

**TRABAJO ESPECIAL DE GRADO.**

**“ESTUDIO DE LA FACTIBILIDAD TÉCNICA PARA LA  
SUSTITUCIÓN DE HERRAMIENTAS DE PDC/WC-Co POR  
INSERTOS DE HSS NITRURADO IONICAMENTE Y  
RECUBIERTO CON PELÍCULA DE DLC”**

Presentado ante la Ilustre  
Universidad Central de Venezuela  
Por los Brs. Azuaje U., Leoner J.  
Rondón V., Luis J.  
Para optar al Título de  
Ingeniero Mecánico

Caracas, 2007

**TRABAJO ESPECIAL DE GRADO.**

**“ESTUDIO DE LA FACTIBILIDAD TÉCNICA PARA LA  
SUSTITUCIÓN DE HERRAMIENTAS DE PDC/WC-Co POR  
INSERTOS DE HSS NITRURADO IONICAMENTE Y  
RECUBIERTO CON PELÍCULA DE DLC”**

TUTOR ACADÉMICO: Prof. Crisanto Villalobos.

Presentado ante la Ilustre  
Universidad Central de Venezuela  
Por los Brs. Azuaje U., Leoner J.  
Rondón V., Luis J.  
Para optar al Título de  
Ingeniero Mecánico

Caracas, 2007

Caracas, Noviembre de 2007

## ACTA

Los abajo firmantes miembros del jurado designado por el consejo de escuela de ingeniería mecánica, para evaluar el trabajo especial de grado presentado por los bachilleres Azuaje U. Leoner J., y Rondon V., Luis J. titulado:

**“ESTUDIO DE LA FACTIBILIDAD TÉCNICA PARA LA  
SUSTITUCIÓN DE HERRAMIENTAS DE PDC/WC-Co POR  
INSERTOS DE HSS NITRURADO IÓNICAMENTE Y  
RECUBIERTO POR PELÍCULA DE DLC ”**

Consideran que el mismo cumple con los requisitos exigidos por el plan de estudio conducente al Título de Ingeniero Mecánico.



Prof. María Prato  
Jurado



Prof. Crisanto Villalobos  
Tutor



Prof. عثمان Falcón  
Jurado

**DEDICATORIA**

**A** mi madre y mi padre quienes me apoyaron, formaron y alumbraron el camino que hoy me condujo a este destino.

A Dios todo poderoso por haberme permitido cumplir este gran logro.

A mis hermanos quienes me acompañaron a los inicios de mi formación y compañeros a lo largo de mi vida.

A mis amigos que compartieron todas mis vivencias a lo largo de la carrera.

**Luis José Rondon V.**

## DEDICATORIA

**A** Dios como energía que ilumino mi camino y me llevo a la realización de esta meta. Por haberme permitido llegar hasta este punto, dándome salud para lograr mis objetivos, además de su infinita bondad y amor.

A mis seres más queridos en especial a mí Abuela Juana, por ser mi guía espiritual, por haberme educado y formado, por tus consejos de vida que me sirvieron de guía en cada momento, por el amor que siempre me has brindado.

A mi madre, quien me dio la vida, le agradezco el cariño, la comprensión, la paciencia, el apoyo y los sacrificios que hizo para poder culminar mi carrera profesional.

A mi padre, por su aprecio y enseñarme que si se puede a pesar de las adversidades.

A mis Hermanos, por el amor que les siento.

A toda mi familia, por su eterno apoyo.

A la Sra. Inail por ser una de mis madres a quien le he tomado mucho cariño por su incondicional apoyo, orientación y preocupación.

A ustedes mis amigos, por generar el sentimiento más puro que siento en estos momentos, por estar en las buenas y malas, por compartir una inmensidad de vivencias; simplemente por ser ustedes.

A todos ustedes, y cada uno de esas personas que a lo largo de mi vida me han apoyado, les dedico esté trabajo que no alcanza para darles las gracias por todo.

**Leoner J. Azuaje U.**

## AGRADECIMIENTOS

Queremos expresar nuestro agradecimiento a ciertas personas e instituciones que de una forma u otra, hicieron posible la realización de este material, en primer lugar el más sincero y especial agradecimiento a nuestra Universidad Central de Venezuela, la cual nos brindo aparte de valiosos conocimientos, increíbles experiencias y momentos que nunca olvidaremos.

A nuestro muy apreciado Prof. Crisanto Villalobos, definitivamente estas líneas no expresaran el verdadero sentimiento de agradecimiento que sentimos. Gracias por ser ese gran amigo y haber creído en nosotros en todo momento; por habernos dado la posibilidad de desarrollar tan importante proyecto; Por brindarnos su valiosa orientación, además de la inapreciable ayuda y tiempo invertido en éste trabajo; Por aconsejarnos en todo momento no sólo en la realización de este proyecto sino en cualquier meta que pensemos poner en marcha en nuestras vidas. Definitivamente Gracias.

Indiscutiblemente a nuestro compañero Carlos Sánchez por su valiosa colaboración y buena voluntad en las actividades de laboratorio, además de habernos brindado incontables veces su apoyo, conocimientos e ideas.

A nuestra gran amiga Andrea Dávila, por su incondicional apoyo en las traducciones necesarias.

A Maria Angela González, por ese inmenso apoyo, que no tenemos como agradecerlo, gracias por ayudarnos en la redacción y organización.

A nuestro compañero Carlos Salazar, por su apoyo en los ensayos de laboratorio.

Al personal de los laboratorios de la escuela de metalurgia, por su apoyo en cada uno de los momentos que los necesitamos.

Al personal del Instituto de Materiales y Mecánica de Estructural (IMME), por brindar su colaboración, en el pesado de las muestras.

Al personal del Instituto Universitario Tecnológico (IUT) por su apoyo en el corte de la muestras de Diamante Policristalino.

Al Prof. Alberto Pertuz por su apoyo y orientación en momentos de inquietudes.

Sin olvidar a todos aquellos que de una u otra forma, ayudaron, incentivaron e impulsaron en todo lo realizado, en los que cabe mencionar, Victoria Conde, Raúl Guillen, Sebastián Vallejos, Juan Carlos Pernía, Ricardo Espinoza, Fabiana Santeliz, y todos aquellos que se nos escapan de la memoria.

**Gracias Totales...**

Azuaje U., Leoner J., Rondón V., Luis J.

**ESTUDIO DE LA FACTIBILIDAD TÉCNICA PARA LA  
SUSTITUCIÓN DE HERRAMIENTAS DE PDC-WC/CO POR  
INSERTOS DE HSS NITRURADO IÓNICAMENTE Y  
RECUBIERTO CON UNA PELÍCULA DE DLC.**

**Tutor Académico: Prof. Crisanto Villalobos. Tesis. Caracas, U. C. V. Facultad  
de Ingeniería. Escuela de Ingeniería Mecánica.**

**Año 2007, 170 p.**

**Palabras Claves:** AISI H13, CARBONO TIPO DIAMANTE (DLC), DIAMANTE  
POLICRISTALINO, CARBURO DE TUNGSTENO-COBALTO, INSERTOS.

El objetivo del presente trabajo especial de grado fue estudiar la factibilidad técnica para la sustitución de herramientas de diamante sintético policristalino, depositado sobre un sustrato de carburo de tungsteno-cobalto (PDC-WC/Co), por insertos de acero rápido nitrurados iónicamente y recubiertos por una película de carbono tipo diamante (DLC). Para tal fin se evaluaron, en primer lugar, las propiedades mecánicas-estáticas de las muestras a sustituir (PDC-WC/Co) y del acero AISI H13 recubierto y sin recubrir, mediante ensayos de microindentación Vickers. Posteriormente se determinó el índice de desgaste y los valores de fricción para las condiciones de superficie bajo los mismos sistemas tribológicos.

Los resultados revelaron que la deposición de un recubrimiento de DLC sobre el acero AISI H13 originó una reducción en el coeficiente de fricción de al menos un octavo del valor obtenido para el sustrato, lo que conllevó a un mejor comportamiento ante el desgaste, reportando una reducción de un tercio en el índice de desgaste. Sin embargo, los resultados obtenidos con la herramienta de PDC-WC/Co reportaron menor índice de desgaste debido a las condiciones geométricas y superficiales que presentan en comparación con las muestras de acero AISI H13 de acero recubierto y sin recubrir.



---

# INDICE GENERAL

<b>RESUMEN</b>	iii
<b>ÍNDICE GENERAL</b>	iv
<b>ÍNDICE DE FIGURAS</b>	ix
<b>ÍNDICE DE TABLAS</b>	xv
<b>1. INTRODUCCIÓN</b>	1
<b>2. FUNDAMENTO TEÓRICO</b>	4
2.1. Herramientas	4
2.2. Herramientas de Corte	5
2.3. Teoría del Desgaste	17
2.3.1. Tipos de Desgaste	18
2.3.1.1. Desgaste Adhesivo	18
2.3.1.2. Desgaste Abrasivo	19
2.3.1.3. Desgaste Corrosivo	19
2.3.1.4. Desgaste Erosivo	20
2.4. Tratamientos Superficiales en Aceros	21
2.4.1. Temple	22
2.4.2. Nitruración Iónica	23
2.4.2.1. Tribología en aceros nitrurados por plasma	26
2.4.2.2. Comportamiento tribológico bajo condiciones de desgaste deslizante	29

---

2.4.2.3. Comportamiento tribológico bajo condiciones de desgaste abrasivo y erosivo	32
2.4.3. Recubrimientos Superficiales	35
2.4.3.1. Recubrimiento utilizado (DLC)	38
2.4.3.1.1. Características de las fases que componen el recubrimiento utilizado	39
2.4.3.1.2. Generalidades de los recubrimientos Carbono tipo diamante (DLC)	42
2.4.3.1.3. Propiedades fundamentales de los recubrimientos de carbono tipo diamante	44
2.4.3.2. Técnica de deposición	46
2.4.3.2.1. Clasificación de las técnicas de Deposición Física en Estado de Vapor	47
2.4.4. Tratamiento Superficial tipo Duplex en Aceros	57
2.4.4.1. Adhesión del sistema dúplex	58
2.4.4.2. Desempeño tribológico	60
2.4.4.2.1. Ensayo simple de materiales	60
2.4.4.2.2. Simulación de contacto	62
2.4.4.2.3. Pruebas en condiciones de servicio	63
2.5. Aplicación en la Industria de los Procesos de Deposición de Diamante	68
2.5.1. Brocas de Perforación	68
2.5.1.1. Características de diseño de PDC para brocas	69
2.5.1.2. Estudios realizados por Sandia National Laboratories	70

<b>3. METODOLOGIA EXPERIMENTAL</b>	<b>73</b>
3.1. Selección y Clasificación de las Muestras	74
3.1.1. Probetas	75
3.1.2. Distribución de Probetas	80
3.2. Tratamientos Superficiales	81
3.2.1. Limpieza y Manejo	81
3.2.2. Temple	82
3.2.3. Nitruración Iónica	82
3.2.4. Recubrimiento de DLC bajo proceso de PAPVD	84
3.3. Caracterización de las Muestras	85
3.3.1. Ensayo de Microidentación Estática	85
3.3.2. Determinación de la Dureza del Recubrimiento	87
3.3.3. Evaluación Metalográfica	87
3.3.4. Microscopia Electrónica de Barrido	89
3.4. Caracterización Tribológica	91
3.4.1. Ensayo de Desgaste Deslizante (Pin On Disk)	91
3.4.2. Ensayo de Alto Desgaste	96
3.4.2.1. Parametrización de Variables	97
3.4.2.2. Diseño y Elaboración de Porta Probetas	99

---

3.4.2.3. Selección del Elemento Abrasivo	102
3.4.2.4. Procedimiento de Ensayo de Alto Desgaste	106
3.4.2.5. Reporte de Remoción de Material	109
<b>4 RESULTADOS Y DISCUSIÓN</b>	<b>113</b>
4.1. Caracterización del Sustrato	113
4.1.1. Microscopia Electrónica de Barrido	113
4.1.2. Medición de la Dureza del Sustrato	118
4.1.2.1. Muestras recocidas rectificadas y no rectificadas de Acero AISI H13	118
4.1.2.2. Muestras templadas de Acero AISI H13	123
4.2. Caracterización del Recubrimiento	126
4.2.1. Microscopia Electrónica de Barrido	126
4.2.2. Microidentación Estática Vickers	127
4.2.2.1. Dureza Compuesta	127
4.2.2.1. Dureza Absoluta	127
4.3. Caracterización de Muestras Comerciales	132
4.3.1. Microscopia Electrónica de Barrido	132
4.3.2. Medición de la Dureza de Muestras Comerciales	138
4.4. Rugosidad	140
4.5. Ensayos Tribológicos	142

4.5.1. Ensayo de Desgaste Pin On Disk	142
4.5.2. Ensayo de Alto Desgaste	148
<b>5 CONCLUSIONES</b>	156
<b>6 RECOMENDACIONES</b>	158
<b>7 BIBLIOGRAFÍA</b>	159

## INDICE FIGURAS

<b>Figura 2.1</b>	<i>Evolución cronológica de la velocidad de corte para algunos materiales sobre muestras estándar, desde 1750 hasta 2000.</i>	7
<b>Figura 2.2</b>	<i>Recubrimientos de tipo: monocapa, bicapa y multicapa.</i>	16
<b>Figura 2.3</b>	<i>Esquema básico del principio de funcionamiento de una instalación de nitruración iónica.</i>	24
<b>Figura 2.4</b>	<i>Curvas de desgaste rodante-deslizante para diversas condiciones de tratamiento</i>	29
<b>Figura 2.5</b>	<i>Tasa de desgaste vs. Carga para distintas condiciones de tratamiento.</i>	31
<b>Figura 2.6</b>	<i>Relación entre el tiempo de desgaste abrasivo y pérdida de peso para un acero 5CrMnMo: (a) tratamiento térmico convencional, (b) nitrocarburoización gaseosa, (c) revestimiento por descarga eléctrica, (d) nitruración iónica.</i>	32
<b>Figura 2.7</b>	<i>Vickers de una selección de materiales duros y superduros.</i>	37
<b>Figura 2.8</b>	<i>Láminas paralelas de átomos en la fase de grafito</i>	40
<b>Figura 2.9</b>	<i>Estructura atómica del diamante</i>	41
<b>Figura 2.10</b>	<i>Orbitales <math>sp^2</math>, estructura del grafito.</i>	42
<b>Figura 2.11</b>	<i>Orbitales <math>sp^3</math>, estructura del diamante.</i>	42
<b>Figura 2.12</b>	<i>Simulación computarizada de la estructura de los recubrimientos DLC.</i>	43
<b>Figura 2.13</b>	<i>Diferentes combinaciones de híbridos para la obtención de recubrimientos con diferentes propiedades.</i>	44
<b>Figura 2.14</b>	<i>Esquema de un sistema de bombardeo iónico tipo diodo.</i>	48
<b>Figura 2.15</b>	<i>Sinopsis de los eventos de interacción que ocurren en y cerca la superficie del blanco durante el bombardeo iónico.</i>	49

<b>Figura 2.16</b>	<i>Características generales de una descarga luminosa de corriente continua.</i>	51
<b>Figura 2.17</b>	<i>Diagrama del proceso “bombardeo iónico por magnetron”.</i>	52
<b>Figura 2.18</b>	<i>(a) capa de DLC depositada directamente sobre sustrato de acero, (b) Capas de diamante depositada directamente sobre sustrato de acero (izquierda) y con capa intermedia de Ti (derecha).</i>	57
<b>Figura 2.19</b>	<i>Desgaste de los cortadores (volumen) en función de la distancia de corte</i>	71
<b>Figura 3.1</b>	<i>Esquema de Metodología Experimental.</i>	73
<b>Figura 3.2</b>	<i>Brocas de Perforación de cortadores fijos.</i>	74
<b>Figura 3.3</b>	<i>Proceso de corte de Muestras de 1 in de diámetro y 10 mm. de espesor. (a) Barra adquirida en la Empresa FERRUM C.A., (b) Maquina de Corte por Disco Abrasivo.</i>	76
<b>Figura 3.4</b>	<i>Dimensiones de las probetas de acero H13. (a) Vista superior. (b) Vista Lateral (Medidas en mm).</i>	76
<b>Figura 3.5</b>	<i>Papel abrasivo de Carburo de Silicio con granulometrías de 120, 320, 420, 600, 1200 y 2000.</i>	78
<b>Figura 3.6</b>	<i>(a) Máquinas de pulido del CITALA. (b) Máquinas de pulido del laboratorio de Metalografía Escuela de Ingeniería Mecánica.</i>	79
<b>Figura 3.7</b>	<i>Aspectos macroscópicos de los especímenes antes de ser tratados térmicamente.</i>	79
<b>Figura 3.8</b>	<i>Reactor del procesos BALITHERM® en la empresa BALZERS</i>	83
<b>Figura 3.9</b>	<i>Geometría del indentador y huella arrojada por el mismo en la muestra ensayada.</i>	85

<b>Figura 3.10</b>	<i>(a) Microdurometro marca LECO modelo M-400-H. (b) Porta probetas y Identador Vickers.</i>	86
<b>Figura 3.11</b>	<i>Microscopio Electrónico de Barrido, Marca HITACHI, Modelo S-2400.</i>	90
<b>Figura 3.12</b>	<i>Configuración del Dispositivo para ensayo de Pin on Disk (Pin sobre disco).</i>	91
<b>Figura 3.13</b>	<i>Tribómetro marca CSEM Tribometer Pin-On-Disk, ubicado en el Laboratorio Nuevos Materiales de la Escuela de Ingeniería Metalúrgica de la Universidad Central de Venezuela</i>	92
<b>Figura 3.14</b>	<i>Perfilometro marca ZYGO, ubicado en el Laboratorio Nuevos Materiales de la Escuela de Ingeniería Metalúrgica de la Universidad Central de Venezuela.</i>	93
<b>Figura 3.15</b>	<i>Diseño de porta probetas realizados en un paquete de diseño por computadora. (a) Porta probeta de PDC/WC-Co. (b) Porta probeta de Acero H13 - DLC.</i>	99
<b>Figura 3.16</b>	<i>Portaprobeta para sujeción de PDC/WC-Co.</i>	100
<b>Figura 3.17</b>	<i>Portaprobeta para sujeción de Acero H13 - DLC.</i>	101
<b>Figura 3.18</b>	<i>Mapa Geológico Estructural de Venezuela.</i>	104
<b>Figura 3.19</b>	<i>Mapa Petrolífero de Venezuela.</i>	105
<b>Figura 3.20</b>	<i>Torno de eje horizontal Marca GAMET, ubicado en el Taller de Mecanizado de la Escuela de Ingeniería Mecánica de la Universidad Central de Venezuela.</i>	106
<b>Figura 3.21</b>	<i>Partes elementales de un Torno de Eje Horizontal.</i>	107



<b>Figura 4.1</b>	<i>Micrografía por MEB en modo de imagen de electrones secundarios, del Acero AISI H13 en estado de recocido tomada a una magnificación de 8000X, (ataque químico por inmersión en Nital al 2%) y Espectrometría por dispersión en energías de rayos X EDS, sobre Punto 1 (a), Punto 2 (b) y Punto 3(c) 1 en conjunto con su naturaleza composicional</i>	116
<b>Figura 4.2</b>	<i>Micrografía por MEB en modo de imagen de electrones secundarios, del Acero AISI H13 templado tomada a una magnificación de 8000X, (ataque químico por inmersión en Nital al 2%) y Espectrometría por dispersión en energías de rayos X EDS, sobre el Punto 1 en conjunto con su naturaleza composicional.</i>	117
<b>Figura 4.3</b>	<i>Grafica de Dureza (GPa) Vs. Inverso de la diagonal promedio, sobre la muestra de Acero AISI H13 en estado recocido, con acabado superficial de rectificado.</i>	122
<b>Figura 4.4</b>	<i>Grafica de Dureza (GPa) Vs. Inverso de la diagonal promedio, sobre la muestra de Acero AISI H13 en estado recocido, con acabado superficial de corte con disco abrasivo.</i>	123
<b>Figura 4.5</b>	<i>Grafica de Dureza (GPa) Vs. Inverso de la diagonal promedio, sobre la muestra de Acero AISI H13 Templado.</i>	124
<b>Figura 4.6</b>	<i>Micrografía por MEB en modo de imagen de electrones secundarios de la muestra DLC-Sustrato.</i>	127
<b>Figura 4.7</b>	<i>Grafica de dureza vs. 1/Dpro para el acero AISI H13 y el acero AISI M2</i>	128
<b>Figura 4.8</b>	<i>Grafica de Dureza Vs. Profundidad de indentación relativa para el AISI M2 y el conjunto AISI M2 + DLC.</i>	131
<b>Figura 4.9</b>	<i>Micrografía por MEB en modo de imagen de electrones secundarios de la muestra PDC compuesta por PCD (capa oscura) con WC-Co (Capas Claras), tomada a una magnificación de 20X.</i>	133

<b>Figura 4.10</b>	<i>Micrografía por MEB en modo de imagen de electrones secundarios, de la muestra WC-Co para la Zona I y Espectrometría por dispersión en energías de rayos X EDS, para los puntos 1 y 2 indicados.</i>	134
<b>Figura 4.11</b>	<i>Micrografía por MEB en modo de imagen de electrones secundarios, de la muestra WC-Co para la Zona II y Espectrometría por dispersión en energías de rayos X EDS, para los puntos 1 y 2 indicados.</i>	134
<b>Figura 4.12</b>	<i>Micrografía por MEB en modo de imagen de electrones secundarios de la muestra de Wc/Co para ambas zonas mostradas en la figura 4, (a) Zona 1 y (b) Zona 2, tomada a una magnificación de 5000X.</i>	135
<b>Figura 4.13</b>	<i>Micrografía por MEB en modo de imagen de electrones secundarios, a una magnificación de 300X, de la muestra PDC y Espectrometría por dispersión en energías de rayos X EDS (a), y la Micrografía de la microestructura típica del PDC, recopilada de la bibliografía especializada (b)</i>	137
<b>Figura 4.14</b>	<i>Grafica de Dureza (GPa) Vs. Inverso de la diagonal promedio, sobre la muestra de WC/Co.</i>	138
<b>Figura 4.15</b>	<i>Grafica de coeficiente de fricción Vs. Recorrido, realizado en un ensayo de Pin On Disk.</i>	143
<b>Figura 4.16</b>	<i>Perfilometría de H13 (a) y DLC (b), luego de ensayo de Pin on Disk.</i>	144
<b>Figura 4.17</b>	<i>Perfilometría de WC/Co (a) y PDC (b), luego de ensayo de Pin on Disk.</i>	145
<b>Figura 4.18</b>	<i>Perfilometría de la huella en el ensayo de Pin On Disk. Acero AISI H13 (a), AISI H13 / Recubrimiento DLC (b y e), PDC (c), WC/Co (d).</i>	147

- Figura 4.19** *Desgaste de la Herramienta en función del material removido para un ensayo simulativo de desgaste acumulativo, con Carbonato (Mármol Rosado), a 228 rpm y refrigeración continúa.* 154
- Figura 4.20** *Desgaste de la Herramientas de PDC en función del material removido para un ensayo simulativo de desgaste acumulativo, con Carbonato (Mármol Rosado), a 228 rpm y refrigeración continúa con agua (“PDC”) y resultados tomados de la literatura en ensayos refrigerados a base de agua (A yB) y con aire (c) con Nugget Sandstone.* 155

## INDICE TABLAS

<b>Tabla 2.1</b>	<i>Materiales ferrosos típicamente nitrurados</i>	27
<b>Tabla 2.2</b>	<i>Aplicaciones de los diferentes tipos de capas nitruradas</i>	28
<b>Tabla 2.3</b>	<i>Propiedades de varias formas de carbono</i>	45
<b>Tabla 3.1</b>	<i>Composición química del acero AISI H13 según la ASM Internacional y FERRUM C.A.</i>	75
<b>Tabla 3.2</b>	<i>Distribución de las probetas.</i>	81
<b>Tabla 3.3</b>	<i>Propiedades del recubrimiento BALINIT® DLC STAR.</i>	84
<b>Tabla 3.4</b>	<i>Condiciones de los ensayos de microidentación.</i>	86
<b>Tabla 3.5</b>	<i>Condiciones de ensayo de desgaste empleadas.</i>	92
<b>Tabla 3.6</b>	<i>VARIABLES y Valores Parametrizados.</i>	98
<b>Tabla 3.7</b>	<i>Escala de dureza Mohs.</i>	103
<b>Tabla 3.8</b>	<i>Reporte de Remoción.</i>	110
<b>Tabla 3.9</b>	<i>Reporte de Desgaste Acumulativo.</i>	112
<b>Tabla 4.1</b>	<i>Composición química del acero AISI H13.</i>	114
<b>Tabla 4.2</b>	<i>Micro durezas para la muestra de acero AISI H13 en estado de recocido con acabado superficial producto de proceso de rectificación.</i>	119
<b>Tabla 4.3</b>	<i>Micro durezas para la muestra de acero AISI H13 en estado de recocido con acabado superficial producto de corte con disco abrasivo.</i>	120
<b>Tabla 4.4</b>	<i>Micro durezas para la muestra de acero AISI H13 Templado.</i>	125
<b>Tabla 4.5</b>	<i>Micro durezas para la muestra de acero AISI M2 con recubrimiento de DLC.</i>	129

---

<b>Tabla 4.6</b>	<i>Rugosidad de muestras ensayadas.</i>	140
<b>Tabla 4.7</b>	<i>Valores de desgaste para los materiales de acero H13 templado sin recubrimiento y recubierto por una película de DLC, en los ensayos de desgaste pin-on-disk, con una carga normal de 10 N y un recorrido de 250 m.</i>	144
<b>Tabla 4.8</b>	<i>Valores de desgaste para herramientas de PDC, WC-Co, H13 y Balinit DLC en ensayos de desgaste simulativo sobre un Carbonato de Calcio a 228 rpm durante 5 min.</i>	149
<b>Tabla 4.9</b>	<i>Valores de desgaste para herramientas de PDC, WC-Co, H13 y Balinit DLC en ensayos de desgaste acumulativo sobre un Carbonato de Calcio a 228 rpm durante 5 min.</i>	150
<b>Tabla 4.10</b>	<i>Remoción de Carbonato (Mármol Rosado) por parte de herramientas de PDC, WC-Co, H13 y PCD durante los ensayos simulativos a 228 rpm durante 5 min.</i>	150

# **INTRODUCCIÓN**

## INTRODUCCIÓN

En la actualidad existen diferentes tipos de procesos de tratamientos superficiales empleados para mejorar las propiedades de componentes con aplicaciones ingenieriles. El caso del acero y otras aleaciones ferrosas particularmente son susceptibles a este tipo de tratamiento, pudiendo así lograr mejorar sustancialmente en sus propiedades, tanto de carácter superficial como volumétricas, logrando mejorar su desempeño ante solicitudes extremas de desgaste abrasivo y erosivo y ataque químico, así como también ante condiciones que demanden alta resistencia mecánica bajo condiciones tanto dinámica como estáticas.

La inquietud por establecer un concepto moderno de la ingeniería de superficie, ha surgido principalmente por la creciente necesidad de racionalizar el consumo de energía y aprovechar al máximo el uso de materiales empleados en las diversas industrias; y por esta razón, es que la ingeniería de superficie ha cobrado una notable importancia. En los últimos 15 años, los principales avances en ésta área, han estado enfocados en los siguientes aspectos:

- Optimización de procesos tradicionales (recubrimientos electroquímicos y autocatalíticos, termorrociado y tratamientos termoquímicos).
- Aplicación y comercialización de tecnologías asistidas por plasma.
- Estudio de tratamientos tipo dúplex.

Estos tratamientos superficiales se pueden dividir en dos categorías principales. La primera categoría consiste en los tratamientos termoquímicos, los

cuales alteran la composición del material; mientras que la segunda, consiste en recubrimientos superficiales, los cuales radican en la formación de nuevas capas sobre el material<sup>[1]</sup>.

Los tratamientos termoquímicos, son llamados así porque la química superficial, para el caso particular del acero, es modificada con la introducción de carbón y/o nitrógeno (y en algunos casos, con la adición de otros elementos que puedan entrar a la red cristalina de manera intersticial, como el boro); estos elementos logran mejorar las propiedades del metal base en la superficie debido a la formación de nitruros, carburos, carbonitruros o boruros, utilizando como medio de transporte una atmósfera adecuada y elevando la temperatura a un punto en el cual la forma atómica del elemento a añadir pueda entrar y difundir desde la superficie a la profundidad deseada.

En cuanto a los tratamientos superficiales tipo dúplex, se puede decir que implican la aplicación secuencial de dos o más tecnologías de ingeniería de superficie establecidas para producir una superficie “compuesta”, las cuales no pueden obtenerse por un proceso individual. Básicamente, los tratamientos tipo dúplex se clasifican en dos tipos:

- a. Complementarios, en los cuales se integran cada uno de los tratamientos superficiales.
- b. Suplementarios, en donde un tratamiento superficial refuerza al otro.

En la actualidad, se han desarrollado numerosos tratamientos tipo dúplex complementarios para aceros, entre los cuales se encuentran los que involucran nitruración gaseosa o iónica seguidos de recubrimientos duros depositados por los



métodos PAPVD (Deposición Física en Fase de Vapor Asistida por Plasma) o PACVD (Deposición Química en Fase de Vapor Asistida por Plasma). Tanto los recubrimientos duros obtenidos por PAPVD, como por PACVD, pueden proveer una mejora apreciable en las propiedades superficiales en términos de baja fricción y alta resistencia al desgaste y/o corrosión, pero el principal problema es la falla catastrófica prematura que suele ocurrir si el sustrato se deforma plásticamente bajo altas cargas de contacto aplicadas <sup>[1,2]</sup>.

Por otro lado, las superficies previamente nitruradas presentan alta capacidad de soporte de carga, lo cual ayuda de manera significativa en prevenir la deformación elástica y plástica del sustrato. Los primeros tratamientos combinados tipo dúplex complementarios fueron inventados por Berghaus en los años 1930 <sup>[3,4,5]</sup>. Desde entonces, muchos procesos tipo dúplex han sido diseñados.

Las investigaciones presentadas en la literatura relacionadas con los tratamientos tipo dúplex complementarios se enfocan en tres aspectos: Adhesión del sistema dúplex; Soporte de carga; y Desgaste bajo diversas condiciones y niveles de simulación. Sin embargo, se denota que la finalidad primordial de esta investigación se enfoca principalmente en el estudio de desgaste bajo diversas condiciones como se mencionó anteriormente, y a su vez, cuantificar la posibilidad de sustitución de una herramienta de Diamante Policristalino, depositado sobre Carburo de Tungsteno-Cobalto depositado por el método de sinterizado, por una herramienta con tratamiento tipo Duplex Complementario, fundamentado en una nitruración iónica con un posterior recubrimiento superficial de Diamante Policristalino depositado sobre un acero de herramienta (AISI H13), utilizando el método de Deposición Física en Fase de Vapor Asistida por Plasma (PAPVD).

Es importante destacar que el desarrollo de esta Tesis ofrece un gran aporte al área de la Ingeniería de superficie y caracterización de recubrimientos tipo dúplex en aceros de herramientas. Si bien es conocida una amplia variedad de técnicas de ingeniería de superficie existentes, este trabajo se enfoca en aportar al conocimiento lo siguiente:

- Establecer parámetros adecuados que puedan servir de referencia para reproducir el estudio de desgaste bajo los fundamentos del ensayo simulativo así denominados de Alto Desgaste realizados por Sandia National Laboratories, cuyo objetivo principal es determinar los mecanismos de desgaste para cortadores.
- Analizar el desempeño tribológico a escala de laboratorio, de las condiciones obtenidas para cada configuración, con el fin de comparar las condiciones tribológicas para estos tratamientos tipo dúplex y relacionarlos con materiales de herramientas; estos ensayos claro está, representan la caracterización de aspectos intrínsecos de los sistemas aquí comparados.

## **FUNDAMENTO TEÓRICO**

## **2. FUNDAMENTO TEÓRICO.**

### **2.1. HERRAMIENTAS.**

Se entiende por herramienta todo elemento relacionado a un dispositivo cuya función es facilitar la aplicación de energía a una pieza o material durante la realización de una tarea, es decir, todo componente que facilite la operación de una actividad.<sup>[6]</sup>

Sin embargo a nivel ingenieril hay una serie de herramientas que son de suma importancia llamadas herramientas de corte, cuya capacidad de soportar esfuerzos se ve directamente relacionada a sus propiedades mecánicas, dureza, tenacidad, resistencia al desgaste entre otras.

En este ámbito, se requieren específicamente conocimientos de diversos campos, como la mecánica, la plasticidad, los fenómenos superficiales, la química, la metalurgia y la transferencia de calor, por lo que las investigaciones han conducido a una mayor comprensión y una mejora constante en las herramientas y los equipos correspondientes.

En el mercado actual existe una gran variedad de materiales para herramientas que pueden ser utilizados como elementos cortantes, así como también nuevas tecnologías capaces de aumentar las propiedades de estos elementos, dentro de esta gran gama de opciones se encuentran el diamante policristalino, carbono tipo diamante, los carburos de tungsteno, el nitruro de boro, el Cermet, entre otros.

## ***2.2. HERRAMIENTAS DE CORTE.***

La mayoría de los procesos industriales envuelven de alguna manera procesos de conformación y/o corte, sobre todos los empleados en el sector metal-mecánico. En estos procesos, son empleadas herramientas para las más diversas aplicaciones, desde patrones hasta matrices complejas de alta resistencia. Tales herramientas son normalmente fabricadas en aceros, denominados aceros de herramientas, que se pueden clasificar según su aplicación en cuatro renglones básicos:<sup>[7]</sup>

### Aceros de Herramientas para Trabajo en Frío:

Básicamente se dividen en tres grupos: templados en aceite, templados al aire con mediana aleación, y de alto contenido de carbono y alto cromo. En general esta clase posee resistencia al desgaste y templabilidad elevada, presenta poca deformación pero, en el mejor de los casos, representan un promedio en cuanto a la tenacidad y resistencia al reblandecimiento por el calor. La maquinabilidad varía desde buena en el grado templado al aceite hasta mala en los aceros de alto contenido de carbono y alto cromo, en promedio su temperatura de trabajo está por debajo de los 200 °C, típicamente a temperatura ambiente.

### Aceros de Herramienta para Trabajo en Caliente:

Frecuentemente son aleaciones a base de cromo o tungsteno, que poseen grandes cualidades contra la deformación, templabilidad y resistencia al reblandecimiento por el calor. Donde pueden aplicarse temple al agua o al aceite. Las aplicaciones son para punzonados, formado, extrusión y matrices para fundición, en donde las temperaturas pueden subir hasta 540 °C.

Aceros para Herramientas de Alta Velocidad:

Son los mejores conocidos de los aceros para herramientas, poseen la mejor combinación de todas las propiedades, excepto la tenacidad que no es crítica para operaciones de corte a altas velocidades y son de los tipos con base tungsteno o molibdeno. En algunos casos se coloca cobalto para mejorar las cualidades cortantes en operaciones de desbaste.

Materiales para Herramienta de Usos Especiales:

Están constituidos por aleaciones de bajo contenido de carbono, bajo contenido de aleantes, pero elevados contenidos de Carburos de Tungsteno, Diamantes, Nitruro de boro, entre otros.<sup>[7]</sup>

Es importante hacer un recorrido a lo largo de la historia de las herramientas de corte desde las primeras demostraciones hechas por Fredrick Taylor en 1900 hasta la actualidad, para estudiar la evolución de los materiales utilizados en estos tiempos.

Durante el siglo XIX se generaron diversos procesos para el desarrollo de materiales, en primer lugar del hierro, y más tarde del acero, hasta llegar al acero para herramientas. Los aceros de alto contenido en carbono y los aceros al carbono aleados fueron los mejores materiales disponibles para herramienta. A pesar de los tratamientos térmicos a los que les sometían los herreros, perdían dureza rápidamente debido al calor generado en su uso, incluso con una velocidad de corte de tan sólo unos pocos metros por minuto. La vida de la herramienta era extraordinariamente breve y poco fiable, ya que el tratamiento térmico y la metalurgia eran ciencias sin desarrollar<sup>[8]</sup>. Los primeros materiales para piezas de maquinaria no eran demasiado difíciles: fundición gris, bronce y hierro forjado. Con la introducción de nuevos aceros, especialmente los aceros aleados, las exigencias aumentaron, así como su precio.

La primera mejora importante en el material para herramientas que se asemejaba al acero rápido, fue el *acero Mushet*, que fue el resultado de un descubrimiento accidental. Los experimentos con manganeso condujeron al temple al aire del acero, y al descubrimiento del tungsteno en el acero. Se obtuvo un acero aleado con una capacidad de mecanizado mucho mayor que la del acero al carbono; de hecho, con el acero Mushet se alcanzaban a veces el doble de capacidad de mecanizado. Fue la capacidad del material de la herramienta para soportar temperaturas de corte mayores que el acero al carbono, lo que amplió su utilización, promovió el desarrollo posterior del acero aleado y dirigió un mayor interés hacia los métodos de tratamiento térmico. Se alcanzaron velocidades de 10 m/min y pudieron mecanizarse más materiales a velocidades superiores.

En la figura 2.1 se muestra la evolución cronológica de la velocidad de corte para algunos materiales sobre muestras estándar, desde 1800 hasta el año 2000.<sup>[6]</sup>

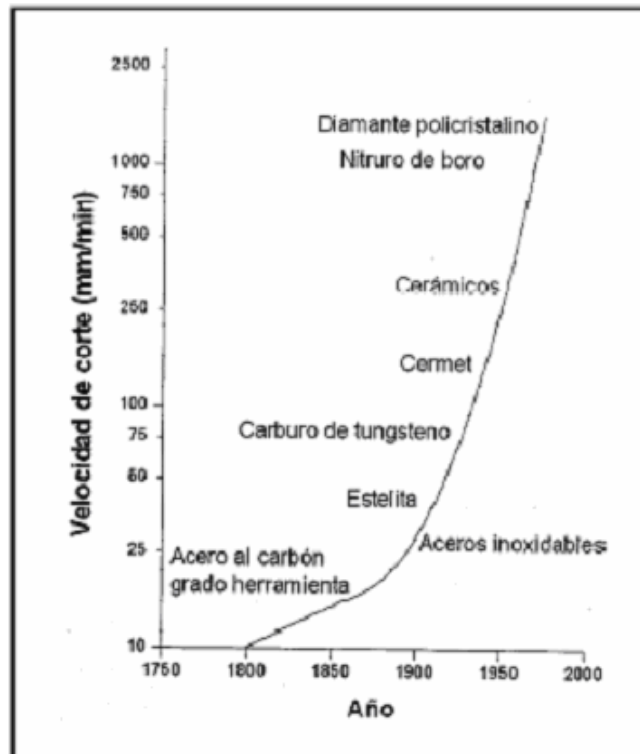


Figura 2.1: Evolución cronológica de la velocidad de corte para algunos materiales sobre muestras estándar, desde 1750 hasta 2000.

A comienzos del siglo XX tuvo lugar el gran suceso que influyó decisivamente en el mecanizado y, por lo tanto, en la fabricación a gran escala: la demostración realizada por *Fredrick Taylor* en la Exposición de París en 1900. Llevó a cabo un mecanizado a tal velocidad y régimen de avance que se obtenían virutas azules. La herramienta de corte se puso al rojo y aún se mantenía afilada. En un torno especial automotriz, mecanizó acero dulce forjado a niveles increíbles para los visitantes; los datos de corte eran: velocidad de avance 40 m/min, avance 1,6 mm/min y profundidad de corte 4,8 mm. Después, las herramientas de corte se probaron al máximo, midiendo su dureza al rojo en Alemania, y convirtiéndose en chatarra las máquinas que se usaron en menos de un mes. Las máquinas-herramientas de todo el mundo se quedaron obsoletas con la llegada del nuevo siglo.

*Acero rápido (HSS)*. Aparecen a principios del siglo XX gracias a la búsqueda de materiales de mejores características para herramientas. Se trataba de desarrollar la metalurgia y los tratamientos térmicos para los aceros aleados, para obtener una dureza suficiente en un mayor rango de temperatura: desde 250 °C con acero al carbono hasta más de 600 °C. La capacidad de fabricación se disparó y motivó la construcción de maquinaria más avanzada para industrias incipientes como la automovilística, la naval, etc.

Fredrick Taylor y Maunsel White llevaron a cabo un gran número de experimentos empleando herramientas que incorporaban porciones de acero rápido que podían reemplazarse para ser afiladas, predecesores de las plaquitas intercambiables. El acero rápido sirvió también para desarrollar importantes herramientas de forma para conseguir radios, ángulos, ranuras y formas más complejas en una sola operación. Como el acero rápido es un material fácil de rectificar, las herramientas de este material se convirtieron en la columna vertebral de los tornos de producción. Taylor y White comenzaron sus experimentos utilizando aceros Mushet, para posteriormente ir variando la composición del acero para



herramientas: aumentaron el contenido de elementos aleantes, principalmente de wolframio y cromo, incrementando así el rango de temperaturas de utilización y el contenido en carburos duros resistentes al calor. En la práctica, esto significó que una operación de torneado que en el siglo XIX llevaba 100 minutos con herramientas de acero rápido de alto contenido en carbono, a principios del siglo XX se podía realizar en 26 minutos con acero rápido.<sup>[8]</sup>

Hacia 1915 se introdujo la aleación fundida con la que se daba un paso adelante en la evolución de los materiales para herramientas de corte. Aleación fundida era la denominación general para algunas aleaciones no férricas basadas fundamentalmente en Co, Cr, W, que constaban de un 50% aproximadamente de carburos. Estas aleaciones eran muy duras, tenían una dureza en caliente relativamente alta (800 °C) y una alta resistencia al desgaste, pero eran muy frágiles y difíciles de conformar. Fueron las precursoras de los carburos cementados, diferenciándose de estos en que las primeras se obtenían por fusión y no por sinterizado. Algunas operaciones que llevaban 26 minutos con acero rápido, se podían realizar en 15 minutos con herramientas de aleación fundida.

Poco antes de 1930 surgió el acero super-rápido, obtenido añadiendo cobalto al acero rápido. Permitted aplicar velocidades de corte de aproximadamente 70 m/min.

Actualmente por acero rápido se conoce a los aceros de alto contenido en carbono con adiciones considerables de elementos de aleación tales como W, Mo, Cr, V y Co que son capaces de realizar cortes gruesos, soportar impactos y mantener la arista o borde de corte afilado aun a altas temperaturas.

Esta clase de herramientas de corte se clasifican generalmente en dos tipos:

*Grupo M.* Base de Molibdeno. La composición aproximada es 8% Mo, 4% Cr y 1% V.

*Grupo T.* Base de W (Tungsteno). La composición aproximada es 18 % W, 4% Cr y 1% V.

Este tipo de aceros son la opción más económica para mecanizar. Sin embargo, la necesidad actual de emplear procesos de mayor rendimiento ha provocado que, incluso en el mecanizado de aluminio o aleaciones ligeras, se pase a emplear las herramientas de metal duro.

Hoy en día existen herramientas de acero rápido recubiertas con una fina capa de nitruro de titanio (TiN) o nitruro de titanio-aluminio (TiAlN), o algún derivado de los mismos.

*Carburo cementado o metales duros.* El carburo se utilizó por primera vez para herramientas de corte en Alemania, durante la Primera Guerra Mundial, como sustituto de los diamantes. Durante la década de 1930 se descubrieron varios aditivos que mejoraron en general las cualidades y rendimiento de estas herramientas. Desde entonces se han desarrollado varias clases de carburos cementados apropiados a diferentes materiales y operaciones de mecanizado. Poseen una gran resistencia, lo que les permite mecanizar a altas velocidades hasta que el borde de corte alcance elevadas temperaturas sin perder su dureza y/o su filo.

Se obtienen mezclando carburo de tungsteno pulverizado y cobalto, habitualmente en proporción de 88-94% y 12-6% en peso respectivamente, y posteriormente el material pulverizado es prensado y sinterizado a alta temperatura, produciéndose la unión con el aglomerante para formar el material de la herramienta de corte.

Una operación que con acero rápido requería 26 minutos y con aleaciones fundidas 15 minutos, con herramientas de carburo cementado se llevaba a cabo en tan solo 6 minutos.

Los primeros tipos de carburo cementado se basaron en el carburo de tungsteno (WC) como partículas duras, y en el cobalto como aglomerante. Estos primeros filos de corte mejoraron el mecanizado de hierro fundido, aluminio, etc., no tan acusada en el caso del acero debido a la rápida aparición del cráter en la punta de la herramienta. Sin embargo, las máquinas-herramienta existentes en aquella época no tenían la fuerza, rigidez y resistencia necesaria para sacar el máximo partido a las herramientas de carburo cementado. La introducción de este nuevo material fue lenta y no fue hasta la Segunda Guerra Mundial cuando se generalizó su uso.

El desarrollo de los carburos cementados continuó con el fin de reducir el desgaste por difusión y evitar una rápida rotura de los filos de corte en el mecanizado del acero. Esto sucedía a velocidades de corte no muy superiores a las utilizadas con herramientas de acero rápido. Se estudiaron algunos otros tipos de carburo con TaC, NbC, TiC, etc. Esto condujo a calidades de carburo cementado basadas en el carburo de tungsteno como una fase, otros carburos como segunda fase y el material aglomerante como tercera fase. Para hacerse una idea, hacia 1934 existían 134 calidades patentadas de carburo cementado. Con una composición dada, las propiedades de cada una de las fases eran controladas por el proceso de fabricación. Se decía que la fase WC proporcionaba la resistencia básica, el metal aglomerante determinaba la tenacidad y la tercera fase (TaC, NbC, TiC, etc.) influía en la resistencia al desgaste.

Las herramientas de metal duro se fabricaban en dos formas:

*Herramientas enterizas o integrales.* Se partía de una barra de metal duro y se rectificaba en máquinas especiales hasta que se tallan los filos de corte. Son las que hoy en día se suelen emplear en fresado de acabado. La gran ventaja que ofrecen es que al ser de una sola pieza están muy bien equilibradas y pueden girar a alta velocidad. Entre sus desventajas se encuentran que son muy caras, ya que el metal duro constitutivo lo es, y que cuando se desgastan hay que reafilarlas.

*Plaquitas.* Las precursoras de estas plaquitas fueron las herramientas soldadas de carburo cementado, cuyo uso creció hacia finales de los años 40 y durante la década de los 50. Éstas eran relativamente caras en comparación con las herramientas de acero rápido existentes y debían fabricarse tanto para satisfacer las demandas de mecanizado como para ajustarse en los alojamientos de los mangos de las herramientas donde se soldaban. Las tensiones residuales provocadas por la soldadura y los continuos reafilados no eran favorables para la herramienta. Inicialmente, no había mucha variedad geométrica en los filos de corte por lo que se debió hacer un esfuerzo para obtener ángulos de desprendimiento e incidencia adecuados, junto con un filo que pudiera servir como rompevirutas.

El afilado de las herramientas de plaquita soldada podía variarse de acuerdo a unos pocos tipos de filo diferentes, donde la muela de afeitar producía la geometría del rompevirutas. Se consiguieron ángulos de desprendimiento, radios y otras características adecuadas para varias aplicaciones mediante la utilización de muelas de afilar de diamante y dispositivos ajustables. También, en la década de los 40, se comenzó el desarrollo de las calidades del metal duro para herramientas soldadas con vistas a optimizar varias operaciones. Durante muchos años hubo que conformarse con una situación de compromiso entre un alto nivel de resistencia al desgaste y un bajo nivel de tenacidad y viceversa.

En la mitad de los años 50, comenzó el desarrollo de las plaquitas de metal duro fijadas mecánicamente o insertos, como se les suele denominar. Pudo eliminarse la soldadura de la plaquita en el mango y las plaquitas podían afilarse por separado en un dispositivo. Con la introducción masiva de las herramientas con plaquitas intercambiables, tomaron más importancia con vistas a mejorar los portaplaquitas, la geometría de corte y los rompevirutas. Tuvieron que utilizarse asientos o placas de apoyo de metal duro, ya que era necesario un alto grado de plenitud. La sujeción y el tornillo tenían que hacer frente a severas condiciones. El tornillo de la plaquita podía agarrotarse por lo que se introdujo un pasador tubular. Otro paso importante fue el

rompevirutas postizo rasurado, embreado sobre la plaquita. Disponer de tres ranuras significaba que podía moverse y ajustarse para la formación de viruta para distintos datos de corte.

Actualmente se fabrican los filos de corte en forma de pastillas que pueden ser soldadas o fijadas por sujeción mecánica a un soporte o vástago. Las plaquitas son desechadas una vez que todos sus filos se han desgastado. Las herramientas de torneado son mayoritariamente de este tipo.

La escala habitual en metales duros es la ISO, que los divide en tres grupos, M, P y K, y en cada familia en una escala numérica:

*Grupo P.* Metal duro apropiado para mecanizar aceros de baja y media aleación.

*Grupo K.* Adecuado para mecanizado de aceros, fundiciones y materiales no metálicos.

*Grupo M.* Para materiales termorresistentes.

Una vez definido el grupo se completa la designación del metal duro con un número de 2 dígitos, que va desde 01 hasta 40 (50 en el grupo P). Esta cifra indica si el metal duro es más o menos duro y por tanto tenaz. Así, números bajos corresponden a durezas elevadas y los altos a elevada tenacidad.

Una variante del metal duro son los CERMET, formados por carburo de wolframio (WC), que es metal, y sinterizado de carburo de titanio (TiC), que es cerámico, de donde surgió el nombre de CERámico METálico.

*Cerámicas.* Los ensayos con cerámicas como herramientas de corte comenzaron durante los años 30. Pero en lo que respecta a las plaquitas, se desarrollaron más

ampliamente durante los años 50. Entonces solamente se encontró adecuado el óxido de aluminio. Las cerámicas técnicas actuales son muy duras y resistentes a elevadas temperaturas, pero desgraciadamente son muy poco tenaces. Por ello deben evitarse los choques constantes de los filos de la pieza por lo que se deduce que para torneado (corte continuo) serán mejores que para fresado (corte intermitente).

El uso de cerámicas requiere mantener caliente la herramienta evitando bruscos ciclos de calentamiento. Se suelen utilizar en seco.

Se usan tres tipos de herramientas cerámicas:

- Óxido de aluminio: Alúmina  $Al_2O_3$ ,
- SIALON: Combinación de Si, Al, O y N,
- Nitruro de silicio:  $Si_3N_4$ .

Otro grupo importante lo forman las cerámicas reforzadas por una matriz amorfa de hilos de carburo de silicio (SiC) y alúmina ( $Al_2O_3$ ) que se denominan reforzadas con whiskers. Estos filamentos, que son el 20-40%, dan consistencia y tenacidad a las cerámicas, lo que es un hecho positivo para el fresado.

*Materiales sintéticos de alta dureza.* Este tipo de materiales no se introdujeron hasta finales de los años 70. Existen dos elementos sintéticos, el nitruro de boro cúbico y el diamante sintético. Se sinteriza a alta presión dando lugar a:

*Diamante policristalino (PCD).* Se emplea sobre materiales no férreos como aleaciones de aluminio, ya que con aceros y fundiciones se produce un fenómeno de grafitización del diamante degradándose la herramienta en muy poco tiempo.

*Nitruro de boro cúbico policristalino (PCBN).* Se aplica sobre materiales férreos especialmente en fundiciones. El PCBN cuenta con otras características que ofrecen ventajas para su empleo en herramientas de corte:

-Debido a su alta dureza su vida útil es mucho mayor que algunas dotadas de recubrimientos de TiN, TiAlN, TiCN, etc.

-Los mejores resultados se obtienen a altas temperaturas de corte, por lo que el proceso debe ser en seco, lo que supone la eliminación de costos de refrigeración.

En ambos existe un problema de fragilidad del material que implica que sean aptos para el torneado, pero poco adecuados para el fresado.

Recubrimientos. Uno de los pasos más importantes en el desarrollo de los materiales de corte fue el que se dio hacia el final de los años 60: la introducción del metal duro recubierto con una fina capa de carburos. La capa de carburo de titanio fue de sólo unas pocas micras de espesor pero cambió el comportamiento de las herramientas de metal duro.

Reemplazando una placa sin recubrir por una placa con recubrimiento logramos un aumento de la resistencia a la fricción, un coeficiente de rozamiento reducido y una barrera térmica efectiva. Además, la velocidad de corte y/o la vida de la herramienta aumentan exponencialmente. Este efecto continúa durante bastante tiempo aún habiendo desaparecido parcialmente el recubrimiento, lo que hace que se reduzca el desgaste en cráter cuando se mecaniza acero. Toleran altas temperaturas lo que significa mayores velocidades y avances.

Los principales materiales de recubrimiento son:

- Carburo de titanio (TiC)
- Nitruro de titanio ( $Al_2O_3$ )
- Carbo-nitruro de titanio (TiCN).

El carburo de titanio y el óxido de aluminio son materiales muy duros que proporcionan una buena resistencia al desgaste y estabilidad química, produciendo una barrera química contra el calor entre la herramienta y la viruta. El nitruro de titanio (TiN) no es un material duro, pero proporciona un coeficiente de fricción muy bajo en la cara de las placas y una mayor resistencia al desgaste.

Las capas de recubrimiento suelen tener un espesor de 2 a 15 micras. Estos finos recubrimientos se logran con procesos muy controlados de deposición química o física de distintos vapores sobre determinados sustratos. Si el espesor fuera mayor, tendría efectos negativos. Generalmente la resistencia al desgaste aumenta con un mayor grosor del recubrimiento, pero al mismo tiempo, la fragilidad también aumenta, lo que puede provocar problemas de desconchamiento.<sup>[8]</sup>

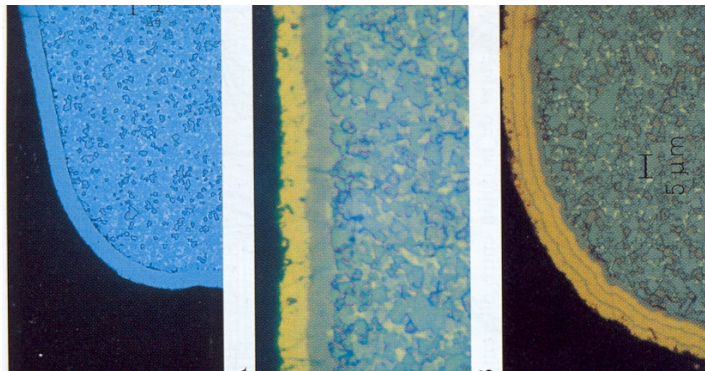


Figura 2.2: Recubrimientos de tipo: monocapa, bicapa y multicapa.<sup>[8]</sup>

Durante los procesos de maquinado tales como torneado, fresado o taladrado, donde el material es removido, el desgaste de las herramientas de corte reduce considerablemente la calidad de la pieza de trabajo, ya que si el filo en contacto es desgastado, el siguiente filo debería remover el material excedente del previo, en este momento la fuerza de corte se incrementa.



### ***2.3 TEORÍA DEL DESGASTE.***

Para poder entrar en el tema de desgaste en los materiales, se debe tener presente que todos los procesos que involucren movimiento relativo de dos o más materiales y/o piezas en contacto implican que se tiene un sistema tribológico. Etimológicamente el termino griego “TRIBOS” significa frotar, rozar, por lo que la tribología estudiará los mecanismos de fricción. A esta se le incorporan una multitud de tópicos que incluyen fricción, desgaste, lubricación y comportamiento de materiales vitales en la industria ingenieril. De modo que todo diseño mecánico, es afectado por estos tópicos, y sin la aplicación de una práctica tribológica firme, estos diseños estarían incompletos. <sup>[9]</sup>

El desgaste es una de las principales causas por la cual se hace necesario el mantenimiento industrial. Comparado con los otros dos problemas que ocasionan el reemplazo de maquinas y/o componentes: fatiga y corrosión; el desgaste ha sido el menos estudiado y probablemente por esta razón, aun no es posible predecirlo con exactitud.

El desgaste se puede definir como el deterioro al uso, siendo el mismo una falla inevitable, siempre y cuando existan cuerpos en contacto bajo carga y con movimientos relativos entre si. Normalmente, el desgaste no ocasiona fallas violentas, la fractura repentina no es aceptada universalmente como una forma de desgaste, pero podría ser considerada en el análisis de fallas por desgaste, debido a que los materiales más resistentes al desgaste son, con frecuencia, considerablemente frágiles y propensos a la fractura (García y Redder 1998).

El desgaste trae otras consecuencias tales como:

- Reducción de la eficiencia de operación.
- Perdida de la potencia por fricción.

- Incremento del consumo de lubricante.
- Eventualmente conduce al reemplazo de componente desgastados.
- El reemplazo total de las maquinas.

En general, el desgaste usualmente es perjudicial, pero en determinados usos, como la preparación de superficies para la aplicación de recubrimientos, es beneficioso. Cabe destacar que, en ocasiones, pequeñas variaciones en la velocidad, carga o condiciones, pueden influir notablemente en la tasa de desgaste de una pieza.

### **2.3.1. Tipos De Desgaste**

Existen diferentes tipos de desgaste, que habitualmente actúan de forma combinada. En función de una amplia variedad de criterios se han logrado definir cinco tipos primarios de desgaste:<sup>[9]</sup>

#### **2.3.1.1 Desgaste Adhesivo.**

Ocurre cuando dos superficies metálicas se deslizan entre si bajo una presión local muy alta, creando uniones entre las irregularidades microscópicas o asperezas de la superficie de deslizamiento.

Subsecuentemente, las fuerzas de deslizamiento fracturan las uniones separando el material de una superficie, y transfiriéndolas a otra; esto resulta en formaciones de pequeñas cavidades en una de las superficies y pequeñas proyecciones en la otra, que a su vez pueden conducir a un daño adicional. El proceso podría también resultar en la formación de partículas desprendidas.<sup>[9]</sup>

Se presentan típicamente en cojinetes de deslizamiento, chumaceras, bocinas, bujes, engranajes, etc.

### **2.3.1.2. Desgaste Abrasivo.**

Es la eliminación de material debido a partículas duras y afiladas que penetran entre las superficies de interacción. También puede estar causado por superficies duras o afiladas y picos de rugosidad en alguna de las superficies. También existe abrasión cuando partículas duras son atrapadas entre dos superficies deslizantes y gastan, por medio de rozamiento, una o ambas superficies, o pueden quedar empotradas en una de las superficies y desgastar por rozamiento la superficie opuesta.<sup>[10]</sup>

El desgaste abrasivo puede ocurrir en estado seco o en presencia de líquido. Se hace evidente en equipos de perforación, trituradoras, cuerpos de contacto deslizante, entre otros.

### **2.3.1.3. Desgaste Corrosivo.**

Es ocasionado por la reacción superficial de muchos metales con el medio que los rodea, conllevando a la formación de películas superficiales u óxidos. Por lo general, estas películas son duras y crean una capa protectora sobre la superficie, que llegan a crecer a un punto en que se vuelven frágiles, y por ende es propensa a ser removida dejando al material expuesto nuevamente para que el ciclo se vuelva a repetir. Esto trae como consecuencia que las partículas removidas se comporten como un tercer cuerpo y puede conducir a la aparición del desgaste abrasivo.<sup>[9]</sup>

Este desgaste se puede observar en los cascos de los barcos, carrocerías de autos y en general en superficies expuestas al medio ambiente.

#### **2.3.1.4. Desgaste Erosivo.**

Es un desgaste abrasivo que envuelve pérdidas de material de una superficie envuelta en un fluido que contiene partículas. El movimiento relativo entre la superficie y el fluido es esencial para este proceso, y las fuerzas de las partículas que causan el daño son aplicadas por el fluido.

La erosión en la cual el movimiento relativo es casi paralelo a la superficie erosionada es llamada erosión abrasiva, mientras que la erosión en la cual el movimiento relativo es casi normal a la superficie erosionada es llamada erosión por choque.

Este fenómeno es característico observarlo en procesos industriales que involucran chorros de líquidos o gases con sólidos en suspensión, como son: compresores, turbinas, entre otros.

Debido a la gran variedad de procesos de desgastes y su importancia en la industria, se ha buscado reducir tales efectos, por lo que se han realizado una gran cantidad de estudios en diversos laboratorios con la intención de producir materiales cada vez más duros mediante diversos procesos que involucran tratamientos superficiales, mezclas, aleaciones, y formación de nuevos compuestos.<sup>[9]</sup>

Actualmente, las herramientas de metales duros son recubiertas con carburos. En los últimos años, esta tecnología ha encontrado un amplio campo de aplicación en herramientas de taladrado y fresado, tanto para mecanizar fundiciones como para aceros. Varias combinaciones de capas múltiples han sido desarrolladas, y están siendo desarrolladas todavía con el fin de combinar las mejores propiedades de los materiales de recubrimiento.

## **2.4. TRATAMIENTOS SUPERFICIALES EN ACEROS.**

Los tratamientos superficiales son imprescindibles en todos los sectores de la industria en general y en particular, en las empresas de fabricación, transformación o montaje de máquinas y productos que emplean materiales como aleaciones ferreas o no ferreas, polímeros, etc., ya que las nuevas tecnologías requieren que tanto en la construcción, manipulación, ensamblaje o acabado decorativo de cualquier pieza, se tengan que hacer diversos tratamientos superficiales, desde fundir todo tipo de materiales, desbarbarlos, pulirlos, tratarlos térmica o químicamente, acondicionarlos con lavados, fosfatados, pasivados, etc., para ser pintados, lacados, plastificados, vulcanizados, o bien, para ser tratados termoquímicamente mediante deposiciones de carbonos, nitruros.

Muchas de las propiedades de los materiales que se emplean en la industria en general, resultan críticas de cara a su empleo, bien sea por las características específicas que deben tener, ya sean mecánicas, de resistencia a la corrosión, de fricción, de adherencia, de resistencia al ataque químico o simplemente por su aspecto exterior decorativo.

Para conseguir estas características particulares hay que conseguir la correcta elección de los materiales a utilizar, así como de los tratamientos superficiales que se van a realizar, ya que estos son los que en definitiva modificarán las superficies, dándoles las propiedades que precisen para cada caso en particular.

Podemos clasificar los tratamientos superficiales según la naturaleza de los mismos en <sup>[1]</sup>:

- a. Tratamientos superficiales que no alteran la composición del material base:
  - Tratamientos térmicos diversos: temple, revenidos, etc.
  - Tratamientos mecánicos de granallado y pulido, etc.

- Tratamientos químicos de desengrase, lavado, etc.
- b. Tratamientos superficiales que alteran la composición del material base:
- Tratamientos termo-químicos de nitruración, carbonitruración, sulfinitación, etc.
- c. Tratamientos superficiales con formación de una nueva capa sobre el material base:
- Recubrimientos químicos (cromado, niquelado).
  - Recubrimientos por deposición (física, química, de vapor o por plasma).
  - Recubrimientos por solapado térmico de otros materiales fundidos sobre el material base, como son: cerámicas, carbono, plata, titanio y otros tipos de aleaciones.
  - Recubrimientos de pinturas, lacas, plastificados, teflón, etc.

De los cuales se estudiarán de manera más detallada, los procesos de Temple, Nitruración Iónica y Recubrimientos por Deposición, ya que son estos los que están directamente asociados a la investigación realizada.

#### **2.4.1. Temple.**

El temple consiste en calentar el acero a una temperatura determinada por encima de su punto de transformación para lograr una estructura cristalina determinada (estructura austenítica), seguido de un enfriamiento rápido con una velocidad superior a la crítica, que depende de la composición del acero, para lograr una estructura martensítica o bainítica, que proporcionan a los aceros una dureza elevada. <sup>[1]</sup>

Para conseguir un enfriamiento rápido se introduce el acero en agua, aceite, sales o bien se efectúa el enfriamiento con aire o gases. La velocidad de enfriamiento depende de las características de los aceros y de los resultados que se pretenden obtener.

Los procedimientos de temple descritos se refieren a un temple total del material, otros tratamientos permiten una más amplia variación de las características añadiendo carbono o nitrógeno a la superficie de las piezas.

#### **2.4.2. Nitruración Iónica.**

La nitruración iónica (o nitruración por plasma) es uno de los métodos de endurecimiento superficial más importantes en aceros, el cual mejora la resistencia a la fatiga, desgaste y/o corrosión. La nitruración iónica se basa principalmente en la tecnología de descargas luminiscentes (glow) para introducir nitrógeno elemental a la superficie del metal y su subsiguiente difusión. Entre las principales ventajas se encuentran <sup>[3]</sup>:

- a. Cortos tiempos de tratamientos.
- b. Bajas temperaturas de proceso.
- c. Mínima distorsión dimensional.
- d. Buen acabado final.
- e. Reducción en el uso de energía.
- f. Proceso no contaminante.

Por tales razones, durante las dos últimas décadas se ha venido afianzando esta tecnología en la práctica industrial de los países más desarrollados. Esta tecnología se basa en un principio diferente a las tecnologías convencionales las

cuales utilizan baños de sales y atmósferas de amoníaco, en donde la diferencia clave es el mecanismo usado para la generación del nitrógeno elemental en la superficie a tratar. La nitruración iónica, bajo plasma o por bombardeo iónico, aporta nitrógeno a la superficie de la pieza por medio de un plasma que se genera dentro de un reactor a baja presión, entre 100 y 1000 Pa. En el interior del reactor las piezas a ser tratadas forman el cátodo de un circuito eléctrico, y el ánodo es el envase que contiene el material a tratar donde se realiza el vacío el cual, está conectado a un potencial de tierra. Entre ánodo y cátodo se aplica una diferencia de potencial que puede variar entre 400 y 900 voltios, generando un plasma de aspecto luminoso que cubre todas las superficies a tratar. La Figura 2.3 muestra un esquema básico del principio de funcionamiento de una instalación de nitruración iónica <sup>[3,4]</sup>.

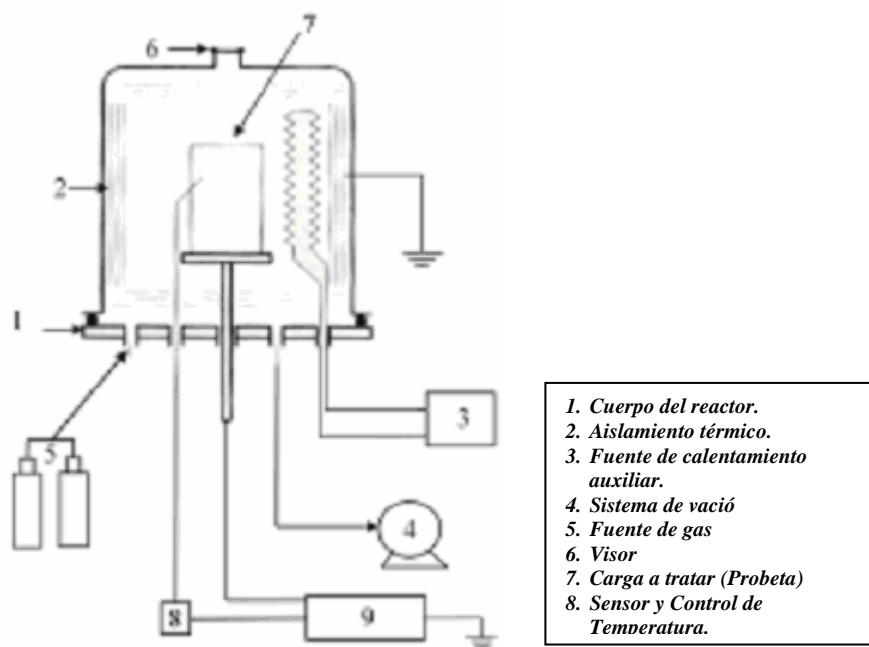


Figura 2.3: Esquema básico del principio de funcionamiento de una instalación de nitruración iónica. <sup>[8,9]</sup>



La fuente de energía empleada en estos equipos puede ser continua o pulsada. El plasma se forma a partir de una mezcla de gases puros ( $N_2$ ,  $H_2$ ,  $NH_3$ ,  $Ar$ , etc.) en la proporción y presión adecuadas para producir la reacción físico-química de nitruración y/o deposición, según sea necesario. El calentamiento de la pieza se puede realizar por dos medios:

- a. Mediante el calor generado por transformación de la energía radiante cinética de los iones que bombardean la superficie.
- b. Mediante energía radiante generada por resistencias eléctricas, análogamente a lo que sucede en un horno de vacío.

En los equipos de diseños más modernos se usan ambos medios de calentamiento, lo que permite lograr una temperatura uniforme independiente de la forma superficial.

La reacción físico-química que tiene lugar en la superficie es compleja y se han propuesto diferentes modelos los cuales explican el fenómeno <sup>[3, 5, 11]</sup>. En general, durante el bombardeo iónico de la superficie se desprenden átomos que pasan a la zona de plasma, este fenómeno se conoce como pulverización catódica, bombardeo o “sputtering” y puede dar como resultado un aumento en la rugosidad <sup>[14,17,18]</sup>. La intensidad del “sputtering” es tanto mayor cuanto menor es la presión y mayor es el potencial de aceleración de los iones <sup>[8,9]</sup>.

La zona más activa del plasma DC (zona luminiscente) tiene lugar junto a la superficie de la pieza y copia a esta en toda su extensión; esto permite tratar de manera uniforme piezas de forma compleja, sin necesidad de introducir movimiento en la carga, puesto a que todas las zonas quedan expuestas simultáneamente a la acción del plasma. Aunque la descarga luminiscente tiene excelentes características para copiar la extensión de la pieza (lo que le ha permitido su amplia extensión a

nivel industrial), aún numerosos aspectos relacionados con la forma de la carga requieren atención, ya que, por ejemplo, numerosas piezas de variadas formas y tamaños (engranajes, árbol de levas, boquillas de inyección, entre otras) pueden resultar en capas nitruradas no-uniformes y/o los problemas de reproducibilidad limitan su uso a escala industrial. Para obtener resultados reproducibles se requieren de una segura y cuidadosa selección de las condiciones de operación para cada tratamiento. Esto no es una tarea fácil, ya que, aparte de las posibles variaciones en los parámetros del proceso (energía de entrada, pureza y flujo del gas, velocidad de bombeo de gases, manejo de presiones de gases, nivel de limpieza de la cámara y pieza a tratar, estabilización de la temperatura por fuentes externas, entre otras).

La nitruración iónica es un proceso de alta flexibilidad y rendimiento, que permite el control de las variables del proceso como lo son presión, densidad de corriente, composición química del plasma, tiempo y temperatura. Por la forma en que se produce el fenómeno los equipos pueden ser de tipo modular, particularmente los de diseño vertical que favorecen las cargas o elementos de simetrías cilíndricas, y el tratamiento de componentes esbeltos y de gran longitud (ejes, tornillos de máquinas inyectoras y extrusoras de plástico, brocas etc.).

#### **2.4.2.1 Tribología en aceros nitrurados por plasma.**

Una de las primeras y principales razones para emplear la tecnología de nitruración iónica en piezas ingenieriles ha sido la mejora del comportamiento ante el desgaste. En la actualidad se conoce muy bien el efecto de la nitruración iónica en el comportamiento mecánico de los aceros, en donde este tratamiento incrementa la resistencia a la fatiga y al desgaste como una consecuencia de la formación de dos capas distintas: la capa compuesta y la capa de difusión. Por lo tanto, para maximizar el efecto de estas dos capas en las propiedades mecánicas a ser mejoradas se tienen diversas combinaciones posibles relacionadas con la aplicación en condiciones reales de servicio de la pieza tratada. En este sentido en la Tabla 2.3 se listan una serie de

aleaciones de acero que son típicamente nitruradas, el intervalo de profundidades alcanzadas por el tratamiento y la dureza superficial. Las diferentes monofases compuestas que son óptimas para distintas aplicaciones.

Tabla 2.1: *Materiales ferrosos típicamente nitrurados* <sup>[3,12]</sup>

	Dureza superficial ( <i>Rc</i> )	Profundidad del tratamiento ( <i>mm</i> )
<i>Aceros de bajo carbono</i>		
1015	30-40	0,3-0,8
8620s	55-60	0,3-0,7
<i>Aceros aleados</i>		
4140	52-58	0,2-0,6
<i>Aceros de herramienta</i>		
D2	Sobre 68	0,1-0,2
M2	Sobre 70	0,03-0,05
<i>Aceros inoxidables</i>		
430	Sobre 67	0,1-0,2
316	Sobre 67	0,05-0,1
<i>Fundiciones</i>		
Fundición gris	45-55	0,1-0,4

Como se ha indicado anteriormente, la nitruración iónica permite un buen control de la composición de la capa compuesta (sólo fase  $\gamma$ , sólo fase  $\epsilon$  o combinación de ambas) y/o de la zona de difusión. En nitruración gaseosa o de baño de sales, por otro lado, siempre se forma una capa compuesta polifásica y una zona de difusión. Esta capa compuesta polifásica es muy frágil y puede deslaminarse en servicio.

Tabla 2.2: Aplicaciones de los diferentes tipos de capas nitruradas <sup>[3,12]</sup>

Aplicación	Tipo de Zona Compuesta		Sólo zona de Difusión
	Gamma	Epsilon	
<i>Desgaste</i>			
Aceros de Baja Aleación	X	XX	—
Aceros Aleados	X	X	XX
Aceros Inoxidable y Aceros HSS	—	—	XX
<i>Fatiga</i>			
Aceros de Baja Aleación	X	XX	—
Aceros Aleados	X	X	—
Aceros Inoxidable y Aceros HSS	—	—	XX
<i>Corrosión</i>			
Aceros de Baja Aleación	—	XX	—
Aceros Aleados	X	XX	—
Aceros Inoxidable y Aceros HSS	—	X	X

NOTA,

XX.....Mejor

X.....Bueno

—.....No adecuado

Como se indica en la Tabla 2.2, el desempeño del acero inoxidable en aplicaciones donde se presenten condiciones de desgaste, fatiga o corrosión es significativamente mejorado cuando sólo se emplean superficies con únicamente zona de difusión. La zona de difusión óptima debe tener el máximo endurecimiento, como el logrado por la precipitación de los nitruros de la aleación y el envejecimiento de los nitruros de hierro, mientras se mantiene la máxima ductilidad posible. En esos aceros, los nitruros de aluminio, cromo, molibdeno y vanadio que se encuentran cerca de la superficie ofrecen la máxima dureza. En adición, la alta concentración de nitrógeno en la superficie resulta en un muy alto contenido de nitrógeno en la red cristalina del hierro que se encuentra cerca de la superficie, de esta manera, a través de una apropiada composición y densidad energética del gas, el nitrógeno puede difundir y formar precipitados debajo de la superficie a una tasa que se relaciona con la tasa de introducción de nitrógeno en la superficie.

### 2.4.2.2 Comportamiento tribológico bajo condiciones de desgaste deslizante.

Y. Sun y T. Bell<sup>[3,13]</sup> han estudiado aceros de baja aleación (En40B) en sistemas de contacto deslizante-rodante, en donde se evidencia que la nitruración iónica mejora sustancialmente el desempeño tribológico. El grado de mejora depende fundamentalmente del tiempo y temperatura de nitruración para lograr una zona compuesta óptima (ver Figura 2.4).

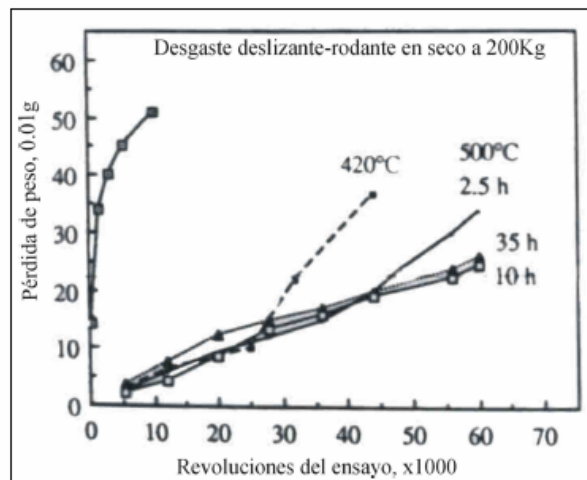


Figura 2.4: Curvas de desgaste rodante-deslizante para diversas condiciones de tratamiento.<sup>[3,13]</sup>

M. B. Karamis<sup>[3,14]</sup> también ha estudiado aceros En40B empleando un equipo en la configuración disco sobre disco, en donde se mejora notablemente la resistencia ante al desgaste y para lograr maximizar la resistencia hay que establecer una óptima relación entre la superficie de zona compuesta y la zona de difusión, en donde la zona de difusión debe ser lo más profunda posible para poder soportar la capa compuesta. Esta zona compuesta tiene un considerable efecto beneficioso durante el inicio del ensayo. Este principio de maximizar la zona de difusión es de vital importancia para al diseño de recubrimientos tipo dúplex<sup>[3,15]</sup> (nitruración iónica + PVD ó CVD asistido por plasma).

En aceros AISI 4140 nitrurados por plasma DC pulsado se han realizado estudios tribológicos en la configuración bola-sobre-disco <sup>[3,16]</sup>. Se estudió una sola condición de nitruración (532 Pa, 650K, 6 h, relación  $H_2$ -  $N_2$  1:4) y se determinó que la resistencia ante el desgaste deslizante se incrementó en un 300 % con respecto al acero sin tratar.

Los aceros de herramientas, entre ellos los empleados para aplicaciones en caliente (Hot working tool steel), son ampliamente utilizados para aplicaciones como extrusión, forjado en caliente y fundición en matrices. Aunque estos aceros tienen buenas propiedades mecánicas en caliente, los mismos están sometidos a desgaste severo por las condiciones de fricción generadas, por lo tanto, se requieren de piezas con mejores propiedades superficiales, esto se ha logrado con la nitruración de las matrices. M. B. Karamis<sup>[3,17]</sup> ha estudiado las propiedades microestructurales y tribológicas en acero H-13, y, basado en los resultados de desgaste deslizante obtenidos, se ha determinado que la nitruración iónica puede extender la vida útil de las matrices (Figura 2.5). Para el caso del acero tratado por 100 horas la pérdida de peso fue mayor, esto se debió a la formación de una zona compuesta de mayor espesor con la formación de poros aunado al incrementando de la fragilidad asociado a la formación de nitruros.

La enorme demanda industrial que tienen los procesos de nitruración tanto gaseosa como iónica ha estimulado intensivos programas de investigación para estudiar el efecto de las características de las capas nitruradas en las propiedades tecnológicas de los aceros nitrurados. En este sentido A. Molinari *et. Al.*<sup>[3,18]</sup> realizaron ensayos tribológicos en aceros 42CrAlMo7 y 30CrMo12 sin lubricación para estudiar el desgaste en seco, el cual es fuertemente afectado por la interacción de los materiales con la atmósfera, sin embargo, esos parámetros severos de ensayos (en seco, contacto lineal, contacto rodante deslizante a 500, 1000, 2000N) fueron llevados a cabo para inducir daño mecánico en la superficie y, así de esta manera, tener una indicación general del comportamiento ante el desgaste de aceros

nitruados como una función de sus características superficiales. Entre los principales resultados encontrados se tiene que la zona de difusión genera una zona microestructuralmente homogénea que provee las condiciones adecuadas para soportar los esfuerzos mecánicos generados durante el desgaste.

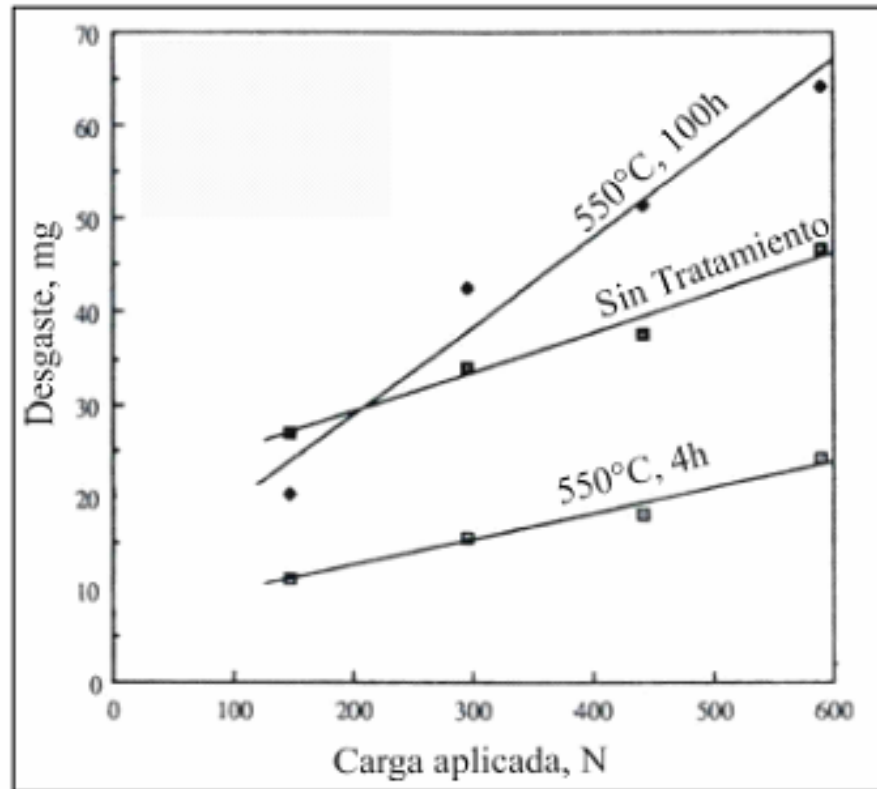


Figura 2.5: Tasa de desgaste vs. Carga para distintas condiciones de tratamiento. [3,17]

En lo que se refiere a la zona compuesta, una capa delgada, libre de poros y multifásica es mejor que tener una capa monofásica porosa. Esto sugiere que el efecto de la porosidad y del espesor de la capa puede suprimir el efecto beneficioso de una capa compuesta monofásica. La solución óptima es, por supuesto, una capa delgada y monofásica.

### 2.4.2.3 Comportamiento tribológico bajo condiciones de desgaste abrasivo y erosivo.

En cuanto al desgaste abrasivo, este se ha logrado reducir considerablemente empleando técnicas de nitruración iónica. Un ejemplo claro de esto se muestra en el trabajo realizado por Q. F. Peng <sup>[3,19]</sup>, en el cual se simulan las condiciones de desgaste abrasivo para las operaciones de forjado empleando partículas de óxido ferrico como abrasivo en una configuración de rodillo-sobre-rodillo. Lo interesante de este trabajo es que comparan diversos tratamientos superficiales (nitrocarburoización gaseosa, nitruración iónica, revestimiento por descarga de electrodos de WC-Co y tratamiento térmico convencional) bajo las condiciones de desgaste abrasivo. Los principales resultados pueden verse en la Figura 2.6, la cual evidencia que el mejor desempeño bajo las condiciones de desgaste mencionadas lo tiene la superficie tratada por nitruración iónica.

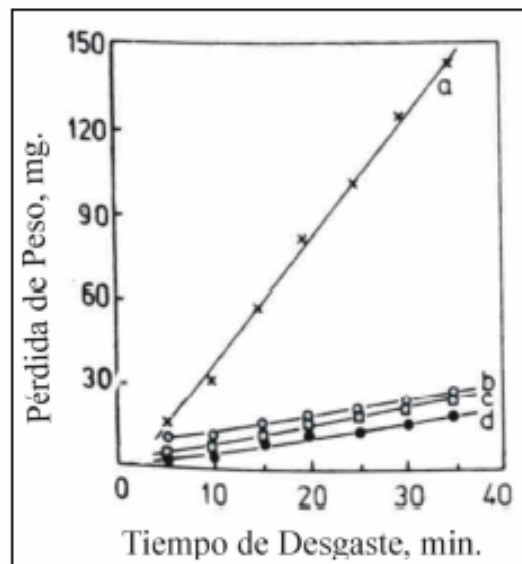


Figura 2.6: Relación entre el tiempo de desgaste abrasivo y pérdida de peso para un acero 5CrMnMo: (a) tratamiento térmico convencional, (b) nitrocarburoización gaseosa, (c) revestimiento por descarga eléctrica, (d) nitruración iónica. <sup>[3,19]</sup>



Aceros AISI 722M24 (En40B) nitrurados a distintas temperaturas, con tiempos entre 4 a 64 horas, presión 2,5 mbar en una atmósfera de amonía, han sido ensayados bajo condiciones de abrasión en medio líquido (10 % polvo de carbodurum en aceite SAE-30, configuración rodillo-sobre-rodillo) y en seco (discos de papel de lija a diferentes granulometrías). Entre los principales resultados se encuentra que la dureza superficial obtenida y el espesor de la zona compuesta son más importantes que la profundidad de la zona de difusión <sup>[3,20]</sup>. La necesidad de la estabilidad de un material a elevadas temperaturas en aplicaciones bajo condiciones de desgaste severas, como por ejemplo las fundiciones de aleaciones de aluminio-silicio hipereutectico y matricerías para extrusión de aluminio, requieren de materiales resistentes a la abrasión en caliente. Una solución a este problema es la aplicación de un tratamiento superficial y/o recubrimiento <sup>[8,21]</sup>, pero a pesar de que se conocen los principios tribológicos para optimizar las superficies, se han realizado pocos trabajos para evaluar a nivel de laboratorio superficies tratadas y/o recubiertas a altas temperaturas.

Uno de estos trabajos es el de M. B. Karamis y E. Gerçekcioglu <sup>[3,21]</sup>, en el mismo se comprobó que aunque la capa blanca monofásica de  $\gamma'$  es extremadamente dúctil y resistente al desgaste con relación a la capa monofásica  $\epsilon$ , bajo condiciones de trabajo en caliente y de extrema presión la capa monofásica de  $\gamma'$  puede ser deslaminada por las diferencias de dureza en caliente con la zona de difusión. El tipo de ensayo empleado en este trabajo fue el de configuración disco-sobre-disco, tanto vertical (para ensayo en seco), como horizontal (para ensayo abrasivo lubricado -arena de playa y aceite SAE 63). Como principal resultado se verificó que la remoción de la capa blanca provee un beneficioso decrecimiento en la pérdida de peso, ya que, bajo estas condiciones de ensayo las características del desgaste dependen primordialmente de la dureza y microestructura de la región cercana a la superficie, la cual se mejora notablemente con la presencia de la zona de difusión.

Una condición de desgaste que se presenta muy a menudo en maquinarias de plantas hidráulicas, equipos de minería o en motores a reacción es la erosión por partículas sólidas y líquidas a altas velocidades. Los factores más importantes que gobiernan la erosión son: el tamaño de la partícula, velocidad de la partícula, ángulo de impacto y tipo de material. En lo que respecta al tipo de material se conoce que para metales dúctiles se presenta una máxima erosión en ángulos entre  $15^\circ$  y  $30^\circ$ , por el contrario, para materiales frágiles la máxima erosión ocurre a  $90^\circ$ . Por lo tanto, una de las tendencias que generan más líneas de investigación en el área de la protección contra la erosión es el relacionado con las técnicas de ingeniería de superficie. Entre las numerosas técnicas existentes de ingeniería de superficie <sup>[3,22]</sup>, la nitruración se ha visto como una opción atractiva en comparación con otras técnicas <sup>[3,23]</sup> como los recubrimientos elastoméricos, recubrimientos duros, aleación láser, termorrociado. Comparado con los procesos anteriormente mencionados la nitruración iónica tiene algunas ventajas adicionales como lo es la conservación de la integridad dimensional de las piezas tratadas, uniformidad en la dureza superficial y una buena adhesión de la zona compuesta. En este sentido K. C. Chen *et. al.* <sup>[3,23]</sup> han realizados ensayos de erosión en aceros de medio contenido de carbono (AISI 1042), en donde la capa compuesta bifásica mejoró la resistencia a la erosión a bajo ángulo de impacto, debido a la alta dureza de esta capa, la cual reduce la transferencia de energía cinética de la partículas erosivas hacia las capas subsuperficiales.

Un fenómeno relacionado con el ataque de fluidos a altas velocidades en tuberías, propelas, alabes de turbina hidráulica, agitadores, etc., es el que se conoce como cavitación. El daño por cavitación es causado por el micro-impacto del fluido inducido por los cambios de presión en el mismo. Para demostrar el efecto protector de los aceros nitrurados en diferentes líquidos (agua, cloruro de sodio y cloruro de hidrogeno), W.H. Huang *et. al.* <sup>[3,24]</sup> han realizado ensayos de cavitación sobre acero AISI 1042 en estos líquidos para determinar los mecanismos de pérdida de masa que pueden sufrir estos aceros nitrurados. Entre

los principales resultados se encuentran que para la cavitación en agua se confirma el efecto de endurecimiento generado por la nitruración iónica lo cual hace que el acero pueda resistir el daño por cavitación bajo las condiciones establecidas por la norma ASTM G32-85<sup>[8,25]</sup>. Para el caso de las piezas nitruradas en electrolitos de 3,5 % en peso de NaCl y 3,5 % en peso de HCl, la corrosión electroquímica toma parte en el deterioro de la superficie, debido al ataque de la capa nitrurada, la cual es de naturaleza bifásica.

### 2.4.3. Recubrimientos Superficiales.

El interés en la búsqueda de materiales superduros pasó de ser una simple curiosidad científica para convertirse en la exploración de la posibilidad de sintetizar materiales que, por su dureza se aproximaran o excedieran la del diamante. Desde el punto de vista de su importancia en aplicaciones tecnológicas deben tener además propiedades tales como alta tenacidad, resistencia al desgaste para ser utilizados como recubrimientos antidesgaste (por ejemplo depositándolos sobre aceros para herramientas de corte), resistencia a la oxidación, estabilidad química, bajo coeficiente de fricción para aplicaciones en maquinado de piezas, y una buena adherencia y compatibilidad con el sustrato sobre el cual se depositan.

En la Figura 2.7 se muestra la dureza Vickers de una selección de materiales duros y superduros incluidas las heteroestructuras y los compuestos nanocristalinos (“nanocomposites”) (Veprek S., 1999). Los materiales superduros pueden ser divididos en: *intrínsecos* tales como el diamante (HV=70 – 100 GPa), el nitruro de boro cúbico (HV = 48 GPa) y posiblemente algunos compuestos ternarios del triángulo B-N-C (Rogl P. & Schuster J. C., 1992); y los materiales superduros *extrínsecos* tales como las multicapas de diferentes materiales y las superredes (“superlattices”), que son un arreglo periódico epitaxial de películas delgadas de diferentes materiales y que tienen espesores de algunos nanómetros (Kochler J. S.,

1970). Más recientemente los compuestos nanocristalinos tales como nc-MnN/a-Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> (donde M = Ti, W, V y otros nitruros metálicos de transición y a-Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> es el nitruro de silicio), nc-TiN/BN, nc-TiN/TiB<sub>2</sub> y otros materiales que se desarrollaron con durezas de 50 Gpa, y en el caso del nc-TiN/SiN<sub>x</sub> con durezas de hasta 105 GPa (Veprék S., 1999).

Ahora bien, en particular los recubrimientos en forma de multicapas constan de dos capas de materiales diferentes que se depositan sobre un sustrato en forma alternada y generalmente de manera periódica. El espesor de las capas varía, pero se pueden llegar a producir capas con espesores de 1 nm o menos. A nivel microestructural el parámetro característico es la *longitud característica* o la también llamada *periodicidad* ( $\lambda$ ) de la multicapa o de la superred, que es igual a la suma de los espesores de los materiales de las dos capas que se alternan en la multicapa o en la superred.

Considerando que se pueden depositar multicapas amorfas o policristalinas que consten de una capa metálica y otra cerámica, y si le llamamos  $T_m$  al espesor de la capa metálica y  $T_c$  al espesor de la capa cerámica, entonces  $\lambda$  será igual a  $T_m + T_c$ . Podemos en consecuencia definir la fracción de volumen relativo de la capa cerámica ( $V_c$ ) como la razón entre el espesor de la capa cerámica y el período de la multicapa (Vales Silva M. F., *et al.*, 2000).

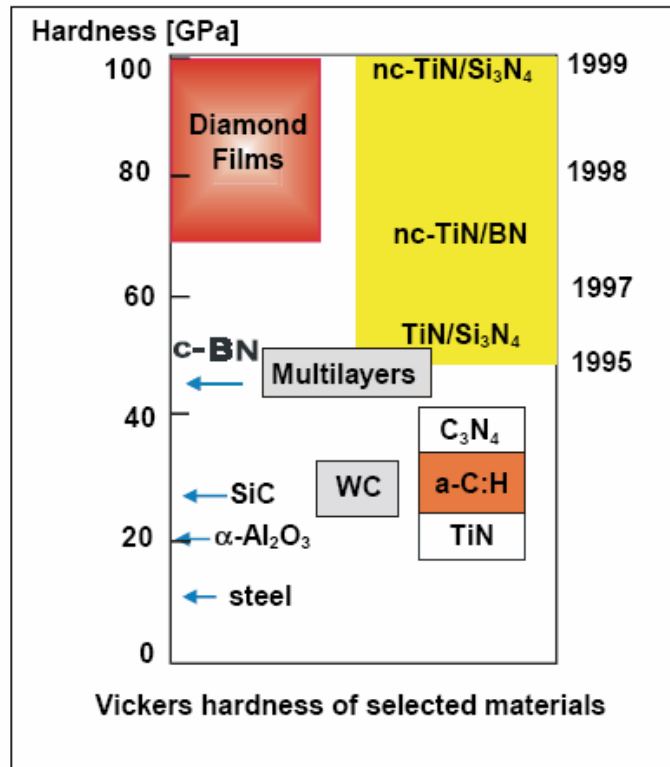


Figura 2.7: Dureza Vickers de una selección de materiales duros y superduros [25]

Estos dos parámetros se ajustan de tal manera que el espesor de la capa cerámica sea menor que el tamaño del defecto crítico para que se produzca la fractura de la capa cerámica, y además se ha determinado que el aumento en la fracción del volumen de la capa cerámica  $V_c$  lleva a un aumento de la dureza ( $H$ ) y del módulo de elasticidad ( $E$ ) de la multicapa. El mismo efecto se obtiene cuando se disminuye el valor de la periodicidad  $\lambda$  de la multicapa. Sin embargo, los valores más altos de  $H$  y  $E$  para una multicapa dada se obtienen para unos valores determinados de  $\lambda$  y de  $V_c$  (Vales Silva M. F., *et al.*, 2000).

La estructura de cada subsistema de la multicapa permite obtener por separado determinadas propiedades sobre la superficie del recubrimiento, en el recubrimiento y en la interfase recubrimiento / sustrato. Las propiedades del sustrato, de la interfase

del recubrimiento / sustrato y de la interfase de la multicapa, influyen de manera drástica en el desempeño del recubrimiento.<sup>[25]</sup>

La fabricación de estos recubrimientos se realiza por medio de las técnicas de deposición de vapor (*physical vapor deposition*, PVD, y *chemical vapor deposition*, CVD). Los parámetros utilizados para su preparación permiten una amplia variación de las propiedades de estos recubrimientos con aplicaciones electrónicas, ópticas, almacenamiento de datos y decorativas, pero de manera muy especial para propósitos tribológicos. Esto es así debido al amplio espectro de materiales que pueden ser depositados por estas técnicas, en especial nitruros y carburos de metales de transición, algunos óxidos, boruros, y también recubrimientos que contienen carbono como diamante, o carbón tipo diamante, diamante policristalino, películas de Me-C (metal-carbono) y CN (carbonitruro).

#### **2.4.3.1 Recubrimiento utilizado (DLC)**

El carbono no es un elemento abundante en la corteza terrestre; constituyendo solo el 0,027 por ciento de la misma. Este elemento presenta una amplia variedad de propiedades físicas y químicas reflejo de la diversidad de las estructuras atómicas de las fases en que se encuentre. Las fases más conocidas y de formas cristalinas del carbono son el grafito, diamante y buckminsterfulereno<sub>1</sub>. Para la realización de éste trabajo, se considero las del grafito y la del diamante, las cuales juegan un papel fundamental en este tipo de recubrimientos de carbono tipo diamante (DLC).<sup>[26]</sup>

---

<sub>1</sub> Forma de carbono muy simétrica en la que los 60 átomos de carbono están en los vértices de un icosaedro truncado, fue descubierta en la década de los 80`s y en la actualidad es motivo de estudio de numerosos investigadores.<sup>[27]</sup>

#### 2.4.3.1.1. Características de las fases que componen el recubrimiento utilizado

El grafito, fase termodinámicamente estable a temperatura y presión estándar, es un sólido suave, negro y lubricado que tiene un lustre metálico y es buen conductor de la electricidad. Se compone de láminas paralelas de átomos de carbono que a su vez están compuestas de anillos hexagonales interconectados como se muestra en la figura 2.8, donde cada átomo de carbono está unido a otros tres de la capa.

La distancia entre carbonos adyacentes en el plano es de  $1,42 \text{ \AA}$ , muy parecida a la del benceno y al igual que este, posee enlaces  $\Pi$  deslocalizados<sub>2</sub> que se extienden sobre las capas. Los electrones se mueven libremente por los orbitales deslocalizados, lo que hace que el grafito sea un gran conductor de la electricidad a lo largo de las capas. Las láminas, separadas por una distancia de  $3,41 \text{ \AA}$ , se mantienen unidas por débiles fuerzas de dispersión, estas láminas se deslizan fácilmente unas sobre otras cuando se frotran, lo que da a la sustancia una sensación grasosa.

De lo anterior se puede deducir que las propiedades del grafito son anisotrópicas, es decir, difieren en distintas direcciones a través del sólido. A lo largo de los planos de carbono, el grafito posee gran resistencia a causa del número y la fortaleza de los enlaces carbono-carbono en esta dirección. En cambio, hemos visto que los enlaces entre los planos son relativamente débiles, lo que hace que el grafito sea débil en esa dirección.

---

<sub>2</sub> Traslape de 2 orbitales  $p$  orientados perpendicularmente al eje internuclear donde los electrones  $\Pi$  no se asocian por entero a los 2 átomos que forman el enlace.<sup>[26]</sup>

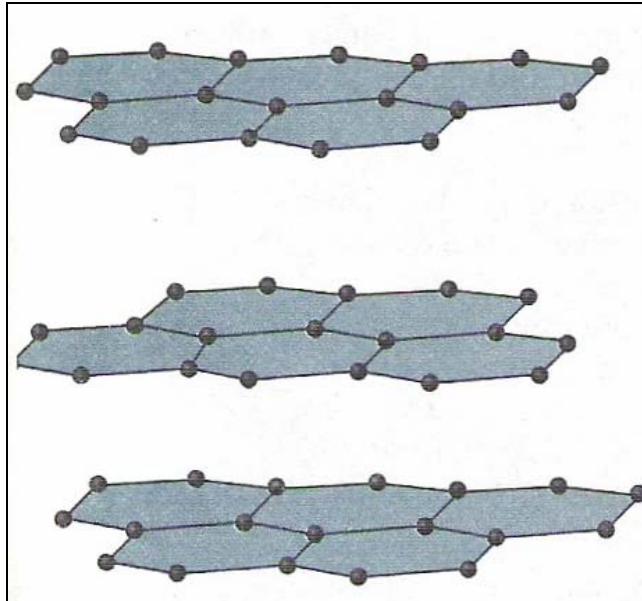


Figura 2.8: Láminas paralelas de átomos en la fase de grafito <sup>[27]</sup>

El grafito posee gran cantidad de usos de los cuales se conocen comúnmente los lubricantes, las fibras de éste y la “puntilla” de los lápices.

Por su parte, el diamante, conocido por ser el material con mayor dureza natural y otras propiedades únicas, es un sólido transparente en el cual cada átomo de carbono está unido a otros cuatro átomos de carbono como se muestra en la figura 2.9. La red covalente observada en dicha figura muestra a diferencia del grafito enlaces  $\sigma$  carbono-carbono. Esta matriz tridimensional interconectada con fuertes enlaces sencillos Carbono-Carbono contribuye a la inusitada dureza del diamante. La densidad del diamante es mayor a la del grafito ( $d=2,25 \text{ g/cm}^3$  para el grafito;  $d= 3,51 \text{ g/cm}^3$  para el diamante), y a presiones y temperaturas altas (del orden de 100000 atm y  $3000^\circ\text{C}$ ) el grafito se convierte en diamante.



En adición a esto posee otras propiedades únicas, como un alto límite elástico y esfuerzo de fluencia, alta conductividad térmica, es inerte químicamente, excelentes características de aislante eléctrico, alta constante dieléctrica, bajo coeficiente de expansión térmica, y la más baja compresibilidad de cualquier material. Es altamente transparente a la luz visible y a la luz infrarroja del espectro.<sup>[27]</sup> Además posee buenas propiedades tribológicas cuando es pulido<sup>[28]</sup>. Las propiedades y la alta densidad del diamante dice que éste cristaliza a muy altas presiones. En la naturaleza, esto significa que los diamantes son creados por procesos geológicos a grandes profundidades dentro de la tierra, generalmente a 150 Km de profundidad.<sup>[29]</sup>

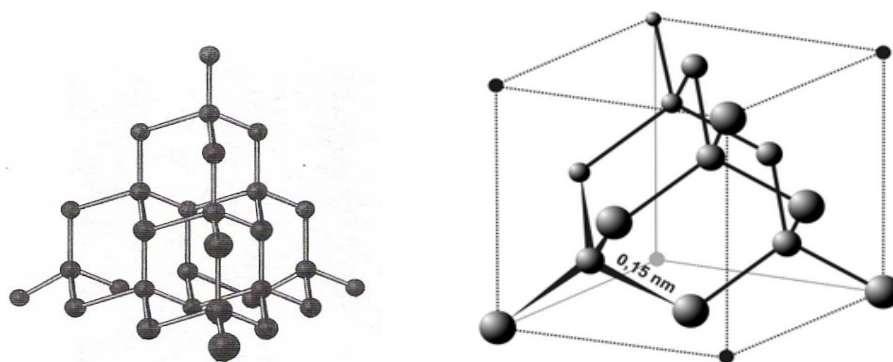


Figura 2.9: Estructura atómica del diamante.<sup>[30]</sup>

Hasta muy recientemente la síntesis de diamante comercial se realizaba por medio de técnicas con alta presión (mayor a 100.000 atmósferas) y alta temperatura (mayor a 1000°C). En la mayoría de estas técnicas se utiliza un líquido que contiene carbono y un metal como catalizador (Si, Ti, Nb, Ta, W + Co). Bajo ciertas condiciones de presión y temperatura, el diamante precipita como una fase en equilibrio. Para preparar diamante microcristalino (tamaño de grano de milésimas de milímetro) a bajas presiones y temperaturas moderadas es necesario utilizar procesos en los cuales el diamante se forme como una fase termodinámicamente estable en relación con el grafito. Los métodos más comunes utilizados para prepararlo incluyen varios tipos de descarga por plasma, filamentos incandescentes, llamas de combustión, láseres de alta potencia y otros menos difundidos. En estos métodos, los

gases que contienen carbono ( $\text{CH}_4$ ,  $\text{C}_2\text{H}_6$ ,  $\text{C}_6\text{H}_6$ , etc.) son fragmentados en especies atómicas o moleculares (neutras o ionizadas) por el plasma, el filamento incandescente o la llama.

Utilizando estos métodos es posible formar diamante cristalino a temperaturas que varían entre 700 y 1000°C y a presiones (del gas utilizado) menores a una atmósfera. La dureza de los recubrimientos de diamante microcristalino varía entre 30 y 60 GPa, según el proceso utilizado para su preparación.

En estas dos fases cristalinas, *grafito* y *diamante*, el átomo de carbono forma enlaces con hibridaciones  $sp^2$  y  $sp^3$  respectivamente como se muestran en las figuras 2.10 y 2.11.

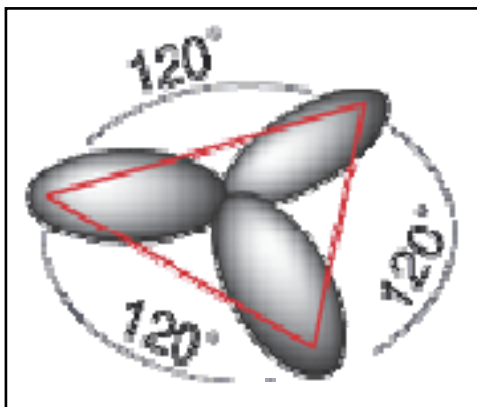


Figura 2.10: Orbitales  $sp^2$ , estructura del grafito.

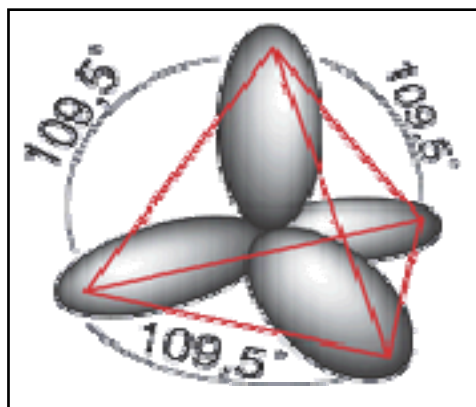


Figura 2.11: Orbitales  $sp^3$ , estructura del diamante.

#### 2.4.3.1.2 Generalidades de los recubrimientos Carbono tipo diamante (DLC)

Otro tipo de material carbonoso duro, obtenido más recientemente, es el conocido como carbón tipo diamante (CTD), traducción de *Diamond-Like Carbon* (DLC).

Los recubrimientos de carbono tipo diamante (DLC), son capas amorfas delgadas de carbono que combinan enlaces de este elemento; en forma de diamante, para proporcionar mayor dureza, y en forma de grafito, para disminuir el coeficiente de fricción.

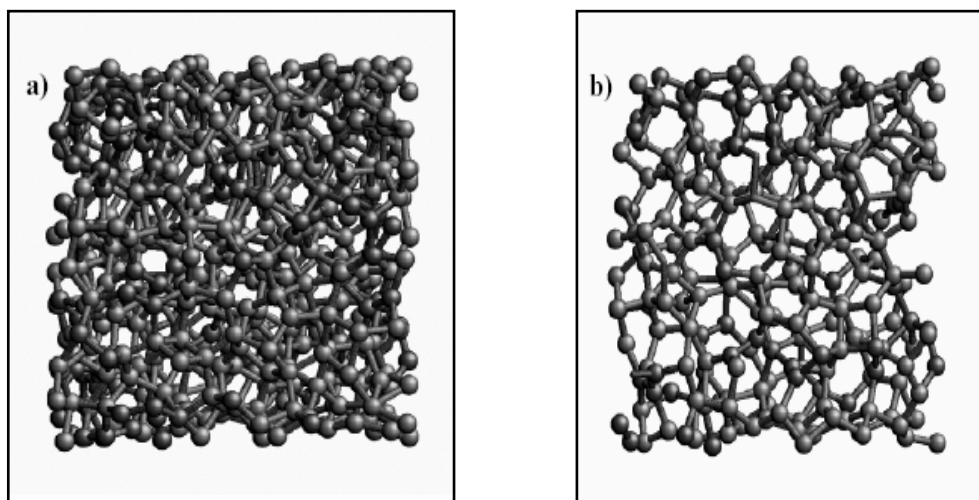


Figura 2.12: Simulación computarizada de la estructura de los recubrimientos DLC.  
[29]

Este material es preparado en forma de recubrimientos sobre sustratos a una temperatura más baja que el diamante microcristalino (entre 100 y 300°C). Los procesos más frecuentes para su obtención utilizan hidrocarburos gaseosos que son fragmentados mediante el uso de un plasma. Las especies que contienen carbono se depositan sobre el sustrato a las temperaturas arriba indicadas.

Los recubrimientos de DLC pueden ser depositados por técnicas avanzadas de PVD o CVD, las cuales proveen una superficie lisa de calidad comparable a las películas de diamante, poseen propiedades atractivas, como bajo coeficiente de fricción, alta resistencia al desgaste, alta dureza, inercia química, una relativamente alta divergencia óptica y una alta resistividad eléctrica. Debido a estas propiedades, los recubrimientos de DLC son usados como recubrimientos de protección en aplicaciones severas de hojillas, discos duros y computadores personales. [25]

Este material tiene una estructura amorfa metaestable en la que el carbono utiliza enlaces  $sp^2$  y  $sp^3$  como se observa en la figura 2.12. Básicamente consiste en una matriz de enlaces  $sp^3$  con algunos enlaces  $sp^2$ , los porcentajes de cada uno están bien definidos según el recubrimiento deseado esto es ilustrado en la figura 2.13. Según las condiciones utilizadas para su preparación, el recubrimiento puede incluir porcentajes atómicos de hidrógeno de hasta un 40%. El hidrógeno ayuda a estabilizar los enlaces  $sp^3$ , aunque recubrimientos con demasiado hidrógeno tienen baja densidad, lo cual disminuye su dureza. La mezcla de enlaces induce en los recubrimientos de este material propiedades extremas. Por ejemplo, su dureza es mayor a la del diamante microcristalino y es comparable a la del diamante natural; tiene una superficie más plana y un bajo coeficiente de fricción (0,1). Esto último le confiere propiedades lubricantes. La dureza de este material puede ubicarse entre 20 y cerca de 70 GPa.

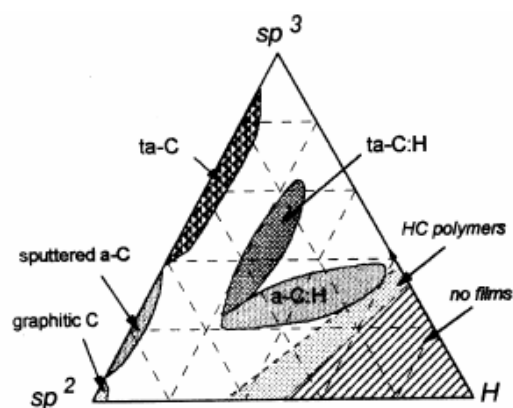


Figura 2.13: *Diferentes combinaciones de híbridos para la obtención de recubrimientos con diferentes propiedades.*<sup>[29]</sup>

#### 2.4.3.1.3. Propiedades fundamentales de los recubrimientos de carbono tipo diamante

Tanto las propiedades como la estructura de los recubrimientos de carbono tipo diamante son fuertemente dependientes de cada una de las técnicas de deposición y de los parámetros de deposición utilizados, pero algunas características en común de este tipo de recubrimientos pueden ser mencionadas ya que estas afectan el

proceso. Primeramente, el parámetro más importante de deposición que influye en las propiedades de la película es la energía del ion. Este es frecuentemente representado como un “Bias” (voltaje negativo) en técnicas basadas en descomposición de hidrocarburos. Los otros parámetros de influencia significativa, tanto la presión de deposición como la densidad de flujo, dependen de la técnica de deposición usada. En segundo lugar, las películas son típicamente formadas en sustratos a bajas temperaturas ( $< 100^{\circ}\text{C}$ ), regularmente el aumentar unos cientos de grados no afecta las propiedades de la película. Como tercera característica, el sustrato tiene solo una pequeña influencia en el crecimiento de la película y las propiedades de la misma.

El diamante posee el más alto módulo de Young (1100 GPa) y dureza ( $\approx 100$  GPa) de todos los materiales debido a su alta densidad molecular. El valor de dureza que presentan las películas de carbono tipo diamante solo está cerca del 15 por ciento de la dureza del diamante mismo. Esencialmente esto se debe a que los recubrimientos tienen un porcentaje de enlaces  $\text{sp}^2$  y la dureza y módulo de Young a esos niveles están asociados a los enlaces  $\text{sp}^3$  del diamante. A continuación se presenta una tabla comparativa marcada por el porcentaje de enlaces de diamante.<sup>[29]</sup>

Tabla 2.3: *Propiedades de varias formas de carbono.*<sup>[29]</sup>

	Densidad ( $\text{g cm}^{-3}$ )	Dureza (GPa)	% $\text{sp}^3$	at.% H	Bias (eV)
Diamante	3.515	100	100		5.5
Grafito	2.267		0		-0.04
$\text{C}_{60}$			0	0	3
Glassy C	1.3–1.55	2–3	$\sim 0$		0.01
a-C, evap.	1.9–2.0	2–5	1		0.4–0.7
a-C, sputt.	1.9–2.4	11–15	2–5		0.4–0.7
a-C, MSIB	3.0	30–130	$90 \pm 5$	$< 9$	5.5–1.5
a-C:H, hard	1.6–2.2	$10\text{--}25$ <sup>1)</sup>	30–60	10–40	0.8–1.7
a-C:H, soft	0.9–1.6	$< 5$	50–80	40–65	1.6–4
Polyethylene	0.92	0.01	100	67	6
ta-C <sup>2)</sup>	3.0	55–65	mainly	$< 1$	

Otra característica importante que define las propiedades de los recubrimientos de carbono tipo diamante y todos los recubrimientos para ser exactos es la adhesión.

Los recubrimientos necesitan una excelente adhesión al sustrato. Esta adhesión depende del sustrato en sí y puede ser afectada por el tratamiento previo de la superficie, de los métodos de deposición y de los parámetros de esta deposición usados. Se ha comprobado mediante estudios previos que la adhesión de las películas de DLC puede ser incrementada aplicando capas intermedias o estructuras multicapas tales como TiC, SiC, Ti, TiN/TiC entre ellas y el sustrato.

#### **2.4.3.2 Técnica de deposición**

Mucho antes de que se acuñara la expresión Ingeniería de Superficies la industria empleaba ya un gran número de técnicas clásicas de recubrimiento como lo son: cromado, anodizado, chapeado con plata, dorado, pavonado etc. En su mayor parte siguen siendo ampliamente usadas y si en algún caso se cuestiona su empleo (cromado) suele ser por motivos relacionados con el medio ambiente.

Debido al creciente interés en nanotecnologías<sup>[31]</sup> y tratamientos superficiales<sup>[32]</sup> que han impulsado el desarrollo de ciencias aplicadas y métodos de caracterización, los progresos en ciencia de materiales y en las tecnologías de vacío han sido muy grandes y a su vez han traído como consecuencia, en las dos últimas décadas y con independencia de las técnicas clásicas, el desarrollo de procesos avanzados de recubrimiento.

Dentro de estos procesos, una de las tecnologías más versátiles para disponer de piezas con propiedades superficiales mejoradas, manteniendo inalteradas las del resto del material, se conoce como PVD. Las siglas PVD corresponden a la expresión inglesa Physical Vapor Deposition, que traducido al castellano común significaría: Deposición Física fase Vapor. Con este nombre se conocen un amplio conjunto de

técnicas que tienen en común el empleo de medios físicos (en contraposición a químicos) para obtener el material de recubrimiento en fase vapor. Este tipo de técnica se usa para formar películas finas<sup>3</sup>, de sustancias que se pueden vaporizar o evaporar sin destruir su identidad química, sobre cualquier tipo de sustrato. Tales sustancias incluyen metales, aleaciones metálicas y compuestos orgánicos simples como óxidos, sulfuros, fluoruros y cloruros.<sup>[28]</sup>

#### **2.4.3.2.1 Clasificación de las técnicas de Deposición Física en Estado de Vapor:**

Las técnicas de PVD más empleadas se pueden agrupar en dos grandes grupos:

1. Técnicas de sputtering.
2. Técnicas de evaporación.

De estas la más eficiente para la deposición de películas delgadas, por consiguiente la utilizada en este trabajo es la técnica de espurreo.

#### **Técnicas de Sputtering.**

Para comprender el segundo gran grupo de las técnicas PVD (técnicas de sputtering) es necesario definir el significado de un plasma.

El plasma, a veces conocido como "el cuarto estado de la materia", además de los tres nombrados sólido, líquido y gaseoso, es un estado de agregación el cual posee características propias y contiene un número significativo de partículas cargadas libres cuyas dinámicas presentan efectos colectivos dominados por las interacciones electromagnéticas de largo alcance entre las mismas.

La materia en condiciones normales en la Tierra tiene electrones que orbitan alrededor del núcleo atómico. Los electrones están unidos al núcleo por la acción de la fuerza atractiva electrostática mutua. Si la temperatura es lo suficientemente alta,

---

<sup>3</sup> El termino película fina no tiene una definición precisa; en general, se refiere a películas cuyo espesor varía de 0.1  $\mu\text{m}$  hasta unos 300 $\mu\text{m}$ . No se aplica a pinturas o barnices porque suelen ser mucho más gruesos.<sup>[29]</sup>

los electrones (por lo menos los de órbitas más externas) adquieren bastante energía cinética como para escapar del potencial del átomo. En esta situación los electrones ya no están atrapados en órbitas alrededor del núcleo y comienza a formarse este plasma. , donde un gas se convierte en una colección de electrones de carga negativa, porque han escapado de la fuerza del núcleo, y los iones de carga positiva porque han perdido uno o más electrones.

El bombardeo iónico, fue descubierto por Grove [1842] al observar por primera vez que la superficie de un sólido se desgastaba al ser incidida por un flujo de iones positivos que chocaban contra ella y constituye un proceso atomístico que utiliza una descarga luminosa (glow discharge) como se ilustra en la figura 2.16, contenida de un plasma, para generar un flujo de iones incidentes sobre la superficie de un blanco. Estos iones altamente energéticos (superior a 30 eV) acelerados hacia el blanco colocado a un potencial negativo, produce la salida de átomos, ocasionalmente, racimos de átomos y/o moléculas por transferencia de momento para definir un proceso mecánicamente activado.

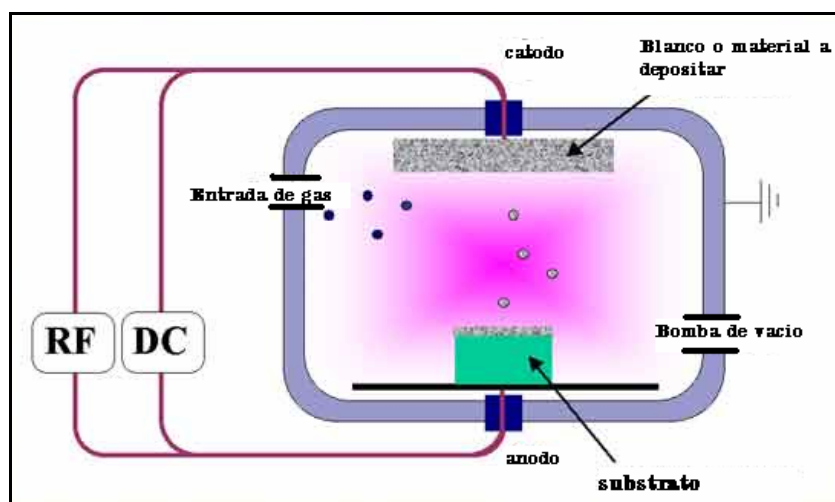


Figura 2.14: Esquema de un sistema de bombardeo iónico tipo diodo. <sup>[32]</sup>

Como se muestra en la figura 2.14 un sistema convencional de deposición consiste de una cámara de deposición, un sistema de alto vacío, un blanco (target) el



cual es la fuente de material del recubrimiento, un portamuestra, un suplidor de gas de trabajo y una fuente de poder de alto voltaje de radio frecuencia (RF) o corriente directa (DC). En el bombardeo iónico básico la fuente (target) o blanco del material está geométricamente limitada a láminas y barras sin calentamiento, sin embargo es colocada a un gran potencial negativo RF o DC, típicamente alrededor de -1000 V. El blanco se convierte en un cátodo en relación a la cámara de vacío y al portamuestra que están conectados a tierra. Si la cámara de deposición está a una presión del orden de 1 Pa, el alto voltaje (negativo) iniciará la formación de un plasma y los iones positivos dentro del plasma se acelerarán a través de este potencial, golpeando el blanco con energías cinéticas suficientemente altas para sacar átomos de la superficie del blanco. Este fenómeno no ocurre aisladamente, ya que con la salida de átomos ocurren una serie de situaciones que son representadas en la figura 2.15. Usualmente el blanco y el portamuestra son planos, paralelos, cercanos entre si y con áreas iguales. Los sistemas de deposición por bombardeo iónico (BI) pueden incluir muchas fuentes separadas posicionadas para obtener un recubrimiento mas uniforme.

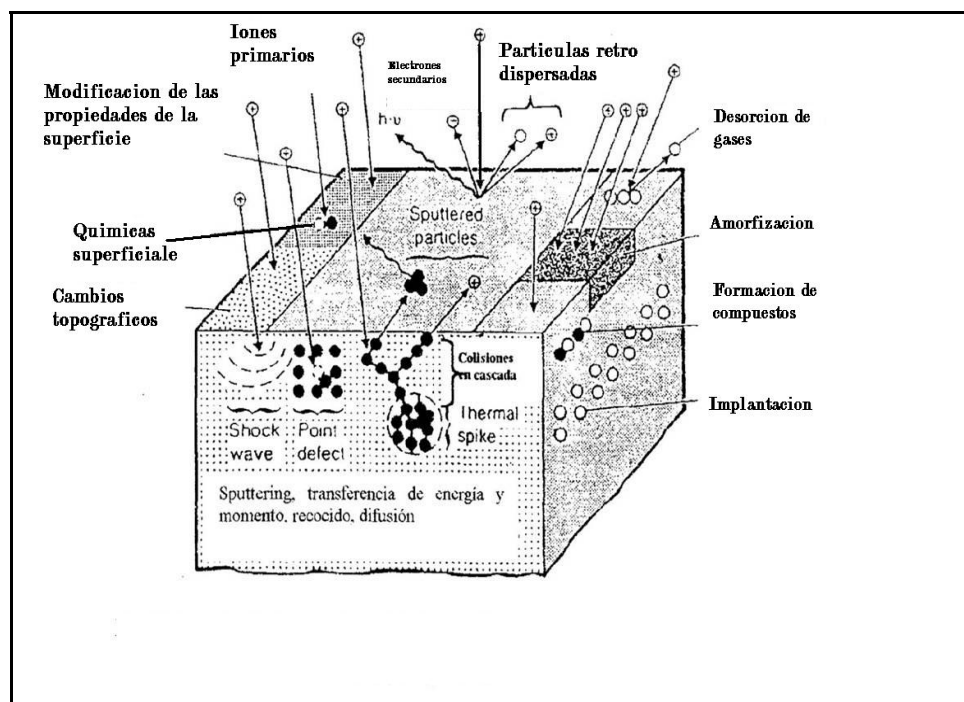


Figura 2.15: *Sinópsis de los eventos de interacción que ocurren en y cerca la superficie del blanco durante el bombardeo iónico* <sup>[32]</sup>

Modificaciones del proceso básico de deposición por bombardeo iónico puede incluir: calentamiento del sustrato o aplicación de un voltaje al sustrato para mejorar la difusión superficial de los átomos; adición de gas(es) reactivo(s) dentro del plasma para lograr la deposición de compuestos e incorporación de múltiples blancos para producir películas multicapas o químicamente graduadas. La colocación de un potencial al sustrato también podría permitir la remoción de átomos de impurezas débilmente enlazados a la superficie.<sup>[33]</sup>

### **Clasificación de los procesos de Bombardeo Iónico.**

Los procesos de bombardeo iónico en una descarga luminosa se pueden llevar a cabo con distintas configuraciones de electrodos, determinando una variedad que incluyen: BI por diodo DC, bias, Ganancia “Getter”, Radio frecuencia, Tríodo, Magnetron y BI asistido por haz de iones.

Los sistemas anteriores e incluso el bombardeo iónico por magnetron, tienen la limitación de no poder trabajar a presiones más bajas que 1 MTorr<sub>4</sub> debido a la escasez de iones. Para realizar bombardeo iónico en alto vacío se necesita un haz energético y de alta densidad de iones.<sup>[34]</sup>

---

<sup>4</sup> El Torr es una unidad de presión. Un Torr fue originalmente definido como la presión ejercida por una columna de un milímetro de mercurio (mmHg), y como 1/760 de atmósfera estándar.

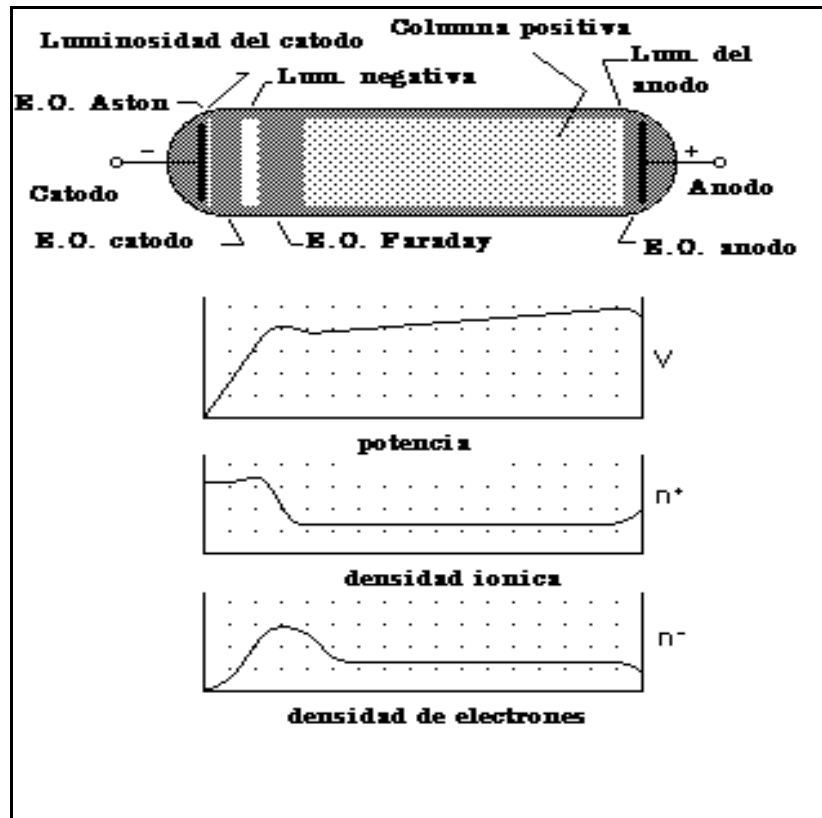


Figura. 2.16: *Características generales de una descarga luminosa de corriente continua.*

### Bombardeo iónico por magnetrón.

Una forma alternativa de obtener una alta eficiencia de ionización, en base a los electrones secundarios emitidos por el cátodo en una descarga de corriente continua, es utilizando un efecto combinado entre el campo eléctrico de la descarga con un campo magnético ( $B \approx 100$  Gauss) de configuración espacial adecuada (generalmente un campo magnético transversal, normal al campo eléctrico) para confinarlos en las proximidades de la región de emisión (figura 2.17).

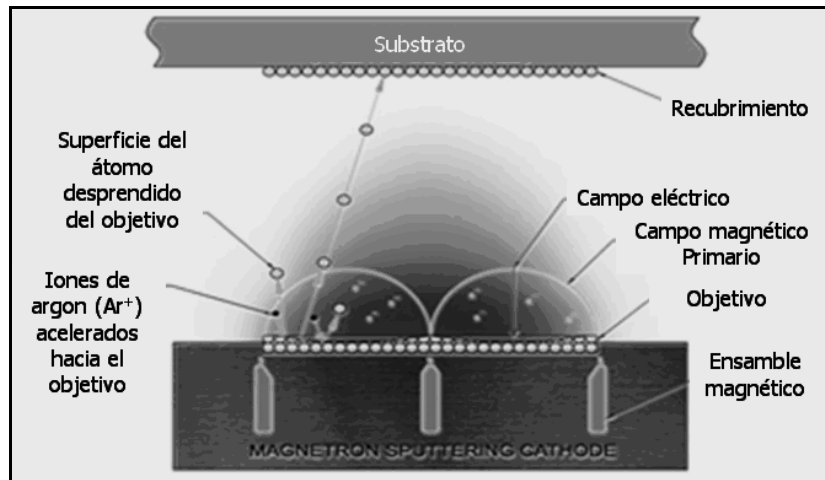


Figura. 2.17: *diagrama del proceso “bombardeo iónico por magnetron”.*

Los plasmas, en general, son moderadamente conductores, por lo cual la aplicación de campos eléctricos produce débiles perturbaciones. Sin embargo, la aplicación de campos magnéticos puede producir efectos muy significativos.

En el proceso de desplazamiento de los iones cuando estos son afectados por el poder de los magnetos dos procesos, importantes toman lugar:

- Los iones desalojan a los átomos de la superficie del blanco por medio de transferencia de energía en el momento del choque. Los átomos desalojados que no estén cargados positiva o negativamente salen en forma recta de la trampa magnética y son estos átomos los que al chocar con la pieza de trabajo forman el recubrimiento.
- La superficie también libera electrones los cuales son partículas subatómicas cargadas negativamente. Estos son retenidos en la trampa magnética, donde su energía es utilizada para producir más iones de argón. Esto significa que los iones que son atrapados en la superficie son abastecidos todo el tiempo, debido al trabajo continuo de los magnetrones.

Debido a estos fenómenos de transferencia de energía en el bombardeo iónico por magnetrón ocurre un calentamiento en el blanco o target, por lo cual a los magnetrones se les incorpora canales de agua fría durante su operación.

La técnica de bombardeo iónico por magnetrón presenta algunas ventajas sobre el bombardeo iónico convencional, entre las cuales se puede mencionar:

- Aumento de la tasa de deposición.
- Reducción del bombardeo iónico del sustrato y de las paredes de la cámara.
- Buena reproducibilidad de las propiedades de las películas.
- Disminución de los requerimientos de la presión del gas de trabajo.
- Facilidad para depositar una amplia variedad de metales.

Entre las principales limitaciones de este proceso se encuentran:

- Geometría del blanco utilizado.
- La formación de películas porosas pueden resultar de una amplia separación blanco-sustrato.
- No existe uniformidad en el plasma.

Con el fin de superar algunas de estas limitaciones se han desarrollado diferentes sistemas de magnetrones tales como bombardeo iónico por magnetrón desbalanceado.

### **Bombardeo iónico por magnetrón desbalanceado.**

Este proceso se caracteriza por producir un intenso bombardeo de la superficie de los sustratos a ser recubiertos con iones de baja energía, lo que favorece el desarrollo de películas compactas de mínima porosidad y alta calidad.

El concepto de magnetrones desbalanceados fue desarrollado en primera instancia por Window y Savvides [1986] quienes investigaron el efecto de varias configuraciones magnéticas en un magnetrón convencional. Al reforzar el anillo externo del magneto algunos electrones en el plasma no fueron mayormente confinados en la región del blanco, pero fueron capaces de seguir las líneas de campo magnético hacia el sustrato. Como resultado el bombardeo iónico en sustrato fue mayor con una consecuente mejora en la estructura del recubrimiento.

El uso de una configuración de magnetrones desbalanceados permite transportar una alta corriente iónica hacia el sustrato y así obtener una excelente calidad del recubrimiento. Si dos magnetrones desbalanceados son instalados en forma opuesta a los otros, ellos pueden ser configurados con magnetos de la misma polaridad (espejo o “mirrored”), o con magnetos de diferentes polaridades (campo cerrado) o (“closed field”). El uso de los sistemas de campo cerrado ha guiado a una gran mejora en la estructura y propiedades en los recubrimientos por bombardeo iónico. Estos procesos son referidos como bombardeo iónico por magnetrón de campo cerrado.

En un magnetrón desbalanceado el anillo exterior de los magnetos está reforzado relativo al polo central. En este caso no todas las líneas son cerradas entre los polos centrales y externos del magnetrón, pero algunas líneas son dirigidas hacia el sustrato, y algunos electrones secundarios son capaces de seguir estas líneas de campo. Consecuentemente, el plasma no está fuertemente confinado a la región del blanco, pero permite un flujo hacia la pieza además, altas corrientes de iones pueden ser extraídas del plasma sin la necesidad de aplicar un “voltaje bias” externo al sustrato.

Los efectos físicos del bombardeo iónico en la interfase película-sustrato permiten un buen alcance y excelente adhesión, además de producir cambios en las propiedades de las películas tales como: densidad, morfología volumétrica y

superficial, tamaño de grano, orientación cristalográfica, resistividad eléctrica y recubrimientos con menor porosidad, aunque los cambios en las propiedades de la película dependen de varios factores, como por ejemplo:

- El bombardeo iónico y la redeposición de átomos que densifican la película.
- La energía recibida en la región de la superficie durante la deposición.
- Bombardeo iónico de los contaminantes eyectados y de las especies reactivas sin reaccionar.

Existen también otro tipo de factores que modifican las propiedades de la película y que a su vez son necesarios controlar, entre los cuales se puede mencionar:

- Uniformidad del bombardeo
- Intensidad de corriente
- Energía de las partículas
- Composición del gas y flujo de masa
- Temperatura del sustrato
- Velocidad de deposición

Estos avances tecnológicos llevaron al mejoramiento del desarrollo de recubrimientos de carbono tipo diamante (DLC) y de diamante policristalino (PDC). En particular, la tecnología de producción del carbono tipo diamante (DLC) es un área de amplias investigaciones aplicadas por el interés que este tipo de material presenta debido a la combinación única de propiedades que posee (Tsai H. C. & Bogy D. B., 1987) y que lo hace un material ideal para un gran número de aplicaciones

Sin embargo, además de la compatibilidad que debe existir entre el sustrato y la capa que se va a depositar en lo referente a sus parámetros de red y orientaciones cristalográficas, su uso se ha visto limitado debido a las altas tensiones compresivas

internas que tiene el DLC, la baja interacción química entre la película y el sustrato y los defectos microestructurales que estas películas exhiben en la interfase capa-sustrato (Angus J. C. & Wang Y., 1991). Por ejemplo, al depositar películas de DLC o diamante directamente sobre sustratos de acero, muchas de sus potenciales aplicaciones se ven reducidas por la baja adherencia al sustrato de acero debido a las altas tensiones compresivas internas que presenta la capa y que hacen que la película de DLC o de diamante se resquebraje o se delamine (Figura 2.18a). Estas tensiones internas se logran reducir al colocar una capa intermedia entre el sustrato y la película (Figura 2.18b) (Drory M. D., 1995; Vandierendonck K. *et al.*, 1995).<sup>[26]</sup>

Actualmente la forma más comúnmente usada para resolver este problema de adherencia es usar una capa metálica intermedia de W, Ti o Cr y después un carburo (por ejemplo WC, TiC) (Drory M. D., 1995; Vandierendonck K. *et al.*, 1998) entre el sustrato y la película de DLC que sirva como una forma de enlace entre los dos materiales (Sjöström H. *et al.*, 1993), debido a la propiedad de estos metales de adherirse a los aceros al formar carburos (con enlaces fuertes entre la capa intermedia y la película de DLC) y por sus propiedades mecánicas tales como su alta tenacidad frente al esfuerzo de corte por cizallamiento que evita la delaminación y la deformación plástica de la capa intermedia, sin embargo estudios recientes han demostrado que los recubrimiento de diamante pueden presentar buena adhesión sobre sustratos de aceros, al realizar un tratamiento termoquímico previo a la deposición del mismo, denominado Tratamiento Superficial Tipo Dúplex Complementario<sup>[35]</sup>.



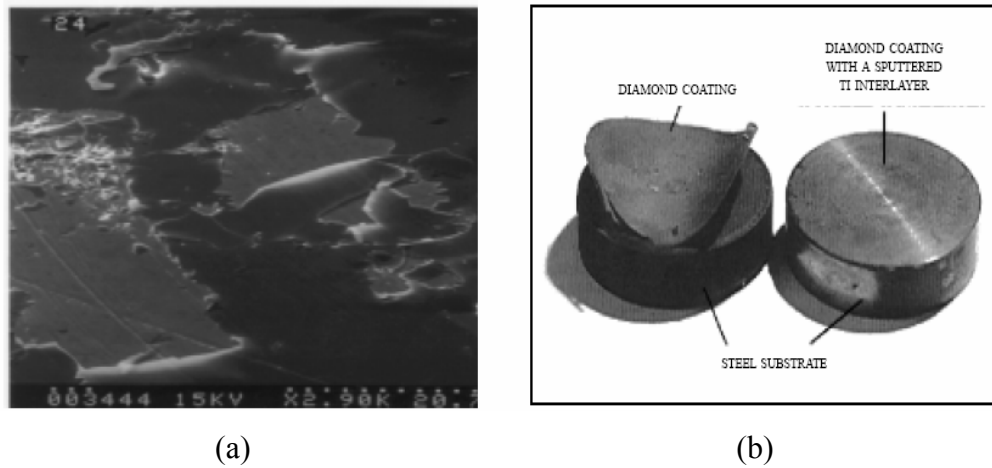


Figura 2.18: (a) capa de DLC depositada directamente sobre sustrato de acero, (b) Capas de diamante depositada directamente sobre sustrato de acero (izquierda) y con capa intermedia de Ti (derecha).<sup>[25]</sup>

#### 2.4.4.- Tratamiento Superficial tipo Duplex en Aceros.

En la actualidad, existen numerosas combinaciones de tratamientos tipo dúplex en aceros, pero la mayor parte de los estudios han sido dedicados a los tratamientos dúplex complementarios, los cuales están compuestos por tratamientos termoquímicos de nitruración y recubrimientos duros delgados asistidos por plasma. A su vez, entre los tratamientos termoquímicos es notable el incremento del uso de técnicas asistidas por plasma, conocidas como nitruración por plasma o nitruración iónica. El tratamiento termoquímico en los aceros es fundamental en los tratamientos tipo dúplex complementario, aunque se conocen bien los beneficios de la nitruración previa desde hace poco más de 10 años<sup>[35]</sup>. El empleo de diversas combinaciones de nitruración previa (tanto gaseosa, como iónica) hacen que este tipo de tratamiento tipo dúplex sea considerado un tema de interés de numerosas investigaciones desde el punto de vista tribológico, a pesar de que la nitruración iónica como proceso ha sido estudiado extensivamente desde la década de los años 70.

A esta gama de posibilidades de nitruración previa se le suma el empleo de diversos recubrimientos duros delgados (obtenidos por técnicas PAPVD o PACVD) que varían desde recubrimientos de primera generación, como los de TiN mono-capa, hasta los multicapas con combinaciones de TiAlN-TiN, pasando por los recubrimientos de ZrN, CrN, Ti(C,N) y definitivamente la innovación de este trabajo de investigación, un proceso de nitruración, mas la aplicación de un recubrimiento de PCD (Policristaline Diamond Compact).<sup>[3]</sup>

#### **2.4.4.1 Adhesión del sistema dúplex**

Como fue mencionado anteriormente, una de las propiedades que numerosos investigadores han tomado en cuenta para comparar el desempeño tribológico del tratamiento tipo dúplex es la adhesión, ya que, si bien un acero nitrurado y posteriormente recubierto tiene un esfuerzos con discontinuidades minimizadas debido al “suavizado” cambio de las propiedades elásticas<sup>[35]</sup>, la adhesión del recubrimiento duro sobre la superficie nitrurada es de vital importancia para la conservación de un sistema dúplex íntegro bajo las condiciones de carga y geometría de contacto requeridas. Uno de los ensayos más comúnmente utilizados para estimar la adhesión de recubrimientos duros delgados es el ensayo de rayado, este tipo de ensayos no proporciona una información cuantitativa de la adhesión de los recubrimientos, pero permite estimar los modos de falla generados en el sistema recubierto y las cargas a las cuales ocurren desprendimientos del recubrimiento (lo que esta asociado a la energía de adhesión), y así compararlo entre diferentes sistemas recubiertos con capas similares (principalmente en cuanto a espesor y diferencia de propiedades mecánicas entre substrato y recubrimiento) y bajo las mismas condiciones de ensayo. Los estudios de adhesión realizados a sistemas con tratamientos superficiales tipo dúplex se pueden dividir de acuerdo al método de análisis empleado en: (1) determinación de cargas críticas por inspección visual de zona ensayada a través de la determinación de fallas cohesivas y/o adhesivas <sup>[3,15,35,36,37,38,39]</sup>, (2) determinación de cargas críticas con apoyo de la información dada

por la emisión acústica durante el ensayo y verificación de profundidades de penetración empleando técnicas de perfilometría <sup>[3,40,41,42,43,44]</sup>; (3) estimación de la densidad energía de energía de rayado empleando ensayos de rayado modificados <sup>[45,46]</sup>; (4) caracterización de la adhesión del sistema con evaluaciones de patrones de fallas generados durante ensayos de dureza Rockwell C modificados <sup>[47]</sup>. En todos los estudios de adhesión presentados se destaca la mejora en la adhesión del recubrimiento duro cuando se aplica sobre una superficie previamente nitrurada, la cual se hace evidente (en el caso de ensayos de rayado) por la presencia de grietas tensiles <sup>[40,36,42,39,48,49]</sup>, cuando la curvatura de las grietas están orientadas hacia la dirección del movimiento relativo de la punta de diamante (grietas tensiles), es indicativo de que la adhesión del substrato al recubrimiento es mayor que la cohesión del recubrimiento<sup>[49]</sup>. En relación al efecto de la capa blanca (bifásica o monofásica) en la adhesión del recubrimiento, existen pocos estudios al respecto y estos estudios tienden a diferir entre si en cuanto al papel desempeñado por la capa blanca en la adhesión. Algunos autores atribuyen que la pérdida de la adhesión esta asociada a la descomposición de los nitruros de hierro durante el proceso de recubrimiento aunado a la posible formación de compuestos frágiles de Ti-Fe, por la presencia de iones de Ti durante el proceso de recubrimiento con TiN, Ti(C,N) y (Ti,Cr)N<sup>[43]</sup>. Otros autores atribuyen la pérdida de la adhesión a la prematura fractura frágil de la capa compuesta <sup>[47]</sup>. Estudios de adhesión realizados sobre aceros AISI 4140 con tratamientos tipo dúplex han indicado que una capa compuesta con cierta porosidad detiene la propagación de grietas desde y hacia el substrato <sup>[15]</sup>. La carencia de consistencia entre los numerosos resultados presentados puede estar relacionada a la variedad de procedimientos de nitruración y recubrimientos aplicados a diferentes superficies. <sup>[3]</sup>

#### **2.4.4.2 Desempeño tribológico**

Los ensayos tribológicos sobre superficies de acero con tratamientos tipo dúplex estudiados en la bibliografía consultada se pueden clasificar según su nivel de simulación en: (1) ensayo simple de materiales<sup>[50,51,52,53]</sup>, (2) simulación de contacto<sup>[54,55]</sup> y (3) pruebas en condiciones de servicio<sup>[3,56,57,58,59,60,61,62]</sup>.

##### **2.4.4.2.1. Ensayo simple de materiales**

Los ensayos simples de materiales son aquellos en los cuales se establecen condiciones sencillas de ensayos con alta reproducibilidad pero con una baja posibilidad de utilización de estos resultados en condiciones reales de servicio. Esta baja posibilidad de utilización en condiciones reales de servicio no le resta importancia a este tipo de ensayos, ya que los mismos permiten manejar e interpretar una cantidad reducida de variables en el sistema tribológico, lo cual es sumamente valioso para la comparación de distintas condiciones de ingeniería de superficie y su posterior optimización, como etapa previa para pasar a otro nivel de ensayo tribológico y/o implementación en condiciones reales de servicio. Uno de los primeros estudios de desgaste realizados en sistemas tipo dúplex han sido los de abrasión de bajo esfuerzo <sup>[51]</sup>. El ensayo de abrasión de bajo esfuerzo, más comúnmente utilizado, ha sido el establecido en la norma ASTM G-65. Este ensayo consiste en la colocación del material a ensayar sobre una rueda de goma sobre la cual cae arena abrasiva (por lo general arena de sílice) con dureza de alrededor de 1000 HV. En este estudio sobre un acero AISI D3, se hizo énfasis en el efecto de la rugosidad sobre el desempeño bajo condiciones de desgaste abrasivo, encontrándose que para los casos en el que la diferencia de dureza entre la partícula abrasiva y la superficie es grande, la abrasión depende en gran medida de la rugosidad superficial. Para el caso del tratamiento tipo dúplex, se encontró que los valores de desgaste relativo (con respecto al acero sin ningún tratamiento superficial) se encuentran por debajo de los aceros sólo nitrurados pero por encima de los aceros

sólo recubiertos. Posteriormente Korhonen y colaboradores<sup>[50]</sup> destacaron que el comportamiento indicado anteriormente se debe a la posible formación de una capa blanca. En ese mismo estudio, se determinó que la adherencia del recubrimiento de TiN en el sistema dúplex fue excelente, lo cual se lo atribuyeron a la obtención de una superficie nitrurada sin la frágil capa blanca.

Otro tipo de ensayos que pueden entrar en la clasificación de ensayo simple de materiales son los de pin-sobre-disco y los de platillo-sobre-disco. Para el caso de tratamientos tipo dúplex Huang y colaboradores<sup>[52]</sup> evaluaron un acero AISI M2 bajo condiciones de desgaste deslizante en la configuración plato-sobre-disco, en los mismos se determinó que variando la relación  $N_2/(N_2 + H_2)$  en el proceso de nitruración la zona de difusión obtenida mejoraba la capacidad de soporte de carga con su incremento. Sin embargo, se mostró una reducción de la adhesión (estimada por observaciones de la superficie de fractura) entre el recubrimiento de TiN y la zona nitrurada por plasma a una relación de 50 % de  $N_2/(N_2 + H_2)$ .

Como ha sido mencionado anteriormente, la capacidad de soporte de carga es mejorada notablemente con la nitruración previa de los aceros, una evidencia clara de este efecto es indicada en el estudio realizado por Podgornik y colaboradores<sup>[53]</sup>, los cuales estudiaron un acero AISI 4140 con y sin tratamientos tipo dúplex bajo condiciones de desgaste deslizante en la configuración pin-sobre-disco (con la punta del pin aplanada). Estos ensayos realizados a cargas de hasta 60N demostraron que la presencia de una capa blanca monofásica ( $\gamma'$ -Fe<sub>4</sub>N) y densa, disminuye el desgaste del pin tratado superficialmente un 400% con respecto al pin sólo recubierto y hasta casi un 60% con respecto a la muestra con tratamiento tipo dúplex sólo con la zona de difusión.

#### 2.4.4.2.2. Simulación de contacto

Una de las clasificaciones más comúnmente empleadas para caracterizar un sistema tribológico es la relacionada con su geometría de contacto, basados en esta clasificación se diseñan ensayos tribológicos en los cuales la geometría ensayada permita un estado de esfuerzos similares a los que pueden presentarse en condiciones reales de servicio.

En todos los procesos que involucren movimiento relativo de dos o más materiales y/o piezas en contacto implica que se tiene un sistema tribológico. Uno de los tantos sistemas tribológicos presentes en la industria son los de la extrusión de aluminio. En este sistema, las condiciones tribológicas entre el material a ser extrudido y la superficie de la matriz son caracterizadas por un contacto relativamente libre de oxígeno, no lubricado y a temperaturas de entre 550-620°C. En la actualidad, el material más comúnmente utilizado como matriz en la extrusión de aluminio es el acero AISI H13 templado y revenido a durezas de entre 400 y 500 HV, seguido por un tratamiento termoquímico de nitruración. La necesidad de incrementar la producción y reducir los tiempos de paradas ha impulsado el desarrollo de tratamientos tipo dúplex y su estudio a través de ensayos de extrusión simulados <sup>[54]</sup>. Estos ensayos de extrusión simulados se han realizado en un equipo de desgaste en la configuración cilindros-sobre-bloque, en el cual el cilindro es de aluminio (simulando el material a ser extraído) y el bloque de acero con su respectivo tratamiento (material de la matriz), y con variables como atmósfera, carga aplicada, ciclos de arranque y parada del ensayo, atmósfera y temperatura adecuadas a condiciones similares a las presentadas durante la extrusión en condiciones reales de servicio. Entre los principales resultados obtenidos se destaca que las más importantes propiedades de un recubrimiento PAPVD a ser tomadas en cuenta en una matriz de extrusión de aluminio son la estabilidad química y una alta adhesión al substrato, quedando la alta dureza del recubrimiento como la tercera en

importancia. Otro resultado interesante está relacionado con la resistencia ante el desgaste de los distintos tratamientos tipo dúplex, que ha sido incrementada alrededor de 10 veces con respecto al acero nitrurado solamente por técnicas convencionales de nitruración en baño de sales.

El maquinado de troncos de madera también ha sido simulado y los tratamientos tipo dúplex han formado parte de los estudios realizados para determinar su eficiencia bajo las condiciones de servicio requeridas en estos casos<sup>[55]</sup>. En este estudio, se ha simulado el proceso de retiro de corteza de troncos de madera. Esta técnica consiste en la utilización de una cuchilla de corte tangencial al tronco, en la cual se mide el coeficiente de fricción generado.

Los tratamientos tipo dúplex consistieron en la nitruración gaseosa de un acero 32CrMoV13 (0.3 %C, 3.25 %Cr, 0.44 %Mo, 0.1 %V) y la aplicación de un recubrimiento de CrN. En este estudio se realizaron diferentes nitruraciones gaseosas variando el porcentaje de  $N_2$  y en uno de los casos se utilizó una mezcla con  $CH_4$ . La adición de metano incrementó la dureza, el espesor y la adhesión de la zona compuesta. Aunque Chekour y colaboradores<sup>[55]</sup> establecen a través de referencias anteriores que los tratamientos tipo dúplex con recubrimientos de CrN incrementan la vida de servicio de las cuchillas hasta un 400 %, dejan claro en su trabajo que es necesaria una mejor optimización de los tratamientos tipo dúplex con recubrimientos de CrN basada en las características propias del acero a ser tratado (dureza, tenacidad, composición, entre otras).

### **Pruebas en condiciones de servicio**

Las pruebas tribológicas en condiciones de servicio ofrecen una valiosa información para la aplicación directa de un sistema en la industria en el cual se hayan aplicados técnicas de ingeniería de superficie. Estas pruebas en condiciones de servicio para tratamientos tipo dúplex se desarrollan por la necesidad de

incrementar la vida útil de las herramientas (corte, matricerías para fundición y forja), ya que los mecanismos de desgaste son muy agresivos. Esto se debe principalmente a las siguientes razones <sup>[3,58]</sup>:

1. Las cargas específicas exceden los límites de deformación plástica de los aceros que pueden ser usados para una aplicación dada.
2. Los requerimientos para ambientes corrosivos no pueden ser completamente cubiertos por los aceros, y los materiales que si cumplen estos requerimientos no tienen las propiedades mecánicas requeridas.
3. La abrasión de tres cuerpos con tamaños de partículas abrasivas de varios micrones (en muchos casos superior al espesor de los recubrimientos duros delgados).
4. La resistencia a la fatiga de los aceros no es suficiente.

Las pruebas en condiciones de servicio presentadas en la literatura se pueden clasificar de acuerdo al tipo de herramienta a ser ensayada: (a) herramientas de corte <sup>[56,59,62]</sup>; (b) herramientas para trabajo en caliente <sup>[60,61,63]</sup>. Otra clasificación que puede hacerse de la bibliografía consultada al respecto es en función del alcance del estudio realizado: (a) ensayos en condiciones de servicio con soporte de ensayos tribológicos básicos para la caracterización del sistema <sup>[56,59,60]</sup>; (b) sin soporte de ensayos tribológicos básicos <sup>[3,64,63,61,62]</sup>.

#### **Pruebas en condiciones de servicio para herramientas de corte.**

Entre las investigaciones realizadas en tratamientos tipo dúplex se encuentra el trabajo realizado por Stappen y colaboradores <sup>[56]</sup>, en el cual se estudia el desempeño de un acero AISI 1040 en condiciones de fresado mecánico y un acero de herramienta AISI M2 en cuchillas para cortes de tubos de acero. Entre los principales resultados obtenidos están los relacionados a la cantidad de piezas que pudieron ser producidas sin reemplazo. En el caso de las aplicaciones de fresado



mecánico, la vida de la herramienta se mejoró en un 100% con respecto a la herramienta sólo recubierta con TiN y en un casi 300% con respecto a la herramienta sin ningún tratamiento superficial. En cuanto a las cuchillas, el tratamiento tipo dúplex mejoró la resistencia a la formación de viruta en la pieza debido a un incremento en la adhesión del recubrimiento de TiN.

Un acero AISI M7 con tratamientos tipo dúplex ha sido estudiado en brocas de doble hélice<sup>[59]</sup>. En este estudio sólo se realizaron análisis en función de las observaciones hechas en las caras de corte de las brocas. Basados en estas observaciones se determinó que la mejora en el desempeño de la herramienta de corte en la reducción de la componente adhesiva durante el contacto se debió al recubrimiento cerámico de TiN y la mejora de la adherencia del sistema recubierto se debió a la presencia de una superficie nitrurada previa.

Los aceros tipo AISI M2 son muy utilizados como herramientas de corte y, por lo tanto, el estudio de tratamientos tipo dúplex en estos aceros también han cobrado notable importancia. Una de las aplicaciones de estos aceros es para las herramientas utilizadas en el torneado, en donde Kwietniewski y colaboradores<sup>[62]</sup> han estudiado el desempeño de estos aceros cuando han sido tratados utilizando el proceso dúplex. El estudio se basó en la aplicación de un criterio establecido por la norma ISO 3685, en la cual se determina como vida útil de la herramienta el tiempo en el cual se alcanza un desgaste promedio de 0,3 mm en la cara de corte. En la nitruración por plasma se tiene un efecto conocido como efecto de borde<sup>[65]</sup>. Este efecto se produce en geometrías con ángulos pronunciados y se caracteriza por un incremento en la densidad de corriente del plasma en esa zona. Este incremento de densidad de corriente en los bordes de la herramienta de acero AISI M2 hace que, para unas condiciones dadas de nitruración, se tenga una mayor profundidad de zona de difusión en los bordes y el crecimiento de precipitados (del tipo  $M_6C$ ) en los bordes de grano pro-austeníticos. En estas condiciones de nitruración (500°C, 90 min), los ensayos de desgaste no dieron diferencias notables con respecto a las piezas

que han sido recubiertas solamente. En cambio, empleando una nitruración realizada a 400°C por 30 min, las piezas con tratamiento tipo dúplex presentaron mejor desempeño a medida que se incrementaba el tiempo de corte, por lo cual queda en evidencia la importancia de la geometría de la pieza a tratar para ajustar las variables del proceso.<sup>[3]</sup>

### **Pruebas en condiciones de servicio en piezas de herramientas para trabajo en caliente.**

Por más de 10 años la industria del conformado metálico ha mostrado un notable interés en la mejora de las herramientas para procesos de trabajo en caliente (matricería de fundición, extrusión en caliente, forja en caliente, entre otros). Estas tecnologías se caracterizan por temperaturas de trabajo por encima de los 600°C, grandes cargas superficiales y tribo-sistemas específicos (dependiendo del tipo de proceso). En este sentido, Navinsek y colaboradores<sup>[66]</sup>, basados en resultados de unos pocos trabajos referenciados en la literatura sobre tratamientos tipo dúplex, se encargaron de estudiar el desempeño en condiciones reales de servicio de varios sistemas recubiertos: (a) CrN, nitruración iónica + CrN, nitruración iónica + TiAlN en matrices de inyección de aluminio; (b) CrN en extrusión en caliente de aluminio; (c) FUTURA (recubrimiento comercial PAPVD de TiAlN) y nitruración iónica + FUTURA en forja en caliente para piezas de acero. Para el caso de las matrices para inyección de aluminio, se consiguió con tratamientos tipo dúplex un incremento en la producción entre 200-300 % y una reducción en el costo de inyección de 15-40 % (asociado a la disminución en los tiempos de parada para mantenimiento o reemplazo de las matrices). La forja en caliente se realizó en dos pasos con una máquina de 1650 toneladas. En estas condiciones, se obtuvieron mejoras tanto en el primer como en el segundo paso, principalmente para el caso del segundo golpe, ya que en el primer golpe las condiciones de desgaste son muy agresivas y se requeriría incrementar la profundidad de la zona de difusión y el espesor del recubrimiento FUTURA.<sup>[3]</sup>

Un estudio más específico fue el realizado por Panjan y colaboradores<sup>[61]</sup>, en el cual se emplearon machos para matrices de fundición (acero AISI H11) con tratamientos tipo dúplex (nitruración iónica + recubrimiento duro PAPVD de CrN) para la elaboración de piezas de volantes de conducción para vehículos. Después de 2700, 4150 y 7490 inyecciones, los machos de matricería con tratamientos tipo dúplex fueron evaluados, encontrándose diferentes mecanismos de fallas, entre los que se encuentra una fuerte erosión, la cual no podría ser mejorada (según los autores) con un incremento de la zona de difusión, y el segundo mecanismo fue la oxidación del CrN. El óxido de CrN es frágil y, por lo tanto, tuvo que ser removido. El tercer mecanismo reportado fue el de fractura en el recubrimiento debido a los esfuerzos térmicos asociadas a las diferencias del coeficiente de expansión térmica entre el CrN y el acero, generados por los violentos cambios de temperatura durante el proceso.

Otro estudio detallado sobre las herramientas para forja en caliente de piezas automotrices fue reportado por Smolik y colaboradores<sup>[63]</sup>. En este estudio se realizaron diferentes tratamientos tipo dúplex (nitruración gaseosa + TiN, nitruración gaseosa + CrN, nitruración gaseosa + (Ti,Cr)N, nitruración gaseosa + Ti(C,N)) sobre las herramientas para forja. Cabe destacar, que se usaron las mismas condiciones de nitruración gaseosa, encontrándose una zona de difusión y capa blanca monofásica  $\gamma'$ . En cuanto al desempeño en condiciones de servicio, las piezas con recubrimiento de CrN mostraron una mayor vida útil (aproximadamente un incremento del 100 % con respecto a las muestras sólo nitruradas y nitruradas + TiN) y de un 70-85 % con respecto a las muestras nitruradas + (Ti,Cr)N y nitruradas + Ti(C,N).<sup>[3]</sup>

## ***2.5 APLICACIÓN EN LA INDUSTRIA DE LOS PROCESOS DE DEPOSICIÓN DE DIAMANTE.***

Una de las aplicaciones más importantes se encuentra en la industria petrolera, en donde son usados como elementos de corte para la perforación, ya que presentan una extrema dureza adecuada para trabajos de materiales abrasivos. La experiencia permite afirmar que en el trabajo de tales materiales se llegan a conseguir rendimientos entre 40 y 150 veces los obtenidos con herramientas equivalentes de Metal Duro. La larga duración de los filos y la disminución de la frecuencia de tiempos de parada para cambiar herramientas, conforman el panorama de excelente rentabilidad de los útiles PDC.

### **2.5.1. Brocas de Perforación.**

Las brocas giratorias de perforación (rotary drilling bits), son clasificadas de acuerdo a su diseño, bien sea como brocas de arrastre (drag bits) o como brocas con cortantes giratorios (rolling cutter bits). Todas las brocas de arrastre consisten en arreglos de filos de corte integrados al cuerpo de la broca y giran como una unidad con el eje de taladrado (drillstring). El uso de este tipo de broca data de la introducción del proceso del taladrado giratorio en el siglo XIX. Las brocas con cortantes giratorios tienen dos o más conos, que contienen elementos cortantes, los cuales giran alrededor del eje del cono mientras la broca gira en el fondo del agujero.

Las características de diseño de las brocas de arrastre incluyen el número y la forma de los filos de cortes, el tamaño y ubicación de los canales del lubricante, y la metalurgia de las brocas y los elementos de corte. Las brocas de arrastre perforan cortando físicamente por arado (similar a las zanjas hechas en la tierra por las máquinas de granja), y se caracterizan por no poseer ninguna pieza móvil, lo que elimina los problemas de lubricantes, de cojinetes y de sellos de alta temperatura, lo

que se traduce en una gran ventaja en comparación a las otras. Este tipo de broca incluye brocas con cortantes de acero, de diamante y de diamante policristalino (PDC).

A mediados de los años 70 surge una nueva familia de brocas de arrastre, permitiendo la introducción de diamante sintético policristalino (PDC) como elemento de corte. Este elemento de corte consiste en una capa de diamante sintético policristalino unido, por un proceso de altas presiones y altas temperaturas, a un sustrato de carburo de tungsteno cementado. El diamante policristalino contiene muchos pequeños cristales de diamante unidos entre sí. Los planos de clivaje de los cristales de diamante tienen una orientación aleatoria que previene que cualquier fractura (breakage) inducida por choque de un cristal de diamante sea propagada fácilmente a través del cortador. El diamante sintético policristalino puede ser unido directamente al cuerpo de la broca de carburo de tungsteno o a piezas de carburo de tungsteno que van fijadas a la broca de acero.<sup>[67]</sup>

#### **2.5.1.1.- Características de diseño de PDC para brocas.**

Las características de diseño de las brocas de PDC incluyen el tamaño, la forma y número de cortantes usados y el ángulo de ataque entre el cortante y la superficie de la formación expuesta. La orientación del cortante es definida en términos del ángulo de desprendimiento principal y secundario.<sup>[67,68]</sup>

En la actualidad, el ángulo de desprendimiento principal estándar, para muchas brocas de cuerpo de acero con cortantes de diamante sintético policristalino, es de 20° negativo<sup>[67,69]</sup>. Del mismo modo, pequeños ángulos de desprendimiento primario son acordes para formaciones suaves.

En cuanto a diseño de este tipo de elementos, un gran número de investigaciones se han realizado, tal es el caso del Departamento de Energía de

Estados Unidos en Sandia National Laboratories, ubicado Albuquerque, New Mexico.

#### **2.5.1.2. Estudios realizados por Sandia National Laboratories.**

Las brocas de PDC tienen buenos resultados en superficies suaves, firmes, y medio duras, en formaciones no abrasivas que no sean gomosas. Buenos resultados se han reportado utilizando brocas de PDC en la perforación de secciones uniformes de carbonatos, como lo reportan las investigaciones y desarrollos corporativos de Sandia National Laboratories, en donde realizaron una serie de pruebas en las cuales fueron utilizados solos cortadores de PDC para hacer cortes largos continuos en varias rocas a distintas velocidades de corte. Estas pruebas proporcionaron datos de mecanismos de desgaste, índices de desgaste, coeficientes de fricción entre las rocas y los cortadores, y tasas de desgaste. Las condiciones de lubricación para los cortadores también variaron, desde corte seco con varios índices de corriente.

La medición más importante en ese ensayo, era la del índice de desgaste, es decir, el volumen de material del cortador desprendido por distancia de corte. Durante el ensayo mantuvieron constante la profundidad de penetración, 0.02 pulgadas, para seis bandas semejantes concéntricas de distintos radios, con anchura de 2 pulgadas, separadas entre sí por ranuras.

La herramienta básica usada ese ensayo fue un torno de torrecilla vertical de 54 pulgadas, capaz de hacer girar el bloque de la roca areniza (sandstone), de aproximadamente que 3 pies cuadrados por 1 1/2 pies de espesor, y con cortadores de PDC montados en un porta herramienta los cuales atravesaban la superficie superior de la roca. Puesto que la velocidad rotatoria de la roca fue constante para el ensayo dado, la velocidad del corte disminuyó desde de 7.8 pies/seg hasta 1.3 pies/seg mientras que el cortador se movía hacia el centro desde del radio más externo.

La disminución del volumen del cortador fue calculado a partir del aumento de las dimensiones del desgaste plano (wearflat); medida con la ayuda de un microscopio después de cada ensayo. Posteriormente los datos de pérdida de volumen para las distintas velocidades se ilustran en la figura 2.18, dando como resultado que los valores recopilados para el ensayo en seco se ajustaban perfectamente a una recta, del mismo modo que los valores del ensayo con refrigeración líquido, sin embargo, la tasa de desgaste para los cortes secos es por lo menos un orden de magnitud mayor que los de los cortes con refrigerante líquido. Esto parece implicar varios efectos:

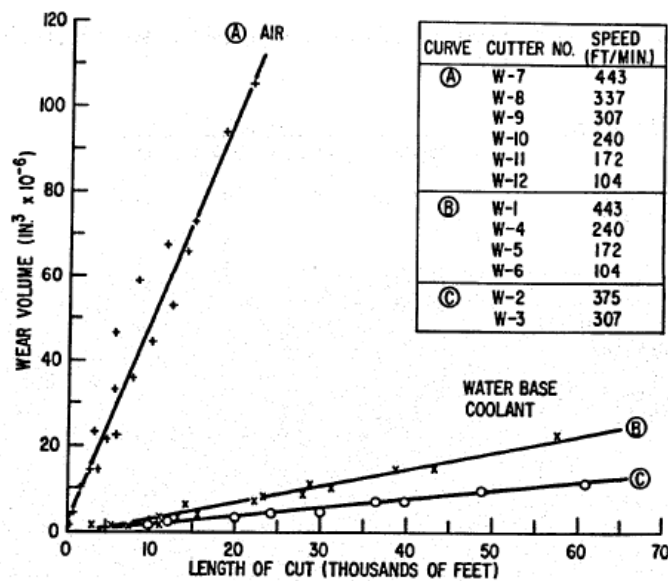


Figura 2.19: Desgaste de los cortadores (volumen) en función de la distancia de corte.<sup>[69]</sup>

Los mecanismos de desgaste, en los cortes, varían al usar medios refrigerantes distintos, pero en ninguno de los casos es afectado perceptiblemente por velocidad de corte. Esto coincide con el principio de que el desgaste es proporcional a la distancia del frotamiento mientras el mecanismo de desgaste sea igual. La microscopia óptica de la huella de desgaste en los cortadores mostró que el desgaste en el corte mojado era por micropartículas abrasivas de los granos individuales del diamante

policristalino, mientras que los cortes secos produjeron severo daño térmico, incluyendo el debilitamiento del límite de grano y desprendimiento integral.

La curva más baja de corte con refrigerante líquido representa la tasa de desgaste para dos velocidades intermedias de corte (6.2 y 5.1 pies/sec), pero esto no es totalmente razonable. Es difícil imaginar un mecanismo que produce altas tasas de desgaste a velocidades altas y bajas. Una explicación más probable es la posible carencia uniformidad entre los materiales de los cortadores, llevándolo a altas tasas de desgastes en algunos casos.<sup>[69]</sup>



# **METODOLOGÍA EXPERIMENTAL**

### 3. METODOLOGÍA EXPERIMENTAL.

El proceso de metodología experimental planteado para la realización del presente estudio, se representada en la Figura 3.1, donde se muestran de forma integral las distintas actividades realizadas durante el desarrollo de esta investigación, dentro de las distas evaluaciones aquí planteadas; es importante destacar en esté trabajo, el Ensayo de Alto Desgaste según el Laboratorio Sandia realizados por el Departamento de Energía de Estados Unidos en Sandia Nacional Laboratorios, ubicado Alburquerque, New Mexico.

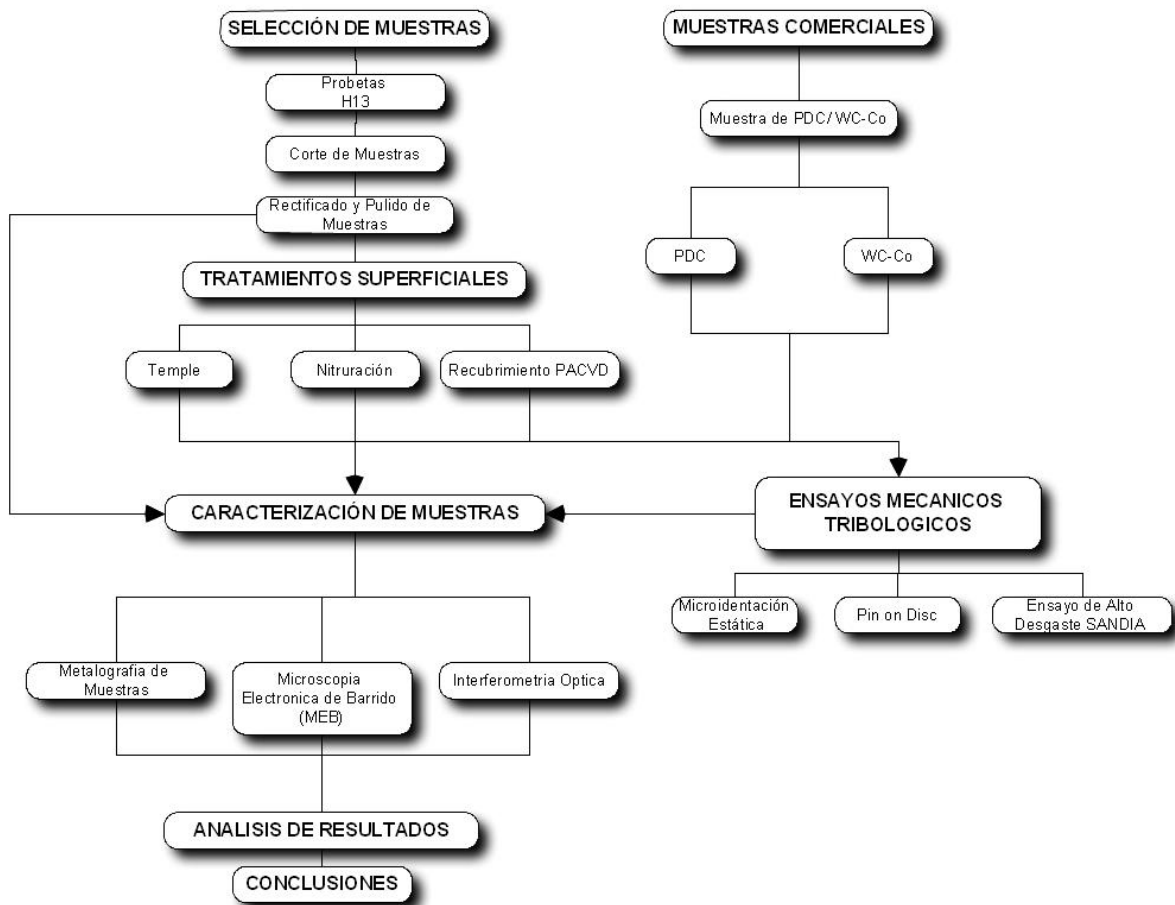


Figura 3.1.: Esquema de Metodología Experimental.

### 3.1. SELECCIÓN Y CLASIFICACIÓN DE LAS MUESTRAS.

El proceso metodológico se inició con la adquisición de cortadores de PDC-WC-Co, que son una herramienta utilizada en el campo de perforación petrolera, específicamente en las brocas de arrastre (Drag Bits), y que cuentan con aplicación de diamantes naturales y compuestos sintéticos de PDC en los bordes cortantes <sup>[66]</sup> (Figura 3.2).

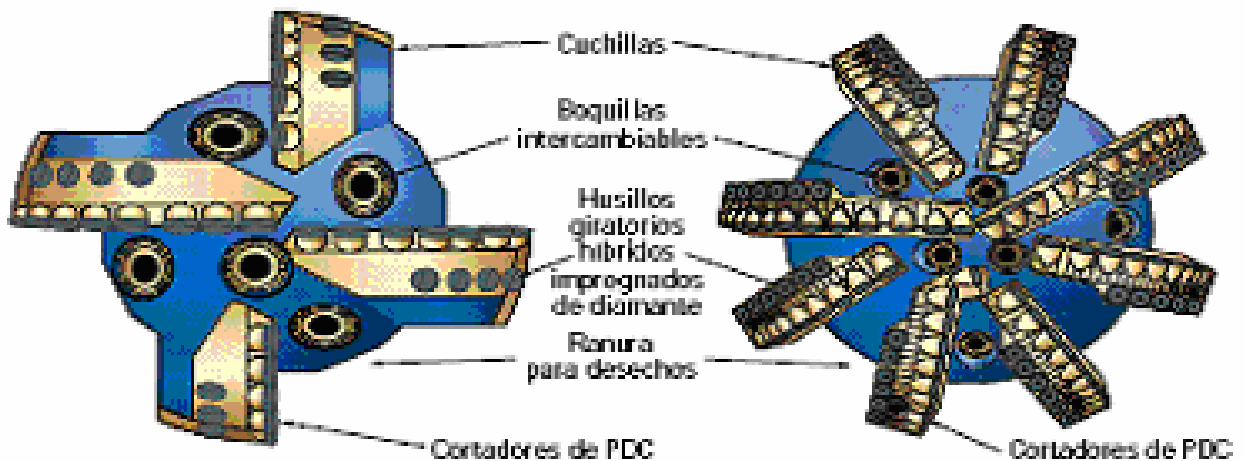


Figura 3.2.: Brocas de Perforación de cortadores fijos.

Posterior a esta adquisición, se inició la selección de un material de herramienta para trabajo en caliente, el cual posteriormente fue tratado térmicamente para inducir cambios importantes a nivel superficial que involucran Temple, Nitruración Iónica y Finalmente una Deposición de DLC (Diamante Tipo Carbono) bajo PAPVD (Deposición Física en Fase de Vapor Asistida por Plasma), para explorar la posibilidad de sustitución de dichos elementos cortantes por piezas que eventualmente puedan ser producidas en el país, una vez garantizado el estudio sistemático del rendimiento de esta tecnología sustituta.

### 3.1.1. PROBETAS.

Como material base se utilizó un acero AISI H13 con recocido blando, cuya composición se muestra en la Tabla 3.1; la selección de éste acero se debió a su elevada dureza y su alta resistencia mecánica en caliente, por lo que es considerado uno de los principales aceros para herramientas de trabajo a altas temperaturas, que puede ser refrigerada con agua durante la operación de trabajo caliente <sup>[69]</sup>; se destaca que otra de sus ventajas es la comerciabilidad en el mercado Venezolano.

Posterior a la selección del material, se procedió a estudiar la geometría de la herramienta en construcción, la cual debía poseer características similares a las de la herramienta a sustituir (esto debido a que ambas se someterían a las mismas condiciones de estudio); sin embargo, por la carencia de barras cilíndricas de ½ pulgada de diámetro por parte del proveedor, se decidió obtener el valor siguiente, el cual correspondía a una barra cilíndrica de 1 pulgada de diámetro (Figura 3.3.a), de donde se obtendrían las muestras a estudiar, las cuales fueron seccionadas en una máquina cortadora marca BUEHLER y modelo ABRASIMET 2, ubicada en el Laboratorio de CITALA en la Escuela de Ingeniería Metalúrgica (Figura 3.3.b), para obtener probetas de 10mm de espesor (Figura 3.4); dicho proceso involucró cortes con discos abrasivos y lubricación constante para prevenir cambios microestructurales a nivel local que pudiesen implicar alteraciones en el desempeño macro mecánico.

Tabla 3.1.: *Composición química del acero AISI H13 según la ASM Internacional y FERRUM C.A.*

	<b>C</b>	<b>Mn</b>	<b>Si</b>	<b>Cr</b>	<b>Mo</b>	<b>V</b>
Nominal ASM	0,37 - 0,45	0,20 - 0,50	0,80 - 1,20	4,75 - 5,50	1,10 - 1,75	0,80 - 1,20
Proveedor FERRUM C.A.	0,39	0,40	1,00	5,10	-	1,00

Debido a que el corte con disco abrasivo no produjo caras paralelas en las muestras, las mismas fueron sometidas a rectificado para lograr que ambos planos de la probeta fueran paralelos entre sí; para iniciar dicho proceso, es importante destacar que solo una muestra fue rectificada y sometida a un estudio de microidentación y posterior comparación con los valores de las probetas sin rectificar, para analizar que este proceso no produjera un posible endurecimiento de la superficie producto del rectificado.



Figura 3.3.: *Proceso de corte de Muestras de 1 in de diámetro y 10 mm. de espesor. (a) Barra adquirida en la Empresa FERRUM C.A., (b) Maquina de Corte por Disco Abrasivo.*

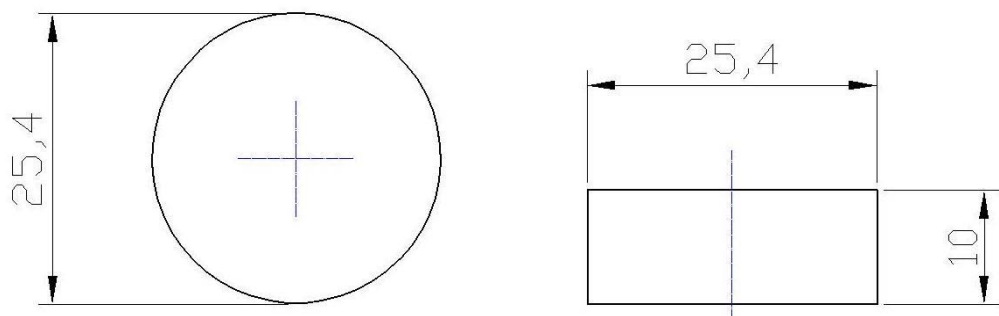


Figura 3.4.: *Dimensiones de las probetas de acero H13. (a) Vista superior. (b) Vista Lateral (Medidas en mm).*

Posterior al análisis de dureza entre ambas muestras, se procedió a realizar el rectificado de todos los segmentos cortados de acero H13, logrando de esta manera mantener un mismo espesor en las probetas y el paralelismo deseado en ellas.

Seguidamente se lijaron las 10 muestras de estudio con papel abrasivo de Carburo de Silicio, de granulometrías 120, 320, 420, 600, 1200 y 2000 (Figura 3.5), en la máquina de pulido del Laboratorio de Metalografía en la Escuela de Ingeniería Mecánica de la Universidad Central de Venezuela (Figura 3.6).

El proceso se realizó, sosteniendo las muestras en una posición sobre la rueda, sin girarla hasta que se eliminaron la mayoría de las rayas producto del lijado con papel abrasivo, seguidamente se realizó el pulido con alúmina [Óxido de aluminio ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ )], proceso que se realizó en un plato cubierto con una tela (o paño), impregnado con una suspensión de este compuesto hasta alcanzar un acabado tipo espejo.<sup>[70]</sup> (Figura 3.7).

El óxido de aluminio con el que se llevó a cabo el procedimiento antes mencionado, posee una dureza Vickers aproximada de 1500-1650 kgf/mm<sup>2</sup> en un orden de tamaño de partículas entre 0.1 – 0.03 $\mu\text{m}$  y que fue mezclado con agua destilada<sup>[70]</sup>.



Figura 3.5.: *Papel abrasivo de Carburo de Silicio con granulometrías de 120, 320, 420, 600, 1200 y 2000.*



Figura 3.6.: (a) Máquinas de pulido del CITALA. (b) Máquinas de pulido del laboratorio de Metalografía Escuela de Ingeniería Mecánica.



Figura 3.7.: Aspectos macroscópicos de los especímenes antes de ser tratados térmicamente.



### 3.1.2. DISTRIBUCIÓN DE PROBETAS.

Se totalizó la cantidad de 26 probetas (Tabla 3.2), las cuales serían distribuidas de la siguiente manera:

1. Tres (3) muestra recocida para ensayo de microidentación estática, Microscopia Electrónica de Barrido (MEB) e Imagen Estereográfica.
2. Seis (6) muestra templada para ensayo de Microidentación Estática, Microscopia Electrónica de Barrido (MEB) e Imagen Estereográfica, Ensayo de Alto Desgaste, Interferometría Óptica.
3. Cinco (6) muestras templadas BALITHERM® más Tratamiento Superficial BALINIT® DLC STAR, para ensayo de Microidentación Estática, Microscopia Electrónica de Barrido (MEB) e Imagen Estereográfica, Ensayo de Alto Desgaste, Interferometría Óptica.
4. Cinco (5) muestras templadas PDC, para ensayo de Microidentación Estática, Microscopia Electrónica de Barrido (MEB) e Imagen Estereográfica, Ensayo de Alto Desgaste, Interferometría Óptica.
5. Cinco (6) muestras WC/Co, para ensayo de Microidentación Estática, Microscopia Electrónica de Barrido (MEB) e Imagen Estereográfica, Ensayo de Alto Desgaste, Interferometría Óptica.

Tabla 3.2.: *Distribución de las probetas.*

Tipo	Números de probetas	Microidentación	MEB	Imagen Estereográfica	Pin on Disk	Ensayo Alto Desgaste Sandia	Interferometria
Recocida	3	2		1			
Templada	6	1		1	1		3
Templada + BALITHERM® + BALINIT® DLC	6	1		1	1		3
PDC	5			1	1		3
WC/Co	6	1		1	1		3
<b>TOTAL</b>	<b>26</b>						

### 3.2. TRATAMIENTOS SUPERFICIALES.

Para garantizar los resultados óptimos durante el proceso de tratamientos superficiales, como temple, nitruración y/o recubrimiento cerámico, fue necesario preparar las muestras antes de ejecutar cualquiera de los mismos.

#### 3.2.1. LIMPIEZA Y MANEJO.

Para asegurar la limpieza de las probetas (ausencia de impurezas como grasa, aceite, polvo, etc.), las mismas fueron limpiadas con alcohol Isopropílico (C<sub>3</sub>H<sub>8</sub>O) una vez culminado el proceso de pulido, ya que este compuesto desplaza la humedad superficial y la libera de impurezas, para posterior a dicha limpieza, colocar las probetas dentro de un extractor de humedad, bajo la presencia de Silicia Gel <sup>[70]</sup>.

Finalmente 10 probetas templadas se colocaron en un portaprobeta de transporte, en presencia de un agente controlador de humedad (Silicia Gel) y se enviaron a OERLIKON BALZER C.A, para realizar los recubrimientos del Tipo

BALITHERM®, el cual consiste en nitrurar iónicamente la muestra y posteriormente se le realizaría el recubrimiento cerámico de carbono tipo diamante, cuyo nombre comercial es BALINIT® DLC STAR; cabe destacar que debido a que es un proceso interno de la empresa OERLIKON BALZER C.A., no se tuvo acceso al control del proceso de limpieza y manejo de las muestras, así como tampoco a los parámetros de operación durante el proceso de deposición.

### **3.2.2. TEMPLE.**

El acero H13 puede ser tratado térmicamente para obtener resistencias que excedan los 2070 MPa <sup>[71]</sup>, también posee buena ductilidad y resistencia al impacto. Estas condiciones antes mencionadas se presentan en los procesos de perforación petrolera y son el objetivo base de esta investigación. Aunque en toda la bibliografía consultada, se pudo conocer que los aceros de herramienta son sometidos a tratamientos de endurecimiento por temple (para alcanzar durezas de entre 50 y 65 Rockwell C) antes de ser nitrurados, particularmente en éste trabajo solo se le practicó temple a 6 muestras de un lote de 7, con el fin de aportar información sobre desempeño tribológico en ambas condiciones <sup>[69]</sup>

### **3.2.3. NITRURACIÓN IÓNICA.**

El proceso de Nitruración Iónica, como fue mencionado anteriormente, se realizó en la empresa OERLIKON BALZERS, y dicho proceso es especificado como un tratamiento térmico al vacío de alta calidad para aceros empleados en herramientas de corte, cuyo nombre comercial es BALITHERM® (Figura 3.8).

Se seleccionó este tipo de tratamiento ya que según ésta empresa las herramientas que han sido tratadas con los procesos BALITHERM®, pueden ser recubiertas sin afectar su dureza, propiedades mecánicas y dimensiones. De esta

manera, BALITHERM® proporciona las propiedades mecánicas inherentes al núcleo de la pieza y BALINIT® proporciona las propiedades superficiales antidesgaste (abrasivo, adhesivo y químico).



Figura 3.8.: Reactor del procesos BALITHERM® en la empresa BALZERS. (Tomado de su Web Site.).

### 3.2.4. RECUBRIMIENTO DE DLC BAJO PROCESO DE PAPVD.

El tratamiento tipo dúplex complementario, realizado a las muestras de acero H13, tiene como tratamiento térmico la nitruración iónica (BALITHERM®) con un posterior recubrimiento de nombre comercial BALINIT® DLC STAR, recubrimiento elaborado de diamante tipo carbono bajo el proceso de deposición física en fase de vapor asistida por plasma (PAPVD).

La selección del recubrimiento BALINIT® DLC para este tipo de aplicaciones se debió a su robusta y dura capa metálica base (nitruro de cromo), su elevada dureza, estabilidad térmica, resistencia al desgaste y su prolongada vida útil; características extraordinarias (Tabla 3.3) a pesar de las pocas milésimas de milímetro de espesor que presenta.

Tabla 3.3.: *Propiedades del recubrimiento BALINIT® DLC STAR.*

<b>Propiedades del recubrimiento</b>	
Material de recubrimiento	CrN + a-C:H
Microdureza* (HV 0.05)	> 3,000
Coefficiente de fricción* contra acero (seco)	0.1 - 0.2
Temperatura máxima de servicio (°C)	350
Color del recubrimiento	Negro

\*Depende de la aplicación y las condiciones de prueba.

FUENTE: (Tomado de su Web Site.)

### 3.3. CARACTERIZACIÓN DE LAS MUESTRAS.

#### 3.3.1. ENSAYO DE MICROIDENTACIÓN ESTÁTICA.

Las diversas técnicas de indentación permiten obtener información relacionada con las propiedades mecánicas de una superficie dada. Para la caracterización de las muestras se seleccionó el ensayo de microindentación Vickers (Figura 3.9), realizado en el microdurómetro marca LECO modelo M-400-H, ubicado en el Laboratorio Nuevos Materiales de la Escuela de Ingeniería Metalúrgica de la Universidad Central de Venezuela (Figura 3.10), variando las cargas desde 100 hasta 1000 gr. pasando por 200, 300 y 500 gr. (Tabla 3.4), bajo la norma ASTM E- 384. <sup>[72]</sup>

El objetivo principal de la realización de esta prueba fue obtener valores comparativos de microdureza entre las distintas condiciones; inicialmente se determinó la dureza de las muestras rectificadas y no rectificadas, para estimar de manera cuantitativa las posibles alteraciones superficiales, producto de dicho proceso de rectificación.

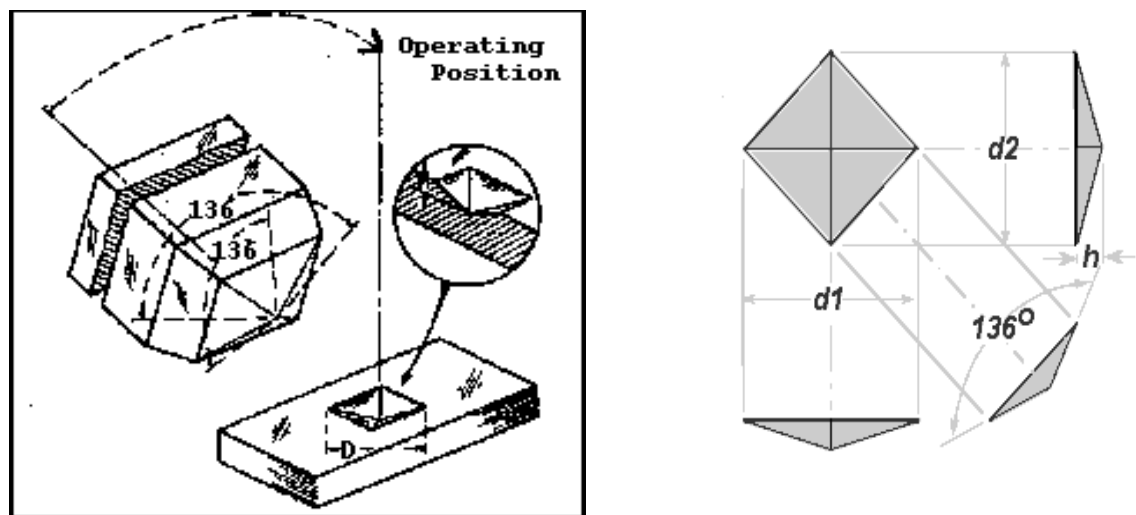


Figura 3.9.: Geometría del indentador y huella arrojada por el mismo en la muestra ensayada.

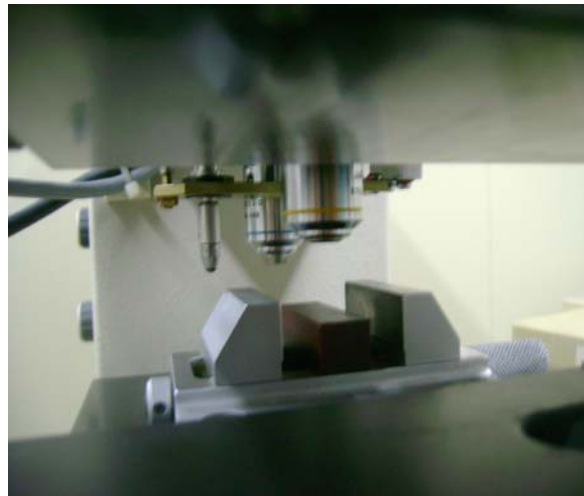
Posteriormente, se comparó la microdureza de las muestras Templadas, a las que se les aplicó BALINIT® DLC STAR y BALITHERM®, de Diamante Policristalino (PDC) y WC/Co, para establecer un escala de dureza en la cantidad de muestras estudiadas.

Tabla 3.4.- *Condiciones de los ensayos de microidentación.*

<b>Parámetro</b>	<b>Valor (es)</b>
Carga Normal (gramos)	100; 200; 300; 500; 1000.
Tiempo de aplicación de la carga (s)	15 Segundos
Indentaciones por carga	10



(a)



(b)

Figura 3.10.: (a) *Microdurometro marca LECO modelo M-400-H.* (b) *Porta probetas y Identador Vickers.*

### 3.3.2. DETERMINACIÓN DE LA DUREZA DEL RECUBRIMIENTO.

Las mediciones de microdureza fueron realizadas utilizando un equipo marca **LECO**, modelo **862-100-100**, acoplado al sistema analizador de imágenes de la misma marca, modelo **IA-3001**. Para cada condición de material se utilizaron cargas de: 25, 50, 100, 200 y 400 g las cuales se aplicaron durante 15 segundos en la superficie de los especímenes. Para cada una de las cargas se realizaron doce (12) indentaciones, tal como lo recomiendan las normas de la **ASTM** Designación **B-578** y **E-384**. Con ayuda del analizador de imágenes y de un programa computacional se midieron las diagonales,  $d_1$  y  $d_2$  de cada huella, en micras. De las doce (12) indentaciones correspondientes a cada carga, se obtuvo un valor promedio de  $d_1$  y un valor promedio de  $d_2$ , posteriormente con el promedio de estos últimos valores se obtuvo el valor de la diagonal  $d$ . La diagonal promedio  $d$  permitió el cálculo de la dureza del recubrimiento mediante el modelo propuesto por **Puchi Cabrera** <sup>[73, 74]</sup>.

### 3.3.3. EVALUACIÓN METALOGRÁFICA.

Este procedimiento se basa en evidenciar la estructura del metal. Existen diversos métodos de ataque, pero el más utilizado es el de tipo químico. El ataque químico puede hacerse de dos maneras: una, sumergiendo la muestra con cara pulida hacia arriba en un reactivo adecuado; o pasando sobre la cara pulida de la muestra un algodón embebido en dicho reactivo. Posteriormente se lava la probeta con abundante agua, se enjuaga con alcohol o éter y se seca en corriente de aire.

El fundamento de dicho proceso se basa en que el constituyente metalográfico de mayor velocidad de reacción se ataca más rápido y se verá más oscuro al microscopio, mientras que el menos atacable permanecerá más brillante, reflejará más luz y se verá más resplandeciente en el microscopio.



Para el material H13 se impregnó de un reactivo químico, denominado Nital, comúnmente utilizado para atacar aceros; el mismo está constituido en 5% de ácido nítrico concentrado en alcohol etílico (es decir, para la preparación se colocan en 100 cm<sup>3</sup> de alcohol etílico al 95%, 5 cm<sup>3</sup> de NO<sub>3</sub>H concentrado).

Para su aplicación, el nital se vierte en un vidrio de reloj y la muestra (lavada y secada previamente) se frota con un algodón impregnado en dicho reactivo. Generalmente se considera adecuado que este proceso dure alrededor de 3 a 5 segundos para que el ataque químico sea exitoso y funcional. El Nital oscurece la perlita y pone de manifiesto los bordes de la ferrita; es decir, la Ferrita permanece blanca y la perlita más oscura (láminas claras y oscuras semejantes a una impresión digital). Inmediatamente después se lava la muestra con abundante agua corriente, se enjuaga con alcohol y se seca mediante un golpe de aire<sup>[70]</sup>.

Se debe evitar el sobreataque, dado que la superficie se puede manchar y tapar la estructura o producirse manchas de corrosión.

### **3.3.4. MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO.**

Para el montaje de las probetas en Microscopia Electrónica de Barrido se realizó el corte transversal de los especímenes tratados y de la muestra comercial de PDC/WC-Co; dichos cortes se realizaron en una cortadora de precisión, utilizando un disco de diamante, a fin de asegurar un corte limpio, sin desprendimiento de material y finalmente un pulido tipo espejo.

Los especímenes tratados y los insertos de PDC/WC-Co, serán evaluados en sección transversal a objeto de verificar los aspectos básicos para el caso de los aceros tratados (micro estructura de los elementos), esto en el modo de imagen de electrones secundarios SE para lo cual se garantizará un ángulo no mayor a 60 grados en relación al haz de electrones y el plano evaluado; de esta manera se permitirá obtener imágenes con dimensiones reales, y dicho análisis se asistirá por MEB (Figura 3.11) con la cual se obtendrá un espectro que permitirá establecer la naturaleza elemental del sistema y adicionalmente, a través de la obtención de un perfil composicional, identificar las distintas capas y dimensiones de las mismas.

Para el caso de los insertos, el análisis por MEB en modo de imágenes tanto secundaria como retrodispersados BSE y Espectroscopia por dispersión en energías de rayos X (EDS), permitirá conocer químicamente el sistema contra el cual se presenta la alternativa sustitutiva planteada en la presente investigación.

No obstante se destaca como limitante el tener como superficie cortante el Diamante Policristalino Sintético, donde claramente se conoce que no podrá ser caracterizado a través de esta técnica debido a que el mismo por ser base diamante, no será divisado por el detector del haz de electrones secundarios, ya que presenta en su configuración una ventana de Berilio que no permitirá dicha caracterización.



Figura 3.11.: *Microscopio Electrónico de Barrido, Marca HITACHI, Modelo S-2400.*

### 3.4. CARACTERIZACIÓN TRIBOLÓGICA

#### 3.4.1. ENSAYO DE DESGASTE DESLIZANTE (PIN ON DISK).

Los ensayos tribológicos se clasifican generalmente en función del tipo de contacto y nivel de simulación <sup>[75]</sup>. En esta parte del trabajo, el ensayo tribológico empleado para la evaluación de la fricción y desgaste fue el tribómetro en la configuración bola-sobre-disco (Figura 3.12). Este equipo se basa en un mecanismo de desgaste deslizante y puede ser catalogado como un ensayo simple de materiales de alta reproducibilidad y fácil interpretación de resultados. Este ensayo de desgaste deslizante fue realizado bajo las especificaciones establecidas en la norma ASTM G99-95a <sup>[76]</sup>.

El comportamiento tribológico se realizaron en un tribómetro marca CSEM Tribometer Pin-On-Disk, (Figura 3.13), tipo bola sobre disco o “Pin On Disk” (Figura 3.12).

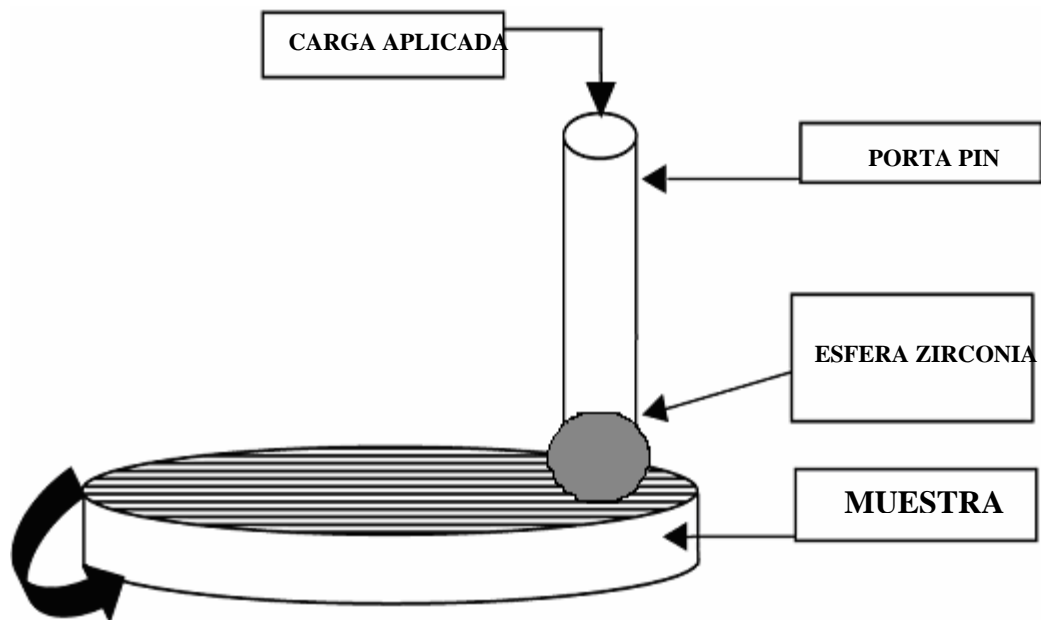


Figura 3.12.: Configuración del Dispositivo para ensayo de Pin on Disk (Pin sobre disco).



Figura 3.13.: Tribómetro marca CSEM Tribometer Pin-On-Disk, ubicado en el Laboratorio Nuevos Materiales de la Escuela de Ingeniería Metalúrgica de la Universidad Central de Venezuela.

Tabla 3.5.- Condiciones de ensayo de desgaste empleadas.

Parámetro	Valor (es)
Carga Normal (N)	10
Radio Ensayo (mm)	6
Velocidad (cm./s)	10
Temperatura de Ensayo (°C)	21
Humedad Ambiental Relativa (%)	68 ± 6
Numero Total de Revoluciones	6632
Contraparte Estática	Zirconio (Solución Sólida de Alúmina)
Distancia Total Recorrida	250 mts.

De igual manera se utilizó un equipo de perfilometría óptica, marca ZYGO (Figura 3.14), en la que se pueden obtener perfiles topográficos de la superficie en las muestras sometidas a desgaste, con el fin de obtener parámetros estadísticos que permitan caracterizar la superficie.



Figura 3.14.: Perfilometro marca ZYGO, ubicado en el Laboratorio Nuevos Materiales de la Escuela de Ingeniería Metalúrgica de la Universidad Central de Venezuela.

La perfilometría óptica permite obtener los perfiles superficiales de la muestras ensayadas y así calcular la porción de área desgastada, con lo cual, a través de por lo menos 5 mediciones y promediando las áreas se calculan los volúmenes de desgaste y, a su vez, el factor de desgaste. La siguiente expresión indica la forma en como se calculó el volumen de desgaste:

$$V = A_T \cdot 2 \cdot \pi \cdot r \quad (\text{Ec.3.1})$$

donde  $A_T$  es el promedio de al menos 5 mediciones del área transversal de desgaste y  $r$  es el radio de contacto.

La expresión de factor de desgaste utilizada en este trabajo fue la siguiente:

$$k = \frac{V}{L \cdot d} \dots \left[ \frac{\text{mm}^3}{\text{N.m}} \right] \quad (\text{Ec. 3.2})$$

Donde  $V$  es el volumen de material removido,  $L$  la carga normal aplicada y  $d$  la distancia de deslizamiento. En lo referente al factor de desgaste hay que destacar que su uso ha venido influenciado por la ecuación de Archard para el desgaste adhesivo de asperezas en condiciones de deslizamiento <sup>[75,77,78]</sup>, en la cual se establece un coeficiente de desgaste adimensional.

Este coeficiente de desgaste generó la utilización del término tasa de desgaste, la cual no es una expresión simple ni estándar. La tasa de desgaste puede ser expresada, por ejemplo, como: (1) volumen de material removido por unidad de tiempo, por unidad de distancia de deslizamiento, por revoluciones de un componente o por oscilaciones de un cuerpo (como en el caso de desgaste deslizante); (2) pérdida de masa por unidad de tiempo; (3) cambio en cierta condición dimensional por unidad de tiempo; (4) cambio dimensional o en volumen relativo a una muestra patrón y (5) volumen perdido por unidad de fuerza normal por unidad de distancia de

deslizamiento (también conocido como factor de desgaste y el cual es el utilizado en este trabajo).

Durante la explicación del desgaste presentado durante el ensayo tribológico se utilizaron términos descriptivos y términos orientados a los mecanismos de desgaste presente. Los términos descriptivos se basan en las apariencias de las superficies desgastadas y el uso de términos orientados a los mecanismos de desgaste sugieren que ya se conoce algún modo básico de pérdida de material presente en el contacto tribológico durante el ensayo.

El procedimiento para el ensayo se describe a continuación:

- Se calibró el equipo según manual de instrucciones del tribómetro.
- Fueron limpiadas las probetas.
- Se secaron las probetas en un secador de aire caliente, para eliminar la humedad.
- El disco fue colocado en la mordaza del tribómetro y asegurado de manera que quedará perpendicular al eje de rotación de la mordaza.
- Se colocó la bola en su mordaza, asegurándola de manera que quede perpendicular a la superficie del disco; posteriormente se desplazó la bola hasta el radio de deslizamiento.
- Se colocó el peso correspondiente a la carga normal respectiva, para luego ser ajustada la velocidad de desplazamiento del ensayo.



### **3.4.2. ENSAYO DE ALTO DESGASTE.**

Este ensayo simulativo no estandarizado, está basado en las pruebas realizadas por Sandias National Laboratorios, expuestas anteriormente en el marco teórico [68]. Sin embargo, debido a la carencia de maquinarias similares a las utilizadas en dichos laboratorios, se procedió a reestructurar el ensayo de acuerdo a los equipos disponibles, manteniendo la finalidad del mismo, para así cuantificar el desgaste de bordes cortantes sometido a condiciones abrasivas.

Para dicho ensayo se realizaron una serie de pruebas en las cuales se utilizaron cortadores de PDC/WC-Co, H13 templado y probetas tratadas termoquímicamente BALITHERM® y recubiertas con BALINIT® DLC STAR, para hacer cortes largos y continuos sobre una pieza cilíndrica de Carbonato de Calcio (conocido comercialmente como Mármol tipo Rosa Aurora Salmón), tomando en cuenta parámetros, que serán explicados posteriormente. Estas pruebas proporcionaron datos de mecanismos de desgaste, índices de desgaste, coeficientes de fricción entre las rocas y los cortadores, y tasas de desgaste.

Dentro de las mediciones mencionadas anteriormente, la que puede ser considerada de mayor importancia fue la de Tasa de desgaste, es decir, el volumen de material del cortador desprendido por distancia de corte; durante el ensayo se mantuvo constante la profundidad de penetración, desplazando el cortador a lo largo de la superficie del mármol.

El equipo básico utilizado en este ensayo, fue un torno de torrecilla horizontal de 1 m. de bancada, capaz de hacer girar a 228 R.P.M. la pieza cilíndrica de Carbonato de Calcio de aproximadamente 10 cm. de diámetro y 25 cm. durante 5 minutos para cada ensayo.

Para asegurar que durante todos los ensayos se mantuviera un mismo sistema tribológico, se definieron ciertos parámetros, basados en la bibliografía especializada, como es el caso del ángulo de desprendimiento principal y la velocidad de rotación del carbonato de calcio.

Con respecto al ángulo de desprendimiento principal, se puede acotar que durante la perforación, los elementos cortantes poseen una configuración tal que el ángulo de desprendimiento que se genera entre la superficie y el inserto, es de 20°, colocado de forma tal que las partículas desprendidas incidan sobre la superficie recubierta y no sobre el sustrato <sup>[66]</sup>. Debido a las características que presentaban las muestras, se elaboraron porta probetas para darles la configuración deseada del ángulo (20° positivo, para un sentido de rotación anti-horario) y el agarre necesario para soportar los esfuerzos durante las pruebas.

El método utilizado para la cuantificación de la pérdida de material por parte de los agentes presentes en el par tribológico, fue la medición de la masa antes y después de cada ensayo, con el fin de obtener curvas de desgastes para herramienta utilizada.

#### **3.4.2.1. Parametrización De Variables.**

Las líneas de la investigación pretenden de forma importante, proceder con la estandarización de las variables del ensayo de alto desgaste según Laboratorios Sandia, y de esta manera preservar el significado físico y a su vez, el mismo sistema tribológico para cada uno de los ensayos. Para poder lograr este objetivo, se parametrizaron las variables de operación (Tabla 3.6), entre las que se encuentran:

Tabla 3.6.: *Variables y Valores Parametrizados.*

<b>Variable</b>	<b>Valor</b>
Revoluciones por minuto (R.P.M)	228 R.P.M
Profundidad de penetración del cortador	2,5 mm
Tiempo de ciclo de prueba	5 min.
Angulo de inclinación de herramienta	-20°
Lubricación (Agua)	Constante
Avance de cortador.	0,5mm/min.

Los parámetros establecidos en la tabla anterior, son para cada ensayo de remoción de material; cada ensayo genera un único punto en las graficas de reporte, por lo que se realizaron una variedad de ensayos para obtener las curvas, manteniendo los mismos parámetros y el mismo mecanismo tribológico.

### 3.4.2.2. Diseño Y Elaboración De Porta Probetas.

Para el montaje del ensayo se debió realizar el diseño y fabricación de dos portaprobetas, elementos necesarios para la sujeción de las probetas de PDC/WC-Co, H13 - DLC, respectivamente; como dichos elementos no son de la misma medida, se procedió a realizar dos diseños (Figura 3.15).



Figura 3.15.: *Diseño de porta probetas realizados en un paquete de diseño por computadora. (a) Porta probeta de PDC/WC-Co. (b) Porta probeta de Acero H13 - DLC.*

En el primer diseño (Figura 3.15.a), el portaprobeta del PDC/WC-Co, se realizó en Acero 1040, y sus medidas están fundamentadas en el diámetro de la probeta (0,70 in).

Sus principales medidas son 0,74 in de diámetro y 0,30 in de profundidad, lo suficiente para que sobresalga una sección adecuada del cortador; como se especifico anteriormente, el ángulo de inclinación de esté portaprobetas es de  $-20^\circ$ , y finalmente se realizó un agujero de  $\frac{3}{10}$  in para que el material removido junto al lubricante se desplazara dejando libre la zona de remoción (Figura 3.16).

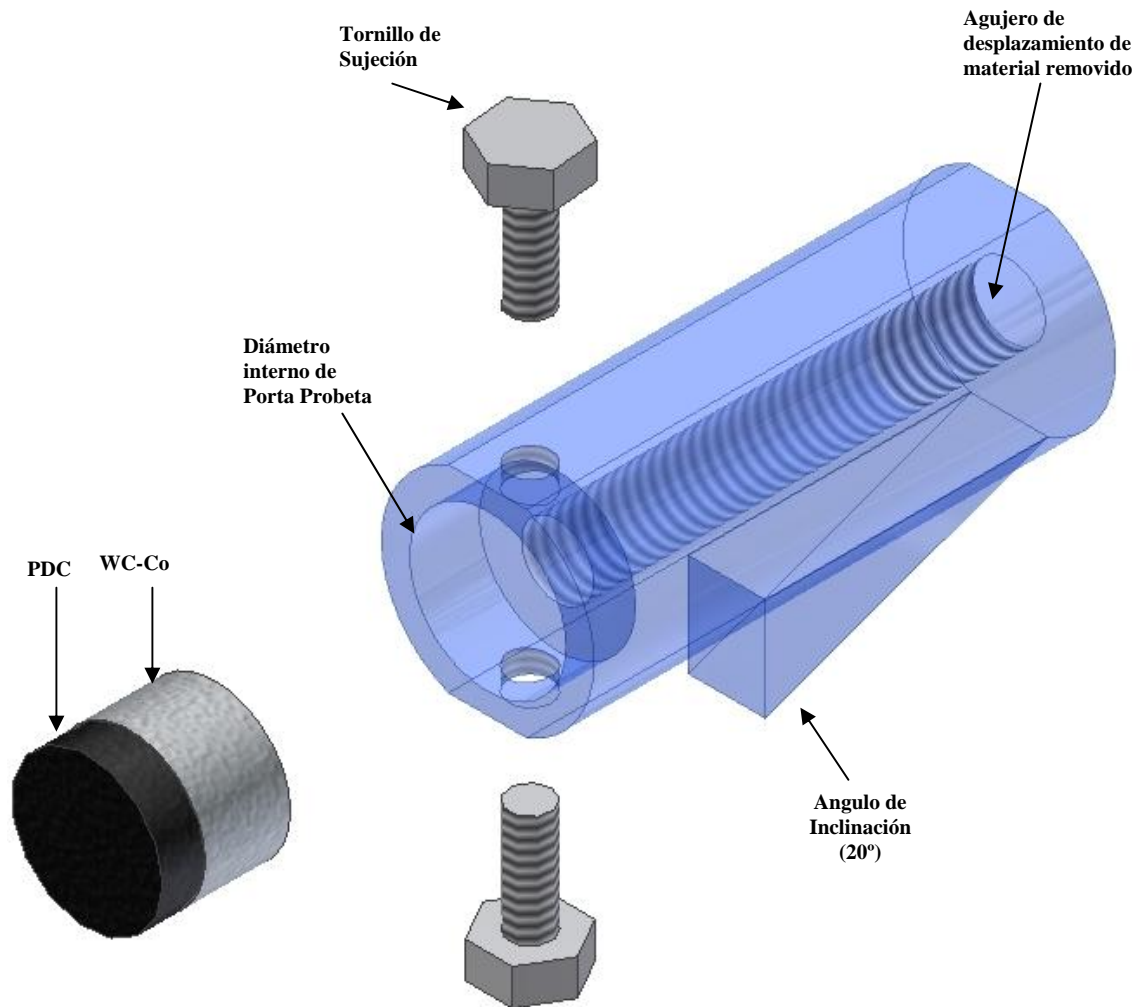


Figura 3.16.: *Portaprobeta para sujeción de PDC/WC-Co.*

En el segundo diseño (Figura 3.15.b), el portaprobeta del acero H13, se realizó en Acero 1040, y sus medidas están fundamentadas principalmente en el diámetro de dicha probeta (1 in).

Sus principales medidas son 1,10 in de diámetro y 0,30 in de profundidad, lo suficiente para que sobresalga una sección adecuada del cortador; como se especifico anteriormente, el ángulo de inclinación de esté portaprobetas es de  $-20^\circ$ , y finalmente se realizó un agujero de  $\frac{3}{10}$  in para que el material removido junto al lubricante se desplazara dejando libre la zona de remoción (Figura 3.17).

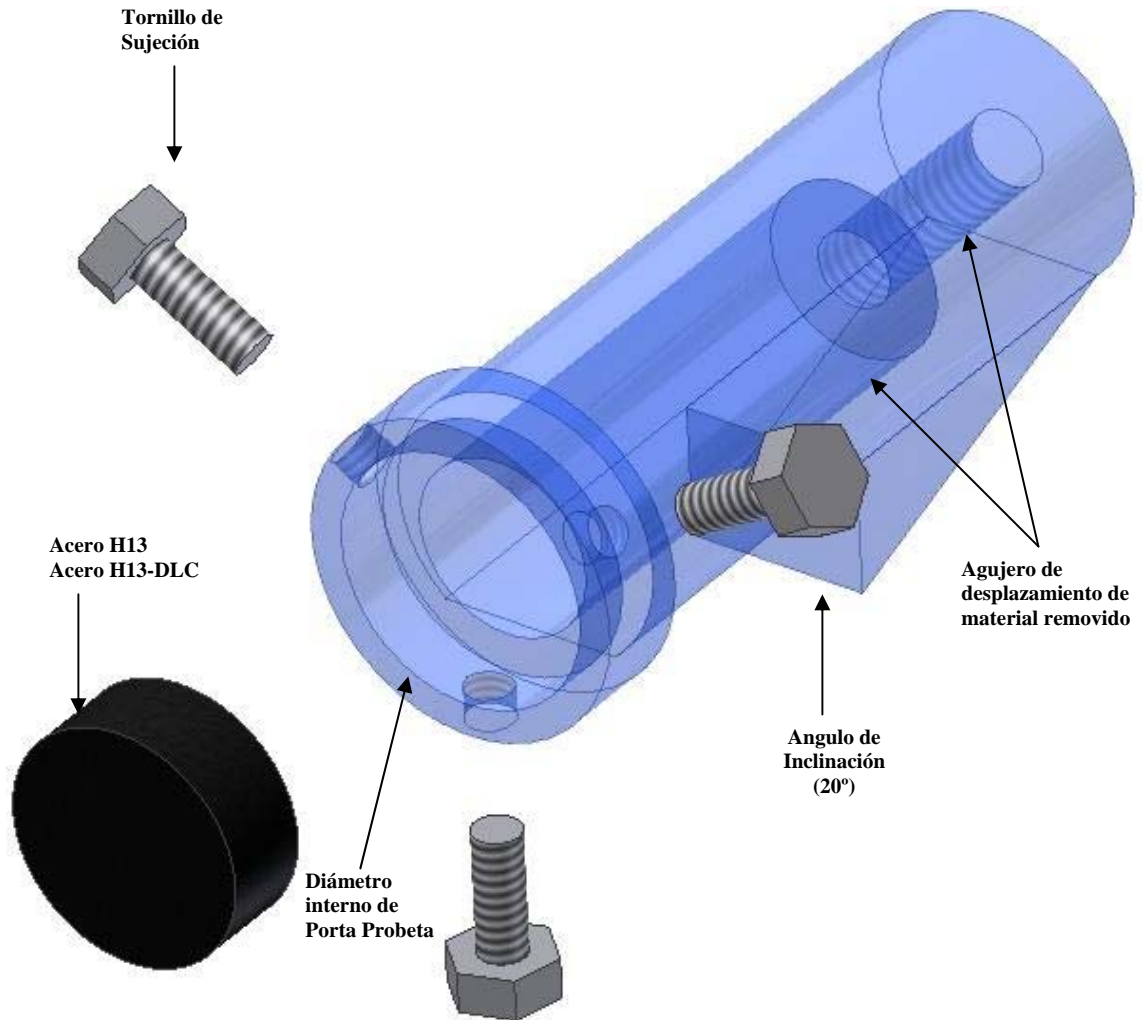


Figura 3.17.: *Portaprobeta para sujeción de Acero H13 - DLC.*

### 3.4.2.3. Selección Del Elemento Abrasivo.

Se seleccionó el Carbonato de Calcio cuyo nombre comercial es Mármol tipo Rosa Aurora Salmón, debido a que sus propiedades de desgaste se asemejan en algunos aspectos a la estructura geofísica de las cuencas petrolíferas de Venezuela (Figura 3.18 y Figura 3.19); dichas condiciones de operaciones se reflejan en los cortadores de los taladros de perforación, por lo que es de suma importancia la selección adecuada de este tipo de elementos abrasivos; la semejanza de este tipo de mármol y las condiciones reales de operabilidad, se deben a que en su composición predomina el  $CO_3Ca$ , acompañado de una gran diversidad de otros minerales (mica, silicatos magnésicos, grafito, óxidos de hierro, etc.), que poseen las siguientes características [79]:

#### *Características generales:*

- Densidad aparente entre 2,6 y 2,85  $\frac{g}{cm^3}$ .
- Densidad real de 2,7 y 2,9  $\frac{g}{cm^3}$ .
- Dureza 3 en la escala de Mohs. (Ver tabla 3.7).
- Resistencia a compresión entre 400 y 1800  $\frac{Kgf}{cm^2}$ .
- Resistencia al desgaste por rozamiento es de 20 a 40  $cm^3$ , tras recorrido en pista de desgaste de 1000 metros.
- Resistencia al chorro de arena de 5 a 10  $cm^3$ .

Tabla 3.7.- Escala de dureza Mohs.

Dureza	Mineral	Característica	Composición química
1	Talco	Se puede rayar fácilmente con la uña	$Mg_3Si_4O_{10}(OH)_2$
2	Yeso	Se puede rayar con la uña con más dificultad	$CaSO_4 \cdot 2H_2O$
3	Calcita	Se puede rayar con una moneda de cobre	$CaCO_3$
4	Fluorita	Se puede rayar con un cuchillo	$CaF_2$
5	Apatito	Se puede rayar difícilmente con un cuchillo	$Ca_5(PO_4)_3(OH-, Cl-, F-)$
6	Ortoclasa	Se puede rayar con una lija de acero	$KAlSi_3O_8$
7	Cuarzo	Raya el vidrio	$SiO_2$
8	Topacio		$Al_2SiO_4(OH-, F-)_2$
9	Corindón	Zafiros y rubíes son formas de corindón	$Al_2O_3$
10	Diamante	el mineral natural más duro	C





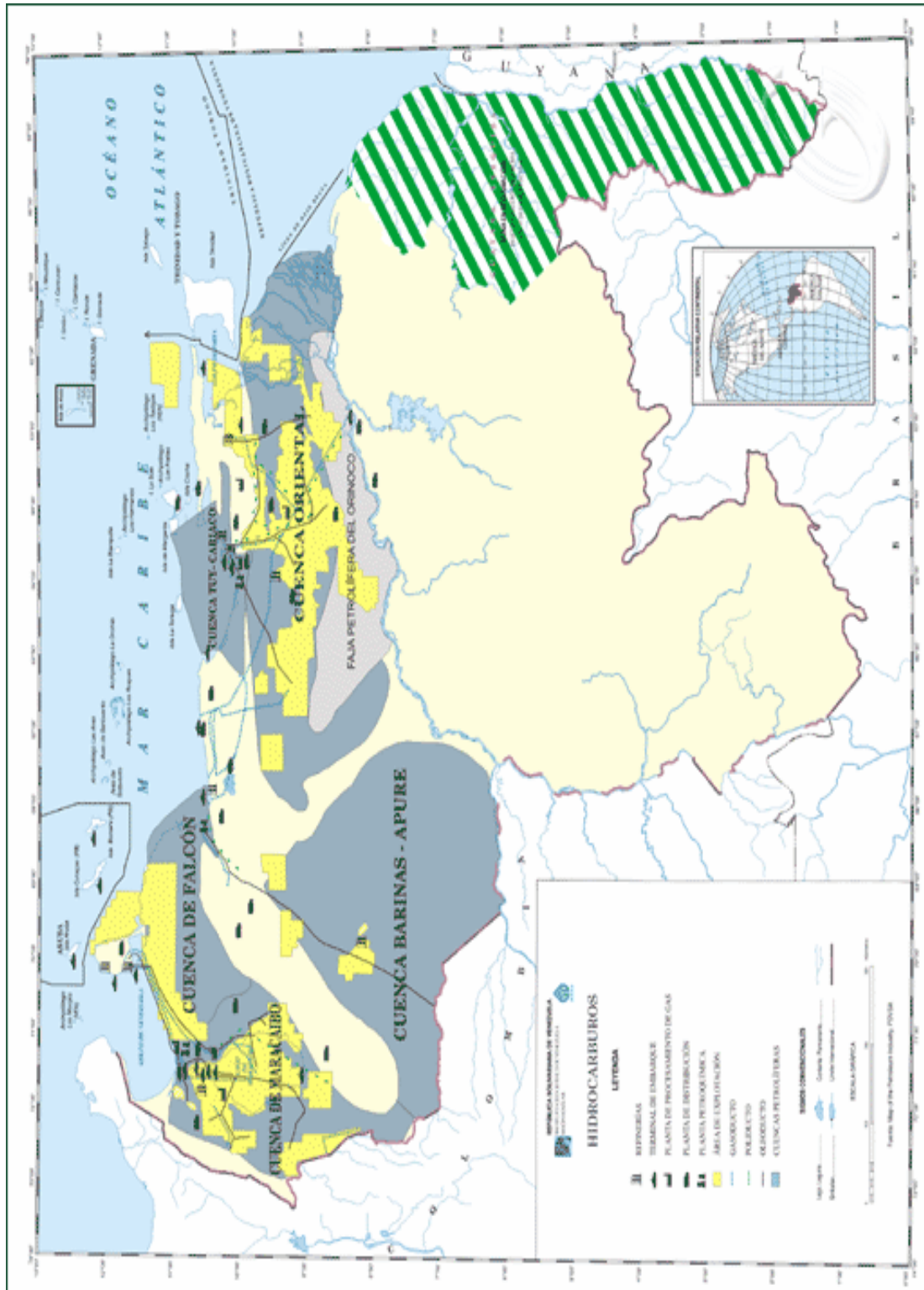


Figura 3.19.- Mapa Petrolifero de Venezuela.

#### 3.4.2.4. Procedimiento De Ensayo De Alto Desgaste.

El ensayo se llevó a cabo bajo las especificaciones establecidas por el Departamento de Energía de Estados Unidos en Sandia Nacional Laboratorios, ubicado en Albuquerque, New Mexico; sin embargo se adaptaron los parámetros a las facilidades de operación disponibles, como se explicó en la sección 3.4.2.1.

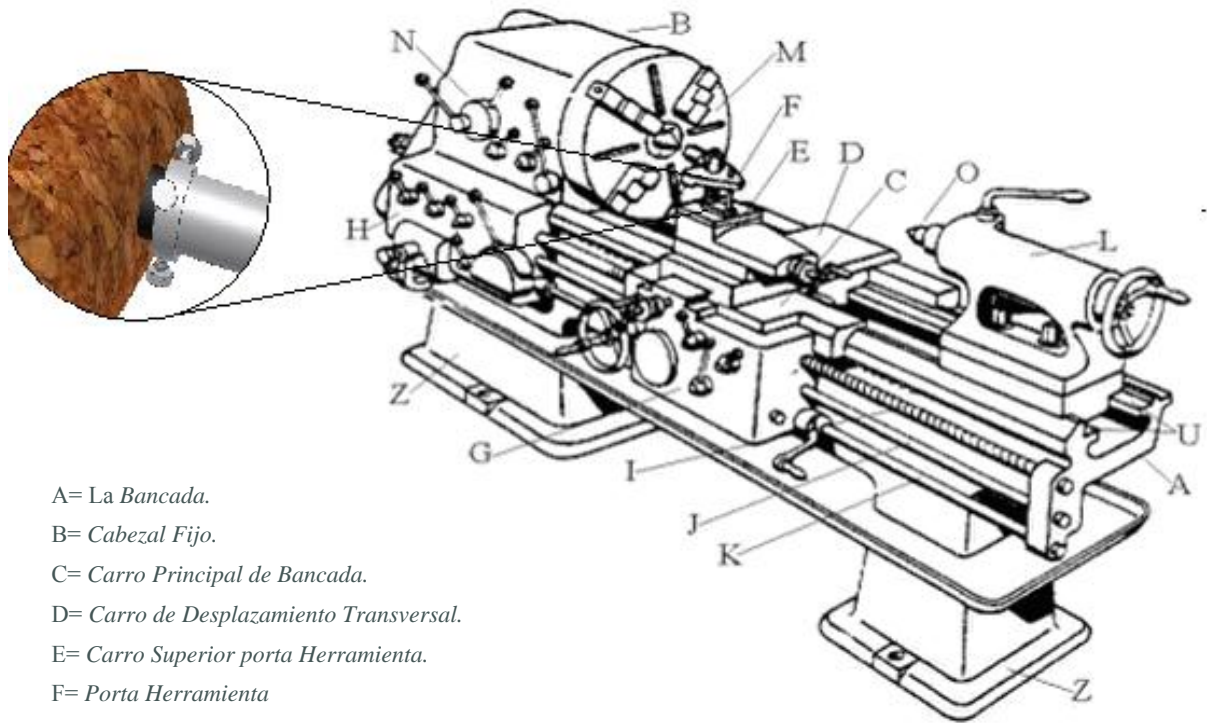
Se tomaron cuatro tipos de muestras a ensayar, una (1) de Diamante Policristalino, una (1) WC-Co, una (1) de acero H13 Templada y una (1) de acero H13 recubierta con DLC, las cuales se colocaron en los portaprobetas mostrados en la sección 3.4.2.3.

El banco de ensayos utilizado, fue un torno de eje horizontal (Figura 3.21) Marca GAMET, ubicado en el Taller de Mecanizado de la Escuela de Ingeniería Mecánica de la Universidad Central de Venezuela (Figura 3.20).



Figura 3.20.- Torno de eje horizontal Marca GAMET, ubicado en el Taller de Mecanizado de la Escuela de Ingeniería Mecánica de la Universidad Central de Venezuela.





- A= La Bancada.
- B= Cabezal Fijo.
- C= Carro Principal de Bancada.
- D= Carro de Desplazamiento Transversal.
- E= Carro Superior porta Herramienta.
- F= Porta Herramienta
- G= Caja de Movimiento Transversal.
- H= Mecanismo de Avance.
- I= Tornillo de Roscar o Patrón.
- J= Barra de Cilindrar.
- K= Barra de Avance.
- L= Cabezal Móvil.
- M= Plato de Mordaza (Usillo).
- N= Palancas de Comando del Movimiento de Rotación.
- O= Contrapunta.
- U= Guía.
- Z= Patas de Apoyo

Figura 3.21.- Partes elementales de un Torno de Eje Horizontal.

El procedimiento del banco de ensayo fue el siguiente:

- Se realizó el pesado de las probetas en una balanza analítica marca Denver Instruments, con una precisión de 0,0001 gr.
- Se realizó el pesado de la muestra de mármol en una balanza analítica marca Mettler, con una precisión de 0,1 gr.
- Se procedió al montaje de la probeta y el mármol en el torno horizontal.
- Se ajustó la caja de engranajes del torno para que esté girara a revolución constante (228 rpm).
- Se balanceó la muestra de mármol ajustando el centro punto.
- Se inició el contador de tiempo.
- Se presentó la probeta en el mármol y se colocó el contador de avance en cero.
- Se encendió el torno, incidiendo 0,5 mm en la muestra de mármol; se lubricó constantemente con agua y se activó el contador de tiempo.
- Cada minuto, se incidió 0,5 mm más en la muestra de mármol bajo lubricación constante, lo que dió una incidencia total de 2,5 mm para cada ensayo.
- Transcurridos 5 min. se procedió a retirar la probeta y se apagó el torno.
- Se desmontaron y limpiaron la probeta y el mármol.
- Se procedió a pesar el mármol y la probeta, para observar la tasa de remoción de material.

### 3.4.2.5. Reporte De Remoción De Material.

Los resultados del ensayo de alto desgaste son reportados en términos de pérdida de masa del material. Tomándose como el mejor material aquel que su índice de pérdida de masa sea menor para las mismas condiciones de desgaste y la misma duración del ensayo establecido.

Para el cálculo de esta pérdida de masa se estableció la siguiente ecuación:

Cálculo de la pérdida de masa en la probeta:

$$\Delta m_p [gr] = m_0 [gr] - m_{5 Min} [gr]$$

Ec. 3.3

Donde;

$\Delta m_p [gr]$ : Pérdida de masa de la muestra debido al ensayo de alto desgaste.

$m_0 [gr]$ : Masa inicial de la muestra.

$m_{5 Min} [gr]$ : Masa de la muestra luego de 5 minutos de ensayo.

La causa del reporte en pérdida de masa y no en pérdida volumétrica, se debió a que la densidad del recubrimiento no se encuentra bien documentada, ya que es

información clasificada y solo se cuenta con la densidad promedio del PDC descrita en la bibliografía.

Cálculo de la pérdida de masa en el elemento abrasivo:

$$\Delta m_a [gr] = m'_0 [gr] - m'_{5 Min} [gr]$$

Ec. 3.4

Donde;

$\Delta m_a [gr]$ : Pérdida de masa del elemento abrasivo para el ensayo de alto desgaste.

$m'_0 [gr]$ : Masa inicial del elemento abrasivo.

$m'_{5 Min} [gr]$ : Masa del elemento abrasivo luego de 5 minutos de ensayo.

Las medidas tomadas para cada pérdida de masa (probeta y Carbonato) especifican a continuación:

Tabla 3.8: *Reporte de Remoción.*

ENSAYO	PROBETA			CARBONATO		
Número	Inicial	Final	Dif.	Inicial	Final	Dif.
X	$m_0 [gr]$	$m_{5 Min} [gr]$	$\Delta m_x [gr]$	$m'_0 [gr]$	$m'_{5 Min} [gr]$	$\Delta m_a [gr]$

Para el cálculo del índice de pérdida de masa se estableció la siguiente ecuación:

$$IPM = \frac{\Delta m_p [gr]}{\Delta m_a [gr]}:$$

Ec. 3.5

Donde;

$\Delta m_p [gr]$ : Pérdida de masa de la muestra debido al ensayo de alto desgaste.

$\Delta m_a [gr]$ : Pérdida de masa del elemento abrasivo para el ensayo de alto desgaste.

*IPM* : Índice de Perdida de Masa.

El objetivo principal de la realización de éste ensayo se fundamento en el reporte del desgaste acumulativo, es cual se especificó de la siguiente manera:

Para el cálculo del desgaste acumulativo en la muestra se estableció la siguiente ecuación:

$$\Delta m_p^{Ac} [gr]: \sum_1^6 (\Delta m_{p_n} + \Delta m_p^{Ac}_{n-1})$$

Ec. 3.6



Donde;

$\Delta m_{P_n}^{Ac} [gr]$ : Desgaste acumulativo en el ensayo de alto desgaste.

**Superíndices y Subíndices:**

*Ac*: Acumulativo

*P*: Probeta

*n*: Número de ensayos acumulados.

$\Delta m_{p_n} [gr]$ : Pérdida de masa de la muestra debido al ensayo (n).

$\Delta m_{P_{n-1}}^{Ac} [gr]$ : Desgaste acumulado anterior al ensayo.

Las medidas tomadas para el reporte de desgaste acumulativo (probeta y Carbonato) especifican a continuación:

Tabla 3.9: Reporte de Desgaste Acumulativo.

		Desgaste Acumulativo	
Ensayo (n)	Tiempos Acumulativos	Muestra	Mármol
0	0	0	0
1	5	$\Delta m_{P_1}^{Ac}$	$\Delta m_{a_1}^{Ac}$
2	10	$\Delta m_{P_2}^{Ac}$	$\Delta m_{a_2}^{Ac}$
3	15	$\Delta m_{P_3}^{Ac}$	$\Delta m_{a_3}^{Ac}$
4	20	$\Delta m_{P_4}^{Ac}$	$\Delta m_{a_4}^{Ac}$
5	25	$\Delta m_{P_5}^{Ac}$	$\Delta m_{a_5}^{Ac}$
6	30	$\Delta m_{P_6}^{Ac}$	$\Delta m_{a_6}^{Ac}$

## **RESULTADOS Y DISCUSIÓN**

## **4. RESULTADOS Y DISCUSIÓN.**

### ***4.1. CARACTERIZACIÓN DEL SUSTRATO.***

La caracterización del sustrato utilizado para depositar los recubrimientos superficiales resulta de suma importancia, pues la experiencia demuestra que no todos los recubrimientos se pueden depositar de modo directo sobre cualquier metal base debido a modificaciones que puede experimentar dicho sustrato como resultado de su permanencia dentro del reactor.

#### **4.1.1. MICROSCOPIA ELECTRONICA DE BARRIDO.**

Con un Microscopio Electrónico de Barrido se pudo realizar la caracterización de la muestra que servirían de sustrato, con el fin de determinar y analizar tanto su micro estructura, como su composición química, proceso que requirió previamente de la preparación de las muestras y un corte transversal con el fin de observar la micro estructura en el plano transversal-longitudinal.

En la tabla 4.1 se presenta la composición química del acero que se utilizó como sustrato, según el proveedor (FERRUM, C.A.), ASM Internacional<sup>[69]</sup> y lo obtenido a través de la espectroscopia por dispersión en energía de rayos X (EDS), donde se observa que la misma corresponde a un acero de mediano contenido al carbono<sup>[80]</sup>; los valores no reportados en tabla corresponden al carbono y al manganeso, en el primer caso se debe a que el MEB – EDS, presenta en su configuración una ventana de Berilio que no permite la detección y cuantificación precisa de dicho elemento, consecuencia de que el Carbono es más liviano que el Berilio, en cuanto al Manganeso no se reportó ya que dicho elemento contenía un porcentaje muy pequeño posiblemente en trazas o parte por millón.

Tabla 4.1: *Composición química del acero AISI H13.*

	<b>C</b>	<b>Mn</b>	<b>Si</b>	<b>Cr</b>	<b>Mo</b>	<b>V</b>
<b>ASM</b>	0,37 -	0,20 -	0,80 -	4,75 -	1,10 -	0,80 -
<b>Internacional</b>	0,45	0,50	1,20	5,50	1,75	1,20
<b>FERUM</b>	0,39	0,40	1,00	5,10	-	1,00
<b>MEB - EDX</b>	-	-	1,77	4,19	1,04	0,55

Como se muestra en la Tabla 4.1, los valores correspondientes a la caracterización de la muestra por MEB – EDS, presentan pequeñas desviaciones con respecto a lo reportado por ASM internacional y el proveedor FERUM C.A., esto se debe a que el proceso caracterización utilizado por MEB – EDS, es de forma puntal y esta podría estar influenciado por factores tales como <sup>[81]</sup>:

- Concentración local de los elementos aleantes.
- Influencia de carburos cercanos a la superficie que alteran de forma significativa los resultados de la matriz.
- Posible contaminación en el punto de incidencia del haz de electrones, consecuencia del manejo de las muestras, como puede ser entre uno de ellos el Carburo de Silicio que se utilizó en el proceso de pulido.

De cualquier manera, el reporte de la composición química y su pequeña variación en los resultados obtenidos por MEB – EDS, son consecuencias de la heterogeneidad la composición a nivel microestructurales, sin embargo se puede inferir que tal como reportó el proveedor que se esta en presencia de un acero AISI H13.

La Figura 4.1 muestra el espectro obtenido por MEB – EDS, para la muestra de Acero AISI H13 recocido, como es entregado por la empresa proveedora, donde se observan los picos principales correspondientes a los elementos aleantes como son Fe, V, Cr, Si y Mo, dicho picos representan los estados de energía en los orbitales secundario K, L, M, que son los que se excitan bajo la aplicación de energía en modo de electrones secundarios como es el caso que se trato en esta caracterización.

En la figura 4.1, se distinguen partículas claras, las cuales de acuerdo a la literatura especializada corresponden a Carburos de Cromo, en una matriz Martensítica<sup>[82]</sup>; en dicha muestra se realizaron tres caracterización puntuales sobre tres zonas de interés, a los cuales se les realizó un análisis por medio de EDS, y de esta manera se determinó la naturaleza elemental correspondiente a cada uno de ellas.

Los Puntos (2) y (3) ubicados sobre partículas claras presentaron incremento importante de Cromo (Cr) y Vanadio (V), en comparación con el punto (1) ubicado directamente sobre la matriz, el cual presentó valores porcentuales de su naturaleza elemental dentro del rango permitido<sup>[82]</sup> y cercano a los valores del fabricante<sup>[71]</sup>, de esta manera se verificó que ciertamente las partículas claras corresponden a Carburo de Cromo. Para el caso del punto (2) los niveles porcentuales de Cromo (Cr) y Vanadio (V) sobrepasan más de cinco veces los reportados tanto por el fabricante, como el máximo permitido para este material según la ASM internacional, de igual forma el punto (3), el cual se encuentra también ubicado sobre una zona clara, presenta un incremento aproximado del doble con respecto a la composición de referencia (FERRUM, C.A. y ASM Internacional), esto es consecuencia de la precipitación de carburos en la superficie. La diferencia entre ambas zonas claras (Punto 2 y 3), es consecuencia de que el Spot (*Zona de incidencia de Az de electrones Secundario*) es de mayor tamaño que la partícula de Carburo, lo cual hace que el Az de electrones interactué con la matriz y reporte una mezcla de datos entre el Carburo y la Matriz.<sup>[83]</sup>

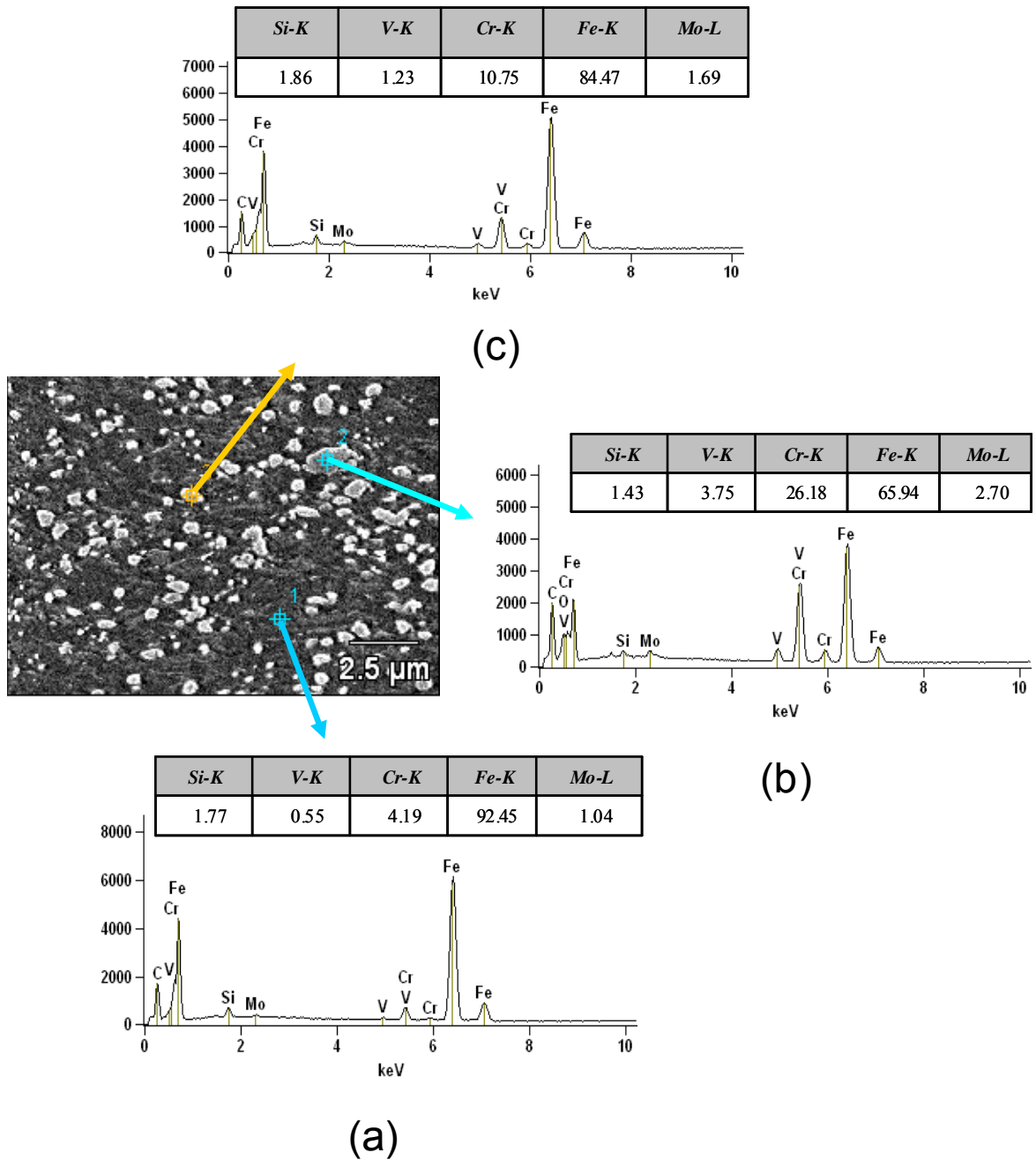


Figura 4.1: Micrografía por MEB en modo de imagen de electrones secundarios, del Acero AISI H13 en estado de recocido tomada a una magnificación de 8000X, (ataque químico por inmersión en Nital al 2%) y Espectrometría por dispersión en energías de rayos X EDS, sobre Punto 1 (a), Punto 2 (b) y Punto 3(c) 1 en conjunto con su naturaleza composicional

La figura 4.2 se muestra la fotomicrografía del Acero AISI H13 bajo un tratamiento de Temple, donde se observan grandes cantidades de partículas claras y una muy amplia diversidad de tamaños, alcanzando magnitudes de al menos  $2.5 \mu\text{m}$ .; Al comparar dicha fotomicrografía con la muestra de acero AISI H13 en estado de recocido, se observa que el proceso de endurecimiento por Temple, produjo un aumento significativo en el tamaño y la cantidad de zonas claras, es decir el aumento de la precipitación de carburos.

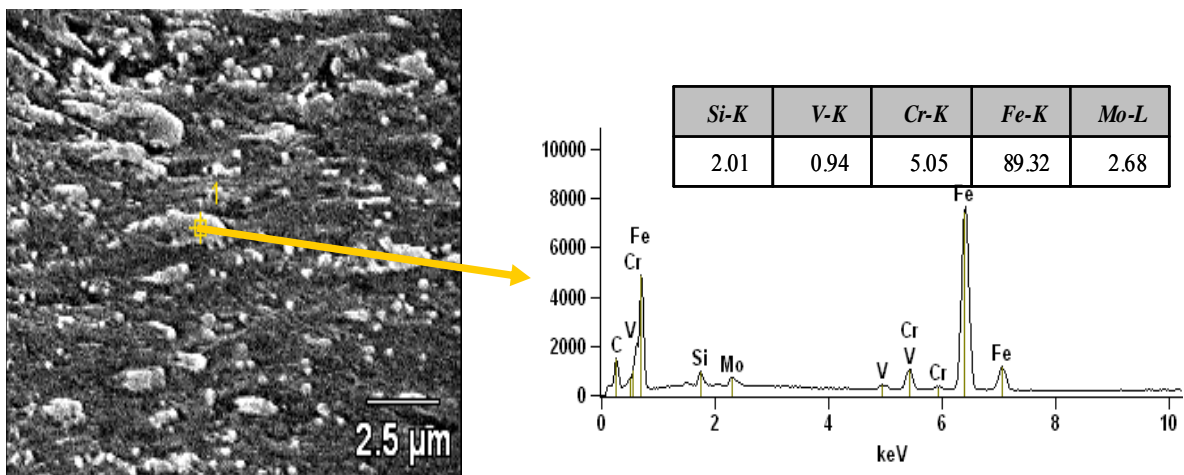


Figura 4.2: *Micrografía por MEB en modo de imagen de electrones secundarios, del Acero AISI H13 templado tomada a una magnificación de 8000X, (ataque químico por inmersión en Nital al 2%) y Espectrometría por dispersión en energías de rayos X EDS, sobre el Punto 1 en conjunto con su naturaleza composicional.*

De igual manera se realizó un estudio microestructural localizado del acero AISI H13 templado, sobre un punto de interés (Punto 1), en el que su porcentaje de los elementos aleantes fue muy similar al de la fuente de referencia, a pesar de la gran cantidad de partículas clara evidenciadas, este resultado no esperado puede estar sustentado por la hipótesis de que el espesor de la partícula no era lo suficiente como

para que los rayos X característicos emitidos se obtuvieran de la difracción de la zona, sino que la atravesaran e interactuara adicionalmente con la matriz.<sup>[83]</sup>

A pesar de la similitud de los resultados entre los puntos 1 de ambas figuras y la diferencia que presentan los puntos ubicados sobre las partículas claras en las dos muestras, se mantiene la hipótesis antes comentada y basándose en la literatura de referencia, se afirma que de igual forma que en el caso de muestra en recocido las partículas claras corresponden a Carburos.

#### **4.1.2. MEDICION DE LA DUREZA DEL SUSTRATO.**

##### **4.1.2.1. Muestras Recocidas Rectificadas y No Rectificadas De Acero AISI H13.**

Las Tabla 4.2 y 4.3, muestran los valores de microdureza obtenidos en la primera etapa de evaluación, realizados sobre las superficies del sustrato (Acero AISI H13 en estado de recocido) para los cuales se realizó un proceso de rectificado y un simple corte con disco abrasivo, respectivamente. Durante la realización de los ensayos se ejecutaron, como se muestran en la Tabla 4.2 y 4.3, diez mediciones para las distintas cargas utilizadas, de las cuales se recopilaron para cada ensayo los valores de la diagonales de la huella producto del indentador utilizado, con el fin de obtener, el valor de la dureza Vickers, de acuerdo al procedimiento estandarizado por la ASTM E- 384.<sup>[84]</sup>

En dicha tabla se muestran también, la diagonal promedio para el par de valores obtenidos en cada ensayo, el RID (Profundidad Relativa de Indentación) calculado como la séptima parte de la diagonal promedio, la dureza del material en unidades de GPa y el inverso de la diagonal promedio, procedimiento realizado para las muestras de ASIS H13 en estado recocido con acabado superficial de rectificado, correspondiente a la tabla 4.2, y acabado superficial producto del corte con disco abrasivo, mostrado en la tabla 4.3.



Tabla 4.2: *Micro durezas para la muestra de acero AISI H13 en estado de recocido con acabado superficial producto de proceso de rectificación.*

Carga gr.	Dpro mm	RID mm	H. Vickers	H GPa	l/Dpro
100	31,07950	4,43993	191,93832	1,88291	0,03218
	30,53700	4,36243	198,81859	1,95041	0,03275
	31,21200	4,45886	190,31216	1,86696	0,03204
	31,75550	4,53650	183,85347	1,80360	0,03149
	30,53700	4,36243	198,81859	1,95041	0,03275
	30,81150	4,40164	195,29182	1,91581	0,03246
	31,75400	4,53629	183,87084	1,80377	0,03149
	31,21500	4,45929	190,27558	1,86660	0,03204
	30,94350	4,42050	193,62920	1,89950	0,03232
31,34900	4,47843	188,65241	1,85068	0,03190	
<b>Promedio</b>	<b>31,11940</b>	<b>4,44563</b>	<b>191,54610</b>	<b>1,87907</b>	<b>0,03214</b>
200	41,61850	5,94550	214,07546	2,10008	0,02403
	41,89350	5,98479	211,27419	2,07260	0,02387
	42,16050	6,02293	208,60668	2,04643	0,02372
	41,75900	5,96557	212,63735	2,08597	0,02395
	42,43350	6,06193	205,93114	2,02018	0,02357
	42,16200	6,02314	208,59184	2,04629	0,02372
	42,16050	6,02293	208,60668	2,04643	0,02372
	41,75300	5,96471	212,69846	2,08657	0,02395
	42,02750	6,00393	209,92908	2,05940	0,02379
43,51200	6,21600	195,84912	1,92128	0,02298	
<b>Promedio</b>	<b>42,14800</b>	<b>6,02114</b>	<b>208,82000</b>	<b>2,04852</b>	<b>0,02373</b>
300	52,43400	7,49057	202,30425	1,98460	0,01907
	52,15800	7,45114	204,45095	2,00566	0,01917
	52,16650	7,45236	204,38433	2,00501	0,01917
	51,75500	7,39357	207,64733	2,03702	0,01932
	51,34700	7,33529	210,96035	2,06952	0,01948
	52,69650	7,52807	200,29377	1,96488	0,01898
	51,88900	7,41271	206,57625	2,02651	0,01927
	52,42950	7,48993	202,33898	1,98495	0,01907
	52,83700	7,54814	199,22998	1,95445	0,01893
51,75150	7,39307	207,67542	2,03730	0,01932	
<b>Promedio</b>	<b>52,14640</b>	<b>7,44949</b>	<b>204,58616</b>	<b>2,00699</b>	<b>0,01918</b>
500	67,70550	9,67221	202,22360	1,98381	0,01477
	66,48250	9,49750	209,73217	2,05747	0,01504
	67,16050	9,59436	205,51896	2,01614	0,01489
	66,21650	9,45950	211,42060	2,07404	0,01510
	68,51500	9,78786	197,47331	1,93721	0,01460
	68,24350	9,74907	199,04769	1,95266	0,01465
	67,57100	9,65300	203,02945	1,99172	0,01480
	66,21200	9,45886	211,44933	2,07432	0,01510
	68,38200	9,76886	198,24221	1,94476	0,01462
66,35250	9,47893	210,55480	2,06554	0,01507	
<b>Promedio</b>	<b>67,28410</b>	<b>9,61201</b>	<b>204,86921</b>	<b>2,00977</b>	<b>0,01486</b>
1000	94,59250	13,51321	207,20314	2,03266	0,01057
	94,05500	13,43643	209,57813	2,05596	0,01063
	94,45700	13,49386	207,79803	2,03850	0,01059
	93,64500	13,37786	211,41731	2,07400	0,01068
	93,64650	13,37807	211,41054	2,07394	0,01068
	93,51300	13,35900	212,01459	2,07986	0,01069
	93,78100	13,39729	210,80457	2,06799	0,01066
	92,70000	13,24286	215,74973	2,11650	0,01079
	92,97150	13,28164	214,49148	2,10416	0,01076
91,89350	13,12764	219,55339	2,15382	0,01088	
<b>Promedio</b>	<b>93,52550</b>	<b>13,36079</b>	<b>212,00209</b>	<b>2,07974</b>	<b>0,01069</b>

Tabla 4.3: *Micro durezas para la muestra de acero AISI H13 en estado de recocido con acabado superficial producto de corte con disco abrasivo.*

Carga gr.	Dpro mm	RID mm	H. Vickers	H GPa	1.Dpro
100	30,13100	4,30443	204,21265	2,00333	0,03319
	29,99950	4,28564	206,00687	2,02093	0,03333
	30,40250	4,34321	200,58162	1,96771	0,03289
	30,67000	4,38143	197,09798	1,93353	0,03261
	29,18700	4,16957	217,63604	2,13501	0,03426
	30,53850	4,36264	198,79906	1,95022	0,03275
	29,32150	4,18879	215,64399	2,11547	0,03410
	28,78100	4,11157	223,81953	2,19567	0,03475
	31,07750	4,43964	191,96302	1,88316	0,03218
28,91800	4,13114	221,70384	2,17491	0,03458	
<b>Promedio</b>	<b>29,90265</b>	<b>4,27181</b>	<b>207,74646</b>	<b>2,03799</b>	<b>0,03346</b>
200	40,40000	5,77143	227,18361	2,22867	0,02475
	41,07950	5,86850	219,73004	2,15555	0,02434
	40,94500	5,84929	221,17599	2,16974	0,02442
	42,02200	6,00314	209,98404	2,05994	0,02380
	41,75000	5,96429	212,72903	2,08687	0,02395
	40,94650	5,84950	221,15978	2,16958	0,02442
	41,35000	5,90714	216,86462	2,12744	0,02418
	40,67300	5,81043	224,14410	2,19885	0,02459
	41,75150	5,96450	212,71375	2,08672	0,02395
42,29500	6,04214	207,28204	2,03344	0,02364	
<b>Promedio</b>	<b>41,32125</b>	<b>5,90304</b>	<b>217,29670</b>	<b>2,13168</b>	<b>0,02421</b>
300	51,07800	7,29686	213,18823	2,09138	0,01958
	50,40300	7,20043	218,93652	2,14777	0,01984
	51,61900	7,37414	208,74295	2,04777	0,01937
	50,67200	7,23886	216,61818	2,12502	0,01973
	50,80900	7,25843	215,45158	2,11358	0,01966
	50,67350	7,23907	216,60535	2,12490	0,01973
	51,61550	7,37364	208,77126	2,04805	0,01937
	51,08100	7,29729	213,16319	2,09113	0,01958
	51,61700	7,37386	208,75912	2,04793	0,01937
51,21250	7,31607	212,06990	2,08041	0,01953	
<b>Promedio</b>	<b>510,78050</b>	<b>7,29686</b>	<b>213,23063</b>	<b>2,09179</b>	<b>0,01958</b>
500	67,42800	9,63257	203,89153	2,00018	0,01483
	66,07600	9,43943	212,32066	2,08287	0,01513
	67,96850	9,70979	200,66164	1,96849	0,01471
	67,15750	9,59393	205,53732	2,01632	0,01489
	67,42950	9,63279	203,88246	2,00009	0,01483
	66,61550	9,51650	208,89553	2,04927	0,01501
	66,21050	9,45864	211,45892	2,07441	0,01510
	67,56050	9,65150	203,09257	1,99234	0,01480
	65,67800	9,38257	214,90172	2,10819	0,01523
65,94500	9,42071	213,16504	2,09115	0,01516	
<b>Promedio</b>	<b>66,80690</b>	<b>9,54384</b>	<b>207,78074</b>	<b>2,03833</b>	<b>0,01497</b>
1000	95,26500	13,60929	204,28806	2,00407	0,01050
	95,26350	13,60907	204,29449	2,00413	0,01050
	94,99350	13,57050	205,45748	2,01554	0,01053
	95,53500	13,64786	203,13498	1,99275	0,01047
	96,34500	13,76357	199,73371	1,95939	0,01038
	94,85900	13,55129	206,04052	2,02126	0,01054
	95,53700	13,64814	203,12647	1,99267	0,01047
	96,07450	13,72493	200,86000	1,97044	0,01041
	94,31950	13,47421	208,40434	2,04445	0,01060
95,26650	13,60950	204,28163	2,00400	0,01050	
<b>Promedio</b>	<b>95,34585</b>	<b>13,62084</b>	<b>203,96217</b>	<b>2,00087</b>	<b>0,01049</b>

En la Figura 4.3, se observa la representación gráfica de los valores obtenidos de dureza para el acero AISI H13 en estado recocido, con acabado superficial de rectificado y corte con disco abrasivo, en función del inverso de la diagonal promedio, para las cargas mostradas en la leyenda.

Al analizar dicha figura, se observa que los valores reportados se ajustan perfectamente a una recta con una mínima pendiente negativa, indicando que a medida que es incrementada la carga el valor de las diagonales aumenta, siendo estas directamente proporcionales a la dureza<sup>[85]</sup>, reportando que los valores promedios de dureza para las últimas 4 cargas se encuentran dentro de los valores límites de la desviación estándar, mientras para la carga de 100 gr. el valor promedio, se ausenta del rango por defecto, siendo las cargas de 300 y 500 gr. quienes presentaron los mejores resultados, ubicando los diez ensayos respectivos dentro de la desviación calculada, mientras que para las cargas de 200 y 1000 gr. mucho de los valores excedieron el límite superior de la desviación ocasionando que sus promedios se ubicaran cercano al margen superior, y de esta manera permitiendo la determinación aproximada de la dureza con valor de 2,15 GPa.

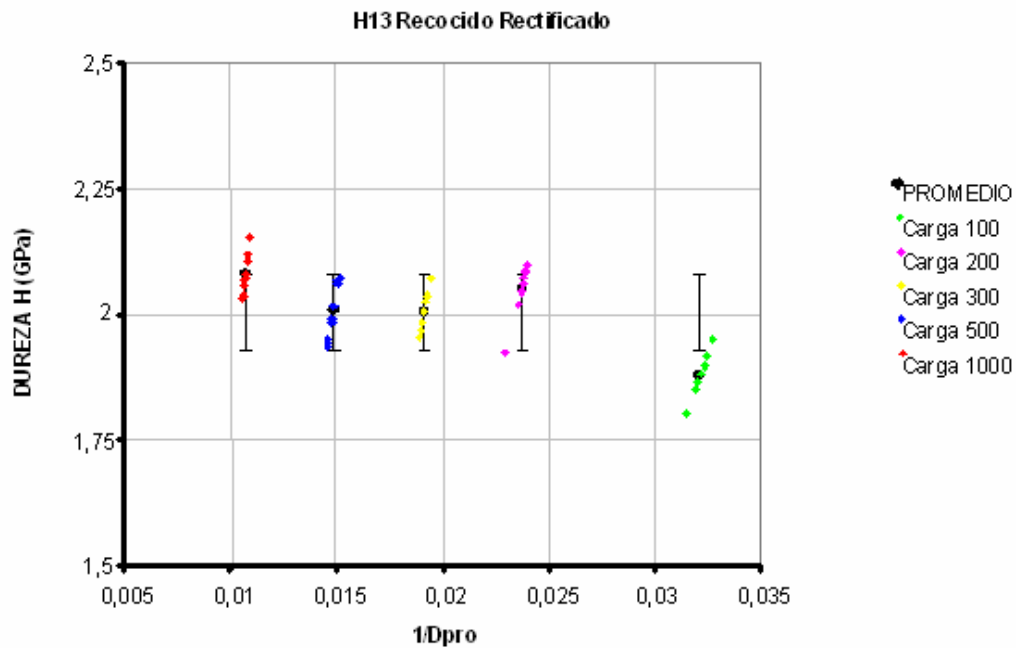


Figura 4.3: Gráfica de Dureza (GPa) Vs. Inverso de la diagonal promedio, sobre la muestra de Acero AISI H13 en estado recocido, con acabado superficial de rectificado.

Para la muestra de H13 recocido con acabo superficial de corte con disco abrasivo, se graficaron los valores calculados de dureza en función del inverso de las diagonales promedio, ilustrados en la Figura 4.4, donde se observa que los valores promedios para las cargas de 100, 300 y 500 se ubican dentro del rango de la desviación estándar, mientras que para el caso con la carga de 200 gr. este excede el rango superior siendo este el mayor valor de dureza reportado para el material durante los ensayos realizados, y para la carga de 1000 gr. se obtuvo la menor dureza ubicando el valor cerca por defecto del limite inferior de la desviación , ocasionando que los valores se ajustaran a una recta con pendiente positiva, reflejando un valor de dureza de 2,02 GPa, caso a contrario al reportados en los resultados anteriores por la muestra rectificada, que por el tipo de acabado presentó un endurecimiento a baja escala por deformación<sup>[86]</sup>, sin embargo, debido a la pequeña variación de entre ambas dureza se decidió realizarle el acabado de rectificado a todas las muestras con

el fin de garantizar paralelismo en las caras e iguales espesores para las muestras a estudiar.

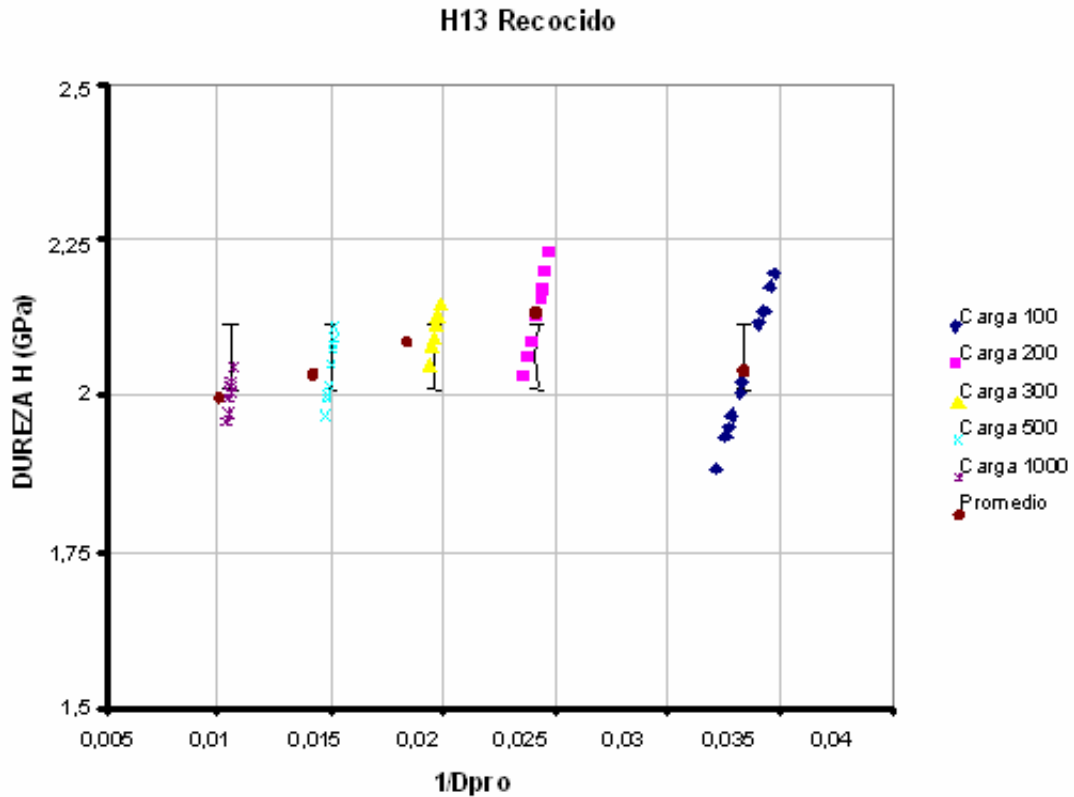


Figura 4.4: Grafica de Dureza (GPa) Vs. Inverso de la diagonal promedio, sobre la muestra de Acero AISI H13 en estado recocido, con acabado superficial de corte con disco abrasivo.

#### 4.1.2.2. Muestras Templadas De Acero AISI H13.

En la figura 4.5, se observa el incremento significativo de la dureza del sustrato, aproximadamente 3,6 veces mayor a la dureza del acero AISI recocido con acabado superficial de rectificado (Figuras 4.3), reportando un valor de 7,73 GPa, todo esto producto de proceso de temple que se realizó en la empresa FERUM. C.A., el cual generó una estructura martensítica, produciendo una mejorar sustancial de la dureza.<sup>[87]</sup>

Es notable, que dicho proceso de endurecimiento es beneficioso para la estabilidad de recubrimiento, ya que no se producirá deformaciones en el sustrato que fragilicen la delgada película de DLC.<sup>[67]</sup>

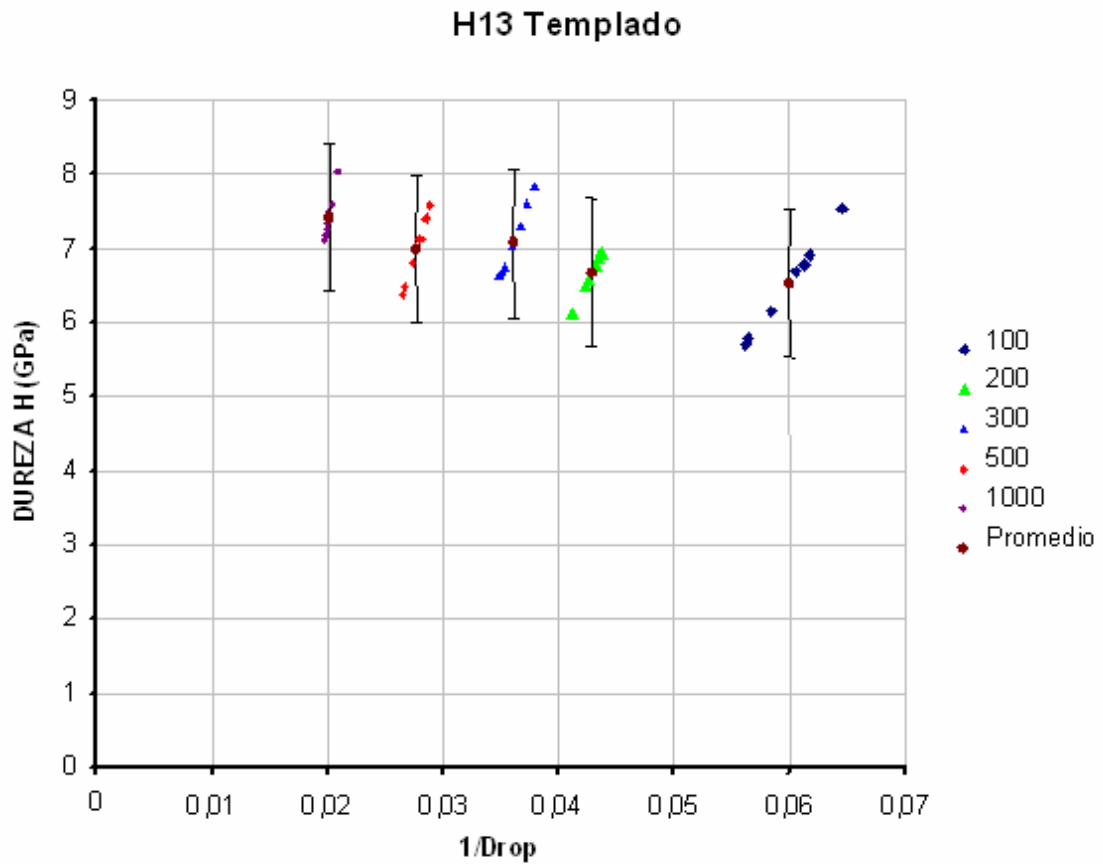


Figura 4.5: Grafica de Dureza (GPa) Vs. Inverso de la diagonal promedio, sobre la muestra de Acero AISI H13 Templado.

Tabla 4.4: *Micro durezas para la muestra de acero AISI H13 Templado.*

Carga gr.	Dpro mm	RID mm	H. Vickers	H Gpa	1/Dpro
100	17,16050	2,45150	629,57845	6,17616	0,05827
	16,48250	2,35464	682,43856	6,69472	0,06067
	16,48250	2,35464	682,43856	6,69472	0,06067
	17,84000	2,54857	582,53233	5,71464	0,05605
	16,21550	2,31650	705,09728	6,91700	0,06167
	16,35100	2,33586	693,45949	6,80284	0,06116
	17,70400	2,52914	591,51659	5,80278	0,05648
	15,53450	2,21921	768,27229	7,53675	0,06437
<b>Promedio</b>	<b>16,72131</b>	<b>2,38876</b>	<b>666,91669</b>	<b>6,54245</b>	<b>0,05992</b>
200	22,83600	3,26229	711,04921	6,97539	0,04379
	23,11100	3,30157	694,22820	6,81038	0,04327
	22,97550	3,28221	702,44089	6,89095	0,04352
	22,83600	3,26229	711,04921	6,97539	0,04379
	23,51150	3,35879	670,77837	6,58034	0,04253
	23,51400	3,35914	670,63575	6,57894	0,04253
	24,32050	3,47436	626,89489	6,14984	0,04112
	23,64400	3,37771	663,28141	6,50679	0,04229
<b>Promedio</b>	<b>23,34356</b>	<b>3,33479</b>	<b>681,29474</b>	<b>6,68350</b>	<b>0,04286</b>
300	28,37450	4,05350	690,83535	6,77709	0,03524
	26,75750	3,82250	776,85491	7,62095	0,03737
	26,35000	3,76429	801,06867	7,85848	0,03795
	28,64800	4,09257	677,70762	6,64831	0,03491
	28,51500	4,07357	684,04431	6,71047	0,03507
	27,29500	3,89929	746,56012	7,32375	0,03664
	27,83100	3,97586	718,08088	7,04437	0,03593
	28,64650	4,09236	677,77859	6,64901	0,03491
<b>Promedio</b>	<b>27,80219</b>	<b>3,97174</b>	<b>721,61631</b>	<b>7,07906</b>	<b>0,03600</b>
500	34,59600	4,94229	774,51165	7,59796	0,02891
	36,08000	5,15429	712,10933	6,98579	0,02772
	36,48350	5,21193	696,44487	6,83212	0,02741
	37,70000	5,38571	652,22439	6,39832	0,02653
	34,99600	4,99943	756,90769	7,42526	0,02857
	35,67200	5,09600	728,49205	7,14651	0,02803
	35,94400	5,13486	717,50829	7,03876	0,02782
	37,43000	5,34714	661,66792	6,49096	0,02672
<b>Promedio</b>	<b>36,11269</b>	<b>5,15896</b>	<b>712,48327</b>	<b>6,98946</b>	<b>0,02771</b>
1000	47,57050	6,79579	819,28367	8,03717	0,02102
	49,59700	7,08529	753,70069	7,39380	0,02016
	50,54200	7,22029	725,77981	7,11990	0,01979
	50,27150	7,18164	733,61135	7,19673	0,01989
	48,91600	6,98800	774,83255	7,60111	0,02044
	49,99850	7,14264	741,64450	7,27553	0,02000
	49,72950	7,10421	749,68970	7,35446	0,02011
	49,32650	7,04664	761,98975	7,47512	0,02027
<b>Promedio</b>	<b>49,49394</b>	<b>7,07056</b>	<b>757,56650</b>	<b>7,43173</b>	<b>0,02021</b>

## **4.2. CARACTERIZACIÓN DEL RECUBRIMIENTO.**

El interés en estudiar las propiedades de la deposición de recubrimientos mediante la técnica de PAPVD, ha incrementado notablemente en los últimos años, tomando en cuenta los avances tecnológicos y las posibilidades de obtener mayor información sobre los mismos, lo que indudablemente permite ampliar el campo de aplicaciones, en el que se demanden funciones protectoras, con base en la combinación de propiedades físicas, químicas y mecánicas que se pueden obtener al caracterizar el sistema sustrato- recubrimiento.<sup>[3]</sup>

### **4.2.1. MICROSCOPIA ELECTRONICA DE BARRIDO**

Se tomó una micrografía superficial de una muestra recubierta con una película de DLC (Figura 4.6), en la cual se observan dos zonas con diferentes contrastes; en la zona (B) se evidencia una imagen influenciada notablemente por la interacción recubrimiento-sustrato, consecuencia de que el Spot (*Zona de incidencia de Az de electrones Secundario*) es de mayor tamaño que el espesor de película de DLC. Por su parte, en la zona (A) se denota una mayor zona oscura, la cual indica la presencia de carbono tipo diamante (DLC), la cual fue sometida a un microanálisis químico por EDS. Esta zona, está constituida por los elementos químicos típicos del recubrimiento caracterizado, es decir, el alto contenido de carbono (76,40%) y un porcentaje de elementos como Cr y Fe, que son consecuencia de la interacción con el sustrato, de igual manera que como sucedió en la zona (B) pero en menor proporción.<sup>[81]</sup>



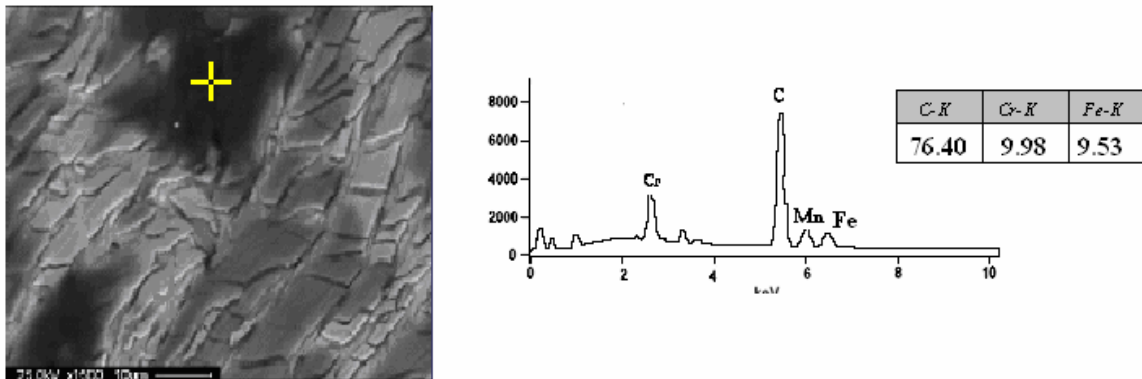


Figura 4.6.: Micrografía por MEB en modo de imagen de electrones secundarios de la muestra DLC-Sustrato.

## 4.2.2. MICROIDENTACION ESTÁTICA VICKERS

### 4.2.2.1.- Dureza Compuesta.

La dureza compuesta de un sistema recubierto comprende una fracción de aporte del sustrato y otra del recubrimiento. Por lo general esta variación en cuanto al aporte de recubrimiento en la dureza compuesta se representa con las curvas de dureza vs. RID, en las cuales a bajos valores de RID la dureza compuesta tiende hacia los valores de la dureza del recubrimiento y para altos valores de RID (por lo general para  $RID > 1$ ) la dureza compuesta tiende hacia los valores de dureza del sustrato. [3]

En la Figura 4.7, Se indica la grafica de dureza vs.  $1/D_{pro}$  para el acero AISI H13 y el acero AISI M2, es notable que la selección del acero AISI M2 como sustrato para la caracterización del recubrimiento en cuanto a microindentación estática Vickers, se debió a que su dureza es mucho mayor que la dureza del Acero AISI H13 recocido, aproximadamente en un factor de 2,34, razón por la cual la indentación no será afectada por la deformación del sustrato y se cuantificará de forma mas exacta la dureza del recubrimiento. [67]

Dureza Sustrato AISI M2 / H13

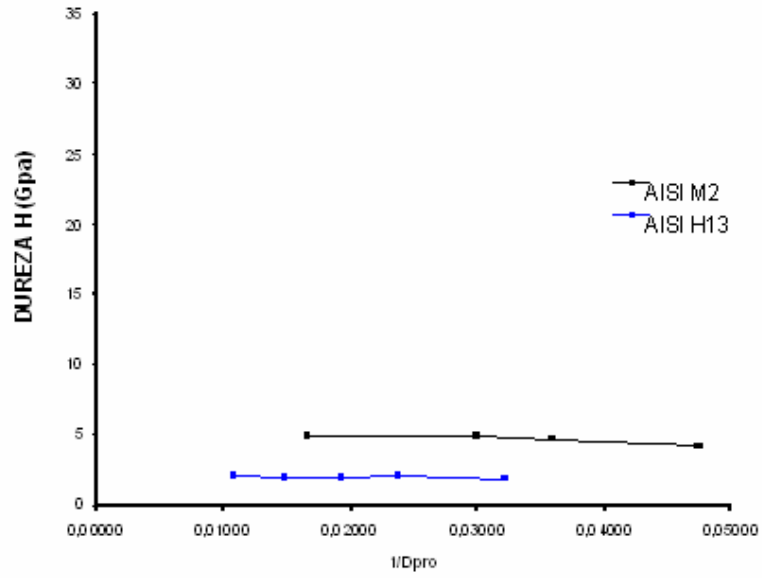


Figura 4.7: Grafica de dureza vs. 1/Dpro para el acero AISI H13 y el acero AISI M2.

Tabla 4.5: *Micro durezas para la muestra de acero AISI M2 con recubrimiento de DLC.*

Carga gr.	Dpro mm	RID mm	H. Vickers	H Gpa	1/Dpro
100	21,20900	3,02986	412,16333	4,04332	0,04715
	21,48050	3,06864	401,81020	3,94176	0,04655
	20,67300	2,95329	433,81316	4,25571	0,04837
	20,67300	2,95329	433,81316	4,25571	0,04837
	21,34750	3,04964	406,83254	3,99103	0,04684
	21,07850	3,01121	417,28265	4,09354	0,04744
	21,07850	3,01121	417,28265	4,09354	0,04744
	21,07850	3,01121	417,28265	4,09354	0,04744
<b>Promedio</b>	<b>21,07731</b>	<b>3,01104</b>	<b>417,53504</b>	<b>4,09602</b>	<b>0,04745</b>
200	26,34550	3,76364	534,22823	5,24078	0,03796
	27,02350	3,86050	507,75772	4,98110	0,03700
	28,64650	4,09236	451,85240	4,43267	0,03491
	28,64650	4,09236	451,85240	4,43267	0,03491
	27,02450	3,86064	507,72014	4,98073	0,03700
	28,50900	4,07271	456,22151	4,47553	0,03508
	28,50900	4,07271	456,22151	4,47553	0,03508
	27,83700	3,97671	478,51424	4,69422	0,03592
<b>Promedio</b>	<b>27,81769</b>	<b>3,97396</b>	<b>480,54602</b>	<b>4,71416</b>	<b>0,03598</b>
300	34,45800	4,92257	468,43663	4,59536	0,02902
	33,37850	4,76836	499,22618	4,89741	0,02996
	32,56300	4,65186	524,54429	5,14578	0,03071
	32,97400	4,71057	511,54956	5,01830	0,03033
	33,37450	4,76779	499,34585	4,89858	0,02996
	33,37450	4,76779	499,34585	4,89858	0,02996
	33,37450	4,76779	499,34585	4,89858	0,02996
	33,37450	4,76779	499,34585	4,89858	0,02996
<b>Promedio</b>	<b>33,35894</b>	<b>4,76556</b>	<b>500,14251</b>	<b>4,90640</b>	<b>0,02998</b>
1000	60,53350	8,64764	505,96230	4,96349	0,01652
	61,35350	8,76479	492,52814	4,83170	0,01630
	61,07850	8,72550	496,97324	4,87531	0,01637
	60,53950	8,64850	505,86202	4,96251	0,01652
	60,13600	8,59086	512,67325	5,02932	0,01663
	60,67550	8,66793	503,59685	4,94029	0,01648
	60,67550	8,66793	503,59685	4,94029	0,01648
	60,67550	8,66793	503,59685	4,94029	0,01648
<b>Promedio</b>	<b>60,70844</b>	<b>8,67263</b>	<b>503,09868</b>	<b>4,93540</b>	<b>0,01647</b>

#### 4.2.2.1.- Dureza Absoluta

Para la obtención de la dureza del recubrimiento a partir del modelo de Puchi-Cabrera [2004] <sup>[73,74]</sup>, se utilizaron los datos de dureza compuesta obtenidas a diferentes cargas y el espesor de la película. Este último parámetro fue determinado por el método de la calota esférica. La variación de la dureza del sustrato con la profundidad relativa de indentación fue determinada a partir de la relación de Meyer<sup>[88]</sup>, también empleándose datos de dureza determinados a diversas cargas.

El modelo utilizado tiene gran reproducibilidad de los datos experimentales debido a que la curva obtenida se adapta muy bien a los datos provenientes de la práctica. En la gráfica de la figura 4.8 se observa que en el uso de cargas bajas para la indentación, los valores de dureza obtenidos son mayoritariamente provenientes del recubrimiento, mientras que a cargas elevadas la información de dureza es suministrada mayormente por el sustrato, lo que puede confirmarse cuando en la parte derecha de la gráfica casi se solapan las curvas del sustrato con la del sustrato + DLC y en la parte izquierda el valor reportado para el recubrimiento coincide con el intervalo de valores obtenidos en la literatura para los recubrimientos de carbono tipo diamante, el cual oscila entre 20 y 70 GPa variando según el tipo de DLC y la técnica de deposición <sup>[89]</sup>.

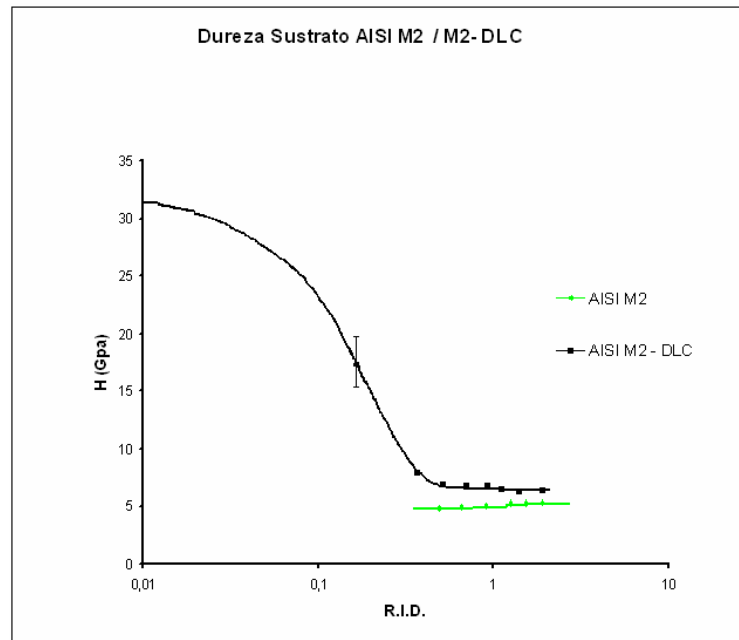


Figura 4.8: *Grafica de Dureza Vs. Profundidad de indentación relativa para el AISI M2 y el conjunto AISI M2 + DLC.*

Substrato:

$$H = 4.83 \beta^{0.06}, \text{ GPa}$$

$$\beta = \frac{d}{7t}$$

Substrato + DLC:

$$H = 6.47 + 24.53 \exp \left[ - \left( \frac{\beta}{0.25} \right)^{1.45} \right], \text{ GPa}$$

Dureza del recubrimiento: **31 GPa**

Espesor del recubrimiento: **2.19 micras**

### **4.3. CARACTERIZACIÓN DE MUESTRAS COMERCIALES.**

La caracterización de las muestras comerciales utilizado en campo de perforación resulta de suma importancia, ya que es este el punto de comparación en aspectos cualitativos y cuantitativos, y de esta manera determinar la posibilidad de sustitución de este tipo de elementos, por el propuesto en esta investigación.

#### **4.3.1. MICROSCOPIA ELECTRONICA DE BARRIDO.**

En cuanto a la herramienta a sustituir (PDC/WC-Co), se observo que esta constituida por tres capas de acuerdo a lo mostrado en la imagen de la figura 4.9, tomada con una magnificación de 20X. La primera capa (negra) es el diamante sintético policristalino PDC unido a otras dos capas de carburo de tungsteno-cobalto WC-Co (I y II), por el método de sinterizado <sup>[90]</sup>. En esta figura se observa una diferencia de pigmentación entre la capas de WC-Co, de acuerdo a las imágenes adyacentes a la principal, tomadas a una magnificación de 5000X, se constató que es debido a la diferencia entre las microestructuras de las capas. También se observa una capa intermedia entre el PDC y el WC-Co, la cual es colocada entre ambos materiales para mejorar la adhesión <sup>[67]</sup>.

Sobre los puntos marcados en la figura 4.10 se realizó un análisis de EDS con el fin de obtener la composición, principalmente de WC-Co, para descartar una diferencia entre la naturaleza elemental de cada capa, perteneciente a este material, que ocasionara la variación de pigmentación, análisis que posteriormente se estudiaría para cada muestra por separado.

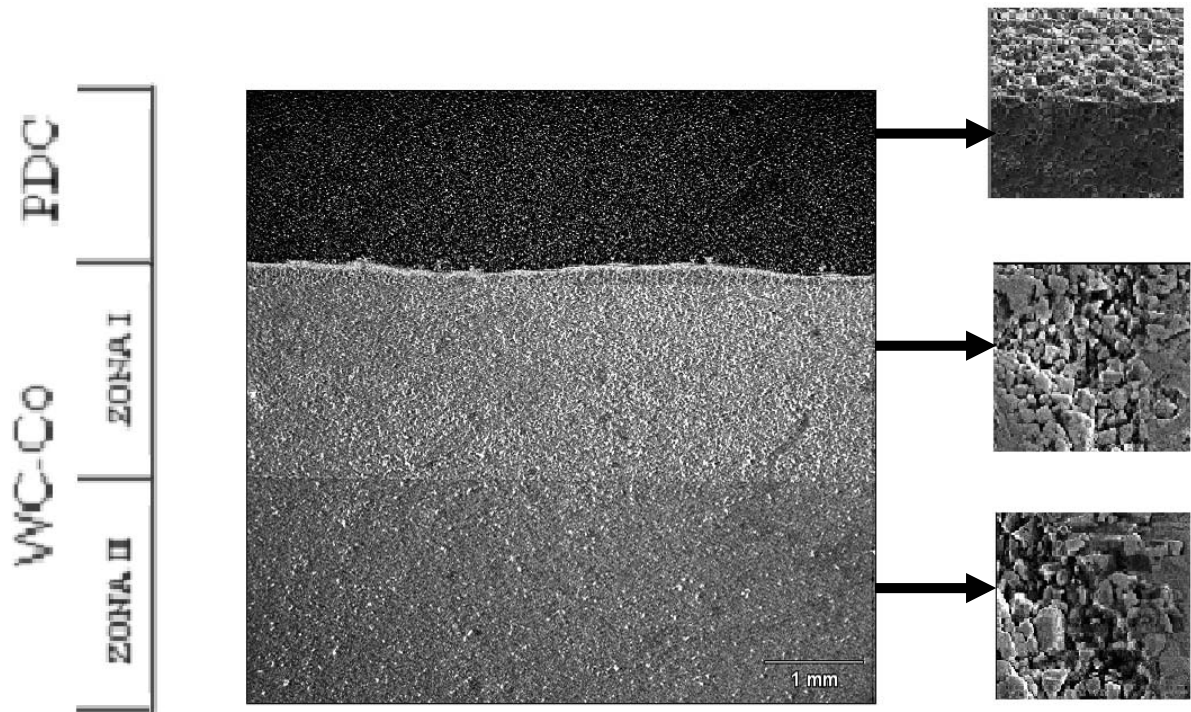


Figura 4.9: Micrografía por MEB en modo de imagen de electrones secundarios de la muestra PDC compuesta por PCD (capa oscura) con WC-Co (Capas Claras), tomada a una magnificación de 20X.

La figura 4.10 muestra la micrografía de la zona I de WC-Co de la herramienta en estudio, a una magnificación de 5000X y el EDS de los puntos (1) y (2) indicados en la misma. Al comparar las zonas donde se ubican estos puntos, sobre la fotomicrografía se observa que el material presenta una distribución granulométrica heterogénea, conllevando a una variación porcentual de los elementos presente, reflejado en las zonas menos compacta (mayor tamaño de grano, punto 2), la cual presentó un valor porcentual de tungsteno superior las zonas compactas, producto de la precipitación de carburos.

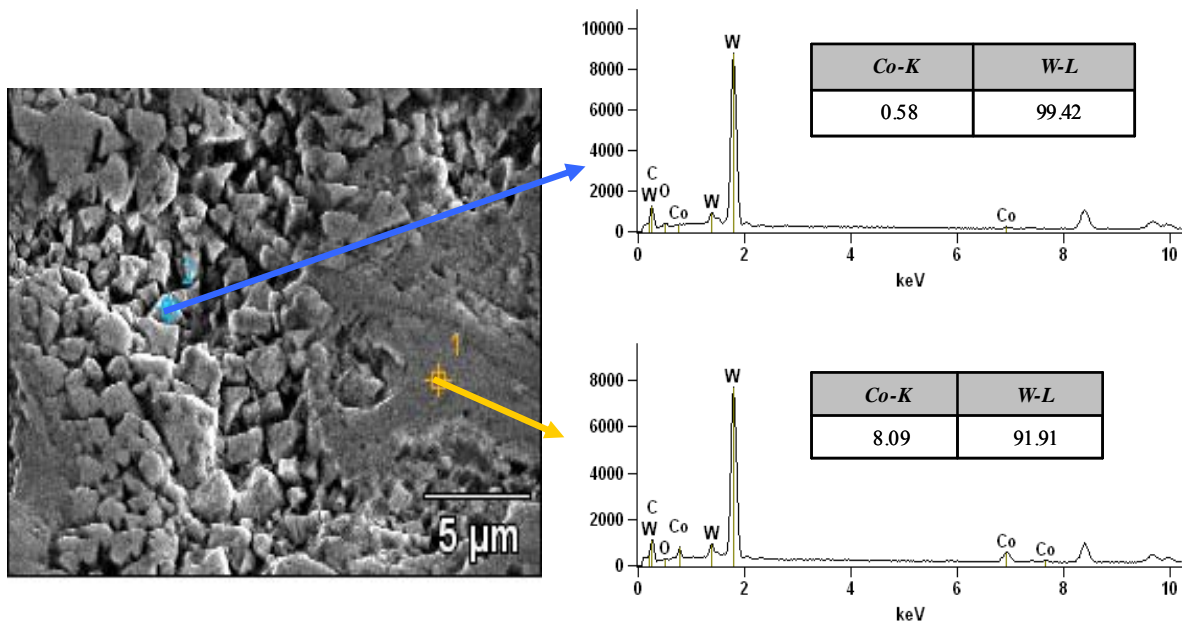


Figura 4.10. Micrografía por MEB en modo de imagen de electrones secundarios, de la muestra WC-Co para la Zona I y Espectrometría por dispersión en energías de rayos X EDS, para los puntos 1 y 2 indicados.

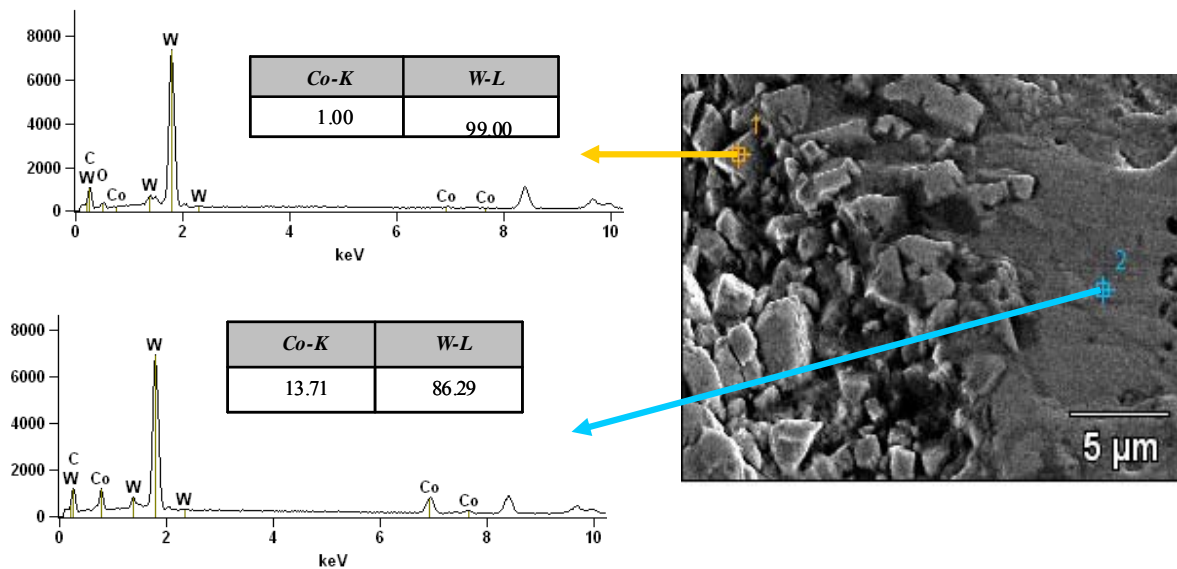
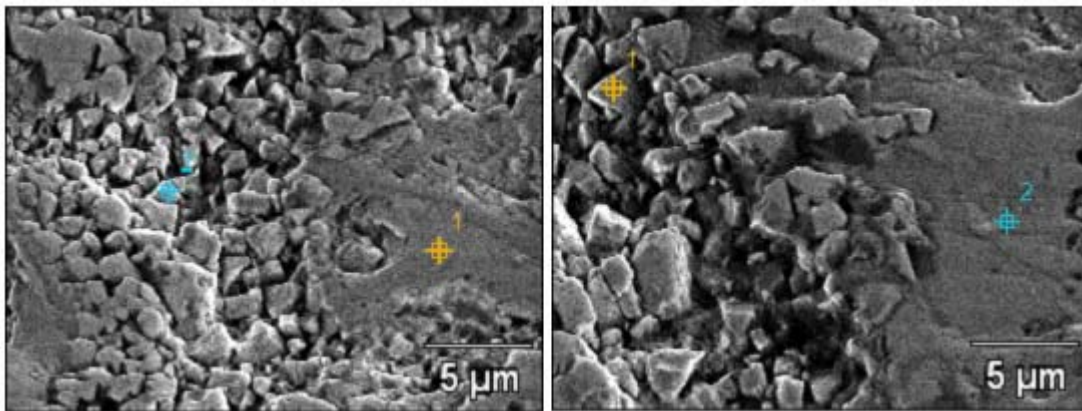


Figura 4.11. Micrografía por MEB en modo de imagen de electrones secundarios, de la muestra WC-Co para la Zona II y Espectrometría por dispersión en energías de rayos X EDS, para los puntos 1 y 2 indicados.



Los resultados mostrados en la figura 4.11, muestran el comportamiento de la segunda capa de WC-Co (Zona II), la cual a igual presentan un alto contenido de Tungsteno, garantizando de esta manera la elevada presencia de este elemento, y de así corroborar con los valores obtenidos de la composición elemental del mismo y ayudando a constatar lo expuesto por la literatura especializada con respecto a este tipo de herramienta.

Al relacionar ambas capas, es evidente que presenta un comportamiento muy similar en cuanto a la diferencia granulométrica localmente, y por ende la variación porcentual de los elementos que la constituyen, sin embargo, al observar la figura 4.12, que muestra la Zona I (a) y la Zona II (b), se observa que los tamaños de granos de la segunda capa son de mayor tamaño a los presentados en la primera, por otra parte en cuanto a los niveles composicionales la primera capa posee mayor porcentaje de Tungsteno entre los puntos semejantes denotados sobre las micrografías. En este tipo de estructuras las propiedades están condicionadas generalmente por el tamaño de las partículas de carburo, por ende esperaríamos una mayor resistencia en las zonas de menor granulometría asociadas a las partículas de tungsteno.



(a)

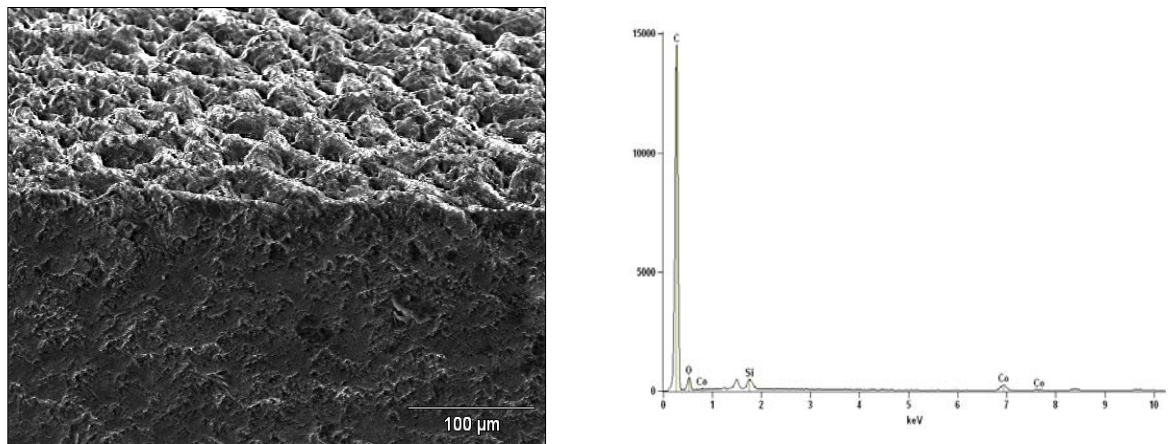
(b)

Figura 4.12: Micrografía por MEB en modo de imagen de electrones secundarios de la muestra de Wc/Co para ambas zonas mostradas en la figura 4, (a) Zona 1 y (b) Zona 2, tomada a una magnificación de 5000X.

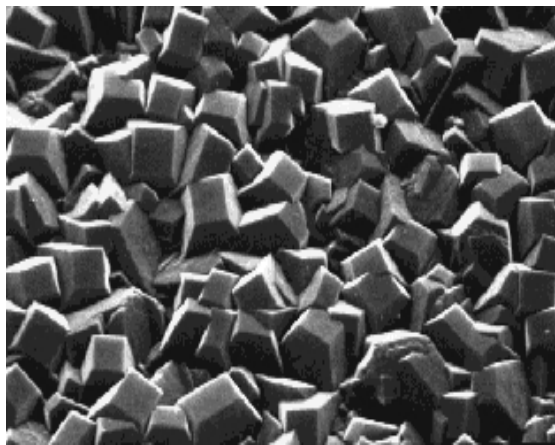
La figura 4.13 muestra la micrografía del diamante policristalino, a una magnificación de 300X, en conjunto con el análisis por EDS del material (a) y la micrográfica de la microestructura característica del PDC, recopilada de la bibliografía especializada (b).

Se observa la diferencia micro superficial en ambos materiales, consecuencia del corte realizado por medio del método de Electro erosión, también conocido como Mecanizado por Descarga Eléctrica el cual consiste en la generación de un arco eléctrico entre una pieza y un hilo en un medio dieléctrico para arrancar partículas de la pieza<sup>[91]</sup>, generando que la estructura cristalina se haya fundido, y de esta manera impidiendo la visualización de la estructura facetada característica de este materia por esto presentan diferencia en la topografía superficial.

La utilización de este método de corte se debido a las propiedades mecánicas de la herramienta (PDC)<sup>[90]</sup>, específicamente la alta dureza que presenta el Diamante Policristalino, y los medios previos utilizados, no lograron ejecutar el corte. Por otra parte, los espectros reflejados en la figura 4.13.a, muestran alta frecuencia de carbono durante la ejecución de la difracción de rayos x, resultado que era de esperarse debido la naturaleza elemental de este material, reportada en la literatura<sup>[92]</sup>.



(a)



(b)

Figura 4.13: *Micrografía por MEB en modo de imagen de electrones secundarios, a una magnificación de 300X, de la muestra PDC y Espectrometría por dispersión en energías de rayos X EDS (a), y la Micrografía de la microestructura típica del PDC, recopilada de la bibliografía especializada (b)*<sup>[92]</sup>.

### 4.3.2. MEDICION DE LA DUREZA DE MUESTRAS COMERCIALES.

En la figura 4.14, se observa la representación gráfica de los valores obtenidos de dureza para el Carburo de Tungsteno – Cobalto, en función del inverso de la diagonal promedio, para las cargas mostradas en la leyenda.

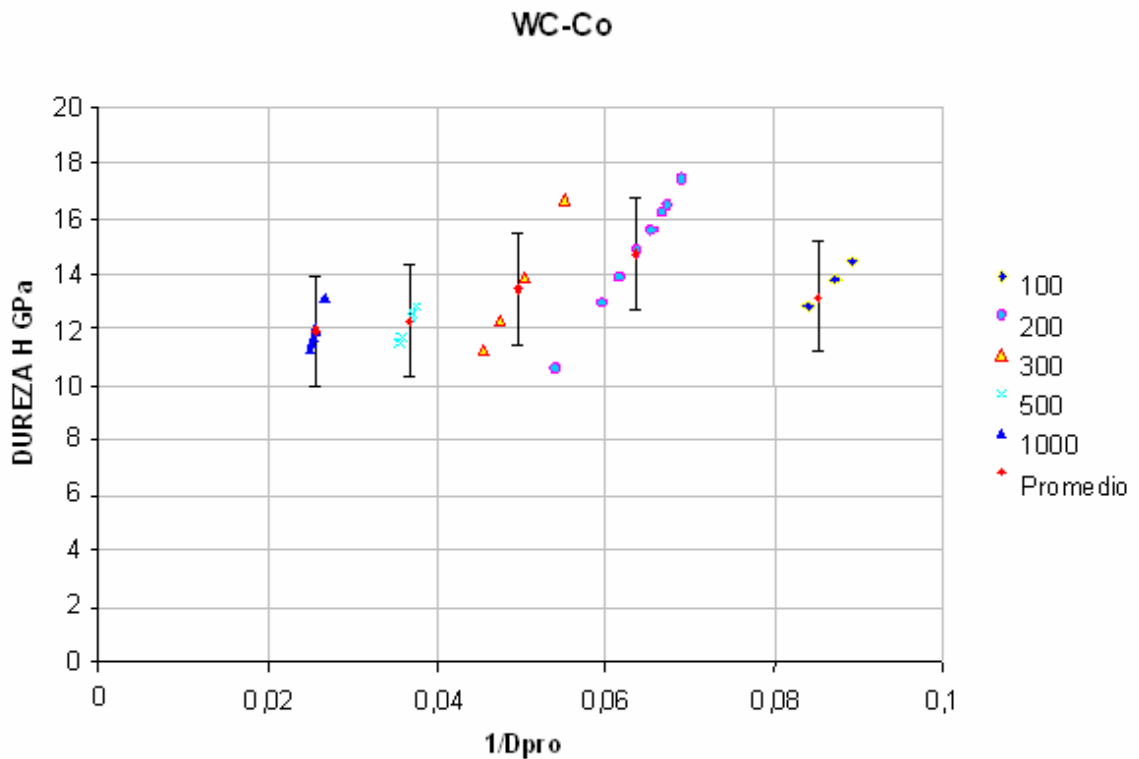


Figura 4.14: Gráfica de Dureza (GPa) Vs. Inverso de la diagonal promedio, sobre la muestra de WC/Co.

Las propiedades mecánicas de este tipo de herramientas, se ven influenciadas principalmente por su contenido de tungsteno; la dureza, la resistencia mecánica y la resistencia al desgaste se incrementan con el aumento del contenido de este elemento. Como se observa en la Figura 4.10, el contenido de tungsteno en la matriz, es bastante elevado, esta cantidad de wolframio influye notablemente en el incremento

de la dureza y las propiedades necesarias para aplicaciones de desgaste presentes en procesos de perforación, y la relación porcentual que guarda el cobalto como cementante y la fase cerámica del Carburo de Tungsteno.

Al comparar los resultados de dureza para las muestras de WC/Co y AISI H13, se observa que el valor de la dureza del sustrato de WC-Co, con un valor de 11,62 GPa, es considerablemente mayor que obtenido en el acero AISI H13 templado, cuya dureza antes reportada es de 7,73 GPa, debido a que el carbono reacciona químicamente formando carburos, estos carburos generalmente tienen una estructura cristalina bien simétrica y estable lo que les confiere gran dureza, por otra parte, es importante resaltar que el AISI H13 Nitrurado posee una dureza cercana a los 10 GPa, según la bibliografía especializada, sin embargo este valor no se pudo cuantificar debido a la carencia de especímenes únicamente bajo este tratamiento termoquímico, el cual producto de la absorción de nitrógeno, permite elevar la dureza del acero a valores cercanos al de WC/Co.

Cabe destacar que la dureza de la capa de PDC de los cortadores comerciales, no se pudo cuantificar, como consecuencia de que el indentador Vickers es precisamente de diamante y su dureza son muy cercanas, sin embargo las bibliografías consultadas destacan que la dureza de dicha capa es de 80 - 90 GPa.<sup>[92]</sup>

#### 4.4. RUGOSIDAD

Basado en los resultados obtenidos en perfilometría óptica (Tabla 4.6), se verificó que la rugosidad del PDC es 18 veces superior al valor reportado por el recubrimiento de DLC, resultado que era de esperarse, debido a las propiedades de estos materiales, principalmente en lo que respecta a sus métodos de deposición.<sup>[92]</sup>

Material	Rugosidad (µm)
<i>H13 Templado</i>	0,042
	0,049
	0,046
Promedio	<b>0.0457</b>
<i>DLC</i>	0,022
	0,021
	0,02
Promedio	<b>0,021</b>
<i>WC/Co</i>	0,121
	0,132
	0,128
Promedio	<b>0,127</b>
<i>PDC</i>	0,37
	0,397
	0,378
Promedio	<b>0,3817</b>

Tabla 4.6: *Rugosidad de muestras ensayadas.*

Los valores de rugosidad reflejados por el H13 son mayores en casi un 50% con respecto a la rugosidad reportada por el recubrimiento DLC; sin embargo, es importante destacar que el DLC refleja una rugosidad bastante baja, producto de la preparación previa de la superficie del metal base ya que esta fina película reproduce la topografía de superficie del material sobre el cual es depositado.

Por otra parte, el WC/Co presentó un valor de rugosidad cercano a la mitad del reportado por el PDC, clasificando así a dicho recubrimiento, como un material de alta rugosidad; es importante resaltar que debido a las características de ambas herramientas (alta dureza), no pudo ser mejorado el acabado superficial de las mismas (PDC y WC-Co) para realizar las evaluaciones bajo las mismas condiciones de pulido superficial, disminuyendo de esta manera su rugosidad, destacando que los ensayos de tribología para las muestras, se realizaron bajo las condiciones iniciales de superficie, sin lograr normalizar un mismo contexto para todas las muestras sometidas a estudio, y de esta manera no se mantendría el mismo sistema tribológico durante los ensayos, resaltando que la contraparte tribológica si se mantuvo constante en todos los ensayos.

Esto permitió predecir el posible comportamiento de las herramientas es estudio, infiriendo de ante mano que las muestras de PDC y WC/Co, debido a su clara ventaja en el par tribológico respectivo para cada de ellas, en comparación con que se presentarían para el H13 con recubrimiento y sin recubrimiento, reportarían un mejor comportamiento ante el desgaste, el cual se reflejaría en los índices de desgaste respectivos.

#### **4.5. ENSAYOS TRIBOLOGICOS.**

El desgaste no es una propiedad del material sino una respuesta del sistema. Esto significa que modificando el sistema podemos variar notablemente la tasa de desgaste<sup>[93]</sup>. Por esta razón, el análisis de las superficies de desgaste realizadas en este trabajo y en todos aquellos que impliquen un contacto tribológico se enmarcan en un análisis comparativo en los cuales se fijan condiciones tribológicas similares para poder evaluar, como en el caso de este trabajo, el desempeño tribológico de diferentes condiciones de tratamiento superficial.

##### **4.5.1. ENSAYO DE DESGASTE PIN ON DISK**

La fricción es un fenómeno asociado con componentes mecánicos y se define de manera general como la resistencia tangencial al movimiento cuando un cuerpo tiene un movimiento relativo con respecto a otro<sup>[3]</sup>. La variación de la fricción en las distintas muestras son dependientes directamente de las características tribológicas de los materiales, ya que todas las muestras fueron sometidas a las mismas condiciones tribológicas de ensayo con recorrido de 250 metros y una carga normal de 10 Newtons a temperatura ambiente, sin embargo la condiciones de superficies para cada muestra varió debido a la diferencia de rugosidad entre los materiales.

En la Figura 4.15 se indica el coeficiente de fricción para las distintas muestras estudiadas, donde se evidencia para el caso de PDC un alto coeficiente al inicio de los ensayos (run-in), que esta asociado con las características del sistema tribológico, en el cual se presentan dos superficies duras. Estas características del sistema tribológico generan un área pequeña de contacto, pero con una alta resistencia a los esfuerzos cortantes, lo cual genera un alto coeficiente de fricción al inicio del ensayo. Esta relación del coeficiente de fricción con el área de contacto y la resistencia a los esfuerzos cortantes en la intercara del contacto ha sido estudiada por Bowden y Tabor<sup>[75]</sup>, caso contrario al que reportaron los otros tres materiales, que



presentaron valores iniciales de coeficiente muy similares entre si y magnitudes de al menos un tercio del valor reflejado por el PDC, que a lo largo del ensayo de desgaste este material fue reportando un descenso de la fricción, debido a la adhesión de zafiro observado (Figura 4.17.b), la cual fue suficiente para inferir que el valor final de la rugosidad alcanzado por este material fue el perteneciente al material de la esfera perteneciente a este par tribológico, característica similar presentó el WC-Co , pero en este ensayo el efecto de los residuos de desgaste favoreció el incremento de la tasa de desgaste generando un claro aumento de la fricción a medida que incrementaba la distancia recorrida lo que conllevó a que el valor de fricción al concluir el ensayo coincidiera con el valor final reportado por la herramienta de PDC, siendo este mayor al alcanzado inicialmente, sin embargo a pesar del incremento de la rugosidad producto del desgaste ocasionado, este cortador no reportó disminución alguna del volumen del material (Figura 4.17.a).

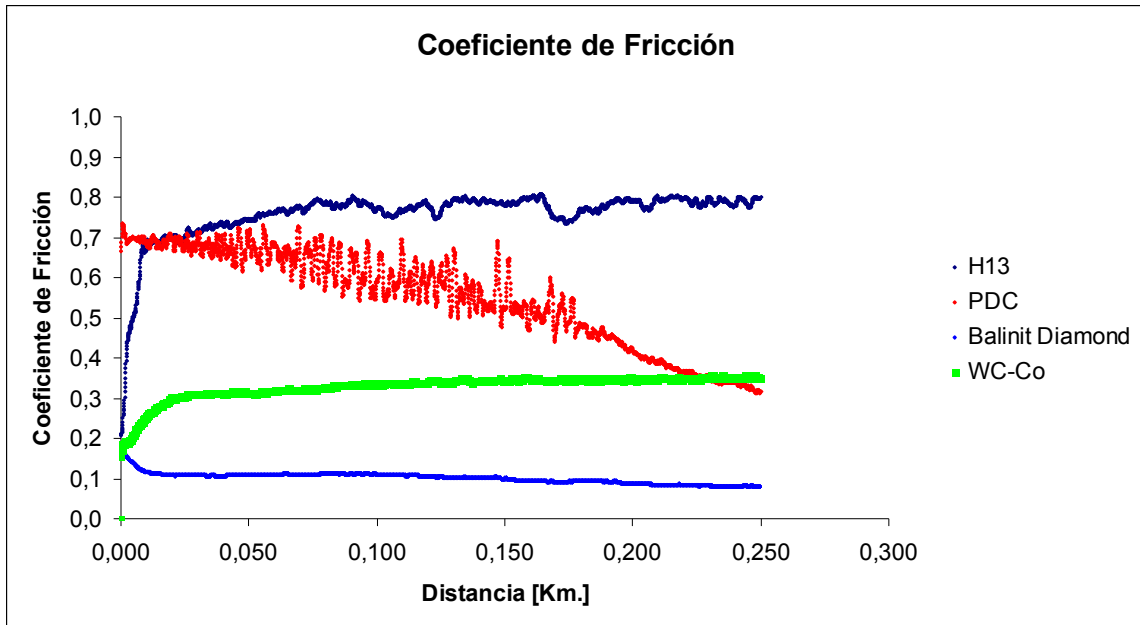
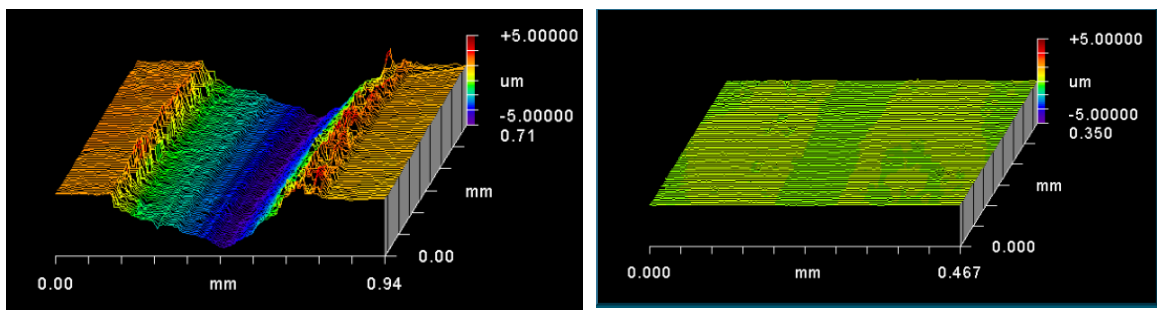


Figura 4.15: Gráfica de coeficiente de fricción Vs. Recorrido, realizado en un ensayo de Pin On Disk.

Tabla 4.7: Valores de desgaste para los materiales de acero H13 templado sin recubrimiento y recubierto por una película de DLC, en los ensayos de desgaste pin-on-disk, con una carga normal de 10 N y un recorrido de 250 m.

Material	Desgaste	
	Area ( $\mu\text{m}^2$ )	Volumen ( $\text{mm}^3$ )
H13 T	$2079,533 \pm 0,67$	$0,078397 \pm 0,001335$
DLC	$3,95 \pm 0,01$	$0,000149 \pm 0,000024$

En el caso de la muestra de acero H13, es evidente que por la condición de pulido que presenta esta muestra el área real de contacto es mayor, pero como muestra una baja dureza la componente de fricción se ve reflejada en la variación del coeficiente de fricción<sup>[85]</sup>, evidenciado en la figura 4.16, donde puede observarse un apilamiento lateral de material presentado en la huella de desgaste que representa el alto desgaste por parte de este material, con respecto a los otros materiales en estudio, generando como consecuencia un incremento, bastante considerable del coeficiente de fricción a medida que aumentaba la distancia recorrida hasta alcanzar una estabilización del valor para los últimos metros de recorrido.

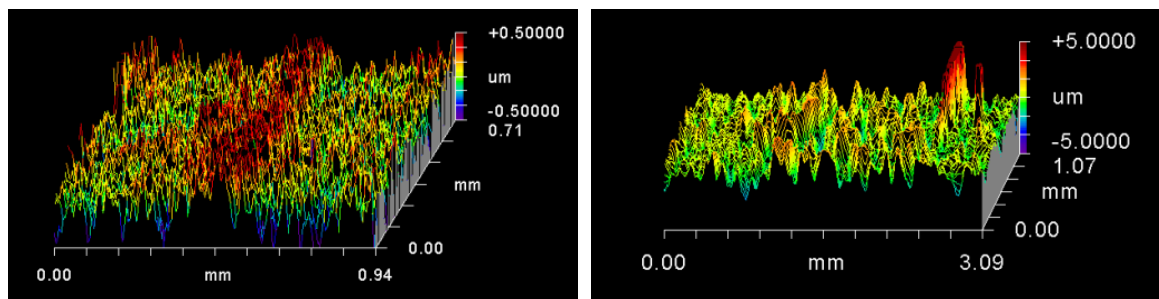


(a)

(b)

Figura 4.16: Perfilometría de H13 (a) y DLC (b), luego de ensayo de Pin on Disk.

Para la película de DLC el efecto de los residuos de desgaste no favoreció el incremento de la tasa de desgaste (Figura 4.16) debido a la combinación única de propiedades que posee (Tsai H. C. & Bogy D. B. 1987) y que lo hace un material ideal para un gran número de aplicaciones, como su utilización como capas protectoras contra el desgaste en aplicaciones ópticas (Savvides N. & Window B. 1985), en los dispositivos de grabación magnética (Tsai H. C. & Bogy D. B. 1987) y como recubrimientos duros para ser depositados sobre metal duro o aceros endurecidos para herramientas de corte (Drory M. D. 1995). Presentando una disminución de coeficiente de fricción inicial (run-in), debido a la condición de superficie lubricante<sup>[75]</sup> y como consecuencia reportando un el valor mínimo de desgaste en los ensayos, con una pérdida de volumen de  $0.000149 \text{ mm}^3$  (tabla 4.7), en comparación con el alcanzado por la herramienta de H13 templada, la cual alcanzó un volumen de desgaste de  $0.078397 \text{ mm}^3$  (tabla 4.7), siendo la mayor pérdida reportada en esta investigación, y de esta manera reflejando el máximo valor de desgaste. Es importante resaltar que producto a la diferencia de los sistemas tribológicos, en cuanto las condiciones superficiales se refiere, ambos materiales fueron los únicos en presentar disminución de material.



(a)

(b)

Figura 4.17: Perfilometría de WC/Co (a) y PDC (b), luego de ensayo de Pin on Disk.

Con la ayuda de la Figura 4.18, que muestra las imágenes transversales de las superficies de los distintos materiales ensayados, la cual representa las huellas producto del desgaste bien sea por abrasión o adhesión, de las herramientas luego del ensayo pin-on-disk, permitió verificar que el mayor desgaste fue el reportado por el acero H13 templado (Figura 4.18-a) sin recubrimiento, y al compararlo con la imagen del mismo material con recubrimiento de DLC (Figura 4.18 -b), se evidencia una disminución bastante elevada del desgaste, sin embargo, no en su totalidad como se constató en la Figura 4.18-e, tomada a una mayor magnificación de profundidad, similar a la utilizada para el WC-Co, donde se observó el canal originado durante los ensayos producto del desgaste alcanzado.

Mientras que para el caso del PDC y WC-Co, presentaron adhesión de material por parte de la esfera, tal como se muestra en la Figura 4.17, donde se observó que las condiciones superficial para ambas herramientas no presentaron pérdida de material, sin embargo, se verificó lo antes expuesto al observar la (Figura 4.18-d), donde se evidencia el canal de relleno generado en el WC-Co (a), que en este caso se pudo visualizar más claramente debido a las escalas utilizadas en las imágenes, pero es importante resaltar que el material que presentó la mayor adhesión fue el PDC. En la Figura 4.17-b se observan grandes picos en color rojo los cuales corresponden al material perteneciente a la contraparte utilizada en este par tribológico, los cuales poseen mayor magnitud que el reportado por el WC-Co.

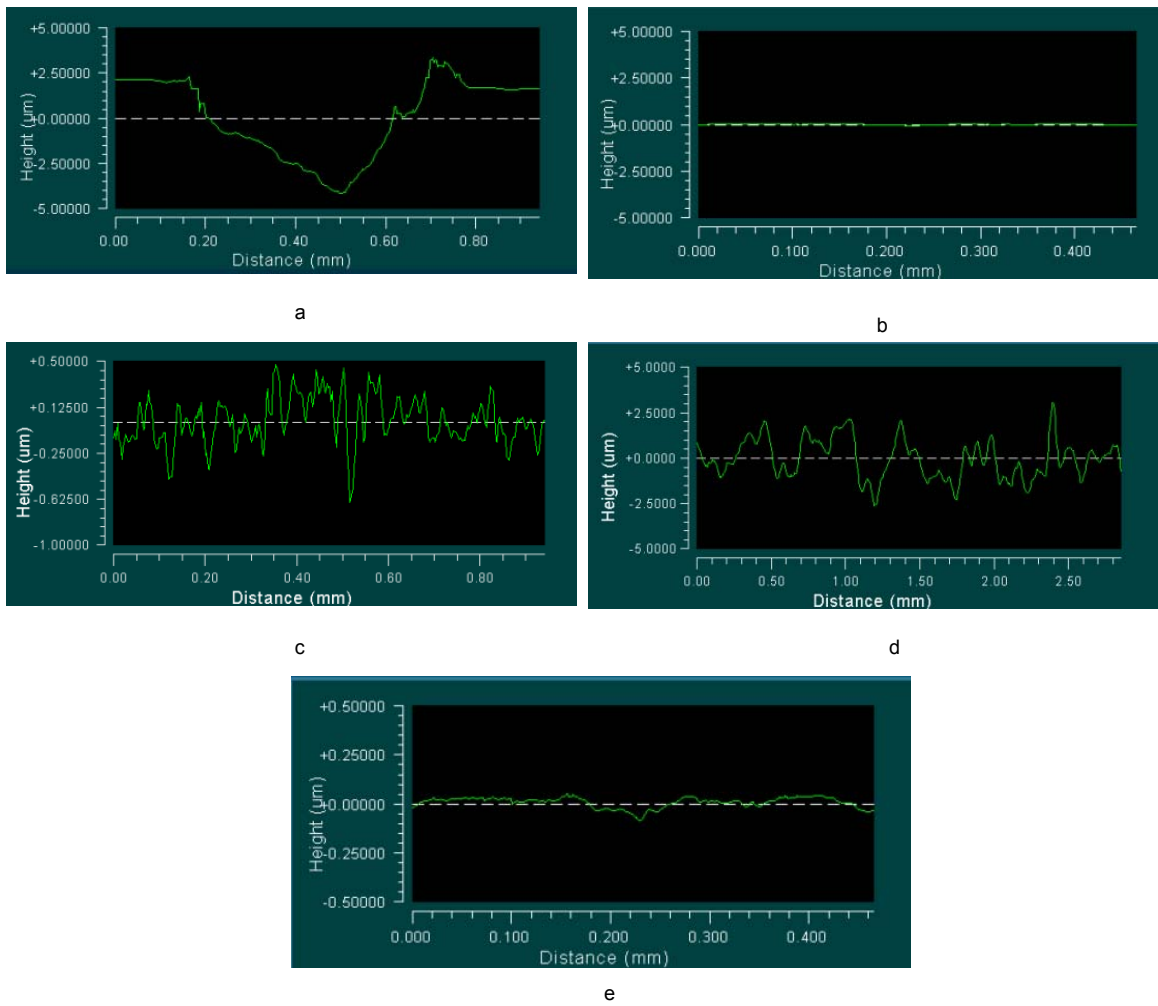


Figura 4.18: Perfilometría de la huella en el ensayo de Pin On Disk. Acero AISI H13 (a), AISI H13 / Recubrimiento DLC (b y e), PDC (c), WC/Co (d).

#### **4.5.2. ENSAYO DE ALTO DESGASTE**

Los valores que se muestran a continuación son resultados de los ensayos de Alto Desgaste, realizado con cuatro materiales diferentes, de los cuales dos de ellos (PDC y WC-Co) son típicamente usados como herramienta de perforación responsable del corte de formaciones geológicas, otro (Acero AISI H13) utilizado como soporte para el borde cortante, y un cuarto recubierto con una película de Diamante tipo Carbono utilizado para mejorar la condiciones superficiales de los materiales en general.

La tabla 4.8 reporta los valores de las pérdidas de masa (gramos) de las muestras, para 24 ensayos realizados, durante 5 min. cada uno, manteniendo el mismo sistema tribológico. Para la elaboración de esta tabla, se tomaron las medidas de las masas antes y después de cada ensayo con el fin de cuantificar la cantidad de gramos perdidos, realizando posteriormente una cuantificación como se mostró en la sección 3.4.2.5.

Los valores negativos que se observa en la gráfica, para el caso de PDC y el WC-Co, representan un incremento de la masa de cortador luego de ser realizado el ensayo, producto de la adhesión del Carbonato removido.

Tabla 4.8: Valores de desgaste para herramientas de PDC, WC-Co, H13 y Balinit DLC en ensayos de desgaste simulativo sobre un Carbonato de Calcio a 228 rpm durante 5 min.

ENSAYO	PÉRDIDA GR.			
	Número	PDC	WC-Co	H13
1	-0,0006	0,0007	0,001	0,0008
2	0,0009	-0,0005	0,0004	0,0002
3	-0,0004	0,0002	0,0004	0,0003
4	0,0007	0,0007	0,0003	0,0004
5	-1E-04	-0,0005	0,0002	0,0003
6	-0,0002	0,0005	0,0004	0,0002

El mayor desgaste cuantificado del PDC se puso en manifiesto durante los ensayos 2 y 4, con valores de 0.0009 y 0.0007 gr. respectivamente, sin embargo, al analizar los resultados es evidente que para ninguno de los dos casos la pérdida de masa fue totalmente de PDC, ya que en los ensayos previos hubo adhesión de material, por consiguiente parte del material desprendido pertenece al carbonato (mármol rosado).

La tabla 4.9 representa el estudio de desgaste acumulativo en intervalos de 5 min, basado en los resultados reflejados en la tabla 4.8; como se discutió anteriormente los valores negativos mostrados en la tabla corresponden a un incremento de material durante el ensayo, ocasionando alteraciones en los resultados de desgaste, que pudieran prestarse a interpretaciones erróneas acerca del desempeño de la herramienta, como es el caso de PDC, que la pérdida final a los 30 min. es menor que los tiempos de 10, 20 y 25 min, por ende los resultados cuantificables de pérdidas del material de PDC están dadas en los ensayo para los tiempos de 10 y 20 min., siendo este último el mayor desgaste acumulativo reportado para el PDC con un valor de 0.0006 gr. (tabla 4.8), sin embargo, al analizar la tabla 4.8 en conjunto con la

4.9, se puede constatar que el mayor desprendimiento de material por parte del PDC en ensayos de 5 min. es de 0.0003 gr. durante los ensayos 2 y 4 (tabla 4.8).

Tabla 4.9: Valores de desgaste para herramientas de PDC, WC-Co, H13 y Balinit DLC en ensayos de desgaste acumulativo sobre un Carbonato de Calcio a 228 rpm durante 5 min.

TIEMPOS (min)	PÉRDIDA GR.			
	PDC	WC/Co	H13	DLC
5	-0,0006	0,0007	0,001	0,0008
10	0,0003	0,0002	0,0014	0,0010
15	-1E-04	0,0004	0,0018	0,0013
20	0,0006	0,0011	0,0021	0,0017
25	0,0005	0,0006	0,0023	0,0020
30	0,0003	0,0011	0,0027	0,0022

Tabla 4.10. Remoción de Carbonato (Mármol Rosado) por parte de herramientas de PDC, WC-Co, H13 y PCD durante los ensayos simulativos a 228 rpm durante 5 min.

ENSAYO Número	PÉRDIDA DE CARBONATO(GR.)			
	PDC	WC-Co	H13	DLC
1	12,33	37,06	3,36	11,9
2	29,4	15,71	1	14,6
3	29,5	18,37	3,95	15
4	18,3	21,2	1,28	17,5
5	53,6	19,98	2,18	19
6	95,7	15,92	1,37	35,5



El cortador de WC-Co presentó una característica similar al PDC, durante la ejecución de los ensayos parte del material que removía se adhería al cortador generando incremento en algunos caso del peso (Tabla 4.8) pero a diferencia del PDC el WC-Co reportó mayores pérdidas en los ensayo individuales y menor frecuencia de adhesión de material, reduciendo la posibilidad de errores al momento de la obtención de los resultados.

La mayor pérdida cuantificada para el WC-Co en durante las pruebas, fue de 0.0007 gr. en los ensayos 1 y 4 (Tabla 4.8) sin embargo, el ensayo 4 inicio con material que fue adherido durante el ensayo 2 y que no reflejo total desprendimiento en el ensayo 3, por ende la pérdida de masa reportada en el ensayo 4 no pertenece solo al material del cortador, mientras que en el primer ensayo el cortador inicio sin adhesión alguna de material, dando por hecho que la diferencia de masa se debió únicamente por desgaste del WC-Co.

A diferencia del PDC los resultados acumulativo a los 30 min. finalizó con un valor de pérdida superior al máximo reportado durante los ensayos individuales (Tabla 4.9) y a su vez coincidiendo con los resultados de verdadero desgaste cuantificado, dando como valor final para los resultados acumulativo una pérdida de 0.0011 g.

En el acero AISI H13, a pesar de que los ensayos se ejecutaron bajo los mismos protocolos que para los cortadores anteriores, este no presentó adherencia de material en ningún momento durante el tiempo de exposición, esto se verificó en la Tabla 4.8 donde todos los valores de desgaste resultaron positivos, interpretados como pérdida de masa del cortador. Obteniendo la mayor pérdida de material durante el primer ensayo, producto de la característica geométrica presentada por el cortador, en la cual a diferencia de los otros dos anteriores este carecía de bisel generando un gran filo en el borde del inserto aumentando de esta manera las pérdidas de material.<sup>[67]</sup>

En la tabla 4.8 se verifica que los desgaste posteriores al primer ensayo son constante, es decir, que los valores de desprendimiento de material por parte del H13, luego de ser superado el primer ensayo por las razones antes comentadas, se mantuvieron dentro de un rango promedio, dando como ventaja la posible predicción de los valores de pérdidas para cualquier tiempo en exposición bajo las condiciones del ensayo, permitiendo la posible predicción del tiempo de vida útil de la herramienta, ya que el comportamiento ante el desgaste es menos errático que el de materiales sinterizados, esto tal vez se debe a que la aleación metálica es más homogénea microestructuralmente.

El máximo valor de desgaste para el acero AISI H13 durante los ensayos fue de 0.001 gr. en el primer ensayo y los resultados posteriores estuvieron dentro de los valores de 0.0003 y 0.0004 gr. con excepción de el ensayo 5 el cual reflejo la menor pérdida para este material con una magnitud de 0.0002 gr., estos resultados permitieron que los valores de pérdidas acumulativas se mantuvieran en crecimiento constante y reportaran el posible desgaste del material para el tiempo máximo de exposición en este ensayo, ocurrido a los 30 min. presentando una pérdida de 0.0027 gr., valor superior al reportado en los resultados, por los materiales de PDC y WC-Co para los mismos tiempos acumulativos.

Para el caso del cortador recubierto con una película delgada de Balinit DLC STAR, se observó en la Tabla 4.8, que reflejo un comportamiento similar al expuesto por el acero H13, que durante el primer ensayo manifestó un alto desgaste con una magnitud de 0.0008 gr., en comparación con los serían reportados para las pruebas posteriores, con valores entre 0.0002 y 0.0004 gr, se infiere que al igual que para el cortador de Acero H13, este alto desgaste fue producto de la características geométricas presentada por el cortado, en donde a diferencia del PDC y WC-Co, carecen de bisel, incrementando de esta manera los esfuerzos sobre la zona de contacto.<sup>[67]</sup>

Los tratamientos superficiales realizados sobre el acero H13 reportaron una mejora considerable, presentando una disminución de desgaste en los ensayos acumulativos arrojando una pérdida de 0.0022 gr. para los 30 min. Este material no presentó adhesión alguna del contraparte durante los ensayos simulativos, resultado que era de esperarse debido a las condiciones superficiales que caracteriza a este recubrimiento, las cuales fueron expuestas anteriormente en los análisis del ensayo pin-on-disk, colocando al acero H13 sin tratamiento superficiales como el material con mayor pérdida en masa durante los ensayos realizados, seguido por el H13 con recubrimiento hasta llegar al PDC quien reportó el menor desgaste en las pruebas, antepuesto por el WC-Co.

Como complemento a la discusión anterior se analizó la gráfica de la Figura 4.15, la cual muestra las rectas de tendencia, donde las pendientes representan los índices de desgaste<sup>[68]</sup>, de los cuatro materiales en estudio, construida a partir de las pérdidas de los cortadores en función de la cantidad de material removido (carbonato de calcio), permitiendo constatar que a pasar de que la herramienta recubierta por BALINIT DLC STAR alcanzó el desgaste cercano durante los 30 min. acumulativos, al cortador de acero H13 templado para el mismo tiempo, éste alcanzó un desempeño bastante elevado en comparación con esta otra herramienta, producto de la alta remoción que arrojó el material recubierto por DLC, esto se debió a las mejoras en las características macro mecánicas que se lograron con los tratamiento superficiales realizados sobre el material, por otra parte se observa que las curvas para ambos cortadores se ajustaron perfectamente a una recta, mientras que para el caso de las otras herramientas las curvas de PDC y WC-Co presentaron alta desviación estándar, debido al comportamiento del carbonato durante los ensayos, el cual constantemente se adhería y desprendía, principalmente para el caso del PDC es evidente como el primer ensayo ocasionó un incremento de la pendiente de la recta, conllevando de esta manera a un aumento del índice de desgaste, sin embargo, esta herramienta reportó el mejor rendimiento en cuanto a la relación desgaste-remoción, seguido por

el WC-Co con diferencias bastantes significativas con respecto a las otras dos herramientas.

El comportamiento de desgaste de la herramienta de PDC con respecto a la cantidad de material removido en conjunto con resultados de estudios previos similares realizados a cortadores con iguales características por Sandia National Laboratories, es ilustrado en la Figura 4.16, donde las dos rectas de menor pendiente, correspondientes a los cortadores tipo A y B refrigerados a base de agua y la de mayor pendiente correspondiente al cortador tipo C describe el comportamiento del ensayo bajo un medio refrigerado con aire, los cuales representan los resultados reportados por la literatura especializada<sup>[68]</sup>, y la recta de “PDC” representa la curva de desgaste, realizada en este trabajo, para el inserto refrigerado con agua, permitiendo afirmar que a pesar de la característica que manifestó este material durante los ensayos de alto desgaste, donde parte de carbonato removido era adherido, los resultados reportados se encuentran dentro del intervalo esperado.

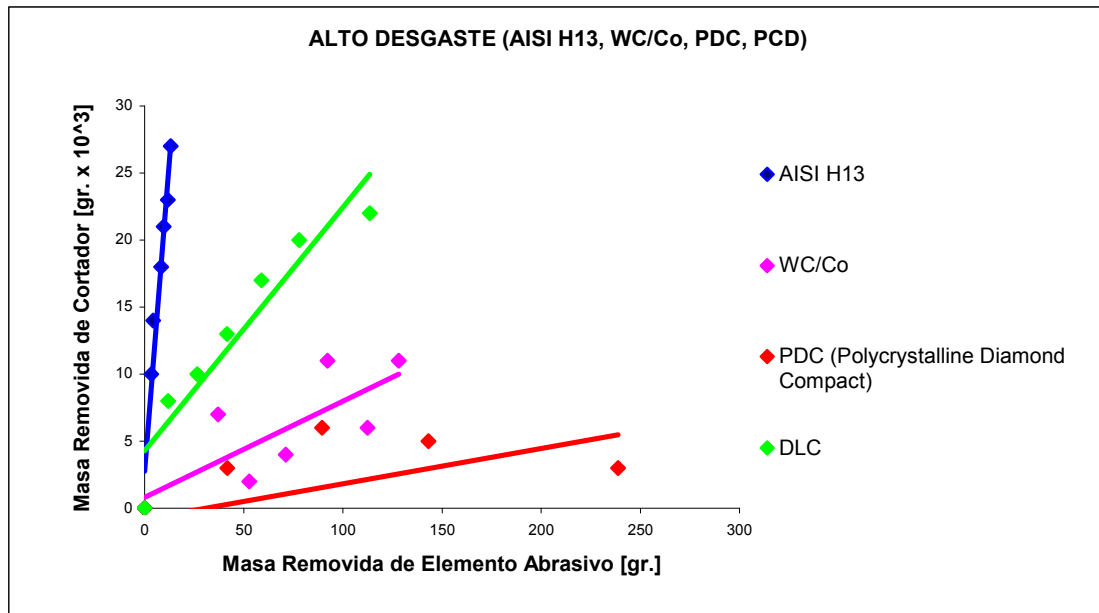


Figura 4.19. Desgaste de la Herramienta en función del material removido para un ensayo simulativo de desgaste acumulativo, con Carbonato (Mármol Rosado), a 228 rpm y refrigeración continua.

Al analizar la gráfica, se observa que las pérdidas del cortador para ambos experimentos poseen valores muy cercanos, a pesar del alto desgaste reportado por lo ensayos de Sandia National Laboratories, en comparación a los obtenidos en nuestras pruebas, esto debido a los altos tiempo de exposición que presentaron las pruebas de Sandia, sin embargo es evidente que el índice de desgaste para nuestros ensayos es superior, debido a diferencia presentada entre los materiales abrasivos utilizados en ambos experimento, resaltando que Sandia National Laboratories usó una formación rocosa con menor dureza (Nugget Sandstone)<sup>[68]</sup>, que la utilizada en la pruebas de alto desgaste (Carbonato).

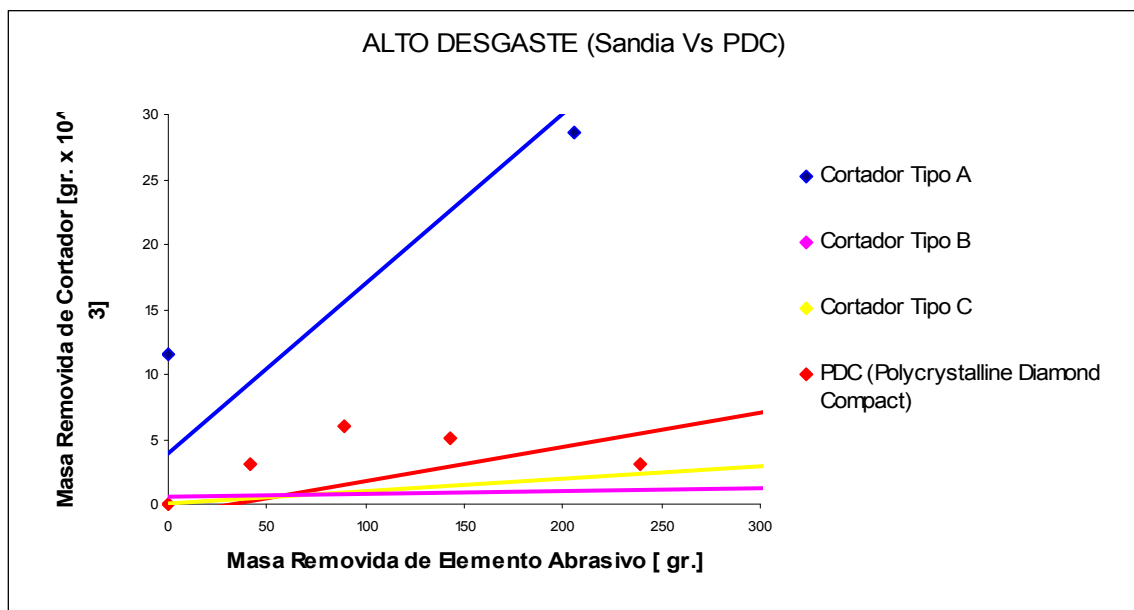


Figura 4.20: Desgaste de la Herramientas de PDC en función del material removido para un ensayo simulativo de desgaste acumulativo, con Carbonato (Mármol Rosado), a 228 rpm y refrigeración continúa con agua (“PDC”) y resultados tomados de la literatura en ensayos refrigerados a base de agua (A yB) y con aire (c) con Nugget Sandstone.

**CONCLUSIONES**

## 5. CONCLUSIONES.

- La elevada dureza no presenta dependencia fundamental con la carga aplicada motivo por el cual no se planteo la utilización de ningún modelo para establecer la dureza absoluta para la evaluación del material base.
- El comportamiento ante el desgaste del dispositivo propuesto mejora sustancialmente en comparación a las herramientas convencionales de acero.
- El uso de este tipo de tecnología sobre la herramienta de corte minimiza de forma significativa el aporte de la componente friccional al proceso de desgaste.
- La geometría del inserto es de fundamental importancia para el rendimiento de la herramienta, maximizando este efecto para la primera hora de uso de la herramienta.
- Una rugosidad elevada mejora el rendimiento de la herramienta, a expensas de un aumento importante en la contribuyente de fricción la cual puede ocasionar desprendimiento del inserto de su anclaje en el perfil de corte de la broca.

- Al parecer los insertos fabricados a través de técnica que garanticen microestructuras más homogéneas proporcionan una mejor predicción del tiempo de vida útil de la herramienta, reduciendo moderadamente el riesgo de paradas no programadas durante la perforación.
- Es posible a nivel de nuestro laboratorio realizar ensayos de tipo simulativos en el área de alto desgaste, bajo condiciones normalizadas, con una buena reproducibilidad y grado de confiabilidad.



## **RECOMENDACIONES**

## **6. RECOMENDACIONES.**

- Realizar ensayos simulativos e intrínsecos a las muestras garantizando la misma condición topográfica en la superficie a evaluar.
- Evaluar otro inserto de herramienta con la misma película y sustituyendo el sustrato por aleaciones o Cermet de mejor resistencia mecánica.
- Caracterizar a través de la técnica de difracción de rayos X y difracción de electrones el PDC sinterizado para tratar de reproducir el arreglo atómico que presentó el sinterizado por medio de los procesos híbridos de deposición física en fase de vapor asistida por plasma.
- Tratar de evaluar la dureza del PDC a través de métodos alternativos que no impliquen la microidentación estática, como por ejemplo el uso de escleroscópio para la determinación de la dureza elástica del material y poder hacer comparaciones directas con otros sistemas.

## **BIBLIOGRAFÍA**

## 7. REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS.

- [1] Los tratamientos de superficie dentro de la industria. Disponible: <http://www.metalunivers.com/Tecnica/Hemeroteca/ArticuloCompleto.asp?ID=8524>. [Consulta: 2007, Agosto 23].
- [2] Oerlikon Balzers. Disponible: [www.oerlikon-balzers.com](http://www.oerlikon-balzers.com). [Consulta: 2007, Junio 22].
- [3] Cruz, M. 2006, Estudio Tribológico de tratamientos superficiales tipo Dúplex en acero AISI H13. 222 p.
- [4] Amado C. Primer Curso Latinoamericano de Procesamiento de Materiales por Plasma, Capítulo: Tratamientos Termoquímicos Asistidos por Plasma, páginas 87–101. Comisión Nacional de Energía Atómica (CNEA), 1998.
- [5] Edenhofer, B. Physical and Metallurgical Aspects of Ionitriding. Heat Treatment of Metals, 1974.1:23–28, 1974.
- [6] Avallone, E. y Baumeister, T. (1995) Manual del Ingeniero Mecánico, 5ta ed. Tomo II.
- [7] Innovaciones En Aceros Para Herramientas, Moldes Y Matrices. Disponible: <http://www.metapol.com.ar/Images/26652.pdf>. [Consulta: 2007, Agosto 26].
- [8] Infante, A. y otros. 2005. Herramientas de corte: desarrollo histórico y futuro. 54p.

- [9] Colmenares, A, 2004. Optimización de Recubrimiento Metálicos Nanoestructurados Depositados por Rociado Térmico. 100 p.
- [10] Ferrara, S. y Pérez, R. 2001. Evaluación de la resistencia al desgaste de un recubrimiento depositado por rociado térmico (HVOF). 99 p.
- [11] Romero, V., Layeillon, L., y Oseguera J. Modelling of concentration distribution of active species during plasma nitriding. *Surface and Coating Technology*, 86-87:338–344, 1996.
- [12] Grube, W. y Verhoff, S. *Surface Modification Engineering. Volume II: Technological Aspects*, Capítulo: Plasma (ion) processes for case hardening of metals, páginas 107–148. CRC Press Boca Raton, Florida, 1992.
- [13] Sun, Y. y Bell, T. Plasma surface engineering of low alloy steel. *Materials Science and Engineering*, A140:419–434, 1991.
- [14] Karamis, M.B. Tribological behavior of plasma nitrided 722M24 material under dry sliding conditions. *Wear*, 147:385–399, 1991.
- [15] Podgornik, B. y otros. Tribological properties of plasma nitrided and hard coated AISI 4140 steel. *Wear*, 249:254–259, 2001.
- [16] Staia, M.H. y otros. Tribological properties of pulsed ion nitrided AISI 4140 steel. *Surface Engineering*, 15(4):313–316, 1999.
- [17] Karamis, M.B. An investigation of the properties and wear behavior of plasma nitrided hot-working steel (H13). *Wear*, 150:331–342, 1991.

- [18] Molinari, A. y otros. Wear behavior of diffusion and compound layers in nitrided steels. *Surface Engineering*, 14(6):489–495, 1998.
- [19] Peng, Q.F. Improving abrasion wear by surface treatment. *Wear*, 129:195–203, 1989.
- [20] Karamis, M.B. Experimental study of the abrasive wear behavior of plasma-nitrided gearing steel. *Wear*, 161:199–206, 1993.
- [21] Karamis, M.B. y Gercekcioglu, E. Wear behavior of plasma nitrided steels at ambient and elevated temperatures. *Wear*, 243:76–84, 2000.
- [22] Podgornik, B. y Vizintin, J.. Tribology of thin films and theirs use in the field of machine elements. *Vacuum*, 68:39–47, 2003.
- [23] Chen, K.C. y otros. Study on the solid-liquid erosion resistance of ion-nitrided metal. *Wear*, 252:580–585, 2002.
- [24] Huang, J.H. y Hsu, C.Y. Effect of substrate bias on the structure and properties of ion-plated. *Materials Chemistry and Physics*, 77:14–21, 2002.
- [25] Zambrano, G., Riascos, H., y Prieto P. (2004). Multicapas De Metal – Cerámico– Carbono Tipo Diamante (DLC): Un Camino Para La Obtención De Recubrimientos Superduros. Disponible: <http://www.accefyn.org.co/PubliAcad/Periodicas/Volumen27/103/7-MULTICAPAS.pdf> [Consulta: 2007, septiembre 05].
- [26] Brown, T., Eugene Lemay H. Y Bursten, B. (1996). “Química: la ciencia central.” México.

- [27] Ball, B. (1997). Made to measure: New materials for the 21st Century. New Jersey, USA. Princeton University Press.
- [28] Gardos, M. N. (1998). Construction-induced friction signatures of polished polycrystalline diamond films in vacuum and hydrogen. Tribology Letters, Vol.
- [29] Ronkainen, H., (2001), "tribological properties of hydrogenated and hydrogen free diamond like carbons coatings ". Finlandia.
- [30] Dieter, G. (1967). "Metalurgia Mecánica". España. Aguilar S.A. de Ediciones.
- [31] Bards, A. J. (1994). "Integrated Chemical Systems: A Chemical Approach to Nanotechnology", Wiley Interscience,
- [32] Rodrigo A. (2000). "Descargas eléctricas en gases de baja densidad", Procesamiento de materiales por plasma, Tercer curso latinoamericano, Argentina.
- [33] D'alessandria M. (2002). "Estudio del comportamiento ante el desgaste de los recubrimientos MoZrZrSiN depositados sobre un acero AISI 1045 mediante la técnica de PVD". Trabajo de Especial de Grado. Universidad Central de Venezuela, Caracas.
- [34] Brull S. (2000) "Recubrimientos por plasma PVD" Procesamiento de materiales por plasma, tercer curso latinoamericano, Argentino.
- [35] Zlatanovic, M. Deposition of (Ti,Al)N coatings on plasma nitrided steel. Surface and Coatings Technology, 48:19–24, 1991.

- [36] D'Haen, J. y otros. Interface study of physical vapor deposition TiN coatings on plasma-nitrided steels. *Surface and Coatings Technology*, 61:194–200, 1993.
- [37] Hock, K., y otros. Wear resistance of prenitrided hardcoated steels for tools and machine components. *Surface and Coatings Technology*, 88:44–49, 1996.
- [38] Skorić, B., Kakas, D., y Gredić T. Influence of plasma nitriding on mechanical and tribological properties of steel with subsequent PVD surface treatments. *Thin Solid Films*, 317:486–489, 1998.
- [39] Batista, J.C. y otros. Micro-abrasion wear testing of PVD TiN coatings on untreated and plasma nitrided AISI H13 steel. *Wear*, 249:971–979, 2002.
- [40] Gredie, T., Popovie, N., y Bogdanov. Properties of TiN coatings deposited onto hot work steel substrates plasma nitrided at low pressure. *Surface and Coatings Technology*, 54-55:502–507, 1992.
- [41] Zlatanovic M. y otros. Matching of TiN coating structures by plasma nitriding of substrates. *Vacuum*, 44(2):83–88, 1993.
- [42] Zlatanovic, M. y otros. Substrate-induced changes of TiN and (Ti,Al)N coatings due to plasma nitriding. *Surface and Coatings Technology*, 63:35–41, 1994.
- [43] Walkowicz, J., Smolik, J., y Tacikowski, J. Optimization of nitrided case structure in composite layers created by duplex treatment on the basis of PVD coating adhesion measurement. *Surface and Coatings Technology*, 116-119:370–379, 1999.



- [44] Navinsek, B., Panjan, P., y Gorenjak, F.. Improvement of hot forging manufacturing with PVD and DUPLEX coatings. *Surface and Coatings Technology*, 137:255–264, 2001.
- [45] Buecken, B. y otros. Direct combination of plasma nitriding and PVD hardcoating by a continuous process. *Surface and Coatings Technology*, 68-69:244–248, 1994.
- [46] Hock, K., G y otros. Process technological aspects of the production and properties of in situ combined plasma-nitrided and PVD hard-coated high alloy tool steels. *Surface and Coatings Technology*, 74-75:339–344, 1995.
- [47] Ma, S., Li, Y., y Xu, K. The composite of nitrided steel of H13 and TiN coatings by plasma duplex treatment and the effect of pre-nitriding. *Surface and Coatings Technology*, 137:116–121, 2001.
- [48] Batista, J.C. y otros. Process developments towards producing well adherent duplex PAPVD coatings. *Surface Engineering*, 19(1):37–44, 2003
- [49] Burnett, P. J. y Rickerby, D. S. The relationship between hardness and scratch adhesion. *Thin Solid Films*, 154:403–416, 1987.
- [50] Korhonen, A., Sirvio, E. y Sulonen M. Plasma nitriding and ion plating with an intensified glow discharge. *Thin Solid Films*, 107:387–394, 1983.
- [51] Sirvio E. y Sulonen M. Abrasive wear of ion-plated titanium nitrided coatings on plasma-nitrided steel surfaces. *Thin Solid Films*, 96:93–101, 1982.

- [52] Huang, H., He, J. L., y Hon M. H. Microstructure and mechanical properties of surface layer obtained by plasma nitriding and/or TiB coating on high speed steel. *Surface and Coatings Technology*, 64:41–46, 1994.
- [53] Podgornik, B. y otros. Wear and friction behavior of duplex-treated AISI 4140 steel. *Surface and Coatings Technology*, 120-121:502– 508, 1999.
- [54] Bjork, T. y otros. Physical vapour deposition duplex coatings for aluminium extrusion dies. *Wear*, 225-229:1123–1130, 1999.
- [55] Chekour, L. y otros. Duplex treatment of 32CrMoV13 steel by ionic nitriding and triode sputtering: application to wood machining. *Wear*, 255:1438–1443, 2003.
- [56] Van Stappen, M., y otros. Introduction in industry of a duplex treatment consisting of plasma nitriding and PVD deposition of TiN. *Surface and Coatings Technology*, 62:655–661, 1993.
- [57] Dingremont, N., Bergmann, E. y Michel, H. Optimization of duplex coatings built from nitriding and ion plating with continuous and discontinuous operation for construction and hot working steels. *Surface and Coatings Technology*, 72:163–168, 1995.
- [58] Yilbas, B. y Nizam, S. Wear behavior of TiN coated H11 and AISI M7 twist drills prior to plasma nitriding. *Journal of Materials Processing Technology*, 105:352–358, 2000.
- [59] Ľavinsek, B., y otros. Improvement of hotworking processes with PVD coatings and duplex treatment. *Surface and Coatings Technology*, 142-144:1148–1154, 2001.

- [60] Panjan, P., Cekada, M., y Sokovic, M. Improvement of die-casting tools with duplex treatment. *Surface and Coatings Technology*, 180-181:561–565, 2004.
- [61] Kwietniewski C., y otros. Nitrided layer embrittlement due to edge effect on duplex treated AISI M2 high-speed steel. *Surface and Coatings Technology*, 179:27–32, 2004.
- [62] Smolik, J., Walkowicz, J. y Tacikowski, J. Influence of the structure of the composite: “nitride layer /PVD coating” on the durability of tools for hot working. *Surface and Coatings Technology*, 125:134–140, 2000.
- [63] Ńavinsek, B., Panjan, P., y Cvelbar, A. Characterization of low temperature CrN and TiN (PVD) hard coatings. *Surface and Coatings Technology*, 74-75:155–161, 1995.
- [64] Alves, C., da Silva, E., y Martinelli, A. Effect of geometry on the uniformity of nitrided layers. *Surface and Coatings Technology*, 139:1–5, 2001.
- [65] Ńavinsek, B., y otros. Improvement of hotworking processes with PVD coatings and duplex treatment. *Surface and Coatings Technology*, 142-144:1148–1154, 2001.
- [66] Bourgoyne Jr., A., y otros. *Applied Drilling Engineering*. Volumen 2, 1984.
- [67] Wise J. y otros. *Effects of Design and Processing Parameters on Performance of PDC Drag Cutters for Hard-Rock Drilling*, 2004.
- [68] Finger J. y Glowka D.. *PDC Bit Research at Sandia National Laboratories*, June 1989.

- [69] G. Agüen y Frank W. Akstens. ASM Handbook, Volumen: 1 Properties and Selection: Irons, Steels, and High Performance Alloys, 2005. Editorial ASM International.
- [70] ASTM E 3 – 01. (2001) Standard Guide for Preparation of Metallographic Specimens.
- [71] “FERRUM ACEROS US Ultra 2”, disponible en: <http://www.ferrumca.com/index2.htm> , [Consulta: 2007, Junio 21].
- [72] ASTM E-384. (2007). Standard Test Method for Microindentation Hardness of Materials.
- [73] Puchi Cabrera, E. A new model for the computation of the composite hardness of coated systems. *Surface and Coatings Technology*, 160:177–186, 2002.
- [74] Puchi Cabrera, E. Computation of composite hardness of coated systems. *Surface Engineering*, 20(5):332–344, 2004.
- [75] Holmberg K. y Matthews A. *Coatings Tribology*. Tribology Series 28. Elsevier, Amsterdam, 1994.
- [76] ASTM G99-95a. Standar Test Method for Wear Testing with a Pin-on-Disk Apparatus, 1995 (revisión 2000).
- [77] Bhushan B. y Gupta B. K.. *Handobook of Tribology*. Materials, Coatings and Surface Treatments. Krieger Publishing Company, Florida, USA, 1997.
- [78] Zambelli G. y Vincent L.. *Matériaux et contacts*, páginas 38–40. Presses Polytechniques et Universitaires Romandes, Lausanne, 1998.

- [79] Domingo R., Sánchez P. y Parramon J. (1997) Geología, minerales y rocas II: Mineralogía y geoquímica. 504 p.
- [80] Donald R. Askeland. La Ciencia e Ingeniería de los Materiales, 213-228, 1985.
- [81] R. F. Egerton. Physical Principles of Electron Microscopy: An Introduction to TEM, SEM, and AEM, páginas 125-151, 2005.
- [82] Hubert I. Aaronson y John K. Abraham. ASM Handbook, Volumen: 9 Metallography and Microstructures, página 495, 1985.
- [83] Adam J. Schwartz, Brent L. Adams, Mukul Kumar. Electron Backscatter Diffraction in Materials Science, páginas 105-120, 2000.
- [84] ASTM, E384-99, "Standard Test Method For Microhardness of Materials".
- [85] Chandler H. Hardness Testing, Páginas 51- 60, 1999.
- [86] Arthur R. Meyers, Thomas J. Slattery. Basic Machining Reference Handbook. Páginas 16-42, 2000.
- [87] Fortune W., Hashemi J. Fundamentos de la ciencia e ingeniería de materiales, 2006.
- [88] M. Mata, M. Anglada y J. Alcalá. Anales De Mecánica De La Fractura, Vol. 18, (2001) Medición In Situ De Propiedades Mecánicas Mediante Micro-Indentación Instrumentalizada. 2001.

- [89] Silva M. Comportamiento A La Fatiga Y Fatiga Corrosión De Un Acero Inoxidable 316l Recubierto Con Una Capa Delgada De Carbono Tipo Diamante (DLC). 2006.
  
- [90] Bertagnolli K. y Cooley C., Polycrystalline Diamond Compact (PDC) Design Methodology Utilizing Strain Energy Capacity, 2001.
  
- [91] Kalpakjian S., Steven R. Schmid. Manufactura, ingeniería y tecnología, 2002.
  
- [92] Handbook Of Carbon, Graphite, Diamond And Fullerenes, páginas 444-500, 1985.
  
- [93] K. Kato. Wear mechanisms. In New Directions in Tribology, páginas 39 56. Institution of Mechanical Engineers, 1997.