

jifi-eai 2012



Jornadas de Investigación Encuentro Académico Industrial

UNIVERSIDAD CENTRAL DE VENEZUELA FACULTAD DE INGENIERÍA

26 - 30 noviembre 2012

## DESGASTE DESLIZANTE DE UN RECUBRIMIENTO NANOESTRUCTURADO DE CARBONO TIPO DIAMANTE SOBRE LA ALEACIÓN DE ALUMINIO 2024-T3

Mariana H. Staia<sup>1\*</sup>, Jorge Fuentes<sup>1</sup>, Yucelys Santana<sup>1</sup>, Ángela Castro<sup>1</sup>,  
José G. La Barbera-Sosa<sup>1</sup>, Eli S. Puchi-Cabrera<sup>1,2,3</sup>

<sup>1</sup> Escuela de Ingeniería Metalúrgica y Ciencia de los Materiales, Facultad de Ingeniería, Universidad Central de Venezuela, Los Chaguaramos, Caracas 1041, Venezuela.

<sup>2</sup> Université Lille Nord de France, F-59000 Lille; USTL, LML, CNRS, UMR 8107, F-59650 Villeneuve d'Ascq, Francia.

<sup>3</sup> Academia Nacional de Ingeniería y Hábitat, Palacio de las Academias, Dirección Postal 1723, Caracas 1010, Venezuela.

[mhstaia@gmail.com](mailto:mhstaia@gmail.com)

### RESUMEN

La presente investigación se realizó con el fin de evaluar el comportamiento tribológico de la aleación de aluminio 2024-T3 recubierta con un depósito tipo dúplex de DLC-NiP, mediante ensayos de desgaste deslizante en seco en la modalidad de bola sobre disco, empleando como contra parte una bola de alúmina de 6mm de diámetro. Los ensayos se llevaron a cabo para una distancia de deslizamiento 800m, una carga normal de 5N, empleando una velocidad de deslizamiento fija de 5cm/s y un radio de contacto de 3mm. El estudio de las huellas de desgaste se realizó mediante la técnica de microscopía electrónica de barrido (MEB) asociada con la técnica de espectroscopía por dispersión en la energía de rayos X (EDS) y el volumen de desgaste fue determinado empleando la técnica de perfilometría óptica. Los resultados de los ensayos de desgaste llevados a cabo en el presente trabajo indicaron que para las condiciones ensayadas, el sistema recubierto tipo dúplex de DLC-NiP exhibe un buen comportamiento desde el punto de vista de su estabilidad mecánica, al no presentar fallas superficiales al final del ensayo. Se encontró un valor del coeficiente de fricción de 0,1 y una tasa de desgaste baja con un valor de  $2,31 \pm 0,09 \times 10^{-16} \text{m}^3/\text{N.m}$ . Se determinó que en el caso del sustrato sin recubrir, el valor del coeficiente de fricción fue de 0,5 y la tasa de desgaste de  $5,46 \pm 0,00003 \times 10^{-13} \text{m}^3/\text{N.m}$ , lo cual representa un valor que es 3 órdenes de magnitud mayor que el correspondiente al sistema recubierto.

*Palabras Clave:* aleación 2024-T3, recubrimiento dúplex, NiP, DLC, recubrimientos nanoestructurados, PAPVD, desgaste deslizante

### ABSTRACT

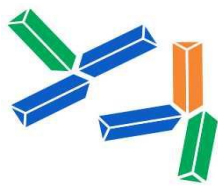
The present investigation has been conducted in order to evaluate the tribological behavior of an AA2024-T3 aluminum alloy, coated with a NiP-DLC duplex coating. For this purpose, a number of dry sliding wear tests were performed, employing a ball-on-disk configuration. Alumina balls of 6 mm in diameter were employed as counterpart. The sliding wear tests were carried out up to a sliding distance of 800 m, employing a normal load of 5 N, a linear speed of 5 cm/s and a contact radius of 3 mm. The wear tracks were analyzed by means of scanning electron microscopy (SEM) techniques coupled with energy dispersive spectroscopy (EDS).

SECRETARÍA DE LAS JORNADAS. Coordinación de Investigación .Edif. Física Aplicada. Piso 2. Facultad de Ingeniería.

Universidad Central de Venezuela. Ciudad Universitaria de Caracas. 1053

Tel.: +58 212-605 1644 / 1645. Telfax: +58 212 - 6628927

Correo electrónico: [jifi.eai.2012.ucv@gmail.com](mailto:jifi.eai.2012.ucv@gmail.com) <http://www.ing.ucv.ve>



jifi-eai 2012



Jornadas de Investigación Encuentro Académico Industrial

UNIVERSIDAD CENTRAL DE VENEZUELA FACULTAD DE INGENIERÍA

26 - 30 noviembre 2012

The wear volume was determined by means of optical profilometry. The results indicate that, under the present testing conditions, the NiP-DLC duplex coating exhibits a satisfactory behavior from the mechanical stability point of view, since no surface failures were observed at the end of the tests. For the coated system, the magnitude of the friction coefficient was found to be of approximately 0.1 and that of the wear rate was of about  $2.31 \pm 0.09 \times 10^{-16} \text{ m}^3/\text{N.m}$ . On the contrary, for the uncoated substrate, the friction coefficient was of approximately 0.5 and the wear rate of  $5.46 \times 10^{-13} \text{ m}^3/\text{N.m}$ , that is to say, 3 orders of magnitude greater than that determined for the coated system.

*Keywords: AA2024-T3 aluminum alloy, duplex coatings, NiP, DLC, nanostructured coatings, PAPVD, sliding wear.*

## INTRODUCCIÓN

Las aleaciones de aluminio de las series 2XXX y 7XXX, son ampliamente utilizadas en la industria aeroespacial y aeronáutica debido a su baja relación peso-resistencia mecánica. Sin embargo, este tipo de aleaciones poseen pobres propiedades tribológicas, por lo que es necesario en la mayoría de los casos la aplicación de tratamientos superficiales tales como pinturas, técnicas químicas y electroquímicas [1-3], hasta técnicas más elaboradas como la deposición química al vapor (CVD) [4], deposición física al vapor (PVD) [5], deposiciones asistidas por plasma (PA) [2, 6], etc. Las técnicas de deposición de recubrimientos duros más utilizadas son las de PAPVD, demostrándose que al aplicarse se puede incrementar la resistencia frente al desgaste y a la corrosión de los sustratos [2, 6]. En el caso de la aplicación de este método para las aleaciones de aluminio, las propiedades mecánicas y los posibles tratamientos térmicos de endurecimiento previamente aplicados pudieran afectar fuertemente el desempeño de la aleación, debido a que tradicionalmente las técnicas de deposición se realizan a temperaturas relativamente elevadas que oscilan entre los 400 y 560°C. Con el fin de evitar en lo posible estos cambios, se ha tratado de emplear nuevas técnicas para la aplicación de recubrimientos duros sobre las aleaciones de aluminio y uno de estos métodos es el de deposición mediante el espurreo iónico de magnetron desbalanceado de campo cerrado (Closed Field Unbalanced Magnetron Sputter Ion Plating: CFUBMSIP), que permite obtener recubrimientos duros, densos y bien adheridos a temperaturas inferiores a 250°C [2, 6].

En los últimos años se han investigado [2, 6-8] y desarrollado una gran variedad de nuevos recubrimientos aplicados por este tipo de método. Uno de ellos, es el recubrimiento de carbono tipo diamante (Diamond-Like Carbon: DLC), llamado comercialmente Graphit-iC (a-C) y Dymon-iC (a-C:H), depositados por la empresa Teer Coating Ltd., Inglaterra, que presentan propiedades muy atractivas tales como bajo coeficiente de fricción, alta dureza y son inertes químicamente. Varios investigadores [1, 9] han encontrado que recubrimientos de alta dureza como el DLC depositados sobre sustratos tan dúctiles como el aluminio presentaran un mejor desempeño, si se depositan capas de un recubrimiento de dureza intermedia entre ellos.

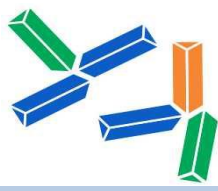
En tal sentido, el objeto de estudio del presente trabajo se basa en evaluar el comportamiento tribológico de un recubrimiento DLC hidrogenado, depositado sobre una aleación de aluminio 2024-T3. Previo al depósito de DLC, se realizó la deposición de una capa de NiP sobre la aleación Al2024-T3, mediante el método de electroless.

**SECRETARÍA DE LAS JORNADAS.** Coordinación de Investigación .Edif. Física Aplicada. Piso 2. Facultad de Ingeniería.

Universidad Central de Venezuela. Ciudad Universitaria de Caracas. 1053

Telf.: +58 212-605 1644 / 1645. Telfax: +58 212 - 6628927

Correo electrónico: jifi.eai.2012.ucv@gmail.com <http://www.ing.ucv.ve>



### METODOLOGÍA

Los depósitos de los dos recubrimientos NiP (níquel/fosforo) y DLC (carbono tipo diamante hidrogenado) se realizaron industrialmente. Las muestras de la aleación de aluminio, fueron previamente preparadas metalográficamente, empleando el método de preparación estándar para este tipo de materiales, que permitió obtener una rugosidad promedio (Ra) de  $0,04 \pm 0,01 \mu\text{m}$ .

Posteriormente, los especímenes se enviaron a la empresa Reliable Plating Inc. (USA) para ser recubiertas con un depósito de NiP por electroless (EN), con aproximadamente 11% en peso de fósforo con un espesor del recubrimiento de  $60 \pm 6 \mu\text{m}$  y una rugosidad promedio (Ra) de  $0,20 \pm 0,01 \mu\text{m}$  [1]. Subsecuentemente, se realizó la deposición del recubrimiento de DLC en la empresa Teer Coating Ltd., Worcestershire (UK) con un espesor de aproximadamente  $1 \mu\text{m}$  sobre

las muestras de la aleación de aluminio 2024-T3 recubiertas con NiP. El proceso empleado por la empresa Teer Coating Ltd. para la deposición del Dymon-iC (el nombre industrial del DLC) corresponde a un recubrimiento hidrogenado cuya estructura consiste esencialmente en bloques de enlaces  $\text{sp}^2$  (grafito) con algunos enlaces  $\text{sp}^3$  (diamante) [10], es un sistema combinado entre el de espurreo iónico de magnetron desbalanceado de campo cerrado (Closed Field Unbalanced Magnetron Sputter Ion Plating: CFUBMSIP) y un sistema de deposición PECVD (Deposición química en estado de vapor asistida por plasma). Cabe destacar que, con el fin de asegurar una buena adherencia entre el DLC y el NiP, se realizó la deposición de una capa de CrN, cuyo espesor ha sido de  $1,2 \mu\text{m}$ .

Las mediciones de las durezas fueron tomadas en la sección transversal de muestras de una aleación de aluminio 2024-T3 sin y con la aplicación de los recubrimientos, con la finalidad de observar si ocurrieron cambios en las propiedades mecánicas del sustrato ocasionadas por la temperatura de deposición del DLC. Se utilizó un microindentador Vickers variando las cargas desde 25g hasta 1000g, utilizando un tiempo de indentación de 15s y tomando las mediciones por quintuplicado. Se midieron las diagonales,  $d_1$  y  $d_2$  de cada huella en micras, se obtuvo el valor de la diagonal promedio que permitió el cálculo de la dureza Vickers (HV), expresada como:

$$HV = 1,8544 \frac{P}{d^2} \quad (1)$$

Para el cálculo de la dureza absoluta del material base, antes y después de realizarle la deposición del recubrimiento al sustrato, se aplicó el modelo de Thomas [11].

$$H = H_0 + \frac{b}{d} \quad (2)$$

donde H es la dureza del material, d el valor promedio de la diagonal de la huella,  $H_0$  representa la dureza intrínseca del material y b es un parámetro que caracteriza el cambio en la presión ejercida con la carga aplicada.

Los ensayos de desgaste se llevaron a cabo para una distancia de deslizamiento 800m, una carga normal de 5N, empleando una velocidad de deslizamiento fija de 5cm/s y un radio de contacto de 3mm. Los ensayos de desgaste deslizante se realizaron por duplicado utilizando un tribómetro marca CSEM utilizando la configuración bola sobre disco, siguiendo la norma ASTM G99-95.

Una vez finalizado el ensayo, las dos partes (muestra y bola) fueron retirados de la maquina y analizados mediante microscopia electrónica de barrido (MEB), con el fin de determinar la morfología de la huella de desgaste y el mecanismo de desgaste. Asimismo, las superficies de las muestras desgastadas han sido analizadas mediante perfilometría óptica empleando un equipo marca ZYGO, para determinar el área desgaste y calcular así el volumen desgastado en cada uno de los casos del presente estudio, según la norma ASTM G99-95. Para cada huella se realizó una medición en cuatro zonas distintas y en cada zona se midió el área transversal en cinco secciones diferentes, para luego proceder a calcular los volúmenes de desgaste mediante la ecuación 3, en

donde V es volumen (en mm<sup>3</sup>), AT es el área transversal y r es el radio de contacto de la huella de desgaste (en mm).

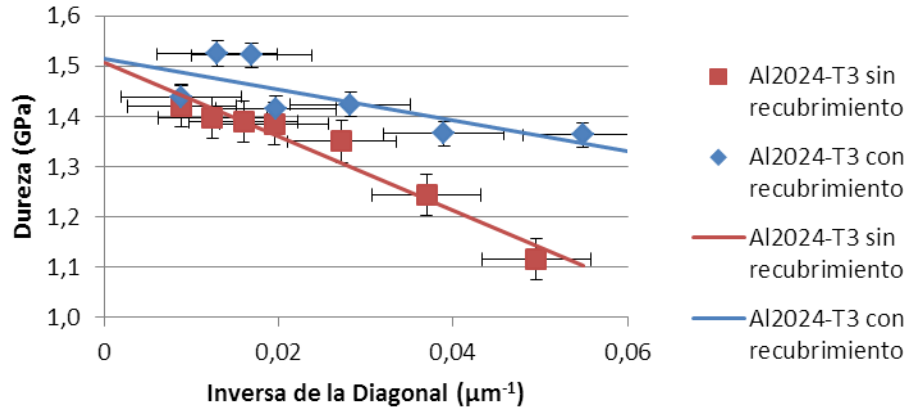
$$V = 2.\pi.r.AT \quad (3)$$

La constante de desgaste, k, (m<sup>3</sup>/N.m) se calculó empleando la Ecuación de Archard, (1953), donde P es la carga aplicada (en N), V es el volumen (en m<sup>3</sup>) y D, es la distancia de deslizamiento (en m):

$$k = \frac{V}{P.D} \quad (4)$$

## RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Los resultados obtenidos al realizar la indentación de las muestras sin y con recubrimiento de la aleación de aluminio 2024-T3 se presentan en la Figura 1. A partir de estos resultados y mediante la aplicación del modelo de Thomas [11] se determinó que el valor absoluto de la dureza de la aleación de aluminio 2024-T3 sin recubrir es de 1,51±0,11GPa y la de la muestra de la aleación recubierta es de 1,52±0,07GPa. También, se puede notar que no hubo cambio alguno entre los valores de las durezas absolutas de ambas muestras como consecuencia de la temperatura correspondiente al proceso de deposición del recubrimiento DLC. Sin embargo, cabe destacar que los valores de dureza del aluminio recubierto para la misma carga son mayores que en el caso del aluminio sin recubrir, indicando que este último tiene una menor capacidad de endurecimiento por deformación.

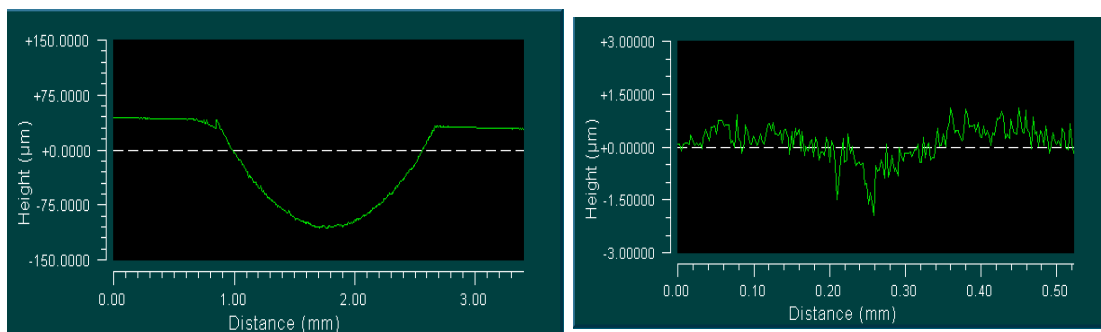


**Figura 1.** Dureza en función del inverso de la diagonal para la Aleación de Aluminio 2024-T3 aplicando el modelo de Thomas [11].

A continuación, se presentan los resultados obtenidos de los ensayos de desgaste deslizante para las muestras recubiertas con DLC (substrato + NiP + CrN + DLC) y de la aleación Al2024-T3 sin recubrir. Para el par tribológico Aleación de aluminio 2024-T3/Alúmina se obtuvo un coeficiente de fricción de 0,5, mientras que para el sistema recubierto el valor del coeficiente de fricción obtenido fue de 0,1, llegándose en los dos casos al final del ensayo a un valor constante que corresponde a un estado estacionario. Este último valor, concuerda con los resultados presentados por Liao *et. al.* [12], en donde los valores de los coeficientes de fricción reportados fueron alrededor de 0,1.

La Figura 2 presenta los perfiles de las huellas de desgaste obtenidos mediante perfilometría óptica a partir de los cuales se calcularon los volúmenes de desgaste y las respectivas tasas de desgaste, que se presentan en la Tabla 1.

Se puede observar que la tasa de desgaste determinada para la muestra recubierta es de  $2,31 \pm 0,09 \times 10^{-16} \text{ m}^3/\text{N.m}$ , corroborando así los resultados presentados por Stallard *et. al.* [13] quienes reportaron una tasa de desgaste de  $5,10 \times 10^{-16} \text{ m}^3/\text{N.m}$  con una contraparte de WC (6% Co), cuya dureza es similar a la contraparte empleada en el presente trabajo.



**Figura 2.** Perfiles 2D obtenidos mediante perfilometría óptica de las huella de desgaste de: (a) muestra de AA2024-T3 sin recubrir ; (b) muestra de AA2024-T3 recubierta con NiP/CrN/DLC.

**Tabla 1.** Volumen de desgaste y tasa de desgaste de las muestras bajo estudio

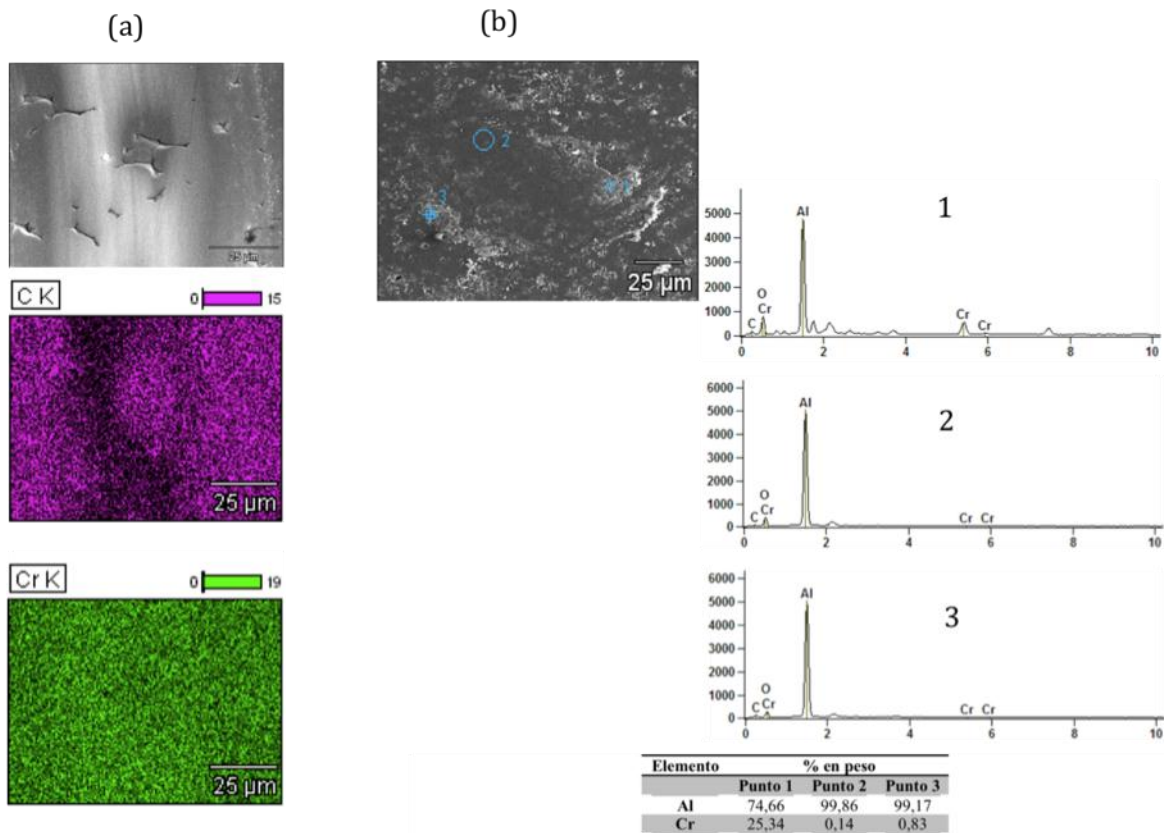
Sistema	Carga (N)	Distancia (m)	Área (mm <sup>2</sup> )	Volumen (mm <sup>3</sup> )	Tasa de Desgaste $\text{Kx}10^{-16}$ (m <sup>3</sup> /N.m)
AA2024-T3	5	800	0,115±0,014	2,185±0,271	5462±0,03
AA2024-T3 recubierta con NiP/CrN/DLC	5	800	0,000048±0,000018	0,0009±0,0003	2,31±0,09

La caracterización de las huellas de desgaste formadas tanto en el sistema recubierto, como en la contraparte de alúmina se llevó a cabo por medio de la técnica de microscopía electrónica de barrido (MEB). En la Figura 3 se puede apreciar que el desgaste ocasionado durante el ensayo produjo una huella que permite visualizar la morfología típica nodular (estructura de coliflor) [1] del recubrimiento electroless de NiP, que constituyó la intercapa de mayor espesor entre el recubrimiento DLC y el sustrato de la aleación de aluminio. La zona más oscura en la fotomicrografía indica que el desgaste ha sido menos pronunciado, hecho que puede ser corroborado al hacer el análisis de distribución de elementos por área sobre la huella de desgaste.

Este análisis también permite determinar que el recubrimiento de DLC ha sido desgastado no uniformemente, llegando en algunos lugares a la intercapa siguiente de CrN, que ha tomado la misma morfología del NiP. Cabe destacar que, en las condiciones del presente ensayo, no se alcanzó al recubrimiento de NiP, indicando una vez más el excelente desempeño del sistema recubierto.

Como bien se sabe, el recubrimiento DLC es demasiado frágil, de forma que la diferencia entre las propiedades elasto-plásticas del recubrimiento y la aleación de aluminio origina su fractura cuando se somete a contactos repetidos. La introducción de una capa de electroless NiP, con una dureza mayor y con un espesor apreciable, capaz de proporcionar un soporte rígido, permite evitar así la deformación plástica del sustrato y, a la vez, incrementa la tolerancia al daño del sistema recubierto.

La importancia del soporte de carga que provee la deposición de una capa intermedia de NiP ha sido señalada en estudios anteriores [1], en donde se determinó que la deposición de los recubrimientos sobre una aleación de aluminio 7075-T6 que presenta una intercapa de NiP de 60µm de espesor o más, presentan un buen comportamiento frente al desgaste a cargas menores de 15N, corroborando así los resultados del presente estudio.



**Figura 3.** Fotomicrografías por MEB: (a) huella de desgaste de la muestra de Al2024-T3 recubierta con DLC/CrN/NiP y su respectivo “mapping” de los elementos C y Cr, indicando la integridad del recubrimiento; (b) huella de desgaste de la contraparte de alúmina y el análisis EDS, indicando la composición de elementos del material adherido.

## CONCLUSIONES

Se determinó, aplicando el modelo de Thomas, que la diferencia entre las durezas absolutas de las muestras de la aleación de aluminio Al2024-T3 con y sin recubrimiento fue inferior al 1%. Es decir, la deposición del recubrimiento DLC no produjo cambios en las propiedades mecánicas del sustrato.

Los resultados de los ensayos de desgaste llevados a cabo en el presente trabajo indicaron que para las condiciones ensayadas, el sistema recubierto tipo dúplex de DLC-NiP exhibe un buen comportamiento desde el punto de vista de su estabilidad mecánica, al no presentar fallas superficiales al final del ensayo, que pudieran estar asociadas a la delaminación o fractura del mismo. La introducción de una capa de electroless NiP, con una dureza mayor y con un espesor apreciable, capaz de proporcionar un soporte rígido, permite evitar así la deformación plástica del sustrato y, a la vez, incrementa la tolerancia al daño del sistema recubierto.

Se encontró un valor del coeficiente de fricción de 0,1 para el sistema recubierto y una tasa de desgaste baja con un valor de  $2,31 \times 10^{-16} \text{ m}^3/\text{N.m}$ . Se determinó, que en el caso del sustrato sin recubrir, el valor del coeficiente de fricción fue de 0,5 y la tasa de desgaste fue de  $5,46 \times 10^{-13} \text{ m}^3/\text{N.m}$ , lo cual representa un valor que es 3 órdenes de magnitud mayor que el correspondiente al sistema recubierto

## REFERENCIAS

- [1] Moreno, E.T, Santana, Y.Y, Cabrera-Puchi, E.S, Staia, M.H., Revista de Metalurgia, 43 (2007) 464.
- [2] Rodríguez F., Vanessa H., “Estudio tribológico de un recubrimiento ZrN depositado mediante la técnica de PVD sobre la aleación de aluminio 7075-T6”, Facultad de Ingeniería, Universidad Central de Venezuela, Caracas, 2005.
- [3] Dabalà, M., Brunelli, K., Frattini, R., Magrini, M., Materials Chemistry and Physics, 115 (2009) 467.
- [4] Rie, K. T., Gebauer, A., Wöhle, J., Surface and Coatings Technology, 86-87 (1996) 498.
- [5] Lugscheider, E., Krämer, G., Barimani, C., Zimmermann, H. Surface and Coatings Technology, 74-75 (1995) 497.
- [6] Santana M., Yucelys Y., Comportamiento ante el desgaste deslizante de la aleación de aluminio 7075-T6 con y sin recubrimiento duro de TiN0.65. Facultad de Ingeniería, Universidad Central de Venezuela, Caracas, 2002.
- [7] Puchi-Cabrera, E.S., Staia, M.H., Ochoa Perez, E., Teer, D.G., Santana Mendez Y.Y., La Barbera Sosa, J.G., Chicot, D., Lesage, J., Materials Science and Engineering A, 527 (2010) 498.
- [8] Zeng, X.T., Zhang, S., Ding X.Z., Teer, D.G., Thin Solid Films, 420-421 (2002) 366.
- [9] Xia, L., Yan Z., Liao, J. Wear, 257 (2004) 599.
- [10] Pierson, H.O., Handbook of carbon, graphite, diamond and fullerenes. Properties, Processing and Applications, 1993.
- [11] Thomas, A., Surf. Eng., 3 (1987) 117.
- [12] Liao, J., Xia, L., Yan, Z. Wear 256 (2004) 840.
- [13] Stallard, J., Mercks, D., Jarratt, M., Teer, D.G., Shipway, P.H., Surface and Coatings Technology, 177-178 (2004) 545.