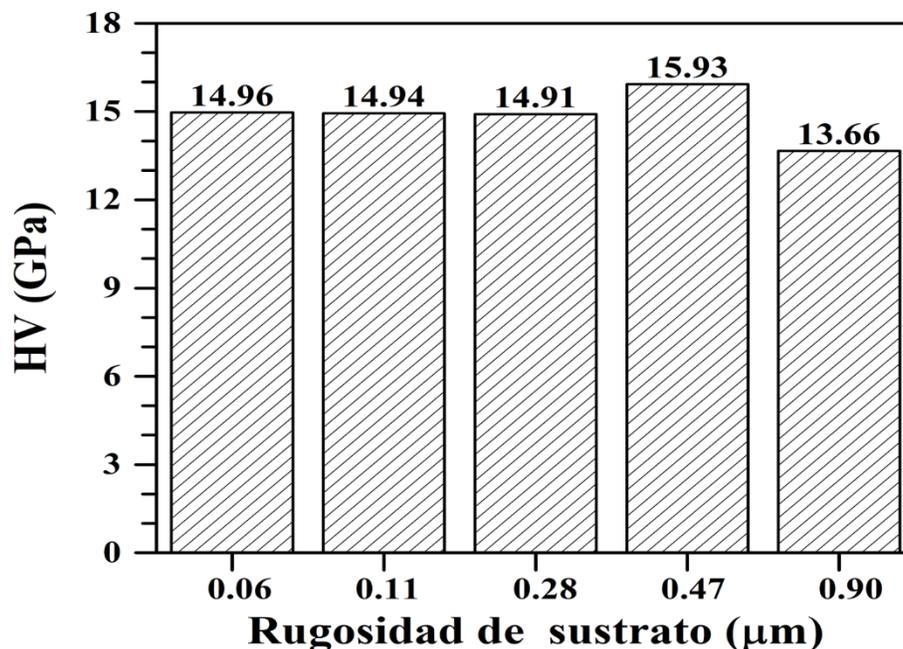


Figura 4.6 Dureza de los distintos sistemas bajo una carga de 50 gr

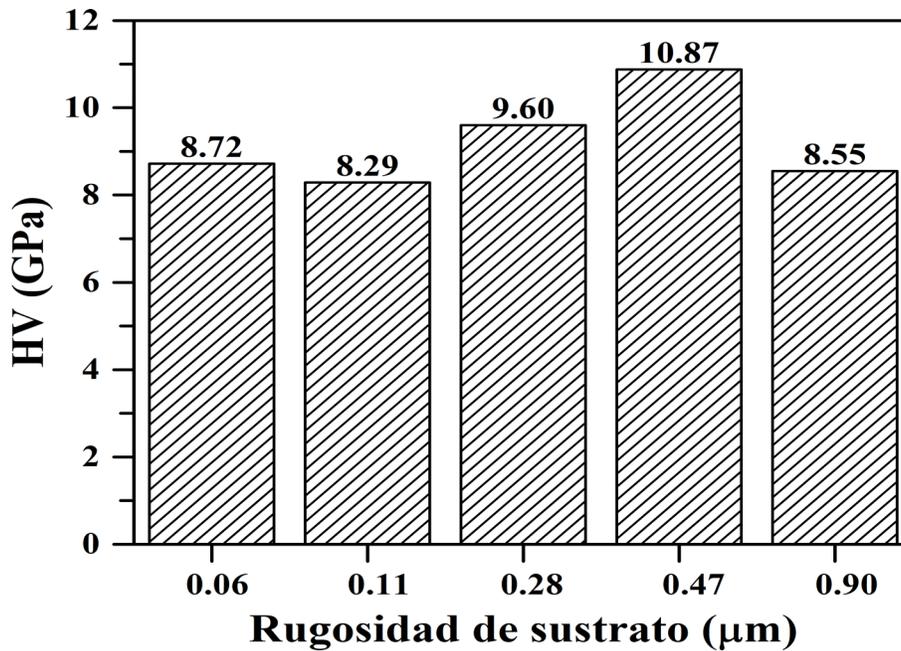


Figura 4.7 Dureza de los distintos sistemas bajo una carga de 100 gr

De las gráficas anteriores se puede observar que hay una disminución en la dureza obtenida en los ensayos a 100 gr, esto se debe a que al incrementar la carga, el penetrador atraviesa una mayor distancia del recubrimiento y por lo tanto existe una mayor contribución de la dureza del sustrato a la obtenida en el ensayo.

De acuerdo a lo descrito por Siyuan Wu y colaboradores, los resultados anteriores corresponden a durezas compuestas, ya que en su investigación reportaron una dureza de 22 GPa para recubrimientos de TiN obtenidos por PVD y comentaron que este valor disminuye hasta aproximadamente 4.5 GPa al acercarse al sustrato. [45]

4.5 Adhesión

En la figura 4.8 se muestran las indentaciones a 100 aumentos de las superficies correspondientes a los distintos sistemas H13/TiN en donde se pueden apreciar grietas en zonas cercanas a la impronta, sin embargo, no existe una delaminación del recubrimiento. De acuerdo con lo establecido en la norma BSI 1071-8, es un recubrimiento de Clase I, siendo la adhesión de buena calidad para los distintos recubrimientos.

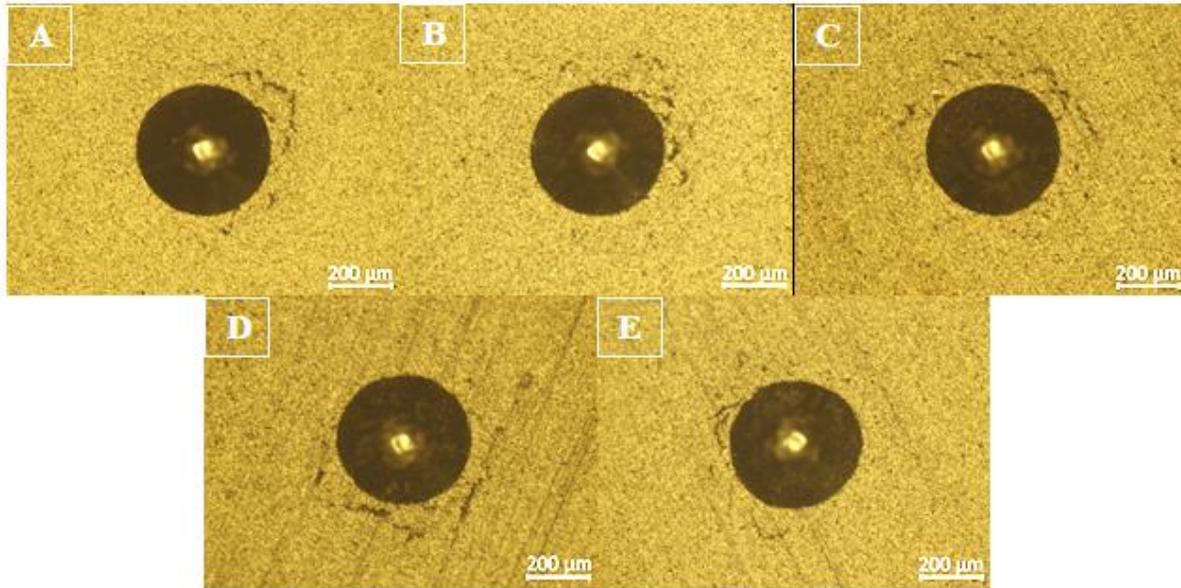


Figura 4.8 Resultados de adhesión vistas a 100x para Ra de sustrato de A) 0.06; B) 0.11; C) 0.28; D) 0.47; E) 0.90

Al observar la periferia de las huellas con un aumento superior (500x), se pudo observar un agrietamiento a lo largo de toda la circunferencia de la impronta, los recubrimientos depositados en rugosidades de sustrato de 0.06 y 0.11 μm fueron quienes tuvieron mayor presencia de grietas con una longitud de 20 y 25 μm respectivamente. Mientras que los recubrimientos depositados en sustratos con rugosidades de 0.28, 0.47 y 0.90 μm tuvieron grietas con menor presencia, pero mayor longitud 50, 35 y 48 μm respectivamente.

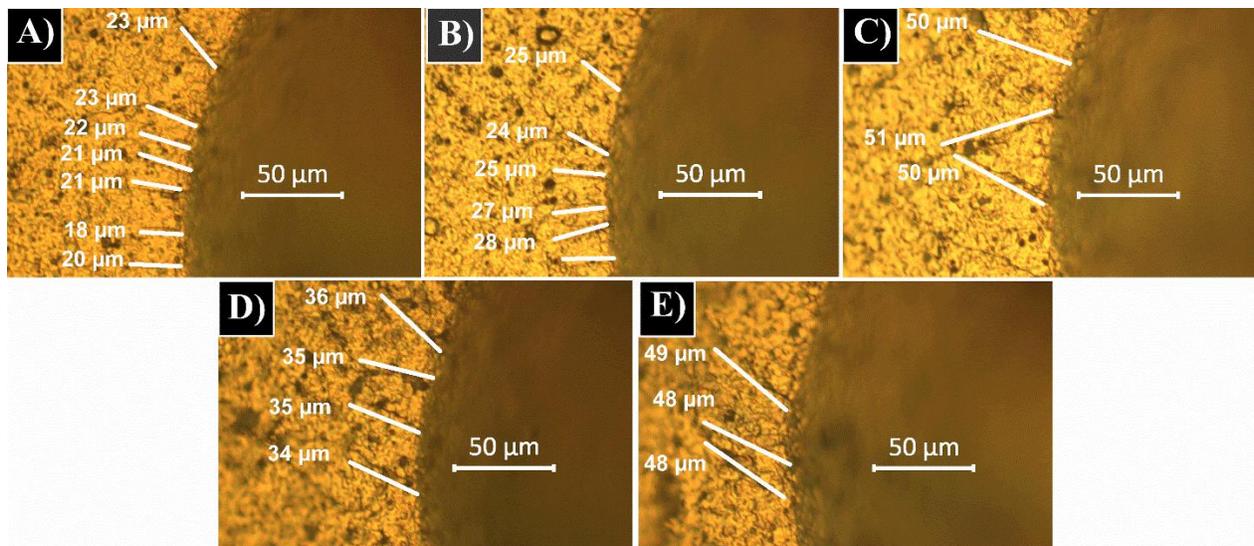


Figura 4.9 Agrietamiento del recubrimiento visto a 500x para Ra de sustrato (μm) de a) 0.06; b) 0.11; c) 0.28; d) 0.47; e) 0.90

De manera general, se puede observar que, para las distintas combinaciones de rugosidad de sustrato con espesor de recubrimiento, la adhesión es buena. Sin embargo, entre mayor es el espesor de recubrimiento, las grietas presentan mayor longitud y espesor.

4.6 Propiedades tribológicas

4.6.1 Coeficiente de fricción

En la figura 4.10 se muestra la evolución del coeficiente de fricción cinético (μ_k) en los ensayos de desgaste. Se puede apreciar que las muestras que presentaron una menor dispersión y un menor valor corresponden a recubrimientos depositados en sustratos con rugosidades de 0.06 y 0.11 μm .

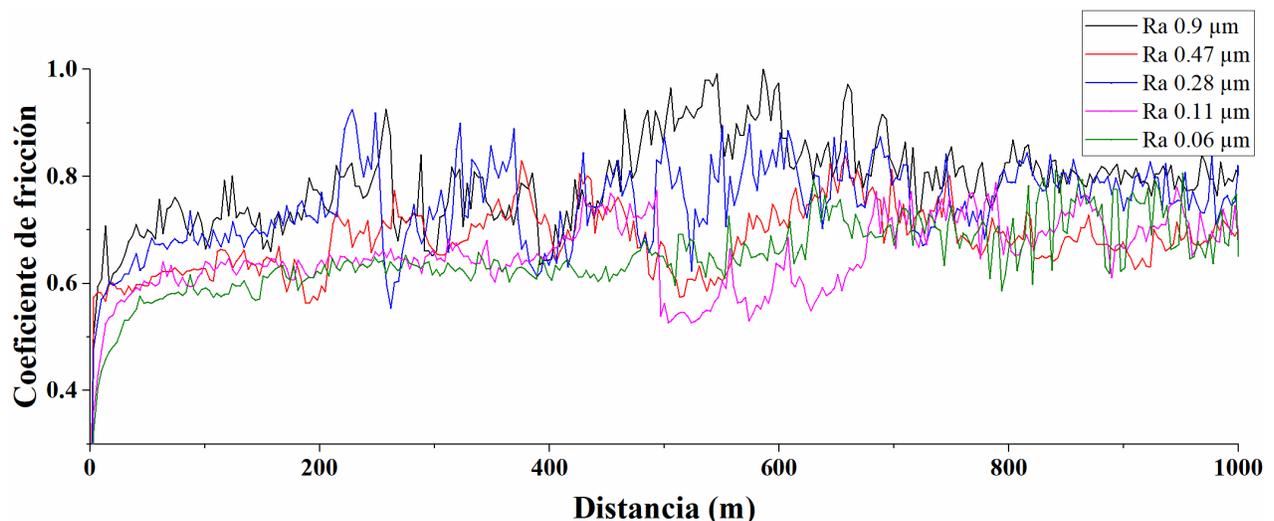


Figura 4.10 Coeficiente de fricción en seco de los sistemas H13/TiN ensayados con pin de Al₂O₃.

De acuerdo con Guojia Ma y colaboradores, la gráfica de fricción se divide en tres zonas importantes, la primera corresponde a una zona con baja fricción, la segunda a una zona de arado en donde pequeñas partículas del recubrimiento se desprenden y actúan como abrasivo, y finalmente la tercera que es donde el recubrimiento falla [16].

En la figura 4.11 se muestra el comportamiento del coeficiente de fricción cinético de los recubrimientos depositados en sustratos de 0.9 y 0.06 μm , se puede apreciar que la zona de baja fricción en la muestra de 0.9 μm está por debajo de la muestra de 0.06 μm , ya que la primera termina cerca de los 180 m mientras que la segunda está cerca de los 480 m, además la primera muestra presenta una mayor dispersión en los datos. La zona de arado en la muestra de 0.9 está muy marcada por la elevación en coeficiente de fricción ya que alcanza un valor cercano a uno, mientras que la segunda muestra está por debajo de 0.8.

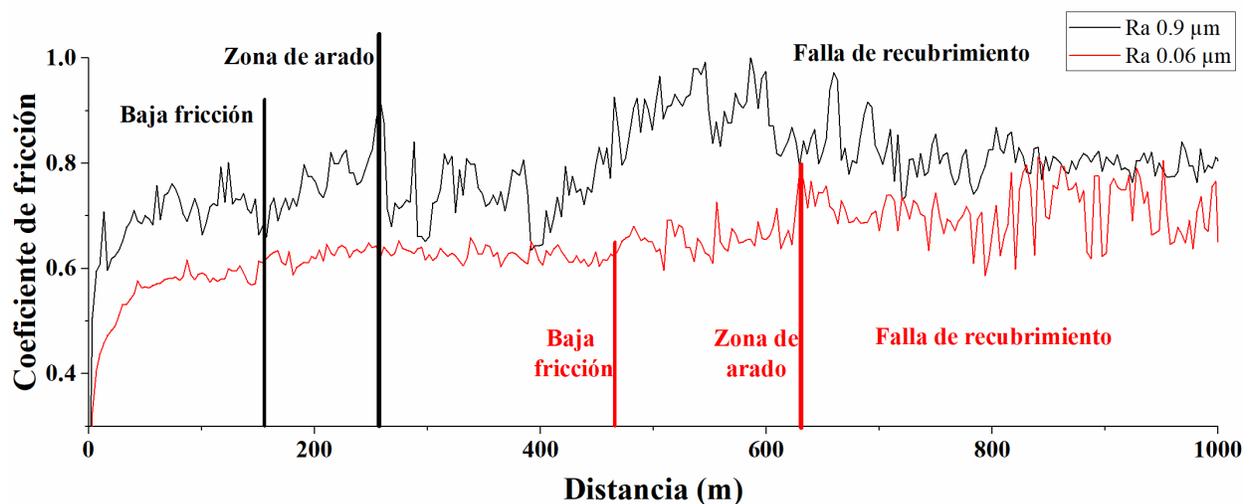


Figura 4.11 Evolución del coeficiente de fricción de muestras con sustratos de mayor y menor rugosidad.

La figura 4.12 muestra los valores promedio del coeficiente de fricción de todos los sistemas. En la gráfica se puede apreciar que no hay un comportamiento lineal del coeficiente de fricción con respecto a la rugosidad de sustrato ya que el menor valor del coeficiente de fricción ($\mu_k=0.65$) corresponde a la muestra con 0.11 μm de rugosidad en el sustrato, mientras que el mayor valor del coeficiente de fricción se obtiene con la muestra de 0.90 μm de rugosidad ($\mu_k=0.79$).

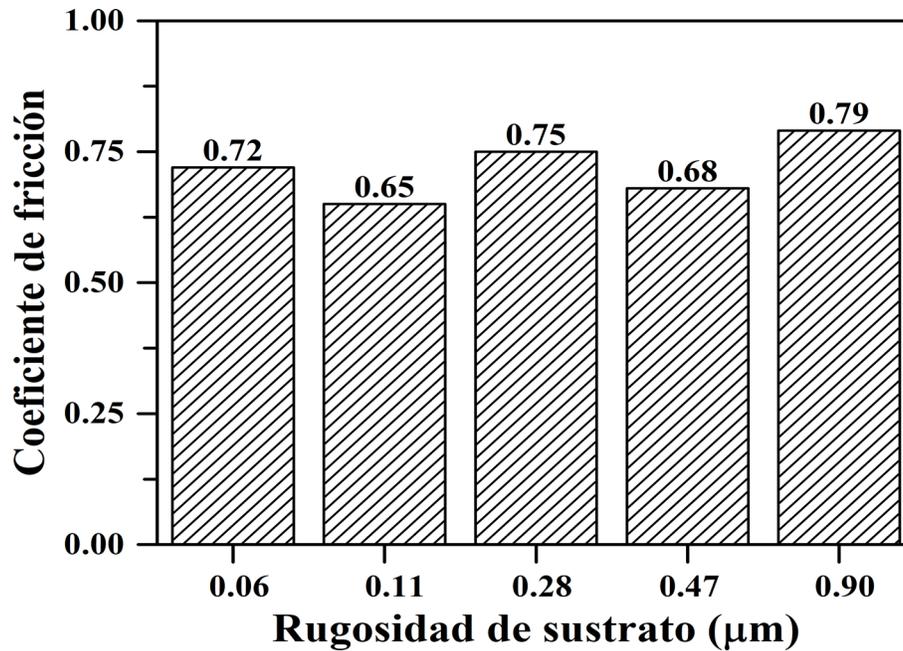


Figura 4.12 Coeficiente de fricción promedio para las distintas rugosidades de sustrato.

4.6.2 Perfil de huella y volumen perdido

El perfil de huella se obtuvo con el rugosímetro Mitutoyo SJ 400 y el software OriginLab, con el primero se obtuvieron los datos correspondientes a la topografía de la superficie, mientras que con el segundo se graficaron.

Se realizó el mismo procedimiento para cada una de las muestras. En la figura 4.13 se muestran los ocho perfiles obtenidos para la muestra con 0.28 μm de rugosidad en sustrato.

Los perfiles promedio de las huellas para las muestras con rugosidades en sustrato diferente se muestran en la figura 4.14. Se puede apreciar que tanto el ancho como la profundidad de las huellas presentan variación. Para la muestra con la menor rugosidad en sustrato, la huella no está tan definida como en las muestras restantes.

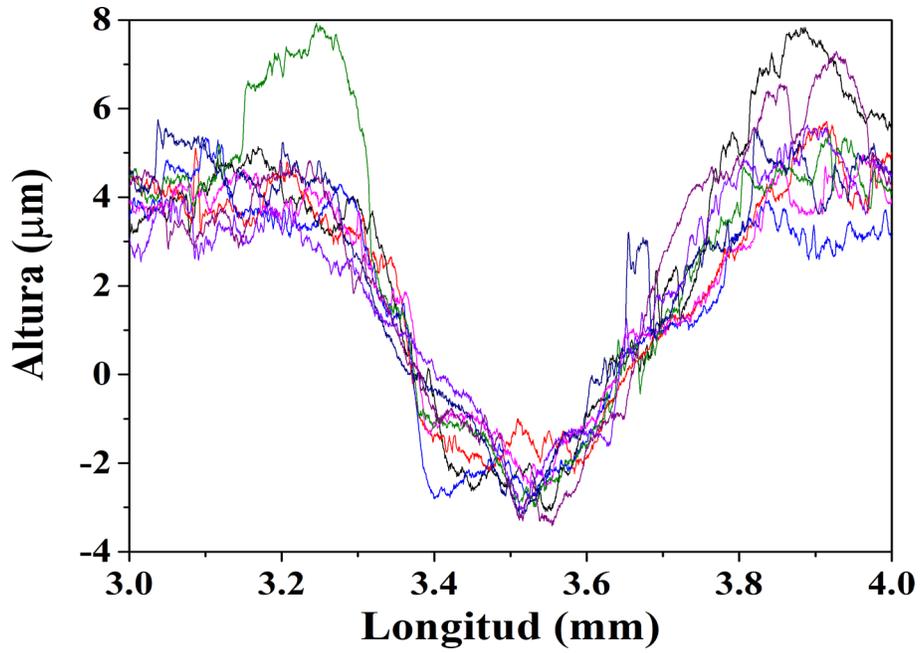


Figura 4.13 Perfiles de huella de desgaste para muestra con Ra de $0.28 \mu\text{m}$

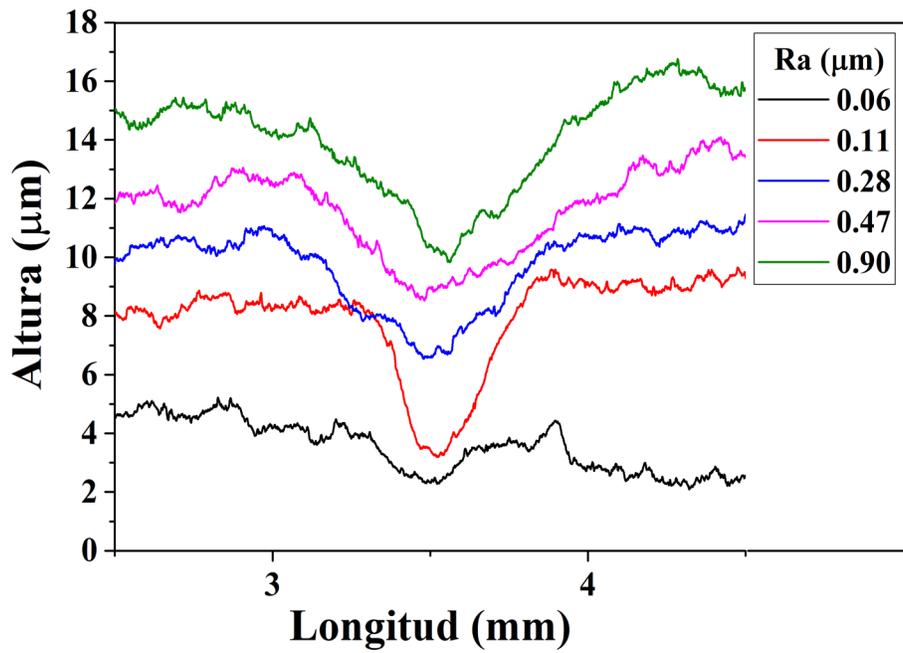


Figura 4.14 Perfiles promedio de huellas de desgaste para las distintas rugosidades de sustrato

Mediante el microscopio metalográfico Zeiss a una magnificación de 50 aumentos se observaron las huellas de desgaste y utilizando el Software ZEN™ se obtuvieron los distintos anchos de huella de las muestras, los cuales se muestran en la figura 4.15 y en donde se puede apreciar que el volumen perdido fue diferente entre las distintas muestras, además, el mayor y menor ancho corresponde a la mayor y menor rugosidad en sustrato, respectivamente.

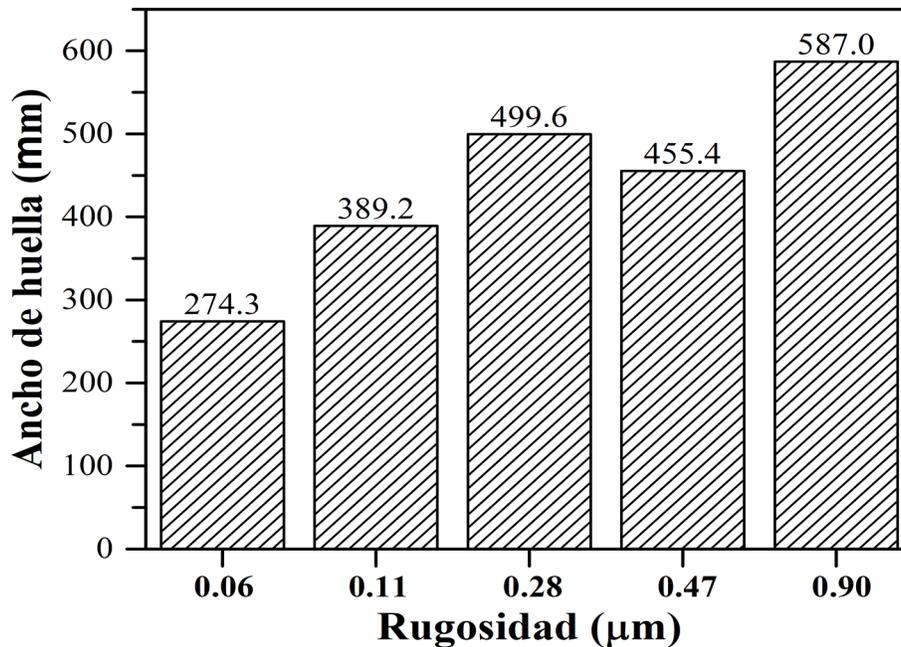


Figura 4.15 Anchos de huella de los distintos sistemas

Los datos de los anchos de huella parecen seguir una tendencia, sin embargo, este comportamiento se interrumpe en la muestra con 0.47 μm de rugosidad, en donde el ancho de huella disminuye, este comportamiento se debe a que la muestra presentó una mayor dureza comparada con los otros sistemas tal como se aprecia en las figuras 4.6 y 4.7. Como consecuencia de ello, esta probeta presentó una mayor resistencia al desgaste.

A partir de los anchos de huella obtenidos para las distintas muestras, se procedió a calcular el volumen perdido, para ello, se utilizó la relación de la tabla 2.12 correspondiente a desgaste únicamente en el disco. La magnitud del volumen perdido por las distintas muestras se muestra en la figura 4.16. Al analizar la distribución de datos se observa que la rugosidad superficial del sustrato si influye en la perdida de material. Para valores de 0.06 a 0.28 μm de rugosidad, el volumen perdido es proporcional a la rugosidad, sin embargo, en 0.47 μm dicha tendencia se rompe y esto es debido a que el recubrimiento en esa probeta presentó una mayor dureza y por lo tanto mayor resistencia a la penetración y rayado, influyendo en el volumen perdido.

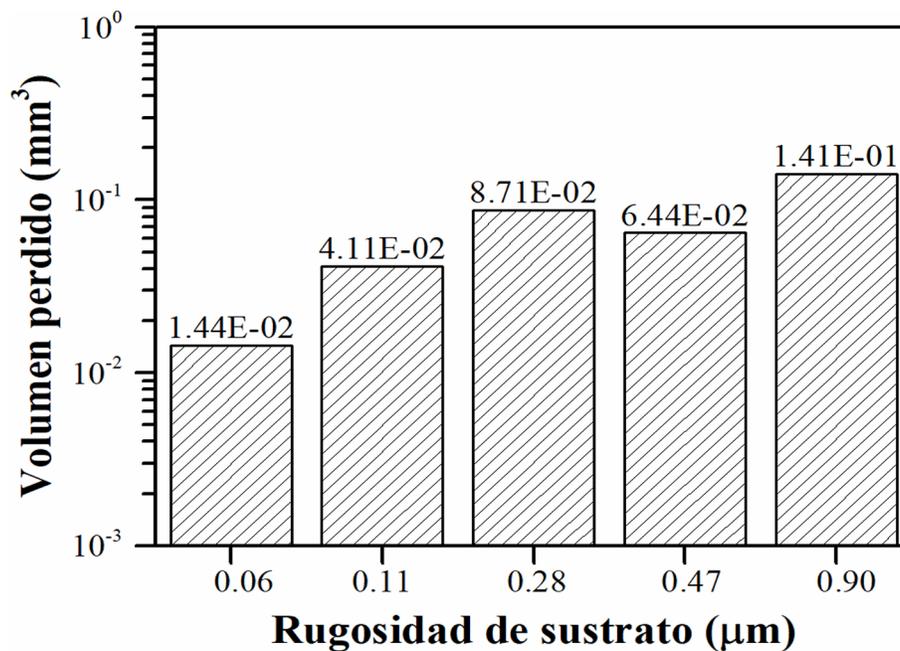


Figura 4.16 Volumen perdido durante la prueba de desgaste

Mediante la relación de la tabla 2.12 y los datos correspondientes al volumen perdido, la carga del ensayo y distancia recorrida en los distintos ensayos de fricción, se calculó la razón de desgaste (K) y posteriormente se graficó en relación con la rugosidad en sustrato, en la figura 4.17 se muestra esta gráfica.

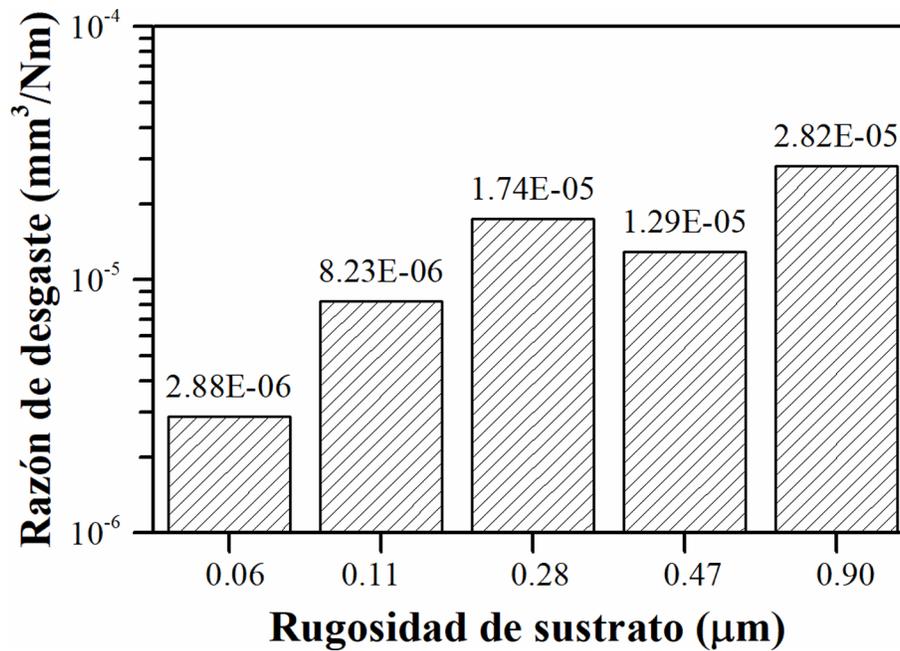


Figura 4.17 Razón de desgaste de las distintas muestras

El comportamiento de los datos para las distintas razones de desgaste fue igual al de volumen perdido, sin embargo, se puede apreciar que, para las condiciones de ensayo, las mayores rugosidades en sustrato pierden material con mayor facilidad que las de menor rugosidad.

4.6.3 Análisis de los mecanismos de desgaste

En las figuras 4.18 a 4.22 se muestran imágenes de las distintas huellas de desgaste, en la esquina superior izquierda de cada figura se muestra un cuadrante de cada huella vista a 100 aumentos, indicando el ancho de huella y sobre esa imagen, con un recuadro en rojo indicando la zona magnificada 500 veces en el microscopio metalográfico Zeiss. Dentro de la imagen magnificada se pueden apreciar los principales mecanismos de desgaste.

La figura 4.18 corresponde a la huella de desgaste sobre una probeta con $0.06 \mu\text{m}$ en rugosidad en sustrato. Las líneas presentes en toda la huella fueron provocadas por el fenómeno de abrasión, dentro de la zona se observan pequeños puntos donde el material fue removido por adhesión. Además, el centro de la huella es el más desgastado ya que por la forma del pin es la zona con mayor contacto y en donde se ejerce la mayor carga, las zonas oscuras corresponden al sustrato el cual comienza a ser expuesto debido a la falla del recubrimiento.

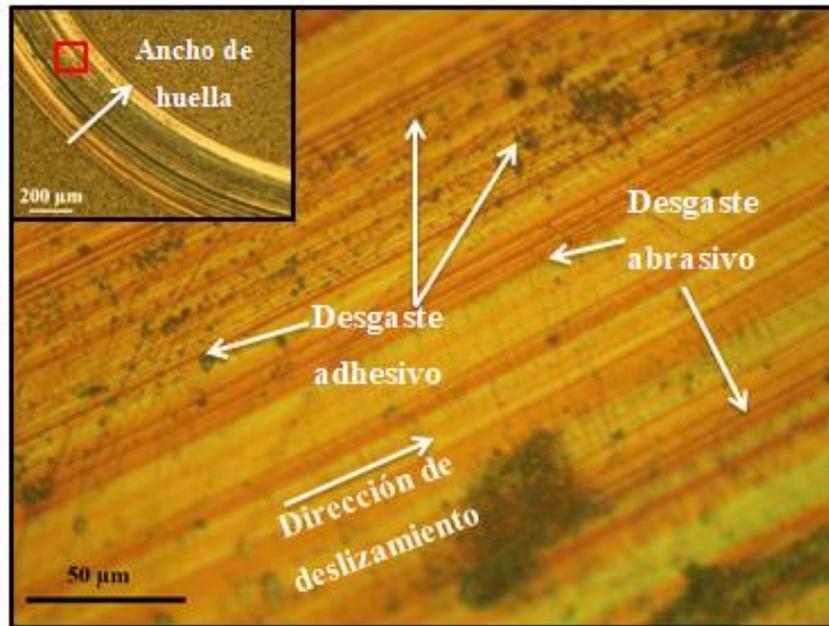


Figura 4.18 Huella de desgaste de sistema con 0.06 µm de Ra

En la figura 4.19 se muestra la huella de desgaste para la probeta con 0.11 µm en rugosidad. En esta imagen se aprecia que el fenómeno principal fue abrasión, además, los surcos de esta imagen presentan una coloración más nítida comparada con la imagen anterior relacionada con tribo-oxidación, la cual es una consecuencia del aumento de temperatura en los puntos de contacto de la muestra con el pin [45].

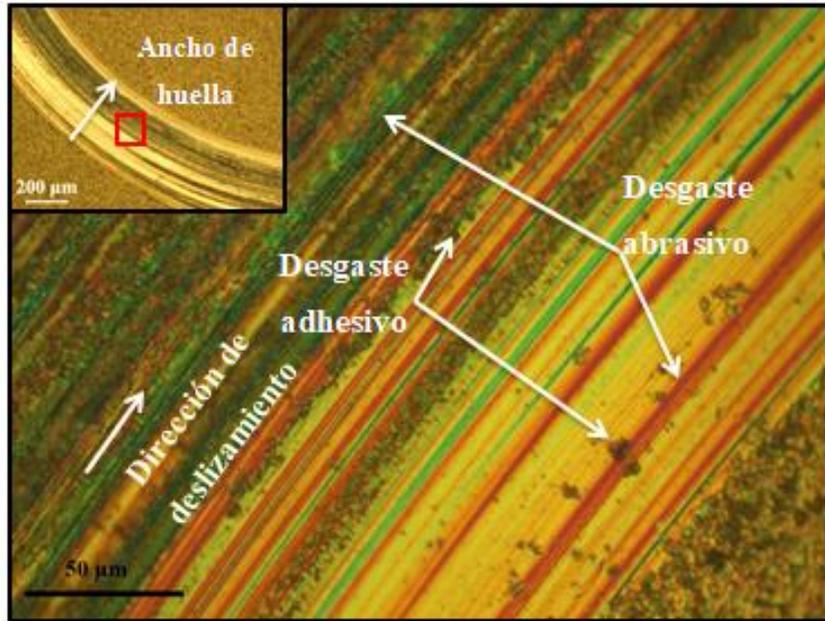


Figura 4.19 Huella de desgaste de sistema con $0.11 \mu\text{m}$ de Ra

En la figura 4.20 se muestra la huella de desgaste para la probeta con $0.28 \mu\text{m}$ en rugosidad. En la parte correspondiente a 100 aumentos se aprecia que la huella tiene el centro con un tono más oscuro respecto a los extremos de la misma, mediante la ampliación a 500 aumentos de la zona central se pudo observar que la abrasión fue el fenómeno principal de desgaste y que el sustrato ha quedado expuesto en la mayoría de la zona. La coloración indica tribo-oxidación del mismo.

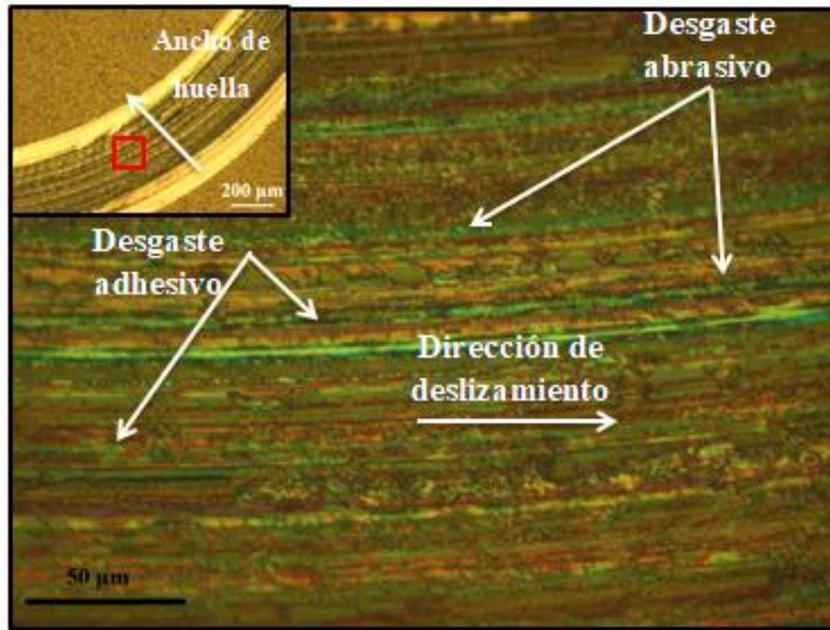


Figura 4.20 Huella de desgaste de sistema con $0.28 \mu\text{m}$ de R_a

En la figura 4.21 y 4.22 se muestra la huella de desgaste para la probeta con $0.47 \mu\text{m}$ y $0.90 \mu\text{m}$ en rugosidad de sustrato respectivamente. Para estos sistemas, a diferencia de las muestras anteriores, se pueden apreciar líneas sobre la superficie que a un no está desgastada, las cuales son crestas y valles dejados durante el proceso de pulido del sustrato y que no desaparecieron con el proceso de recubrimiento.

A 100 aumentos se puede apreciar en ambas imágenes que el desgaste en zonas cercanas a estas líneas no es uniforme, en la figura 4.22 es más notorio, ya que se observa que el centro de la huella desgastado por abrasión y una zona con TiN aun intacta, esto es debido a que el pin comienza a desgastar primero las crestas más elevadas, y ya que la rugosidad en estos sistemas es mayor que los anteriores, las crestas presentan una mayor altura. En ambos casos, a 500 aumentos, se aprecian surcos por toda la huella, lo cual implica que la abrasión fue el fenómeno principal de desgaste. Se pueden apreciar zonas con una coloración oscura correspondiente a tribo-oxidación, pequeños puntos que indican adhesión y zonas doradas entre surcos en donde el recubrimiento no ha sido removido en su totalidad por la profundidad de los valles.

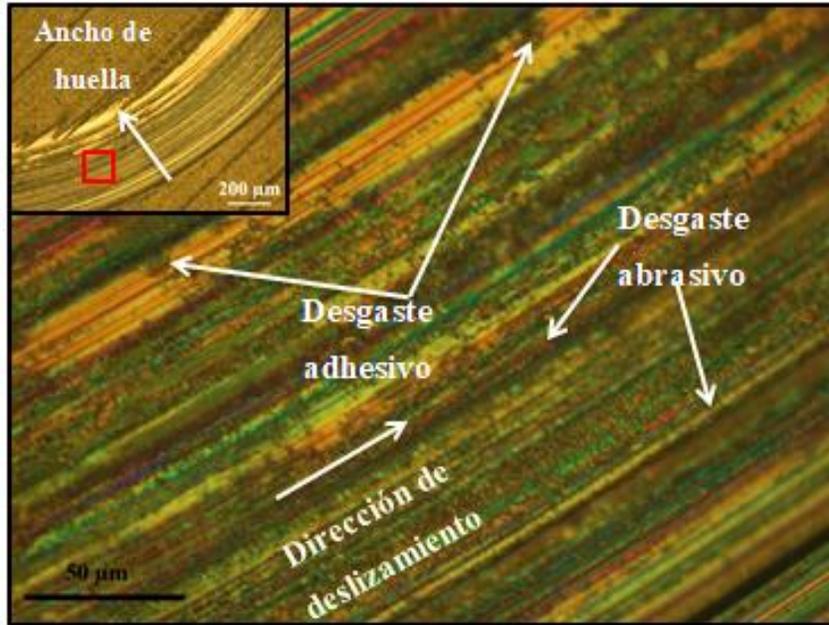


Figura 4.21 Huella de desgaste de sistema con $0.47 \mu\text{m}$ de Ra

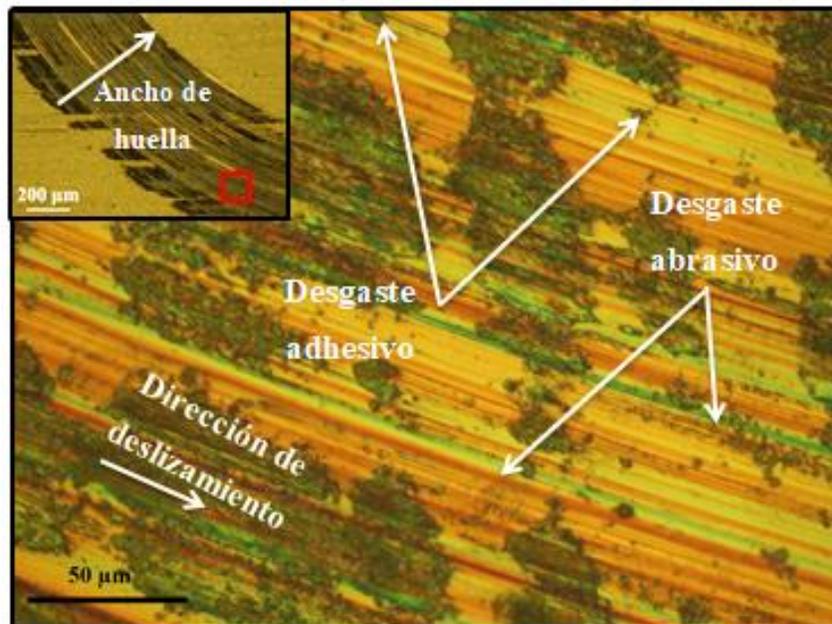


Figura 4.22 Huella de desgaste de sistema con $0.90 \mu\text{m}$ de Ra

CONCLUSIONES

A partir de los resultados de la sección anterior, para el sistema compuesto por acero AISI H13 y TiN se pueden llegar a las siguientes conclusiones:

- El espesor, la rugosidad y dureza del recubrimiento no dependen de la rugosidad superficial del sustrato.
- Entre mayor sea el espesor de recubrimiento existe mayor resistencia a la fractura del mismo.
- Para las distintas rugosidades en sustrato se obtuvieron espesores de recubrimiento diferentes, pero buena adhesión entre sustrato/recubrimiento.
- En pruebas tribológicas de tipo pin-on-disk, la dureza de recubrimiento y las rugosidades de los componentes del compuesto afectan en mayor proporción al coeficiente de fricción que el espesor de recubrimiento.
- De los cinco sistemas examinados, el que mejor comportamiento tribológico presentó fue el de 0.06 μm de rugosidad de sustrato ya que obtuvo la menor variación en el coeficiente de fricción y el menor volumen perdido.

Para futuros trabajos, se recomienda investigar la razón por la cual una de las muestras presentó mayor dureza, así como la influencia del espesor de recubrimiento en los distintos sistemas.

REFERENCIAS

- [1] Barrie, Borja Loma. Del Paleolítico a la caída de Roma: Cronología de la Prehistoria y de la edad antigua. México: Instituto de Tecnologías Educativas, 2007.
- [2] Gómez, Ma. Carmen García. «Materiales para la Historia de España.» 51. España: Ediciones AKAL, 2005.
- [3] Aceroso SISA. Acero para trabajado en frío. México: Aceros SISA, 2012.
- [4] Kalpakjian, Smith. «Dureza.» En Manufactura, ingeniería y tecnología, de Smith Kalpakjian, 68-72. México: Pearson, 2002.
- [5] R, Ortega de la Rosa. «Eficiencia mecánica y ahorro económico del maquinado de acero para maquinaria por medio de herramientas recubiertas con multicapas aplicando el proceso PVD.» Superficies y Vacío, 2011: 153-159.
- [6] P. Eh Hovsepian, W.D. Münz. «Recent progress in large-scale production of nanoscale multilayer/superlattice hard coatings.» Vacuum, 2003: 27-36.
- [7] Sundgren, J. -E. «Structure and properties of TiN coatings: metallurgical and protective coatings.» Thin solid films, 1984: 21-44.
- [8] Yeong Yan Guu, et al. «The tribological characteristics of Titanium Nitride, Titanium Carbonitride and Titanium Carbide coatings.» Thin solid films, 1996: 193-200.
- [9] X.T. Zeng, S. Zhang, L.S. «Ceramic coating for high speedmachining applications.» J. Vac. Sci. Technol, 2001: 1919–1922.
- [10] B. Podgornik, B. Zajec, N. Bay, J. Viřzintin. «Application of hard coatings for blanking and piercing tools.» Wear, 2011: 850-856.
- [11] B. Podgornik, S. Hogmark, O. Sandberg. «Hard PVD coating and their perspectives in forming tool applications.» Int. Tool. Conf. 2, 2002: 1053–1065.
- [12] Takadoun, J. «Influence of substrate roughness and coating thickness on adhesion, friction and wear of TiN films.» Surface and Coatings Technology, 1997: 272-282.
- [13] Larsson, M. «Mechanisms of coating failure as demonstrated by scratch and indentation testing of TiN Coated Hss.» Surface engineering, 2000: 436-444.
- [14] Conde, A. «Resistencia a la corrosión y desgaste de recubrimientos de TiN obtenidos por PVD.» Revista de metalografía de Madrid, 2005: 457-462.
- [15] Junior, Franco. «Utilización de la nitruración bajo plasma como pre-tratamiento al revestimiento TiN-PVD en la generación de superficies dúplex en el acero AISI H13.» Tecnología

en metalurgia, materiales y minerología, 2009: 179-185.

[16], Guojia Ma. «The friction coefficient evolution of a TiN coated contact during sliding wear.» *Applied Surface Science*, 2015: 109-115.

[17] Askeland, Donald R. «Aleaciones Ferrosas.» En *Ciencia e Ingeniería de los Materiales*, de Donald R. Askeland, 320-322. Mexico: International Thomson Editores, 1998.

[18] Dietmar Falk, Hans-Klaus Gockel. «Metalotecnía Fundamental.» En *Metalotecnía Fundamental*, de Dietmar Falk, 114. España: Reverte S. A., 1986.

[19] Avner, Sydney H. «Aceros para herramientas.» En *Introducción a la metalurgia física*, de Sydney H. Avner, 384. México: Mc Graw Hill, 1988.

[20] Marashi, J. «An evaluation of H13 tool steel deformation in hot forging conditions.» *Journal of Materials Processing Technology*, 2017: 276-284.

[21] SISA. 2012. <http://sisal.com.mx/pdf/Acero%20SISA%20H13.pdf> (último acceso: 06 de 11 de 2017).

[22] Dan, Wang. «Tribological evaluation of surface modified H13 tool steel in warm forming of Ti-6Al-4V titanium alloy sheet.» *Journal of aeronautics*, 2013.

[23] Lee, Jae-Ho. «Laser surface hardening of AISI H13 tool steel.» *Transactions of nonferrous metals society of China*, 2009: 917-920.

[24] Bunshah, Rointan F. «Classifications of vapor depositions.» En *handbook of hard coatings*, de Rointan F. Bunshah, 5. Los Ángeles: Elsevier, 2000.

[25] Ebbing, Darrell D. «Properties of the transition elements.» En *General Chemistry*, de Darrell D. Ebbing, 931. New York: Houghton Mifflin Company, 2009.

[26] Pierson, Hugh O. «Titanium Nitride, summary of properties.» En *Handbook of refractory carbides and nitrides*, de Hugh O. Pierson, 193-195. New Jersey: Noyes Publications, 1996.

[27] Sarkar, A. D. «Topografía de supereficies.» En *Desgaste de metales*, de A. D. Sarkar, 30-31. México: Limusa, 1999.

[28] Groover, Mikell P. «Textura de superficies.» En *Fundamentos de manufactura moderna; materiales, procesos y sistemas.*, de Mikell P. Groover, 90-92. México: Prentice Hall, 1997.

[29] ASTM International. *ASTM E10-01 Standard Test Method for Brinell Hardness of Metallic Materials*. California: ASTM International, 2004.

[30] ASTM International. *Standard Test Methods for Rockwell Hardness and Rockwell Superficial Hardness of Metallic Materials*. San Diego: ASTM International, 2004.

- [31] ASTM International. Standard test method for Vickers Hardness of Metallic Materials. San Diego: ASTM International, 2003.
- [32] ASTM International. Standard Test Method for Knoop Indentation Hardness of Advanced Ceramics. San Diego: ASTM International, 2003.
- [33] Puchi-Cabrera, E.S. «A new model for the computation of the composite hardness of coated systems.» *Surface and Coatings Technology*, 2002: 177-186.
- [34] Lacombe, Robert. «¿Que es adhesión y cómo puede medirse?» En *Adhesión, medida y métodos.*, de Robert Lacombe, 1-25. Boca Ratón: Taylor and Francis, 2005.
- [35] BSI British Standards. *Advanced technical ceramics -Methods of test for ceramic coatings.* Londres: BSI British Standards, 2004.
- [36] Willians, John. «Tribology.» En *Engineering tribology*, de John Willians, 1-31. New York: Crambridge University Press, 2006.
- [37] Colín, Guillermo Celis. *Mecánica estructural, estática.* México: Universidad Iberoamericana, 2009.
- [38] ASTM International. *Standard Test Method for Wear Testing with a Pin-on-Disk Apparatus.* California: ASTM International, 2004.
- [39] Budynas, Richard G. *Diseño en ingeniería mecánica de Shigley.* México: McGraw Hill, 2012.
- [40] Mur, F. J. Gil. *Metalografía.* Catalunya: Ediciones UPS, 2005.
- [42] N. J. M. Carvalho, E. Zoestbergen. «Stress analysis and microstructure of PVD monolayer TiN and multilayer TiN/(Ti,Al)N coatings.» *Thin Solid Films*, April 2003: 179-189.
- [43] NEWISHY, M. «Microstructure and mechanical properties of AISI H13 tool.» *3rd International Conference in Africa and Asia on Welding and Failure Analysis of Engineering Materials.* Luxor, Egipto, 2015.
- [44] Lara, Laura. «Caracterización de propiedades morfológicas en acero H13 recubierto con películas de TIN.» *Revista Colombiana de Materiales*, 2011: 1-5.
- [45] Wu, Siyuan. «Hardness and elastic modulus of titanium nitride coatings prepared by PIRAC method.» *Surface Review and Letters*, 2018: 1-8.
- [45] Hidalgo Pla, Andrés. «Estudio de los mecanismos de tribocorrosión de aleaciones biomédicas bajo condiciones electroquímicas controladas en fluidos fisiológicos» *Tesis de grado*, 2016.