



“2020, Año de Leona Vicario, Benemérita Madre de la Patria”

INSTITUTO TECNOLÓGICO DE TLALNEPANTLA

DIVISIÓN DE ESTUDIOS DE POSGRADO E INVESTIGACIÓN

**“APLICACIÓN DE TAGUCHI-LÓGICA DIFUSA PARA LA OPTIMIZACIÓN DEL
COMPORTAMIENTO TRIBOLÓGICO DE UN ACERO BORURADO”**

TESIS

PARA OBTENER EL GRADO DE:

MAESTRA EN CIENCIAS DE LA INGENIERÍA

PRESENTA:

EDITH FLORES VÁZQUEZ

DIRECTOR: DR. JOSÉ SOLIS ROMERO
CO-DIRECTOR: DR. ARMANDO GÓMEZ VARGAS

TLALNEPANTLA DE BAZ, ESTADO DE MÉXICO, FEBRERO DEL 2020.





"2020, Año de Leona Vicario, Benemérita Madre de la Patria"

Tlalnepantla de Baz, Estado de México, **05/febrero/2020**

OFICIO DEPI 030/02/2020

ASUNTO: Autorización de impresión de tesis

C. EDITH FLORES VÁZQUEZ
CANDIDATA AL GRADO DE MAESTRO EN CIENCIAS DE LA INGENIERÍA
PRESENTE

Por este conducto, tengo el agrado de comunicarle que el Comité Tutorial asignado a su trabajo de tesis titulado "APLICACIÓN DE TAGUCHI-LÓGICA DIFUSA PARA LA OPTIMIZACIÓN DEL COMPORTAMIENTO TRIBOLÓGICO DE UN ACERO BORURADO" ha informado a esta Jefatura que están de acuerdo con el trabajo presentado. Por lo anterior, se le autoriza que proceda con la impresión definitiva de su trabajo de tesis.

Esperando que el logro del mismo sea acorde con sus aspiraciones profesionales, reciba un cordial saludo.

ATENTAMENTE

Excelencia en Educación Tecnológica®
"Por la Realización Tecnológica de mi Pueblo"

M.C. MIGUEL A. RAREDES RUEDA
JEFE DE LA DIVISIÓN DE ESTUDIOS DE POSGRADO E INVESTIGACIÓN

C.p. Dr. Oscar A. Gómez Vargas. - Presidente del Consejo de Posgrado
Estudiante
Expediente





"2020, Año de Leona Vicario, Benemérita Madre de la Patria"

Tlalnepantla de Baz, Estado de México, 03/febrero/2020

OFICIO No. 0.35/02/2020

ASUNTO: Aceptación de documento de tesis

M.C. MIGUEL A. PAREDES RUEDA
JEFE DE LA DIVISIÓN DE ESTUDIOS DE POSGRADO E INVESTIGACIÓN
PRESENTE

Por este conducto, los integrantes del Comité Tutorial de la C. EDITH FLORES VÁZQUEZ, con número de control M98160080, de la Maestría en Ciencias de la Ingeniería, le informamos que hemos revisado la tesis profesional que lleva por título "APLICACIÓN DE TAGUCHI-LÓGICA DIFUSA PARA LA OPTIMIZACIÓN DEL COMPORTAMIENTO TRIBOLÓGICO DE UN ACERO BORURADO", y encontramos que se realizaron todas las correcciones y observaciones indicadas, por lo que acordamos aceptar el manuscrito y le solicitamos la autorización de impresión definitiva.

ATENTAMENTE

*Excelencia en Educación Tecnológica®
"Por la Realización Tecnológica de mi Pueblo"*

DIRECTOR

DR. JOSÉ SOLÍS ROMERO

CO-DIRECTOR

DR. OSCAR A. GÓMEZ VARGAS

REVISOR

M.C. MIGUEL A. PAREDES RUEDA

C.p. Dr. Oscar A. Gómez Vargas.-Presidente del Consejo de Posgrado
Estudiante
Expediente.



AGRADECIMIENTOS

Esta tesis es el último paso de la Maestría en Ciencias de la Ingeniería con la especialidad: Ingeniería de Superficies tiene un significado muy especial ya que me brindaron la oportunidad de adquirir y desarrollar los conocimientos durante mi estancia en la maestría, así como aplicarlos en un proyecto de investigación. Fue una excelente experiencia a lo largo de la maestría.

Quiero expresar mi gratitud a las personas que me guiaron y apoyaron incondicionalmente durante este proceso.

En primer lugar quiero agradecer a mi asesor el Dr. José Solís Romero por su desempeño científico y de investigador extraordinario en el apoyo y la realización del presente trabajo.

Así mismo quiero Agradecer al Dr. Oscar Armando Gómez Vargas por su valiosa colaboración para la realización del estudio de experimentación.

Agradezco a los doctores, maestros y asistentes del Departamento de Posgrado por su enseñanza y apoyo para el término de mi maestría.

Por ultimo agradezco infinitamente a mi familia y amigos por su apoyo incondicional en todo momento y en especial a mi madre Sra. Flavia Vázquez Escamilla por sus palabras de aliento.

RESUMEN

En este trabajo se presentan los resultados obtenidos del estudio tribológico en un acero AISI 4140 y la propuesta de mejora mediante tratamientos termoquímicos. El tratamiento propuesto es el borurado. Es un proceso por difusión que se basa en la incorporación de boro en la superficie formando boruros mejorando las propiedades del acero AISI 4140. De la amplia gama de métodos existentes se utiliza el borurado en pasta a partir de polvo que cubre las muestras previamente introducidas en un contenedor y sometidas a altas temperaturas en un horno o mufla convencional. Se realizaron caracterizaciones microestructurales para determinar la morfología y tamaño de la capa borurada. Se utilizó microscopía óptica y de barrido, así como un tribómetro de movimiento unidireccional. Adicionalmente, se caracterizaron los productos mecánicamente en términos de microdureza y tribología. Las mediciones se llevaron a cabo en seco y a la temperatura ambiente.

Los resultados nos permiten concluir que, a mayor tiempo de exposición de los tratamientos, la microdureza y la profundidad de la capa aumentan mientras que la apariencia física, el comportamiento al desgaste, el coeficiente de fricción y adherencia empeoran. El borurado presenta resultados no muy satisfactorios, dado que existe desfragmentación con la aplicación de las cargas normales dinámicas.

Alternativamente al trabajo que se menciona, se llevó a cabo experimentación con un proceso por deposición de películas delgadas de carbón hidrogenado quasi-diamante (H-DLC). Esta investigación se condujo previamente al borurado debido a la disponibilidad inmediata de material y equipamiento para depositar y caracterizar esas películas delgadas. En esta ocasión, se tuvo la oportunidad de incluir el proceso de Taguchi-grey relational y lógica difusa para optimizar parámetros tribológicos. Los acontecimientos se reportaron en el artículo indexado que se presenta en el ANEXO de esta tesis.

CONTENIDO

| | |
|-----------------------|-----|
| Agradecimientos | i |
| Resumen | ii |
| Contenido..... | iii |

CAPÍTULO 1: INTRODUCCIÓN

| | |
|---|---|
| 1.1 ANTECEDENTES Y PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA. | 2 |
| 1.2 JUSTIFICACIÓN | 6 |
| 1.3 OBJETIVO | 7 |
| 1.4 OBJETIVOS ESPECÍFICOS..... | 7 |
| 1.5 ORGANIZACIÓN DE LA TESIS | 8 |

CAPÍTULO 2: MARCO TEÓRICO

| | |
|--|----|
| 2.1 ANTECEDENTES..... | 10 |
| 2.1.1 Borurado | 10 |
| 2.2 SISTEMAS DE EQUILIBRIO | 10 |
| 2.2.1 Hierro puro | 10 |
| 2.2.2 Sistema Fe-B..... | 12 |
| 2.3 PARÁMETROS DE LA DISFUSIÓN | 13 |
| 2.4 PROPIEDADES TRIBOLÓGICAS..... | 14 |
| 2.4.1 Propiedades tribológicas | 15 |
| 2.4.2 Mecanismos por los cuales se genera el desgaste..... | 15 |
| 2.4.3 Fricción y desgaste | 17 |
| 2.5 DISEÑO DE EXPERIMENTOS-GRIS RELACIONADO..... | 20 |
| 2.5.1 Arreglos ortogonales | 20 |
| 2.5.2 Método de gris relacionado | 21 |
| 2.6 SISTEMAS DE INFERENCIA DIFUSO | 22 |
| 2.6.1 Lógica difusa..... | 22 |
| 2.6.2 Inferencia difuso..... | 24 |
| 2.6.3 Reglas difusas | 27 |
| 2.6.4 Método Mamdani | 29 |
| 2.6.5 Método Takagi & Sugeno | 30 |
| 2.7 RED NEURONAL ARTIFICIAL..... | 31 |
| 2.7.1 Modelo general de Neurona Artificial | 33 |

CAPÍTULO 3: MATERIALES Y MÉTODOS

| | |
|--|----|
| 3.1 CARACTERIZACIÓN..... | 40 |
| 3.1.1 Caracterización microestructural | 40 |
| Microscopía óptica..... | 40 |
| Microscopía electrónica de barrido (SEM, acrónimo de Scanning Electron Microscope) | 41 |
| Difracción de Rayos X (del acrónimo XRD-X rays diffraction)..... | 44 |
| 3.1.2 Caracterización mecánica | 44 |
| Microdureza | 44 |
| Tribología | 47 |
| 3.2 PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL..... | 51 |

| | | |
|-------|-----------------------------------|----|
| 3.2.1 | Preparación de las muestras | 51 |
| 3.2.2 | Borurado | 52 |

CAPÍTULO 4: ANÁLISIS Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS

| | | |
|-------|---|----|
| 4.1 | ANÁLISIS MICROESTRUCTURAL..... | 55 |
| 4.1.1 | Microscopía óptica | 55 |
| 4.2 | CARACTERIZACIÓN MECÁNICA | 58 |
| 4.2.1 | Microdureza | 58 |
| 4.2.2 | Respuesta tribológica | 59 |
| | Comportamiento sin tratamiento superficial..... | 59 |
| | Comportamiento de la superficie borurada | 62 |

CAPÍTULO 5: CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

| | | |
|-----|----------------------|----|
| 5.1 | CONCLUSIONES..... | 66 |
| 5.2 | RECOMENDACIONES..... | 67 |

| | |
|--------------------------|----|
| REFERENCIAS | 68 |
|--------------------------|----|

ANEXO: ARTÍCULO PUBLICADO EN REVISTA INDIZADA

| | |
|--|-----------|
| OPTIMIZACIÓN TRIBOLÓGICA DEL RECUBRIMIENTO H-DLC UTILIZANDO GRIS-DIFUSO | 70 |
|--|-----------|

CAPÍTULO 1

INTRODUCCIÓN

La superficie es quizá la parte más importante en muchos componentes de ingeniería. Lo mismo ingenieros como científicos aceptan que la mayoría de las fallas se originan en la superficie, ya sea por desgaste, fatiga o corrosión. Los componentes mecánicos y/o herramientas enfrentan requerimientos de servicio cada vez mayores. El uso de tratamientos superficiales para materiales ingenieriles abre las posibilidades para el rendimiento de componentes mecánicos en los cuales ciertas propiedades específicas se localizan donde más se necesita. De esta manera, el material base o sustrato se puede diseñar para resistencia y tenacidad, mientras que a la superficie puede aplicarse una capa protectora (por difusión o deposición) que sea responsable por la resistencia al desgaste, térmica, fatiga y corrosión. Adicionalmente, debido a que la aplicación de dichas capas protectoras hace posible el control tanto de la fricción como el desgaste, inherentemente se puede disminuir el uso de lubricantes líquidos o sólidos, lo que representa menor costo.

Se reconoce en la literatura que los gradientes controlados de la composición en las regiones cercanas a la superficie de un sustrato metálico, donde la dureza disminuye gradualmente desde la superficie hacia el interior (*case depth*), dan como resultado una mejora en la resistencia al desgaste. Un efecto relacionado es la protección de dientes de engranes o discos para frenos de autos, en ambos, lo que se prefiere es proteger la superficie de la plasticidad

que ocurre por desgaste. En un sentido general, es posible otorgar protección de superficies a una amplia variedad de componentes ingenieriles contra daño tribológico, mecánico y ambientes corrosivos por medio de procesos tales como el spray térmico, infiltración, deposición física de vapores, deposición química de vapores, metalurgia de polvos/síntesis, tratamiento térmico, tratamiento térmico por láser, shot peening o láser peening. Todos estos métodos involucran la alteración de la superficie ya sea depositando una capa homogénea de un material diferente sobre el sustrato o alterando los esfuerzos residuales en la región cercana a la superficie del material. Cuando sucede lo anterior, aparece el concepto de **ingeniería de superficies**, la cual es una sub-disciplina de la ciencia de materiales que trata con la superficie de un sólido. Los sólidos están compuestos del material de bulto (*bulk material*) cubiertos por una superficie con características físicas y mecánicas diferentes.

1.1 ANTECEDENTES Y PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA.

Los tratamientos termoquímicos pueden proveer nuevas propiedades a los materiales que en su estructura original no las poseen. Estas propiedades pueden impactar en su morfología, composición, estructura y adhesión. En consecuencia, se aumenta la dureza y resistencia mecánica superficial y conserva las propiedades en el núcleo del material original. Son los tratamientos termoquímicos los procesos utilizados para modificar la estructura, forma y tamaño de los granos o transformar los constituyentes de los metales o aleaciones. Estos son tratamientos de recubrimiento superficial en los cuales interviene un elemento químico como Boro, Carbono y Nitrógeno que se producen por un proceso de difusión en la superficie de un material.

Nitrurado, borurado, carburizado, electroplateado, cromado, etc. por ejemplo, son procesos termoquímicos difusivos que se utilizan con aleaciones metálicas ferrosas y no ferrosas precisamente como tratamientos superficiales para difundir materia hacia el sólido (*bulk* o también sustrato) que generalmente resulta ser más dura que el sustrato. Particularmente,

el proceso de borurado, ayuda a mejorar propiedades tales como la resistencia a la abrasión, desgaste adhesivo, corrosión o la combinación de ellos, pero además eleva la dureza superficial de manera importante [1, 2], y en algunos casos, incrementa la resistencia a la fatiga, aunque solo en ciertos tipos de materiales [3].

Las nuevas técnicas del método lo convierten en un proceso fácil y económico de realizar, además de que se puede aplicar en casi cualquier tipo de acero o aleación ferrosa así como en ciertos materiales cerámicos [4]; siendo los ferrosos borurados los que más predominan en la industria metal-mecánica [5-7].

El proceso de borurado es relativamente simple, los átomos difunden a través de la superficie de la muestra con el material base (sustrato). Dependiendo del potencial del boro, la composición química del sustrato, la temperatura y el tiempo del tratamiento, se pueden formar e identificar fácilmente dos fases sobre la capa: la fase más externa FeB (la cual tiene una estructura cristalina ortorrómbica), con un contenido aproximado de boro del 16% en peso y una fase interna Fe₂B (con una estructura cristalina tetragonal), con un contenido aproximado de boro del 9% en peso, [8, 9]. La morfología de las capas depende fundamentalmente de la composición química del sustrato. En aceros de baja aleación, se producen capas con forma de “dientes de sierra” muy pronunciadas, mientras que en aceros de alta aleación estas capas tienden a ser planas y con poca profundidad.

La presencia de elementos de aleación en el sustrato son otro factor que influye de manera directa sobre el tamaño del espesor de la capa y puede ser explicado (para el caso del Cr y Ni) debido a la fácil disolución del cromo dentro de los boruros de hierro aunque para el níquel sea un poco más baja [9, 10]. Sin embargo, ambos son fuertes formadores de soluciones como el (Fe,Cr)B, (Fe,Cr)₂B, (Fe,Ni)B y (Fe,Ni)₂B.

La ineficiencia de los elementos de máquinas en la industria manufacturera, automotriz y aeronáutica ha permitido un enorme consumo de combustibles, contribuyendo al calentamiento global, así como también a la reducción de las reservas de energía no renovables. El desarrollo en la ingeniería de superficies ha dado beneficios adicionales a las superficies manufacturadas para aplicaciones bajo condiciones de contacto, ya que puede reducir la dependencia significativa de los lubricantes, lo que representa un mejor medio ambiente. Son muchos los componentes de sistemas mecánicos desde las industrias automotriz y aeronáutica hasta los submarinos, que operan bajo condiciones de contacto.

Así, el desarrollo de tratamientos superficiales se posiciona como una tecnología emergente que está produciendo superficies avanzadas y las cuales ya están contribuyendo en la producción de vehículos más ligeros y resistentes lo que resulta en una reducción en el consumo de lubricantes con contenidos peligrosos como el azufre y el fósforo (aunque todavía se reconoce que estos elementos contribuyen fuertemente en la reducción de fricción y desgaste en las máquinas de combustión interna). Las propiedades que se requieren para estos materiales superficiales son: (1) adherencia del recubrimiento al sustrato (material base), (2) adecuada resistencia para soportar la carga y (3) adecuada resistencia a la fatiga superficial durante la carga aplicada [11]. De las diferentes superficies avanzadas se incluyen superficies recubiertas duras como: Nitruros, Carburos, Boruros, Carbón quasi-diamante (Diamond-like Carbon-DLC) y algunas superficies suaves como: recubrimientos de grafito, recubrimientos Poli-tetra-Floro-Etileno (PTFE) y recubrimientos MoS_2 , WS_2 [11]. Las principales ventajas que se observan de estas superficies sobre el acero convencional son: Alta dureza, debido a que reduce significativamente el desgaste; resistencia a la corrosión (nitruros, boruros, carburos, DLC, grafito, PTFE, MoS_2 , WS_2); resistencia al raspado/rayado (nitruros, boruros, carburos, DLC, grafito, PTFE, MoS_2 , WS_2); resistencia a las picaduras (nitruros, boruros, carburos, DLC, grafito, PTFE, MoS_2 , WS_2); baja fricción (DLC, grafito, PTFE, MoS_2 , WS_2).. Algunas de las investigaciones se han enfocado en el borurado como un proceso termoquímico que mejora las propiedades mecánicas. El boro es un elemento no-metálico que se encuentra en la naturaleza como boratos, ejemplo de esto es el tetraborato sódico, Bórax, ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$),

y el ácido bórico H_3BO_3 en emanaciones volcánicas. Cabe mencionar que el boro ha sido utilizado en diversas aplicaciones y que éste reacciona directamente con diversos metales para la producción de compuestos binarios, boruros metálicos duros y en diversas disposiciones de los átomos de boro. El boro también ha sido de interés ya que forma el compuesto binario Nitruro de Boro que es isoelectrónico con el carbono y se encuentra en dos estructuras: en capa suave y lubricante similar al grafito y de estructura tetraédrica muy dura y estable como el diamante. En lo que respecta al borurado, hay diversos procesos de aplicación de capas boruradas que son parte de estudios para maximizar el rendimiento de trabajo. Por otro lado, se puede decir que el boro se convierte en un eje vector para la formación de compuestos duros.

Por otra parte, la mayoría de los procesos anteriores normalmente demuestran un comportamiento no lineal, debido al número de variables y la naturaleza estocástica del proceso [12, 13]. Generalmente, los parámetros están interrelacionados por muchos de ellos y tienen que ser controlados para conseguir una reproducibilidad en la estructura del recubrimiento y propiedades, sin mencionar las características funcionales. Sin embargo, no es fácil encontrar un modelo matemático que acomode para conectar las variables de entrada y salida. Es por esta razón que el desarrollo de un método rápido y eficiente para optimizar las propiedades de los resultados es muy solicitado. Taguchi ha creado un método robusto de diseño experimental basado en el análisis estadístico, denominado método Taguchi. Este método puede determinar de manera eficiente los parámetros experimentales óptimos mediante el análisis de la respuesta y la calidad, pero, el método Taguchi se enfoca en resolver la respuesta de salida única. Para optimizar múltiples propiedades, por ejemplo, la tasa de desgaste, y la velocidad de deposición, evidentemente es necesario el desarrollo de un enfoque óptimo de múltiples objetivos.

Los problemas óptimos multi-objetivo se discuten ampliamente en una variedad de aplicaciones [14], pero rara vez se aplican al proceso de deposición/difusión. Estos problemas

se pueden dividir en dos categorías: parámetros de proceso óptimos (OPP) y predicción de resultados. Generalmente, los métodos para resolver OPP incluyen el método de Taguchi [15], el sistema de inferencia difusa [13], las redes polinomiales [16], el análisis relacional gris [17], algoritmos genéticos [18], sistemas expertos [19] y los nuevos algoritmos híbridos: Taguchi-genético y Taguchi-lógica difusa [20]. No obstante, en la literatura son escasas las aplicaciones ingenieriles que incluyen la integración de FIS con el método Taguchi para optimizar las múltiples propiedades de recubrimientos [21]. En esta propuesta, se pretende aplicar este método híbrido para resolver múltiples respuestas de salida y reducir el costo y el tiempo experimentales para la optimización del comportamiento tribológico de difusión/deposición de películas delgadas en acero.

1.2 JUSTIFICACIÓN

La industria actual requiere de elementos mecánicos más eficientes, lo que significa maquinaria con mayor duración o vida útil, también más segura, y que sean ahorradoras de recursos. Por tal motivo, los elementos que componen las máquinas se deberían diseñar con estricto control de la fricción y desgaste ya que son este tipo de parámetros los que tienen mayor influencia en las superficies de los materiales, donde regularmente inician las fallas; que por lo regular son por fatiga, entre otras. Es por ello la importancia de utilizar los tratamientos termoquímicos como el borurado para mejorar la resistencia al desgaste, por mencionar solo una de las varias características que se pueden incrementar.

El conocimiento del progreso en las propiedades después de realizar un tratamiento de borurado bajo las mismas condiciones a diversos materiales (que para el caso de esta investigación es el acero) permitirá diferenciar a los materiales y definir a cada uno de estos como potenciales o no de su uso a escala industrial.

Las propiedades tribológicas son de interés debido a que en los materiales estructurales se necesita de alta resistencia al desgaste, pero sin que se comprometan las propiedades del material base, como sería la tenacidad, ductilidad, resistencia ténsil así como resistencia a la corrosión. Por lo tanto, evaluar estos parámetros es de gran importancia para definir aquellos que mejoran la maquinabilidad, incrementan la productividad por el hecho de reducir el desgaste de la herramienta y extienden la vida útil. Los materiales empleados en la ingeniería necesitan de mejores propiedades que los materiales convencionales empleados en la actualidad con la meta última de reducir costos e incrementar la vida sin reducir las características funcionales.

1.3 OBJETIVO

Aplicar la metodología Taguchi-lógica difusa para obtener la combinación óptima de los parámetros de prueba tribológicos que resulten con características de mínima fricción y desgaste de un acero aleado con tratamiento superficial de borurado.

1.4 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

1. Establecer el diseño experimental ortogonal a fin de reducir el número de experimentos, así como establecer el grado de influencia de los parámetros introducidos para obtener un índice multiobjetivo.
2. Realizar las pruebas de fricción y desgaste utilizando un tribómetro con el contacto pin-on-disc unidireccional en condición seca.
3. Crear las reglas de inferencia, que permitan la optimización de la fricción y desgaste del recubrimiento.
4. Aplicar el sistema de inferencia difuso implementado en el *toolbox* de Matlab para obtener el índice de respuesta que proporcione la combinación que proporcione el mejor comportamiento tribológico en términos de fricción y desgaste.

5. Validar los índices multiobjetivo a través de un diseño experimental que confirme la combinación tribológica de parámetros en forma óptima.

1.5 ORGANIZACIÓN DE LA TESIS

El presente estudio tiene como principal propósito la modificación de la superficie en un acero utilizando un proceso por difusión a fin de mejorar las propiedades tribológicas en términos de fricción y desgaste; así como mecánicas en términos de microdureza. Para lograr esta tarea en el presente trabajo se reportan los acontecimientos organizados en cinco capítulos. En el capítulo 1 se presenta la Introducción al presente trabajo, puntualizando los antecedentes, el planteamiento del problema, objetivos y la justificación de la investigación. En el capítulo 2 se proporciona una fundamentación en detalle de procesos y conceptos elementales necesarios para contar con las bases; se da una breve visualización de los tratamientos termoquímicos más comunes y los realizados en la presente experimentación así como los parámetros de deposición, por otro lado se comentan las propiedades tribológicas esperadas como respuesta de un tratamiento termoquímico, los fenómenos de contacto y se puntualiza en la fricción y desgaste como punto de interés en el estudio de tratamientos. Se desarrollan los temas relacionados con los métodos de Taguchi, grey-relational y la lógica difusa, es decir, las herramientas de apoyo para lograr optimizar los parámetros tribológicos.

En el Capítulo 3 se describen los materiales que intervienen así como los equipos necesarios para el procesamiento, caracterización y evaluación. Conjuntamente se detallan los métodos y medios experimentales para la realización de la ingeniería de superficies. En el capítulo 4 se presenta el análisis y discusión de resultados, capítulo en el cual se han identificado como aspectos de interés, después de haber generado los tratamientos, el análisis superficial de los productos como lo es la huella de desgaste y la adherencia de la capa; las propiedades mecánicas generadas de los ensayos mecánicos como el de desgaste y microdureza; el análisis

microestructural considerando los espesores de las capas, la microdureza superficial de tal manera que se pueda llegar a una discusión condensada de los análisis realizados.

En el capítulo 5 se listan las conclusiones de trabajo experimental que abarca este estudio y se formulan sugerencias como complemento y aportación a las pruebas realizadas.

CAPÍTULO 2

MARCO TEÓRICO

2.1 ANTECEDENTES.

2.1.2 Borurado.

El tratamiento termoquímico de borurado es un proceso de endurecimiento superficial controlado, en aleaciones ferrosas y no ferrosas. En este proceso, consiste en la difusión de átomos de boro que se depositan en los intersticios y límites de grano de la estructura cristalina característica del acero, mejorando las propiedades físico-químicas y mecánicas de la superficie: aumento de dureza, resistencia a la corrosión y al desgaste mediante la formación de compuestos superficiales monofásicos (FeB ó Fe_2B) ó bifásicos tipo ($\text{FeB}/\text{Fe}_2\text{B}$). El borurado se puede hacer a partir de mezclas de polvos, sales, óxidos fundidos, así como medios gaseosos y pastas [22].

La historia del borurado inicia en el año de 1895 cuando H. Moissan sugirió que los aceros ferrosos y no ferrosos podrían ser borurados, en Rusia se lleva a cabo la primera aplicación de un tratamiento de difusión de boro empleado en la maquinaria de perforación de pozos profundos. Actualmente, se produce boruros en la superficie de diferentes aleaciones ferrosas y no ferrosas mediante el empleo de diversas técnicas.

La boronización a gran escala se aplicó a los engranajes de los motores de gasolina en 1979. Mientras tanto, los aires helicoidales similares se han convertido desde hace mucho tiempo en accesorios estándar para vehículos y motores estacionarios. El proceso de Borurado se aplica para diferentes áreas como: Automotriz, Metal-Mecánica, Herramientas y Piezas de Extrucción.

2.2 SISTEMA DE EQUILIBRIO.

2.2.1 Hierro puro

El Hierro es un material utilizado para diversas finalidades, ya que al ser un elemento moldeable, se le aplica en diversas funciones. Sus características químicas, mecánicas, elásticas y ópticas de los

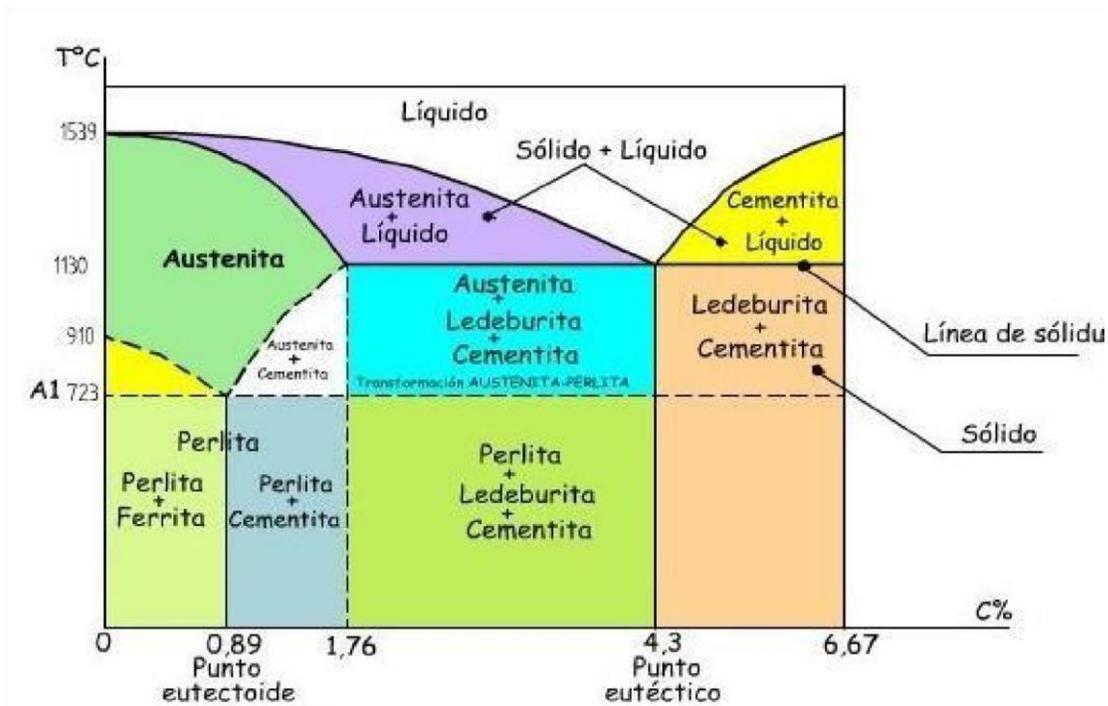


Figura 2.2 Diagrama de fases Hierro-Carbono.

2.2.2. Sistema Fe-B

El diagrama hierro-boro, es resultado de las condiciones de operación del proceso del tratamiento termoquímico, donde se presenta un crecimiento de capa constituida por dos fases: FeB y Fe₂B formada por una fase monofásica FeB de acuerdo el diagrama de fases Hierro-Boro(Fig.2.3), es un Boruro Ortorrómbico, formado bajo esfuerzos de tensión y ser estable a una temperatura 800°C.

La fase bifásica Fe₂B formado bajo esfuerzos de compresión y con una temperatura estable de 100°C.

La fase monofásica FeB, se encuentra en la parte externa de la capa y capa bifásica se encuentra por debajo de FeB. Donde las fases presentan una morfología aserrada "Dientes de sierra". La FeB no se recomienda por su fragilidad, obteniendo en un rango de micro dureza de 1400 hasta 1800 HV. La Fe₂B presenta un rango de micro dureza de 1200 hasta 1600HV.

La solubilidad del boro en la ferrita, en la austenita y ferrita delta es muy pequeña, de acuerdo con el diagrama Fe-B es de 0.008% a 900°C y 1200°C.

En el proceso termoquímico los átomos difunde intersticialmente y la fase monofásica FeB se forma estequiométricamente con 16% de boro, a una temperatura estable hasta 1650°C y fase bifásica Fe₂B se forma estequiométricamente con 8% de boro, con una temperatura estable hasta los 1400°C.

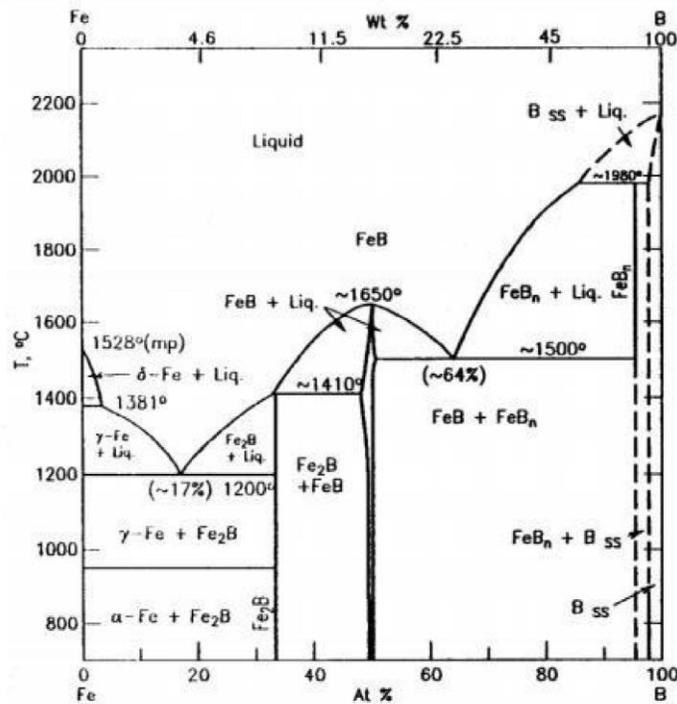


Figura 2.3 Diagrama de Hierro-Boro.

2.3 PARÁMETROS DE LA DIFUSION.

El estudio en la cinética de crecimiento de las capas de boruro de hierro en materiales ferrosos - Los modelos tradicionales de difusión sugieren que las capas FeB y Fe₂B obedecen la ley de crecimiento parabólico:

$$d^2 = k (t) \dots \dots \dots (1)$$

- 1) Donde, d es el espesor promedio de la capa Borurada (m),
- 2) k representa una constante de crecimiento parabólico (m² s⁻¹)
- 3) t es el tiempo de tratamiento (s).

El principal factor que limita el crecimiento de las capas boruradas (Ver tabla 2.1), en los modelos donde se considera la ley de crecimiento parabólico, es la difusión de boro. En una gráfica de d² vs. t, se observa que la pendiente aumenta para cada tratamiento a temperatura constante, por lo que la constante de crecimiento parabólico, $k = k_0 e^{-(Q/RT)}$, tiene un comportamiento tipo Arrhenius; donde K₀ es una constante pre-exponencial que refleja la frecuencia de las colisiones de los átomos de boro con los de hierro, Q (Jmol⁻¹) es la energía de activación del substrato, T (°K) es la temperatura absoluta en Kelvin y R (Jmol⁻¹K⁻¹) es la constante universal de los gases ideales. Se admite que las capas boruradas se forman instantáneamente al tiempo t=0, no se toma en cuenta el periodo de incubación de los boruros. En la experimentación, la correcta selección de los parámetros del

proceso es importante para alcanzar el grosor esperado en la capa borurada, Ver tabla 2.1 se presenta algunas propiedades químicas y mecánicas de los boruros de hierro, donde inicia con una la formación lentamente de un capa Fe_2B y se extiende formándose la capa monofásica FeB [23].

Tabla 2.1 Propiedades químicas y mecánicas de los boruros de hierro.

| PROPIEDADES | FeB | Fe ₂ B |
|--|---|---|
| Densidad (g/cm ³) | 6.75 | 7.43 |
| Coefficiente de expansión térmica (ppm/°C) | 23 en un rango de 200 a 600 °C | 7.65 - 9.2 en un rango de 100 y 800°C |
| Microdureza (HV) | 1900 a 2200 | 1800 a 2000 |
| Modulo de elasticidad (GPa) | 590 | 285 a 295 |
| Resistencia a la fatiga | **** | Puede incrementar un 33% para capas con espesores mayores a 40 μm (por ejemplo de 185 a 245 N/mm ²) |
| Otros | Incrementa la resistencia a la corrosión en materiales ferrosos sometidos a medios alcalinos y ácidos no oxidantes. Resistencia al desgaste por su tendencia para difundirse en frio y a su elevada dureza. | |

En los parámetros de difusión los aspectos más importantes son:

Las características de sustrato son composición química y microestructura así también las características de la capa; espesor la composición química y la microestructura.

Es importante que al inicio del proceso las piezas deberán tener una preparación de pulido, para tener una mayor difusión del boro en el material base, así como el boro deshidratado adecuado, temperatura del sustrato y condiciones del tratamiento termoquímico (el tiempo y la temperatura predeterminada de la mufla).

2.4 PROPIEDADES TRIBOLÓGICAS

La palabra Tribología es la ciencia y la tecnología que estudia la lubricación, la fricción y el desgaste de partes móviles o estacionarias que tienen una función importante para el buen funcionamiento de los elementos de equipo, maquinas y/o herramientas. Se deriva del término griego tribus, el cual entenderse como “frotamiento o rozamiento”, así que la interpretación de la palabra puede ser, “la ciencia del rozamiento” [24].

Para la creación de materiales modernos tenemos dos alternativas:

(1) La selección del material primario que cuenta con las especificaciones técnicas que se requiere por ejemplo la rigidez, resistencia, formabilidad, entre otras. (2) Es la adición de otros materiales, es cuando se le agrega otro material al sustrato para aumentar sus propiedades tribológicas, ópticas, eléctricas, ópticas, electrónicas, químicas y magnéticas. En las propiedades tribológicas en los recubrimientos se realizan o están diseñados para ofrecer características funcionales que son: un comportamiento de fricción específico, resistencia al desgaste, aumento en la capacidad de

carga. Se realice este proceso de borurado en los materiales ingenieriles para aumentar el tiempo de vida, reducir costos en los materiales primarios, aumento en el rendimiento del elemento, reducción de energía.

2.4.1 Propiedades Tribológicas.

Las propiedades tribológicas de un acero con una capa superficial de boro presentan un coeficiente de fricción, la resistencia al impacto, abrasión, contacto adhesivo. Las propiedades tribológicas más importantes son:

- a).-Resistencia al desgaste abrasivo
- b).-Resistencia al rayado
- c).- Resistencia a la erosión de partículas
- d).-Resistencia al desgaste por deslizamiento
- E).-Resistencia al desgaste por rodamiento.

2.4.2 Mecanismos por los cuales se genera el desgaste.

El proceso de desgaste se define como la pérdida de material de la interfase de dos cuerpos, cuando se le ajusta a un movimiento relativo bajo la acción de una fuerza. En general, los sistemas de ingeniería envuelven el movimiento relativo entre piezas fabricadas de metales y/o no metales, se han identificados seis tipos principales de desgaste, son los siguientes:

1.-Desgaste por adherencia: Esto ocurre cuando dos superficies se deslizan una contra otra bajo presión. Los puntos de contacto teniendo proyecciones microscópicas o la aspereza de la unión en la interfase donde ocurre el deslizamiento se fractura la unión, desgastando el material de una superficie y transfiriéndola a otra (Ver en la Fig. 2.4)

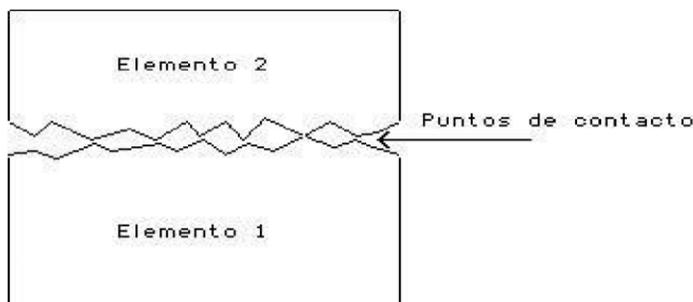


Figura 2.4 Desgaste adhesivo entre dos piezas en movimiento.

2).-Desgaste por abrasión. Es la remoción de material de la superficie en contacto por superficies duras en superficies de coincidencia, o con superficies duras que representan un movimiento relativo en la superficie desgastada. Cuando unas de las partículas duras, ellas pueden

encontrarse entre las dos superficies que se deslizan entre sí o incrustarse en cualquiera de la superficies. Este desgaste se presenta en estado seco ó con un fluido (Ver en la Fig. 2.5)

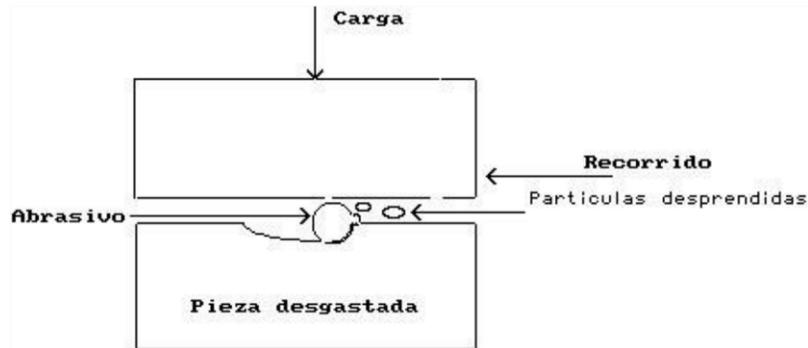


Figura 2.5 Desgaste abrasivo debido a la presencia de partículas duras.

3).-Desgaste por ludimiento. Esta forma de desgaste es el resultado del movimiento oscilatorio de dos superficies en contacto, como sucede en máquinas donde se presenta vibración entre las partes.

4).-Desgaste por fatiga superficial.- El desgaste por el mecanismo de fatiga es el resultado de esfuerzos cíclicos entre las asperezas de dos superficies en contacto. El coeficiente de fricción factor determinante, ya que al estar las superficies lubricadas la adhesión son mínimas, pero en sistemas con altos coeficientes de fricción, tendremos zonas de intensa deformación muy cercanas a la superficie, creando grietas superficiales y sub-superficiales [25].

La pérdida de material es por desprendimiento de superficies y por picadura, como en los engranes, (Ver en la Fig. 2.6)

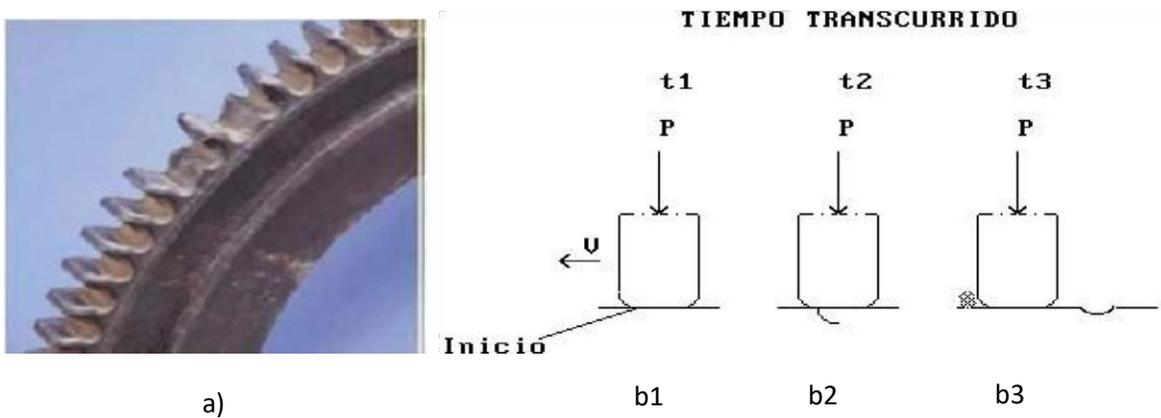


Figura 2.6 a) Desgaste por fatiga superficial, b1) Inicio de picadura en el tiempo 1, b2) Desprendimiento parcial del material, b3) Desprendimiento total de material.

5. Desgaste Erosivo. El desgaste ocasiona pérdidas de material en la superficie por el contacto con un líquido que contiene en suspensión cierta cantidad de partículas abrasivas, siendo fundamental el movimiento relativo entre el fluido y la superficie, ya que la fuerza de las partículas, que de hecho son responsables del daño, se aplica cinemáticamente. En el desgaste erosivo es donde el movimiento relativo de las partículas sólidas es casi paralelo con las superficies erosionadas se denomina erosión abrasiva, por otro lado, la erosión en la que el movimiento relativo de las partículas es perpendicular a la superficie erosionada se conoce como erosión bajo impacto (Ver en la Fig.2.7).

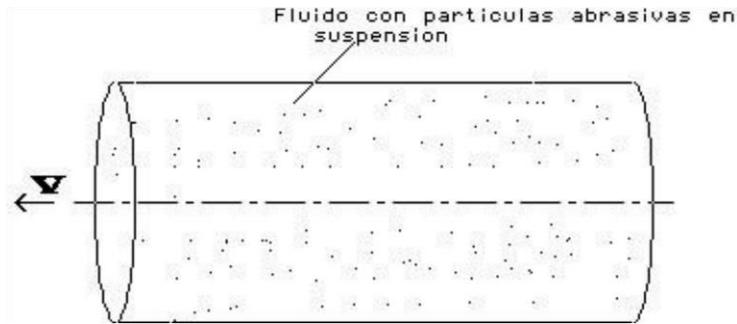


Figura 2.7 Desgaste erosivo debido a la acción de un fluido con partículas abrasivas en suspensión.

6. Desgaste Corrosivo. En este tipo de desgaste las reacciones químicas o electroquímicas con el medio ambiente contribuyen significativamente en la velocidad del desgaste. En algunas ocasiones, las reacciones químicas ocurren primero y son seguidas por una remoción de los productos de la corrosión mediante una acción mecánica (abrasión), de otra manera, la acción mecánica podría preceder a la acción química dando como resultado la creación de pequeñas partículas de desperdicio.

2.4.3 FRICCIÓN Y DESGASTE.

La Fricción.

La fricción es la fuerza de resistencia al movimiento entre dos cuerpos en contacto. La fricción puede ser descrita en el nivel macroscópico por las leyes fundamentales de la fricción de los físicos Guillaume Amontons y Charles-Augustin de Coulomb. Estos físicos encontraron una relación lineal entre la fuerza de fricción resultante y la carga normal aplicada. Basado en esto, se puede establecer un parámetro principal adimensional, llamado coeficiente de fricción. Se define por la relación entre la fuerza de fricción resultante y la fuerza normal aplicada.

La fricción es la resistencia tangencial al movimiento cuando un cuerpo se desliza relativo a otro. Se da con la siguiente formula: El coeficiente de fricción:

$$\mu = \frac{F}{N} \dots\dots\dots(2)$$

El mecanismo de fricción por contacto deslizante se explica por el efecto de adhesión entre las asperezas superficiales, pero cuando uno de los sólidos se mueve en una dirección tangencial relativa al otro, las uniones micro soldadas se rompen pero su esfuerzo al cortante origina la resistencia al movimiento.

El efecto de arado (ploughing) también es parte de la fricción. Una partícula dura se penetra en un material suave y donde realiza un surco por flujo plástico en el material más suave, se crea una resistencia al movimiento, donde este aparece por el trabajo hecho cuando las asperezas se deforman plásticamente en el momento que se deslizan una sobre otra.

Los mecanismos básicos son Adhesión, Arado y Deformación de asperezas. (Ver en la fig. 2.8)

La fricción se observa a escala microscópica es el resultado de la ruptura de los enlaces atómicos, ya sea causado por la fuerte adhesión o por la adherencia de micro-asperezas y el deslizamiento a lo largo de planos cristalográficos en la presencia de defectos. La ruptura de enlaces cohesivos ocurre durante la deformación micro plástica o fractura, en sitios que presentan mínima resistencia al deslizamiento.

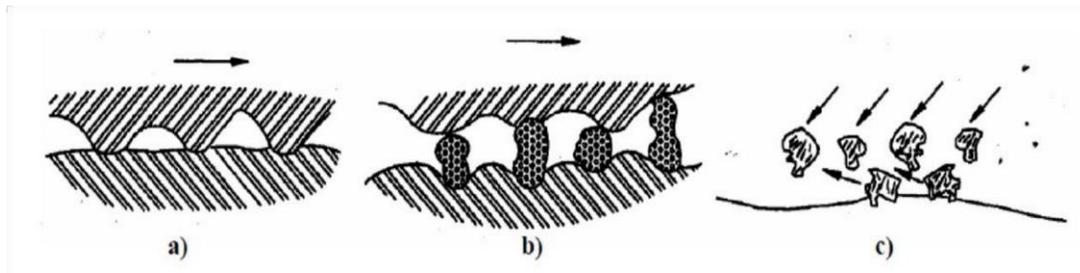


Figura 2.8 Mecanismo básicos de efecto que tiene fricción en dos sólidos que se deslizan uno sobre otro: (a) Adhesión, (b) Arado (Ploughing), (c) Deformación de asperezas.

Se ha estudiado que si las partículas superficiales se deforman plásticamente, la influencia de la rugosidad sobre los parámetros de contacto es pequeña, dado que las partículas se deforman presentando una superficie continua.

El Desgaste.

El desgaste es una consecuencia de la fricción, se define como el fenómeno de remoción de material en una superficie debido a la interacción que existe con otra superficie en contacto. Normalmente las máquinas van perdiendo su durabilidad y confiabilidad debido a este fenómeno y las posibilidades de crear máquinas más avanzadas se reducen debido a los problemas generados por el desgaste. Es así que, tener un amplio control de este fenómeno se ha convertido en una necesidad de las nuevas tecnologías.

Se debe tener presente que el desgaste no es una propiedad del material, sino una respuesta al sistema en contacto que involucra procesos como adhesión, abrasión, fatiga superficial y deformación plástica acumulada. Aún si no existe fricción, el desgaste también se puede dar por la presencia de corrosión y la degradación en los materiales.

En cambio, el desgaste es indeseable en aplicaciones de maquinaria donde por lo general es importante mantener indefinidamente la forma de las piezas y su integridad superficial, tal es el caso de los cojinetes, chumaceras, engranes, etc.

El desgaste puede deberse a fenómenos mecánicos y fenómenos químicos, pero en todos los casos a excepción de la fatiga mecánica, el desgaste ocurre mediante remoción gradual de material en numerosas porciones diminutas que pueden variar su tamaño e ir desde un nivel atómico hasta llegar a las micras.

Quizás el reto más grande en la solución a problemas de desgaste es anticipar el tipo de desgaste a que estarán sometidos los componentes. El material puede ser removido de una superficie sólida de tres maneras: por fusión, por dislocación química o por la separación física de los átomos. Este último método puede ser llevado a cabo por la sola aplicación de un alto esfuerzo o por el esfuerzo cíclico a bajas magnitudes.

Actualmente se requiere llevar a cabo un constante monitoreo del desgaste, con el fin de evitar y/o prevenir que se presente este fenómeno en la maquinaria, teniendo en cuenta que el mantenimiento preventivo solo alargara la vida útil de la maquinaria para que su rendimiento sea mayor y así se eviten los paros repentinos en la producción debido al desgaste. En general el desgaste no tiene lugar a través de un solo mecanismo, por lo que comprender y analizar cada uno de los mecanismos de desgaste es de vital importancia.

La Lubricación

El objetivo principal de la lubricación es la separación de dos superficies con deslizamiento relativo entre sí evitando que se presente desgaste alguno entre ellas e intentando que el proceso de deslizamiento se efectúe con el mínimo de roce formando una película lubricante.

2.5 DISEÑO DE EXPERIMENTOS-GRIS RELACIONADO

2.5.1 Arreglos Ortogonales.

Método Taguchi

El método Taguchi es una herramienta poderosa para diseñar sistemas de alta calidad basados en arreglos ortogonales (OA) experimentos que proporcionan una variación muy reducida para los experimentos con un ajuste óptimo de control de proceso parámetros El método de Taguchi implica el diseño de experimentos para obtener los resultados deseados a través de la optimización paramétrica de proceso.(Ver tabla 2.2) El método de Taguchi considera la variación en las características de calidad afectadas por factores en lugar de promedios de calidad. Esta propiedad del método de Taguchi hace que la respuesta sea insensible a factores incontrolables.

Tabla 2.2 Arreglo Ortogonal.

| | A | B | C |
|----|---|---|---|
| 1 | 1 | 1 | 1 |
| 2 | 1 | 2 | 2 |
| 3 | 1 | 3 | 3 |
| 4 | 1 | 4 | 4 |
| 5 | 2 | 1 | 2 |
| 6 | 2 | 2 | 1 |
| 7 | 2 | 3 | 4 |
| 8 | 2 | 4 | 3 |
| 9 | 3 | 1 | 3 |
| 10 | 3 | 2 | 4 |
| 11 | 3 | 3 | 1 |
| 12 | 3 | 4 | 2 |
| 13 | 4 | 1 | 4 |
| 14 | 4 | 2 | 3 |
| 15 | 4 | 3 | 2 |
| 16 | 4 | 4 | 1 |

La relación señal / ruido (SNR) es un método de cálculo importante para ajustando la calidad de salida en el método de Taguchi [26]. Las relaciones señal / ruido (SNR) fueron estimadas por calculando la desviación cuadrática media ajustada de la media Función de pérdida de calidad. Comparando los gráficos de efectos de las SNRs Para cada parámetro, se podrían determinar los parámetros óptimos.

Hay tres formas de calcular las SNR: cuanto más grande, mejor, Más pequeño, mejor y medio mejor. En este trabajo, tanto Los métodos más pequeños para los mejores y los más grandes para las SNR. se utilizaron en cuatro respuestas: coeficiente de fricción, tasa de desgaste, Velocidad de deposición y ángulo de contacto con el agua. Para CoF y tasa de desgaste propiedades, la estimación de las SNR más pequeñas (SNR_{STB}) puede se expresará como:

$$SNR_{STB} = -10 \log_{10} \left[\frac{1}{n} \sum_{i=1}^n y_i^2 \right] \dots\dots\dots (3)$$

Donde y es el valor experimental del ensayo i, y n es el número de ensayos. Para la tasa de deposición y el ángulo de contacto con el agua, cuanto mayor sea la mejor. Las SNR (SNR_{LTB}) se pueden definir como:

$$SNR_{LTB} = -10 \log_{10} \left[\frac{1}{n} \sum_{i=1}^n \frac{1}{y_i^2} \right] \dots\dots\dots (4)$$

2.5.2 Método gris relacionado.

Análisis relacional de grey propuesto por Deng en 1989. Se usa ampliamente para medir el grado de relación entre secuencias según el grado relacional gris [27].

Pre-procesamiento de datos. En el análisis relacional gris, es pre-procesamiento de datos es el primer paso realizado para normalizar los datos grises aleatorios con diferentes unidades de medida para transformarlas en parámetros adimensionales.

La secuencia de referencia original y los datos pre procesados (o secuencia de comparabilidad) son representado por:

$$X_0^{(0)}(k) \text{ and } X_i^{(0)}(k), i = 1, 2, \dots, m; k = 1, 2, \dots, n$$

Respectivamente donde m es el número de experimentos y n es el número total de observaciones de datos. Dependiendo de la calidad de las características, las tres categorías principales para normalizar la secuencia original se identifican de la siguiente manera:

Establecer las características de calidad como "más grande, mejor", entonces los datos originales se pre procesan como "más grande cuanto mejor":

$$X_i^*(k) = \frac{X_i^{(0)} - \min X_i^{(0)}(k)}{\max X_i^{(0)} - \min X_i^{(0)}(k)} \dots\dots\dots(5)$$

Si los datos originales tienen la característica de calidad como "más pequeño, mejor", los datos originales se procesan como "más pequeño cuanto mejor ":

$$X_i^*(k) = \frac{\max X_i^{(0)}(k) - X_i^{(0)}(k)}{\max X_i^{(0)} - \min X_i^{(0)}(k)} \dots\dots\dots(6)$$

Sin embargo, si los datos originales tienen un valor objetivo / óptimo (OV) entonces la característica de calidad es 'nominal-el -mejor' y la original los datos se pre-procesan como 'nominal-el-mejor':

2.6 SISTEMAS DE INFERENCIA DIFUSO.

2.6.1 Lógica Difusa.

El software MATLAB es un lenguaje técnico de alto nivel con un ambiente interactivo para el desarrollo de algoritmos, la visualización de los datos, el análisis de datos, y el cómputo numérico. Usando MATLAB, se pueden solucionar problemas que computan técnicos más rápidamente que con los lenguajes de programación tradicionales. Se puede utilizar MATLAB en una amplia gama de usos, incluyendo procesamiento de señal y de imagen, comunicaciones, diseño del control, modelación, el análisis financiero y biología de cómputo.

Lógica difusa es incorporada a los sistemas de control a lo que llamaremos sistemas de control difuso. Cotidianamente nos movemos en un mundo con definiciones ambiguas, si alguien dice "está por llover" nos interesa saber en qué medida y en cuanto tiempo sucederá. La toma de decisión a partir de información que no específica también es un procedimiento cotidiano, esto es el que se intenta reproducir con Lógica difusa a partir de la observación del entorno, la formulación de las reglas lógicas y de los mecanismos de la toma de decisiones.

Estas reglas son muy descriptivas y pueden ser fácilmente entendibles por un humano, pero difícilmente representables en un idioma que pueda ser entendido por una computadora. Palabras como “lejos”, “muy cerca” no tienen fronteras bien definidas, y cuando se quieren trasladar a código pueden resultar descripciones artificiales. Por ejemplo, el término Distancia se podría codificar con este conjunto de intervalos:

- Cerca: La bola está entre 0 y 2 metros del hoyo.
- Medio: La bola está entre 2 y 5 metros del hoyo.
- Lejos: La bola está más allá de 5 metros del hoyo.

Con esta representación, ¿qué ocurre con una bola que está en 4.99 metros del hoyo? Empleando estos intervalos, el ordenador lo representaría firmemente en el intervalo “Medio”. Y si incrementamos unos pocos centímetros, lo catalogaría como “Lejos”. Esto se puede mejorar creando intervalos más pequeños, pero el problema base seguiría siendo el mismo por el uso de intervalos discretos. Comparado con el modo de razonar de un humano, estos términos lingüísticos se deben corresponder con fronteras vagas, donde 4.99 metros debería estar más asociado al término “lejos” que “media distancia”.

Lógica Difusa (fuzzy logic, en inglés): Básicamente la Lógica Difusa es una lógica multivaluada que permite representar matemáticamente la incertidumbre y la vaguedad, proporcionando herramientas formales para su tratamiento. Como indica Zadeh, “Cuando aumenta la complejidad, los enunciados precisos pierden su significado y los enunciados útiles pierden precisión.”, que puede resumirse como que “los árboles no te dejan ver el bosque”. Básicamente, cualquier problema del mundo puede resolverse como dado un conjunto de variables de entrada (espacio de entrada), obtener un valor adecuado de variables de salida (espacio de salida). La lógica difusa permite establecer este mapeo de una forma adecuada, atendiendo a criterios de significado (y no de precisión).

El término Lógica Difusa fue utilizado por primera vez en 1974. Actualmente se utiliza en un amplio sentido, agrupando la teoría de conjunto difusos, reglas si-entonces, aritmética difusa, cuantificadores, etc. [28]. En el presente proyecto utilizaremos el Toolbox Fuzzy Logic del Matlab, tal como se muestra en la Fig. 2.9.

difusos previamente definidos utilizando las funciones de pertenencia asociados a los conjuntos difusos.

Bases del conocimiento, La base del conocimiento contiene el conocimiento asociado con el dominio de la aplicación y los objetivos del control. En esta etapa se deben definir las reglas lingüísticas de control que realizarán la toma de decisiones que decidirán la forma en la que debe actuar el sistema.

Inferencia, La inferencia relaciona los conjuntos difusos de entrada y salida para representar las reglas que definirán el sistema. En la inferencia se utiliza la información de la base del conocimiento para generar reglas mediante el uso de condiciones.

Defusificación, realiza el proceso de adecuar los valores difusos generados en la inferencia en valores que posteriormente se utilizaran en el proceso de control.

En el desarrollo de este proyecto primero definimos nuestras variables lingüísticas de entrada que son los valores de la temperatura y el tiempo que estará sometida la pieza durante el proceso de borurado, para las variables lingüísticas de salida son el coeficiente de fricción y desgaste, como se muestra en la Fig. 2.11.

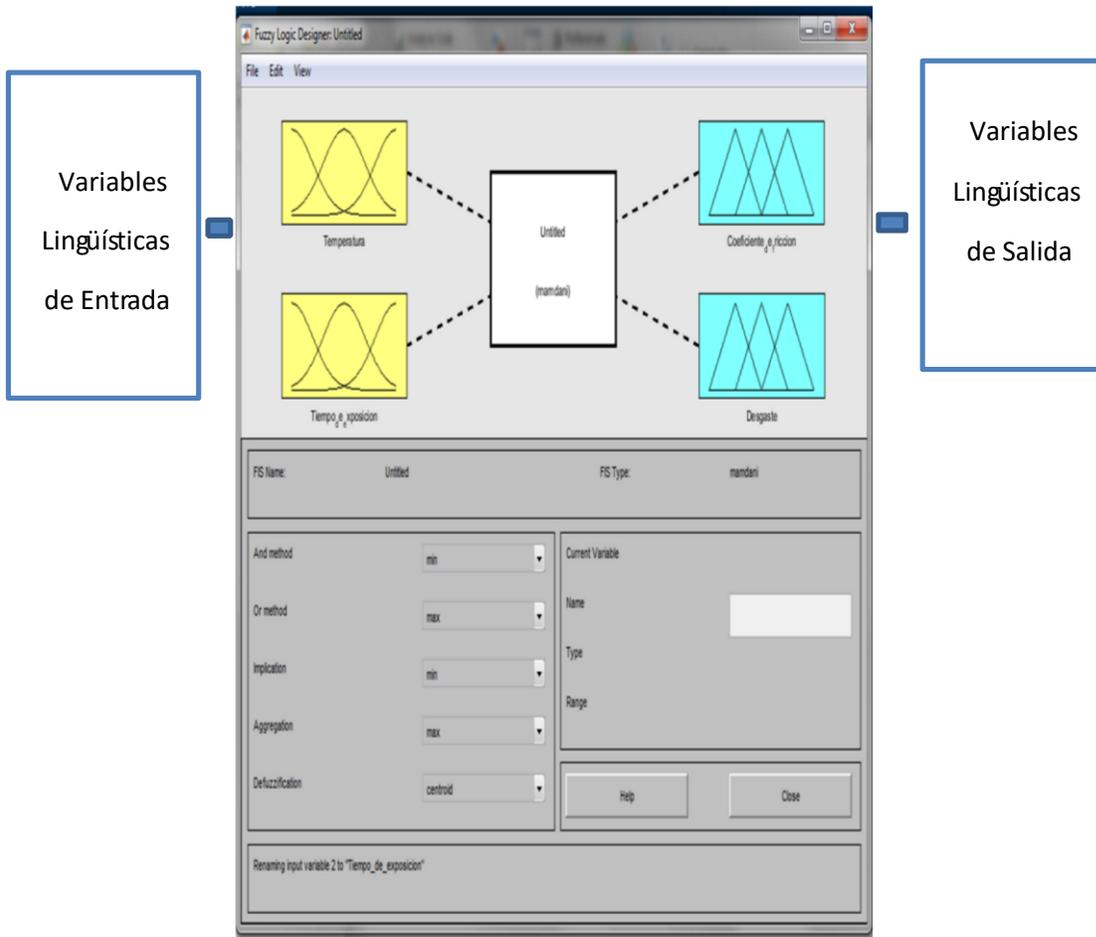


Figura 2.11 Variable Lingüísticas

Con ayuda de un código en Matlab generaremos los rangos de trabajo de nuestro sistema para cada uno de los valores lingüísticos que introducimos anteriormente, los cuales se muestran en Funciones de Pertenencia: Determinar los rangos de valores permitidos para cada variable lingüística.

Se establece el rango de la función de pertenencia, se modifica el nombre de la función de pertenencia, los parámetros de la función

de pertenencia y su forma, en la cual seleccionaremos la forma triangular, Ver en la Fig.2.12.

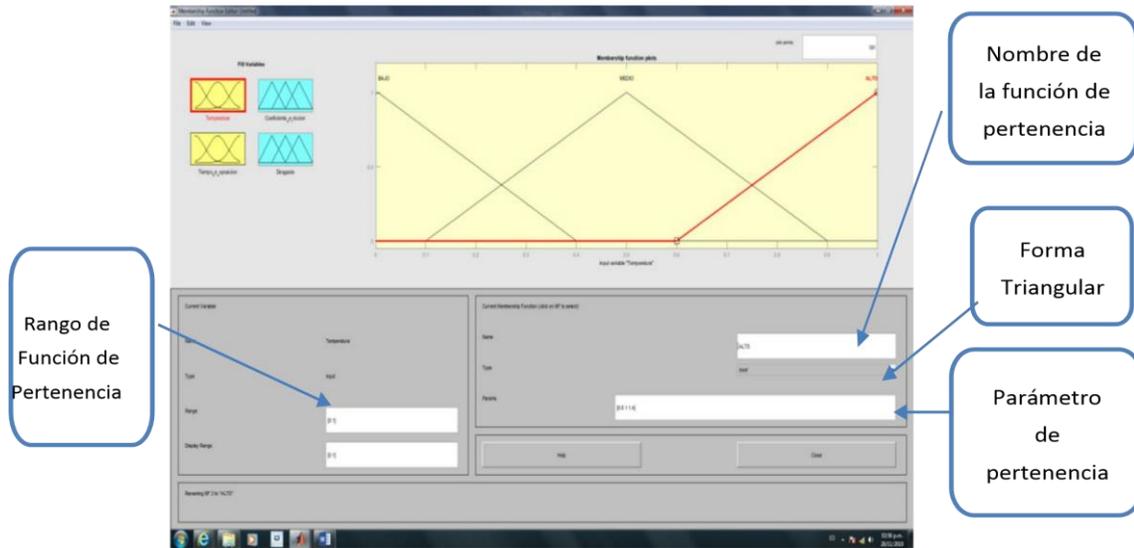


Figura 2.12 Función de Pertenencia.

2.6.3 Reglas Difusas. El Sistema de Inferencia Difuso que se utiliza es del tipo Mamdani, el cual está compuesta por el fuzzificador está compuesta es la entrada de los valores, la base de las reglas y el defuzzificador, como se muestra en la Fig. 2.13.

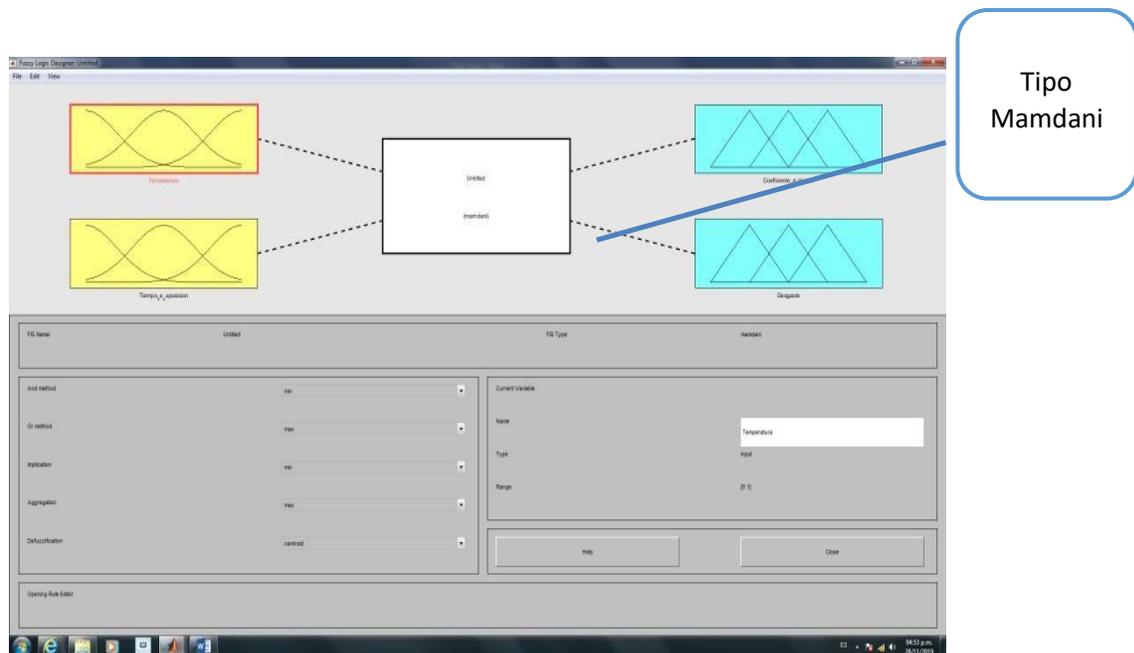


Figura 2.13 Sistema de Inferencia Difuso tipo Mamdani.

Reglas IF-THEN borrosas

En su forma más simple, una regla borrosa "if-then" es de la forma:

"Si x es A entonces y es B"

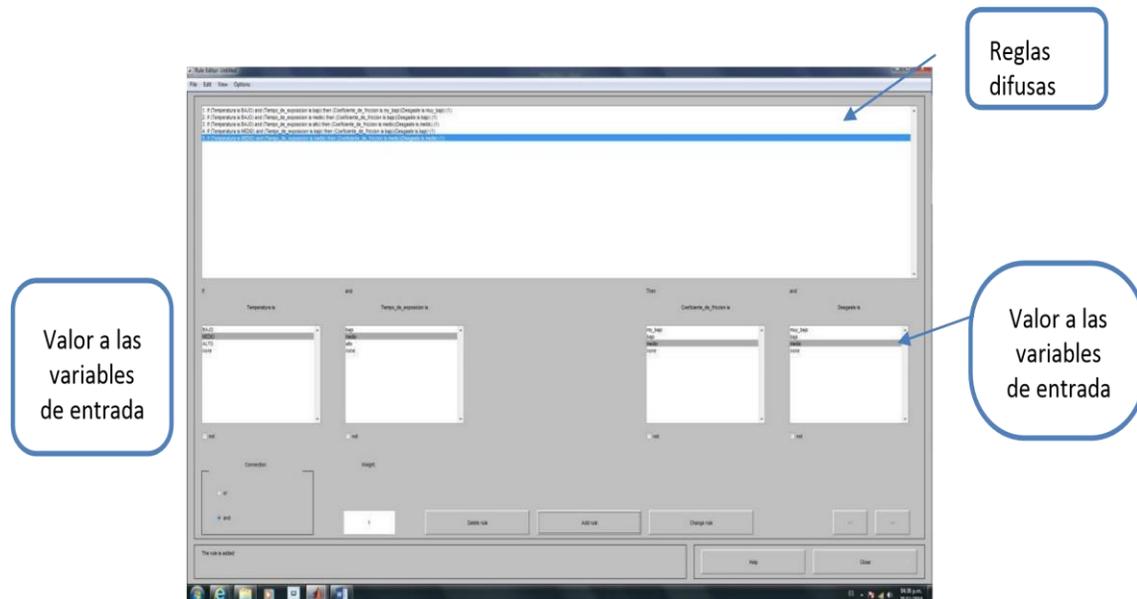
- A y B son valores lingüísticos definidos por conjuntos borrosos en los universos de discurso (rangos) X e Y.
- x es la variable de entrada e y es la variable de salida.

El significado difiere en el antecedente y en el consecuente, ya que el antecedente es una interpretación que devuelve un número entre 0 y 1, y en el consecuente se asigna un conjunto borroso B a la variable y. La entrada de la regla es un valor numérico (conjunto crisp) que se le da a la variable de entrada x del antecedente (este valor pertenece al universo de discurso de A).

La salida de la regla es un conjunto borroso que se asigna a la variable de salida y del consecuente.

La ejecución de la regla se realizará aplicando un operador borroso de implicación cuyos argumentos son el valor del antecedente y los valores del conjunto borroso del consecuente. La salida de cada regla será el conjunto borroso resultante de la implicación.

Se establece el número de variable de entrada y salida, sus funciones de pertenencia será el número de reglas que se generan, se selecciona el valor que toma la primera variable de entrada, después se selecciona el valor que toma la segunda variable, posteriormente se selecciona el tipo de conexión que deberá entregar el controlador, como se muestra en la Fig.2.14.



2.14 Reglas Difusas

2.6.4 Método de Mamdani.

La entrada de un sistema de Lógica difusa tipo Mamdani al inicio es un valor numérico específico, para que este valor pueda procesarse en el sistema difuso se hace necesario convertirlo a una variable del lenguaje difuso que el mecanismo de inferencia pueda procesar. Estos valores difusos en los cuales se ha dividido el universo de discurso.

Evaluación del antecedente de cada regla. Dadas las entradas (valores numéricos) se obtienen los distintos valores de pertenencia para cada una de ellas. A esto se le llama "borrosificación de la entrada". Como se muestra en la Fig.2.15.

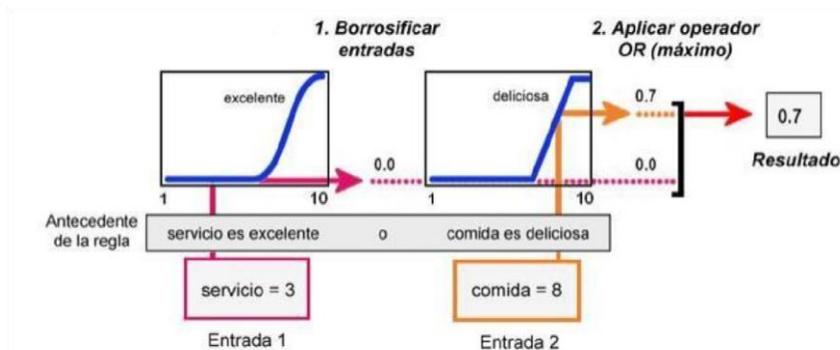


Figura 2.15 Esquema del Borrosificación.

Para tener un mayor entendimiento, realizare un ejemplo práctico: un borrosificar el primer término del antecedente (servicio es excelente) hemos visto en qué grado el servicio es excelente si al servicio le puntuamos con un 3. Como vemos, un 3 corresponde a un servicio nada excelente, de ahí que obtengamos el valor de pertenencia 0. Al borrosificar el segundo término del antecedente (comida es deliciosa) hemos visto en qué grado la comida es deliciosa si la puntuamos con un 8. Lógicamente, un 8 corresponde a una comida bastante deliciosa, de ahí que obtengamos el valor de pertenencia 0,7.

Por último, ya que los dos términos del antecedente están unidos por una disyunción (servicio excelente o comida deliciosa), hemos aplicado un operador borroso OR, en este caso el máximo, a los dos valores de pertenencia anteriores obteniendo el valor de pertenencia 0.7. Si los términos del antecedente estuvieran unidos por una conjunción ("y"), habría que aplicar un operador borroso AND, por ejemplo el mínimo.

Obtener la conclusión en cada regla. A partir del consecuente de cada regla (un conjunto borroso) y del valor del antecedente obtenido en el paso 1, aplicamos un operador borroso de implicación obteniendo así un nuevo conjunto borroso.

Dos de los operadores de implicación más usados son el mínimo, que trunca la función de pertenencia del consecuente, y el producto, que la escala. En el siguiente gráfico correspondiente al ejemplo del restaurante como se muestra en la Fig.2.16

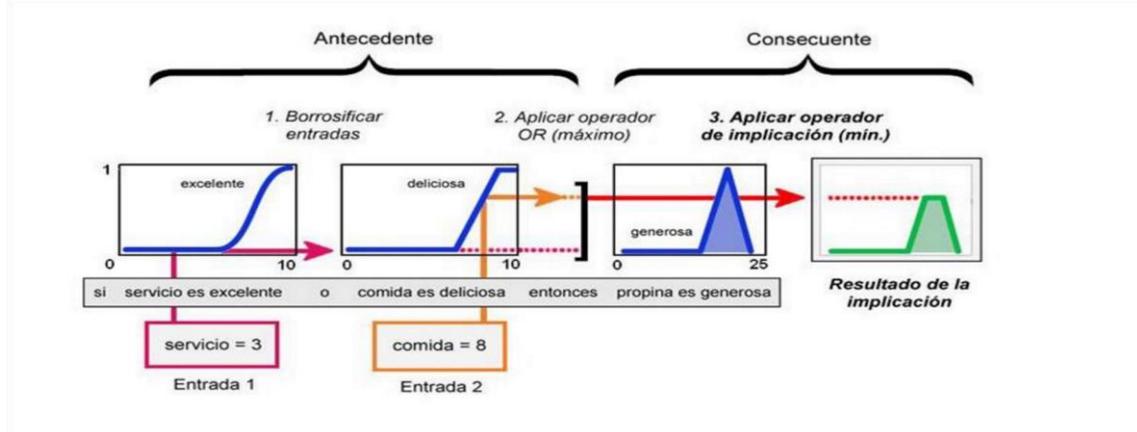


Figura 2.16 Antecedente y Consecuente.

2.6.5 Método Takagi & Sugeno.

Los modelos borrosos desarrollados por Takagi & Sugeno (TS) modelan un sistema no lineal mediante un conjunto de modelos locales lineales definidos por un conjunto de reglas borrosas de la forma SI-ENTONCES, donde cada regla expresa un comportamiento significativo del sistema expresado como un modelo lineal. Así, el conjunto del sistema se describe como una interpolación de estos sistemas lineales.

Para un modelo no lineal de la forma:

$$X^{k+1} = f(X^k, U^k) \dots\dots\dots(7)$$

Las reglas SI-ENTONCES se suelen representar mediante

SI z : M_i : ENTONCES

$$X_{k+1} = A_i + X_k + B_i U_k \dots\dots\dots(8)$$

Donde $A_i + X_k + B_i U_k$ representa el modelo local lineal, que se utiliza para computar la salida final, a partir de una combinación del simplex Δ :

$$X_{k+1} = \sum_{i=1}^r \mu_i(x_k)(A_i x_k + B_i u_k) \dots\dots\dots(9)$$

$$\Delta_r = \left\{ \sum_{i=1}^r \mu_i(x) = 1 \ \mu_i(x) \geq 0; A_i = 1, \dots, r \right\} \dots\dots\dots(10)$$

2.7 RED NEURONAL ARTIFICIAL.

Los sistemas Neuro-difusos son parte de una nueva tecnología de computación llamada computación flexible (soft-computing) donde proviene de la teoría de la Inteligencia Artificial. La computación flexible consiste en un conjunto de técnicas que tiene en común la robustez en el manejo de la información imprecisa, que existen en los problemas relacionados con el mundo real. Por ejemplo; reconocimiento de formas, clasificación, toma de decisiones, etc.)

Estas son las siguientes Técnicas de computación flexible, que puede ser combinadas para un mejor resultado en los problemas aplicados.

1. La Lógica difusa.
2. Las Redes Neuronales.
3. Los Algoritmos Evolutivos ó Algoritmos Genéticos.
4. La Teoría del Aprendizaje.
5. El razonamiento Aproximado.

Las Redes Neuronales Artificiales (RNAs) son la implementación en hardware/software de modelos matemáticos idealizados de las neuronas biológicas. Las neuronas artificiales son interconectadas unas a otras y son distribuidas en capas de tal forma que compiten en forma simple la estructura neuronal de un cerebro. Cada modelo de neurona es capaz de realizar algún tipo de procesamiento a partir de estímulos de entrada y ofrecer una respuesta, por lo que las RNA en conjunto funcionan como redes de computación paralelas y distribuidas similares a los sistemas cerebrales biológicos

Componentes de una Red Neuronal Artificial

Como en el sistema nervioso biológico, una red neuronal artificial está constituida por neuronas que están unidas entre sí a través de conexiones, a las cuales se le asignan valores numéricos o pesos que se representan el conocimiento de la Red Neuronal. Al cambiar los valores de los pesos se consigue imitar el cambio de la estructura de las conexiones sinápticas que ocurre durante el

proceso de aprendizaje en la red neuronal biológica. Como se muestra en la siguiente fig. 2.17 muestra una Neurona Artificial idealizada.

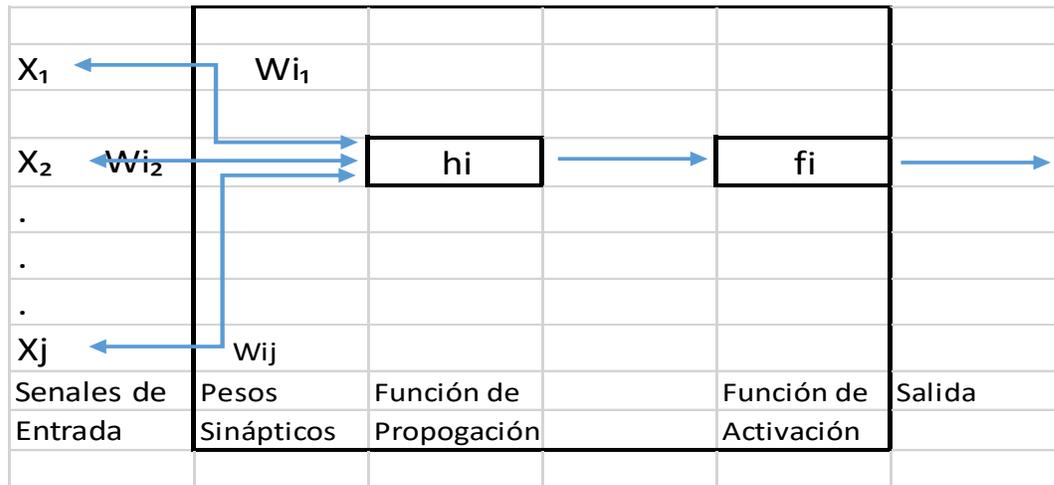


Figura 2.17 Neurona Artificial

La información que conforma un conjunto de entrada $X_j(t)$ es enviada a la neurona a través de sus conexiones con pesos sinápticos, W_{ij} , donde el subíndice i representa a la neurona i . Esta entrada es procesada por una función de propogación (por ejemplo: $h_i(t) = (W_{ij} \cdot X_j)$).

El resultado es comparado con un valor umbral θ por la función de activación $y_i(t) = f_i(h_i(t))$ que representa simultáneamente la salida de la neurona se activará.

En una RNA las neuronas suelen estar agrupadas en capas. Se conoce como capa o nivel a un conjunto de neuronas cuyas entradas provienen de la misma fuente, y cuyas salidas tienen el mismo destino. Usualmente cada neurona de una capa está conectada a todas las neuronas de las capas anterior y posterior (excepto en la capa de entrada y en la capa de salida) [29].

Las Redes Neuronales permiten resolver problemas que no pueden ser solucionados usando algoritmos convencionales. Por ejemplo: problemas de clasificación u optimización.

Los diferentes dominios en los que las redes neuronales son utilizadas, incluyen:

- Asociación de patrones.
- Clasificación de patrones
- Procesamiento de imágenes
- Reconocimiento de voz.

Las neuronas se encuentran compuestas entonces por varias capas, de manera que las neuronas de una capa están conectadas con las neuronas de la capa siguiente, a las que pueden enviar información. Cada neurona de la red es una unidad de procesamiento de información que recibe información a través de las conexiones con las neuronas de la capa anterior.

Las neuronas están compuestas por los siguientes elementos:

- **Capa de Entrada:** Es quien recibe información del exterior. En las redes biológicas, esta sería tarea de las dendritas.
- **Capas ocultas:** La cuáles están encargadas de realizar el trabajo de la red. En las redes biológicas, está sería el soma.
- **Capa de Salida:** Proporciona el resultado del trabajo de la red al exterior y envía información hacia otras neuronas. En las redes biológicas, esta sería una actividad realizada por el axón.

Los pesos sinápticos

A una neurona artificial se le asigna un peso sináptico a las entradas que provienen desde otras neuronas. Se conoce normalmente en la medicina se le conoce como sinapsis. El peso sináptico entonces es un valor numérico y que puede ir cambiando durante la fase de entrenamiento. Este peso hace que la red neural tengo una utilidad y es allí donde se almacena la información.

Regla de propagación

En un modelo neuronal, se debe disponer de una regla de propagación para combinar las salidas de cada neurona con las ponderaciones establecidas por el patrón de conexión, con eso se especifica la valoración de las entradas que recibe cada neurona. Normalmente puede realizarse una suma de las entradas, teniendo en cuenta el peso sináptico asociado a cada entrada.

2.7.1 Modelo general de Neurona Artificial.

Existen diferentes tipos de Redes Neuronales y cada uno tiene características especiales, por lo que cada tipo de problema tiene su propio tipo de red neuronal para solucionarlo. Las redes neuronales pueden ser clasificadas según el tipo de aprendizaje, tipo de aplicación y la arquitectura de la conexión. Como se muestra en la sig. Tabla 2.3.

Tabla 2.3 Modelos Generales de una Neurona Artificial.

| | |
|--|---|
| Clasificación por el tipo de Aprendizaje | Redes Neuronales con Aprendizaje Supervisado Redes Neuronales con Aprendizaje no-Supervisado Redes Neuronales con Aprendizaje Híbrido Redes Neuronales con Aprendizaje Reforzado Redes Neuronales con Aprendizaje Competitiva |
| Clasificación por el tipo de aplicación | Redes Neuronales Aproximadores de Funciones Redes Neuronales Aproximadores Asociativas Redes Neuronales Aproximadores Clasificadores |
| Clasificación por la Arquitectura de la conexión | Redes Neuronales Monocapa Redes Neuronales Multicapa Redes Neuronales Realimentadas |

Arquitectura de Redes Neuronales Artificiales

Los tipos de interconexión implican varios comportamientos de la red. Por ejemplo, las redes que tienen flujo de datos unidireccional (Feed forward) son estáticas. Es decir, producen sólo un grupo de valores de salida en lugar de una secuencia de valores de salida para una entrada dada y sus salidas no dependen de los valores anteriores de la red. Por otro lado las Redes Neuronales recurrentes o realimentadas son sistemas dinámicos. La arquitectura de la conexión las redes neuronales se pueden clasificar, como: Red Monocapa, Red Neuronal Multicapa y Red Neuronal Realimentada.

Red Neuronal Monocapa

Las redes mono capa están formadas sólo por una capa de neuronas y suelen utilizarse en tareas relacionadas con la regeneración de información incompleta o distorsionada que se presenta a la red, como se muestra en la figura 2.18 Red Neuronal Monocapa.

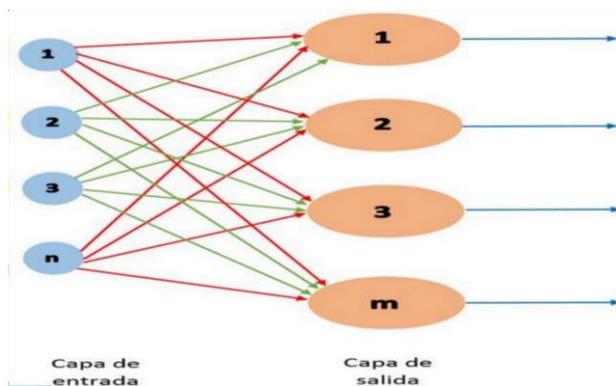


Figura 2.18 Red Neuronal Monocapa

Como se aprecia en la Fig.2.19, las capas de entrada y de salida, poseen el mismo número de capas intermedias u ocultas que mejoran su desempeño.

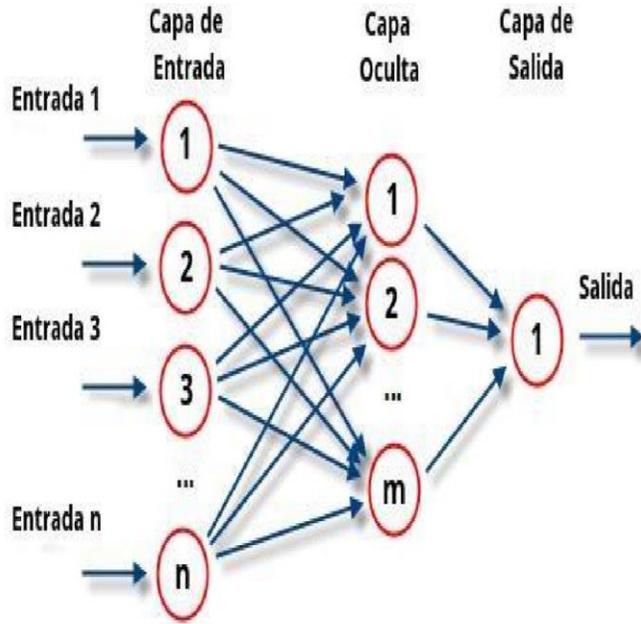


Figura 2.19 Red Neuronal Multicapa.

Red Neuronal Realimentada.

Se caracteriza porque sus salidas pueden ser utilizadas como entradas. La estabilidad de la red es un importante factor a considerar en este tipo de arquitectura. Ver la Fig. 2.20.

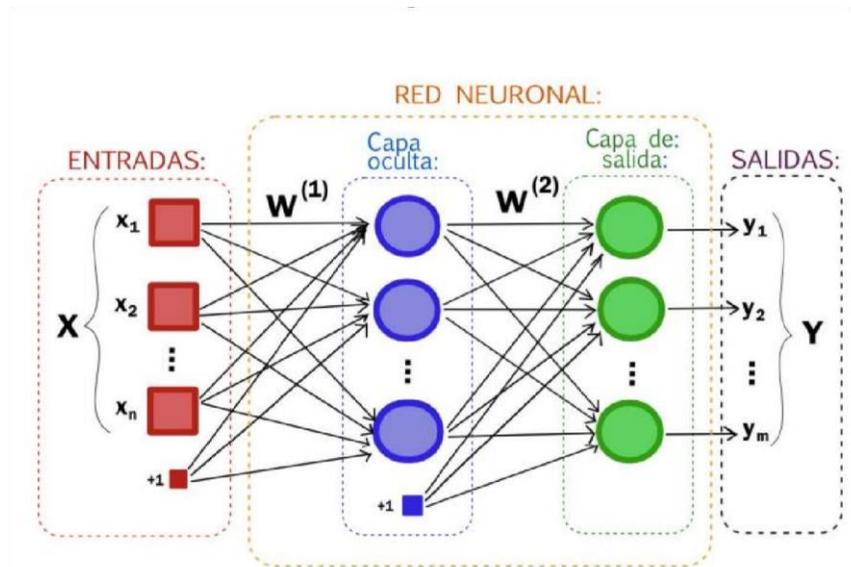


Figura 2.20 Red Neuronal Realimentada

2.7.2 Sistema de Inferencia Neuro-Difuso Adaptativo (ANFIS).

ANFIS es red híbrida neuro-difusa para modelar los sistemas complejos. ANFIS incorpora el estilo de razonamiento humano de los sistemas difusos mediante el uso de conjuntos difusos y un modelo lingüístico que consiste en un conjunto de elementos difusos IF-THEN reglas.

La principal fortaleza de los modelos ANFIS es que son aproximadores universales con la capacidad de solicitar reglas interpretables IF-THEN. Hoy en día, las técnicas basadas en inteligencia artificial como ANFIS se han aplicado con éxito en Las aplicaciones de ingeniería. Sin embargo, se ha encontrado escasos trabajos de investigaciones sobre los aspectos metalúrgicos de los materiales [30].

Arquitectura de ANFIS

La arquitectura de un modelo ANFIS con dos variables de entrada se muestra en la Fig.2.21 Suponga que la base de reglas de ANFIS contiene dos reglas difusas IF-THEN del tipo Takagi Y Sugeno de la siguiente manera:

Regla1: Si x es A_1 e y es B_1 , ENTONCES $f_1=p_1 x + q_1 y + r_1$

Regla2: Si x es A_2 e y es B_2 , ENTONCES $f_2=p_2 x + q_2 y + r_2$

En la Fig. 2.21 se ilustra el razonamiento difuso y también se muestra la arquitectura ANFIS equivalente correspondiente en la Fig. 2.22.

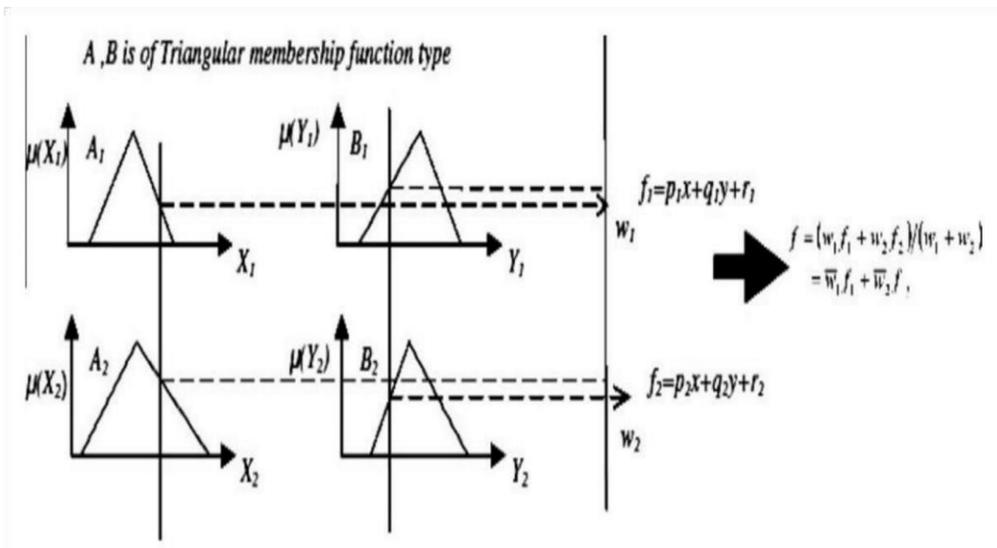


Figura 2.21 Sistema de Razonamiento Difuso

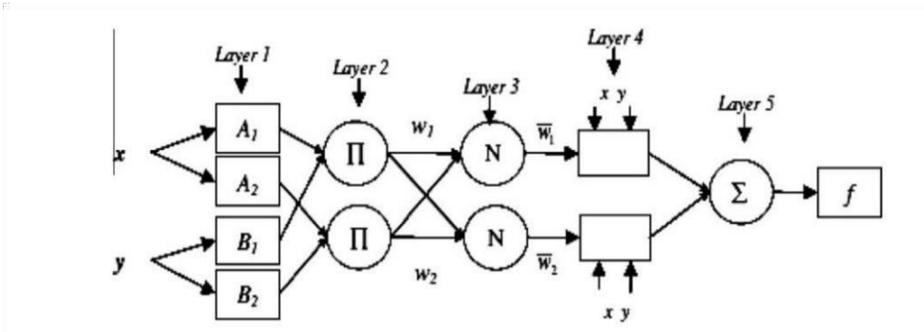


Figura 2.22 Esquema de la Arquitectura ANFIS.

Las funciones de cada capa se describen a continuación:

Capa 1: Cada nodo i en esta capa es un nodo cuadrado con una función nodo:

Utilizaremos las siguientes ecuaciones:

$$O_i^1 = \mu_{A_i}(x) \dots\dots\dots (11)$$

Donde x es la entrada al nodo i y A_i es la etiqueta lingüística (Conjuntos difusos: pequeños, grandes etc. Asociado con esta función de nodo.

Capa 2: cada nodo en esta capa es un nodo circular etiquetado P que multiplica las señales entrantes y envía el producto fuera, Por ejemplo:

$$W_i = \mu_{A_i}(x) \times \mu_{B_i}(y), i = 1, 2, \dots \dots\dots (12)$$

Cada salida de nodo representa el peso de activación de una regla.

Capa 3: cada nodo de esta capa es un nodo circular con la etiqueta N . El nodo i -ésimo calcula la relación del peso de activación de la regla i -ésima, a la suma de todos los pesos de disparo de la regla:

$$\bar{W}_i = W_i / (W_1 + W_2), i = 1, 2, \dots \dots\dots (13)$$

Capa 4: Cada nodo en esta capa es un nodo cuadrado con una función de nodo:

$$O_i^4 = \overline{w_i} p_i x + q_1 y + r_1 \dots\dots\dots (14)$$

Donde w_i : es la salida de la capa 3 y p_i, q_i, r_i es el conjunto de parámetros.

Capa 5: el nodo de señal en esta capa es un nodo circular etiquetado como R que calcula la salida general como la suma de todas señales entrantes, es decir:

$$O_i^5 = \sum_i \overline{w_i} f_i = \sum_i f_i / \sum_i w_i \dots\dots\dots (15)$$

Las reglas básica de aprendizaje de ANFIS es el descenso del gradiente de propagación inversa, que calcula las señales de error de forma recursiva capa de salida hacia atrás a los nodos de entrada. Esta regla de aprendizaje es exactamente la misma que la regla de aprendizaje de propagación inversa utilizada en las redes neuronales de retroalimentación.

ANFIS adoptó un método de aprendizaje rápido denominado método de aprendizaje híbrido que utiliza el descenso de gradiente y el método de mínimos cuadrados para encontrar un conjunto factible de antecedentes y parámetros consiguientes.

Se utiliza dos tipos de funciones de membresía (MF). Como se muestra en la Fig. 2.21 El esquema de razonamiento de ANFIS y Fig. 2.22 Esquema de la arquitectura ANFIS, Incluyendo el triangular (ANFIS-I) y gaussiano (ANFIS II) se utiliza para construir los modelos.

Los modelos ANFIS se aseguran la obtención de la tolerancia mínima de error. El error surgido durante el entrenamiento y las pruebas en los modelos ANFIS-I Y ANFIS-II se puede Expresar como absoluto fracción de varianza (R^2) que se calculan mediante la siguiente ecuación:

$$R^2 = 1 - \left(\frac{\sum_i (t_i \odot o_i)^2}{\sum_i (o_i)^2} \right) \dots\dots\dots (16)$$

Donde t es el valor objetivo y o es el valor de salida.

CAPÍTULO 3

MATERIALES Y MÉTODOS

Los elementos de máquinas están sujetos a daños superficiales como desgaste y corrosión, además de las cargas dinámicas y estáticas. Por lo tanto, aparte de la resistencia del material, la dureza superficial es una propiedad igualmente importante para la confiabilidad de los componentes contra fallas. Los procesos superficiales térmicos y termoquímicos son utilizados para mejorar la resistencia del material y propiedades superficiales. Los tratamientos termoquímicos modifican la microestructura y química superficial, mientras que tratamientos térmicos como la flama directa, endurecimiento por inducción y transformación, alteran solo la microestructura. El borurado es un proceso tecnológico que principalmente se propone como un proceso difusivo que tiene la finalidad de: incrementar la resistencia al desgaste y reducir/incrementar el coeficiente de fricción en la superficie del material metálico, manteniendo las propiedades mecánicas del substrato o bulto. Para este tratamiento se utiliza un equipo especial así como una metodología singular para alcanzar la meta que no es otra sino la de modificar las características de la superficie del material base.

En éste capítulo se describen las etapas, equipos y los parámetros de procesamiento que se usan en el presente estudio, así como las características de los materiales que se someten a prueba. Adicionalmente, se detallan los equipos y/o dispositivos mediante los cuales se llevan a cabo caracterizaciones tanto microestructurales como mecánicas. Dichas caracterizaciones son la parte medular de la investigación, en virtud de que los productos que se logran son utilizados para la presentación de resultados y su correspondiente discusión.

3.1 CARACTERIZACIÓN

En este apartado, la obtención de información acerca de un material bajo estudio (composición, estructura, topología, topografía, morfología, propiedades en general) a partir de la interacción de una señal (eléctrica, luminosa, térmica, etc.) con una porción de dicho material es definido como caracterización ya sea microestructural o mecánica. Por tanto, toda caracterización de un material supone una agresión al mismo, es decir, una perturbación del mismo. El estudio de la respuesta del material a dicha perturbación nos permite conocer las propiedades o más concretamente, las peculiaridades del mismo. No se debe confundir el término caracterización con el de análisis. Toda caracterización implica realizar un análisis del material, sin embargo no todo análisis implica realizar una caracterización.

3.1.1 Caracterización microestructural

Microscopía óptica

La microscopía óptica es una técnica de caracterización estructural que permite revelar detalles estructurales que no son visibles a simple vista mediante una imagen contrastada y magnificada obtenida con lentes ópticas y luz blanca. En este tipo de caracterización es utilizada luz que se refleja en el material y se puede utilizar en materiales opacos con al menos una superficie plana. Dentro de la caracterización tradicional se considera el uso del microscopio óptico para visualizar la estructura de las muestras tratadas y principalmente visualizar la capa depositada en la muestra por lo que se requiere del corte transversal y el ataque previo de la muestra, aunque en ocasiones no se requiere de ataque debido a que las características de interés se llegan a revelar directamente después de un pulido fino, como se muestra en la Fig. 3.1. En la foto se puede observar una capa de boro en forma de “dientes de sierra” con un tamaño promedio de 140 μm . Esta muestra fue borurada durante 6 h, a una temperatura de 950°C.

Con el uso de un microscopio óptico se puede obtener información de la morfología, tamaño y distribución de las fases así como los defectos presentes en la muestra como son poros, grietas, límites de grano y dislocaciones. Los componentes principales de un microscopio ópticos son: sistema de iluminación, sistema óptico, registro de información, cuerpo y controles. Con estos

elementos se provee una iluminación brillante uniforme para obtener una imagen magnificada, resuelta y contrastada de la muestra.

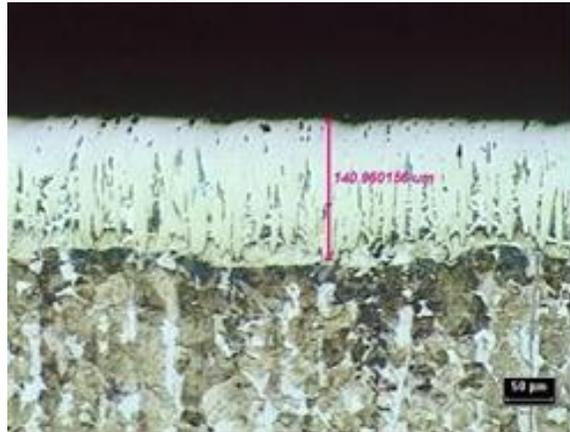


Figura 3.1 Sección transversal de una probeta de acero 4140 borurada. Para lograr visualizar, se utilizaron lijas con granulometrías de 180, 240, 320, 400, 600 y 1200. Posteriormente, se realizó el pulido fino con paños y pasta de diamante de 6 y 3 μm .

Microscopía electrónica de barrido (SEM, acrónimo de Scanning Electron Microscope)

La microscopía electrónica de barrido (SEM) se utilizó con la intención de conocer las características superficiales de la muestra, en detalle profundo, gracias a la capacidad de amplificación y profundidad de foco. El microscopio que se usó fue del modelo JSM-6360LV de la marca JEOL (Fig. 3.2a). El equipo cuenta con detector Thornley para imagen con electrones secundarios; detector de electrones electrodispersados de estado sólido en tres segmentos; platina goniométrica de inclinación excéntrica; detector de electrones secundarios de bajo vacío; sistema de microanálisis por dispersión de energía de rayos X, OXFORD INCA 200; entre otros.

Para el presente estudio se realizaron barridos sobre las superficies transversales para analizar la morfología de las fases FeB y Fe₂B (Fig. 3.2b). Se utilizó la técnica de electrones secundarios y retro dispersados. Los electrones secundarios se utilizan para obtener la imagen de la muestra dentro de la cámara del microscopio, los electrones secundarios son aquellos que rebotan de la superficie con una energía inferior a los 50 eV (*electronVolts*). Los electrones retrodispersados son aquellos que rebotan de la muestra con una energía superior a los 50 eV, la intensidad de los

electrones retrodispersados depende del número atómico de las fases presentes en el material (a mayor número atómico mayor intensidad) y esto es lo que permite distinguir un área determinada.

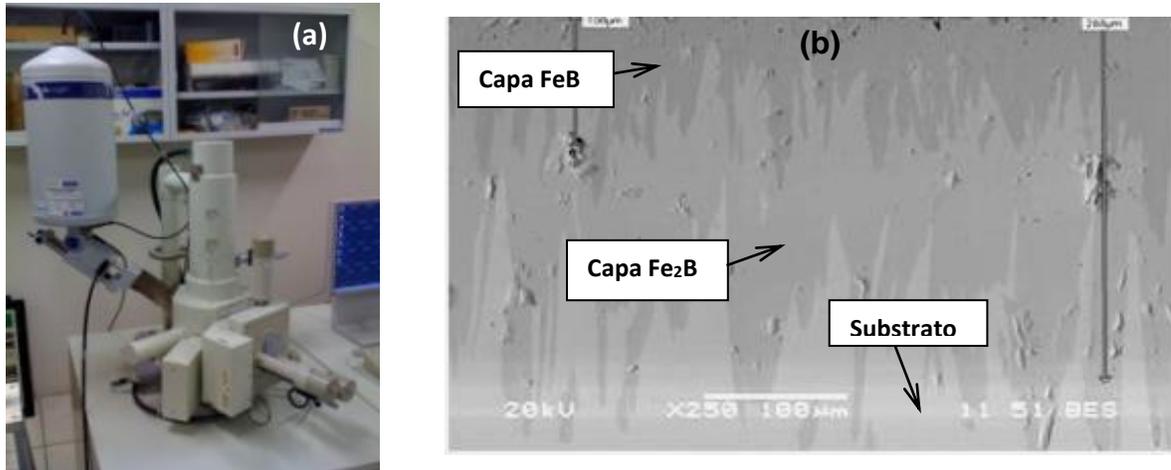


Figura 3.2. (a) Microscopio electrónico de barrido. (b) Fotomicrografía de acero 4140 borurado a temperatura de 950°C por 6 h.

En la Fig. 3.2b se puede observar una capa “aserrada” con las fases FeB/Fe₂B presentes. La fase Fe₂B tiene un tamaño promedio de 180 µm y la fase FeB tiene un tamaño promedio de 62 µm. En esta sección también se realizó el análisis por EDS (acrónimo de *Energy Dispersive Spectrometer*) en diferentes puntos de la zona aserrada —cabe hacer notar que el componente para determinar composiciones químicas en alguna región, viene integrado con el SEM—. La adquisición de un espectro por EDS consiste en recoger durante un intervalo de tiempo los fotones de Rayos-X que emanan de la superficie de la muestra producto del choque del haz de electrones y que se clasifican según su energía. En la Fig. 3.3b se presenta el espectro con dispersión de energías en donde el eje horizontal son unidades de energía en KiloeléctronVolts (KeV) y sobre el eje vertical se presenta el número de cuentas o intensidad y que se va auto ajustando a medida que crece el número de cuentas de la energía del pico más alto. En la Fig. 3.3b se muestra el espectro de la zona aserrada que se muestra en la Fig. 3.3a. Se observa los elementos Boro, Carbono, Nitrógeno, Oxígeno, y Hierro. También aparece Mn, Ni y Si como parte de los elementos de aleación del acero 4140.

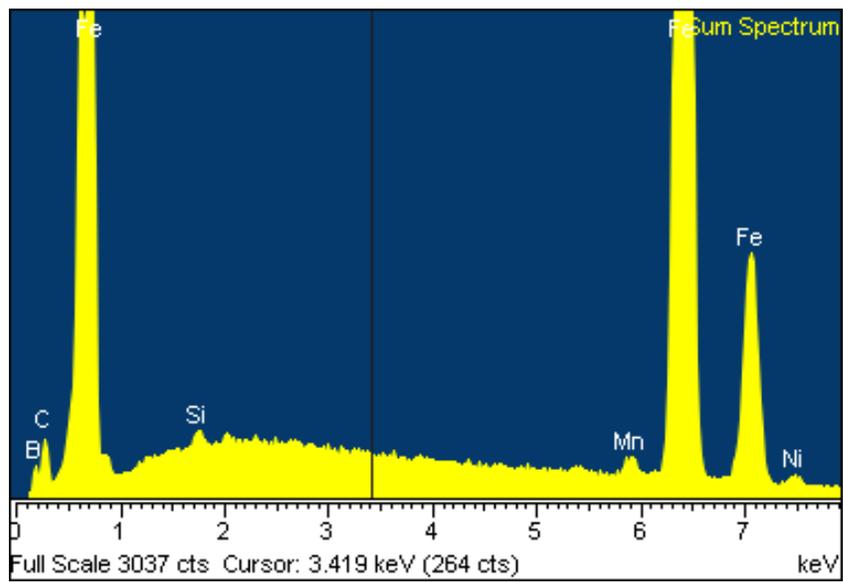
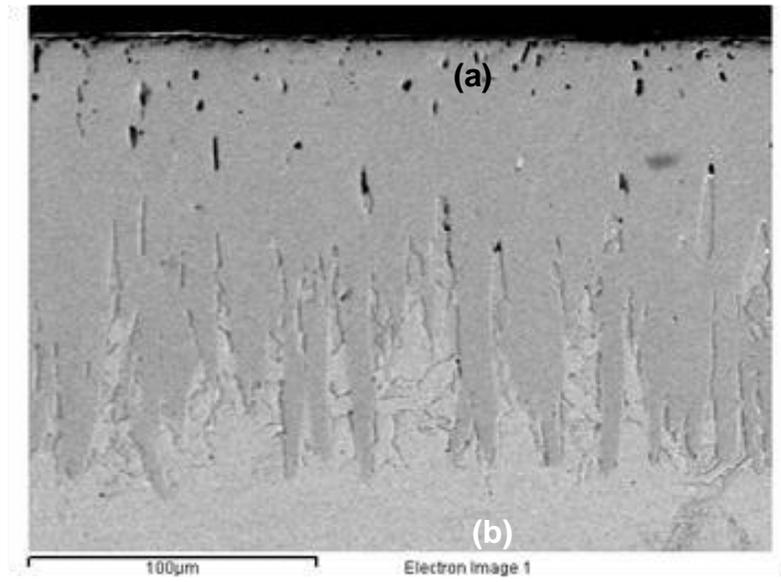


Figura 3.3. (a) Sección transversal de una probeta borurada a 950°C y 6h. (b) Espectro EDS de la zona borurada de la foto mostrada en (a).

Difracción de Rayos X (del acrónimo XRD-X rays diffraction)

Otra de las técnicas de caracterización utilizada para las muestras boronitruradas fue la difracción por Rayos-X. Esta permite obtener información en forma analítica. Cerca del 95% de los materiales sólidos se pueden definir como materiales cristalinos ya que tienen un arreglo de sus átomos de largo alcance. Por lo tanto, cuando los Rayos-X emitidos por el equipo interactúan sobre la superficie de una substancia se puede obtener un patrón de difracción, como el que se muestra en la Fig. 3.4. Se utilizó el equipo marca D8 Focus X-Ray Diffractometer, Bruker AXS con radiación α de cobre con un ángulo de 20 a 120°, velocidad de barrido de 2 grados por minuto y con una longitud de onda $\lambda=1.54 \text{ \AA}$.

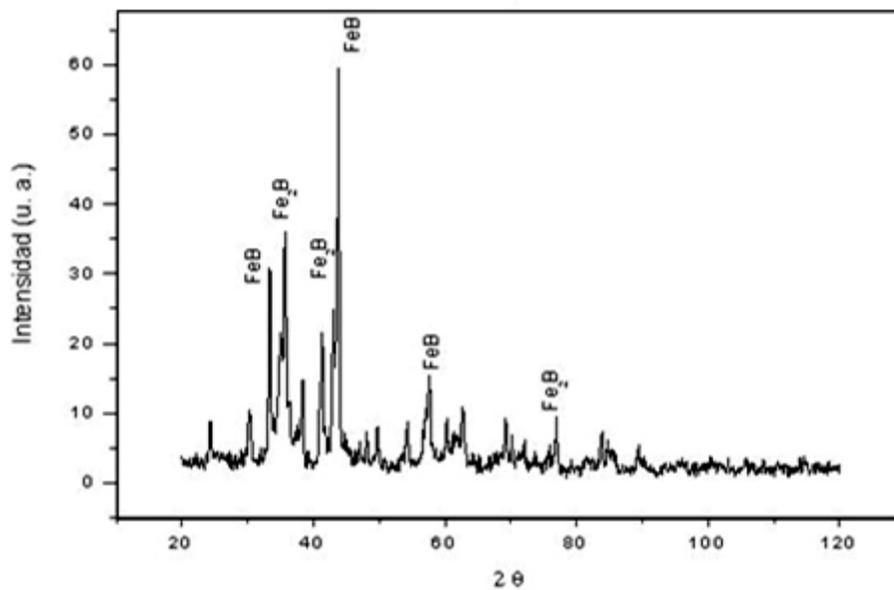


Figura 3.4. XRD del hierro puro boronitrurado: temperatura de borurado de 950°C por 6 h. El espectro revela la presencia de las fases FeB y Fe₂B.

3.1.2 Caracterización mecánica

Microdureza

La dureza en la industria de los metales la definen como la resistencia a la deformación permanente; en metalurgia se define como la resistencia a la penetración, por mencionar algunas definiciones [31]. Las pruebas de microdureza Vickers utiliza un indentador piramidal de base cuadrada con un ángulo entre las caras opuestas al vértice de 136°, como se muestra en la

siguiente Fig. 3.5. En esta prueba el indentador es forzado sobre al superficie de la muestra a analizar por un tiempo de 5 a 45 segundos aplicando una carga de 50 grf a 1 kgf. Posteriormente, una vez aplicada la fuerza se miden las diagonales para determinar la microdureza.

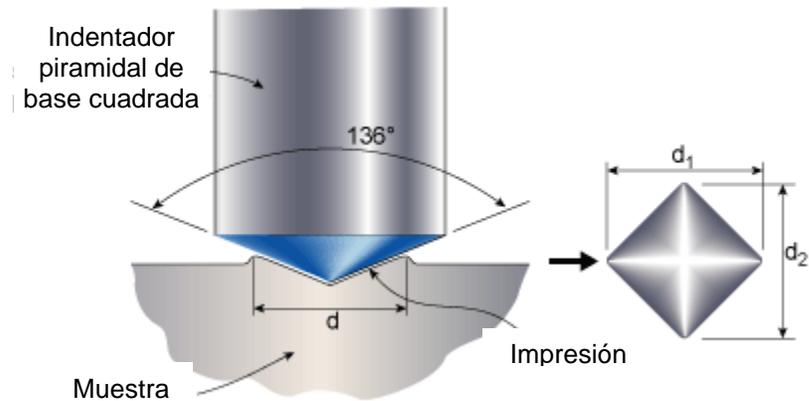


Figura 3.5. Indentación Vickers y la medida de las diagonales de la impresión

La microdureza Vickers se puede determinar mediante la siguiente fórmula basada en la norma DIN EN ISO 6507-1:2006-03.

$$H_{Vickers} = (0.102) \frac{2F \sin(136^\circ/2)}{d^2}$$

Donde: F: Fuerza aplicada en [N], c = 0.102 es un factor de conversión de Kgf a N

H: Dureza Vickers

d: diagonal [μm]

Se utilizó un microdurómetro de la marca Shimadzu tipo M con indentador de diamante Vickers Fig. 3.6. Instrumento ubicado en el laboratorio de materiales del Tecnológico de Monterrey campus Edo. de México (ITESM-CEM).



Figura 3.6. Microdurómetro Vickers marca Shimadzu. Propiedad del ITESM-CEM.

Para cuantificar los perfiles de microdureza Vickers se considera la Norma DIN EN ISO 2639:2002, la cual especifica los parámetros para encontrar y verificar la profundidad de difusión y casos endurecidos. Esta norma indica que debe existir una separación de 2.5 veces el tamaño de las diagonales entre cada indentación, S es la separación entre cada indentación y a_1 , a_2 y a_3 son distancias de la superficie a cada indentación no debe exceder a 0.1 mm, como lo muestra la siguiente ilustración (Fig. 3.7).

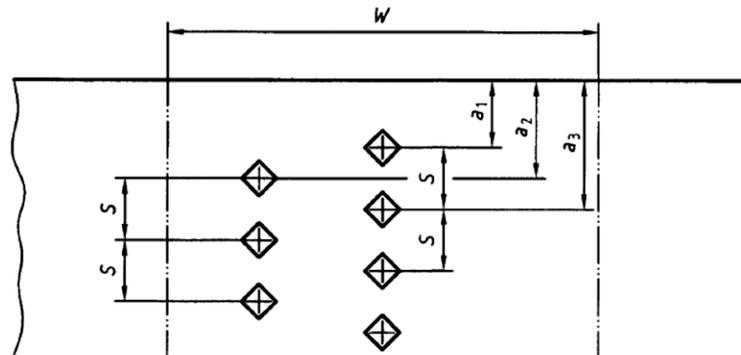


Figura 3.7. Posición de las impresiones de dureza.

Esta norma también indica que se deben utilizar cargas de 0.1 HV (0.98 N) hasta 1 HV (9.8 N) para microdurezas Vickers y estas deben ser medidas con la ayuda de un microscopio. Los parámetros elegidos para las pruebas de dureza son:

Tabla 3.1. Parámetros de pruebas de microdureza Vickers.

| Parámetro cualitativo | Parámetro cuantitativo |
|-----------------------------|--|
| Marca Durómetro | Shimadzu |
| Carga aplicada (Kgf) | 0.25 Kgf |
| Tiempo de aplicación | 15 s |
| Indentador | Piramidal de base cuadrada de diamante |

Tribología

Los tratamientos superficiales y recubrimientos son requeridos para minimizar el desgaste, por tal motivo se requiere de pruebas que simulen condiciones de desgaste y a nivel experimental se puedan encontrar mejoras en los tratamientos propuestos [32].

Existen distintas pruebas y equipos que miden el desgaste como: Pin en disco (*Pin-on-disc*), Pin o esfera en superficie recíprocante (*Pin or sphere-on-flat*), Pin en Cilindro (*Pin-on-cylinder*), Desgaste de Arandela (*Thrust washers*), Pin en cepillo (*Pin-into-bushing*), Cilindro vs. cilindro y Cuatro esferas.

A continuación se describe el método de desgaste conocido como Pin en Disco que es regido por la norma *ASTM. G99-90. Standard Test Method for Wear Testing with a Pin on Disk Apparatus. ASTM. 1990*. El objetivo de esta prueba es determinar la proporción del desgaste de deslizamiento y el coeficiente de fricción. Consiste en poner la muestra en un plato giratorio a una velocidad de rotación determinada y un pin o indentador hará una marca o huella durante la trayectoria del giro, como se muestra en la Fig. 3.8.

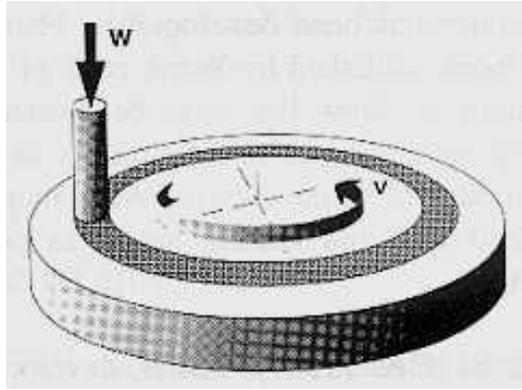


Figura 3.8. Huella en prueba pin en disco. Tomado de [33], p.303.

Una carga es involucrada sostenida en un brazo que actúa como una viga en cantiléver la cual trabaja como un elemento piezoeléctrico, como se muestra en la Fig. 3.9. La bola del indentador tiene un diámetro que definirá la pista de desgaste. La carga, la velocidad y el diámetro de la pista son variables experimentales.

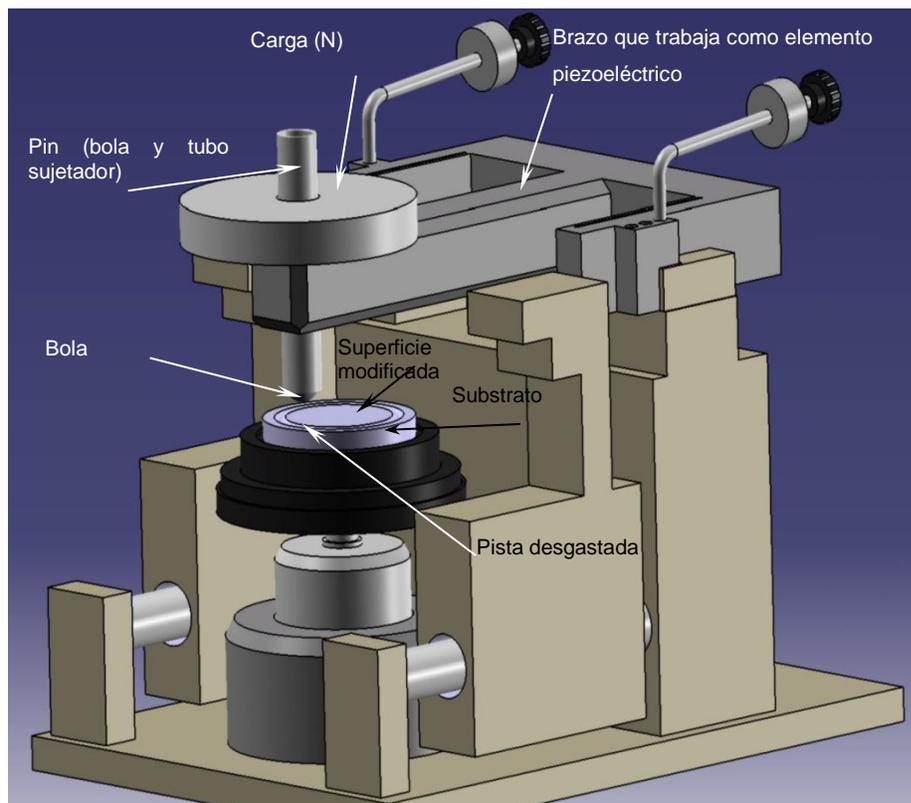


Figura 3.9. Representación esquemática del *pin on disk*. El tribómetro es propiedad del ITESM-CEM, quienes apoyaron en la realización de estas pruebas.

En el ensayo Pin en Disco se genera la huella en una cara de la muestra (Fig. 3.10), el tipo de contacto suele ser puntual o conformal, el tipo de carga suele ser estática o dinámica y el tipo de movimiento es deslizamiento unidireccional u oscilatorio. El resultado es una gráfica del coeficiente de fricción (μ) contra la distancia de deslizamiento, como se muestra en la Fig. 3.11.

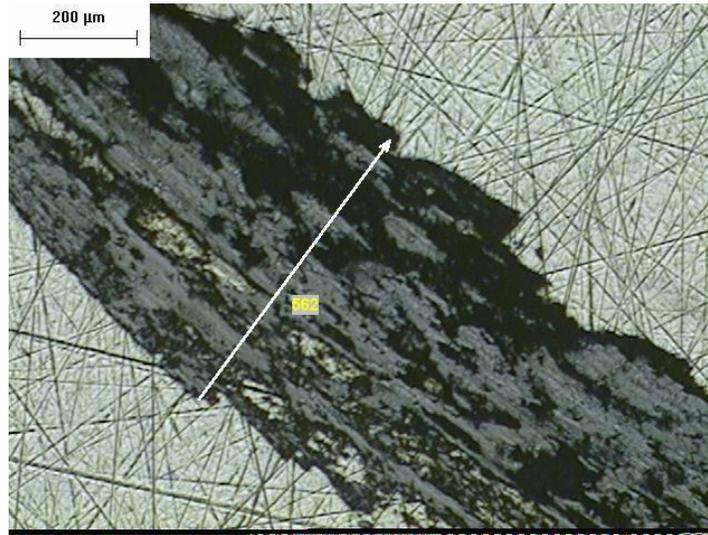


Figura 3.10. Pista o huella que deja el proceso de *pin on disk*. Esta pista es de una carga de 7N sobre el acero 4140. La superficie no tiene tratamiento.

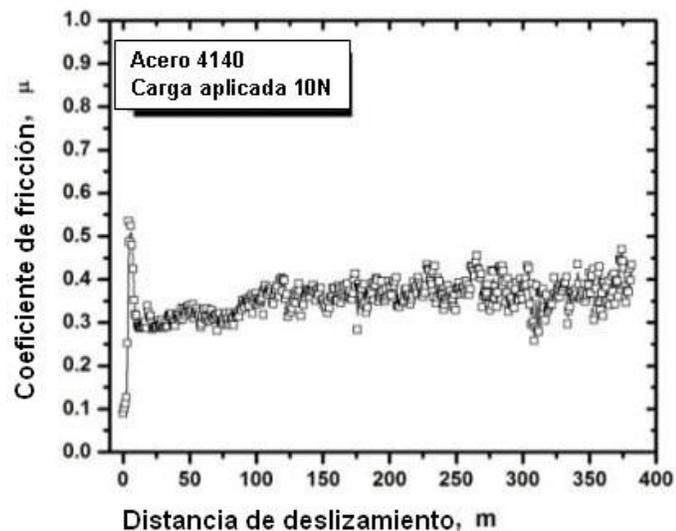


Figura 3.11. Comportamiento tribológico de la capa borurada en términos de fricción vs. distancia de deslizamiento.

Adicionalmente, las mediciones que se pueden obtener de esta prueba son la pérdida de altura del pin y/o la pérdida de peso del pin, perfilometría de la huella de desgaste, área de desgaste de la bola y fuerza de fricción. Con este tipo de prueba se obtiene un desgaste adhesivo leve y severo y es muy conveniente para las evaluaciones tribológicas de los recubrimientos. Además de que se obtiene información de la velocidad de desgaste (deslizamiento) y fuerza de fricción (coeficiente de fricción). Las condiciones de prueba utilizadas en las pruebas de desgaste del presente estudio para todas las muestras se compilan en la siguiente tabla 3.2.

Tabla 3.2. Condiciones de prueba de desgaste.

| Parámetros | Adquisición |
|---------------------------------------|---------------------------|
| Radio de la pista de desgaste: | 11.00 [mm] |
| Velocidad lineal: | 2.00 [cm/s] |
| Carga aplicada: | 2 y 10 [N] |
| Condición para detenerse: | 50.00 [m] |
| Velocidad de adquisición: | 40 [Hz] |
| Muestra | |
| Substrato | Acero 4140 |
| Contraparte | |
| Pin: | WC [Carburo de tungsteno] |
| Dimensión de diámetro: | 5.00 [mm] |
| Geometría: | Esfera |
| Condiciones ambientales | |
| Temperatura: | 20.00 [°C] |
| Atmosfera | Aire (prueba en seco) |
| Humedad relativa | 50.00-62.00 [%] |

Las probetas deben tener caras paralelas, por lo tanto fueron maquinadas en torno y pulidas por una cara (Fig. 3.12).



Figura 3.12. Acabado de probetas maquinadas y pulidas previa boruración.

3.2 PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

Si bien el borurado de sustratos ricos en hierro se ha desarrollado en diferentes medios, la producción de un sistema, las variaciones de temperatura y tiempos de tratamiento escasamente se ha implementado. Por consiguiente, la síntesis y el análisis del sistema Fe-B con diferentes posibilidades de producción es el objetivo general de esta investigación. Para el logro del objetivo general y los particulares, el trabajo se desarrolló de acuerdo con la metodología que en forma breve se describe en el diagrama de la Fig.3.13.

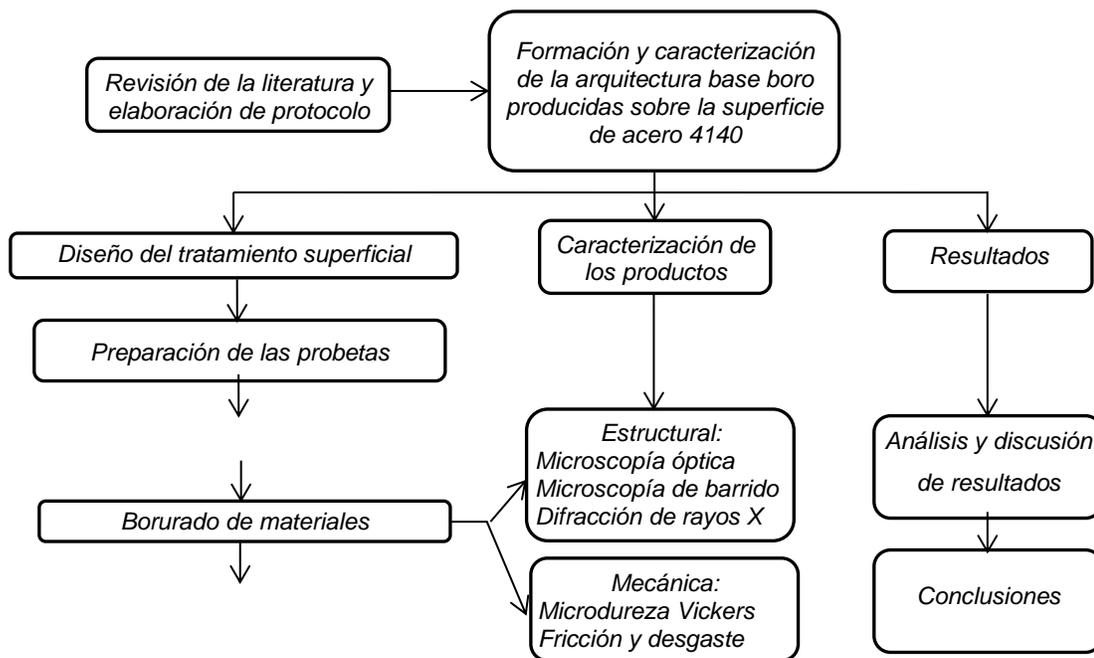


Figura 3.13. Representación esquemática de las etapas desarrolladas para alcanzar los objetivos.

3.2.1 Preparación de las muestras

Se prepararon muestras de barras que fueron maquinadas para quitar las impurezas (oxidación y daños externos) de la superficie y posteriormente cortadas para tener las dimensiones geométricas siguientes: 25mm de diámetro y 5mm de grosor aproximadamente, según se muestra en la figura 3.14. Las muestras fueron desbastadas con lijas de 120, 180, 240, 320, 400, 600 y 1200 de granulometría y posteriormente fueron pulidas a espejo. Las muestras fueron sometidas a los diversos tratamientos y se dejó una muestra como testigo para el análisis comparativo.

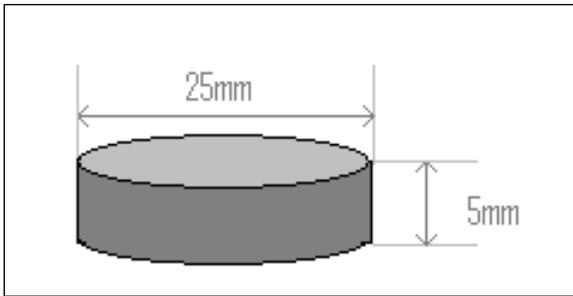


Figura 3.14. Representación esquemática de la configuración geométrica del material bajo prueba.

3.2.2 Borurado

Para el proceso de borurado se utilizaron contenedores para albergar las probetas y el polvo de boro. Dichos contenedores se hicieron de acero inoxidable como los que se muestran en la Fig. 3.15. Tienen tapa pero cuentan con una abertura en un extremo para poder dar paso a los gases que se generan durante el proceso y disminuir la presión que pudiera eventualmente incrementarse.



Figura 3.15. Contenedor de acero inoxidable con las muestras de acero.

El polvo de carburo de boro (B_4C) consta de un 76% en boro y un activador de carburo de silicio, se encuentra en forma de pasta y se le da una deshidratación en el horno o mufla a una temperatura de 60 a 70 grados centígrados por 4 a 5 horas. Posteriormente se muele en un mortero para obtener un polvo fino y tener un tamaño pequeño de partícula más homogéneo y que esto llene perfectamente todos los espacios del contenedor y garantizar que la muestra quede inmersa en el polvo. Las muestras deben de tener al menos 8 milímetros de separación en dado caso que se metan varias muestras a la vez.

Con el polvo de boro y las probetas dentro del (los) contenedor(es) se introducen en un horno de mufla a la temperatura correspondiente, como se muestra en la Fig. 3.16. Una vez alcanzada la temperatura y los tiempos establecidos se retira el contenedor para dejar enfriar al aire.



Figura 3.16. Horno para borurar.

CAPÍTULO 4

ANÁLISIS Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS

En este capítulo, se exponen los acontecimientos que se suscitaron después de modificar la superficie de un acero 4140. Esto comprende un proceso de evaluación comparativa a través de un análisis cuantitativo y posteriormente cualitativo por medio de una discusión. Se comienza desde los resultados microestructurales, pasando por el comportamiento superficial respecto a un gradiente de microdureza y concluyendo con la respuesta de la modificación superficial al desgaste mediante las pruebas de tribología

4.1 ANÁLISIS MICROESTRUCTURAL

4.1.1 Microscopía óptica.

Se realizó un análisis microscópico del corte transversal de las muestras tratadas para observar el espesor de capa y crecimiento de la misma. Se utilizó el microscopio óptico el cual ofrece varias opciones para obtener las imágenes de las áreas de interés. La comunicación a una computadora personal permite el uso del software para realizar análisis en las muestras como el calcular distancias de los espesores con gran precisión. La figura 4.1 nos muestra el espesor promedio de $140.95 \mu\text{m}$ de la capa borurada en la muestra que fue sometida al tratamiento de boruración bajo las condiciones de estudio.

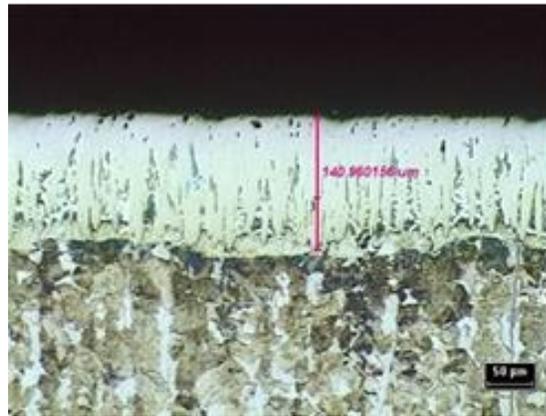


Figura 4.1. Espesor de la capa borurada sobre el acero 4140.

El valor promedio fue obtenido considerando tres mediciones de los dientes de borurado como muestra la Figura 4.2. Las mediciones realizadas se compilaron en la Tabla 4.1.

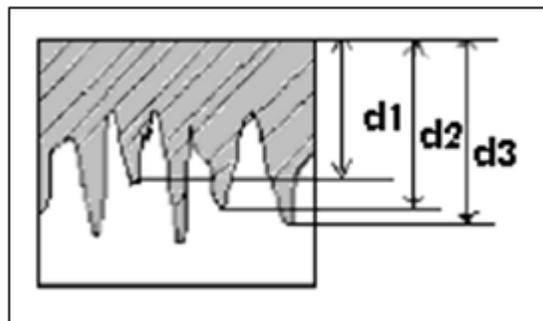


Figura 4.2. Representación esquemática del procedimiento para la medición de capa.

Tabla 4.1 Espesor de capa borurada.

| Medición | Espesor (μm) |
|-----------------|---|
| 1 | 133.01 |
| 2 | 149.67 |
| 3 | 140.20 |
| Promedio | 140.96 \pm 8.3 |

Para el proceso de borurado el crecimiento de las capas FeB y Fe₂B son generadas por la solubilidad del boro en el hierro. La generación de los frentes de crecimiento de los boruros de hierro se lleva a cabo por la concentración del boro sobre la superficie, por la saturación se alcanzará un límite y se formará inicialmente la fase Fe₂B. Las fronteras de grano tienen que ver con la geometría del frente de propagación debido a la formación de boruros en estas, se sabe que el transporte de átomos a través de ellas es mayor y por lo tanto contribuyen a la formación de un frente irregular en este caso de forma aserrada. Por la continuación del proceso ocurrirá la saturación de boro acumulándose detrás de la capa Fe₂B debido principalmente a que esta fase actúa como una barrera de difusión para el boro o el hierro. Por lo anterior, para tiempos suficientes y temperaturas elevadas, fácilmente se formará la fase FeB por lo que en consecuencia se pudieron observar las capas constituidas por FeB/Fe₂B.

El resultado de la evaluación metalográfica evidencia que durante el proceso de borurado para un tratamiento de 6 horas, en general aumenta el crecimiento de las capas FeB y Fe₂B, posiblemente por una saturación del sustrato (Fig. 4.3). Para el caso de la capa FeB, no siempre se manifiesta en algunas de las muestras. La formación de esta capa va a depender del potencial del boro, y de los tiempos de exposición y la temperatura. La difusión de borurado es homogénea para los diferentes parámetros de prueba, particularmente con la capa Fe₂B.

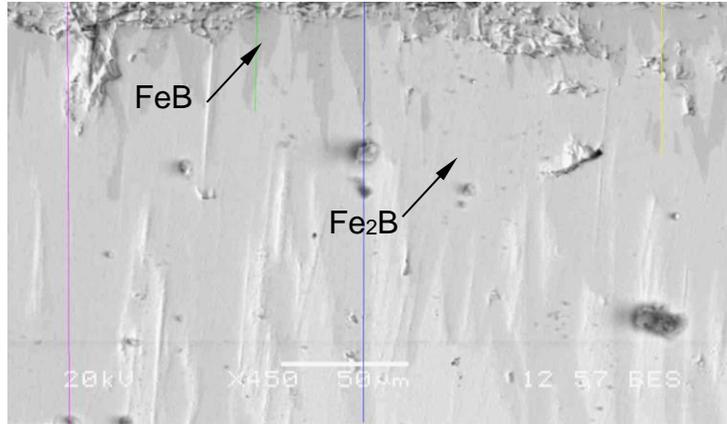


Figura 4.3 Representación esquemática del procedimiento para la medición de capa.

En la Fig. 4.4 se presenta el análisis por EDS en diferentes zonas de la zona aserrada. La adquisición de un espectro por EDS consiste en recoger durante un intervalo de tiempo los fotones de Rayos-X que emanan de la superficie de la muestra, producto del choque del haz de electrones y que se clasifican según su energía. En la misma Fig. 4.4 se muestra el espectro con dispersión de energías en donde el eje horizontal son unidades de energía en Kiloeléctronvolts (KeV) y sobre el eje vertical se presenta el número de cuentas o intensidad y que se autoajusta en la medida que crece el número de cuentas de la energía del pico más alto. Los elementos que están presentes son el hierro, boro, carbono.

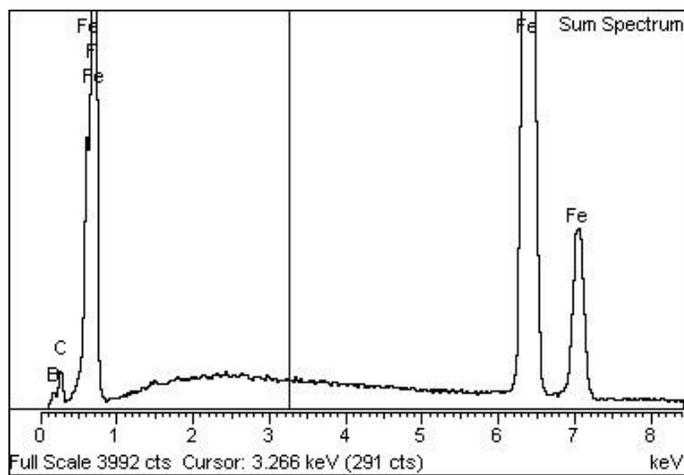


Figura 4.4 EDS de la muestra borurada (Fig. 4.2).

4.2 CARACTERIZACIÓN MECÁNICA

4.2.1 Microdureza

Se realizaron mediciones de microdureza superficial de cada muestra mediante un microdurómetro Shimadzu, con aplicación de 200g de carga y tiempo de prueba de 15s. En promedio se registró una dureza Vickers de $H_v = 1435$.

Análogamente, se midió la microdureza en la sección transversal (profundidad) de las muestras. El perfil de dureza se ejecutó diagonalmente, como se muestra en la Fig. 4.5, a partir de $20\ \mu\text{m}$ por debajo de la superficie. Cada indentación se realizó a $20\ \mu\text{m}$ después de la medición anterior hasta completar seis posiciones diferentes. El promedio de tres mediciones de cada una de las seis posiciones fueron llevadas a cabo para cada muestra. En la figura 4.6 se muestra el comportamiento de esta propiedad, presentando el rango de variación y la media de las mediciones realizadas. Considerando que hay variaciones evidentes por los dientes que presenta la muestra, los valores promedio reflejan altos valores de microdureza Vickers. Las seis mediciones son suficientes para reflejar la microdureza de toda la capa borurada ya que el espesor promedio de la capa de boruro sobrepasa los $120\ \mu\text{m}$ de la profundidad de las mediciones.

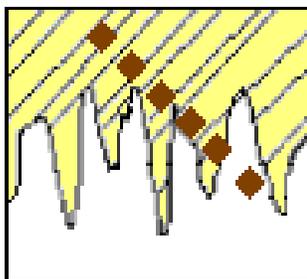


Figura 4.5 Representación esquemática del procedimiento utilizado para medir la microdureza.

Los resultados denotan que en la fase Fe_2B la dureza se incrementa hacia el centro del diente y en la medida que se aproxima a la interfase Fe_2B /sustrato disminuye, posiblemente por la anisotropía del crecimiento preferencial. En trabajos publicados se encuentra que esta fase

presenta esfuerzos de compresión. Sin embargo, en el presente estudio se observa que hacia los límites del frente de propagación, es decir, en los límites de grano de la fase Fe_2B , hay una ligera relajación de los esfuerzos residuales. Ya se ha estudiado que los esfuerzos residuales de tensión no son recomendables para fatiga, por lo que, para trabajo futuro es importante realizar más investigación en esta dirección sobre componentes boronitrurados. En promedio el cambio de dureza es gradual dentro del recorrido de las mediciones a lo largo del diente y no presenta cambio abrupto. De lo anterior, se puede inferir que puede ayudar en las propiedades mecánicas debido a que no se generan concentraciones elevadas de esfuerzos residuales.

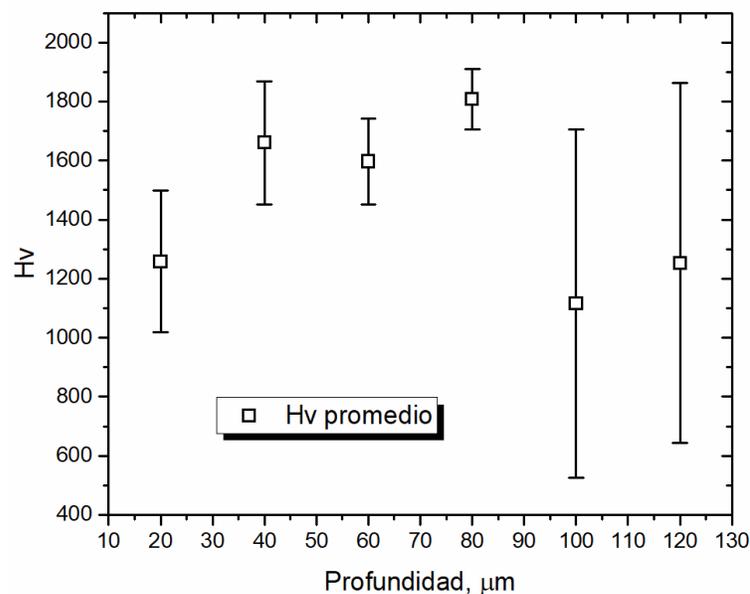


Figura 4.6 Respuesta mecánica en términos de dureza del acero borurado.

4.2.2 Respuesta tribológica

Se llevaron a cabo pruebas de comportamiento tribológico en términos de fricción y desgaste utilizando un tribómetro del tipo *pin-on-disk*. Las cargas utilizadas en este trabajo son de 2 y 10 N.

Comportamiento sin tratamiento superficial

En la Fig. 4.7 se presenta el efecto que tiene la aplicación de una carga con 2N sobre el acero 4140 sin tratamiento superficial. La presencia de surcos o rayado en la pista, indica un mecanismo

abrasivo por la gran remoción de material y la presencia de fragmentos por los costados de la pista. Esta observación se puede apoyar con el comportamiento friccional que se expone en la Fig. 4.8. Apenas transcurridos unos 5 m de deslizamiento, el coeficiente de fricción (μ) se incrementa drásticamente desde 0.1 hasta 0.3, lo que revela desprendimiento importante de fragmentos y asperezas. Posteriormente se presenta una etapa en la que las asperezas de la superficie se remueven gradualmente, creando una superficie tersa, que en la gráfica de la Fig. 4.8 representa una disminución gradual de μ con casi nula variación. La fuerza friccional disminuye debido al decremento de la deformación de asperezas y *ploughing* (arado), dado que estas partículas no se pueden anclar fácilmente a la superficie pulida. Pasados los 70 m la desfragmentación (*spallation*) comienza y en consecuencia el incremento de μ con variaciones, debido a la fractura de asperezas por efecto de la carga normal y la fatiga que sufre el material en movimiento. Por los 100 m ya se observan variaciones de consideración, lo que demuestra la baja capacidad de la superficie para resistir la carga normal aplicada.

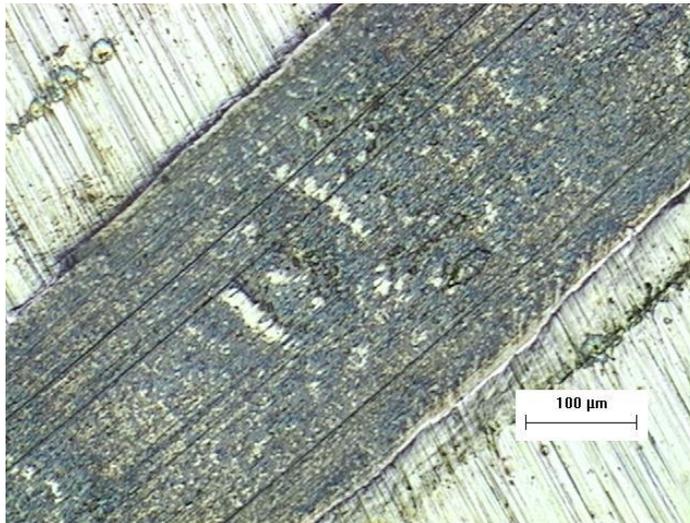


Figura 4.7 Material desgastado por efecto de la carga normal (2N) sobre la superficie del acero 4140 sin tratamiento superficial.

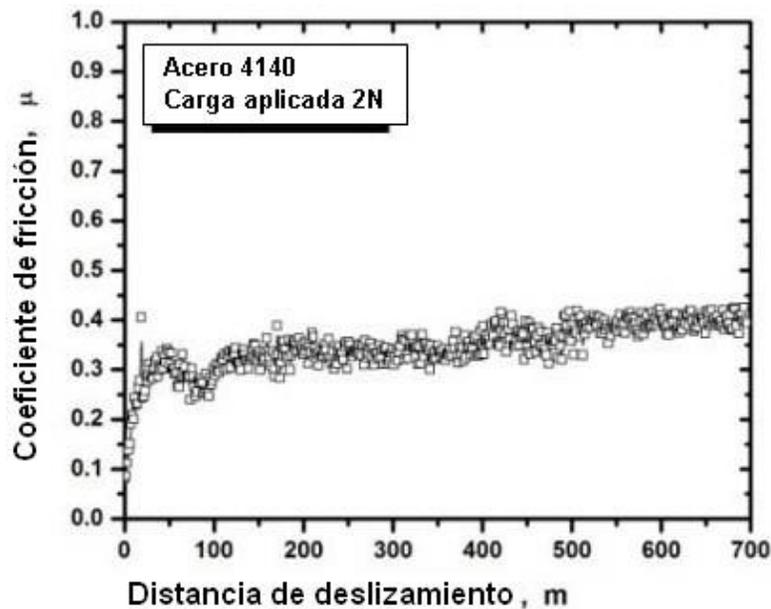


Figura 4.8 Comportamiento tribológico del 4140 sin tratamiento superficial.

El ciclo se repite ya que después de los 200 m aprox. se presenta de nueva cuenta la etapa de remoción gradual de asperezas lo que promueve la superficie menos tersa que el primer ciclo. La disminución en la variación de μ es evidente. Como hubo remoción de asperezas, no se muestra el *ploughing* debido a la disminución del anclaje de partículas. Sin embargo, para los 300 m la superficie cede desfragmentación tal que ya no disminuye, también debido a que como se desgasta el pin (bola), va desgastando el material que se encuentra por las orillas de la pista, lo que genera asperezas que se incrustan en la pista y son precursores de los surcos. Para los 700 m de deslizamiento ambas partes en contacto (bola y material) prácticamente se adhieren una con otra dando origen a lo que se conoce como *seizure* y significa que es demasiado alta la fuerza friccional tal que no permite deslizamiento entre las partes. Aquí se detiene la prueba porque el motor no tiene capacidad para mover las mordazas que sujetan el disco de prueba.

Una mirada sobre la huella que se genera en la superficie de la contraparte (bola de carburo de tungsteno) demuestra que la superficie no es tan resistente al desgaste en vista de la escasa remoción de material de la bola (Fig. 4.9).

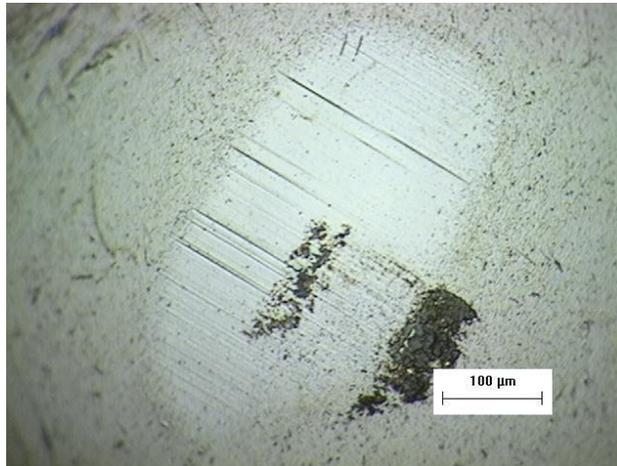


Figura 4.9 Huella de la bola ocasionada por la fricción con el disco de 4140 sin tratamiento superficial.

Comportamiento de la superficie borurada

En la Fig. 4.10 se muestra el efecto que tiene la aplicación de la carga de 10N sobre el 4140 borurado. La superficie desgastada de boruros revela una excesiva fragilidad lo cual es consistente con la alta dureza que alcanza la capa Fe_2B . Es de esperar un incremento súbito en el coeficiente de fricción (μ) por la eminente desfragmentación de material con alta dureza, tal y como se puede observar indicado por la flecha de la Fig. 4.8.

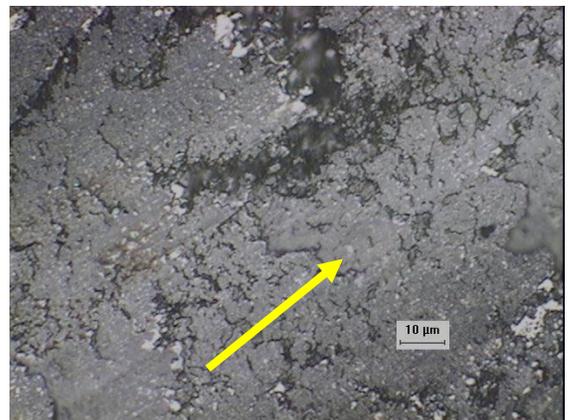


Figura 4.10 Pista desgastada de 4140 borurado a menos de 50 m distancia de deslizamiento.

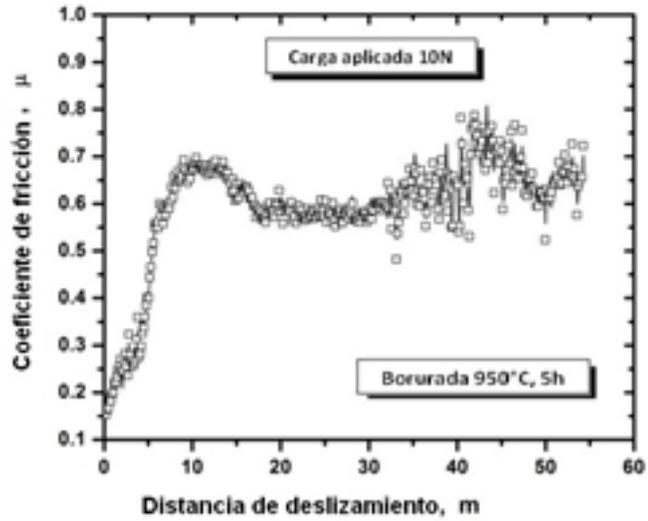


Figura 4.11 Variación de la fuerza friccional versus la distancia de deslizamiento de 4140 borurado.

Aproximadamente por los 35 m de deslizamiento lineal se aprecia en la gráfica de la Fig. 4.11 una variación considerable en μ , situación que no cambia hasta por los 55 m donde se presenta un incremento sustancial de μ . Este enorme incremento se debe a un desgaste masivo de la capa borurada con desprendimiento de grandes regiones, tal y como se puede apreciar en la Fig. 4.12.

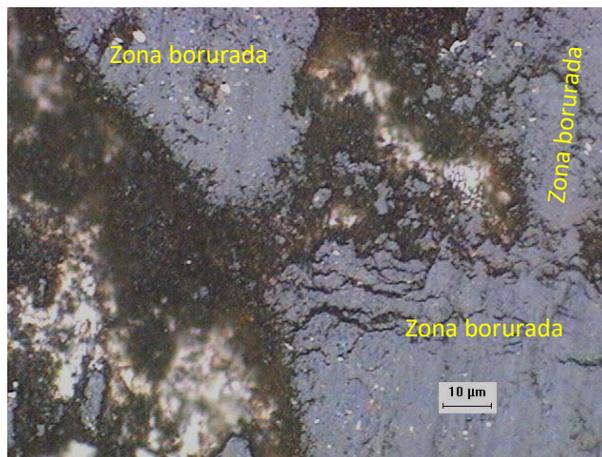


Figura 4.12 Pista desgastada de 4140 borurado por los 45 m distancia de deslizamiento.

Por su parte, la bola sufre desgaste que si bien no es de proporciones considerables, si viene a demostrar que la capa borurada tiene una mayor resistencia que cuando el material no tiene modificación en la superficie (Fig. 4.13).

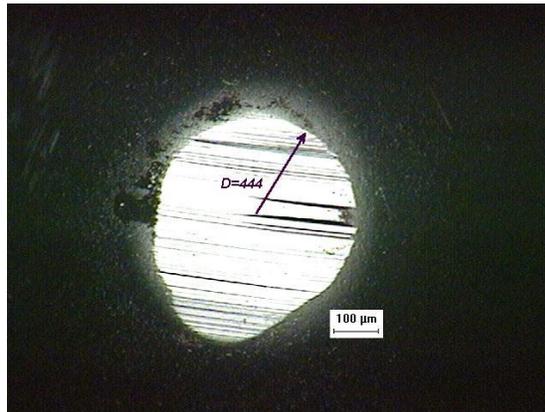


Figura 4.13 Huella de la bola ocasionada por la fricción con el disco de 4140 borurado.

CAPÍTULO 5

CONCLUSIONES

El uso de revestimientos para mejorar las propiedades de componentes como herramientas de corte o formado, elementos de máquinas; por ejemplo, rodamientos, sellos y flechas, se está incrementando constantemente. El efecto que tiene el empleo de este tipo de tratamientos generalmente se enfoca al mejoramiento de alguna de las propiedades superficiales tanto de materiales metálicos ferrosos y no ferrosos, como cerámicos y compuestos, tal que no comprometa su comportamiento mecánico estático o dinámico cuando no llevan este tratamiento. De aquí, la importancia en la cuantificación de las capas aplicadas en el sustrato. En función de los resultados obtenidos, se discutieron los mecanismos del desgaste activos con el objeto de comprender la dependencia de los parámetros de prueba en el proceso de desgaste y simultáneamente desarrollar relaciones entre la producción de los materiales utilizados, sus características estructurales y su comportamiento funcional. En este capítulo se plasman los resultados concretos que se encontraron, así como las tendencias y logros observados.

5.1 CONCLUSIONES

Debido a la complejidad de los mecanismos de contacto, la investigación en este campo se encuentra lejos de una situación en la que el coeficiente de fricción o la velocidad de desgaste se puedan predecir para condiciones particulares de contacto basadas únicamente en análisis teóricos. O sea, se puede encontrar en varios artículos una indicación de cómo se comportará una superficie tratada, donde se describen mediciones experimentales de la fricción y desgaste del recubrimiento aplicado, pero debido a la escasa estandarización de los métodos tribológicos de prueba, no es sencillo encontrar resultados comparables con una serie de condiciones de contacto, porque las mediciones se realizaron con aparatos diferentes (acondicionados o comerciales), diferentes geometrías de contacto (diferentes diámetros de pista, diámetros de bola, materiales de bola, etc), diferentes parámetros de prueba (velocidades y temperaturas) y diferentes ambientes (diferentes humedades relativas). A pesar de lo anterior, basado en los resultados experimentales y las observaciones de los efectos encontrados, se pueden hilvanar las siguientes conclusiones para el presente estudio:

1. En contacto tribológico, existen al menos dos superficies interactuando con movimiento relativo.
2. Los fenómenos que se presentan en contacto se influyen considerablemente por la fuerza que presiona a las dos superficies. La fuerza normal y la forma de las superficies determinan la presión de contacto que produce una carga sobre ambas superficies. La fuerza friccional que resiste el movimiento es una carga tangencial adicional en el área de contacto.
3. Cuando el nivel del esfuerzo en el material excede un valor crítico que depende de dicho material, este cede y se presenta la fractura. La causa de la fractura puede ser esfuerzo ténsil o cortante. La propagación de la grieta hacia un área mayor de fractura resulta en liberación de material y la creación de partículas por desgaste.
4. En el material sin tratamiento superficial (4140), apenas transcurridos los 25 m de deslizamiento, la desfragmentación (*spallation*) comienza y en consecuencia el incremento de

μ con variaciones considerables debido a la fractura de asperezas por efecto de la carga normal y la fatiga que sufre el material en movimiento. La capacidad de carga es pobre dado que a los 300 m existen variaciones del coeficiente de fricción bastante considerables.

5. La capacidad de carga para el 4140 borurado es apenas de 55 m de deslizamiento con 10 N aplicados perpendicularmente a la superficie. También se puede considerar una capacidad de carga pobre dado que se presenta una adhesión total por los 40 m. Sin embargo, la capa borurada si presenta una alta microdureza.

5.2 RECOMENDACIONES

- ▶ Con la intención de identificar las capas compuestas que representan los principales productos del proceso, es necesario que la caracterización incluya microscopía de fuerza atómica, así como mediciones de la velocidad del desgaste (pérdida de volumen).
- ▶ Como en este trabajo no se realizó variación de temperatura para las condiciones de borurado, es importante realizar el proceso con al menos tres diferentes temperaturas de trabajo o tres diferentes tiempos de duración con el objeto de encontrar los parámetros óptimos y así contar con un proceso controlado.
- ▶ La experimentación de tribocorrosión es un campo para explorar con este tipo de tratamiento superficial.

REFERENCIAS

1. I. Campos, G.R., U. Figueroa, J. Martínez, O. Morales, Evaluation of Boron mobility on the phases FeB, Fe₂B and diffusion zone in AISI 1045 and M2 steels. *Applied Surface Science*, 2007. 253: p. 3469-3475.
2. Martini, C., et al., Sliding and abrasive wear behaviour of boride coatings. *Wear*, 2004. 256(6): p. 608-613.
3. Culha, O., et al., Characterization and determination of Fe₂B layers' mechanical properties. *Journal of Materials Processing Technology*, 2008. 206(1-3): p. 231-240.
4. Cutler, R.A., Engineering properties of borides. *Engineering Materials Handbook, Ceramic and Glasses*, ASM International, 1991. Vol. 4(Metals Park, OH, USA): p. 787-803.
5. Campos-Silva, I., et al., Characterization of AISI 4140 borided steels. *Applied Surface Science*, 2010. 256(8): p. 2372-2379.
6. E. Garcia-Bustos, M.A.F.-G., G.A. Rodríguez-Castro, O.A. Gómez-Vargas, E.A. Gallardo-Hernández, I. Campos-Silva, The wear resistance of boride layers measured by the four-ball test (In Press). *Surface and Coatings Technology*, 2012.
7. Keddad, M., et al., A simple model for the growth kinetics of Fe₂B iron boride on pure iron substrate. *Applied Surface Science*, 2010. 256(10): p. 3128-3132.
8. Fontaine, R.W., Solubility and Precipitation of Boron Nitride in Iron-Boron Alloys. *Trans. Met. Soc. AIME*, 1962. 224: p. 599-606.
9. Sinha, A.K., Boronizing, *ASM Handbook. J. Heat Treating*, 1991.
10. Brakman, C.M., A.W. Gommers, and E. Mittemeijer, Boriding of Fe and Fe-C, Fe-Cr, and Fe-Ni alloys: boride layer growth kinetics. *Journal of Materials Research*, 1989. 4: p. 1354-1370.
11. Holmberg, K. and A. Matthews, *Coatings Tribology: Properties, Mechanisms, Techniques and Applications in Surface Engineering*, 2nd. Ed. 2009, Amsterdam, Boston: Elsevier Science.
12. Jean, M.-D., B.-T. Lin, and J.-H. Chou, Design of a fuzzy logic approach for optimization reinforced zirconia depositions using plasma sprayings. *Surface and Coatings Technology*, 2006. 201(6): p. 3129-3138.
13. Lin, C.T. and C.S. Lee, *Neural fuzzy system: a neural-fuzzy synergism to intelligent systems*. 1996: Prentice Hall, Simon & Schuster.
14. Liao, H.-C., A data envelopment analysis method for optimizing multi-response problem with censored data in the Taguchi method. *Computers & Industrial Engineering*, 2004. 46(4): p. 817-835.
15. Fowlkes, W. and C. M. Creveling, *Engineering Methods for Robust Product Design : Using Taguchi Methods in Technology and Product Development / W.Y. Fowlkes, C.M. Creveling*. 2018.
16. Lee, B.Y. and Y.S. Tarn, Cutting-parameter selection for maximizing production rate or minimizing production cost in multistage turning operations. *Journal of Materials Processing Technology*, 2000. 105(1): p. 61-66.
17. Chiang, Y.-M. and H.-H. Hsieh, The use of the Taguchi method with grey relational analysis to optimize the thin-film sputtering process with multiple quality characteristic in color filter manufacturing. *Computers & Industrial Engineering*, 2009. 56(2): p. 648-661.
18. Mandal, D., S.K. Pal, and P. Saha, Modeling of electrical discharge machining process using back propagation neural network and multi-objective optimization using non-dominating sorting genetic algorithm-II. *Journal of Materials Processing Technology*, 2007. 186(1): p. 154-162.
19. Levine, R.I., D.E. Drang, and B. Edelson, *AI and expert systems: a comprehensive guide, C language*. 1990: McGraw-Hill Pub. Co.

20. Jinn-Tsong, T., C. Jyh-Horng, and L. Tung-Kuan, Tuning the structure and parameters of a neural network by using hybrid Taguchi-genetic algorithm. *IEEE Transactions on Neural Networks*, 2006. 17(1): p. 69-80.
21. Khalaj, G. and M.-J. Khalaj, Application of ANFIS for modeling of layer thickness of chromium carbonitride coating. *Neural Computing and Applications*, 2014. 24(3): p. 685-694.
22. Matuschka, A.v., *Boronizing 1980*, Universidad de Michigan, USA: Hanser.
23. J. Merced Martínez¹, M.V. , Alberto Arenas¹, Víctor H. Gutiérrez², y Ana M. Herrera¹, Energía de activación para la difusión del boro durante la borurización de un acero de bajo carbono. *Revista Iberoamericana de Ciencias*, 2016.
24. Martínez, P.F., *La tribología, ciencia y técnica para el mantenimiento*. 1996: Limusa.
25. Rabinowicz, E., *Friction and Wear of Materials*. Second edition., ed. J.W. Sons. 1995.
26. Fowlkes, W., *Engineering methods for robust product design using Taguchi methods in technology and product development*. 1 ed. 1995: Addison-Wesley Co.
27. Yang, Y.-S. and W. Huang, A grey-fuzzy Taguchi approach for optimizing multi-objective properties of zirconium-containing diamond-like carbon coatings. *Expert Systems with Applications*, 2012. 39(1): p. 743-750.
28. Romero, M.A., et al., Predicción y simulación, mediante lógica difusa, de la temperatura de salida del arrabio en un horno alto. *Revista de Metalurgia*, 2000. 36(1): p. 40-46.
29. M., E.S., *Desarrollo e Innovación en Ingeniería*. 2017, Medellín, Antioquia: Editorial Instituto Antioqueño de Investigación.
30. Nazari, A., A.A. Milani, and G. Khalaj, Modeling ductile to brittle transition temperature of functionally graded steels by ANFIS. *Applied Mathematical Modelling*, 2012. 36(8): p. 3903-3915.
31. Harry Chandler, *Hardness Testing*. United States of America : ISBN: 0-87170-640-7. 2004: ASM International.
32. *METALS HANDBOOK 9th, Friction, Lubrication and Wear Technology*. 1992, Ed. American Society for Metals International, vol. 18.
33. HOLMBERG, K.; MATTHEWS, A. *Coatings tribology, Properties, Techniques and Applications in Surface Engineering*. Ed. Elsevier Science B.V. Neth., 1998.
35. O. T. Inal and C. V. Robino, Structural characterization of some ion-nitrided steels. *Thin Solid Films*, 1982. 95(2): p. 195-207

Coloquio de Investigación Multidisciplinaria



VOLÚMEN 7 Núm.1 OCTUBRE 2019

Revista Periódica

latindex

JOURNAL CIM - REVISTA DIGITAL

ISSN: 2007 - 8102

DIFUSIÓN VÍA RED DE CÓMPUTO
<https://www.cim-tecnm.com/articulos>



EDUCACIÓN
SECRETARÍA DE EDUCACIÓN PÚBLICA

TECNOLÓGICO NACIONAL DE MEXICO



COLOQUIO DE INVESTIGACIÓN MULTIDISCIPLINARIA
JOURNAL CIM
Science, Technology and Educational Research

VOLUMEN 7, NÚMERO 1, OCTUBRE 2019

ISSN: 2007-8102

© D.R. Tecnológico Nacional de México /I.T. Orizaba
Av. Oriente 9 No. 852
C.P. 94320
Orizaba, Veracruz México
<http://www.cim-tecnm.com/journal-cim-open-access>
<http://www.itorizaba.edu.mx>

Coloquio de Investigación Multidisciplinaria, Vol. 7, Núm. 1, octubre 2019, es una publicación anual, publicada y editada por el Tecnológico Nacional de México dependiente de la Secretaría de Educación Pública, a través del Tecnológico Nacional de México /I.T. Orizaba, Arcos de Belén Núm. 79, Piso 3, Colonia Centro, Delegación Cuauhtémoc, C.P. 06010, Ciudad de México, Tel. 5536011000 Ext. 65064, d_vinculacion05@tecnm.mx. Editores Responsables M.C. Gabriela Cabrera Zepeda y Dr. Ignacio López Martínez. Reserva de derecho al Uso Exclusivo NO. 04 - 2013 - 093010380600 – 203, ISSN 2007-8102, ambos son otorgados por el Instituto Nacional del Derecho de Autor.

Responsables de la última actualización de este número M.C. Gabriela Cabrera Zepeda y Dr. Ignacio López Martínez, en la División de Estudios de Posgrado e Investigación del Tecnológico Nacional de México /I.T. Orizaba, Oriente 9, No. 852, Col. Emiliano Zapata, Orizaba Veracruz, México, C.P. 94320, Tel. 012727257056. Fecha de última modificación, 08 de noviembre del 2019.

Su objetivo principal es difundir resultados de proyectos de investigación de personal adscrito a diversas instituciones nacionales y extranjeras.

Para su publicación los artículos son sometidos a arbitraje, su contenido es de la exclusiva responsabilidad de los autores y no representa necesariamente el punto de vista de la Institución.



Revista Indexada en LATINDEX

INGENIERÍA MECÁNICA - MECATRÓNICA

- IM01 Análisis de vibración de conjunto estructural base para recolector de energía** 1053
Jorge Bedolla Hernández, Vicente Flores Lara, Marcos Bedolla Hernández, Dariusz Szwedowicz Wasik, Benjamín Ramírez Angulo.
- IM02 Diseño del eje para rotores largos del equipo de balanceo dinámico en cortadoras de mármol** 1061
Adolfo Manuel Morales Tassinari, Erik Daniel Coyac Báez, Oscar Eduardo Ramírez Mesinas.
- IM03 Obtención de la potencia de una turbina eólica de 5 MW mediante el método BEM.** 1069
Francisco Javier Santander Bastida, Vignaud Granados Alejo, Pedro Yáñez Contreras, Raúl Alvarado Almanza, Roberto Martín del Campo Vázquez.
- IM04 Optimización tribológica del recubrimiento H-DLC, utilizando el método gris-difuso** 1077
Edith Flores Vazquez, Jose Solis Romero, Víctor Augusto Castellanos Escamilla, Miguel Paredes Rueda.
- IM05 Análisis de falla en un horno rotatorio para fundición de plomo reciclado en México** 1085
Manuel Alejandro Parra Rangel, Argenis Emmanuel Rodríguez Mariano, Edgar Uriel Martínez Carmona, Ma. Guadalupe Sil Pérez.
- IM06 Análisis exergético de un GTCC en configuración 3-1 en condición operativa y de diseño.** 1093
Rodolfo Alberto Herrera Toledo, Guillermo Sánchez Liévano, Rafael Sánchez Dirzo
- IM07 Análisis experimental del sistema generador de vapor para una turbina no convencional.** 1101
José Ignacio Rojano Merchant, Luis Gabriel Cortés Rodríguez, Jorge Bedolla Hernández and Marcos Bedolla Hernández.
- IM08 Algoritmo de reconstrucción 3D implementado Raspberry-Pi 3** 1108
Enrique Alejandro Cuellar Cortes, Yael Antonio Vazquez Beltrán, Jose Rubiel Hernandez Gutierrez, Jonathan Posada Gómez.
- IM09 Evaluación de la Resistencia a la Polarización lineal, en capas FeB [y Fe] _2 B depositadas en acero AISI H13 con temple, empleando un electrolito tipo lluvia ácida.** 1116
Rosalía Trujillo Sánchez, Victor Augusto Castellanos Escamilla, Mariana Bárcenas Castañeda, Oscar Armando Gómez Vargas, José Solís Romero.
- IM10 Análisis de calidad en el proceso de engargolado lineal** 1124
Pablo Alberto Limon Leyva, Rafael Alfonso Figueroa Díaz, Ismael Murillo Verduzco, Manuel Herrera Sarellano, José Manuel Campoy Salguero.

Optimización tribológica del recubrimiento H-DLC, utilizando el método gris-difuso

E. Flores Vázquez, J. Solís Romero*, V.A. Castellanos Escamilla, M. Paredes Rueda

Instituto Tecnológico de Tlalnepantla del TecNM; División de Estudios de Posgrado e Investigación;
Av. Constituyentes de 1917, Col. la Comunidad, Tlalnepantla de Baz, Estado de México. C.P. 54070;
*jsolis@ittla.edu.mx

Área de participación: Ingeniería Mecánica y Mecatrónica

Resumen

Se realiza la evaluación tribológica de un recubrimiento carbón hidrogenado quasi-diamante (H-DLC). La película con 3 micras de espesor se depositó sobre el acero API_X65, por deposición química de vapores. La caracterización de las películas se realizó con nano-indentación, rugosidad superficial, prueba de rayado, Raman, microscopía de fuerza atómica y de barrido. El análisis tribológico se realizó en términos de fricción y desgaste por medio de deslizamiento continuo bajo condiciones secas, basado en un diseño de experimentos ortogonal L_{16} con carga aplicada, velocidad de deslizamiento, y tiempo de deslizamiento, como los factores de control con cuatro niveles cada uno. Las pruebas se llevaron a cabo utilizando un tribómetro del tipo bola-sobre-placa. Adicionalmente, los resultados experimentales se analizaron con el enfoque gris-difuso y redes neuronales (ANFIS) para alcanzar las condiciones óptimas de fricción y desgaste. La combinación óptima se obtiene con los niveles más bajos de los tres factores de control.

Palabras clave: Carbón hidrogenado quasi-diamante (H-DLC), acero API X65, fricción-desgaste, lógica difusa.

Abstract

A tribological assessment of the thin film hydrogenated diamond-like Carbon (H-DLC) was carried out. The 3-micron film was deposited on the API X65 steel, through the enhanced chemical vapor deposition process. The coatings were characterised by means of nano-indentation, surface roughness, scratch testing, Raman, atomic force and scanning electron microscopy. The tribological analysis was performed in terms of friction and wear under dry conditions. The pin-on-plate methodology was utilised for the tribological tests. All tests were based on a L_{16} orthogonal design of experiments utilising an applied load, sliding distance and time of sliding as the main control factors with four levels each. In addition, experimental results were further analysed to get optimum wear and friction characteristics simultaneously using grey-fuzzy and adaptive neural network approaches.

Keywords: Diamond like-carbon (H-DLC), API X65 steel, friction-wear, fuzzy logic.

Introducción

La deposición de recubrimientos cerámicos y en particular, los revestimientos de carbón como si fuera diamante (DLC por sus siglas en inglés) pueden ser candidatos para proteger el acero al carbón que se utiliza en equipo crítico para la transportación de petróleo y el cual necesita preservar su integridad estructural. Ejemplos de este tipo de componentes se tienen las válvulas check submarinas, pistones y bombas. Los recubrimientos carbonosos podrían mejorar el acarreo de petróleo vía la reducción de la fricción, desgaste y erosión-corrosión en el interior de las tuberías y sus componentes.

En la actualidad, de entre los métodos más utilizados para evitar la corrosión interna son los inhibidores, debido al hecho de que promueven la adsorción de la película corrosiva sobre la superficie, y como resultado, se mejora la resistencia a la corrosión al formarse una capa protectora compacta (Hu and Neville 2009, Manhabosco and Müller 2009, Barker, Hu et al. 2013). Sin embargo, hay un

número de condiciones que pueden afectar la eficiencia de estos inhibidores, tales como, el fluido (composición, temperatura, velocidades de flujo, presión del gas CO₂, humectabilidad del fluido, densidad, y los tipos de crudo), partículas sólidas (contenido de arena, tamaño, ángulo de ataque de las partículas, densidad y velocidad) y el acero (dureza, microestructura, resistencia, ductilidad y tenacidad) (Hu and Neville 2009, Barker, Hu et al. 2013). Debido a esto, los recubrimientos DLC's se podrían aplicar en partes interiores de las líneas de tubería para mejorar la resistencia tanto al desgaste como a la corrosión para componentes que tienen que ver con la industria petrolera y de gas (Wei 2010, Wang, Zhang et al. 2014).

Al respecto, el proceso tecnológico para la deposición química de vapores con plasma mejorado (PECVD por sus siglas en inglés) es una opción particularmente favorable para crear una barrera interna contra la corrosión en un acero al carbón para evitar la precipitación de escamas salinas. Esto podría llevarse a cabo dadas las propiedades de las películas DLC, como la amorficidad y la estructura inerte, la hidrofobia, bajo coeficiente de fricción (CoF), alta resistencia a la corrosión, alta dureza, alto módulo de Young y buena resistencia al desgaste/abrasión (Papakonstantinou, Zhao et al. 2002, Liu and Kwek 2008). Aunque, los estudios que se encuentran publicados en la literatura generalmente se asocian con defectos y microestructura de los recubrimientos DLC, y tan solo unos cuantos artículos se refieren a la resistencia a la corrosión con los DLC's (Hadinata, Lee et al. 2013).

Por su parte, en un proceso tribológico, los parámetros de control con sus niveles, así como todos los efectos inducidos deben controlarse a fin de lograr un beneficio en términos de resistencia al desgaste y coeficiente de fricción. Por lo tanto, el desarrollo de un método rápido y eficiente para optimizar dicho proceso es una importante contribución en la presente área de estudio. Bajo este contexto, el diseño de experimentos (DoE) está considerado como una herramienta consolidada para resolver problemas relacionados con la elección de los parámetros óptimos de procesamiento (Humberto and Román 2012). El DoE emplea diseños ortogonales para examinar las características de calidad por medio de un número reducido de experimentos. Sin embargo, esta técnica está limitada cuando se trata del tratamiento de problemas multi-respuesta (Jean 2015). Para contrarrestar lo anterior, la técnica de gris difuso tiene la capacidad de trabajar con diversas entradas, como, por ejemplo, características funcionales de procesos, para eventualmente convertir el comportamiento múltiple en un solo grado multi-respuesta.

En el presente estudio se investiga el comportamiento por fricción y desgaste en seco y a temperatura ambiente del acero API X65 con modificación superficial por deposición de película delgada H-DLC, y se aplica la metodología gris-difuso para obtener la combinación óptima de los parámetros de prueba tribológicos que resulten con características de mínima fricción y desgaste.

Materiales y métodos

Material y deposición

Los recubrimientos H-DLC bajo estudio se depositaron sobre discos de acero al carbón API X65 con dimensiones 25 mm de diámetro y 6 mm de espesor. Este material ferroso tiene un contenido químico que se presenta en la tabla 1.

Tabla 1. Composición química del acero API X65 (ASM 2017) (% en peso)

| C | Si | Mn | P | S | Cr | Mo | Cu | Al | Ti | V | B | N |
|-----------|-----------|-----------|--------|--------|------|-----------|-------|-------------|-------|-----------|---------|--------|
| 0.10-0.14 | 0.15-0.25 | 1.25-1.40 | <0.025 | <0.003 | 0.15 | 0.15-0.20 | <0.20 | 0.015-0.025 | <0.05 | 0.05-0.07 | <0.0005 | <0.015 |

El acero se limpió con plasma y gas Ar⁺ utilizando bias pulsado con corriente directa antes de la deposición de la capa de adherencia. El recubrimiento se depositó mediante deposición química de vapores con plasma mejorado y excitación por microondas (PECVD). El gas fue C₂H₂ a una presión de 0.3 Pa. Se depositó en forma continua que incluyó una capa de adherencia de cromo Cr (por pulverizado magnético de corriente continua) con un espesor dentro del rango 0.45-0.56 µm, seguido por una capa intermedia de carburo de tungsteno WC también en un rango de 0.375-0.4 µm y la capa superficial de carbón C de 1.25-1.5 µm. El espesor total del recubrimiento osciló entre 2.5 a 3 µm. El espesor total de los recubrimientos se realizó mediante la prueba rápida de Calotest. El procedimiento

tecnológico es la realización de un pequeño cráter en el revestimiento utilizando una bola de geometría conocida produciendo una sección cónica en la película al visualizarla en un microscopio óptico, como se muestra esquemáticamente en la Figura 1(c). En la Figura 1(a) se muestra la colocación de una bola de acero inoxidable de 0.02 m de diámetro que gira deslizándose sobre el DLC. En la Figura 1(b) se pueden observar las dimensiones necesarias para determinar el espesor de dicho revestimiento. La velocidad de deposición se realizó aproximadamente a $0.8 \mu\text{m min}^{-1}$. El tiempo de deposición fue de 126 min. para las intercapas y 138 min. para la película DLC. El contenido de hidrógeno se aproximó a 20-40 %. El acero base se mantuvo menos de 200 °C.

La relación matemática está dada por: $\text{espesor} = \frac{xy}{2R}$, por lo que, utilizando los valores de la Figura 1

$$(c), \text{ se tiene que } = \frac{(157.627 \mu\text{m})(427.374 \mu\text{m})}{0.02 \times 10^6 \mu\text{m}} = 3.3 \mu\text{m}$$

Sin embargo, el espesor de las capas de adhesión (intermedias) de Cr/WC no se puede determinar con el método Calotest. Para encontrar los valores de estos espesores, se utilizó microscopía de barrido (SEM) al igual que el espectro del EDS en las secciones transversales.

Microestructura

La topología superficial antes y después de las pruebas tribológicas (dentro y fuera de las huellas de desgaste) se analizó por medio de la microscopía de fuerza atómica (AFM). Para caracterizar la estructura de enlaces de las películas DLC se utilizó el Raman. Para la caracterización se utilizaron los modos estático y extendido para detectar la formación de los picos de carbón (picos desordenado D y grafito amorfo G), ambos para la estructura del recubrimiento antes y después de las pruebas de desgaste. Todas las mediciones se llevaron a cabo en aire y a temperatura ambiente ($20 \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$), 35-50 % de humedad relativa (RH) y con una longitud de onda del láser de 488 nm con 2mW de potencia. La relación I_D/I_G se consideró como un indicador de la estructura de carbón sp^2/sp^3 . El ajuste de curva se realizó considerando la restricción ancho-total a máximo-mitad (FWMH por sus siglas en inglés).

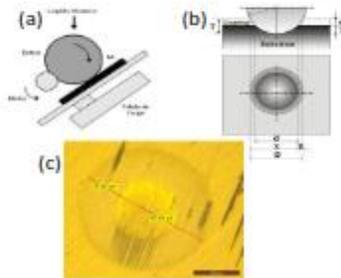


Figura 1. (a) Representación esquemática de la prueba Calotest para la medición rápida y precisa del espesor del recubrimiento, (b) Geometría del cráter que se forma y las dimensiones requeridas para la determinación del espesor, (c) cráter formado en el H-DLC

Caracterización mecánica

La resistencia adhesiva del recubrimiento se midió utilizando un aparato comercial tipo Scratch tester. Las pruebas se realizaron empleando cargas progresivas desde 0.1 hasta 80 N con una velocidad de carga de 100 N/min y una longitud de rayado de 8mm en condición seca. Las pruebas tribológicas para el H-DLC se llevaron a cabo en seco con un tribómetro del tipo bola-sobre-placa (Figura 2). El rango de presión de contacto máxima aplicada es de 190 MPa por un tiempo de 6 hrs., a una frecuencia de 1 Hz y diferentes velocidades con una longitud de deslizamiento de 10 mm (carrera). Las presiones de contacto se definieron con estas magnitudes para simular condiciones reales a las cuales están sujetos los componentes de petróleo y gas (por ejemplo, líneas de tubería para transporte de fluidos). Las pruebas se realizaron a temperatura ambiente de 18-23 °C bajo condiciones secas y con humedad relativa de aproximadamente 25%.

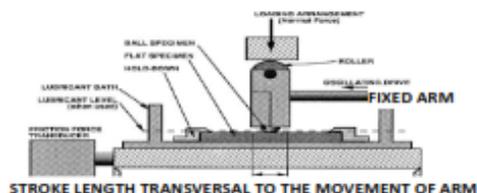


Figura 2. Representación esquemática del arreglo bola sobre placa para los experimentos tribológicos. Adaptada de la especificación ASTM G133-05 (2010).

Elección de parámetros para el proceso de optimización

En la literatura se muestra que los parámetros, carga (P), velocidad (V) y tiempo (T) son los que se utilizan con mayor frecuencia por los investigadores para controlar el comportamiento tribológico de los recubrimientos H-DLC. En el presente estudio se consideraron cuatro niveles de prueba. El nivel de en medio se consideró como la condición inicial. Todos los factores junto con sus niveles se muestran en la tabla 2. Las variables de respuesta son los parámetros de salida del experimento. Aquí, los parámetros de salida son el desgaste y el coeficiente de fricción.

Tabla 2. Factores y sus respectivos niveles de control.

| | FACTORES | Unidad | Niveles | | | |
|---|---------------|------------------|---------|---------|---------|---------|
| | | | 1 | 2 | 3 | 4 |
| A | Presión (P) | MPa(N) | 110(10) | 140(20) | 160(30) | 190(50) |
| B | Velocidad (V) | ms ⁻¹ | 0.07 | 0.08 | 0.09 | 0.1 |
| C | Distancia (S) | m | 900 | 1500 | 1800 | 2130 |

Diseño del experimento

Basándose en los diferentes factores y niveles, en el presente trabajo se utilizó un arreglo ortogonal L₁₆ para estudiar el efecto de los tres parámetros de prueba. El arreglo junto con sus designaciones se muestra en la tabla 3.

Tabla 3. Arreglo ortogonal con los parámetros de prueba

| NÚM. EXP. | ARREGLO ORTOGONAL L ₁₆ | | | VALORES ASIGNADOS | | |
|-----------|-----------------------------------|---|---|-------------------|------|------|
| | A | B | C | P | V | S |
| 1 | 1 | 1 | 1 | 110 | 0.07 | 900 |
| 2 | 1 | 2 | 2 | 110 | 0.08 | 1500 |
| 3 | 1 | 3 | 3 | 110 | 0.09 | 1800 |
| 4 | 1 | 4 | 4 | 110 | 0.1 | 2130 |
| 5 | 2 | 1 | 2 | 140 | 0.07 | 1500 |
| 6 | 2 | 2 | 1 | 140 | 0.08 | 900 |
| 7 | 2 | 3 | 4 | 140 | 0.09 | 2130 |
| 8 | 2 | 4 | 3 | 140 | 0.1 | 1800 |
| 9 | 3 | 1 | 3 | 160 | 0.07 | 1800 |
| 10 | 3 | 2 | 4 | 160 | 0.08 | 2130 |
| 11 | 3 | 3 | 1 | 160 | 0.09 | 900 |
| 12 | 3 | 4 | 2 | 160 | 0.1 | 1500 |
| 13 | 4 | 1 | 4 | 190 | 0.07 | 2130 |
| 14 | 4 | 2 | 3 | 190 | 0.08 | 1800 |
| 15 | 4 | 3 | 2 | 190 | 0.09 | 1500 |
| 16 | 4 | 4 | 1 | 190 | 0.1 | 900 |

Análisis gris-difuso

Para evitar la influencia de las unidades de las características funcionales utilizadas en el desgaste y la fricción, se normalizan entre 0-1, en el cual 0 es el peor rendimiento y 1 es el mejor. Los coeficientes determinados de gris relacionado (se calculan con las ecs. 1 y 2 vinculadas con el criterio "entre más bajo mejor") son entonces los valores de entrada para el proceso "fusificación" en lógica difusa.

$$x_i^*(k) = \frac{\max x_i(k) - x_i(k)}{\max x_i(k) - \min x_i(k)} \quad (1)$$

Donde, $x_i^*(k)$ es el valor generado de grey relacionado, mientras que $\max x_i(k)$ y $\min x_i(k)$ son los valores máximo y mínimo de $x_i(k)$ para la respuesta k^{th} , respectivamente.

$$\xi_i(k) = \frac{\Delta_{\min} + r\Delta_{\max}}{\Delta_{oi}(k) + r\Delta_{\max}} \quad (2)$$

Donde $\Delta_{oi}(k) = \|x_i(k) - x_i^*(k)\|$ es la diferencia absoluta de los valores de la secuencia generados y experimentales. Δ_{\max} y Δ_{\min} son los valores máximo y mínimo de las diferencias absolutas $\Delta_{oi}(k)$ de todas las secuencias comparadas. En la ec. (2), el término r es el coeficiente distintivo que se utiliza para ajustar la diferencia del coeficiente relacionado, generalmente $r \in (0,1)$ (Deng 1989). Entre más bajo el valor de r , más alta la habilidad de distinción. En este trabajo, se le asignó a r el valor de 0.5 por su moderado efecto distintivo y buena estabilidad de las salidas. Los valores de los coeficientes calculados se muestran en la tabla 4.

Tabla 4. Análisis gris relacionado.

| Valores experimentales | | Valores normalizados | | Valores \otimes_{oi} | | Coeficientes grey (GRC) | |
|------------------------|---------|----------------------|------------|------------------------|-----------|-------------------------|------------|
| Desgaste | COF | Desgaste | COF | Desgaste | COF | Desgaste | COF |
| 12.285 | 0.23447 | 0.1058630 | 0 | 0.8141369 | 1 | 0.3804776 | 0.3333333 |
| 13.396 | 0.21356 | 0.0735160 | 0.19353344 | 0.9264639 | 0.8064666 | 0.3505121 | 0.30271167 |
| 13.877 | 0.20406 | 0.0248761 | 0.28173059 | 0.9751238 | 0.7182694 | 0.3389545 | 0.41041825 |
| 14.123 | 0.21354 | 0 | 0.19390402 | 1 | 0.8060959 | 0.3333333 | 0.36262026 |
| 7.941 | 0.19609 | 0.6251390 | 0.35556791 | 0.3748669 | 0.6444320 | 0.5715193 | 0.43669792 |
| 6.736 | 0.21873 | 0.7467893 | 0.14582175 | 0.2532106 | 0.8541782 | 0.6638249 | 0.36922761 |
| 9.393 | 0.18488 | 0.4783092 | 0.4594219 | 0.5216907 | 0.5405781 | 0.4893848 | 0.48050214 |
| 8.369 | 0.20264 | 0.5818586 | 0.29488605 | 0.4181413 | 0.7051139 | 0.5445704 | 0.41489852 |
| 7.912 | 0.17401 | 0.6280715 | 0.560126 | 0.3719284 | 0.439874 | 0.5734415 | 0.5319862 |
| 7.824 | 0.17409 | 0.6389703 | 0.55938484 | 0.3630296 | 0.4406151 | 0.5793543 | 0.53156702 |
| 5.85 | 0.18886 | 0.8365861 | 0.42421716 | 0.1634138 | 0.5757828 | 0.7536773 | 0.46477782 |
| 7.767 | 0.17525 | 0.6407119 | 0.54863813 | 0.3592881 | 0.4513618 | 0.5818770 | 0.52556237 |
| 5.634 | 0.14 | 0.8584285 | 0.87520845 | 0.1415714 | 0.1247915 | 0.7793364 | 0.8002669 |
| 5.211 | 0.13442 | 0.9012033 | 0.92690384 | 0.0987966 | 0.0730961 | 0.8350080 | 0.87245393 |
| 4.676 | 0.12653 | 0.9551016 | 1 | 0.0448983 | 0 | 0.9176023 | 1 |
| 4.234 | 0.12651 | 1 | 0.99740597 | 0 | 0.0025940 | 1 | 0.99483871 |

En el fusificador se convierten los datos numéricos (nitidos) en variables lingüísticas, las cuales se pueden ver como si fueran las etiquetas de conjuntos difusos. Las funciones de membresía que se eligieron fueron de la forma triangular. Los conjuntos de los términos lingüísticos que se asignaron a las variables fueron muy pequeño, pequeño, medio, grande y muy grande. Se utilizaron un total de 25 reglas, mismas que se agrupan en la tabla 5. Se utilizó el método de Mamdani en la máquina de inferencia, la cual se basa en la colección de reglas IF-THEN.

Tabla 5. Reglas difusas en forma matricial.

| | | Coeficientes de gris relacionado para el coeficiente de fricción | | | | |
|--|-----|--|-----|----|----|----|
| | | V/S | S | M | L | VL |
| Coeficientes de gris relacionado para desgaste | V/S | T | V/S | S | SM | M |
| | S | V/S | S | SM | M | ML |
| | M | S | SM | M | ML | L |
| | L | SM | M | ML | L | VL |
| | VL | M | ML | L | VL | H |

El software comercial Matlab® se utilizó para el procesamiento de los coeficientes gris de cada salida. El editor del sistema de inferencia difuso de la plataforma Matlab permite editar las formas de las funciones de membresía de entrada y de salida (Figura 3), así como escribir las reglas que contendrá el sistema y calcula el valor de la salida, dependiendo de los valores de entrada. La salida del grado difuso gris se dividió en 9 funciones de membresía, es decir, extremo pequeña (T), muy pequeña (VS), pequeña (S), pequeña media (SM), media (M), media grande (ML), grande (L), muy grande (VL), alta (H). La representación gráfica se muestra en la Figura 4.

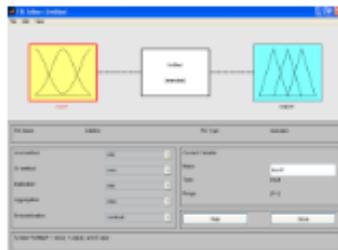


Figura 3. Herramienta de lógica difusa del software comercial Matlab®.

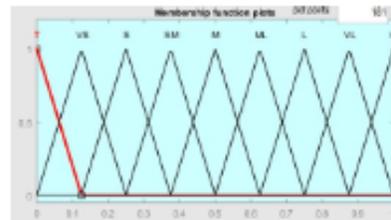


Figura 4. Funciones de pertenencia para la salida.

Los valores del grado gris relacionado difuso (GFG) se obtienen cuando se va introduciendo cada uno de los coeficientes gris para desgaste y COF en el sistema de inferencia difuso del Matlab. El valor *crisp* o defusificado, entre más grande es el valor que resulta de GFG para un experimento, más alta es la posibilidad de que el experimento sea el óptimo.

Resultados y discusión

Caracterización microestructural

Por otro lado, para identificar la estructura de grafito y diamante de las películas DLC se empleó la espectroscopia Raman. De acuerdo con los reportes en la literatura (Pang, Wang et al. 2010), la estructura con enlaces C-C, siendo la como si fuera diamante (sp^3 - banda D) se observa en el rango de 1200-1450 cm^{-1} y la estructura como si fuera grafito (sp^2 - banda G) por los 1500-1700 cm^{-1} . En la Figura 5 se presenta el espectro del revestimiento H-DLC, en donde se debe notar a las bandas D y G, relacionadas con la estructura grafitica y como si fuera diamante. El espectro de la película DLC hidrogenado muestra dos bandas, la D y la G con picos (Raman shifts) de 1365 cm^{-1} y 1549 cm^{-1} , respectivamente.

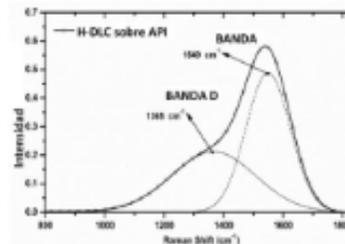


Figura 5. Espectro Raman del H-DLC antes de las pruebas de desgaste.

Para encontrar los valores de los espesores de las capas intermedias, se utilizó (SEM) al igual que el espectro del EDS. La película H-DLC exhibió una superficie compuesta de hierro (el acero al carbón), las capas de adhesión de Cr (2.2 μm) y W (1.4 μm) y la capa final de H-DLC (2.7 μm).

Caracterización mecánica

Las pruebas de adherencia (scratch) sobre el H-DLC revelaron buena adhesión sobre el acero al carbón hasta una carga crítica de 22.99 N de la carga incremental (~2.3 mm de profundidad del surco) sin un signo de agrietamiento. De las tendencias observadas, se puede considerar una carga crítica de 50 N para el revestimiento DLC hidrogenado sin que se presente fractura interfacial o falla adhesiva.

Para la situación de fricción y desgaste, al comienzo de la prueba (running-in), el CoF para las presiones ejercidas de 110 y 140 MPa se incrementó progresivamente con el incremento de la distancia de deslizamiento hasta que alcanzó un valor promedio superior de $\mu_{110} = 0.22$ y $\mu_{140} = 0.225$, para luego descender ligeramente hasta que se alcanza aproximadamente una estabilidad con valores promedio de $\mu_{110} = 0.21$ y $\mu_{140} = 0.20$, como se puede ver en la Figura 6. El incremento inicial que se

observa para el CoF se atribuye a la rugosidad que presenta la superficie revestida y, por tanto, al área de contacto reducida entre las interfaces (contracara-H-DLC). La ligera tendencia a la baja del CoF se vincula, por un lado, a la baja magnitud de la carga normal aplicada, la cual produce una cierta cantidad de fricción inducida por calentamiento localizado y que funde las asperezas en el contacto, lo que puede generar lenta pero progresivamente una capa de transferencia amorfa capaz de contribuir en la reducción del CoF (Liu, Erdemir et al. 1996).

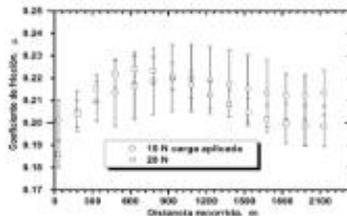


Figura 6 Evolución del coeficiente de fricción para el recubrimiento H-DLC con presión máx. aplicada de 150 MPa durante 6 h en condiciones secas.

Para las cargas de 30 a 50 N (160 a 190 MPa), la presión de contacto es más alta y la temperatura entre el perno y el recubrimiento se eleva debido a las fuerzas de empuje que son más grandes, y así, las asperezas rugosas se deforman

plásticamente con doblez y estampados dando como resultado el desarrollo de una tribocapa lubrica como si fuera grafito. Adicionalmente, cuando se aplican cargas más altas sobre la superficie del recubrimiento, se reporta en la literatura que el auto alineamiento de la tribocapa grafitizada/amorfinizada y la pasivación efectiva de los enlaces sueltos por los átomos de hidrógeno y/o moléculas en el medio ambiente contribuye a la reducción del CoF (Liu, Erdemir et al. 1996, Lin, Wei et al. 2004).

Optimización

Gris relacionado difuso

En la tabla 6 se concentran los valores GFG determinados por cada uno de los coeficientes gris relacionado de las dos propiedades funcionales. El valor más alto se resultó en 0.956 que corresponde al experimento 16. Esta es la combinación de los factores tribológicos y sus niveles óptimos.

Tabla 6. Grado gris difuso Se muestra el arreglo ortogonal de Taguchi para determinar el efecto individual que tienen los factores de control.

| Exp. | GFG | Arreglo ortogonal | | | Exp. | GFG | Arreglo ortogonal | | |
|------|-------|-------------------|---|---|------|-------|-------------------|---|---|
| | | A | B | C | | | A | B | C |
| 1 | 0.303 | 1 | 1 | 1 | 9 | 0.500 | 3 | 1 | 3 |
| 2 | 0.37 | 1 | 2 | 2 | 10 | 0.508 | 3 | 2 | 4 |
| 3 | 0.375 | 1 | 3 | 3 | 11 | 0.605 | 3 | 3 | 1 |
| 4 | 0.303 | 1 | 4 | 4 | 12 | 0.505 | 3 | 4 | 2 |
| 5 | 0.503 | 2 | 1 | 2 | 13 | 0.782 | 4 | 1 | 4 |
| 6 | 0.511 | 2 | 2 | 1 | 14 | 0.821 | 4 | 2 | 3 |
| 7 | 0.475 | 2 | 3 | 4 | 15 | 0.907 | 4 | 3 | 2 |
| 8 | 0.482 | 2 | 4 | 3 | 16 | 0.956 | 4 | 4 | 1 |

Los promedios del gris relacionado de cada nivel para los diferentes factores de control están dados en la tabla 7. Ahí se exhiben valores Δ (máx.-mín.), cuyo número más alto es indicativo del nivel de significancia de un factor en particular. El grado de significancia de cada parámetro sobre los efectos tribológicos, se muestra en la gráfica de la Figura 7. En este caso, inmediatamente se puede deducir que la presión aplicada (carga) tiene la contribución más alta, seguida por la distancia de deslizamiento y al final la velocidad lineal. De acuerdo con la gráfica, la combinación óptima de parámetros, señalada por las flechas, corresponde a A4, B4 y C1, es decir, observando la Tabla 2, presión (A4)= 190 MPa (50 N), Velocidad (B4) = 0.1 ms⁻¹ y distancia de deslizamiento (C1) = 900 m.

Tabla 7. Promedio por factor, de acuerdo con el arreglo ortogonal.

| FACTOR | NIVEL | PROMEDIOS GFGs | | | | Δ | ÓPTIMO |
|--------|-----------|----------------|---------|---------|---------|-------|--------|
| | | NIVEL 1 | NIVEL 2 | NIVEL 3 | NIVEL 4 | | |
| A | Presión | 0.308 | 0.493 | 0.570 | 0.807 | 0.308 | A4 |
| B | Velocidad | 0.534 | 0.568 | 0.591 | 0.592 | 0.534 | B4 |
| C | Distancia | 0.609 | 0.586 | 0.561 | 0.547 | 0.609 | C1 |

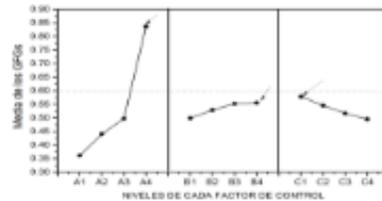


Figura 7. Factores de control y sus respectivos niveles óptimos.

Conclusiones

- Los análisis SEM mostraron que el revestimiento H-DLC presentó daño como producto de la prueba por desgaste en la condición seca cuando se aplicó una presión máxima de 400 MPa.
- El H-DLC es un excelente candidato para el transporte de petróleo debido a la reducción del coeficiente de fricción, desgaste y corrosión en el interior de componentes. El H-DLC proporcionó un mejoramiento en relación con la integridad contra el acero al carbono debido a que presentó buenos resultados en las pruebas de desgaste en ambientes secos.
- Los coeficientes de gris relacionado se utilizaron como variables de entrada para determinar los grados difusos de gris relacionado, a través de la lógica difusa. Utilizando la herramienta de lógica difusa dentro del ambiente Matlab, se determinaron los grados difusos grises. Los parámetros de control óptimos para minimizar tanto el desgaste como el coeficiente de fricción fueron: Presión (A4) = 190 MPa (50 N), Velocidad (B4) = 0.1 ms⁻¹ y Distancia de deslizamiento (C1) = 900 m.

Referencias

1. ASM (2017). *ASM Handbook, Volume 18: Friction, Lubrication, and Wear Technology*.
2. Barker, R., et al. (2013). "The influence of high shear and sand impingement on preferential weld corrosion of carbon steel pipework in CO₂-saturated environments." *Tribology International* **68**: 17-25.
3. Costa, R. P. C., et al. (2011). "Tribological effect of iron oxide residual on the DLC film surface under seawater and saline solutions." *Surface Science* **605**(7-8): 783-787.
4. Deng, J. L. (1989). "Introduction to grey system theory." *The Journal of Grey System* **1**(1): 1-24.
5. Hadinata, S.-S., et al. (2013). "Electrochemical performances of diamond-like carbon coatings on carbon steel, stainless steel, and brass." *Thin Solid Films* **529**: 412-416.
6. Hu, X. and A. Neville (2009). "CO₂ erosion-corrosion of pipeline steel (API X65) in oil and gas conditions—A systematic approach." *Wear* **267**(11): 2027-2032.
7. Humberto, G. P. and D. L. V. S. Román (2012). *Análisis y Diseño de Experimentos*, McGraw-Hill Interamericana de España.
8. Jean, M.-D. (2015). "Optimisation of tribological performance of sputtering Zr/ZrC coatings." *Surface Engineering* **31**(2): 103-113.
9. Kim, D.-W. and K.-W. Kim (2013). "Effects of sliding velocity and normal load on friction and wear characteristics of multi-layered diamond-like carbon (DLC) coating prepared by reactive sputtering." *Wear* **297**(1-2): 722-730.
10. Lin, J. F., et al. (2004). "Effect of nitrogen content at coating film and film thickness on nanohardness and Young's modulus of hydrogenated carbon films." *Diamond and Related Materials* **13**(1): 42-53.
11. Liu, E. and H. W. Kwek (2008). "Electrochemical performance of diamond-like carbon thin films." *Thin Solid Films* **516**(16): 5201-5205.
12. Liu, Y., et al. (1996). "An investigation of the relationship between graphitization and frictional behavior of DLC coatings." *Surface and Coatings Technology* **86-87, Part 2**: 564-568.
13. Liu, Y., et al. (1996). "A study of the wear mechanism of diamond-like carbon films." *Surface and Coatings Technology* **82**(1-2): 48-56.
14. Manhabosco, T. M., et al. (2013). "Corrosion, wear and wear-corrosion behavior of graphite-like a-C:H films deposited on bare and nitrided titanium alloy." *Diamond and Related Materials* **31**: 58-64.
15. Manhabosco, T. M. and I. L. Müller (2009). "Tribocorrosion of Diamond-Like Carbon Deposited on Ti6Al4V." *Tribology Letters* **34**(3): 229-229.
16. Pang, H., et al. (2010). "Characterization of diamond-like carbon films by SEM, XRD and Raman spectroscopy." *Applied Surface Science* **256**(21): 6403-6407.
17. Papakonstantinou, P., et al. (2002). "The effects of Si incorporation on the electrochemical and nanomechanical properties of DLC thin films." *Diamond and Related Materials* **11**(3-6): 1074-1080.
18. Wang, Z. M., et al. (2014). "Corrosion and salt scale resistance of multilayered diamond-like carbon film in CO₂ saturated solutions." *Corrosion Science* **86**: 261-267.
19. Wei, R. (2010). "Development of new technologies and practical applications of plasma immersion ion deposition (PIID)." *Surface and Coatings Technology* **204**(18-19): 2869-2874.