

LOS RECUBRIMIENTOS DUROS Y SUS APLICACIONES INDUSTRIALES



ZOILA PIEDAD CORDOBA CLAROS

**UNIVERSIDAD DEL CAUCA
FACULTAD DE CIENCIAS NATURALES, EXACTAS Y DE LA EDUCACION
INGENIERIA FISICA
POPAYAN
2010**

LOS RECUBRIMIENTOS DUROS Y SUS APLICACIONES INDUSTRIALES

ZOILA PIEDAD CORDOBA CLAROS

Memoria presentada para optar por el título de Ingeniera Física

Director

Dr. Carlos Alberto Rincón L.

UNIVERSIDAD DEL CAUCA

FACULTAD DE CIENCIAS NATURALES, EXACTAS Y DE LA EDUCACION

INGENIERIA FISICA

POPAYAN

2010

Nota de Aceptación



Dr. Carlos Alberto Rincón
Director

Dra. Claudia Fernanda Villaquirán
Jurado

Dr. Gilberto Bolaños Pantoja
Jurado

Popayán, 18 Marzo de 2010

El presente trabajo está dedicado a las dos personas más importantes en mi vida, aquellos que la han llenado de esperanza, de sueños, de ilusiones y de gran orgullo. Cuando pienso en lo especial de este proceso, ratifico que aunque Dios ha llenado este camino de personas maravillosas... mi mamá y mi hijo son mi horizonte, mi polo a tierra y sobre todo... el amor más grande de mi corazón.

AGRAD ENTOS

- ❖ El milagro de mi vida... lo que soy...se lo debo a Dios y a mi mamá, cada uno en su medida y grandeza han llenado mi existir de bendiciones y maravillas
- ❖ El amor, la espera y el sacrificio son las razones que más agradezco a Alejandro....mi razón de ser. Mis hermanos que son quienes han hecho de mi hijo, uno para ellos.
- ❖ Este trabajo no se hubiese desarrollado igual sin la dirección del profe Carlos, su apoyo, colaboración y dedicación fueron indispensables para su culminación; a los profesores Sonia, Claudia, Jorge W., Gilberto y Echeverri , cada uno a su manera colaboró en este proceso....muchas gracias.
- ❖ Cada uno de los Ingenieros que muy amablemente me atendieron en las visitas realizadas a las industrias y Laboratorios, el Ingeniero César Anaya del ASTIN, muy gentil y colaborador en todo momento.
- ❖ A mis amigos, compañeros y conocidos que de una u otra manera han hecho parte activa de este proceso... los llevo en mi corazón.

TABLA DE CONTENIDO

Capítulo 1

1.1 Introducción	11
------------------	----

Capítulo 2: LOS RECUBRIMIENTOS DUROS

2.1 Introducción	12
2.2 Propiedades de un sistema recubrimiento-sustrato	13
2.3 Consideraciones sobre la adherencia y fuerzas interfaciales	15
2.4 Tipo de interfaces	16
2.5 Modelo de zona estructural de Thornton	17
2.6 Clasificación de materiales duros	18
2.7 Tipos de recubrimientos	23
2.7.1 Recubrimientos monocapas	23
2.7.2 Recubrimientos multicapas	23
2.7.3 Recubrimientos Multicomponentes o compositos	27
2.7.4 Recubrimientos gradiente	27
2.8 Recubrimientos Superduros	27
Referencias	30

Capítulo 3: PRINCIPALES TECNOLOGÍAS PARA LA ELABORACION DE RECUBRIMIENTOS DUROS

3.1 Baños Galvánicos	31
3.2 Técnica de Deposición Química de Vapor (CVD)	33
3.2.1 CVD Activado térmicamente	33
3.2.1.1 Reactor de pared fría	33
3.2.1.2 Reactor de pared caliente	33
3.2.2 CVD Activado por plasma	34
3.2.2.1 Radiofrecuencia	34
3.2.2.2 Microondas	34
3.3 Técnicas de Deposición Física de Vapor (PVD)	35
3.3.1 PVD por evaporación	36
3.3.1.1 Calentamiento por Resistencia o efecto Joule	36
3.3.1.2 Calentamiento por haz de electrones	36
3.3.2 PVD por Pulverización	38
3.3.2.1 Sputtering	38
Referencias	40

Capítulo 4: MATERIALES MÁS UTILIZADOS EN LA ELABORACIÓN DE RECUBRIMIENTOS DUROS

4.1 Nitruros	41
4.1.1 Nitruro de Titanio	41
4.1.2 Nitruro de Cromo	42
4.1.3 Nitruro de Aluminio	43
4.1.4 Nitruro de Zirconio	43

4.1.5 Nitruro de Boro	43
4.1.6 Nitruro de Silicio	44
4.1.7 Nitruros ternarios	44
4.1.8 Nitruros cuaternarios	45
4.2 Carburos	45
4.2.1 Carburo de Titanio	46
4.2.2 Carburo de Silicio	46
4.2.3 Carburo de Tungsteno	47
4.2.4 Otros carburos	47
Referencias	48

Capítulo 5: PROPIEDADES MECÁNICAS DE LOS RECUBRIMIENTOS DUROS

5.1 Dureza	51
5.1.1 Normas usadas para hallar la dureza en los materiales	52
5.1.1.1 Dureza Brinell	52
5.1.1.2 Dureza Vickers	53
5.2 Módulo de Young o Elasticidad	55
5.2.1. Ensayo de Tensión Uniaxial	56
5.3 Métodos actuales para medir propiedades mecánicas en los Recubrimientos Duros	56
5.3.1 Nanoindentación	56
5.3.1.1 Ecuaciones relacionadas con la Técnica de Nanoindentación	58
5.3.1.2 Algunos equipos utilizados en España para nanoindentar	59
5.3.1.2.1 NanoTest 300	59
5.3.1.2.2 Nanoindentador XP	60
Referencias	62

Capítulo 6: PROPIEDADES TRIBOLÓGICAS DE LOS RECUBRIMIENTOS DUROS

6.1 Tribología	63
6.1.1 Características de las superficies	64
6.2 Desgaste	65
6.2.1 Desgaste Adhesivo	67
6.2.2 Desgaste Abrasivo	67
6.2.3 Desgaste por Delaminación y Fatiga	68
6.2.4 Desgaste Químico	68
6.2.5 Ecuaciones de Desgaste	70
6.2.6 Tasa de Desgaste	70
6.3 Adhesión	71
6.3.1 Técnicas para determinar el Coeficiente Adhesivo en Recubrimientos Duros	71
6.3.1.1 Pull-off Test	71
6.3.1.2 Blister Test	72
6.3.1.3 Rayado con indentador tipo diamante o Scratch	72
6.3.1.3.1 Características del Rayado	73
6.3.1.3.2 Mecanismos de fallo	75
6.3.1.4 Ensayo Estático con indentador Rockwell	77
6.4 Coeficiente de Fricción	77
6.4.1 Métodos comunes para determinar Coeficiente de fricción	78
6.4.1.1 Bola sobre disco	78

6.4.1.2 Rayado	79
Referencias	81
Capítulo 7: ALGUNOS LABORATORIOS ASOCIADOS A LA DEPOSICIÓN DE RECUBRIMIENTOS Duros EN EL SUR-OCCIDENTE COLOMBIANO	
7.1 Centro de Desarrollo Tecnológico y Asistencia Técnica a la Industria (CDT-ASTIN)	82
7.2 Laboratorio de Recubrimientos Duros y Aplicaciones Industriales (RDAI)	87
7.2.1 Prueba de Nanoindentación realizada en el RDAI	88
7.2.2 Prueba de Bola sobre disco realizada en el RDAI	90
7.2.3 Prueba de Perfilometría realizada en el RDAI	93
7.3 Laboratorio de Física de Bajas Temperaturas Edgar Holgín (FISBATEM)	95
Referencias	100
Capítulo 8: ALGUNAS EMPRESAS DEL SUR-OCCIDENTE COLOMBIANO	
8.1 Crometales	101
8.2 Empaques del Cauca	101
8.3 Convertidora de Papel del Cauca	104
8.4 Industria Licorera del Cauca	106
8.5 Productora de Papel	109
Referencias	112
Conclusiones	113

LISTA DE TABLAS

2.1 Diferentes grupos de materiales usados como Recubrimiento Duro	18
2.2 Propiedades de algunos materiales covalentes duros	21
2.3 Propiedades de algunos materiales iónicos duros	21
2.4 Propiedades de algunos materiales metálicos duros	22
2.5 Características de materiales usados como Recubrimiento Duro a nivel industrial	29
3.1 Características de evaporación de materiales por las técnicas de calentamiento y haz de electrones	37
4.1 Nitruros utilizados como Recubrimiento Duro	41
4.2 Carburos utilizados como Recubrimiento Duro	46
5.1 Escala de Dureza de Mohs	51
7.1 Recubrimientos Duros más usados en el Laboratorio CDT-ASTIN	86
7.2 Valores de Dureza de las multicapas	99

2.1 Cuchilla para corte de papel, recubierta con TiN	12
2.2 Fresas recubiertas con TiAlN	13
2.3 Esquema de las zonas de un sistema Recubrimiento-Sustrato	14
2.4 Interrelación entre parámetros fundamentales de un Recubrimiento Duro	14
2.5 Energía de enlace para tipos de unión interfacial	15
2.6 Tipos de interfaces	16
2.7 Modelo de zona estructural de Thornton	17
2.8 Comportamiento esquemático de grupos de materiales duros	19
2.9 Recubrimientos Monocapa de TiN sobre Acero y Bicapa de W/WC	23
2.10 Parámetros de un recubrimiento en forma de multicapa	24
2.11 Requerimientos para un sistema multicapa Sustrato-Recubrimiento	25
2.12 Ventajas de un recubrimiento Multicapa	26
2.13 Multicapa de Cr-CrN crecido sobre Acero	26
2.14 SEM de un recubrimiento tipo gradiente WC-W sobre un sustrato de acero	27
2.15 Dureza Vickers de una selección de materiales duros y superduros	28
2.16 Triángulo de los compuestos superduros del sistema B-N-C	28
3.1 Diseño del montaje a que se realiza en un recubrimiento con Baños Galvánicos	32
3.2 Proceso para recubrir las teteras con una delgada capa de plata	32
3.3 Esquema de los factores involucrados en una Deposición Química de Vapor (CVD)	34
3.4 Esquema de un Reactor de Pared Caliente	35
3.5 Esquema del Proceso de activación de plasma haciendo uso de la Radiofrecuencia	35
3.6 Esquema de un reactor de calentamiento por Resistencia en PVD	36
3.7 Esquema de un reactor de calentamiento por haz de electrones en PVD	37
3.8 Esquema de una cámara para realizar recubrimientos por el método de Sputtering	38
3.9 Interacción iones – superficie del blanco	39
5.1 Imagen de la cabeza del indentador usado para medir Dureza Brinell	52
5.2 Esquema de la cabeza del indentador para mediciones de Dureza Vickers	53
5.3 Esquema que muestra la técnica para realizar las mediciones de d_1 y d_2	54
5.4 Paso a paso el proceso para indentar con los parámetros de Dureza Vickers	55
5.5 Esquema del proceso para Ensayo de Tensión Uniaxial	56
5.6 Esquema del proceso de carga – descarga en la técnica de Nanoindentación	57
5.7 Curva de Nanoindentación, conocida con el nombre de Curva Carga- Descarga	58
5.8 Esquema del indentador NanoTest 300	60
5.9 Esquema del Nanoindentador XP	61
6.1 Diferentes condiciones de interacción entre superficies en movimiento	63
6.2 Superficie de un metal	65
6.3 Mecanismos básicos de desgaste	67
6.4 Grietas generadas por desgaste delaminar	69
6.5 Esquema del arreglo experimental para la Prueba de Cráter	69
6.6 Representación gráfica del desprendimiento que sufre un recubrimiento del sustrato	71
6.7 Esquema del procedimiento a desarrollar en el ensayo Pull-off Test	72
6.8 Esquema del procedimiento a desarrollar en el ensayo Blister Test	72
6.9 Esquema del paso a paso a desarrollar en el ensayo de Rayado	73

6.10 Esquema de la distribución de tensiones durante el procedimiento de scratch	74
6.11 Representación de los distintos mecanismos de fallo	75
6.12 Clasificación de los diferentes mecanismos de ruptura según Hendenqvist	76
6.13 Imagen de un test de rayado (scratch test) sobre TiN	77
6.14 Esquema del procedimiento en el ensayo estático con indentador Rockwell	77
6.15 Representación esquemática de los tres mecanismos que contribuyen a la fricción entre las dos superficies	78
6.16 Esquema que muestra el funcionamiento del Ensayo Bola sobre disco	79
6.17 Esquema que muestra el funcionamiento de la prueba de rayado	79
7.1 Imagen del Magnetón Sputtering del CDT-Astin del SENA, Regional Valle	83
7.2 Diseño planetario, donde las piezas van rotando en un eje general y sobre el propio eje	84
7.3 Imagen de un Blanco de Titanio	84
7.4 Fotografías de unas piezas recubiertas con TiN y CrN	85
7.5 Imagen del Magnetón Sputtering perteneciente al Laboratorio RDAI	87
7.6 Imagen del Nanoindentador NANOVEA	88
7.7 Imagen del indentador tipo Berkovich	89
7.8 Desarrollo del proceso de carga - descarga en el tiempo	89
7.9 Gráfico de Carga (mN) versus profundidad de penetración (nm) para Sílica fundida	90
7.10 Imagen del Equipo Ball on disk del Laboratorio RDAI	91
7.11 Imagen de la bola acoplada al equipo de Ball on disk	91
7.12 Gráfico resultante de una prueba Ball on disk	92
7.13 Resultado de un análisis microscópico de las huellas dejadas en la película por el ensayo de coeficiente de fricción	92
7.14 Perfil trazado por el Perfilómetro para el cálculo del espesor de un recubrimiento de VN.	93
7.15 Imagen del Perfilómetro	93
7.16 Imagen del Brazo del Perfilómetro acercándose a la pista	94
7.17 Gráfico obtenido del análisis de perfilometría a un recubrimiento duro	94
7.18 Fotografía del Magnetón Sputtering del Laboratorio FISBATEM	95
7.19 Gráfica del coeficiente de rozamiento Vs. Distancia recorrida para una muestra de VN crecida con flujo de N ₂ de 0.5 sccm	96
7.20 Gráfica del coeficiente de rozamiento Vs. Distancia recorrida para una muestra de VN crecida con flujo de N ₂ de 1.0 sccm	96
7.21 Gráfica del coeficiente de rozamiento Vs. Distancia recorrida para una muestra de VN crecida con flujo de N ₂ de 2.0 sccm	96
7.22 Gráfica del coeficiente de rozamiento Vs. Distancia recorrida para una muestra de VN crecida con flujo de N ₂ de 3.0 sccm	97
7.23 Gráfica de influencia del flujo de N ₂ en microdureza Vickers de Películas Delgadas de Vn.	97
7.24 Imagen 3D de 15 bicapas crecidas sobre Sustrato de Silicio y Sustrato de Acero M2	98
7.25 Curvas de coeficiente de fricción para multicapas sobre Acero M2 con carga de 1N	98

CAPÍTULO 1

1.1 Introducción

Las industrias en sus procesos manufactureros son afectadas continuamente por los constantes cambios de piezas utilizadas en la transformación de las materias primas en productos, por el fuerte desgaste corrosivo y/o de fricción que estas sufren. En la búsqueda de soluciones han surgido los Recubrimientos Duros, una opción que ha desencadenado procesos investigativos para certificar su eficacia y colaboración en la solución a la problemática.

Este proyecto es una recopilación de los fundamentos teóricos que sostienen la experiencia de la deposición y el uso de Recubrimientos Duros, como también, el desgaste que se origina en las piezas utilizadas en procesos repetitivos, transformadores de materia prima. El reconocimiento en la práctica de toda la teoría compilada es un referente importante en el desarrollo de esta investigación, por ello se realizaron visitas a algunos de los laboratorios de la zona encargados de realizar la experimentación, desde la selección del material a utilizar en el recubrimiento, la deposición del mismo y las pruebas características que verifican la mejora aportada por esta nueva tecnología a los problemas mencionados.

El contacto directo con la industria de la región se constituyó en la definición final para determinar hasta qué punto las empresas de la zona tienen conocimiento de esta opción, comprobar si están haciendo uso de ella, y lo más importante, conocer cuáles son los casos de desgaste que más afectan el proceso manufacturero que desarrolla cada una de ellas.

El capítulo dos hace una presentación sobre Recubrimientos Duros, las características más importantes que los convierten en una buena opción para aumentar la vida útil de las piezas industriales. En el capítulo tres se explica en un lenguaje muy sencillo las diversas técnicas de deposición utilizadas a nivel mundial, mientras que el capítulo cuatro hace un recuento de los materiales con mayor aceptación para lograr unos recubrimientos duros de óptima calidad.

Los capítulos cinco y seis están centrados en el estudio y la caracterización de las propiedades mecánicas y tribológicas de los Recubrimientos Duros, respectivamente; así mismo el capítulo siete explica detalladamente los lineamientos bajo los cuales se rige la labor investigativa en el Centro de Desarrollo Tecnológico y de Asistencia Técnica a la Industria (CDT ASTIN) y en el Laboratorio de Recubrimientos Duros y Aplicaciones Industriales (RDAI).

El octavo capítulo contiene los resultados obtenidos en las visitas realizadas a cinco industrias del sur-occidente colombiana, CROMETALES, PROPAL S.A., COPAPEL S.A., EMPAQUES DEL CAUCA S.A. e INDUSTRIA LICORERA DEL CAUCA.

CAPÍTULO 2

LOS RECUBRIMIENTOS DUROS

2.1 Introducción

Los Recubrimientos duros son películas delgadas con las que se cubren superficies de variadas piezas de uso técnico con el objeto de proporcionar mayor dureza y resistencia al desgaste. También se pueden obtener otros beneficios, como lo son el aumento de resistencia a la corrosión, disminución del coeficiente de fricción, aplicación de propiedades ópticas, introducción de colores o texturas con finalidad decorativa, como también recubrimientos biocompatibles ^[1]. En las figuras 2.1 y 2.2 se puede observar una de las aplicaciones de los recubrimientos duros como recubrimiento antidesgaste en herramientas de corte. El estudio de los recubrimientos duros y su aplicación industrial forma parte del estudio de la tribología, ciencia que en resumen, estudia la interacción entre dos superficies en contacto mecánico por deslizamiento.

El crecimiento de recubrimientos para mejorar las propiedades tribológicas de superficies en movimiento en componentes mecánicos es una manera efectiva de lograr reducir el coeficiente de fricción y la tasa de desgaste a menudo sin cambios en el material en bloque o sin necesitar de lubricantes líquidos.

Los recubrimientos duros son capas delgadas de uno o varios materiales con espesores que oscilan entre los nanómetros y algunos pocos micrómetros. El principal objetivo al hacer uso de esta tecnología en la industria es el aumento de la vida útil de cada pieza que se está recubriendo ^[2].

Los recubrimientos duros presentan algunas ventajas como son:

- Aumento de la vida útil
- Respeta pulidos y texturas iniciales
- Medioambientalmente limpio
- Optimiza las propiedades deseadas de los materiales



Figura 2.1 Cuchilla utilizadas en el corte de papel, recubiertas con Nitruro de Titanio (TiN) ^[3]



Figura 2.2 Fresas recubiertas con Nitruro de Titanio Aluminio (TiAlN) ^[3]

Las anteriores ventajas, han hecho de los recubrimientos duros, la mejor solución a todos los diferentes inconvenientes de desgaste que se presentan en una empresa, ya que todo material en contacto con otro o toda pieza sometida a choque térmico presenta problemas de desgaste. Se puede decir, entonces, que éste es un problema inherente en todos los procesos utilizados en la industria manufacturera.

Este capítulo tiene por objetivo presentar un panorama general sobre los principios básicos de los recubrimientos duros, así como sus fundamentos operativos, sus aplicaciones y las tendencias de los recubrimientos a mediano plazo.

2.2 Propiedades de un sistema recubrimiento-substrato

Debido a que existe una gran cantidad de materiales que se emplean como recubrimientos duros, es importante tener algunos criterios para la selección del material más apropiado para una necesidad específica. Estos criterios se fundamentan en el hecho de que se deben distinguir tres zonas que determinan las exigencias de los materiales a seleccionar ^[4], ver la figura 2.3:

La interface recubrimiento/substrato: La adherencia, la interacción entre el recubrimiento y el sustrato y los esfuerzos debidos a diferentes coeficientes de expansión térmica de los materiales; se convierten en puntos críticos que deben tenerse en cuenta.

El material del recubrimiento: La composición y la microestructura del material utilizado como recubrimiento, determinan propiedades tales como: el tamaño de grano, la dureza, las tensiones internas, la resistencia mecánica, la resistencia a la fractura, la estabilidad térmica y la conductividad térmica.

La superficie del recubrimiento: Se deben tener en cuenta las interacciones del recubrimiento con la pieza de trabajo o con el entorno durante su desempeño.

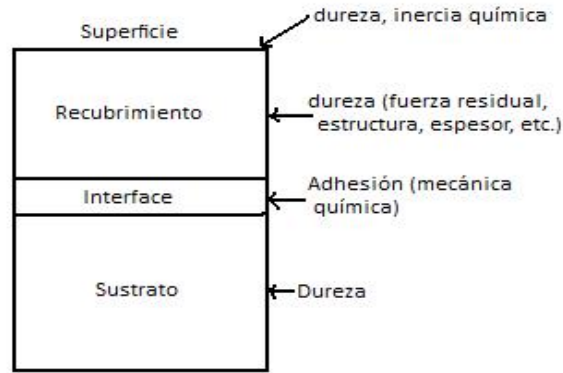


Figura 2.3 Esquema de las diferentes zonas en un sistema recubrimiento/substrato.

El último criterio define algunas propiedades como bajo coeficiente de fricción, alta resistencia al desgaste, resistencia a la oxidación, a la corrosión, y estabilidad química.

La mayoría de los problemas, relacionados con la selección de los materiales para la elaboración de los recubrimientos se debe a que las propiedades deseadas tales como las mencionadas anteriormente no se pueden obtener simultáneamente, para un mismo material. Por ejemplo, un aumento de la dureza y la resistencia mecánica del recubrimiento se relaciona con la disminución de la tenacidad y la adherencia. En este sentido hoy en día se realizan investigaciones en diferentes tipos de recubrimientos en nuevos materiales como en nuevos tipos de recubrimiento, como se discutirá más adelante en este capítulo.



Figura 2.4 Interrelación entre parámetros fundamentales de un recubrimiento duro.

La interrelación entre los parámetros de crecimiento, las propiedades de los recubrimientos y el desempeño de trabajo con la estructura de los recubrimientos son importantes y se presentan en

la figura 2.4. Una buena escogencia del tipo de material y de los parámetros del proceso conlleva a unas buenas propiedades del recubrimiento y de su óptimo desempeño. Por ejemplo para el caso de la técnica de crecimiento de recubrimiento por pulverización catódica (sputtering), el ajuste de los parámetros del proceso de crecimiento, como por ejemplo: temperatura del sustrato, composición y presión de los gases, energía de los iones en el plasma, determina la microestructura del recubrimiento y esta microestructura influirá en las propiedades y desempeño del recubrimiento.

2.3 Consideraciones sobre la adherencia y fuerzas interfaciales

Para que un recubrimiento tenga en excelente desempeño es necesario una buena adhesión al sustrato. La adhesión es una propiedad fundamental la cual puede ser pensada de acuerdo al conocimiento de las diferentes fuerzas interfaciales que surgen entre una película y el sustrato y de sus energías de enlace como se ilustran en la figura 2.5. Los enlaces covalentes son los más fuertes, poseen energías de unión del orden de los 10 eV, son direccionados y producen una fuerte adhesión al sustrato. Los enlaces iónicos poseen energías entre 1 y 10eV y aparecen por la transferencia electrónica entre el material del sustrato y el recubrimiento. El enlace metálico posee energías de enlace entre 0.1 y 1 eV aproximadamente y aparecen regularmente sobre sustratos de aceros y por último está los enlaces débiles de Van der Waals que posee energías por debajo de 0.1 eV.

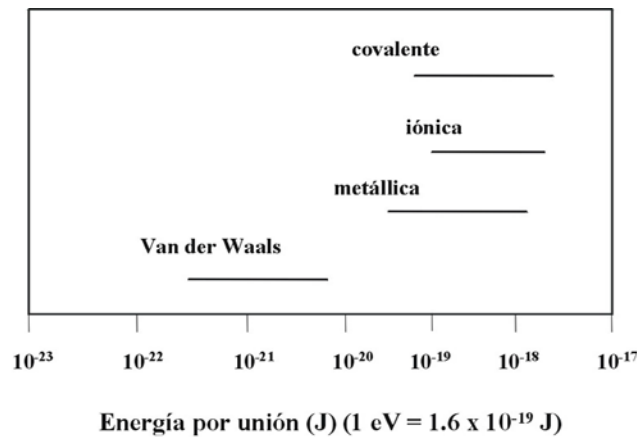


Figura. 2.5. Energía de enlace para diferentes tipos de unión interfacial.

La habilidad de un recubrimiento para permanecer unido a un sustrato es su propiedad más relevante desde un punto de vista funcional y se refiere a su capacidad para permanecer unido al sustrato en condiciones de servicio y sin degradación en el tiempo. La adherencia es una propiedad asociada a la interface entre el sustrato y el recubrimiento y depende de fuerzas de unión a nivel atómico o de anclaje mecánico entre ambos materiales. Sin embargo, considerando el comportamiento mecánico del sistema recubrimiento-sustrato bajo el efecto de fuerzas externas en condiciones de trabajo, las tensiones inducidas por la deformación del conjunto pueden producir fallas cohesivas y por lo tanto fracturas tanto en el recubrimiento como en el sustrato, con la eventual propagación en la interface. Las fallas cohesivas dependen de las propiedades estructurales de los materiales del recubrimiento y del sustrato y, entre ellas, de

aquellas que determinan el comportamiento elastoplástico del sistema. En consecuencia una falla de la unión recubrimiento-sustrato, puede resultar tanto de fallas de adherencia a nivel interfacial como de fallas cohesivas del recubrimiento o del sustrato que den lugar a un desprendimiento del primero. Cualquiera de estas dos fallas es inaceptable desde el punto de vista funcional y ambas se tratan en la literatura usualmente bajo la denominación general de “adherencia”.

2.4 Tipos de interfaces

Existen en la práctica distintos tipos de interfaces como se ilustra en la figura 2.6. La interface abrupta presenta un cambio súbito entre la película y el sustrato del orden del espaciamiento interatómico. Existe una baja interacción entre la película y el sustrato donde dominan esencialmente fuerzas de Van der Waals y una baja interdifusión. Las tensiones y defectos son confinados en la interface produciendo gradientes de tensiones altas y baja adhesión, las pequeñas rugosidades tienden a promover mejor adhesión. La interface compuesta está caracterizada por una capa de muchas dimensiones atómicas que es creada por reacciones químicas e interdifusión entre los átomos de la película y el sustrato. Estos compuestos formados son frecuentemente frágiles debido a las altas tensiones generadas por cambios volumétricos que acompañan las reacciones. Tales interfaces surgen en películas metálicas activas con oxígeno sobre metales óxidos o entre compuestos intermetálicos y metales. La adhesión es generalmente buena si la capa es delgada, pero mala si se forman películas gruesas. Si el efecto dominante es la difusividad de las especies del recubrimiento en el material del sustrato, se forma una interfase de difusión que se caracteriza por un cambio gradual de las propiedades de ambos materiales. Debido a las diferentes movilidades se pueden generar vacancias que pueden debilitar la interface, sin embargo la interdifusión resulta en una buena adhesión. Esta interdifusión puede ser promovida intencionadamente en base a implantación iónica combinada con deposición. Por último está la interface mecánica que es caracterizada por un “enganche” entre el material depositado con la superficie rugosa del sustrato. La intensidad de la adhesión depende principalmente de las propiedades mecánicas y las características de la estructura interna de la película y el sustrato y de la geometría interfacial.

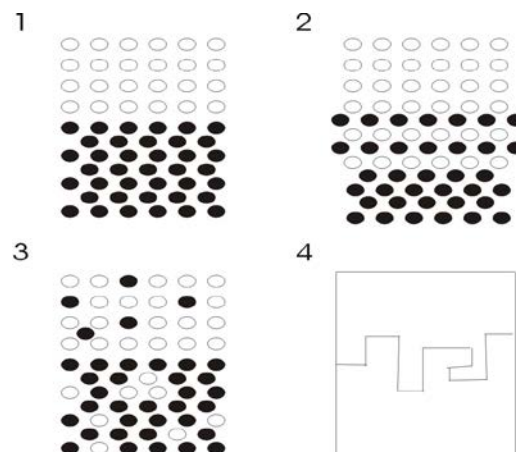


Figura 2.6 Distintos tipos de interfases. 1) abrupta, 2) compuesta, 3) de difusión, 4) de anclaje mecánico ^[5]

2.5 Modelo de zona estructural de Thornton

Desde el punto de vista de fallas cohesivas del recubrimiento, la estructura del recubrimiento es dominante. En general, cuanto mayor es el grado de perfección estructural tanto mejor es el comportamiento mecánico del recubrimiento. Los principales factores a tener en cuenta en relación con las propiedades estructurales son la morfología del recubrimiento y las tensiones residuales.

La morfología de un recubrimiento y la tensión residual están controladas principalmente por las condiciones del proceso de crecimiento, por la rugosidad superficial del sustrato y por su temperatura. Dado el carácter atomístico de la formación del recubrimiento, existen efectos de direccionalidad en la incidencia de las especies que se depositan sobre el sustrato, cuya importancia relativa depende de la técnica de crecimiento utilizada. En el caso del crecimiento por pulverización catódica, la combinación de direccionalidad en el crecimiento con rugosidad superficial del sustrato tiende a producir una morfología de tipo columnar en el recubrimiento con espacios vacíos entre columnas, lo que determina una película poco densa y con bajas propiedades mecánicas.

Para esta técnica, la movilidad superficial de las especies depositadas sobre el sustrato aumenta con la temperatura, una alta temperatura del sustrato ayuda a contrarrestar el efecto antes indicado y promueve una mayor perfección estructural. La influencia de las condiciones de crecimiento sobre la estructura usando esta técnica han sido ampliamente estudiadas por Movchan, Demchishin [6], Anderson [7] y Thornton [8]. El modelo de zonas estructurales de Thornton es ampliamente aplicado y está definido en términos de la presión de crecimiento y de la variación relativa de la temperatura del sustrato $T(K)$, a la temperatura $T_m(K)$ de fusión del recubrimiento. Se distinguen diferentes zonas, ver figura 2.7

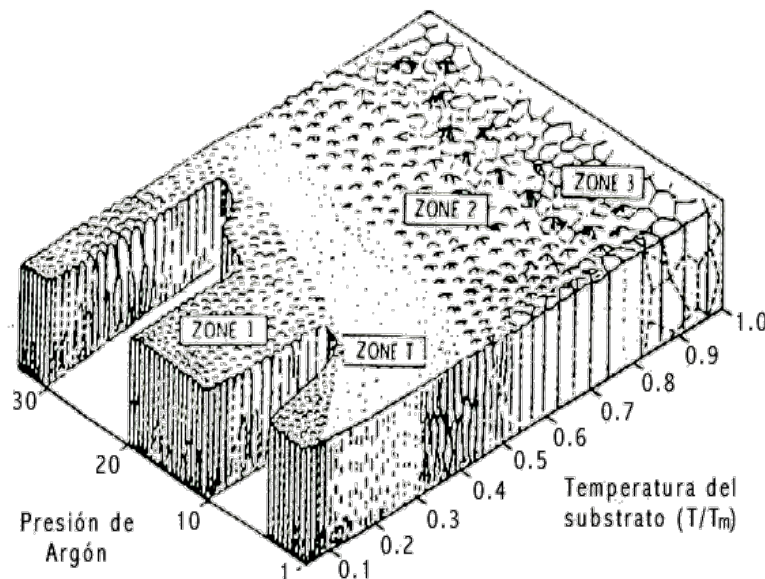


Figura 2.7 Influencia de la presión de Argón y la temperatura del sustrato sobre la morfología de películas metálicas producidas por Pulverización Catódica.

En la zona 1 los efectos de difusión no son importantes, las películas consisten de cristales alargados poco densos y con porosidades con baja microdureza y con tensiones de tracción. La zona T es de transición con granos fibrados con fronteras débiles. En la zona 2 hay un aumento considerable de la difusión, las películas tienen una estructura columnar densa, películas con gran microdureza y con tensiones de compresión. La zona 3 posee un efecto de recristalización con una morfología de granos equiaxiados. Por lo tanto a nivel de microestructura y de fallas cohesivas de los recubrimientos son preferible las zonas T o 2 ^[9].

2.6 Clasificación de materiales duros

Los materiales duros para recubrimientos pueden ser divididos en tres grupos dependiendo del tipo de enlace de unión de los átomos de los elementos presentes en el compuesto. Esta caracterización se puede ver la tabla 2.1 con algunos ejemplos.

Tabla 2.1 Diferentes grupos de materiales usados como recubrimientos.

METÁLICOS	COVALENTES	IÓNICOS
<p>Boruros Carburos Nitruros</p> <p style="text-align: center;">↓ ↓ ↓</p> <p style="text-align: center;">Metales de transición</p> <p>Ejemplo: TiC, TiN, VC, WC, TiCN</p>	<p>Boruros Carburos Nitruros</p> <p style="text-align: center;">↓ ↓ ↓</p> <p style="text-align: center;">Al, Si, B</p> <p>Diamante</p> <p>Ejemplo: BC, SiC, BN</p>	<p>Óxidos de Al, Zr, Ti, Be</p> <p>Ejemplo: Al₂O₃, ZrO₂, BeO</p>

Los recubrimientos del grupo de los materiales metálicos duros cristalizan generalmente en una estructura cúbica centrada en las caras, tienen un fuerte enlace interatómico y pueden tener durezas hasta de 30 Gpa, (tres veces aproximadamente la dureza de un acero común), módulos de elasticidad entre 400 y 800 kN/mm² y coeficientes de expansión térmico entre 6 y 12x10⁻⁶ K⁻¹. Pueden ser estables hasta temperaturas del orden de 1000°C y tiene buena adhesión en aceros y aleaciones duras. Estas propiedades hacen de estos materiales buenos candidatos para aplicaciones donde se tienen altas cargas y elevadas temperaturas generadas por contacto por fricción como por ejemplo en herramientas de corte, mejorando su comportamiento al desgaste, aumentando su vida útil.

Los materiales covalentes presentan una alta rigidez en su estructura debido a su alto grado de direccionalidad en los enlaces y a sus pequeñas distancias interatómicas, esto lo hacen unos

buenos candidatos como recubrimientos con alta dureza, como por ejemplo recubrimientos de diamante de 80 GPa y el nitruro de boro cúbico con 50 GPa. Estos materiales poseen coeficientes de expansión térmica bajos, entre 1 y $8 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$, módulos de elasticidad altos y alta estabilidad química.

Los materiales iónicos poseen durezas relativamente bajas entre 7 y 20 GPa. Típicamente tienen estructuras cristalinas hexagonales con planos atómicos normales a la dirección cristalina $\langle 0001 \rangle$. Los módulos de elasticidad son bajos para los materiales iónicos duros y poseen coeficiente de expansión térmica alto^[4].

Como se puede observar en la figura 2.8, cada uno de los diferentes grupos de materiales muestran ventajas y desventajas con respecto a sus aplicaciones en recubrimientos duros. Comparando estos y otras propiedades relevantes de los diferentes grupos de materiales en una forma esquemática como muestra la figura 2.8 se puede establecer lo siguiente:

- Los materiales covalentes son muy apropiados como recubrimientos duros sometidos a altas cargas. Sin embargo su adhesión es baja sobre sustratos metálicos, así que altas tensiones de compresión conduce a una fácil delaminación del recubrimiento si el sistema se usa para maquinación.
- Los materiales metálicos duros son los más apropiados y versátiles como capas intermedias.
- Los materiales iónicos duros son apropiados, en particular, para las superficies debido a su alta estabilidad y su baja tendencia a reaccionar con el medio externo.

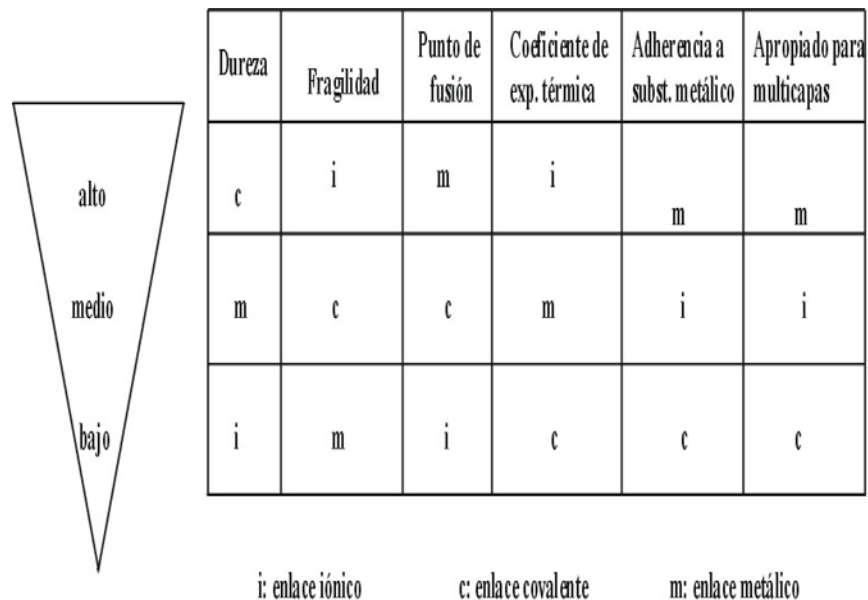


Figura 2.8 Propiedades y comportamiento esquemático de los diferentes grupos de materiales duros

Generalmente, tres principales aproximaciones se pueden identificar en trabajos reportados sobre el desarrollo de recubrimientos para aplicaciones tribológicas:

- Crecimiento de un recubrimiento duro resistente al desgaste.
- Crecimiento de un recubrimiento con un coeficiente de fricción bajo.
- Crecimiento de un recubrimiento compuesto que tenga una capa superior delgada con coeficiente de fricción bajo, sobre una capa de soporte de un material de dureza alta.

La primera aproximación es realizada con el crecimiento de nitruros o carburos de metales de transición. Con respecto a los nitruros estos tienen una amplia variación en su coeficiente de fricción contra acero la cual varía de 0.3 a 0.8, dependiendo del recubrimiento, del material sobre el cual desliza, de la velocidad de deslizamiento, y de la carga normal ^[10]. Los carburos tienen una alta dureza, alta resistencia al desgaste sin embargo, algunos presentan baja adherencia al sustrato.

La segunda aproximación regularmente se consigue con el crecimiento de recubrimientos iónicos como los óxidos o el grafito, llamados también sólidos lubricantes. Valores de coeficiente de fricción del orden de 0.1 ^[11,12] contra acero ha sido alcanzado por Zabinski y sus colaboradores para MoS₂ y PbO operando a temperaturas de 1000°C. Tales recubrimientos, sin embargo, tienen bajos valores de dureza y como resultado presentan altas tasa de desgaste, especialmente sobre superficies que presentan alta rugosidad o partículas abrasivas en el contacto.

La tercera aproximación se consigue con el crecimiento de multicapas. La dureza, la resistencia mecánica, la tenacidad y la tensión interna mejoran sustancialmente con respecto a las monocapas y a los materiales intrínsecos, como son llamados también. Su uso con frecuencia requiere el crecimiento de una capa intermedia para mejorar la adhesión y la tenacidad, ^[13,14] mejorar la distribución de las tensiones ^[15] y permitir la operación de severas condiciones de desgaste abrasivo por deslizamiento.

Existen diversos ejemplos de recubrimientos duros, en la siguiente sección se discutirá brevemente los tipos de recubrimientos que son estudiados actualmente.

Las siguientes tablas presentan una lista extensa de los materiales covalentes, iónicos y metálicos con sus propiedades y que son ampliamente estudiados como recubrimientos duros en películas delgadas.

Tabla 2.2 Propiedades de los diferentes materiales covalentes duros

Fase	Densidad (g/cm ³)	Punto de fusión (°C)	Dureza (HV)	Módulo de Young (kN/mm ²)	Resistencia eléctrica específica (μΩ cm)	Coefficiente de expansión térmica (10 ⁻⁶ /K)
B ₄ C	2.52	2450	3-4000	441	0.5x10 ⁶	4.5 (5.6)
BN cúbico	3.48	2730	~5000	660	10 ¹⁸	-----
C diamante	3.52	3800	~8000	910	10 ²⁰	1.0
B	2.34	2100	2700	490	10 ¹²	8.3
AlB ₁₂	2.58	2150 (dec)	2600	430	2x10 ¹²	-----
SiC	3.22	2760 (dec)	2600	480	10 ⁵	5.3
SiC ₆	2.43	1900	2300	330	10 ⁷	5.4
Si ₃ N ₄	3.19	1900	1720	210	10 ¹⁸	2.5
AlN	3.26	2250 (dec)	1230	350	10 ¹⁵	5.7

Tabla 2.3 Propiedades de los diferentes materiales iónicos duros

Fase	Densidad (g/cm ³)	Punto de fusión (°C)	Dureza (HV)	Módulo de Young (kN/mm ²)	Resistencia eléctrica específica (μΩ cm)	Coefficiente de expansión térmica (10 ⁻⁶ /K)
Al ₂ O ₃	3.98	2047	2100	400	10 ²⁰	8.4
Al ₂ TiO ₅	3.68	1894	-----	13	10 ¹⁶	0.8
TiO ₂	4.25	1867	1100	205	-----	9.0
ZrO ₂	5.76	2677	1200	190	10 ¹⁶	11(7.6)
HfO ₂	10.2	2900	780	-----	-----	6.5
ThO ₂	10.2	3300	950	240	10 ¹⁶	9.3
BeO	3.03	2550	1500	390	10 ²³	9.0
MgO	3.77	2827	750	320	10 ¹²	13.0

Tabla 2.4: Propiedades de los diferentes materiales metálicos duros

Fase	Densidad (g/cm ³)	Punto de fusión (°C)	Dureza (HV)	Módulo de Young (kN/mm ²)	Resistencia eléctrica específica (μΩ cm)	Coefficiente de expansión térmica (10 ⁻⁶ /K)
TiB ₂	4.50	3225	3000	560	7	7.8
TiC	4.93	3067	2800	470	52	8.0-8.6
TiN	5.40	2950	2100	590	25	9.4
ZrB ₂	6.11	3245	2300	540	6	5.9
ZrC	6.63	3445	2560	400	42	7.0-7.4
ZrN	7.32	2982	1600	510	21	7.2
VB ₂	5.05	2747	2150	510	13	7.6
VC	5.41	2648	2900	430	59	7.3
VN	6.11	2177	1560	460	85	9.2
NbB ₂	6.98	3036	2600	630	12	8.0
NbC	7.78	3613	1800	580	19	7.2
NbN	8.43	2204(dec)	1400	480	58	10.1
TaB ₂	12.58	3037	2100	680	14	8.2
TaC	14.48	3985	1550	560	15	7.1
CrB ₂	5.58	2188	2250	540	18	10.5
Cr ₃ C ₂	6.68	1810	2150	400	75	11.7
CrN	6.12	1050	1100	400	640	(2.3)
Mo ₂ B ₅	7.45	2140	2350	670	18	8.6
Mo ₂ C	9.18	2517	1660	540	57	7.8-9.3
W ₂ B ₅	13.03	2365	2700	770	19	7.8
WC	15.72	2776	2350	720	17	3.8-3.9
LaB ₆	4.73	2770	2530	(400)	15	6.4

2.7 Tipos de recubrimientos

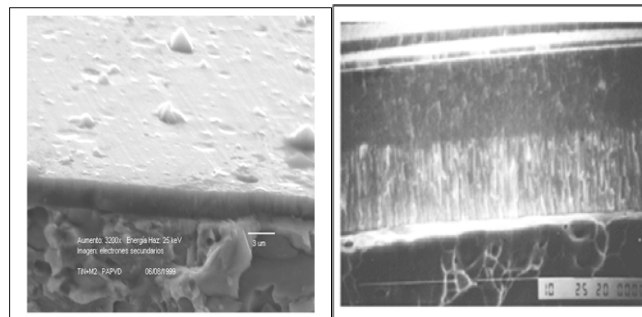
Una amplia variedad de términos han sido usados para describir los recubrimientos duros en la literatura científica, estos son: monocapas, multicapas, superredes, multicomponentes, híbridos, multifases, heterogéneos, gradientes, compositos, nanoestructurados.

2.7.1 Recubrimientos monocapas

Los recubrimientos en monocapa son aquellos que se depositan en un sustrato usando una sola capa, la cual consiste en compuestos como nitruros, carburos, boruros u óxidos de metales regularmente de transición, como por ejemplo: nitruro de titanio TiN, Nitruro de Aluminio AlN; carburo de tungsteno WC, carburo de boro B₄C; Alúmina Al₂O₃, óxido de circonio ZrO₂. Estas monocapas pueden ser crecidas como compuestos binarios como los anteriores o ternarios como TiCN, TiAlN, o cuaternarios como TiAlVN. La perspectiva en este tipo de recubrimientos está abierta para la investigación.

2.7.2 Recubrimientos multicapas

El concepto de multicapa implica el uso de varias capas de materiales mutuamente solubles a fin de promover el desarrollo de interfaces altamente adherentes entre ellos. El material de la primera capa, en contacto con el sustrato, tiene por función principal promover una buena adherencia, en tanto que las capas intermedias son las responsables de la dureza y de la resistencia mecánica y la capa externa reduce la fricción, la abrasión y la reacción química con el entorno, logrando así un óptimo desempeño en las aplicaciones. Hoy en día, se utiliza una combinación relativamente limitada de materiales en recubrimientos multicapa con capas alternadas y con espesores que pueden variar de 1 a 5 μm . El uso de recubrimientos duros en multicapas permite extender la vida útil de la herramienta y aumentar su velocidad de corte y de avance con respecto a recubrimientos monocapa, aportando una ventaja económica importante en procesos de producción continua. El desarrollo de recubrimientos multicapa para herramientas de corte constituye una de las tendencias más importantes en este tiempo. En la figura 2.9 se observa una monocapa de de TiN y una bicapa de W/WC.



a)

b)

Figura 2.9 a) Recubrimiento monocapa de TiN sobre acero. b) Recubrimiento bicapa de W/WC

Los recubrimientos multicapas pueden constar de dos capas de materiales diferentes que se depositan sobre un sustrato en forma alternada y generalmente de manera periódica. El concepto de multicapa y superred es uno de los conceptos en recubrimientos aplicados para proteger contra el desgaste a altas y complejas cargas. La dureza, la resistencia mecánica, la

tenacidad y la tensión interna mejoran sustancialmente con respecto a las monocapas o los materiales intrínsecos. La explicación de este fenómeno está en las diferencias de los módulos elásticos y/o en las tensiones inducidas por los desajustes en los parámetros de red de los diferentes materiales y la posible deflexión de las dislocaciones a través de la interfase, o más generalmente disipación de energía debido a la interfase. A nivel microestructural el parámetro característico es la longitud característica de la multicapa o la también llamada *periodicidad* λ , que es igual a la suma de los espesores de los materiales de las dos capas depositadas, ver figura 2.10. El número de capas o la periodicidad es un parámetro que influencia las propiedades de la multicapa. Multicapas amorfas y policristalinas con material cerámico y metálico se han producido desde unas cuantas capas hasta de 5000 capas [16, 17]. Si se deposita una capa metálica con espesor t_m y otra cerámica con espesor t_c ; entonces λ será igual a $t_m + t_c$ y se puede en consecuencia definir la fracción de volumen relativo de la capa cerámica (V_c) como [18]:

$$V_c = \frac{t_c}{(t_c + t_m)}$$

Estos dos parámetros se ajustan de tal manera que el espesor de la capa cerámica es 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 y del módulo de elasticidad de la multicapa[16].

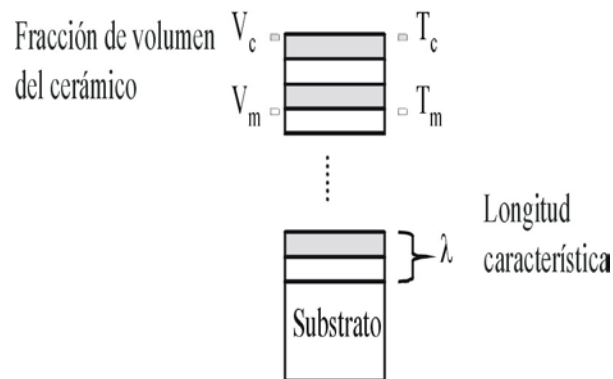


Figura 2.10 Parámetros de un recubrimiento en forma de multicapa

La técnica de pulverización catódica es comúnmente utilizada para la elaboración de multicapas. Se ha observado que las propiedades de los recubrimientos en multicapa depositados por magnetrón sputtering tales como la tenacidad y el comportamiento al desgaste son influenciados por el número de interfaces. El mejoramiento de las propiedades mecánicas por el número de capas es explicado por el cambio de las tensiones y deformaciones dadas en las interfaces y que son producidas, por las diferencias en los coeficientes de expansión térmica y las tensiones residuales de las capas [19].

Por otro lado la selección de los materiales que componen la multicapa es muy compleja. Los requerimientos para un sistema multicapa sustrato-recubrimiento se muestran en la figura 2.11, donde se identifican tres subsistemas, que tienen cada uno unas exigencias muy específicas [2, 20].

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

La motivación de producir multicapas está relacionada con la necesidad de obtener recubrimientos duros que presenten alta dureza, baja fragilidad, que mejoren la adherencia entre el recubrimiento y el sustrato y además tengan baja reactividad química y bajo coeficiente de fricción; para su utilización como películas protectoras antidesgaste. El concepto de multicapa está muy relacionado con el hecho de que, los materiales cerámicos en bloque con multifaces producidas con tamaño de grano pequeño poseen altos valores de tenacidad y gran resistencia a la propagación de fracturas. Se encuentra en las multicapas un similar comportamiento en recubrimientos en los cuales las interfaces son introducidas por multicapas paralelas al sustrato. La Figura 2.12 muestra un resumen de las más importantes ventajas que ofrece la producción de multicapas de recubrimientos duros.

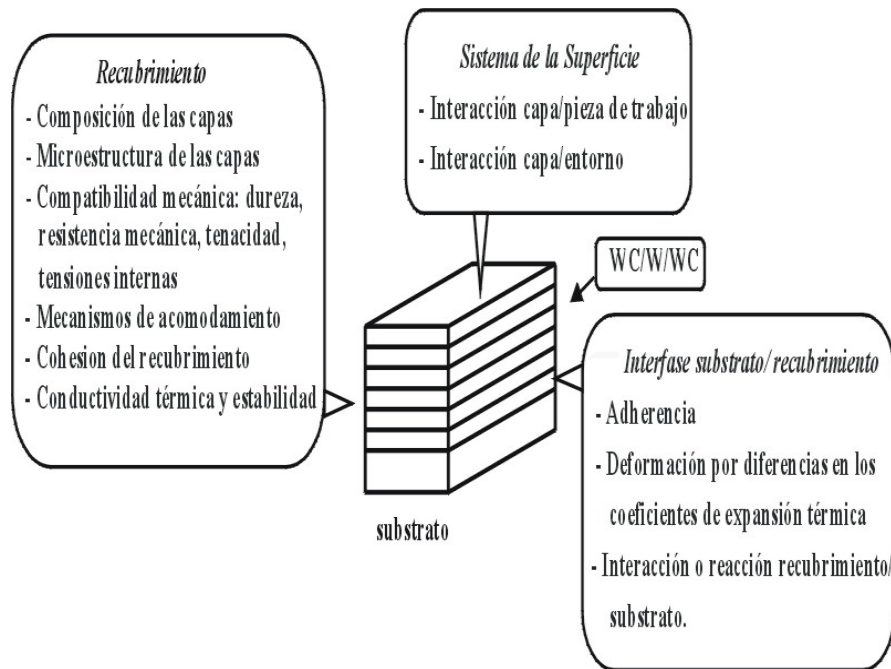


Figura 2.11 Requerimientos para un sistema multicapa sustrato-recubrimiento

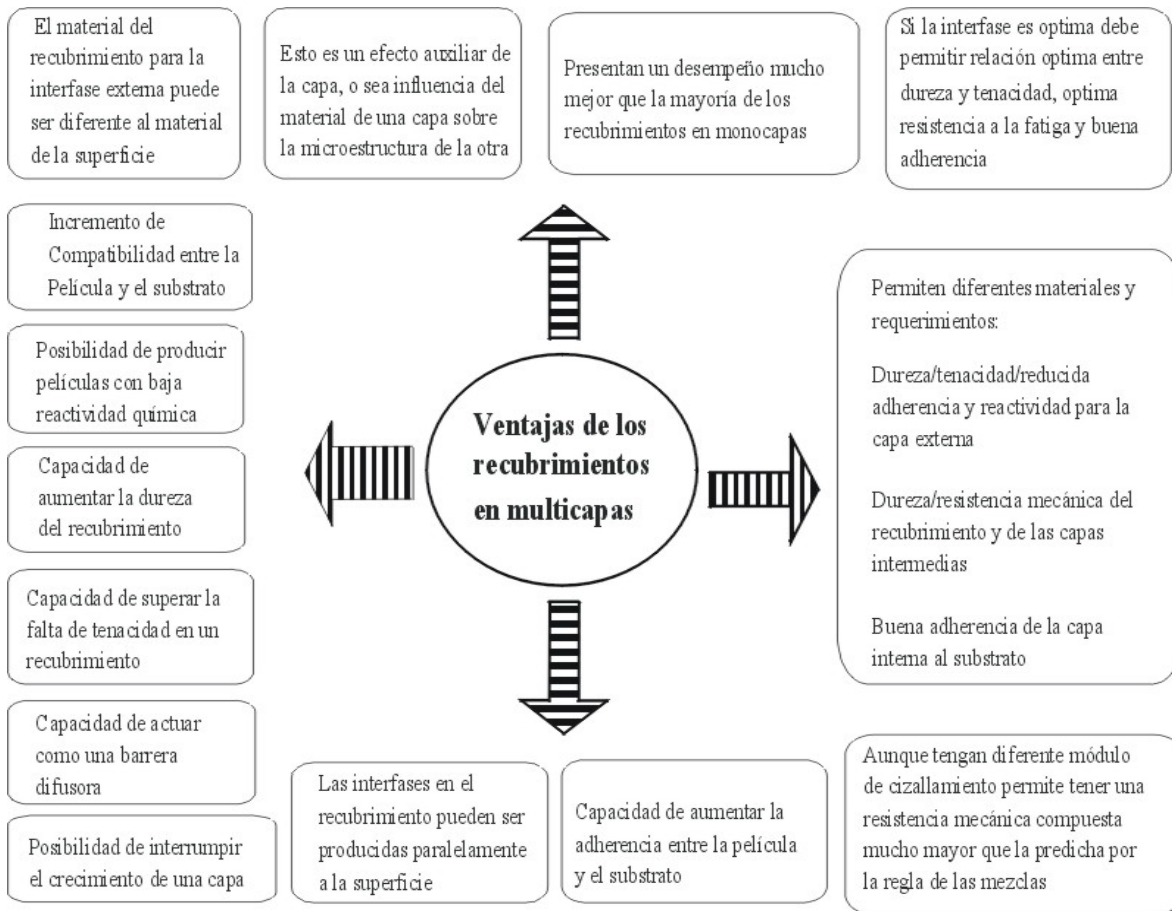


Figura 2.12 Ventajas de un recubrimiento en forma de multicapa.

En la figuras 2.13 y 2.14 se puede observar una imagen por microscopia de barrido de una multicapa de Cr/CrN crecida por pulverización catódica magnetrón, se puede ver las diferentes capas que componen el recubrimiento.

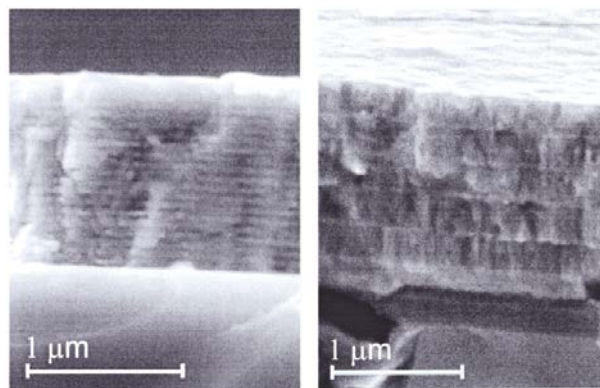


Figura 2.13 Multicapa de Cr-CrN crecida sobre acero por magnetron sputtering.

2.7.3 Recubrimientos multicomponentes o compositos

Los recubrimientos multicomponentes presentan diferentes fases en sus estructuras, estas fases pueden ser una combinación de fases metálicas binarias y/o ternarias y pueden tener incorporadas soluciones solidas. Estos materiales son llamados también recubrimientos multifaces o compositos. Dependiendo del tamaño y distribución de las fases metálicas secundarias en una matriz primaria un recubrimiento puede ser llamado multiface o composito. El término composito es usado cuando una fase es dispersada en una matriz la cual es continua. El término multiface es usado cuando ambas están igualmente presentes y ninguna de las fases es continua. Ejemplos de recubrimientos compositos son aquellos que se realizan con carburos de metales de transición embebidos en una matriz amorfa de carbono tipo diamante.

2.7.4 Recubrimientos gradientes

Los recubrimientos gradientes se refiere a sistemas cuya composición gradual varía de una capa a otra por lo que no existe una transición abrupta entre un material a otro como en las multicapas.

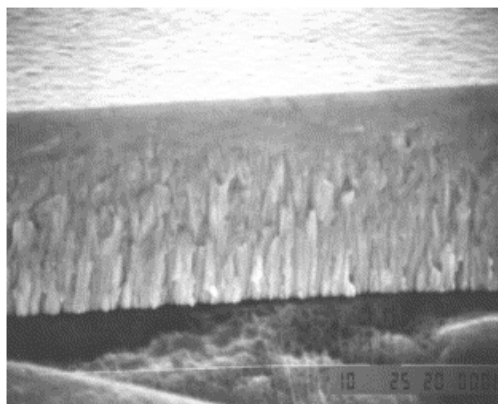


Figura 2.14 Micrografía SEM de un recubrimiento tipo gradiente WC-W sobre un sustrato de acero crecida por magnetron sputtering.

2.8 Recubrimientos superduros

Existen otros tipos de recubrimientos que merecen una sección especial, los cuales se conocen como recubrimientos superduros. Los recubrimientos superduros pueden exceder durezas mayores de 40 GPa. El interés por la búsqueda de recubrimientos con durezas que se aproximen a la dureza del diamante, ha propiciado un avance tanto teórico como experimental en el diseño de nuevos materiales que logren este propósito.

En la figura 2.15 se muestra la dureza Vickers de una selección de materiales duros y superduros incluidas las heteroestructuras y los compuestos nanocristalinos llamados nanocompuestos ^[21].

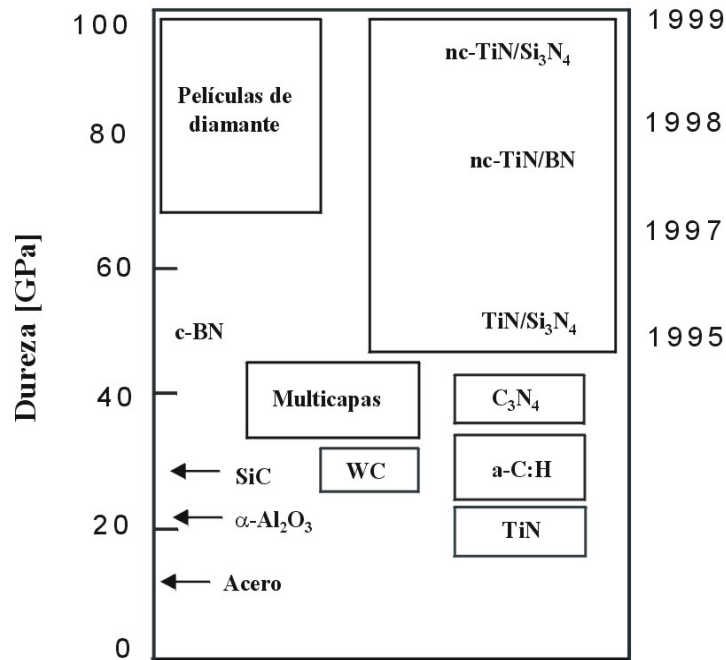


Figura 2.15 Dureza Vickers de una selección de materiales duros y superduros

Los materiales superduros pueden ser divididos en: *intrínsecos* tales como el diamante ($H_v \approx 70 - 100$ GPa), el nitruro de boro cúbico ($H_v \approx 48$ GPa) y posiblemente algunos compuestos ternarios del triángulo B-N-C^[22], como se puede ver en la figura 2.16, y los materiales superduros *extrínsecos* tales como las multicapas de diferentes materiales y las superredes, que son un arreglo periódico artificial de películas delgadas epitaxiales de diferentes materiales y que tienen espesores de algunos nanómetros^[23]. Más recientemente los compuestos nanocristalinos tales como nc- $M_nN/a-Si_3N_4$, donde $M = Ti, W, V$ y otros nitruros de metales de transición, como $\alpha-Si_3N_4$, el nc¹-TiN/BN, nc-TiN/ TiB_2 y otros materiales que se desarrollaron con durezas de 50 GPa y en el caso del nc-TiN/ SiN_x con durezas de hasta 105 GPa^[21]. Existe otro tipos de recubrimiento superduro conocido como carbono tipo diamante (DLC en sus siglas en ingles), este recubrimiento está basado en el carbono y en el próximo capítulo se discutirá su importancia como recubrimiento duro.

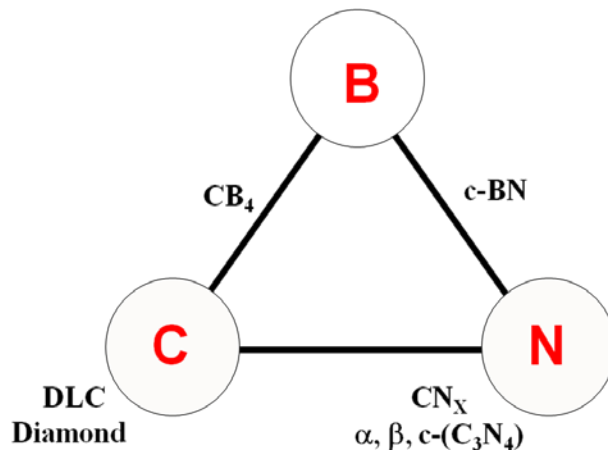


Figura 2.16 Triángulo de los compuestos superduros del sistema B-N-C

¹ nano cristalino

Tabla 2.5: Características de los materiales utilizados como Recubrimientos Duros a nivel industrial, según la Empresa Balzers de Alemania ^[21]

HERRAMIENTA	RECUBRIMIENTO DURO	DUREZA (HV)	μ EN EL ACERO	TEMPERATURA MAXIMA DE TRABAJO	COLOR	IMAGEN
Fresado de roscas	TiAlN	3300	0.4	400	Azúl-gris	
Torneado	TiCN	3000	0.3-0.35	900	Violeta-gris	
Roscado	TiN	2300	0.4	600	Amarillo-oro	
Taladro	TiAlN+WC/C	3000	0.15-0.2	800	Gris oscuro	
Fresado	AlCrN	3200	0.35	1100	Azúl-gris	
Taladro	AlCr	3000	0.25	1100	Copper (Cobrizo)	

La tabla 2.5 contiene información de los recubrimientos más solicitados industrialmente a nivel mundial y cada una de las características que aportan a su principal finalidad, aumentar la vida útil de la pieza recubierta.

Referencias

- ¹ “Caracterización de las Propiedades Tribológicas de los Recubrimientos Duros”, M.A. Gómez Botero, Tesis de grado para optar por el grado de Doctora, 2005
- ² “Tecnología de Alto Vacío”, A. F. Talledo Coronado, Asamblea Nacional de Lectores, 2004
- ³ “Recubrimientos duros de las herramientas de producción en serie mediante la Deposición Física de Vapor PVD”, C. A. Anaya, Laboratorio de Recubrimientos Duros CDT-ASTIN SENA, 2009
- ⁴ H. Holleck, *J. Vac. Sci. Technol.* 1986
- ⁵ M. Ohring “The Materials Science of Thin Films”, Academic Press, San Diego, CA, 1992
- ⁶ B. A. Movchan & Demchishin, *Fizica Metal*, 1969
- ⁷ J. R. Anderson, “Chemisorption and reactions in metallic films”, London, Academic Press, 1971
- ⁸ J. A. Thornton, *Ann Rev. Sci.* 1977
- ⁹ K. Holmberg, A. Matthews, *Coating Tribology, Tribology Series*, 28 Ed, 1994
- ¹⁰ K. H. Habing, G. Meier zu Kocker. *Surf. Coat. Technol.* 1993
- ¹¹ J. S. Zabinski, M. S. Donley, N. T. McDevit. *Wear*, 1993
- ¹² J. S. Zabinski, M. S. Donley, S. Walck, *Thin Solid Films*, 1992
- ¹³ C. Subramanian, K. N. Stafford, *Wear*, 1993
- ¹⁴ H. Holleck, M. Lahres, P. Woll, *Surf. Coat. Technol.* 1990
- ¹⁵ V. V. Lyubimov, A. A. Voevodin, S. E. Spassky, A. I. Yerokhin, *Thin Solid Films*, 1992
- ¹⁶ H. Holleck, M. Lahres, P. Woll, *Surf. Coat. Technol.* 1990
- ¹⁷ H. Leiste, U. Dambacher, S. Ulrich, H. Holleck, *Surf. Coat. Technol.* 1999
- ¹⁸ M. F. Vales Silva, P. Hancock, J. R. Nicholls, *Advanced Engineering Materials*, 2000
- ¹⁹ H. Holleck, H. Schulz, *Surf. Coat. Technol.* 1998
- ²⁰ C. Subramanian, K. N. Strafford, T. P. Wilks, L. P. Ward, *J. Mater. Proc. Technol.* 1996
- ²¹ RECUBRIMENTOS BALZERS, Gama de Recubrimientos Duros, www.oerlikonbalzerscoating.com/bmx/spa, Fecha de acceso: Febrero de 2010

CAPÍTULO 3

PRINCIPALES TECNOLOGÍAS PARA LA ELABORACION DE RECUBRIMIENTOS DUROS

3.1 Baños galvánicos

Proceso electroquímico por el cual se deposita una capa fina de metal sobre una base generalmente metálica. Los objetos se galvanizan para evitar la corrosión, para obtener una superficie dura o un acabado atractivo, para purificar metales (como en la refinación electrolítica del cobre). Los metales que se utilizan normalmente en galvanotecnia son: cadmio, cromo, cobre, oro, níquel, plata y estaño. Las cuberterías plateadas, los accesorios cromados de automóvil y los recipientes de comida estañados son productos típicos de galvanotecnia ^[1].

En este proceso, el objeto que va a ser cubierto se coloca en una disolución (baño) de una sal del metal recubridor, y se conecta a un terminal negativo de una fuente de electricidad externa. Otro conductor, compuesto a menudo por el metal recubridor, se conecta al terminal positivo de la fuente de electricidad. Para el proceso es necesaria una corriente continua de bajo voltaje, normalmente de 1 a 6 V (Ver Figura 3.1). Cuando se pasa la corriente a través de la disolución, los átomos del metal recubridor se depositan en el cátodo o electrodo negativo. Esos átomos son sustituidos en el baño por los del ánodo (electrodo positivo), si está compuesto por el mismo metal, como es el caso del cobre y la plata. Si no es así, se sustituyen añadiendo al baño periódicamente la sal correspondiente, como ocurre con el oro y el cromo. En cualquier caso, se mantiene un equilibrio entre el metal que sale y el metal que entra en la disolución hasta que el objeto está galvanizado. Los materiales no conductores pueden ser galvanizados si se cubren antes con un material conductor como el grafito.

Para asegurar una cohesión estrecha entre el objeto a ser recubierto y el material recubridor, hay que limpiar el objeto a fondo, ya sea sumergiéndolo en una disolución ácida o cáustica, o bien utilizándolo como ánodo en un baño limpiador durante un instante. Para eliminar irregularidades en las depresiones de la placa y asegurar que la textura de su superficie es de buena calidad y propicia para el refinado, hay que controlar cuidadosamente la densidad de la intensidad de corriente (amperios por metro cuadrado de superficie de cátodo) y la temperatura. Con frecuencia se añaden al baño ciertos coloides o compuestos especiales para mejorar la uniformidad de la superficie de la placa.

Algunos metales, en concreto el cromo, tienen poco poder desprendedor, es decir, tienden a recubrir excesivamente las protuberancias y dejan las grietas del ánodo completamente desnudas.

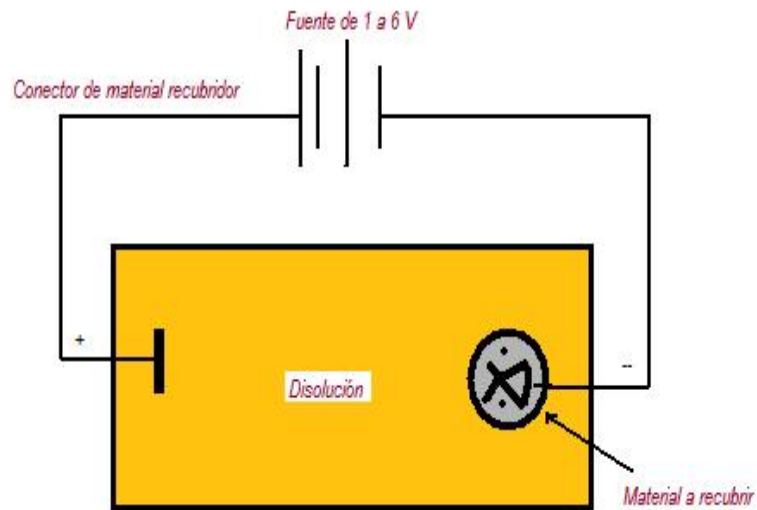


Figura 3.1 Diseño del montaje a que se realiza en un recubrimiento con Baños Galvánicos



Figura 3.2 Proceso para recubrir las teteras con una delgada capa de plata. ^[1]

La figura 3.2 muestra el mecanismo desarrollado para recubrir unas teteras con plata, con el fin de protegerlas de la corrosión y darles un acabado atractivo— utilizando baños galvánicos. Los objetos que van a ser galvanizados se limpian y después se colocan en un baño que contiene cationes (átomos cargados positivamente) del metal que se quiere depositar sobre los mismos. El objeto se conecta al terminal negativo de una fuente de electricidad, lo que hace que el objeto atraiga los cationes metálicos del baño.

3.2 Técnica de Deposición Química de Vapor (CVD)

Sus siglas se derivan de la frase del inglés Chemical Vapor Deposition. Es la reacción de una mezcla de gases reactivos en el interior de una cámara de vacío (reactor) para dar lugar a la formación de un material en capa delgada, que se deposita sobre el sustrato para formar el recubrimiento duro. (Ver Figura 3.3) Los subproductos de la reacción son evacuados permanentemente hacia el exterior mediante un sistema de bombeo ^[2]. Los reactivos, en estado gaseoso, se controlan dentro de la cámara, ya que ésta cuenta con medios internos para calibrar la presión y el flujo de gases ^[3, 4]. El sustrato se encuentra en el interior de la cámara, sobre el cual se deposita la película. Esta técnica no es nueva, surgió aproximadamente en el año 1880 en la producción de los filamentos metálicos para lámparas incandescentes, los cuales se recubrían con carbón ^[5]

Los métodos de activación para generar la reacción de los gases en la deposición química de vapor (CVD) son muy importantes dentro del proceso, ya que como su palabra lo indica, son aquellos que activan o dan inicio a la reacción. Según los métodos de activación, la técnica CVD se clasifica en:

3.2.1 CVD Activado térmicamente: Se trabaja a temperaturas elevadas que oscilan entre los 400 (673.16 K) y los 1000 (1273.16 K) grados Celsius. Según la localización de la temperatura dentro de la cámara de vacío se clasifica en ^[6]:

3.2.1.1 Reactor de pared fría: El calentamiento de los sustratos se realiza directamente, bien sea mediante un horno alojado en el interior del reactor, o bien mediante un sistema de calentamiento por inducción. La ventaja de los reactores de pared fría es que, aparte de consumir menor energía, la reacción de deposición tiene lugar preferentemente sobre los sustratos (disminuyendo además el consumo de reactivos). Esto permite un mejor control de la cinética de la reacción de deposición. En los reactores de pared fría se evita además el posible depósito no deseado sobre las paredes que, con el tiempo, acaba desprendiéndose, formando partículas que pueden alterar la formación de capas en determinadas zonas de los sustratos.

3.2.1.2 Reactor de pared caliente: La temperatura se suministra a la región donde se está desarrollando la reacción, se puede decir entonces que se está proveyendo en la cámara de vacío. El reactor es un tubo de cuarzo rodeado por un horno tubular. Tiene la capacidad de alcanzar temperaturas de hasta 1000 grados Celsius y permite trabajar presiones entre 1 y 100 Torr. (Ver Figura 3.4)

3.2.2 CVD Activado por plasma: El reactor es un haz de electrones que se crea por medio de una descarga eléctrica que entrega energía a las moléculas de los gases ionizándolas y acelerándolas, favoreciendo así la reacción. Estas descargas se realizan con fuentes de corriente alterna de alta frecuencia. Se puede trabajar con frecuencias del orden de la Radiofrecuencia o las microondas ^[7].

3.2.2.1 Radiofrecuencia: La radiofrecuencia se establece a partir de un margen de frecuencias de 3 Hertz (Hz) hasta 300 GigaHertz (GHz). Trabaja a presiones muy bajas, entre 0.01 y 1 Torr. El equipo tiene en el reactor 2 electrodos planos, paralelos, de Aluminio (Al), a los cuales se les aplica la descarga eléctrica. El sustrato, normalmente se encuentra ubicado en el electrodo inferior. (Ver Figura 3.5)

3.2.2.2 Microondas: Las microondas se establecen a partir de un margen de frecuencias de 0.3 Gigahertz (GHz) hasta 300 Gigahertz (GHz). La frecuencia más utilizada para éstas descargas es del orden de 2.45 Gigahertzios (GHz), teniendo en cuenta que es ideal para la disociación de la molécula de Hidrógeno (H_2). El reactor es de pared fría, refrigerado con agua, para garantizar que la temperatura en él sea temperatura ambiente, para evitar que la película se vaya a depositar sobre las paredes del reactor. El sustrato se calienta con una bobina de inducción situada debajo del porta sustrato, alcanzando temperaturas de hasta 1000 grados Celsius.

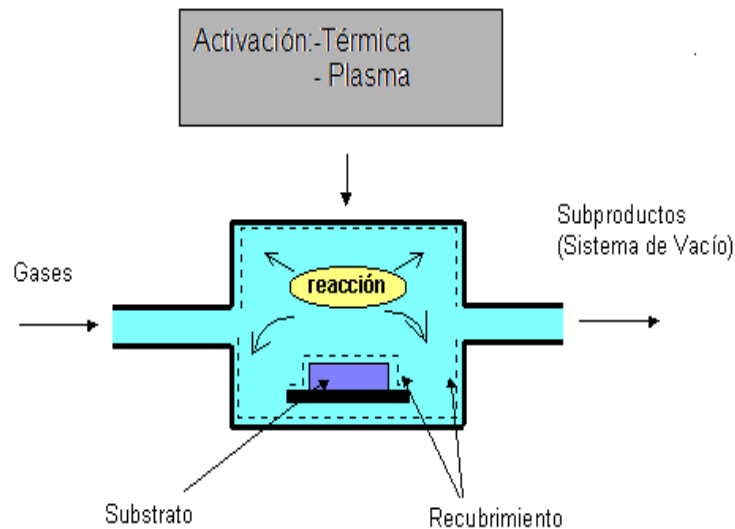


Figura 3.3 Esquema donde se pueden observar cada uno de los factores involucrados en una Deposición Química de Vapor (CVD)

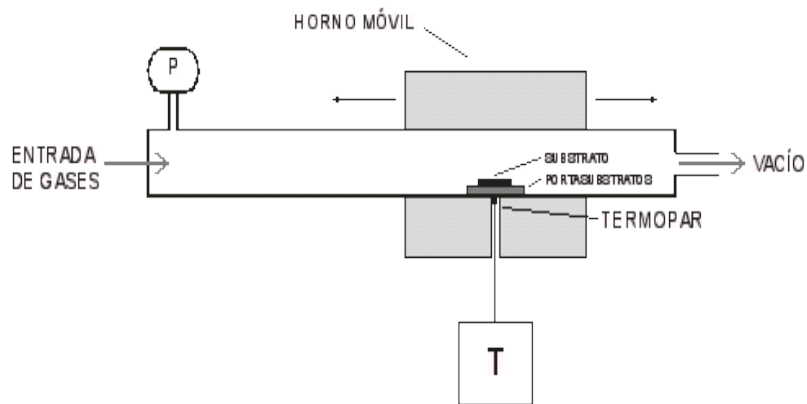


Figura 3.4 Esquema de un Reactor de Pared Caliente. El horno tubular es móvil y rodea al reactor que es de cuarzo.

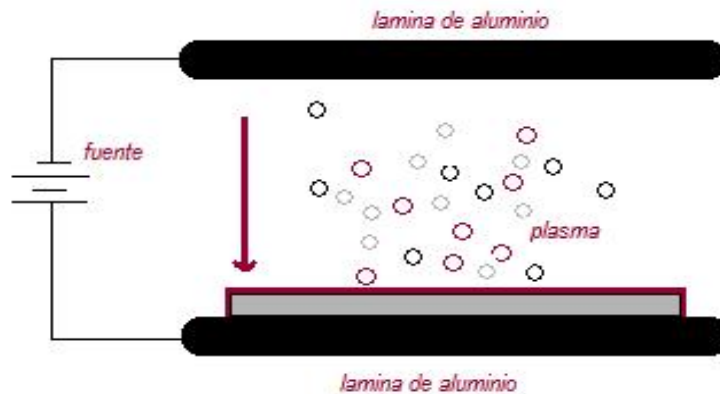


Figura 3.5 Esquema del Proceso de activación de plasma haciendo uso de la Radiofrecuencia. Son necesarias dos láminas de Aluminio, conectadas entre sí por la fuente de activación.

La deposición de un recubrimiento sobre el sustrato genera un material compuesto, cuyas características difieren de las que posee el sustrato solo o el material del recubrimiento en bloque⁸.

3.3 Técnica de Deposición Física de Vapor (PVD)

Sus siglas se derivan de la frase del inglés Physical Vapor Deposition ^[9, 10]. El recubrimiento lo forman especies sólidas evaporadas o atomizadas dentro de la cámara. Consiste en evaporar o atomizar un material sólido y depositarlo sobre el sustrato para crear el recubrimiento ^[11]. Esta evaporación o atomización se realiza comúnmente en atmósferas de gases inertes y reactivos.

3.3.1 PVD por evaporación: Para evaporar el material es necesario calentarlo hasta que este totalmente volatilizado, este vapor termina condensándose en forma de lamina delgada sobre la superficie fría del sustrato. La evaporación se realiza a presiones del orden de 10^{-6} y 10^{-5} Torr, para evitar que el vapor reaccione con los gases atmosféricos^[12]. La evaporación del blanco se puede realizar mediante dos técnicas diferentes^[13]:

3.3.1.1 Calentamiento por Resistencia o efecto Joule: Consiste en el paso de una corriente eléctrica a través de un filamento o placa metálica sobre la que está depositado el material a depositar (blanco). La resistencia normalmente es de materiales como tantalio (Ta), molibdeno (Mo) o Wolframio (W)^[14]. (Ver Figura 3.6) Estos materiales presentan puntos de fusión mas altos que los materiales a depositar.

3.3.1.2 Calentamiento por haz de electrones: Este método es utilizado cuando se desea evaporar materiales de alto punto de fusión, por ejemplo el Tungsteno, al cual es imposible transferirle el calor necesario, sin que el crisol que lo contiene se evapore, y contamine el material que se desea producir. Se genera por un bombardeo de haz de electrones de alta energía sobre el material a depositar. Este haz de electrones es creado por un cañón de electrones que son emitidos en forma de corriente eléctrica y han sido acelerados hacia un ánodo mediante un diferencial de potencia muy elevado, del orden de los Kilovoltios (KV). El ánodo puede ser el mismo crisol. Se incluye un campo magnético para curvar la trayectoria de los electrones, asegurando la focalización de los electrones y un calentamiento localizado. El crisol se mantiene refrigerado con el objeto de evitar contaminación por calentamiento^[15]. (Ver Figura 3.7)

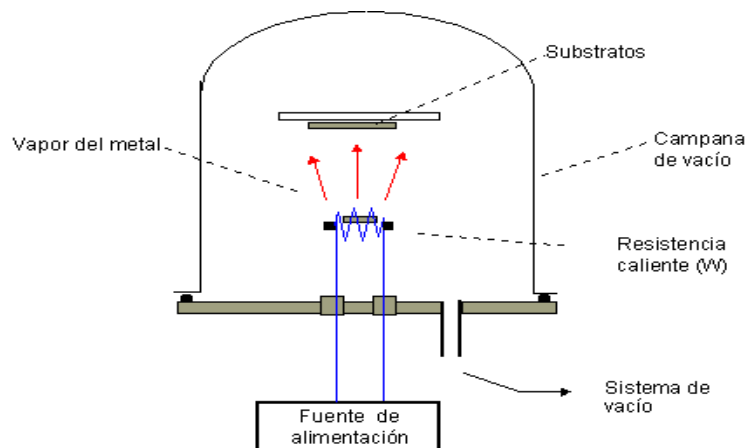


Figura 3.6 Esquema de un reactor de calentamiento por Resistencia en PVD

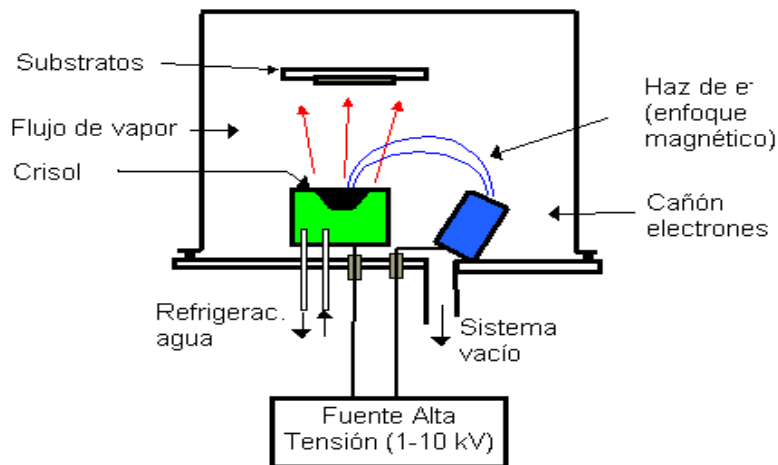


Figura 3.7 Esquema de un reactor de calentamiento por haz de electrones en PVD

Tabla 3.1 Características de evaporación de algunos materiales por las técnicas de calentamiento y por haz de electrones ^[5].

MATERIAL	TEMPERATURA MINIMA DE EVAPORACION ¹	POTENCIA DEL HAZ DE ELECTRONES ²	RAPIDEZ DE LA DEPOSICIÓN(Å/s) (haz de electrón)
Aluminio	1010	5	20
Óxido de aluminio	1325	0.5	10
Oro	1132	6.0	30
Silicio	1337	0.15	15
Óxido de silicio	850	0.7	20
Fluoruro de magnesio	1540	0.01	30
Titanio	1453	1.5	20
Dióxido de titanio	1300	1.0	10
Cadmio	180	0.3	30
Sulfuro de cadmio	250	0.25	10
Tungsteno	2757	5.5	20
Zinc	250	0.25	50

¹Temperatura en °C, a la cual la presión de vapor es de 10^{-2} Pa

²Los electrones son acelerados por un potencial de 10 kV y la distancia substrato-fuente es de 40 cm.

La tabla 3.1 muestra las características de algunos de los materiales utilizados en el PVD, los cuales se evaporan para posteriormente depositarse sobre el sustrato. Estas características permiten determinar cuál de las dos técnicas de evaporación es la más adecuada, dependiendo de las propiedades de cada material.

3.3.2 PVD por Pulverización: Este se lleva a cabo mediante la pulverización o evaporación por impacto de iones sobre la superficie del material (blanco), este procedimiento recibe el nombre de *Sputtering*.

3.3.2.1 Sputtering ^[5]: Estos sistemas producen generalmente descargas en un sistema tipo diodo. Los plasmas son iniciados y sostenidos entre el ánodo y el cátodo a presiones del rango de los mTorr. La diferencia de un sistema magnetrón de uno convencional es la presencia de un campo magnético que está orientado paralelamente a la superficie del cátodo¹⁶.

En una cámara de vacío con presiones del orden de 10^{-3} Pa o menores se debe introducir inicialmente un gas inerte (generalmente Argón). Utilizando una fuente de voltaje entre 500 y 3000 V (0.5 y 3 KV) y una corriente pequeña, del orden de 100 a 500 mA, se establece un campo eléctrico que ionizará los átomos de Argón. Estos iones son acelerados hacia el blanco o target que está polarizado como cátodo. Estos iones extraen, en el choque, átomos del blanco formando un vapor que se condensa en las superficies sólidas ubicadas dentro de la cámara, en particular, sobre el sustrato (Ver Figura 3.8).

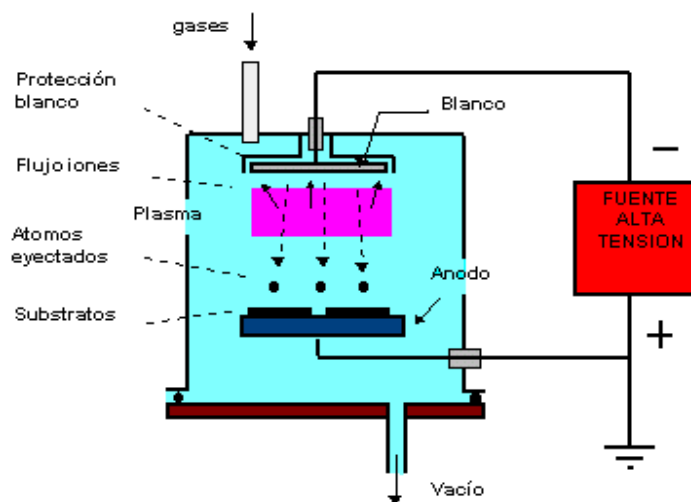


Figura 3.8: Esquema de una cámara para realizar recubrimientos por el método de Sputtering.

Como conclusión se puede decir que el Sputtering es la extracción de átomos de la superficie del blanco debido al intercambio de momentum con iones que bombardean los átomos de la superficie. Estos iones proceden de una descarga eléctrica entre dos electrodos en forma de plasma que utiliza un gas inerte para depositar películas de metales puros. También, es posible depositar materiales compuestos utilizando blancos elementales con gases reactivos. Se pueden obtener óxidos, nitruros y carburos, si se introducen simultáneamente con el Argón gases de oxígeno, nitrógeno y metano, respectivamente. También es posible depositar compuestos usando blancos que contengan más de un elemento.

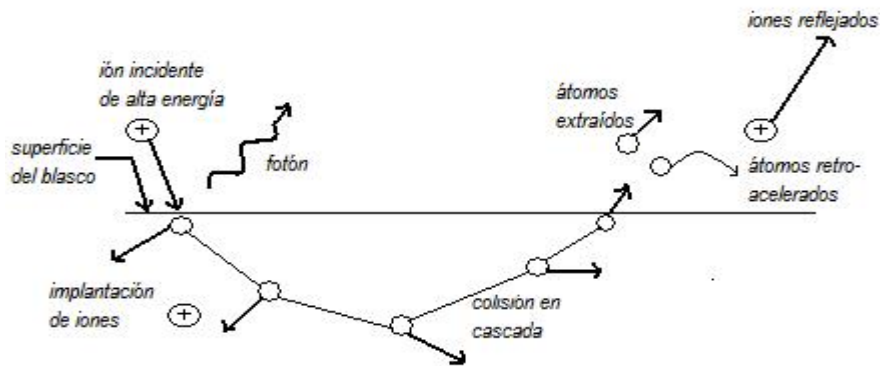


Figura 3.9: Interacción iones – superficie del blanco

Cuando los átomos de Argón se ionizan, estos iones adquieren una Energía que los acelera hasta chocar con el blanco y se produce una colisión en cascada liberando uno o más átomos del target. Algunos de estos átomos formarán parte del vapor, mientras que otros son retroacelerados y se depositarán nuevamente en el blanco. Los iones incidentes podrán ser reflejados o podrán quedar incrustados en el target ^[5] (Ver figura 3.9). En la técnica de Sputtering la implantación de iones de Argón es muy baja, considerándose casi despreciable.

Referencias

- ¹ Enciclopedia Visual Encarta 2009, Galvanotecnia, Fecha de acceso: Octubre de 2009
- ² "Deposición Química de Vapor", O. Sanchez G. Instituto de Ciencia de Materiales de Madrid, 2009
- ³ LeMay, D., and Sheriff, D., "A User's Guide to Accurate Gas Flow Calibration," *Solid State Technology*, 1996
- ⁴ Drexel, C. F., "Digital Mass Flow Controller Come of Age," *Solid State Technology*, 1996
- ⁵ Powell, C. F., "Chemical Vapor Deposition," in *Vapor Deposition* (C. F. Powell, J. H. Oxley and J. M. Blocher, Jr., eds.), John Wiley & Sons, New York (1966)
- ⁶ "Deposición Química de Vapor: Métodos de Activación", O. Sanchez G. Instituto de Ciencia de Materiales de Madrid, 2009
- ⁷ "Deposición Química de Vapor: Métodos de Activación por plasma", O. Sanchez G. Instituto de Ciencia de Materiales de Madrid, 2009
- ⁸ Picreaux, S. and Pope, L., "Tailored Surface and Modifications by Ion Implantation," *Science*, 1986
- ⁹ "Vacuum", H. J. Ramos, 2004
- ¹⁰ "Thin Solid Films", W. J. Chau, 2002
- ¹¹ "Tecnología de Alto Vacío", A. F. Talledo Coronado, Asamblea Nacional de Lectores, 2004
- ¹² "Deposición Física de Vapor: Evaporación", O. Sanchez G. Instituto de Ciencia de Materiales de Madrid, 2009
- ¹³ "Deposición Física de Vapor: Evaporación por calentamiento", O. Sanchez G. Instituto de Ciencia de Materiales de Madrid, 2009
- ¹⁴ "Deposición Física de Vapor: Calentamiento por resistencia", O. Sanchez G. Instituto de Ciencia de Materiales de Madrid, 2009
- ¹⁵ "Deposición Química de Vapor: Calentamiento por haz de electrones", O. Sanchez G. Instituto de Ciencia de Materiales de Madrid, 2009
- ¹⁶ "Elaboración y caracterización de recubrimientos duros en multicapas de W-C/DLC", C. A. Rincón, Universidad del Valle, Departamento de Física, Cali, 2003

CAPÍTULO 4

MATERIALES MÁS UTILIZADOS EN LA ELABORACIÓN DE RECUBRIMIENTOS DUROS

Los recubrimientos duros presentan buenas propiedades tribológicas, mayor resistencia al desgaste y menor coeficiente de fricción, además una alta estabilidad química en ambientes corrosivos y una gran variedad de colores, lo que lo hace aún más atractivo ^[1]. Los materiales más utilizados como recubrimientos duros en laboratorios que hacen uso de esta tecnología son los derivados de elementos como el nitrógeno y carbono, los cuales al mezclarse con los elementos de transición producen respectivamente nitruros y carburos. A continuación se describen las especificaciones más importantes de cada uno de estos grupos.

4.1 Nitruros

Grupo de compuestos inorgánicos, formados por nitrógeno y otro elemento más electropositivo (que tiende a ceder electrones). Para crecer recubrimientos de este tipo regularmente se usa como elementos electropositivos los metales de transición, como por ejemplo: Ti, V, Cr, W, Zr, Al, etc. Estos nitruros poseen regularmente dos fases una cúbica y otra hexagonal, donde la más estable y con mayor dureza es la fase cúbica. Los nitruros en general son duros, resistentes a la corrosión y al desgaste. Sus propiedades dependen de las condiciones de depósito ^[2]. La tabla 4.1 sintetiza los nitruros más utilizados en la tecnología de recubrimientos duros y sus características más sobresalientes.

Tabla 4.1 Nitruros utilizados como recubrimientos duros y sus principales características ^[3]

Recubrimiento	Dureza (GPa)	Coefficiente de fricción	Temperatura de oxidación	Máxima T° de trabajo
TiN	24	0.4	450	660
ZrN	28	0.4	550	660
CrN	18	0.3	550	700
TiCN	32	0.35	400	450
TiAlN	35	0.4	800	900

4.1.1 Nitruro de Titanio (TiN)

Material que domina las aplicaciones industriales de los recubrimientos cerámicos depositados por PVD, ya que fue uno de los primeros recubrimientos duros sintéticos ^[1]. Los investigadores se han concentrado en este compuesto debido a pruebas realizadas sobre piezas de diversos materiales que han demostrado un incremento en tiempo de vida o en velocidad de trabajo, en relación a piezas no recubiertas. Por lo tanto, es el mejor revestimiento cerámico por su comportamiento tribológico, por su dureza, adherencia, morfología de crecimiento y su color.

Estas razones han hecho que sea un material apetecido, sin embargo existen otros materiales con muy buen potencial, los cuales se analizarán más adelante.

El TiN se forma por implantación iónica, pulverización catódica reactiva (sputtering), cátodo caliente en vacío y técnicas de deposición por arco catódico. En todos los casos, el TiN se vaporiza, ya sea por evaporación o por pulverización catódica y el nitrógeno reacciona con el metal vaporizado. Estos procesos son controlables y repetibles; el bombardeo iónico en la creación del recubrimiento, es para mejorar las propiedades del sustrato. Cuando los recubrimientos salen de la cámara, se determina si algo se hizo mal en el proceso, ya que estequiométricamente se produce un color dorado, y un color final diferente corresponde a un nivel bajo o excesivo de nitrógeno en la reacción. Contaminantes tales como vapor de agua o hidrocarburos, también generan un cambio en el color final del recubrimiento de TiN. El TiN es un material muy duro y resistente a la corrosión; estas propiedades han hecho de este material una opción muy popular.

Aunque las propiedades de los Recubrimientos Duros de TiN pueden variar un poco con la técnica de deposición, en general con la técnica de PVD presenta las siguientes características:

- Rango de dureza Vickers de 2000 a 2300 Kg/mm²
- Resistencia eléctrica sobre 25 a 50 $\mu\Omega$ -cm
- Adhesión a HSS (5 μm de espesor de recubrimiento)
- Medida en la prueba de Scratch es de 4 a 5 Kg

Todos los recubrimientos de TiN por PVD tienen estructura columnar, donde el diámetro de los granos varía entre 0.5 a 5 μm . la tensión residual en el recubrimiento de TiN suele ser muy alta. Han sido reportados valores de 15 GPa, pero los más típicos están alrededor de 5 GPa. El TiN tiene una fase cristalina FCC y su parámetro de red debido a altas tensiones residuales es mayor que la de los materiales a granel. El TiN a granel tiene un parámetro de red de 4.24 Å, mientras que uno depositado por PVD tiene uno entre 4.25 Å a 4.28 Å.

4.1.2 Nitruro de Cromo (CrN)

Es un material muy investigado especialmente en Japón, donde las empresas han utilizado HCD (descarga de cátodo hueco) o cañón de electrones para su deposición.

La compañía Leybold de Alemania investigó la deposición de CrN aprovechando su alto rango de pulverización. Este interés se debe, en parte, al uso de recubrimientos depositados por galvanotecnia. El CrN depositado por PVD es duro, diferente a la dureza alcanzada por el Cr galvanizado [4], ya que el N produce aumento en la dureza del recubrimiento, muy superiores a los depósitos de cromo, que son de 1000 HV. Munz [5] por ejemplo, en sus estudios encontró que la dureza óptima del CrN es más de 2000 HV. Esta puede aumentar en 600 con un recocido a 820 °C. Kamiya [4] describe una serie de pruebas llevadas a cabo en películas de CrN para evaluar la corrosión y resistencia al desgaste.

El desempeño de estos recubrimientos coincide con el de TiN y es mejor que el del cromo depositado por PVD, el único factor que pone en desventaja al CrN frente a TiN es que es menos comercial. El CrN podría sustituir al acero comercial.

Aubert [6] informa sobre unas pruebas hechas a las capas de Cr-N depositadas por pulverización catódica, las cuales revelaron que frente al desgaste fretting, de fatiga y corrosión, se encontró que estas poseen propiedades superiores a las del cromo duro electrolítico. La conclusión obtenida a partir de los compuestos de Cr-N es que el recubrimiento se puede aplicar en ejes y otros componentes en movimiento y mejorará la resistencia al desgaste.

4.1.3 Nitruro de Aluminio (AlN)

Este material ha sido poco estudiado, lo cual es sorprendente, porque es un material con alta dureza y resistente a altas temperaturas [7].

Los investigadores se han interesado por este material, por sus aplicaciones eléctricas. WauK y Winslow [8] encontraron que transductores piezoeléctricos de AlN producen microondas acústicas. Shiosaki utilizó un sistema de pulverización catódica por magnetron RF para depositar películas de AlN a menos de 460 °C, utilizadas en dispositivos ópticos y acústicos [9].

También hay un gran interés por las películas depositadas de TiAlN, ya que tienen una gran resistencia a la oxidación y una mayor dureza que el TiN a la hora de recubrir herramientas de corte o en aplicaciones a altas temperaturas.

4.1.4 Nitruro de Zirconio (ZrN)

Una serie de documentos han sido presentados por Duckworth para explicar los beneficios de reducir la fricción haciendo uso de recubrimientos duros de ZrN [10]. Dentro de las pruebas hechas al recubrimiento depositado en acero EN8 están las de desgaste fretting y resistencia a la fatiga. En una prueba tipo Falex a un acero EN40 B sin recubrir, se encontró que tiene la capacidad de soportar una carga de 800 lbf, mientras que el mismo acero recubierto con ZrN soporta 850 lbf. En condiciones lubricadas el acero recubierto aumenta la resistencia de carga de 1200 a 2759 lbf. La misma prueba, pero con un recubrimiento de TiN soporta una carga de 1800 lbf.

Sproul también ha estudiado la deposición catódica de ZrN. Encontró que los valores de dureza son más altos que los del TiN depositados por el mismo método (Aproximadamente 2630 HV y 2360 HV respectivamente). También halló que la deposición con pulverización catódica (sputtering) se podía hacer con bajas temperaturas (menores a 315 °C).

4.1.5 Nitruro de Boro (BN)

El BN presenta diferentes estructuras cristalinas, la más difícil de obtener es la cúbica. Algunas de sus propiedades más importantes, son su baja densidad, alta estabilidad térmica e inercia química [11]. Hasta hace poco el único medio disponible para depositar BN requería de temperaturas superiores a 1000 °C. Estos medios son, pulverización catódica [12], pulverización por plasma [13], evaporación reactiva por haz de electrones [14]. Ahora existen técnicas para depositar BN a bajas temperaturas, como CVD por plasma asistido.

Wiggins [15] deposita BN utilizando pulverización catódica con radiofrecuencia, refrigerando los sustratos con agua. Los resultados fueron muy buenos y se centraron en las propiedades ópticas y eléctricas del recubrimiento, dejando a un lado las propiedades tribológicas.

La deposición de BN cúbico es el principal objetivo de los investigadores; Chopra [16] ha obtenido esta fase evaporando ácido bórico (H_3BO_3) en presencia de un plasma de amoníaco (NH_3). El plasma es creado por electrones emitidos por un filamento caliente, los cuales se aceleran al ánodo; el plasma se refuerza con un campo magnético externo. La temperatura del sustrato es de 450 °C y la velocidad de depósito es de 1-15 $\mu m/min$.

4.1.6 Nitruro de Silicio (SiN)

El Nitruro de Silicio es un material con muy buenas propiedades: Alta dureza, resistente al desgaste, aislante eléctrico, resistente a altas temperaturas [17]. Esto lo hace muy útil en diversas aplicaciones industriales, como piezas de motor, herramientas de corte, elementos de apoyo y manejo de metal caliente. Sin embargo, presenta una limitante, a temperaturas mayores a 1850 °C el nitrógeno y el silicio se disocian.

Las películas de SiN suelen ser parcial o totalmente amorfas.

Son ampliamente utilizadas en la microelectrónica como barrera de difusión en las interfaces de los diodos, como capas dieléctricas en varios dispositivos de memoria [18, 19] y aplicaciones en células solares [20]; generalmente los sustratos utilizados para estas aplicaciones son el vidrio, silicio o sales inorgánicas. También sirven como protección en ambientes corrosivos.

Dureza y adhesión, son las propiedades identificadas por Grill y Aron [21] como las más importantes de los recubrimientos duros. En sus análisis encontraron que la microdureza está por debajo del valor teórico, la cual es superior a 2000 kg/mm^2 . Esto se atribuye al efecto del sustrato, el cual es de acero inoxidable, con una dureza de 300 kg/mm^2 . El espesor del recubrimiento era de aproximadamente 1 μm , con una carga de 10 g, el nivel típico de dureza es de 650 Kg/mm^2 . En la prueba de scratch, se encontró que la mejor adherencia la presentan recubrimientos depositados a bajas presiones.

De la investigación de Grill y Aron se concluye que los recubrimientos duros de SiN tienen la capacidad de atenuar la acción del desgaste en piezas en contacto y movimiento.

4.1.7 Nitruros ternarios

En los últimos años, se ha buscado mejorar la funcionalidad del TiN, ya que este presenta limitaciones en el área de aplicaciones a altas temperaturas, por esta razón se ha investigado un recubrimiento que lo sustituya y posea mejores propiedades. En Europa se ha desarrollado uno de TiAlN, donde la relación entre el Titanio (Ti) y el Aluminio (Al) puede variar, sin embargo, la mayoría de los estudios se han hecho con composiciones del 75% de Ti y 25% de Al, también de 50% de Ti y 50% de Al. El recubrimiento TiAlN es interesante porque tiene un punto de oxidación más alto que el TiN. El TiN empieza a oxidarse a una temperatura de 500 °C, mientras que el TiAlN con una razón de 50-50 lo hace a 700 °C. Para piezas de recubiertas con TiAlN al 50-50 y recubiertas con TiN, la razón de durabilidad es de 3:1.

Los recubrimientos de TiAlN presentan una fase única, la cúbica. Debido a la adhesión del Aluminio se reduce el parámetro de red. Para las proporciones 50-50 de TiAlN, el parámetro de red es 4.15 Å. Este valor depende del contenido de Nitrógeno y de las tensiones residuales del recubrimiento.

La estructura FCC correspondiente a este material (TiAlN) es metaestable hasta una temperatura de 1200 °C. Este recubrimiento presenta un mayor incremento en el tiempo de trabajo de la pieza, aumenta para altas velocidades de corte en comparación con el TiN en condiciones estándares ^[1].

La dureza depende del radio del Titanio y Aluminio y del contenido de Nitrógeno presente en la reacción. Han sido reportadas durezas de hasta 2500 kg/mm². El color para la razón 50-50 es gris púrpura, mientras que para 75-25 es marrón oro.

Los recubrimientos de TiAlN se depositan exitosamente con magnetrón sputtering, ya que otras técnicas como implantación iónica y arco se han intentado, pero no han funcionado bien. Los procesos de evaporación presentan problemas a la hora de mantener la relación Al-Ti, a causa de la diferencia de presiones de vapor de los dos metales. A una determinada temperatura de fusión, el aluminio se evapora más rápido que el titanio. Este problema no se presenta cuando los materiales se pulverizan.

La cantidad del elemento introducido influye fuertemente en el comportamiento frente al desgaste. Se han generado investigaciones con elementos como Zr, Hf, V, Nb, Cr, Mo, W, Al y Si, con un metal base como el Titanio en la mayoría de los casos, para algunas otras aplicaciones el Cromo ^[1]. Otros materiales sobre los cuales se ha desarrollado investigación son TiZrN y TiHfN.

Actualmente el laboratorio de Recubrimientos duros de la Universidad del Valle, desarrolla investigación para desarrollar un material ternario con excelentes propiedades mecánicas y tribológicas, utilizando Aluminio, Zirconio y Nitrógeno.

4.1.8 Nitruros cuaternarios

En Alemania se ha trabajado en el desarrollo de recubrimientos cuaternarios con Titanio (Ti), Aluminio (Al), Vanadio (V) y Nitrógeno (N), con estructura cristalina FCC. Un recubrimiento de este tipo se debe preparar preferiblemente por magnetrón sputtering. También hay registros de adiciones de Si a TiAlN, que han dado como resultado recubrimientos de dos fases nanocristalinas ^[1].

4.2 Carburos

Los nitruros y carburos de metales de transición (por ejemplo V, Ti, Hf, etc.) son ampliamente conocidos como materiales refractarios debido a su alto punto de fusión, elevada dureza y elevado módulo de Young. Sin embargo su fragilidad induce una baja resistencia a la fisuración, sobre todo cuando estos materiales se depositan sobre sustratos con un coeficiente de dilatación térmica muy diferente ^[22]. Los carburos en película delgada se crecen como compuestos de carbono con metales o metaloides. La tabla muestra los principales carburos utilizados como recubrimientos duros y las características que hace de cada uno de ellos una buena opción dependiendo del problema de desgaste al que esté sometida la pieza.

Tabla 4.2 Carburos utilizados como recubrimientos duros y sus principales características

Recubrimiento	Características
Fe ₃ C	Dureza de 17 GPa
WC	Resistencia mecánica y térmica
B ₄ C ₄	Dureza
SiC	Abrasivo, Dureza de 26 GPa
TiC	Resistencia mecánica y térmica

4.2.1 Carburo de Titanio (TiC)

Este material solo es superado por TiN en sus parámetros de deposición y características tribológicas. Como recubrimiento duro, el TiC es muy útil en aplicaciones de desgaste, en especial en reactores de fusión, depositándose en sustratos de grafito. Posee una alta temperatura de fusión, una alta dureza, un elevado Módulo de Young, una buena conductividad térmica, un número atómico pequeño, buena resistencia al choque térmico, buena resistencia física y química en los bombardeos de sputtering con partículas de alta energía [23, 24].

El proceso ARE permite la deposición de TiC compacto, duro y adherente a una temperatura menor a 450 °C [25]. Sin embargo, el TiC no ha tenido la misma aceptación en el mercado, a la obtenida por el TiN.

El TiC posee un potencial considerable como recubrimiento resistente al desgaste. A raíz de su color oscuro, comparado con un “óxido negro”, se ha sugerido depositar el TiC seguido por TiN. Estas ventajas funcionales y decorativas han sido estudiadas por Kim y Chun [26].

Nakamura desarrolló un estudio sobre la resistencia al desgaste de las películas de TiC depositado mediante varias técnicas. El valor típico de microdureza encontrado fue de 2500 HV. Los ensayos de mecanizado se realizaron sobre acero SAE 4340, el cual sin recubrir, posee un módulo de Young de 206.8 GPa y una dureza de 430 HB [27].

4.2.2 Carburo de Silicio (SiC)

Recubrimiento duro considerado como un excelente semiconductor [28, 29], debido a sus propiedades eléctricas, sin embargo es un material difícil de crecer [30]. Este material es un candidato potencial como recubrimiento, debido a sus excelentes propiedades mecánicas, estabilidad térmica y alta resistencia a la corrosión.

Como una nueva opción, ha surgido un subconjunto de SiC, películas de carburo de silicio amorfo hidrogenado (a-SiC-H), generado mediante la introducción de fracciones orgánicas durante la deposición del carburo de silicio [21]. Las películas de a-SiC-H han generado un gran interés como celda solar [31], diodos emisores de luz [32], sensores de color [33], etc. La razón, es el control sobre la deposición del Carbono en el recubrimiento.

4.2.3 Carburo de Tungsteno (WC)

Tiene una dureza en caliente mejor que HfN ^[34], siendo más de 1500 Hk a una temperatura de 800 °C y se ha sugerido como un material para reducir el desgaste cráter en el corte de los metales. Although ha realizado algunos trabajos con este material mediante procesos reactivos PVD ^[35,36] y el mayor esfuerzo ha sido en procesos de CVD^[37,38,39].

El carburo de Tungsteno cuenta con tres principales fases:

- WC con una dureza aproximada de 1700 HV
- W₂C con una dureza entre 2000 y 2500 HV
- W₃C con una dureza entre 2000 y 2500 HV

Archer muestra que la prueba de desgaste indica que estos recubrimientos son importantes en circunstancias en las que se requiere resistencia al desgaste, por ello algunos investigadores ^[40] se han concentrado en la co-deposición de WC, con el objetivo de aumentar su resistencia.

La empresa Sulzer de Austria ^[41] desarrolló una investigación para conocer el potencial de estos recubrimientos en situaciones en que la dureza es el mayor requisito. Se utilizó un abrasivo como el rubí contra superficies en movimiento, a bajas cargas. Se descubrió que el W₂C tiene uno de los índices más bajos de desgaste, entre todos los materiales sometidos a la prueba.

4.2.4 Otros carburos

Otros compuestos de carburo han sido depositados por técnicas de plasma asistido. Murayama y Takao ^[42] en un informe sintetizan las películas de SiC con una radiofrecuencia en un proceso de iones reactivos. El silicio se evapora utilizando un cañón de haz de electrones en una descarga de acetileno (C₂H₂). También se han hecho pruebas para depositar SiC mediante CVD ^[43], donde se ha encontrado que posee una gran resistencia al desgaste erosivo en la superficie.

Aubert ^[44] depositó CrC por la técnica de magnetron sputtering. Estos recubrimientos poseen una dureza de hasta 3500 HV y muestra excelentes propiedades frente al desgaste de fatiga y corrosivo.

Bunshah ^[45] discute la reacción en la deposición de varios compuestos refractarios, entre ellos ZrC. Este trabajo en una de las primeras investigaciones en este campo, en condiciones de ionización. Por esta razón, para aumentar la dureza se requerían temperaturas de trabajo superiores a 1100 °C. Sin embargo, dado que otras deposiciones se hacen a bajas temperaturas, por ejemplo el TiN, sería necesario reducirla al menos a 500 °C.

Otro carburo producido en el laboratorio Bunsha'h ^[46] en el TaC. Una vez más, la morfología y la dureza fue muy influenciada por la temperatura de la deposición. Las películas depositadas Ta₂C y TaC produjeron durezas de 2442 Hk y 2287 Hk respectivamente.

Referencias

- ¹ “Nuevos materiales superduros”, F. J. Espinoza Beltrán, J. González Hernández, Unidad Querétaro del Cinvestav, 2002
- ² Artículo de Enciclopedia Virtual Encarta 2009
- ³ “Recubrimientos duros de las herramientas de producción en serie mediante la Deposición Física de Vapor PVD”, C. A. Anaya, Laboratorio de Recubrimientos Duros CDT-ASTIN SENA, 2009
- ⁴ W. F. Weston, T. C. Baker, C.O. Smith, A. L. Chavez, V. K. Grotzky y J. F. Capes, J Vac Sci Technol, 1978
- ⁵ S. Komiya, S. Ono, N. Umezu y T. Narusawa, Thin Solid Films, 1977
- ⁶ A. Aubert, R. Gillet, A. Gaucher y J. P. Terrat, Thin Solid Films, 1983
- ⁷ L. F. Mondolfo, Aluminium Alloys, Butterworths, Londres, 1976
- ⁸ M. T. Wauk y D. K. Winslow, Appl Phys Letters, 1968
- ⁹ T. Shoisaki, M. Adachi y A. Kowabata, Thin Solid Films, 1982
- ¹⁰ R. G. Duckworth, Thin Solid Films, 1981
- ¹¹ O. Gafri, A. Grill, D. Itzhak, A. Inspektor y R. Avni, Thin Solid Films, 1980
- ¹² M. D. Wiggins, C. R. Aita y F. S. Hickernell, J Vac Sic Technol, 1984
- ¹³ F. M. Busch y I. A. Devynk, Silic, 1962
- ¹⁴ E. H. Lee y H. Poppa, J Vac Sci Technol, 1977
- ¹⁵ M. D. Wiggins, C. R. Aita y F. S. Hickernell, J Vac Sic Technol, 1984
- ¹⁶ L. Chopra, V. Agarwal, V. D. Vankar y C. V. Deshpandi, Proc of the Int Con fon Thin Films, 1984
- ¹⁷ “Silicon Nitride films by chemical vapor deposition in fluidized bed reactors at atmospheric pressure”, J. Perez, S. Borros, J. A. Picas, A. Forn, C. Colominas, 2005
- ¹⁸ J. W. Klaus, A. W. Ott, A. C. Dillon, S. M. George, Surf Sci, 1998
- ¹⁹ A. Sanjurjo, K. Lau, B. Wood, Surf Coat Technol, 1989
- ²⁰ “Effects of nitrogen flow on R.F. reactive magnetron sputtered Silicon Nitride films on high speed steel”, B. S. Yau, J. L. Huang, 2004
- ²¹ A. Grill y P. R. Aron, Thin Solid Films, 1982

-
- ²² “Concepción y preparación de un recubrimiento protector en forma de película composito a base de Carburo de Titanio”, J. A. Montes de Oca, J. A. Galaviz, Centro de Investigación en Ciencia Aplicada y Tecnología Avanzada, México, 2007
- ²³ “Titanium Carbide coatings fabricated by the Vacuum plasma spraying process”, D. J. Varacalle, L. B. Lundberg, H. Herman, G. Bancke, 1996
- ²⁴ “Handbook of refractory carbides and nitrides. Properties, characteristics, processing and applications”, H. O. Pierson, Noyes Publications, USA, 1996
- ²⁵ R. F. Bunshah y A. C. Raghuram, J Vac Sci Technol, 1977
- ²⁶ M. S. Kim y J. S. Chun, Thin Solid Films, 1983
- ²⁷ “Tribología en aceros con tratamientos superficiales Tipo Duplex”, M. R. Cruz, M. H. Stia, J. Feugeas, Facultad de Ingeniería, Universidad Central de Venezuela, 2005
- ²⁸ “Open-air laser-induced chemical vapor deposition of Silicon Carbide coatings”, C. J. Jensen, W. K. Chiu, 2006
- ²⁹ “Growth of the Carbide, nitride and oxide of Silicom by plasma immersion ion implantation”, K. Voltz, W. Ensinger, 2002
- ³⁰ H. Matsunami, T. Kimoto, Mater Sci Eng, 1997
- ³¹ Y. Kuwano, M. Ohnishi, S. Tsuda, Y. Hamkawa, J. Appl, Phys, 1982
- ³² D. Kruangam, T. Endo, W. Guang-Pu, S. Nonomura, H. Okamoto, Y. Hamkawa, J. Non-Cryst, Solid, 1985
- ³³ “Technology and Applications of Amorphous Silicon”, F. Palma, Berlin, 2000
- ³⁴ Anon. Teledyne Firth Sterling Report, 1979
- ³⁵ M. Fukutomi, M. Fujitsuke, M. Kitujima, T. Shikama y M. Okada, Thin Solid Films, 1981
- ³⁶ K. T. Taylor, Thin Solid Films, 1977
- ³⁷ N. J. Archer y K. K. Yee, Wear, 1978
- ³⁸ J. J. Stiglich y D. G. Bhat, Thin Solid Films, 1980
- ³⁹ D. G. Bhat y R.A. Holzol, Thin Solid Films, 1982
- ⁴⁰ K. T. Taylor, Thin Solid Films, 1977
- ⁴¹ G. Stahl y H. Beutler, Sulzer Tech Rev, 1976
- ⁴² Y. Murayama y Takao, Thin Solid Films, 1977

⁴³ J. J. Stiglich y D. G. Bhat, Thin Solid Films, 1980

⁴⁴ A. Aubert, R. Gillet, A. Gaucher y J. P. Terrat, Thin Solid Films, 1983

⁴⁵ R. F. Bunshah, R. Nimmagadda, W. Dunford, B. A. Movchan, A. V. Demchishin y N. A. Chursanov, Thin Solid Films, 1978

⁴⁶ W. Grossklaus y R. F. Bunshah, J Vac Sci Technol, 1975

CAPÍTULO 5

PROPIEDADES MECÁNICAS DE LOS RECUBRIMIENTOS DUROS

Las propiedades mecánicas de los materiales estudian la relación entre las fuerzas que se les aplica y su respuesta en forma de deformación y/o fractura. Estas propiedades hacen referencia a la dureza y la capacidad elástica de cada estructura ^[1]. Este capítulo es un estudio de cada una de estas propiedades en materiales en bloque y en películas delgadas.

5.1 Dureza (H)

Propiedad física de un cuerpo que se conceptualiza como la resistencia del mismo a ser rayado o penetrado por un cuerpo puntiagudo de otro material ^[2]. También, se puede definir como la resistencia que presenta el material a la deformación local (elástica y/o plástica) producida por la presión que ejerce sobre él una punta. Esta característica no es propia del material, ya que su valor depende del método que se esté utilizando en su medición.

La dureza se determina mediante la siguiente ecuación:

$$H = \frac{P}{A} \quad 5.1$$

Donde:

H: Dureza en Newton/metro² ó Pascales

P: Carga aplicada en Newton (N)

A: Área de la huella o impronta residual en metros (m)

Uno de los primeros trabajos para determinar la dureza es el scratch, en el cual se determina si un material es capaz o no de rayar a otro. A partir de ese concepto, Mohs elaboró una escala de 1 a 10 para evaluar la dureza de los materiales, la Tabla 5.1 muestra la clasificación.

Tabla 5.1 La dureza de un material determina su durabilidad. La escala de Mohs se utiliza para evaluar la dureza relativa de una muestra al realizar pruebas de rayado sobre ella ^[3].

MINERAL	DUREZA	PRUEBA COMÚN
Talco	1	Se raya con una uña
Yeso	2	
Calcita	3	Se raya con una moneda de cobre
Fluorita	4	Se raya con la hoja de un cuchillo o el cristal de una ventana
Apatito	5	
Feldespato	6	Raya una hoja de cuchillo o el cristal de una ventana
Cuarzo	7	
Topacio	8	
Corindón	9	
Diamante	10	Raya todos los materiales comunes

Para realizar las mediciones de dureza con técnicas convencionales se hace uso de un objeto penetrador, llamado indentador, el cual puede presentar diferentes formas: esférica, cónica o piramidal. El indentador es sometido a un peso o carga y es presionado durante un tiempo específico sobre el cuerpo al cuál se le va a calcular su dureza, que será función de la carga aplicada y del tamaño de la huella dejada por el indentador sobre el cuerpo.

5.1.1 Normas usadas para hallar la dureza en los materiales

5.1.1.1 Dureza Brinell (HB): Esta prueba hace uso de un indentador, hecho de acero endurecido o de carburo de Tungsteno, cuya forma es esférica y con un diámetro de 10 mm ^[4] (Ver Figura 5.1).

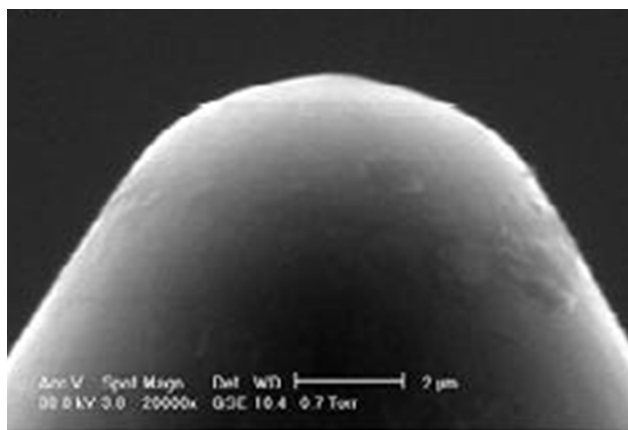


Figura 5.1: Imagen de la cabeza del indentador usado para medir Dureza Brinell.

Este método presenta deficiencias, no permite ensayar probetas cuya dureza se aproxime a la dureza de la bola, porque esta sufriría deformaciones que alteran los resultados del ensayo. La bola de acero limita la prueba a durezas máximas de 400 ó 500 HB y las bolas de carburo a durezas de 650 HB ^[2]. Además, la medición del diámetro de la huella o impronta algunas veces no es exacta, ya que el material desalojado por el indentador se acumula cerca de los bordes de la impronta ^[5].

Las cargas normalizadas están entre 500 y 3000 kg en incrementos de 500 kg. Durante el ensayo la carga se mantiene constante durante un tiempo entre 10 y 30 segundos. El número de dureza Brinell HB es función de la carga y del diámetro de la huella dejada por el indentador ^[2], y se determina mediante la siguiente ecuación:

$$HB = \frac{P}{\frac{\pi \cdot D}{2} (D + \sqrt{D^2 - d^2})} \quad 5.2$$

Donde:

HB: Dureza Brinell

P: Carga aplicada en Kilopondio (kp)

D: Diámetro del indentador esférico en milímetros (mm)

d: Diámetro de la huella residual en milímetros (mm)

5.1.1.2 Dureza Vickers (HV): Este ensayo, conocido como ensayo universal a la hora de medir dureza de materiales, cuenta con un indentador de forma piramidal, elaborado de diamante, de base cuadrada, con un ángulo de base de 136° . (Ver figura 5.2)

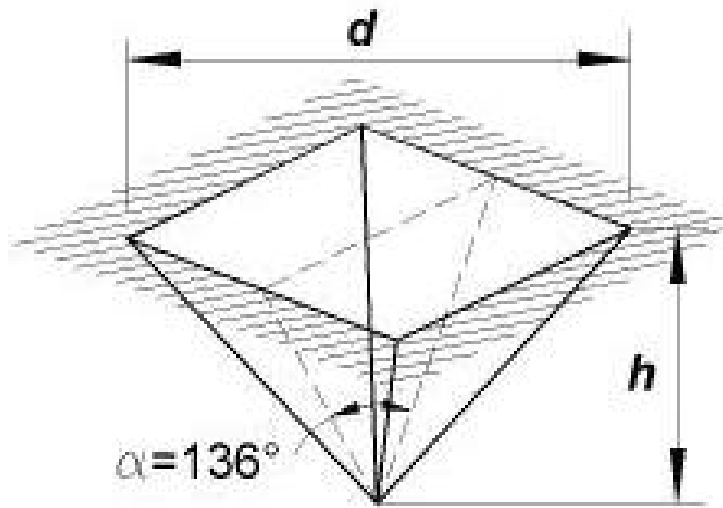


Figura 5.2: Esquema de la cabeza del indentador utilizado en las mediciones de Dureza Vickers

Este ensayo es útil en láminas tan delgadas como de 0.006 pulgadas ($1,524 \cdot 10^{-4}$ m). Los valores de carga van desde 1 gf hasta 120 Kgf. La Dureza Vickers es una mejora al ensayo de Dureza Brinell y es recomendado para durezas superiores a 500 HB.

Ventajas del indentador piramidal ^[2]:

- Improntas perfiladas y cómodas para medir
- Formas de improntas geoméricamente semejantes, entonces la dureza de un material es constante, independiente de la magnitud de la carga.
- Sus resultados coinciden con los de Dureza Brinell en materiales de dureza media.
- Aplicable con éxito en materiales blandos y duros, sobre todo en probetas delgadas y capas superficiales.

El número de Dureza Vickers HV se obtiene reemplazando el valor de la carga aplicada sobre el indentador y la distancia promedio de d_1 y d_2 (Ver Figura 5.3) en la siguiente ecuación:

$$HV = 1,8544 \frac{P}{d^2} \quad 5.3$$

P: Carga aplicada

d: Media aritmética de los valores hallados en el microscopio de d_1 y d_2

Notación de Dureza Vickers:

440 HV 30 indica una dureza de 440 bajo carga de 30 Kgf, en un tiempo de 10 a 15 segundos.

440 HV 30/20 indica dureza Vickers de 440 con una carga de 30 Kgf en un tiempo de 20 segundos.

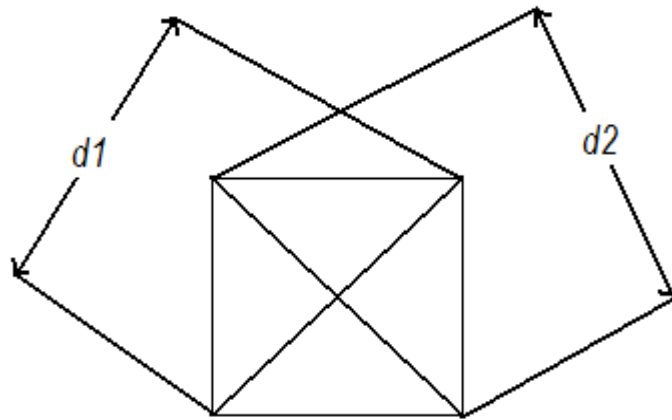


Figura 5.3: Esquema que muestra la técnica para realizar las mediciones de d_1 y d_2

Al escoger la magnitud de la carga a aplicar es necesario tener en cuenta que un valor muy grande puede causar que el indentador penetre más allá de la película y si es muy pequeña es muy difícil de medir. Las mediciones de dureza del recubrimiento duro, no deben superar un margen del 10% del espesor de la película, para que los resultados obtenidos sean únicamente correspondientes a ella, ya que si este margen es superado, los resultados harán parte de la influencia del sustrato en el recubrimiento duro. Si la carga es muy pequeña, la huella dejada por el indentador también lo será, esto dificulta la observación y medición de la impronta en el microscopio óptico o electrónico de barrido (SEM).

Procedimiento para medir dureza Vickers:

Para obtener la dureza Vickers se aplica una carga constante P sobre el indentador, que debe estar perpendicular a la base del material sobre el cual se realizará la medición. La carga se mantiene aplicada durante un tiempo determinado con anterioridad. Cumplido el tiempo se retira el indentador y se miden las dos diagonales de la impronta dejada en el material, con la ayuda de un microscopio (Ver figura 5.3). Los valores d y P se sustituyen en la ecuación. Es necesario realizar varias repeticiones del procedimiento y promediar estos resultados, para así obtener un valor más preciso. Las probetas deben acondicionarse en un buen soporte, de tal manera que no se muevan durante la prueba ^[2]. (Ver Figura 5.4)

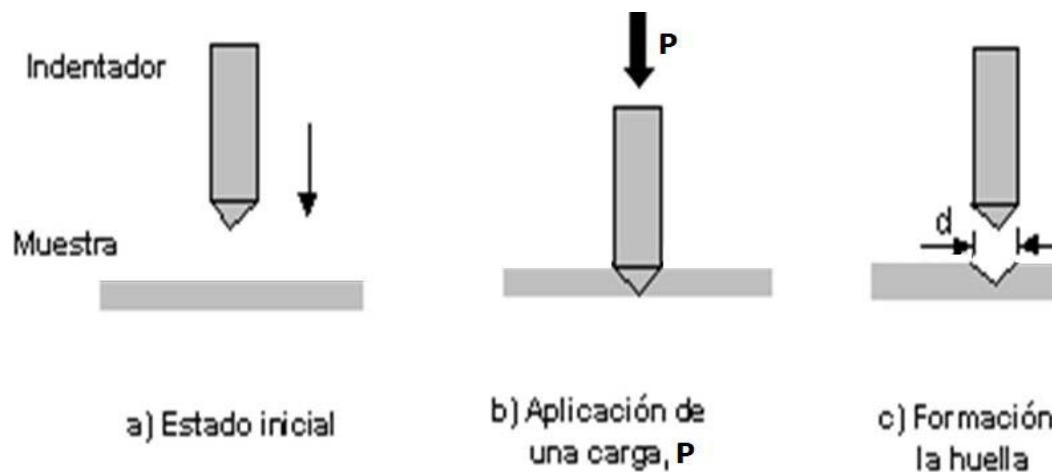


Figura 5.4 Muestra paso a paso el proceso que se debe seguir para indentar con los parámetros de Dureza Vickers

5.2 Módulo de Young o elasticidad (E)

Propiedad intrínseca del material, relacionada con el tipo de enlace entre los átomos y moléculas que lo componen. Los tipos de enlace covalente, que son los más fuertes, son los que presentan valores de módulo de elasticidad o Young más elevados y son los materiales más resistentes a las deformaciones ^[1]. El ejemplo más típico es el comportamiento del diamante, un sólido con enlace covalente y un módulo de elasticidad muy alto. Los enlaces metálicos, en cambio son más débiles, con módulos de elasticidad del orden de 100 GPa.

Tradicionalmente, uno de los ensayos más utilizados para determinar el módulo de Young es el mencionado a continuación:

5.2.1 *Ensayo de Tensión Uniaxial:* Se somete la muestra, la cual debe tener forma de barra cilíndrica o cuadrada, a una fuerza de extensión variable, la cual le crea una deformación creciente. La relación lineal que existe entre el esfuerzo aplicado al material σ (Fuerza P por unidad de superficie perpendicular a ella) y la deformación producida ϵ (cociente entre el cambio de la dimensión de la barra y su valor original) ^[6] permite determinar el coeficiente de elasticidad del material que compone la barra (Ver figura 5.5).

Las definiciones de tensión σ y deformación ϵ sufridas por la barra se pueden resumir en las siguientes ecuaciones:

$$\sigma = P/A \quad 5.4$$

$$\epsilon = \Delta L/L \quad 5.5$$

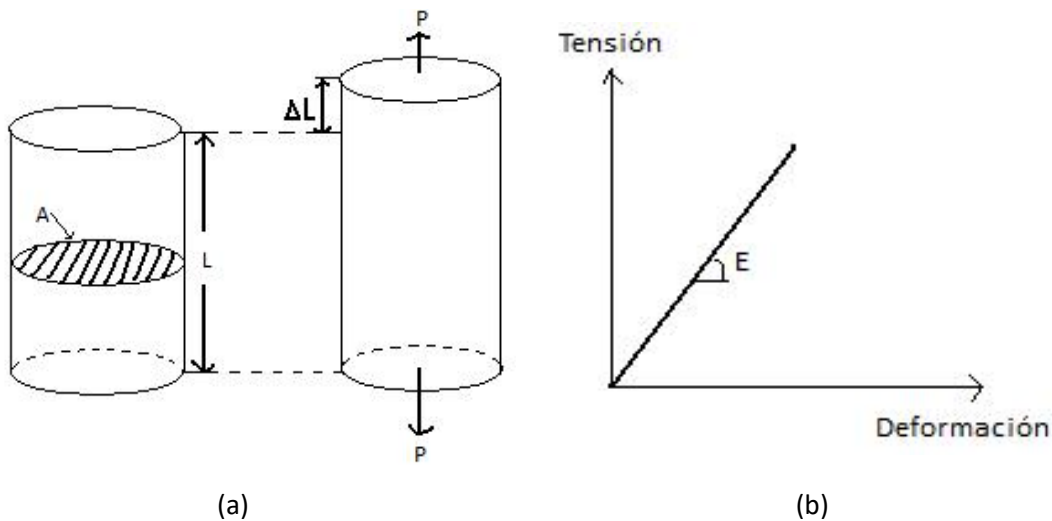


Figura 5.5: (a) Elemento sometido a carga – descarga de tipo axial. (b) Comportamiento de la deformación elástica sufrida por el material

5.3 MÉTODOS ACTUALES PARA MEDIR PROPIEDADES MECÁNICAS EN LOS RECUBRIMIENTOS DUROS

5.3.1 Nanoindentación

Los modelos mencionados anteriormente son utilizados para materiales en bloque o películas de espesores no tan delgados, por lo tanto no son utilizados en películas delgadas de espesores de orden micro y nanométrico, es por ello que se han desarrollado

nuevos ensayos como lo es Nanoindentación. Este mecanismo es utilizado para la medición del Módulo de Young o de elasticidad y Dureza, simultáneamente. Se conoce bajo el nombre de Nanoindentación porque el tamaño de la huella residual es demasiado pequeña comparada con las huellas dejadas por los equipos mencionados anteriormente para medir dureza Brinell o Vickers. Estos equipos permiten hallar la dureza y módulo de elasticidad mediante curvas de Fuerza vs Penetración, sin necesidad de observar la impronta, sólo realizando un análisis de la gráfica obtenida.

Las cargas corresponden a valores muy reducidos, del orden de los mN, para evitar la influencia del sustrato. Generalmente, se tiene en cuenta el criterio de que el indentador no debe penetrar más de un 10% del espesor de la película para evitar la influencia del sustrato en los valores a medir ^[7].

El ensayo de Nanoindentación consiste en presionar una punta (indentador) contra la superficie de la muestra a ensayar, con un incremento constante de carga hasta alcanzar un valor determinado, así mismo la carga disminuye en un proceso similar al que ocurre en el incremento (Ver Figura 5.6). El indentador se retira cuando la fuerza Normal aplicada ha llegado a cero. En tiempo real se registra la profundidad de penetración del indentador en la muestra y la fuerza normal aplicada durante el ciclo carga-descarga. La curva que representa la penetración del indentador en función de la carga aplicada se denomina **curva de carga-descarga** (Ver Figura 5.7).

Para un análisis carga-descarga con indentador de diamante de geometría cónica, conocido como indentador Berkovich, se obtienen los resultados mostrados a continuación:

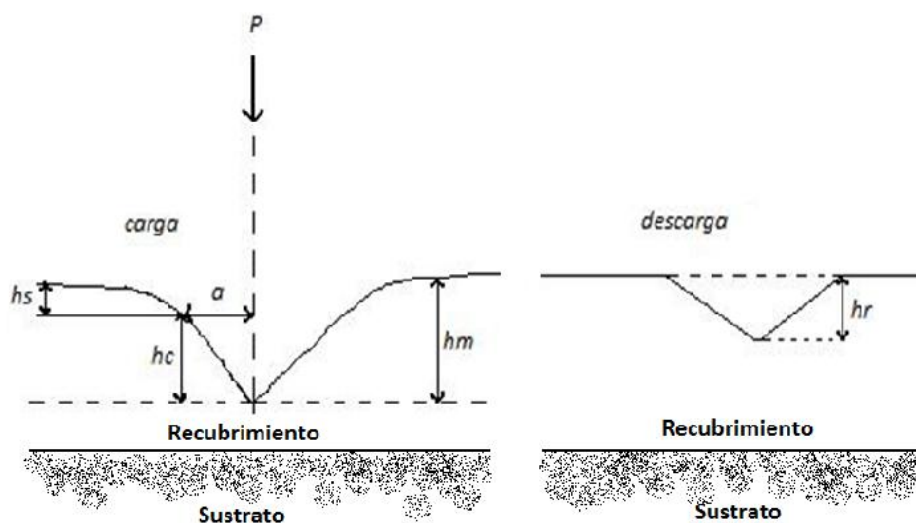


Figura 5.6 Esquema del proceso de carga – descarga en la técnica de Nanoindentación

Una curva de indentación muestra la relación entre la profundidad de penetración, h , y la carga o fuerza Normal aplicada, P , medida de forma continua, durante el proceso de indentación.

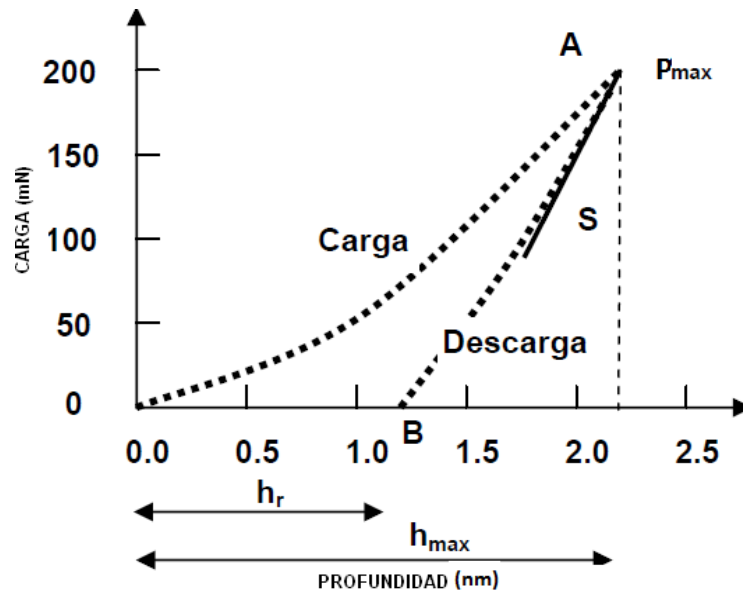


Figura 5.7 Curva de Nanoindentación, conocida con el nombre de Curva Carga- Descarga

En las figuras 5.6 y 5.7 se observan diferentes variables cuantitativas involucradas en el cálculo de dureza y módulo de elasticidad, a continuación se describe la importancia de cada una de ellas ^[1]:

h_m : Penetración máxima: Profundidad de penetración del indentador en la muestra, con la carga máxima.

h_r : Penetración residual: Profundidad de la impronta que queda en la muestra luego de retirado el indentador.

h_c : Penetración de contacto: Profundidad en la que la muestra y el indentador se mantienen en contacto.

h_s : Penetración de recuperación elástica: Desplazamiento de la superficie, producto de la deflexión elástica de la muestra.

P: Carga aplicada

a: Radio de contacto: Distancia horizontal entre el eje del indentador y el perímetro de la zona de contacto muestra-indentador, con la carga máxima aplicada.

5.3.1.1 Ecuaciones relacionadas con la Técnica de Nanoindentación ^[8]

Cuando el indentador penetra en la película delgada, ocurre una deformación plástica y elástica que genera una huella de la misma forma que la cabeza del indentador, pero que disminuirá al retirarlo debido a la recuperación elástica. La curva carga –descarga,

obtenida durante el proceso permite determinar Dureza (H) y Módulo de Elasticidad (E). La dureza se determina con la ecuación mencionada anteriormente,

$$H = \frac{P}{A}$$

Donde P es la carga aplicada perpendicularmente a la superficie de la película y A es el área proyectada a carga máxima, antes de retirar el indentador.

Para determinar el Módulo de Elasticidad es necesario primero hallar la Rigidez de contacto S y el módulo de elasticidad reducido E*, que hace referencia al módulo de elasticidad generado por el contacto entre la película y el indentador.

$$S = \left. \frac{dP}{dh} \right|_{h=h_{max}} \quad 5.6$$

$$E^* = \frac{\sqrt{\pi} S}{2\beta \sqrt{A}} \quad 5.7$$

β es la constante del indentador, para indentadores Berkovich corresponde a un valor de 1.05. Finalmente, el Módulo de Elasticidad E, está dado por la ecuación:

$$\frac{1}{E^*} = \frac{1-\nu}{E} + \frac{1-\nu_i}{E_i} \quad 5.8$$

ν y ν_i son los coeficientes de Poisson del recubrimiento y del indentador, respectivamente. Cuando la película es de un material cerámico el coeficiente tiene un valor de 0.25 y para el indentador Berkovich cuyo material es el diamante, el coeficiente tendrá un valor de 0.07. E_i es el Módulo de Elasticidad del diamante, correspondiente a 114 GPa.

5.3.1.2 El proceso descrito es tan importante para determinar propiedades mecánicas en los recubrimientos duros, que dispone de diversos equipos para llevar a cabo sus mediciones. A continuación describiremos el funcionamiento de dos de los más utilizados en Universidades españolas:

5.3.1.2.1 NanoTest 300 ^[9], fabricado por Micromaterials Ltda.: Censa el movimiento de una punta de diamante en contacto con una superficie. Al hacer una medida de Nanoindentación se aplica una carga incremental y se registra la penetración del diamante en la superficie.

El NanoTest utiliza un péndulo que gira sobre un pivote sin fricción. El péndulo tiene una bobina en la parte superior que, en presencia de una corriente, es atraída por un imán permanente, produciendo un movimiento de la punta de diamante hacia la muestra y una penetración en su superficie. El desplazamiento del diamante se mide mediante un condensador de placas paralelas, uno de los cuales se mueve solidariamente con el soporte del diamante. Cuando el diamante se mueve, la capacidad cambia y esta variación se mide mediante un puente de capacidades. (Ver figura 5.8)

El diamante es de tipo Berkovich, admitiendo un margen de cargas de 0-250 mN y profundidades de 0-50 nm. El proceso de medida se hace automáticamente por un PC y un software que permite la programación de los parámetros de control, presentación e impresión de resultados [7].

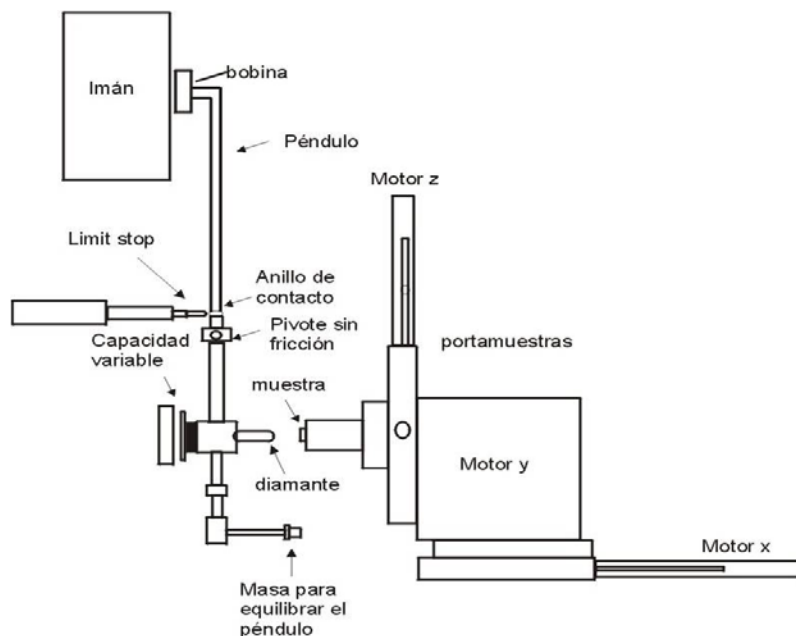


Figura 5.8 Esquema del indentador NanoTest 300, utilizado para realizar mediciones de Dureza y módulo de Elasticidad

5.3.1.2.2 Nanoindenter XP, fabricado por MTS Systems Corporation: Equipo con extrema precisión y sensibilidad, lo que hace necesario aislarlo del medio, mediante una mesa antivibratoria y una cabina de aislamiento térmico-acústico. El equipo consta de varias unidades:

- Ordenador donde se encuentra instalado el software que permite ingresar los parámetros de ensayo (tipo de punta, calibración, etc.) y las variables de ensayo (carga máxima, tiempo hasta alcanzar carga máxima, tiempo de permanencia de carga máxima, etc.).
- Módulo de control y adquisición de datos
- Módulo no usado en este ensayo
- Controla la luminosidad de visualización de la zona de indentación a través del microscopio óptico.
- La zona de Nanoindentación consta del nanoindentador, de un microscopio óptico con dos oculares de diversos aumentos, 100 y 400, un porta-muestras que permite alojar 6 muestras de geometría variable, una mesa anti-vibratoria y una cabina de aislamiento termo-acústica.

La fuerza es aplicada al indentador mediante una corriente que pasa a través de una bobina situada dentro de un imán circular, así la fuerza aplicada es directamente proporcional a la corriente. El valor máximo de fuerza se alcanza en un solo ciclo y transcurridos 30 segundos. La fuerza máxima aplicable es de 500 mN y la mínima es de 0.1 mN, en un tiempo mínimo transcurrido para alcanzar el valor máximo de la carga de 15 segundos. El número de ciclos para el proceso carga-descarga está limitado a 20.

Para realizar la medición del desplazamiento del indentador el sistema consta de 3 platos capacitivos, 2 externos fijos con un orificio que permite el paso del soporte del indentador y uno fijo al cuerpo del indentador, llamado también galga de desplazamiento capacitivo, el cual se desplaza verticalmente entre los dos platos fijos. El conjunto plato-indentador está soportado por 2 muelles. La máxima profundidad que puede alcanzar la huella marcada es de 500 μm ^[10] (Ver Figura 5.9).

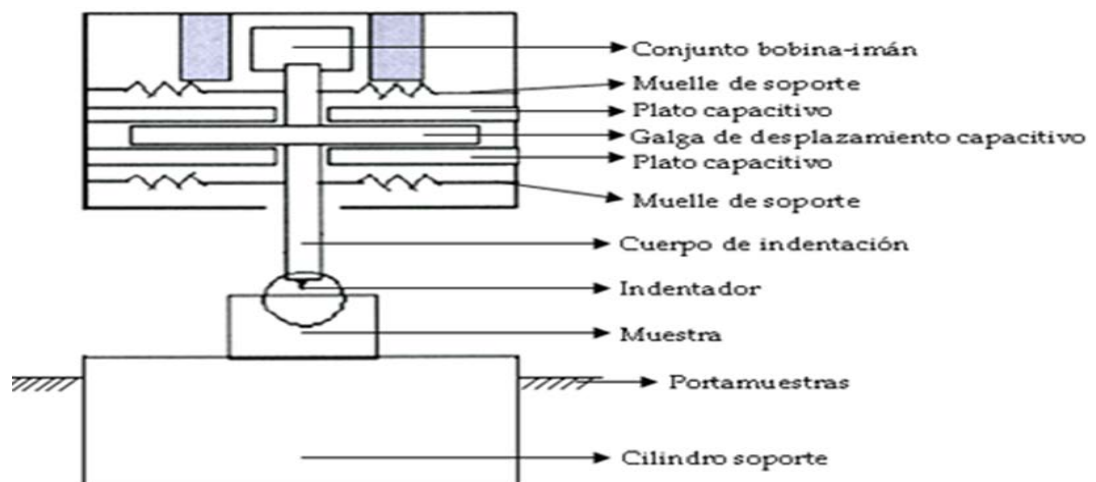


Figura 5.9 Esquema del Nanoindentador XP, utilizado para realizar mediciones de Dureza y módulo de Elasticidad

Referencias

- ¹ “Caracterización Mecánica y Tribológica de Materiales en Capa Fina”, E. Martínez Fraiz, Tesis de grado para optar por el grado de Doctora, universidad de Barcelona, 2000
- ² “Dureza Vickers”, G. Calle Trujillo y E. Henao, UTP Laboratorio de Resistencia de Materiales
- ³ Enciclopedia Visual Encarta 2009, Dureza de Mohs, Fecha de acceso: Noviembre de 2009
- ⁴ “Tecnología de Alto Vacío”, A. F. Talledo Coronado, Asamblea Nacional de Lectores, 2004
- ⁵ “Nanoindentación en materiales cerámicos: Efecto de la carga y de la geometría del Indentador”, A. Rico, E. Otero, M. A. Garrido y J. Rodríguez, Departamento de Ciencia e Ingeniería de Materiales, Universidad Rey Juan Carlos
- ⁶ “Caracterización de las Propiedades Tribológicas de los Recubrimientos Duros”, M.A. Gómez Botero, Tesis de grado para optar por el grado de Doctora, 2005
- ⁷ “La Nanoindentación” O. Sánchez Garrido, Artículo
- ⁸ Nanocaracterización de Recubrimientos de TiN, CrN y ZrN sintetizados por Pulverización Catódica Reactiva, C. A. Barbosa, A. Rubén, F. Sequeda, Universidad del Valle, 2009
- ⁹ “Micro Materials, Measuring Nanotechnology: The Nano test”, B. Beake, 2008
- ¹⁰ Universidad Rey Juan Carlos, Departamento de Ciencia e Ingeniería de Materiales, Nanoindentador XP, www.urj.es/z_files/da_infor/WebLabu/inventarios, Fecha de acceso: Diciembre de 2009

CAPÍTULO 6

PROPIEDADES TRIBOLÓGICAS DE LOS RECUBRIMIENTOS DUROS

6.1 TRIBOLOGÍA

El concepto de “tribología” fue usado por primera vez en un informe elaborado por la comisión del Ministerio de Educación y Ciencia de Gran Bretaña el 9 de marzo de 1966, conociéndose esta fecha, como el nacimiento de la tribología como una nueva disciplina científica. La tribología es una ciencia multidisciplinaria que incluye la hidromecánica, la mecánica del cuerpo sólido, la ciencia de los materiales, la química, la física, la matemática y la computación. La palabra tribología se refiere a la técnica que estudia los fenómenos que se producen cuando dos superficies están en contacto y movimiento, es decir, fricción, adhesión y desgaste abrasivo.

Para realizar mediciones en las diferentes juntas son necesarios instrumentos con un alto grado de precisión, debido al rápido movimiento registrado en los lectores de los sistemas de almacenamiento magnético. Algunos casos en los cuales se presenta movimiento entre dos superficies en contacto, se presentan en nuestra cotidianidad (Ver grafica 6.1), por ejemplo el movimiento de contacto generado en procesos biológicos que implican cuchillas quirúrgicas y taladros dentales, que son usados en juntas en animales y humanos. Una rueda en un camino y el movimiento de los zapatos en el pavimento representan contactos tribológicos fuertes, mientras que el esquiar sobre la nieve es considerado un contacto tribológico débil. Con un grado de flexibilidad, es considerado el movimiento involuntario entre las contracasas de las juntas de los huesos humanos.

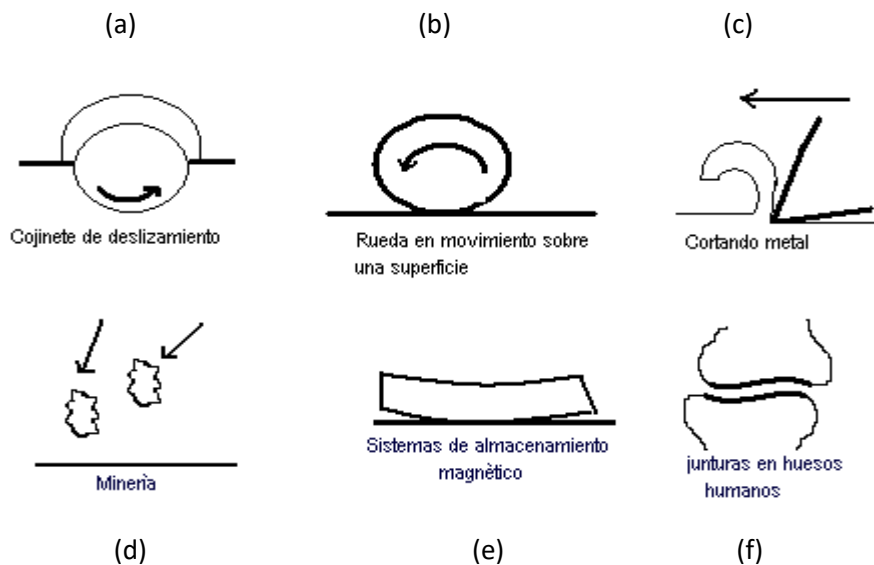


Figura 6.1 Diferentes condiciones de interacción entre superficies en movimiento

Otros procesos de interacción de superficies ocurren a nivel industrial, pero en todo medio donde hay piezas en contacto y expuestas a movimientos, hay presencia de parámetros influyentes, los cuales están clasificados como factores de entrada, factores internos y factores de salida ^[1, 2].

Factores de entrada:

- Velocidad
- Fuerza normal
- Materiales
- Lubricante
- Temperatura
- Geometría
- Medio ambiente

Factores internos:

- Cambio en la rugosidad
- Cambio en propiedades de la película
- Transferencia de calor
- Cambios estructurales
- Cambios en propiedades mecánicas
- Acumulación de vacancias y dislocaciones

Factores de salida:

- Fuerza de Fricción
- Rango de Desgaste

Muchos materiales, en condiciones de contacto y con parámetros de entrada medioambientales, influyen las propiedades dinámicas tribofísicas y químicas en procesos de contacto con presencia de fricción y desgaste. Los estudios realizados en las últimas décadas han demostrado que en los procesos tribológicos es esencial considerar no sólo la interacción entre sólidos, sino también la de éstos con el medio ambiente, lo cual puede variar totalmente las propiedades de la superficie ^[1].

6.1.1 *Características de las superficies*

Una superficie metálica para propósitos ingenieriles presenta perfiles con colinas y valles, por ello se usan parámetros que cuantifican estas asperezas, sin embargo, ha sido imposible hallar un parámetro propio que sea único y satisfaga la necesidad de caracterizar la superficie rugosa con respecto a la influencia generada por la fricción y el desgaste. En contactos lubricados, solo es necesario seguir la dirección de la ranura de la superficie ^[2].

Cuando una superficie está sobre otra, el primer contacto entre las superficies, se presenta en el punto máximo de las mismas. Dos superficies metálicas presentan un área real de contacto, que solo es el 10% del área de las superficies.

La física y química natural de las superficies depende de la composición del material y de las circunstancias medio ambientales. Finalmente los componentes mecánicos de las capas

superficiales cuentan con propiedades diferentes al material en bloque. En la capa superficial metálica se puede generar un óxido metálico (Ver Figura 6.2), por ejemplo el hierro puede producir los siguientes óxidos superficiales: Fe_2O_3 , Fe_3O_4 y FeO .

Los óxidos presentes en las aleaciones superficiales dependen de la concentración de elementos aleatorios, la afinidad del oxígeno, la habilidad del oxígeno de difundirse entre las capas superficiales y la segregación de aleaciones constituyentes en la superficie.

Sobre la capa de óxido es formada una capa de absorción de gases y la culminación del proceso es la capa contaminante.

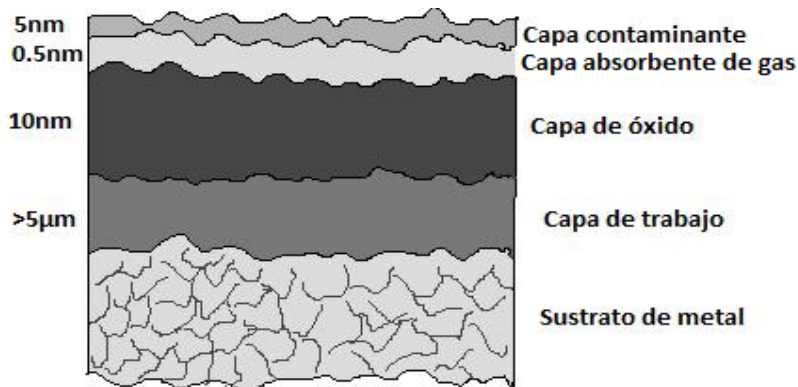


Figura 6.2: La superficie de un metal consta de una capa de trabajo, una de óxido, una absorbente de gas y una contaminante. La capa de óxido puede penetrar al sustrato, dependiendo del metal

El estudio del área de contacto entre las caras, es una parte importante del estudio tribológico de desgaste y fricción, debido a que las superficies de los cuerpos sólidos no son totalmente lisas, al observarlas por microscopía se observa en ellas rugosidad superficial y microrrelieves. Se dice entonces que el contacto no es continuo, solo ciertas partes de la superficie entran en contacto. La suma de estas áreas discretas de contacto forma el área real de contacto, que definen las partes de la superficie donde existe una fuerte interacción entre los cuerpos ^[1].

El daño superficial de los sólidos durante el deslizamiento (desgaste) está estrechamente relacionado con la magnitud del área real de contacto, ya que los elementos sometidos a esfuerzos en las capas cercanas a la superficie se determinan por las dimensiones de dicha área.

Las propiedades tribológicas de los materiales se clasifican de la siguiente manera:

6.2 DESGASTE

En los últimos tiempos la energía consumida por máquinas y equipos, en masa, y la producción seriada se han incrementado significativamente, así mismo han surgido nuevos procesos de producción que incluyen condiciones severas de trabajo; de tal forma que se hace necesario

dedicar una atención especial al diseño de maquinarias de gran duración. El análisis efectuado sobre las razones o causas de daños de las máquinas y mecanismos ha mostrado que el 75% de los casos de fallo se debe al desgaste de las superficies en rozamiento. Así, el elevar la resistencia al desgaste de las máquinas es uno de los factores fundamentales para aumentar su vida útil. Sin embargo, es imposible lograr esto, sin desarrollar métodos de cálculos ingenieriles del desgaste que tengan en cuenta las características físico-mecánicas de los materiales y las condiciones de operación en los sistemas deslizantes, como la velocidad, la carga, las condiciones de la superficie de fricción, la lubricación y el medio ambiente. Es importante mencionar algunos principios que hay que tener en cuenta al establecer los cálculos y que se apartan de los criterios tradicionales del cálculo de resistencia.

- El volumen de material que soporta la carga en el contacto deslizante no es constante y varía de acuerdo a la presión, la rugosidad de las superficies en rozamiento y la presencia de películas en las superficies.
- El contacto real entre sólidos es discreto y se deforman microvolúmenes del material, para los cuales hablando estrictamente, la hipótesis de cuerpos homogéneos isotrópicos usada en la mecánica clásica de los cuerpos deformables, es inaplicable.
- En contraste con cálculos de resistencia, (donde los cuerpos no se facturan) en desgaste, es esencial la condición de los procesos de fractura.
- Las propiedades de los materiales que toman parte en el deslizamiento, difieren frecuentemente de la de los materiales originales, ya que ellas varían durante el proceso, de forma tal que las condiciones de rotura del material varían de acuerdo a esto.

Debido a estos principios ^[1], los estudios físicos-químicos y físico-mecánicos de la cinética de las capas superficiales y la naturaleza del daño ocasionada a ellas, son especialmente importantes.

El desgaste se define como la remoción de partículas de la superficie de una pieza por acción de fuerzas de fricción, combinada algunas veces con fuerzas de impacto y/o corrosión ^[2].

Los dos, fricción y desgaste, son simultáneamente el resultado del mismo proceso del contacto tribológico, originado en el movimiento de dos superficies. En las interacciones, una baja fricción corresponde a un bajo desgaste, una alta fricción a un alto desgaste, sin embargo esta no es una regla general.

El método por el cual el material es removido de la superficie, es descrito por diversos mecanismos de desgaste y se basa en cómo queda la superficie luego del contacto, y no en los mecanismos físicos y químicos del material removido. Las condiciones generadas en el desgaste y las interrelaciones entre los parámetros que influyen se pueden describir por modelos matemáticos ^[3].

Los mecanismos de desgaste se clasifican en ^[3]:

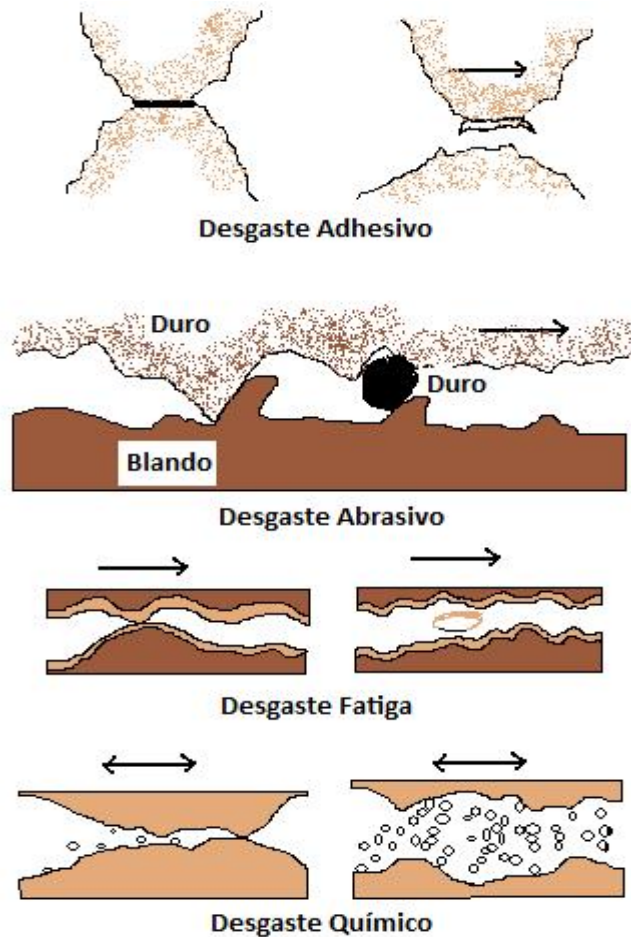


Figura 6.3 Mecanismos básicos de desgaste (a) Adhesivo, (b) Abrasivo, (c) Fatiga y (d) Químico

- 6.2.1 **Desgaste adhesivo:** Cuando asperezas de una superficie entran en contacto con asperezas de la contracara ellas se adhieren fuertemente a las presentes en la junta. Un movimiento tangencial de la superficie causa separación en la junta y desprendimiento de material, el cual es removido. (Ver Figura 6.3 (a))
Las propiedades del material superficial, en desgaste adhesivo, estarían posiblemente protegiendo o contaminando la superficie de la película, jugando así, un papel importante.
- 6.2.2 **Desgaste abrasivo:** Ocurre cuando una superficie es considerada endurecedora de otra, o cuando partículas duras están introducidas entre las superficies en contacto. Las asperezas

endurecidas de la superficie están presentes en la superficie blanda, generando en ella una repuesta plástica.

Cuando la superficie dura se mueve tangencialmente, asperezas y material blando removido forman ranuras o rayado en la superficie final. (Ver Figura 6.3 (b))

Dependiendo de la geometría de la superficie dura y el grado de penetración, el material removido puede tomar diferentes formas.

La causa de la sustitución del 50% de los elementos de máquinas en la industria y el transporte es el desgaste abrasivo, pudiendo llegar al 85% en caso de la maquinaria agrícola ^[4]. La prueba utilizada para evaluar la resistencia a la abrasión de películas delgadas ^[8], se conoce con el nombre de Prueba de Cráter; fue desarrollada en la Universidad de Uppsala, Suecia ^[5,6,7] (Ver Figura 6.5)

- 6.2.3 Desgaste por delaminación y fatiga:** La formación de grietas por fatiga es un fenómeno generado en procesos de carga y descarga de una superficie a nivel de la fuerza que pueda soportar, sin necesidad de repetirlo muchas veces. El desgaste por fatiga genera grandes grietas y la formación del material residual (debris), mostrado en la Figura 6.3 (c). Este es el causante de las fallas en sistemas de rodamiento y engranajes en los puntos donde existe el contacto.

La tensión máxima de corte se produce alrededor de un tercio de longitud de profundidad desde el punto de contacto en la superficie para el caso del material puro y se mueve hacia la misma superficie con el aumento de la fuerza. Cuando los coeficientes de fricción son mayores de 0,32 la tensión máxima se produce en la superficie (Schouten, 1973).

El desgaste por delaminación es un tipo de desgaste por fatiga producido a escala microscópica cuando ocurren contactos de asperezas que se deslizan sobre las de otra superficie. La formación de grietas no se produce cerca de la superficie, ya que la carga de compresión triaxial se presenta debajo de la región de contacto. Además, la carga y la deformación provoca fisuras que se extienden generando fisuras vecinas. Las grietas tienden a propagarse paralelamente a la superficie, creando delaminación tipo hoja, largas y delgadas. (Ver Figura 6.4)

- 6.2.4 Desgaste químico:** Generado por reacciones químicas que se producen en el contacto superficial por el uso de productos químicos, iniciadas por la influencia del medio ambiente y combinadas con mecanismos de contacto mecánico. Este proceso se puede observar la figura 6.3 (d).

Combinado con las reacciones químicas de contacto, el frotar, resulta en remoción del material y formación de residuos (debris), además, produce un aumento en la temperatura de la superficie, crea grietas que desencadenan en más remociones químicas.

Por otra parte, las reacciones químicas ocurridas en la superficie la harán más débil, entonces se reducirá su resistencia a la formación de grietas y pérdidas de material (Czichos 1978, Buckley 1981).

El desgaste por oxidación es el más común de los producidos por desgaste químico. Forma una capa de óxidos en la parte superior de las superficies metálicas. Esta capa es importante para proteger las superficies de la fricción y el desgaste, ya que logra disminuirlos. (Quinn 1983, Sullivan 1987, Tratados de los aspectos térmicos 1985)

En algunos casos, el desgaste es producido por la inestabilidad química de los materiales. Ejemplo de esto es el corte de materiales (Ver Figura 6.1(c)), proceso en el que la herramienta se mueve rápidamente a lo largo de la superficie a cortar. Si la temperatura alcanza en el punto de contacto superficie-herramienta una temperatura de 700 grados Celsius, la herramienta puede fundirse parcialmente. Este proceso da lugar a dos tipos de desgaste, debido a la inestabilidad química (Suh 1986). El primero es la disolución de la materia que compone la herramienta, el segundo es la difusión de los elementos del material que conforma la pieza, lo que lleva al debilitamiento y fracaso final de la herramienta de corte.

Se ha discutido si el desgaste químico debe ser clasificado como un mecanismo diferente de desgaste, por lo que las acciones químicas se combinan e interactúan con los otros mecanismos de desgaste. Si no hay presente ningún otro mecanismo de desgaste mecánico, como adhesivo, abrasivo o fatiga, sólo se trata de corrosión de la superficie.

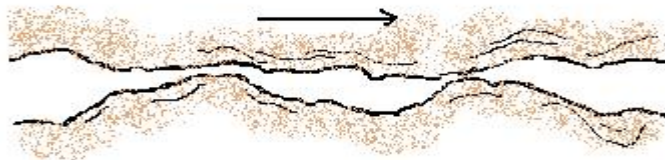


Figura 6.4: Grietas generadas por desgaste delaminar

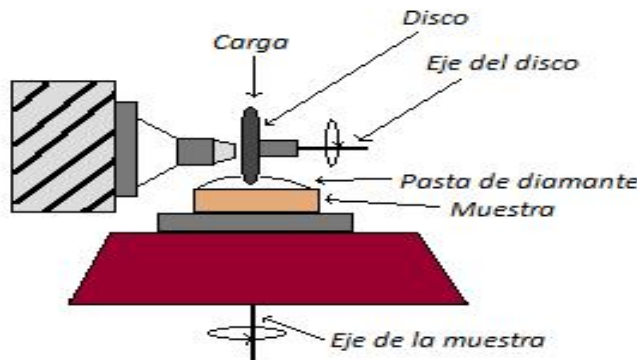


Figura 6.5 Esquema del arreglo experimental para la Prueba de Cráter

6.2.5 **Ecuaciones de desgaste:** Debido a la complejidad del proceso de desgaste, por su dependencia de los materiales, las condiciones de contacto y parámetros ambientales, no se ha podido formular una ecuación universal de desgaste. Numerosos autores han desarrollado ecuaciones, las cuales son limitadas en su rango de validez.

Un enfoque general lo dan Lim y Ashby (1987), cuando muestran los rangos de validez de 6 modos de usos diferentes de desgaste en contacto y velocidad normalizada. Es posible observar algunas características comunes al analizar las ecuaciones de desgaste. A menudo, el volumen usado es proporcional a la carga normal y la distancia recorrida inversamente proporcional a la dureza del material. Esta relación la observó Holm (1946) y Archard (1953), y se puede formular así:

$$V = K' \frac{P * s}{H} \quad 6.1$$

Donde:

V: Volumen gastado

H: Dureza

P: Fuerza normal o carga aplicada

K': Constante

s: Distancia recorrida

6.2.6 **Tasa de desgaste:** Para determinar el diseño y el material de la pieza, con fines de desarrollo, es necesario tener en cuenta parámetros cuantitativos universales para el desgaste. El volumen del material extraído no es útil, debido a que las condiciones de prueba son diferentes a las del uso de la herramienta. La relación de desgaste definida por Holm se utiliza para determinar la tasa de desgaste (denominado también coeficiente de desgaste), que es un valor práctico y general. La tasa de desgaste K, es el valor de la constante K' dividido por la dureza H. Entonces, la tasa de desgaste es:

$$K = \frac{V}{P * s} \quad 6.2$$

Medida en dimensiones de $10^{-6} \text{ mm}^3/\text{Nm}$

Todas las industrias presentan continuamente problemas de desgaste. Excesivos desgastes causan grandes pérdidas debido a:

- Paradas de producción no planificadas
- Reemplazos repetitivos de piezas costosas
- Costos elevados por mantenimientos no planificados

- Pérdidas por no eficiencia de la producción
- Pérdidas de ventas por pobre rendimiento en la producción

Los diferentes centros de investigación se han dado a la tarea de buscar soluciones a esta dificultad que acarrea tantos apuros a las industrias en general. Dentro de las más aceptadas está el uso de recubrimientos duros. Con el fin de garantizar su eficacia y lograr obtener la mejor opción a la hora de seleccionar el tipo de material a usar y teniendo en cuenta el tipo de desgaste que presenta la pieza, se han estandarizado ensayos de acuerdo a las necesidades de las industrias, ya que cada pieza puede presentar una dificultad específica, según la función que cumpla dentro de la herramienta.

6.3 Adhesión

Es muy importante cuando se refiere a recubrimientos y a su respectivo sustrato, pero lo es más cuando este recubrimiento está en una pieza de aplicaciones mecánicas como herramientas de corte, donde esta va a estar en contacto, va a sufrir tensiones y compresiones con otros cuerpos.

La adhesión se define como la fuerza o trabajo requerido para desprender una capa del sustrato ^[8], esto se puede observar en la Figura 6.6.

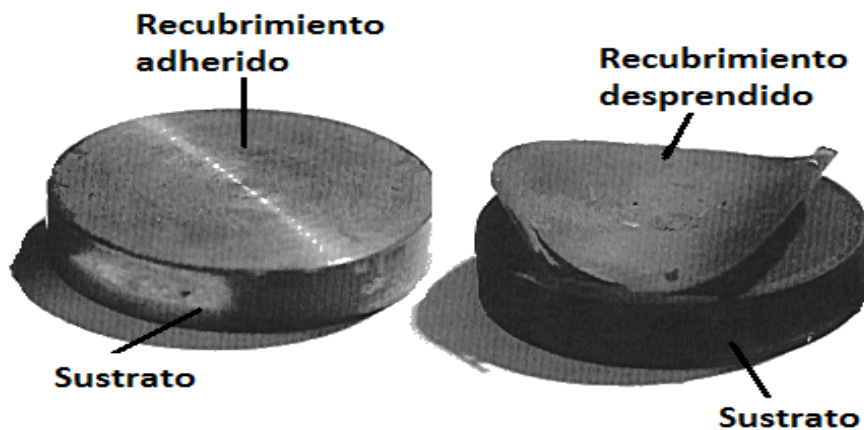


Figura 6.6 Representación gráfica del desprendimiento que sufre un recubrimiento del sustrato

6.3.1 Técnicas para determinar el coeficiente adhesivo en los Recubrimientos Duros: Para determinar la adhesión de un recubrimiento al sustrato se han desarrollado diversas técnicas, algunas de ellas son ^[8]:

6.3.1.1 Pull-off test: Consiste en enganchar un cilindro metálico con un adhesivo, que generalmente es epoxi (polímero que se endurece con un agente catalizador o

endurecedor), a la superficie del sistema a estudiar. Cuando el adhesivo está seco se ejerce una fuerza de tracción sobre el cilindro para separarlo del sistema (Ver figura 6.7).

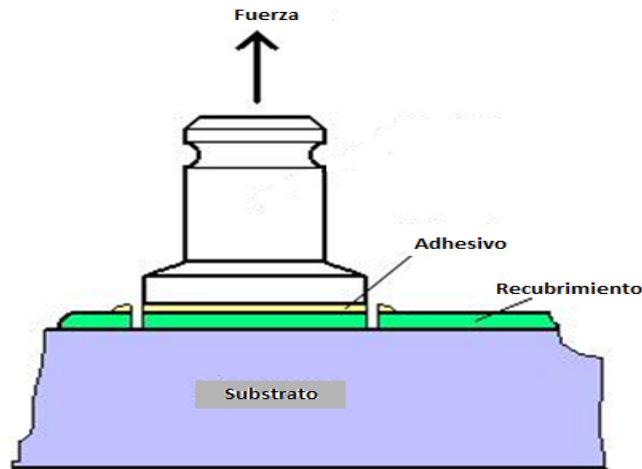


Figura 6.7 Esquema donde se observa el procedimiento a desarrollar en el ensayo Pull-off Test

6.3.1.2 Blister test (Delaminación por gas a presión): Se hace un pequeño orificio en el sustrato, por el que se introduce aire hasta la interface. La capa se desprende por efecto de la presión ejercida por el aire ^[8]. (Ver Figura 6.8)

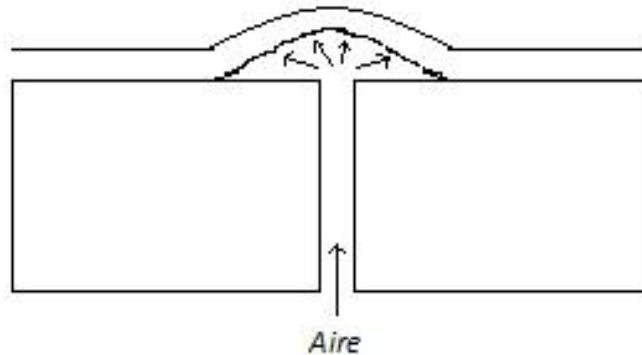


Figura 6.8 Esquema donde se observa el procedimiento a desarrollar en el ensayo Blister Test

6.3.1.3 Rayado con indentador tipo diamante (Scratch test): El ensayo más habitual para mediciones de adherencia en capas finas es el método de rayado con punta de diamante. Este método, que aun no está estandarizado, es el mejor establecido y el más discutido en este campo ^[9]. Consiste en deslizar una esfera de diamante con radio de 0.2 mm, sobre la superficie. Se aplica una fuerza normal que se incrementa gradualmente hasta que la capa se desprende del sustrato. La carga que produce el desprendimiento se conoce como **carga crítica L_c** y es el resultado cuantitativo del ensayo película-sustrato. Además es interesante, conocer como resultado cualitativo el daño que ha sufrido el sistema, por medio de la observación del rayado en un S.E.M. Durante el proceso de rayado es posible registrar la fuerza tangencial que experimenta el indentador (fricción), también es posible

registrar la penetración del indentador y la carga normal en cada instante del ensayo. Algunos instrumentos permiten escuchar los sonidos producidos durante el ensayo (Ver Figura 6.9). Los datos obtenidos se contrastan con lo observado en el microscopio.

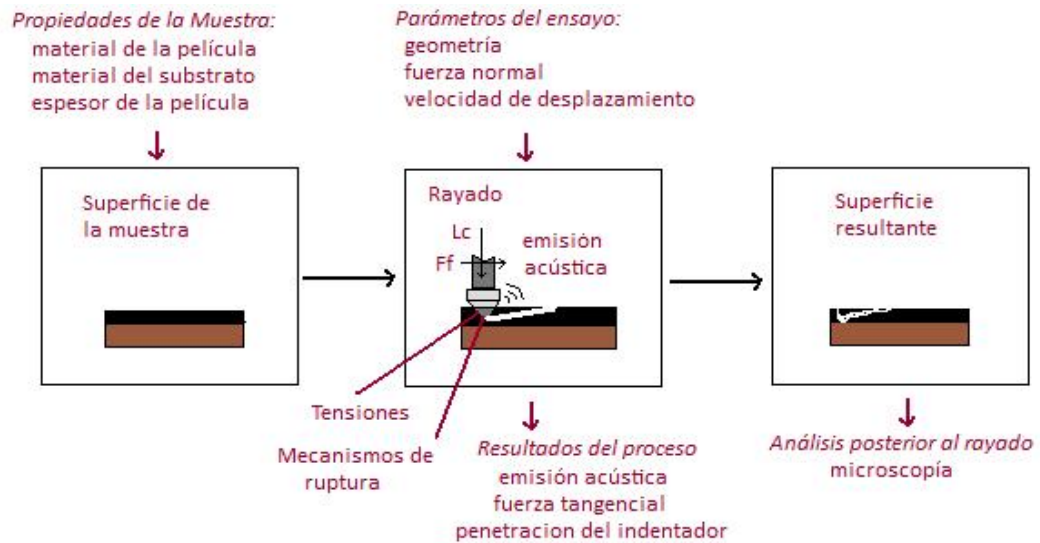


Figura 6.9 Esquema donde se muestra el paso a paso a desarrollar en el ensayo de Rayado para determinar coeficiente de Adhesión. Muestra las variables cualitativas y cuantitativas presentes en la técnica.

Para recubrimientos duros es necesario emplear fuerzas más elevadas para conseguir el desprendimiento o reducir el radio del indentador, con el propósito de que aumente la presión.

El valor de la Carga crítica L_c depende de parámetros, que interfieren en su determinación ^[5]:

- Las propiedades del sustrato: Dureza, módulo de elasticidad y rugosidad. La carga crítica aumenta cuando aumenta la dureza y disminuye con el aumento de la rugosidad.
- Propiedades del Recubrimiento: Dureza, módulo de elasticidad, espesor y rugosidad. Con el aumento de la dureza y el espesor de la película, aumenta la carga crítica. La rugosidad provoca puntos de ruptura que dificultan la definición de la carga crítica.
- Radio del indentador, velocidad de rayado, velocidad de carga y condiciones ambientales.

6.3.1.3.1 Características del rayado

Para entender lo que ocurre durante el proceso de rayado es necesario separar los diferentes aspectos que lo componen ^[10]:

La interacción entre la punta del diamante y la muestra es muy compleja tal y como se ve en la figura 6.10

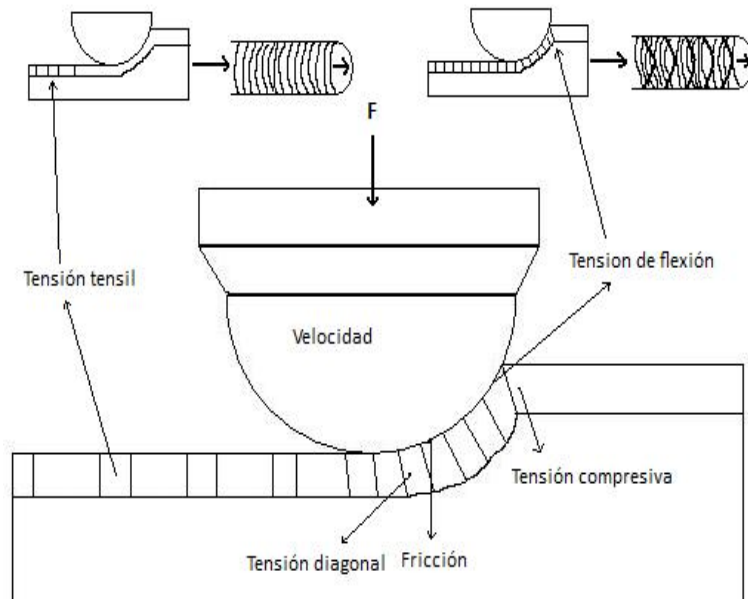


Figura 6.10 Esquema de la distribución de tensiones durante el procedimiento de scratch

Se observa en la figura 6.10 que la presión ejercida por la punta de diamante y su avance horizontal crean unos estados de tensiones compresivas en la parte delantera del diamante según el sentido de avance, que puedan dar lugar a una serie de roturas. Mientras, por la parte trasera del diamante aparecen tensiones tensiles que pueden provocar roturas con curvatura contraria a los anteriores. Las roturas y deformaciones laterales (no se muestran en la figura por simplicidad) serán causadas por la fricción entre el diamante y la superficie y aparecerán en los lugares de contacto entre el diamante y el material. Esta situación se complica, si se tiene en cuenta que el recubrimiento posee de por sí una tensión residual.

Además, al tener dos superficies en movimiento relativo una respecto de la otra, los fenómenos que tengan lugar estarán también influenciados por la fuerza que presiona las dos superficies una contra la otra. Esta fuerza normal y la forma de las superficies determinan la presión de contacto, mientras que la fuerza de fricción que resiste el movimiento es una fuerza adicional tangencial en el área de contacto.

La presión de contacto creará tensiones y deformaciones en el material cerca del contacto. Los diferentes materiales responden de formas también diferentes al ser presionados y, según este comportamiento se clasifican en materiales elásticos, plásticos y viscosos.

Las deformaciones elásticas vienen caracterizadas por una relación lineal entre las tensiones aplicadas y las deformaciones producidas, además tienen carácter reversible. En el caso de las

deformaciones plásticas, la relación entre la tensión y la deformación es más compleja y las deformaciones persisten incluso después de eliminar la carga.

Cuando el nivel de tensiones en el material excede un valor crítico se dice que el material fluye y tiene lugar una fractura, que puede ser causada por un exceso de tensiones. En ocasiones, esta fractura se propaga en un área mayor en la cual resulta material liberado y se crean partículas que provocarán el desgaste de la superficie.

6.3.1.3.2 Mecanismos de fallo^[11]

La manera como falla un sistema depende de su naturaleza y su estado energético original antes de la prueba: energía media de enlace capa/sustrato y energía de las tensiones residuales capa/sustrato.

Los principales mecanismos de desprendimiento se deben a la falta de cohesión de la capa (fallo cohesivo) y a su falta de adhesión al sustrato (fallo adhesivo). En el primer caso se da lugar a roturas y luego al desprendimiento de partículas de la capa sin que se llegue a descubrir el sustrato, como se observa en la figura 6.11(a) y 6.11(b). En el segundo caso aparece una ruptura de la interface y al desprenderse partículas dejarán al sustrato al descubierto. (Ver figura 6.11(c) y 6.11(d))

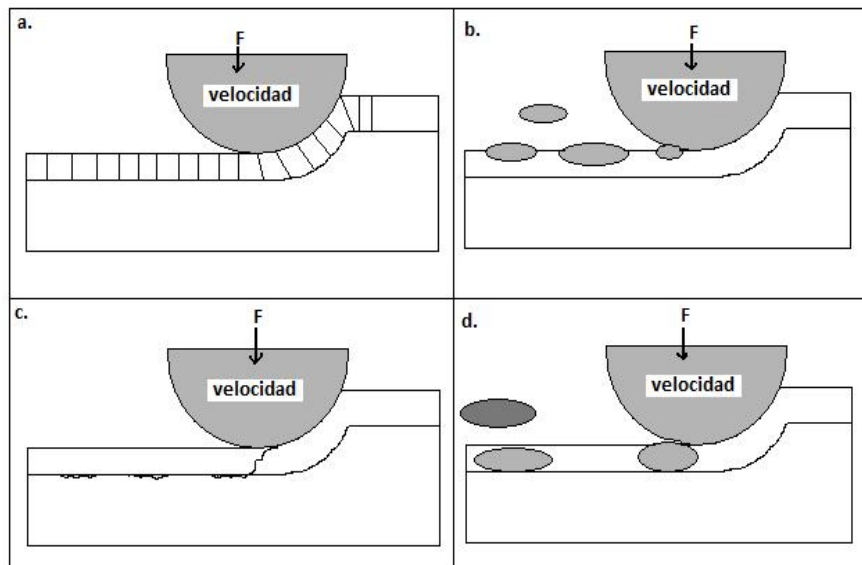


Figura 6.11 Representación de los distintos mecanismos de fallo. (a) Cohesión sin desprendimiento de partículas (b) cohesión con desprendimiento de partículas (c) Adhesión sin desprendimiento de partículas (d) Adhesión con desprendimiento de partículas.

Para establecer los mecanismos de ruptura y desprendimiento se necesita clasificar los tipos de fallos encontrados en un test de rayado. La figura 6.12 muestra la clasificación

hecha por Hedenqvist ^[13] según la cual se tienen cuatro principales grupos, cada uno con tres subgrupos.

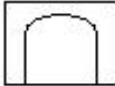
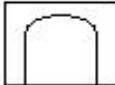
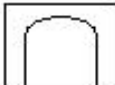


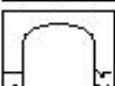
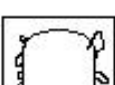





	Mecanismos	Acrónimo
	Deformación plástica suave	MPD
	Deformación plástica pronunciada	PPD
	Deformación antideslizante	SSD
	Agrietamiento paralelo exterior	EPC
	Agrietamiento transversal interior	ITC
	Agrietamiento transversal externo	ETC
	Remoción de debris del recubrimiento	CDR
	Arranque de viruta discontinua	DCR
	Arranque de viruta continua	CCR
	Descamación paralela	SPF
	Descamación lateral de costado	SLF
	Descamación lateral delantera	FLF

Figura 6.12 Clasificación de los diferentes mecanismos de ruptura según Hendenqvist ^[11]

La figura 6.13 muestra el resultado de un test de rayado sobre Nitruro de Titanio; prueba realizada en el laboratorio RDAI de la Universidad del Valle, enmarcado en uno de sus procesos de investigación.

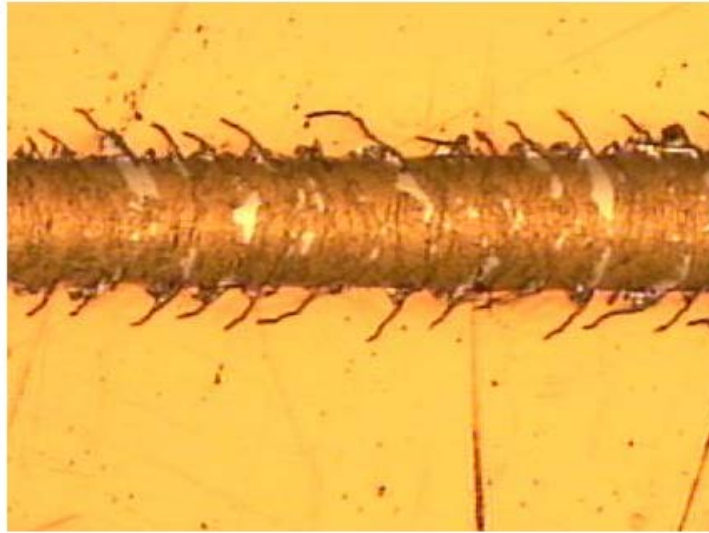


Figura 6.13 Imagen de un test de rayado (scratch test) sobre TiN

6.3.1.4 Ensayo estático con indentador Rockwell: En este caso se trata de presionar la muestra recubierta con un indentador Rockwell con cargas del orden de 20 a 60 Kgf y después observar en el microscopio electrónico las partículas en forma de escamas que se desprenden de la película ^[8]. (Ver Figura 6.14)

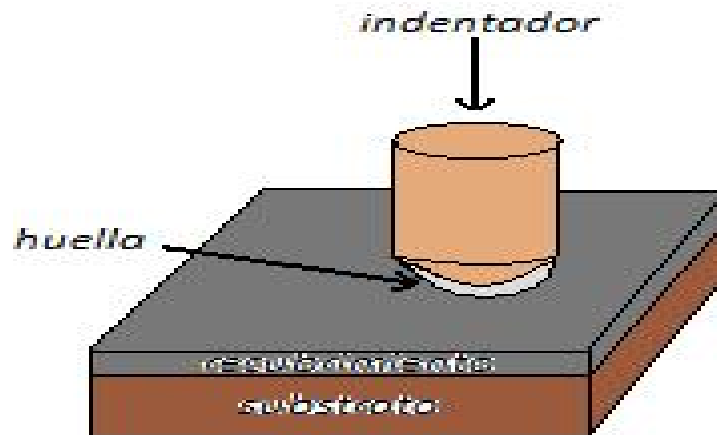


Figura 6.14 Esquema donde se observa el procedimiento a desarrollar en el ensayo estático con indentador Rockwell

6.4 COEFICIENTE DE FRICCIÓN

La fricción es, junto con el desgaste, una de las llamadas propiedades tribológicas de los materiales. Se define como la resistencia tangencial experimentada por un cuerpo que se encuentra en movimiento relativo con otro ^[2]. Caracteriza el contacto entre dos superficies en

movimiento. La fricción es la resistencia tangencial al movimiento que experimenta un cuerpo con respecto a otros ^[12]. El coeficiente de fricción entre dos cuerpos, simbolizado con la letra μ , se define como:

$$\mu = \frac{F}{N} \quad 6.3$$

Donde:

F: Fuerza de fricción o tangencial en Newton

N: Fuerza normal en Newton

Los valores de este coeficiente de fricción varían según la situación de fricción, si es fricción estática, fricción dinámica (situación considerada en este trabajo) o fricción bajo lubricación; será diferente también, al cambiar las superficies de contacto ^[11].

Los mecanismos tradicionales de fricción consisten en deslizar cuerpos en contacto y explicar los efectos adhesivos entre asperezas superficiales. Cuando uno de los cuerpos se mueve en sentido tangencial al otro, las juntas micro-soldadas se rompen por la potencia generado para resistir el movimiento (Ver figura 6.15).

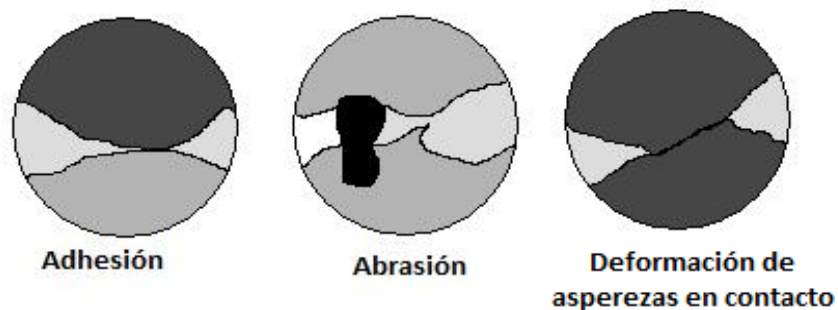


Figura 6.15: Representación esquemática de los tres mecanismos que contribuyen a la fricción entre las dos superficies

6.4.1 Los métodos más comunes para determinar el coeficiente de fricción μ , son:

6.4.1.1 Bola sobre disco: La técnica ball on disk que traduce al español bola sobre disco, es usada ampliamente para hallar el coeficiente de fricción cinético ^[13, 14, 15], que es el presente entre dos cuerpos en contacto y movimiento. El equipo consta de una bola de 5 a 10 mm de diámetro que se mantiene fija en la parte inferior de un eje sometido a cargas de 1 a 10 N. La muestra gira a una cierta velocidad, durante un número de veces, respecto a un eje

paralelo al que sostiene la bola, obteniéndose así, una huella de trayectoria circular [4].
(Ver Figura 6.16)

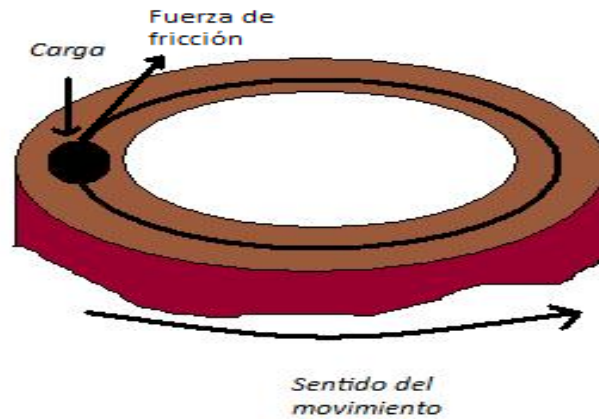


Figura 6.16: Esquema que muestra el principio de funcionamiento del Ensayo Bola sobre disco para determinar coeficiente de fricción en una película delgada

Un sensor de fuerza permite determinar la fuerza de fricción y como la fuerza normal es conocida, se determina el coeficiente de fricción μ basado en la siguiente ecuación:

$$F = \mu N \quad 6.4$$

6.4.1.2 Rayado: La técnica scratch que traduce al español rayado, consiste en rayar el material, el cual está acoplado a un sensor que mide fuerzas tangenciales entre el indentador y el material. Para evaluar μ , es diferente el proceso al caso anterior, ya que sólo es una raya en el material, aunque se puede repetir varias veces (Ver figura 6.17).

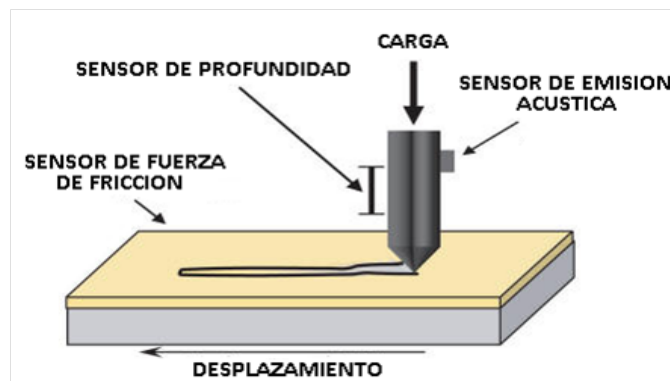


Figura 6.17 Esquema del procedimiento realizado para conocer el coeficiente de fricción de una película delgada por el método de rayado

Para este proceso se hace uso de un indentador tipo diamante. Como el sensor del equipo mide la fuerza tangencial o de fricción y se conoce la carga máxima aplicada en el proceso de rayado, es posible conocer el coeficiente de fricción, aplicando la ecuación 6.3.

Referencias

- ¹ “La Tribología: Ciencia y Técnica para el mantenimiento”, F. Martínez Pérez, Grupo Noriega Editores, México, 1997
- ² Artículo elaborado por Ing. Edgardo Tabichi Matsumoto. Departamento Académico de Ingeniería Metalúrgica. UNMSM
- ³ “Hard Coatings by PVD Techniques”. A. Matthews, W. D. Sproul, England, 1998
- ⁴ “Aspectos teóricos sobre el desgaste abrasivo en los elementos de trabajo de las maquinas agrícolas en Cuba”, I. Macías Socarrás, Departamento de Mecanización, Facultad de Ingeniería, Universidad Granma, Cuba, 2008
- ⁵ “Surface and Coatings Technology”, Volumen 97, U. Wiklund, P. Hedenqvist, S. Hogmark, 1997
- ⁶ “Surface and Coatings Technology”, Volumen 50, A. Lassman, S. Jacobson, L. Erickson, P. Hedenqvist y M. Olsson, 1991
- ⁷ “Surface and Coatings Technology”, Volumen 90, R. Gahlin, M. Larsson, P. Hedenqvist, S. Jacobson, S. Hogmark, 1997
- ⁸ “Tecnología de Alto Vacío”, A. F. Talledo Coronado, Asamblea Nacional de Lectores, 2004
- ⁹ “Fresenius J. Anal. Chem”, G. Berg, C. Friedrich, E. Broszeit, 1997
- ¹⁰ “Medidas de Adhesión y Fricción mediante el Método de Scratch - Test”, J. E. Pujol, E. M. Frainz, Departamento de Física Aplicada y Óptica, Universidad de Barcelona, 1998
- ¹¹ “Experiences from scratch testing of tribological PVD coating”, Hedenqvist, S. Hogmark. Tribology International Vol 30, 1997
- ¹² “Propiedades mecánicas y tribológicas de Recubrimientos Duros” Artículo, C. A. Rincón, Corporación Universitaria Autónoma de Occidente Colombia, Centro Nacional de alta tecnología San José de Costa Rica, 2000
- ¹³ “Mechanics and Tribology of Micro-and Nanolayered PVD coatings”, U. Wiklund, Ph. D. Thesis, Uppsala University, 1999
- ¹⁴ “Surface and Coatings Technology”, Volumen 88, Takadoun, H. Houmid Bennani, M. Allouard, 1996
- ¹⁵ “Surface and Coatings Technology”, Volumen 76, 77, G. A. Garnizo-Demo, F. L. Lama, 1995

CAPÍTULO 7

ALGUNOS LABORATORIOS ASOCIADOS A LA DEPOSICIÓN DE RECUBRIMIENTOS DUROS EN EL SUR-OCCIDENTE COLOMBIANO

7.1 CENTRO DE DESARROLLO TECNOLÓGICO Y ASISTENCIA TÉCNICA A LA INDUSTRIA (CDT ASTIN)

El CDT ASTIN está situado en la ciudad de Cali y forma parte integral del SENA Regional Valle. Esta ubicación lo compromete en primer lugar con el desarrollo industrial, económico y social del Valle del Cauca, pero también lo vincula inseparablemente con la formación profesional y la formación de pequeña y mediana empresa.

El Centro ASTIN nació en 1.975 con base en un Convenio de Cooperación Técnica Internacional entre el SENA (Colombia) y la GTZ (Alemania). Se inició como un Programa de Asistencia Técnica a la Industria Metalmeccánica del Valle del Cauca, que comprendía asesoría organizativa, solución de problemas en máquinas y procesos, construcción de prototipos, capacitación de personal de la empresa, servicios de taller e información técnica ^[1].

Dentro de los servicios que ofrece, el CDT Astin del Sena, está la elaboración de recubrimientos duros, materiales depositados en herramientas utilizadas en la elaboración de productos en las industrias del sur-occidente colombiano.

Una empresa que cuente con problemas graves de desgaste y desee atenuarlo, lo puede hacer en el CDT Astin, donde ellos cuentan con un catálogo de servicios, brindándole al cliente el servicio de recubrimientos que están certificados dentro de su investigación y experiencia.

En el proceso de recubrimiento de la pieza, se inicia con una limpieza exhaustiva de la superficie de la misma, haciendo uso de desengrasantes y desoxidantes. Es necesario manipular las herramientas con guantes, esponjas, cepillos y lijas de grano fino, en las partes donde esta no involucre filo. Luego se hace un enjuague en un chorro de agua fría, se seca inicialmente con un paño seco y luego en un horno por aire forzado a 100 °C durante 3 minutos, con el objetivo de eliminar humedad. El proceso de enfriamiento es lento. Como parte final dentro de la limpieza, se aplica alcohol hipropílico y acetona.

La pieza, ya limpia, se adecua en la cámara, teniendo en cuenta que las agarraderas utilizadas como soporte dentro de la misma, deben haberse sometido a todo el proceso anterior de limpieza, para eliminar la posibilidad de contaminación. Antes de realizar la deposición del recubrimiento, se hace limpieza dentro de la cámara, usando plasma de Argón, durante un tiempo de 20 minutos.

Finalmente, se realiza el recubrimiento del material seleccionado con anterioridad, teniendo en cuenta el tipo de desgaste que presenta la herramienta o de acuerdo a las necesidades por las cuales se ha solicitado este servicio (color, textura, propiedades ópticas, etc.).

El laboratorio cuenta con un magnetrón Sputtering de 4 blancos, como se puede ver en la figura 7.1. Este equipo permite recubrir varias piezas al tiempo y hacerlo homogéneamente (Ver Figura 7.2). El gas inerte que se ionizará en el proceso es el Argón (Ar), el otro gas que está casi siempre presente en el proceso de recubrimiento es el Nitrógeno (N), ya que la mayoría de las deposiciones son de nitruros, nitrógeno combinado con otro material en estado sólido, llamado blanco o target. (Ver Figura 7.3) Además, por el hecho de contar con 4 blancos, pueden generar materiales cuaternarios y las combinaciones intermedias. Esto hace que aumente la variedad de opciones que ofrecen a las industrias que necesitan de sus servicios, añadiendo también, que el laboratorio se encuentra en constante interacción con las universidades de la zona, permitiendo a los estudiantes que puedan realizar su pasantía o trabajo de investigación en sus instalaciones, de esta manera, ellos contribuyen al fortalecimiento de la investigación en la región, pero también se nutren de nuevos conocimientos, y esto les da un valor agregado frente a la industria.



Figura 7.1: Imagen del Magnetón Sputtering del CDT-Astin del SENA, Regional Valle

Los problemas de desgaste más comunes que han sido atendidos en este laboratorio son los adhesivos, abrasivos y combinación de ellos. Estos inconvenientes se han generado en procesos de perforación de cuadernos, elaboración de circuitos, utilización de prótesis de huesos en el cuerpo humano, corte de papel y de caucho, entre otros.

Los recubrimientos más solicitados son el Nitruro de Titanio (TiN), Nitruro de Zirconio (ZrN), Nitruro de Cromo (CrN), Nitruro de Aluminio Titanio (TiAlN), Carbonitruro de Titanio (TiNC), entre otros. Es importante tener en cuenta que, aunque el recubrimiento más utilizado es en TiN, este no se debe usar en ambientes corrosivos y con temperaturas iguales o superiores a 500 °C. Una de las características que más sobresale a la hora de seleccionar al material a depositar es el color

(otra de las razones para preferir el TiN), sin embargo, el CrN también juega un papel importante porque proporciona un color gris plata.

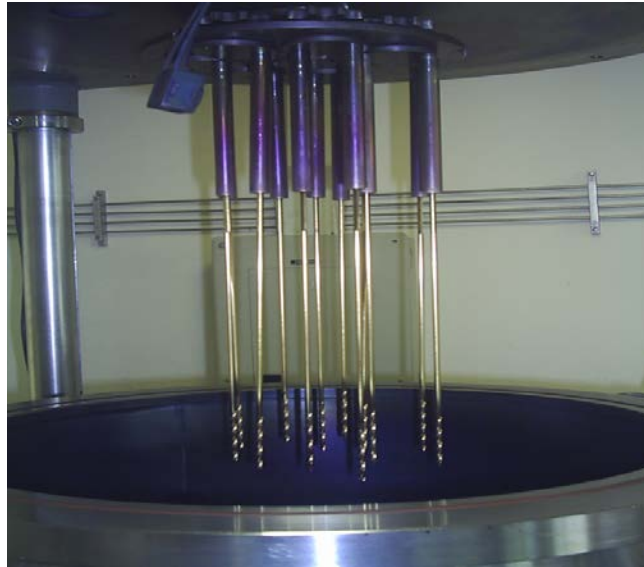


Figura 7.2: Diseño planetario, donde las piezas van rotando en un eje general y sobre el propio, permitiendo que se puedan recubrir varias al tiempo.



Figura 7.3: Imagen de un Blanco de Titanio, utilizado para generar recubrimientos de TiN, TiNC, TiAlN, etc.

En la Figura 7.3 se observa el blanco o target usado para la elaboración de recubrimientos duros con base al titanio. Se puede observar en él la erosión dejada por la pulverización en la cámara de

sputtering. Este blanco tiene un tiempo de vida, como se puede observar en la figura, los puntos blancos representan una perforación. Esto obliga a sacarlo de uso, para evitar contaminación de fuentes que puedan ser pulverizadas por los iones que pasen de largo al llegar a los puntos de desgaste generados en él.









Figura 7.4 Fotografía de dos piezas recubiertas con TiN y CrN, respectivamente

La Figura 7.4 deja ver que dependiendo los materiales utilizados como recubrimientos, así mismo se generan diferentes colores finales de las piezas (TiN color dorado oro y CrN color gris plata). Esta propiedad adicional la hace muy atractiva en diversas industrias, ya que la finalidad del uso de los Recubrimientos Duros no se centra únicamente en solucionar problemas de desgaste.

Los servicios prestados por el laboratorio de Recubrimientos Duros del SENA, tienen un costo por carga de trabajo, donde cada una tiene un precio de \$300.000. Las piezas que se puedan recubrir durante esa carga dependerán de las dimensiones y geometría de la misma. Por ello se hace necesario que las empresas envíen los planos con las dimensiones y el área a recubrir de la pieza en el momento de solicitar la cotización, así se determinará el número de piezas que se recubrirán simultáneamente, durante el mismo proceso. El laboratorio maneja tarifa plana, lo que quiere decir que independiente del material solicitado por la empresa para recubrir la pieza, el precio es el establecido es un valor general, no hay diferencia si es un TiN o un TiAlN.

La siguiente tabla contiene los recubrimientos más solicitados en la gama de servicios que ofrece el Laboratorio CDT Astin del SENA y las piezas sobre las cuales realizan las deposiciones. Esta información es resultado de los años de investigación y del servicio prestado a las empresas del Sur-Occidente colombiano, quienes constituyen la razón de ser de este laboratorio.

Tabla 7.1: Recubrimientos más usados en el laboratorio CDT- Astin del SENA [2]

HERRAMIENTA	RECUBRIMIENTO	IMAGEN
Cuchillas para el corte de Papel	Nitruro de Titanio (TN)	
Cuchillas para peletizado de plástico	Nitruro de Zirconio (ZrN)	
Fresas para mecanizado de alta velocidad	Nitruro de Aluminio Titanio (TiAlN)	
Cabezal para conformado de vidrio	Nitruro de Zirconio (ZrN)	
Cuchillas para corte de envoltorio plástico de bombones	Multicapas Carbonitruro de Titanio – Carbonitruro de Titanio Niobio (TiCN/TiNbCN)	
Cuchillas para corte de caucho	Multicapas Nitruro de Titanio – Nitruro de Zirconio (TiN/ZrN)	

7.2 LABORATORIO DE RECUBRIMIENTOS DUROS Y APLICACIONES INDUSTRIALES (RDAI)

El Grupo de investigación en recubrimientos duros y aplicaciones industriales fue originado gracias a un proyecto de investigación con el mismo nombre, que se adelantó en la Universidad del Valle (Facultad de Ingeniería) en asocio con Colciencias y un grupo de industrias, por un monto de \$3700000000 (tres mil setecientos millones de pesos). Este grupo es dirigido por el Dr. Federico Sequeda Osorio y su propósito principal es la elaboración de nuevos materiales que se utilizan como Recubrimientos Duros ^[3].

El laboratorio RDAI cuenta con un magnetrón Sputtering de 3 blancos (Ver Figura 7.5), lo que les permite generar materiales ternarios e intermedios para utilizar como recubrimientos duros. Los servicios prestados están dirigidos principalmente al sector metalmecánico, entonces, las deposiciones se hacen sobre piezas metálicas (metales, aleaciones de ellos o con fases intermetálicas).

Las investigaciones que realiza en la actualidad el laboratorio con el objetivo de obtener nuevos materiales con propiedades resistentes al desgaste, se centra en la obtención de materiales ternarios, uno de ellos es el obtenido uniendo Aluminio (Al), Circonio (Zr) y Níquel (Ni).



Figura 7.5: Imagen del Magnetron Sputtering perteneciente al Laboratorio RDAI de la Universidad del Valle.

Cuando se está realizando la selección de parámetros de deposición, es importante tener en cuenta que de ellos depende la fase cristalina obtenida en el recubrimiento duro. La fase cúbica y la hexagonal son las que finalmente se obtienen, aunque se debe tener en cuenta que la primera

es la más deseada debido a sus mejores propiedades mecánicas, frente a la hexagonal. Para lograr obtener la fase cristalina cúbica se debe tener en cuenta lo siguiente:

- Voltaje de polarización
- Presión en la cámara
- Temperatura del sustrato
- Potencia aplicada a los blancos
- Relación de gases (Estequiometría del recubrimiento)
- Distancia sustrato-blanco

Para determinar la cantidad requerida, se debe jugar con cada uno de los parámetros, se diría entonces, que es una selección experimental, de acuerdo al equipo de deposición con el que se cuenta, los materiales utilizados, las medidas ambientales, etc.

En la realización de un recubrimiento duro, no se debe conformar sólo con la obtención del mismo, es necesario realizar sobre él pruebas que indiquen su eficiencia en el objetivo inicial, que es el aumento de la vida útil de una herramienta utilizada en la industria. Para ello el laboratorio cuenta con equipos que permiten medir algunas propiedades importantes en los recubrimientos duros.

7.2.1 Prueba de Nanoindentación realizada en el RDAI

Equipo de marca NANOVEA, hace uso de un software de tecnología IBIS. (Ver Figura 7.6) La carga mínima a proporcionar en el proceso de indentación es de 0.01 mN y la máxima es de 500 mN. El indentador es tipo Berkovich, con punta de diamante (Ver Figura 7.7).



Figura 7.6 Imagen del Nanoindentador NANOVEA, perteneciente al laboratorio de recubrimientos duros de la Universidad del Valle. Este equipo se encuentra acoplado a un PC con un software desarrollado para su funcionamiento

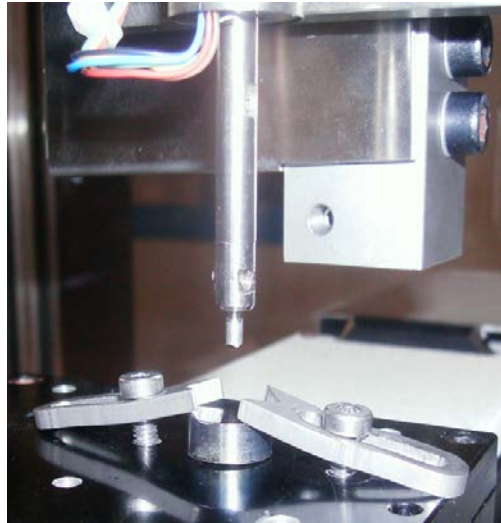


Figura 7.7: Se observa el indentador tipo Berkovich, acercándose a la muestra para realizar la indentación. Es necesario, como se muestra, que la pieza a indentar sea agarrada fijamente, para evitar errores en la medición.

Antes de realizar el proceso de indentación es necesario conocer el espesor de la película, ya que uno de los parámetros iniciales que se introducen en el software es la carga máxima a aplicar, porque de ella depende la profundidad de penetración del indentador. Idealmente no debe superar el 10% del espesor. Cuando se supera este porcentaje no se tiene certeza que los resultados obtenidos correspondan únicamente al recubrimiento, puede ser de la unión substrato-película.

Para los ensayos generados en el laboratorio RDAI, cuando los recubrimientos son aproximadamente de $1\ \mu\text{m}$, la carga máxima en promedio es de $1.25\ \text{mN}$, de esta manera están garantizando que no se supere el 10% del espesor del recubrimiento duro. Con esta carga, se espera que la profundidad máxima alcanzada por el indentador sea aproximadamente de $0.059\ \mu\text{m}$. El valor de la carga inicial o de contacto es de $0.015\ \text{mN}$ (Ver Figura 7.8), mientras que el tiempo utilizado para atenuar efectos térmicos es de 45 segundos, que es el mismo tiempo utilizado en el proceso carga-descarga.

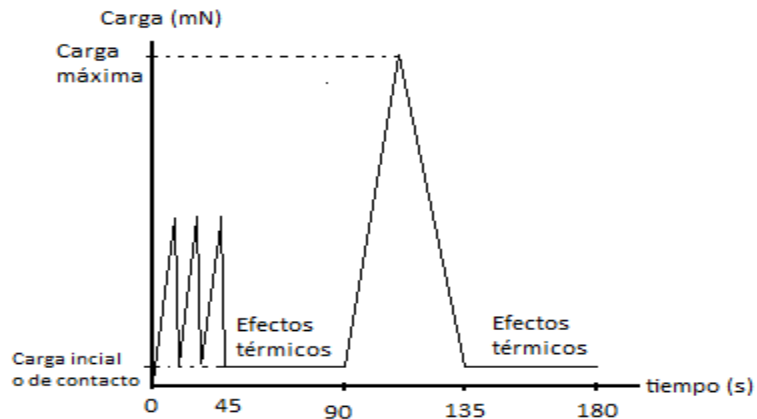


Figura 7.8 Muestra el proceso de carga - descarga en el tiempo ^[4]. Se observa que la carga de contacto no es cero, es un valor muy próximo, para el caso particular del laboratorio RDAI es de $0.015\ \text{mN}$.

La curva de carga-descarga final es registrada a partir de un software incorporado al equipo de donde se extraen los valores de Dureza y Módulo de elasticidad del recubrimiento duro. La Nanoindentación se repite unas 10 a 15 veces en regiones diferentes del recubrimiento, los resultados finales se promedian y de esta manera el resultado, no será una consecuencia aleatoria. El número de indentaciones sobre la película se programa desde el inicio del proceso, como también, el tiempo que transcurrirá entre cada una de ellas. Este tiempo entre cada indentación se programa con el fin de disipar el calor generado por la fricción al entrar en contacto el indentador y el recubrimiento duro.

Para determinar la dureza y el módulo de elasticidad del recubrimiento duro, es necesario conocer el área de indentación (Ver ecuaciones 5.1, 5.6, 5.7 y 5.8). Para ello, el laboratorio RDAI de la Universidad del Valle, ha estandarizado el área de indentación para determinadas profundidades, utilizando sílica fundida (Ver Figura 7.9), sabiendo que a una dureza de 9 GPa, tiene un módulo de elasticidad de 72.5 GPa.

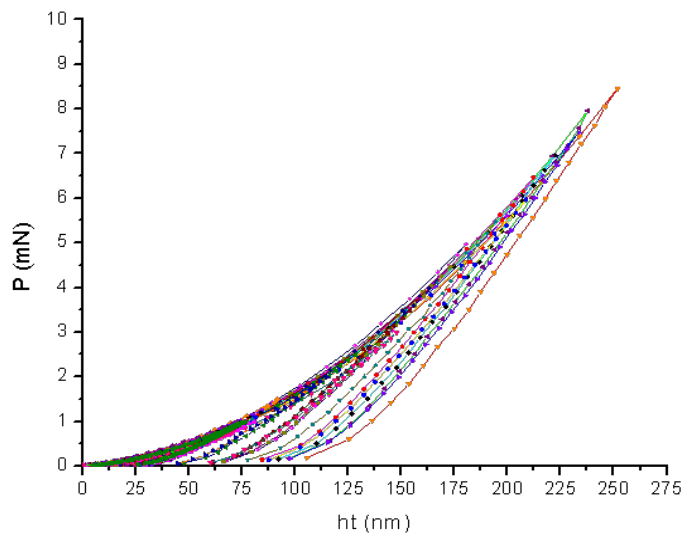


Figura 7.9 Gráfico de Carga (mN) versus profundidad de penetración (nm) donde se muestra el patrón de calibración de la sílica fundida.

7.2.2 Prueba de Bola sobre disco realizada en el RDAI

Prueba cuyo nombre traduce al español, bola sobre disco, utilizada para conocer el coeficiente de fricción de los recubrimientos duros. El laboratorio RDAI cuenta con un tribómetro marca CSEM, la carga máxima posible a aplicar es de 10 N. (Ver Figura 7.10) La bola utilizada en la prueba es de 6 mm de diámetro y puede ser de diversos materiales duros, como alúmina, acero, carburo de Tungsteno, pero siempre teniendo en cuenta que sea de una dureza superior al material sobre el cual se va a ensayar. (Ver Figura 7.11)



Fotografía 7.10: Imagen del Equipo Ball on disk perteneciente al laboratorio de Recubrimientos Duros de la Universidad del Valle. La pieza sobre la cual se realiza la prueba se encuentra acoplado al equipo.



Fotografía 7.11: El material de la bola acoplada al equipo para este ensayo, es alúmina.

Cuando el equipo se acondiciona para realizar una prueba, es necesario acomodar el pin para que quede perfectamente perpendicular al plano de la película, si es necesario, se debe utilizar un nivel. Generalmente, los ensayos en este laboratorio, están estandarizados con una carga de 1 N y una velocidad de 10 cm/s.

El equipo Ball on disk está acoplado a un PC, funciona con el Software Tribbox, versión 2.9, el cual requiere de unos datos iniciales para su funcionamiento. Durante el proceso se muestra el recorrido de la bola a través de un gráfico de Coeficiente de fricción versus distancia, que es el resultado final obtenido. (Ver Figura 7.12)

Los datos requeridos por el sistema son, el material del recubrimiento, material del sustrato, material de la bola, especificar el uso o no de lubricantes durante el ensayo, la velocidad del recorrido, la carga, el número de vueltas, las cuales se pueden describir en metros o en ciclos.

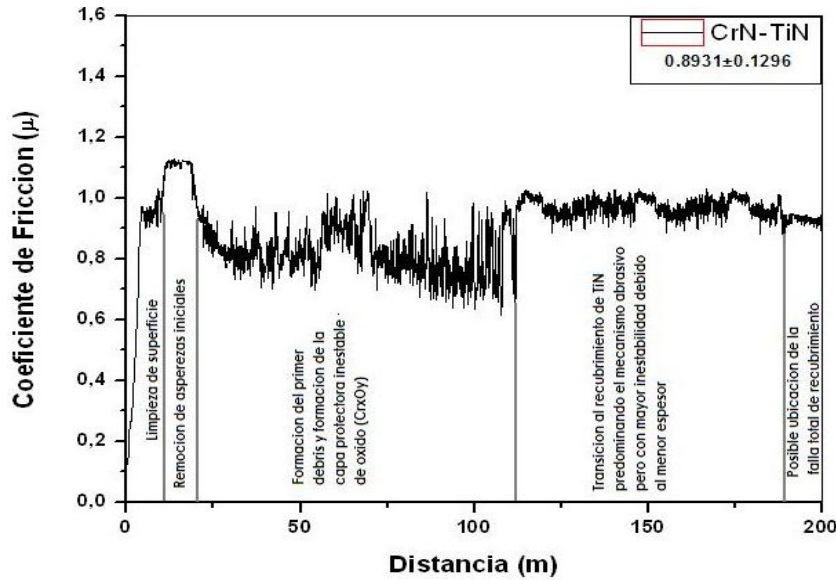


Figura 7.12: Gráfico resultante de una prueba Ball on disk, donde se puede observar el coeficiente de fricción de la película a medida que la bola gira sobre ella. Para este caso particular el recubrimiento está formado de dos capas de diferentes materiales y espesores. Los espesores de los recubrimientos son para CrN de $0.8931 \mu\text{m}$ y para el TiN de $0.1296 \mu\text{m}$.

Cuando se hace el análisis del gráfico se deben tener en cuenta los picos intensos, estos están indicando la rugosidad y el desprendimiento de material (debris) de la película. Cuando los picos no son tan intensos, se concluye que el recubrimiento ha resistido la prueba, ha respondido a los parámetros iniciales del ensayo. Sin embargo no se puede confiar solo de este análisis, por ello es necesario realizar un estudio microscópico que permita ver los desprendimientos y las pérdidas de material que ha sufrido el recubrimiento (Ver Figura 7.13). En este estudio se puede observar si el desgaste sufrido por la película es tan fuerte, que la bola estaba penetrando el recubrimiento, deducido a partir de los cambios de tonalidad en la pista. El debris encontrado en los surcos de desgaste puede ser consecuencia del desprendimiento de material de la película o de la bola, partículas encontradas en el análisis cualitativo.



Figura 7.13: Resultado de un análisis microscópico de las huellas dejadas en la película por el ensayo de coeficiente de fricción. Las marcas negras en los bordes de la marca corresponden al debris desprendido durante la prueba. En muchos casos estos residuos se analizan para conocer si corresponde al recubrimiento, a la bola o es unión de los dos.

7.2.3 Prueba de perfilometría realizada en el RDAI

La prueba de perfilometría es una técnica de análisis superficial, diseñada para medir espesores haciendo uso de una punta móvil que se pone en contacto con la muestra. La punta o estilete recorre la superficie de la muestra aplicando sobre ella una fuerza constante (longitud de barrido y magnitud de la fuerza pueden variarse en función de las características de la muestra). La punta está conectada a un sistema de medición que grava los desplazamientos verticales que sufre en su recorrido a lo largo de la superficie de la muestra. De esta manera se determinan cambios en el espesor. En la figura 7.14 se puede observar el perfil de espesor realizado sobre una película de VN ^[5]. Existen numerosos estiletes según la aplicación, con radios que van desde nm hasta μm , con una alta resolución para caracterizar zanjas profundas. Permite determinar la profundidad del desgaste sufrido por la película.

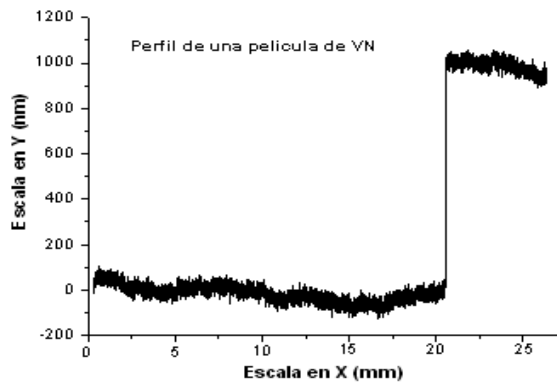


Figura 3.14: Perfil trazado por el Perfilómetro para el cálculo del espesor de un recubrimiento de VN depositados sobre sustratos de acero M2 ^[5].

Este ensayo es muy útil como complemento a la prueba de Ball on disk, se realiza un análisis a la huella dejada por la bola en la pista, el cual permite cuantificar el desgaste sufrido por el recubrimiento en dicha prueba. (Ver Figuras 7.15 y 7.16).

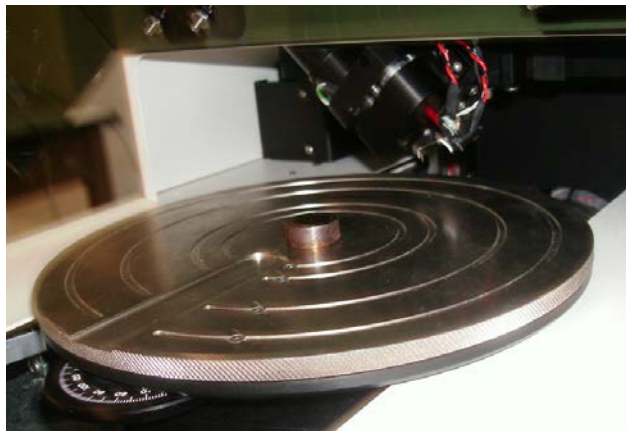


Figura 7.15: Imagen del Perfilómetro, en el se observa el plato y sobre la pieza sobre la cual se está realizando el estudio de desgaste.

En el proceso de medición de la tasa de desgaste de la película, el software entrega un gráfico profundidad de desgaste versus ancho de desgaste, el cual se observa en la Figura 7.17.

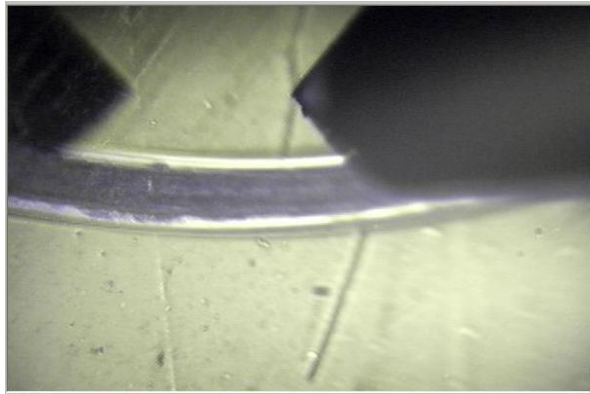


Figura 7.16: Imagen del Brazo del Perfilómetro acercándose a la pista para realizar el análisis de la tasa de desgaste sufrido en la prueba Ball on disk.

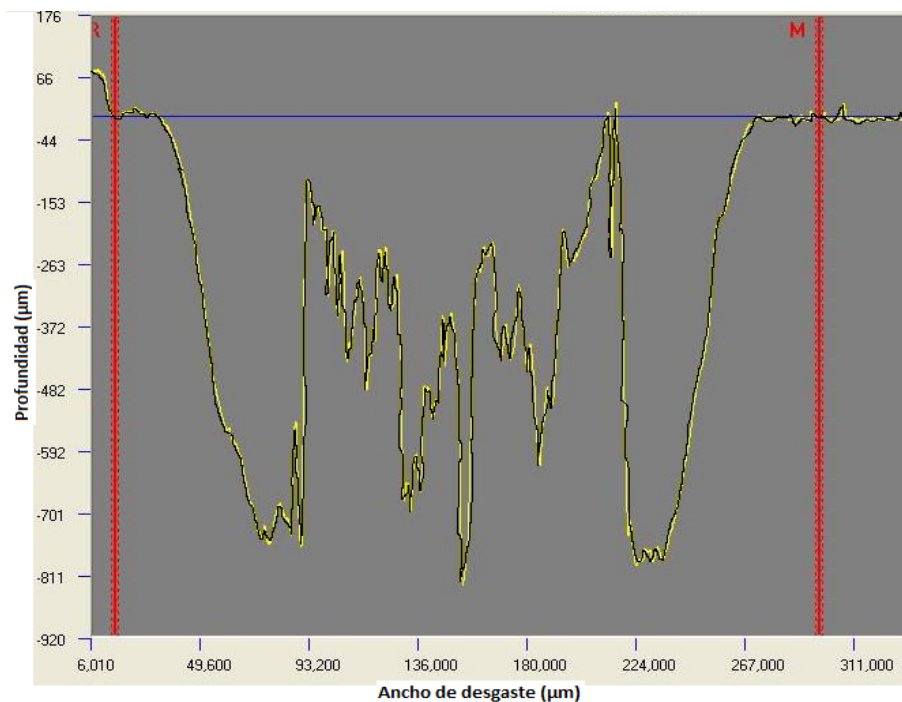


Figura 7.17: Gráfico obtenido del análisis de perfilometría a un recubrimiento duro después de haber pasado por un ensayo de coeficiente de fricción. Los picos indican los debris adheridos a la superficie de la pista.

Esta técnica de perfilometría adicionalmente permite obtener la rugosidad a una escala nanométrica de los recubrimientos crecidos sobre cualquier tipo de sustrato.

7.3 LABORATORIO DE FÍSICA DE BAJAS TEMPERATURAS EDGAR HOLGUÍN (FISBATEM)

Grupo de investigación asociado a Colciencias y perteneciente al Departamento de Física de la Universidad del Cauca. Fundado por el fallecido Dr. Julio Edgar Holguín, a quien debe su nombre y el actual director, Dr. Gilberto Bolaños en el año 2000. El laboratorio FISBATEM cuenta con un magnetrón Sputtering de un blanco (Ver figura 7.18), equipo utilizado por los estudiantes para realizar las deposiciones correspondientes a las prácticas estipuladas en sus trabajos de grado, ya que el grupo ha dado el aval a muchos estudiantes de Ingeniería Física o carreras relacionadas para desarrollar en sus instalaciones trabajos de investigación.



Figura 7.18 Fotografía del Magnetrón Sputtering del Laboratorio FISBATEM

El trabajo de grado titulado “Fabricación y Caracterización de Películas delgadas de Nitruro de Vanadio (VN) crecidas por Magnetron Sputtering RF para su aplicación como Recubrimientos Duros”, elaborado por el estudiante Jhon Alexander Urrutia, el cual finalizó en el año 2008, es uno de los trabajos investigativos desarrollados en el grupo FISBATEM.

Para su realización ^[5] se utilizaron blancos de Vanadio metálico, en una atmósfera compuesta por Argón y Nitrógeno. El V se pulverizó para depositarse sobre sustratos de Si y Acero M2. El flujo de N₂ a la cámara se varió en el rango de los 0 a 5 sccm.

La caracterización tribológica de estos recubrimientos se realizó utilizando la técnica de Ball on disk con el objetivo de determinar la influencia que tiene la variación del flujo de N₂ en el coeficiente de fricción dinámico y el coeficiente de desgaste, cuando estos han sido depositados sobre Acero M2.

La prueba se realizó teniendo en cuenta los siguientes parámetros: carga de 5 N sobre la bola, distancia de 2000 m, velocidad lineal de 100 rpm y radio de la huella de 3.5 mm.

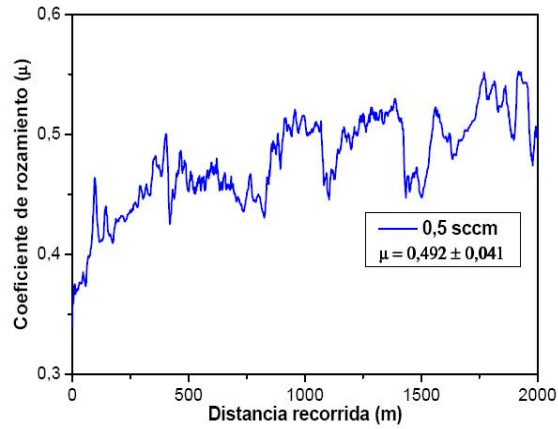


Figura 7.19 Gráfica del coeficiente de rozamiento Vs. Distancia recorrida para una muestra de VN crecida con flujo de N_2 de 0.5 sccm

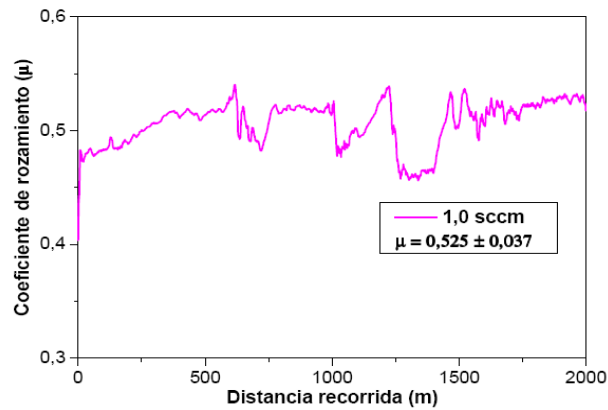


Figura 7.20 Gráfica del coeficiente de rozamiento Vs. Distancia recorrida para una muestra de VN crecida con flujo de N_2 de 1.0 sccm

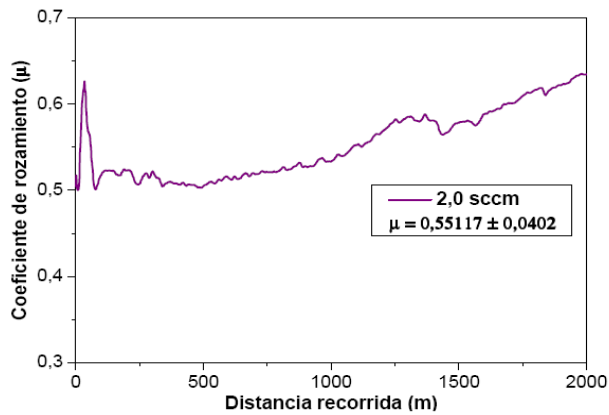


Figura 7.21 Gráfica del coeficiente de rozamiento Vs. Distancia recorrida para una muestra de VN crecida con flujo de N_2 de 2.0 sccm

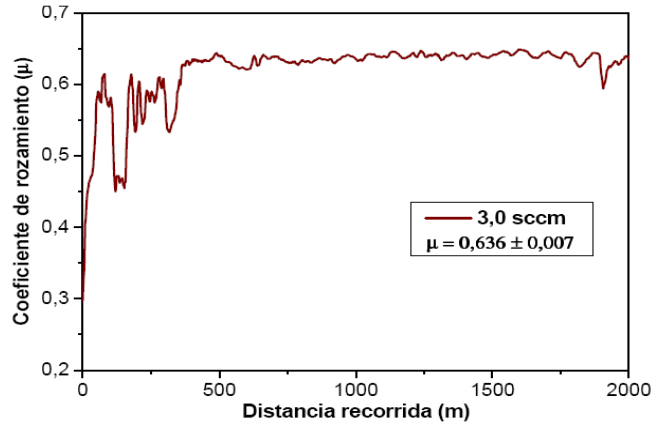


Figura 7.22 Gráfica del coeficiente de rozamiento Vs. Distancia recorrida para una muestra de VN crecida con flujo de N_2 de 3.0 sccm

Observando y analizando las figuras 7.19, 7.20, 7.21 y 7.22 se concluye que para los diferentes flujos de N_2 el comportamiento tribológico de las películas es bueno. Los mejores resultados se dieron para los recubrimientos crecidos con flujos de 0.5 a 2.0 sccm, reportando valores de coeficiente de fricción entre 0.49 y 0.55 respectivamente.

En la caracterización mecánica se evaluó la dureza mediante la técnica de Microdureza Vickers, ensayo que deja ver la influencia del N_2 en esta propiedad tan importante. Esto se debe a las diferentes fases que se forman en la película a raíz del cambio de flujo de Nitrógeno cambiado durante el proceso de crecimiento.

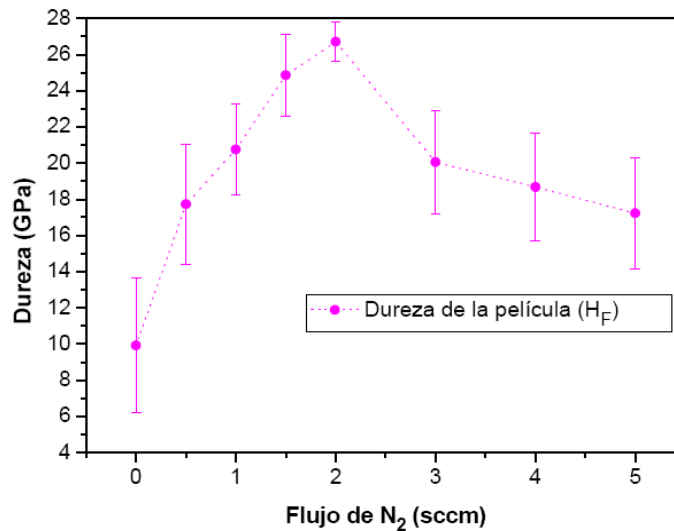


Figura 7.23 Gráfica de la influencia del flujo de N_2 en la microdureza Vickers de las Películas Delgadas de Vn

Otro proyecto de grado realizado en el grupo de Investigación FISBATEM es el titulado “Obtención y Caracterización de películas delgadas en multicapas de V/VN sobre Aceros M2, mediante Magnetron Sputtering”, elaborado por los estudiantes Vanessa Alexandra Quintero y Cristian Andrés Villacrez, trabajo que concluyó en el presente año.

Se basó en la obtención y caracterización de multicapas de V/VN ⁶ en escala nanométrica crecidas por Magnetron Sputtering R.F. sobre Aceros M2 utilizados en herramientas de corte y sobre Silicio para conocer en general su comportamiento como recubrimiento. Se depositaron 1, 5, 7, 15 y 25 bicapas sobre los sustratos. El blanco utilizado era de Vanadio (99.99% de pureza). La estructura multicapa fue crecida alternado automáticamente una atmosfera pura de Ar y una mezcla reactiva de N₂/Ar.

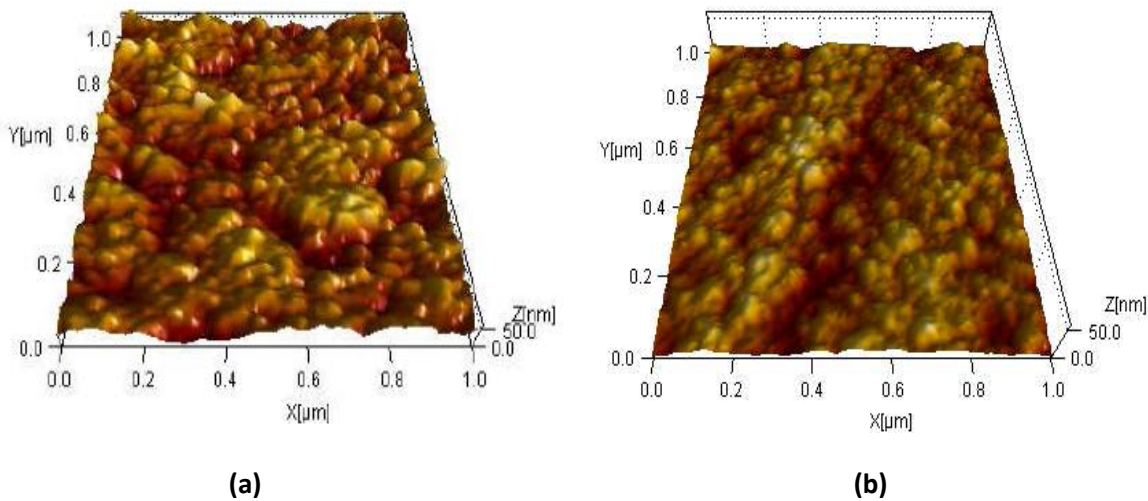


Figura 7.24 Imagen 3D de 15 bicapas crecidas sobre (a) Sustrato de Silicio (b) Sustrato de Acero M2

Las propiedades tribológicas se estudiaron mediante la técnica de Ball on disk, con cargas de 1 N y 3 N y recorridos de 100 m.

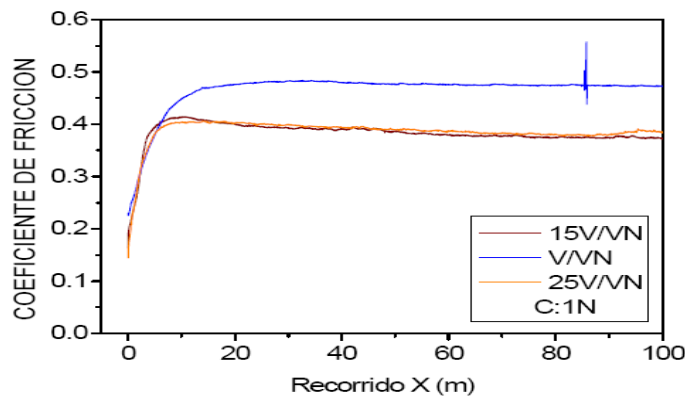


Figura 7.25 Curvas de coeficiente de fricción para multicapas sobre Acero M2 con carga de 1N

Analizando la curva se puede concluir que las multicapas crecidas con 15 y 25 bicapas muestran un bajo coeficiente de fricción, entonces son las que mejores propiedades tribológicas tienen.

Para el estudio de las propiedades mecánicas se utilizó la técnica de Nanoindentación, mediante la cual se obtuvieron Curvas de carga-descarga para las diferentes multicapas crecidas en sustrato de Acero M2. Se indentó solo el 10% del espesor de la película con una carga máxima de 2.53 mN, para alcanzar una profundidad de 0.074 μm . Como resultado de este proceso se obtuvo la siguiente tabla, que contiene los valores de Dureza y Módulo de Elasticidad para las multicapas.

Tabla 7.2 Valores de Dureza de las multicapas

Material	V/VN	5 Bicapas	7 Bicapas	15 Bicapas	25 Bicapas
Dureza (GPa)	19.58	16.71	17.97	25.23	26.53

Analizando la tabla 7.1 se puede concluir que las mejores propiedades mecánicas se presentan en los recubrimientos multicapas de 15 y 25 bicapas, cada una con una dureza de 25.23 GPa y 26.53 GPa, respectivamente.

Referencias

-
- ¹CDT- ASTIN SENA, Presentación, Retrospectiva,
http://biblioteca.sena.edu.co/exlibris/aleph/u18_1/alephe/www_f_spa/icon/informador , Fecha de acceso:
Enero de 2010
- ² “Recubrimientos duros de las herramientas de producción en serie mediante la Deposición Física de Vapor PVD”, C. A. Anaya, Laboratorio de Recubrimientos Duros CDT-ASTIN SENA, 2009
- ³ LABORATORIO DE RECUBRIMIENTOS DUROS Y APLICACIONES INDUSTRIALES, Información básica, Acerca de RDAI, <http://rdai.univalle.edu.co/rdaienespanol.html>, Fecha de acceso: Enero de 2010
- ⁴ “Propiedades mecánicas y tribológicas de Recubrimientos Duros” Artículo, C. A. Rincón, Corporación Universitaria Autónoma de Occidente Colombia, Centro Nacional de alta tecnología San José de Costa Rica, 2000
- ⁵ “Fabricación y caracterización de Películas delgadas de VN crecidas por Magnetron Sputtering RF para su aplicación como Recubrimiento Duro”, J. A. Urrutia, Universidad del Cauca, 2008
- ⁶ “Obtención y Caracterización de películas delgadas en multicapas de V/VN sobre Aceros M2, mediante Magnetron Sputtering”, V. A. Quintero, C. A. Villacrez, Universidad del Cauca, 2010

CAPÍTULO 8

ALGUNAS EMPRESAS DEL SUR-OCCIDENTE COLOMBIANO

Las empresas nombradas a continuación, están ubicadas dentro del Departamento del Cauca, haciendo parte activa de la economía del mismo. Los precios de adquisición de los productos en el mercado están estrechamente ligados a los costos de producción de la industria, por ello es importante para las mismas buscar alternativas que disminuyan sustancialmente los factores que alteren el normal desempeño manufacturero de las herramientas, una de las muchas razones que incrementan los costos de fabricación. El desgaste es un agente presente en casi todas las aplicaciones de maquinaria, impidiendo mantener la forma original de las piezas y su integridad superficial¹. Este problema que toda industria desea resolver está presente en las empresas Empaques del Cauca, Convertidora de Papel del Cauca S.A., Industria Licorera del Cauca y Productora de Papel S.A.

8.1 CROMETALES

Con el deseo de explorar el uso comercial de las técnicas antiguas de recubrimientos, como son el cromado, cobrizado y aluminizado, en la ciudad de Popayán, se visitó la empresa Crometales, ubicada en el Barrio la Esmeralda. Esta empresa es la única que ofrece en la ciudad, esta clase de servicios. Con el fin de conocer los parámetros de deposición, las aplicaciones y los clientes potenciales, se realizó una visita a las instalaciones, pero la gerencia negó rotundamente la información requerida, argumentando malas experiencias pasadas con estudiantes.

8.2 EMPAQUES DEL CAUCA

Empaques del Cauca S.A. nace en el año de 1965, surte su materia prima de los Departamentos del Cauca y Nariño, principales productores de fique (cabuya) en Colombia, brindando la posibilidad de sustento lícito a más de 16.000 familias indígenas y campesinas cultivadoras que ancestralmente han derivado su supervivencia únicamente de este cultivo^[2].

Empaques del Cauca S.A es una Empresa productora y comercializadora de sacos de fique, fibra natural biodegradable, elaborados de acuerdo a normas internacionales de calidad, propendiendo siempre por la conservación y mejoramiento del medio ambiente.

La industria Empaques del Cauca, es una empresa caucana, ubicada en el norte de la ciudad de Popayán, en la Calle 10 Norte # 9 – 60 sobre la vía Panamericana. El fique, constituyente de la materia prima se obtiene de las hojas de pencas del mismo nombre (Ver Figura 8.1). Esta materia prima se obtiene inicialmente en un estado que no es propio para el desarrollo del trabajo, por lo tanto se hace necesario llevar a cabo unos procesos para adecuarla.



Figura 8.1: Fotografía de una penca de fique, planta productora de la materia prima de la Empresa Empaques del Cauca S.A.

La cabuya o fique, principal componente de la materia prima, se pasa por equipos que desarrollan el trabajo de “peinarla”, para lograr desenredarla, quitar los nudos y eliminar todas las impurezas (polvillo, hierbas, corteza de la hoja de fique, etc.), que contiene la fibra. Estos equipos por los cuales pasa, son en su orden, carda, manual y mechera, los cuales contienen cientos de punzones (Ver Figura 8.2), elaborados en acero templado. Los punzones son de diferente tamaño, de acuerdo a la dificultad del trabajo a realizar y según la máquina en la cual se encuentren ubicados. La carda tiene los punzones grandes, el manual los tiene un poco más pequeños y la mechera de un tamaño inferior a las dos anteriores.



Figura 8.2: Fotografía de Punzones utilizados en cardas, mechera y mecheras

En estas máquinas encontramos uno de los mayores problemas de desgaste con los que cuenta Empaques del Cauca; la cabuya es un material muy abrasivo, causando el desgaste de los

punzones hasta quebrarlos, esto genera paradas repetitivas en la producción, aumento en los costos y por consiguiente la necesidad de elevar los precios a los empaques generados por la empresa. Hasta el momento, estos punzones no son reutilizados por la empresa, tampoco se ha depositado sobre ellos algún material como recubrimiento duro, por lo tanto no se puede decir si el rendimiento de estos equipos mejoraría con la implementación de esta tecnología. Este caso, abre la posibilidad a un estudio más exhaustivo, que permita determinar si los recubrimientos duros aumentan la vida útil de estos punzones, teniendo en cuenta que la empresa cuenta con la disposición para realizarlo.

Continuando con el proceso de producción de los empaques, la mecha se procesa mediante torsión para obtener los hilos de urdimbre y trama que se envuelven en carretos pequeños que a su vez van al proceso de enconado, del cual se surte la máquina Urdidora cuya función es envolver el hilo en carretos grandes, llamados enjulios, que enrolla 150 hilos por vez hasta una cantidad de 3.000 metros por hilo aproximadamente, este enjullo se suministra al proceso de Tejeduría como Urdimbre, mientras el hilo de trama va directamente en los conos a los Telares (Ver Figura 8.3). Para este fin, se utilizan unas lanzaderas, las cuales también son hechas de acero y sufren el mismo desgaste abrasivo mencionado anteriormente, a causa del fique. Ello ha llevado a la industria Empaques del Cauca a buscar soluciones inmediatas y que no acarreen costos elevados. Por lo tanto, hacen uso de una técnica común y rudimentaria, que imposibilita la homogeneidad del recubrimiento, pero que aumenta sustancialmente la vida útil de estas lanzaderas, de un mes hasta un año y dos meses. Esta técnica se conoce con el nombre de soldadura oxiacetilénica y hace uso de un soplete, un tanque de oxígeno y otro de acetileno. Estos implementos nombrados anteriormente se encargan de derretir una barra de Eutecbor 9000 de marca Sager S.A., la cual cuenta con las propiedades necesarias para comportarse como recubrimiento duro, aumentando la dureza y la resistencia al desgaste de esta pieza, objetivo principal que persigue la empresa.



Figura 8.3: Telar, máquina que teje la tela de acuerdo con las distintas especificaciones y referencias.

8.3 CONVERTIDORA DE PAPEL DEL CAUCA S.A. COPAPEL

Industria caucana, ubicada al norte del municipio de Santander de Quilichao, sobre la vía Panamericana. La materia prima para sus productos la obtienen de la empresa Cartones de Colombia, quienes a su vez utilizan como materia prima árboles de eucalipto y pino. Cartones de Colombia proporcionan el papel listo para elaborar las diferentes presentaciones solicitadas por el mercado local y nacional, buscando siempre la satisfacción del cliente.

Cuando el papel llega a Copapel, este se encuentra enrollado en carretos de aproximadamente 1 metro de alto por un diámetro de 1.5 metros, lo que le permite a producción generar una gran variedad de presentaciones (tamaños y formas) o de acuerdo a especificaciones del cliente. Para ello es necesario pasarlo inicialmente por la guillotina, herramienta que empieza a dar forma según el tamaño requerido. En este proceso hay dos factores en contacto, los cuales se están perjudicando mutuamente, la cuchilla y el rodillo. Durante el corte, la cuchilla golpea el rodillo sobre el cual se transporta el papel, produciendo que esta pierda filo, sufra rupturas, y a la vez el rodillo empiece a llenarse de marcas, conllevando a que el corte posterior de otros papeles sea heterogéneo, causas que influyen considerablemente en la calidad del producto final. Los rodillos son elaborados de tritulueno, por la empresa TAMETCO, de la ciudad de Cali. (Ver Figura 8.4). Las cuchillas para corte son también elaboradas en Cali, hechas de Acero XW5, de marca Boler, con una vida útil de 2 semanas (Ver Figura 8.5). Estas cuchillas permiten ser reutilizadas cuando el deterioro es generado por la pérdida de filo, ya que es posible volver a obtenerlo, pero si además se han producido fracturas, estas dejan ya de utilizarse. El área de mantenimiento previendo los posibles problemas que acarrearán a la producción el alto porcentaje de desgaste de estas cuchillas, debe mantener siempre dos de repuesto, buscando evitar posibles eventualidades.

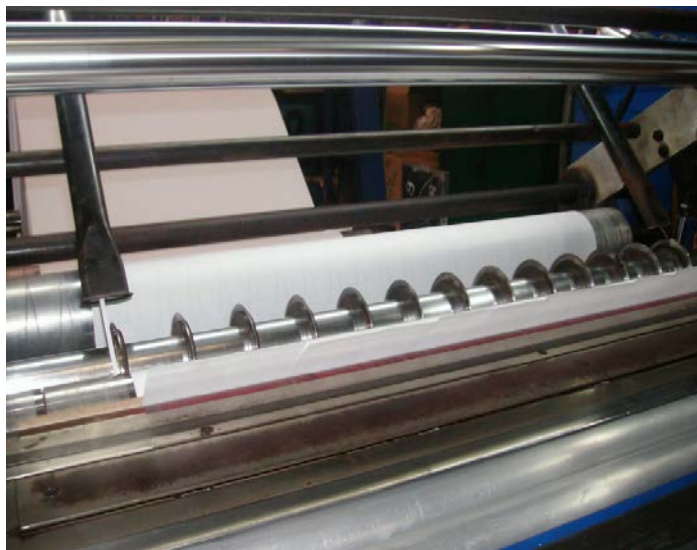


Figura 8.4: Máquina cortadora de papel de la empresa COPAPEL S.A.



Figura 8.5: Cuchilla de corte de papel, sin recubrir, utilizada en el proceso manufacturero de la empresa COPAPEL S.A.

Otro grave problema de desgaste con el que cuenta el área de mantenimiento de maquinaria de la empresa Convertidora de Papel del Cauca S.A. es el de cuchilla fleca, utilizada para la perforación y marca de longitudes por los cuales se cortará posteriormente el papel (Ver Figuras 8.6(a) y 8.6(b)). Este tipo de marcas son muy utilizadas en el papel de impresión, en el cual cada hoja va unida a la otra, pero también van punteadas y permiten ser desprendidas entre ellas por este tipo de señalización. Estas cuchillas flecas tienen un tiempo de vida útil de 8 horas, lo que implica que deben cambiarse cada finalización de turno de trabajo. Estas cuchillas son compradas directamente en el extranjero, en Colombia no se producen, y por más intentos que se han hecho en nuestro país, no se ha logrado la producción con características iguales o mejores (Ver Figura 8.7).



(a)



(b)

Figura 8.6: (a) y (b) Cuchillas perforadoras de papel en la empresa COPAPEL S.A.



Figura 8.7: Flecas encargadas de marcar el papel para luego facilitar el corte del mismo. Utilizadas en la empresa COPAPEL S.A.

Ninguna de las herramientas que presentan problemas de desgaste han sido evaluadas con el uso de recubrimientos duros, sin embargo la industria COPAPEL, no está cerrada a la posibilidad de utilizarlos y medir la capacidad de mejora que presentarían las herramientas en la producción. Esto abre una alta posibilidad para presentar proyectos conjunto con el Laboratorio de Bajas Temperaturas de la Universidad del Cauca y el Laboratorio CDT-ASTIN del Sena, regional Valle, con el objetivo de prestar un servicio y contribuir a solucionar parte de la problemática industrial de la zona.

8.4 INDUSTRIA LICORERA DEL CAUCA

La Industria Licorera Del Cauca es una empresa descentralizada y vinculada a la secretaría de Hacienda Del Departamento en calidad de Entidad Industrial y Comercial, que cuenta con un patrimonio independiente. Su misión es producir y comercializar licores de calidad para satisfacer los clientes y consumidores, generando recursos dirigidos a la salud, educación, cultura y recreación ^[3].

Es una industria en la que programadamente cada inicio de año realiza mantenimiento a la maquinaria utilizada en el proceso de producción; existen piezas como piñones, ejes y cadenas que sufren un desgaste más severo de tipo corrosivo, abrasivo, obligando al área de mantenimiento a realizar cambios en los tiempos no programados para ello.

Unas de las dificultades son las piezas de polietileno usadas en la máquina de lavado de botellas (Ver Figura 8.8). Antiguamente estas piezas eran de goma y su vida útil era de tres meses, razón por la cual se hizo el cambio de material, logrando aumentar la resistencia al desgaste de la misma. Estas requieren un cambio cada semestre debido al alto grado de desgaste que siguen sufriendo. También, deben ser remplazados cada seis meses los piñones que sirve a la máquina encargada del armado y empaclado de los productos (botellas llenas de aguardiente y ron), estos

sufren un fuerte desgaste corrosivo. El material del cual están compuestos estos piñones es el acero inoxidable.



(a)

(b)

Figura 8.8: (a) Maquina encargada del lavado de las botellas. Se observan las piezas blancas de polietileno, las cuales sufren un fuerte desgaste (b) Piezas de polietileno

Las cadenas transportadoras de botellas antes del llenado, son lubricadas con un jabón de marca Indulub 80###, adquirido por la empresa para evitar su oxidación y facilitar el trabajo de trasladarlas. Cuando las botellas se encuentran llenas y van a ser empacadas en sus respectivas cajas, la cadena transportadora sigue siendo del mismo material que las anteriores, acero inoxidable 304, solo que ahora, no se encuentran lubricadas, lo que genera en ellas un fuerte desgaste corrosivo, obligando al área de mantenimiento a cambiarlas cada 4 años, mientras que las mismas cadenas lubricadas pueden tener un tiempo de vida útil del doble de las que no lo están(Ver Figuras 8.9 y 8.10).



Figura 8.9: Cadenas lubricadas que realizan el transporte de botellas vacías en la Industria Licorera del Cauca



Figura 8.10: Cadenas sin lubricar encargadas de transportar botellas llenas en la Industria Licorera del Cauca

Los rodillos que soportan la cadena transportadora de los paños en los cuales están las botellas antes del llenado, se deben cambiar cada dos años. Esto se debe a que el peso que soportan es muy grande, ocasionando que el valor de la fuerza de fricción presente entre ellos, sea muy elevado y desencadene en un alto porcentaje de desgaste (Ver Figura 8.11). Este problema afecta la producción, ya que las imperfecciones y el mal funcionamiento que se presenten en el proceso puede desencadenar en el rompimiento de las botellas.



Figura 8.11: Rodillos encargados de soportar el peso de las cadenas transportadoras de los paños de botellas vacías

Industria Licorera del Cauca, es una empresa abierta a posibilidades de mejora y a la contribución de trabajos investigativos que conlleven a un beneficio mutuo, la solución de sus problemas de desgaste y el desarrollo de un proyecto por un estudiante pasante. Esto anima al Laboratorio de Bajas Temperaturas de la Universidad del Cauca y el Laboratorio CDT-ASTIN del Sena a preparar propuestas que sean de interés para esta empresa y que a la vez permitan a estos laboratorios mostrar las ventajas que acarrea el uso de Recubrimientos Duros en piezas que sufren desgaste.

8.5 PRODUCTORA DE PAPEL S.A. PROPAL

Propal es una empresa colombiana, cuya misión es ofrecer al mercado mundial, con énfasis en la región Andina, pulpa, papel y productos derivados, complementados con una oferta de servicio personalizado y oportuno, obtenido a través de una cultura de calidad integral ^[4].

En la conversión de la materia prima, bagazo de caña, en los productos finales, papeles de diversas clasificaciones, los procesos seleccionados son muy importantes, ya que de ellos depende la calidad del producto final. Inicialmente se lleva a cabo la recolecta de bagazo de caña en cada uno de los ingenios de la zona. Las plantas donde se desarrollan cada uno de los pasos a seguir en la obtención del papel se enumeran a continuación:

1. Planta de depitado: Proceso de desmedulado y lavado de la pulpa o bagazo, para separar las impurezas de la fibra.
2. Planta de pulpa: Cocción de la pulpa con soda cáustica para eliminar parte de la lignina contenida en la fibra.
3. Planta de blanqueo: Proceso para eliminar todos los residuos de lignina que queda en el papel y que le dan el color café. Ahora el papel ya es blanco.
4. Máquina de papel: En este proceso se eliminan todos los residuos de agua contenidos en el papel. El papel seco, se enrolla y corta de acuerdo a los requerimientos del cliente.
5. Planta de esmaltado: proceso que no se lleva a cabo en todos los papeles y cuya finalidad es aplicar al papel una base por una o ambas caras. El papel esmaltado pasa por un sistema de secado con aire caliente y lámparas infrarrojas.

Durante la investigación, para conocer los problemas de desgaste con los que cuenta la empresa Propal S.A., la planta de depitado es donde se ha desarrollado más I+D, debido a las grandes cantidades de dinero que se estaba invirtiendo por el desgaste que sufren algunas piezas asociadas a este proceso.

Después del proceso de recolección del bagazo, este llega a la planta de depitado, donde está saturado de muchas impurezas que aumentan en época de invierno; este es depositado en los desmeduladores (Ver Figura 8.12), para empezar a limpiarlo por medio de procesos mecánicos, impactándolo con las cuchillas ventiladoras (Ver Figura 8.13). Estas cuchillas están diseñadas para que al golpear el bagazo, logre retirarle gran parte de los contaminantes presentes en él. Sin embargo ellas generan anualmente a la compañía una inversión cercana a los quinientos millones de pesos para su sostenimiento y procesos investigativos.



Figura 8.12: Se puede observar la disposición de las cuchillas ventiladoras en el desmedulador. En el impacto de las cuchillas al bagazo, se desprenden las cenizas e impurezas que salen del tambor atravesando el tamiz que se observa al fondo en la fotografía.



Figura 8.13: Cuchillas ventiladoras recubiertas con WH 70, mediante un proceso de soldadura metalizada. Si después de retiradas las cuchillas del desmedulador, no han perdido su forma original, estas se pueden recubrir nuevamente y reutilizarlas. Si el desgaste es muy fuerte, solo se recuperará el buge, soldando una nueva cabeza recubierta.

El bagazo de caña de azúcar es un material altamente abrasivo y esta característica se acentúa en épocas de invierno, debido a que la cantidad de tierra y ceniza aumenta el contenido de impurezas en la materia prima. Las cuchillas ventiladoras de acero A36 tienen en promedio un tiempo de vida útil de 8 horas, es por esta razón que es necesario realizar un recubrimiento sobre ellas antes de llevarlas al desmedulador. Este tipo de recubrimiento utilizado para esta aplicación, es de tipo soldadura metalizada, elaborada en Cali por la empresa TAMETCO S.A. Las cuchillas son recubiertas con soldadura West hard (WH) 70, la cual ha aportado grandes beneficios de resistencia al desgaste, aumentando la vida útil en un promedio de 120 horas y en algunos casos hasta 200 horas. Aun así, la pieza permite ser recuperada, siendo recubierta nuevamente por con la misma soldadura, si el desgaste no es tan profundo, o cortando la cabeza y reutilizando el buge. Esto depende directamente de la ubicación que la cuchilla tenga dentro del desmedulador. La figura 8.12 permite observar que hay cuatro niveles para posicionarlas, donde el nivel uno será el primero, y el cuarto el último, de arriba hacia abajo. Como el bagazo entra por la parte superior, el nivel uno es el primero en impactarlo, de ahí que sea quien sufre más fuertemente el desgaste, mientras que el nivel cuatro es quien menos lo experimenta, por tal razón cuando se desmonta la máquina, se hace el cambio de cada una de las piezas, independiente del grado de desgaste sufrido, la única diferencia consiste en si esta permite ser recubierta nuevamente o solamente la reutilización del buge.

Pero esta no es la única dificultad presente en esta empresa, en el proceso donde se lleva a cabo la cocción de la pulpa se encuentran problemas de desgaste tipo corrosivo. La tubería inmersa en las calderas está sometida a elevadas temperaturas, aproximadamente de 550 grados Celsius, lo que ocasiona pérdida de material en la zona de la tubería que está fuertemente expuesta a altas temperaturas, generándole rupturas (Ver Figura 8.14), como se observa en la figura 8.14. La corrosión crea en la pieza un debilitamiento tan fuerte, que ella falla por la zona donde más remoción de material se presenta.



Figura 8.14: El desgaste corrosivo ha generado en el tubo pérdida de material. La zona por donde se presenta la corrosión ha colapsado y ha provocado un rompimiento del material.

Referencias

¹ “Caracterización de las Propiedades Tribológicas de los Recubrimientos Duros”, M. A. Gómez Botero, Departamento de Óptica y Física Aplicada, Universidad de Barcelona, 2005

² EMPAQUES DEL CAUCA, Misión y Visión, www.empaca.com.co, Fecha de acceso: Enero de 2010

³ LICORERA DEL CAUCA, Misión y Visión, www.licorescauca.com, Fecha de acceso: Enero de 2010

⁴ PROPAL S.A., Misión y Visión, www.propal.com.co, Fecha de acceso: Enero de 2010

CONCLUSIONES

Durante el desarrollo de este trabajo se consolidaron los fundamentos teóricos relacionados con el tema de Recubrimientos Duros, las técnicas de deposición, nitruros y carburos de metales de transición como los materiales comúnmente utilizados en estas aplicaciones. El Nitruro de Titanio (TiN) es el material más solicitado por las empresas que hacen uso de esta técnica, debido a su alta dureza, sin embargo no es recomendable en ambientes corrosivos y con temperaturas de trabajo iguales o superiores a 500 grados Celsius, pierden sus propiedades. También son solicitados el Nitruro de Zirconio (ZrN), Nitruro de Cromo (CrN), Nitruro de Titanio Aluminio (TiAlN) y Carbonato de Titanio.

Una vez reconocidas las técnicas de deposición de los recubrimientos duros, se hace necesario profundizar en el estudio de las propiedades tribológicas y mecánicas, ya que son ellas quienes permiten caracterizarlos y asociarlos con la capacidad de solución a cada problema de desgaste encontrado en las piezas industriales.

Los problemas de desgaste detectados en las piezas industriales de las empresas visitadas están relacionados con desgaste abrasivo y corrosivo, constituyéndose en las principales causas de deterioro de las mismas. Sin embargo, dentro de las cuatro empresas visitadas en el sur-occidente colombiano, PROPAL S.A., COPAPEL S.A., EMPAQUES DEL CAUCA S.A. e INDUSTRIA LICORERA DEL CAUCA, ninguna de ellas en el momento están haciendo uso de esta tecnología nanométrica. EMPAQUES DEL CAUCA S.A. Y PROPAL S.A. hacen uso de recubrimientos con espesores milimétricos y depositados mediante técnicas oxiacetilénicas o de arco. Estos recubrimientos han sido para las empresas de gran utilidad por su economía, entre \$10000 y \$12000 cuesta el recubrimiento por cada pieza en la empresa TAMETCO S.A., facilidad de elaboración y aumento de la vida de trabajo de la pieza. La INDUSTRIA LICORERA DEL CAUCA y COPAPEL S.A. son fábricas que conocen las propiedades de los Recubrimientos Duros, sin embargo no han hecho uso de ellos, porque han preferido atenuar los problemas de desgaste cambiando el material de las piezas o la empresa productora de las mismas.

En la zona del sur-occidente colombiano, uno de los laboratorios encargados de realizar Recubrimientos Duros, como solución a la industria es el CDT-ASTIN del SENA. Muchas empresas de la región hacen uso de sus servicios, sin embargo debido a una cláusula de confidencialidad firmada entre el laboratorio y el cliente, no es posible conocer el nombre de ellas, dificultad que impidió estar al tanto de los nombres de las empresas que los utilizan para aumentar la vida útil de las herramientas utilizadas en sus procesos manufactureros.

A través del estudio realizado a las industrias de la zona donde se establecieron algunos de los problemas de desgaste presentes en su proceso, se espera escribir proyectos conjuntos entre el Laboratorio de Bajas Temperaturas de La Universidad del Cauca y La Industria Licorera del Cauca y COPAPEL S.A.