



U

UNIVERSITAT DE BARCELONA

B

DEPARTAMENT DE FÍSICA APLICADA I ÒPTICA

Martí i Franquès, 1, 08028 Barcelona

**CARACTERIZACIÓN DE LAS PROPIEDADES
TRIBOLÓGICAS DE LOS RECUBRIMIENTOS
DUROS**

Maryory Astrid Gómez Botero

Memoria presentada para optar al grado de Doctora

Barcelona, Diciembre de 2005

CAPÍTULO 2

CARACTERIZACIÓN DE LAS PROPIEDADES TRIBOLÓGICAS

En este capítulo se presenta la caracterización de las propiedades tribológicas de los recubrimientos duros obtenidos por técnicas de PVD (evaporación por arco catódico y mediante pulverización catódica magnetrón). En la primera parte se hace una descripción detallada del equipo experimental utilizado para las medidas de coeficientes de fricción y tasas de desgaste en deslizamiento sin lubricación, se redacta el procedimiento experimental desarrollado para estas medidas y se muestran los resultados obtenidos y la discusión de ellos en el contexto de las propiedades particulares de los recubrimientos. En una segunda parte se hace una breve descripción del equipo utilizado para las medidas de desgaste abrasivo, se detalla el procedimiento seguido para desarrollar estas pruebas y finalmente se presentan los resultados obtenidos y su relación con otras propiedades.

2.1 SISTEMA EXPERIMENTAL UTILIZADO PARA LAS MEDIDAS DE FRICCIÓN Y DESGASTE EN DESLIZAMIENTO SIN LUBRICACIÓN

Antes de empezar a describir el equipo utilizado para medir la fricción de los materiales aquí estudiados, es conveniente recordar, que la fricción es la resistencia al

movimiento de deslizamiento entre dos cuerpos que están en contacto. El equipo utilizado para caracterizar las muestras estudiadas en esta tesis fue un sistema de bola sobre disco “ball-on-disk”, que fue fabricado en nuestro Laboratorio y opera en condiciones ambientales de temperatura y humedad. Con el propósito de entender su funcionamiento, este sistema de bola sobre disco se subdivide en tres partes principales:

1) La parte mecánica del equipo que está constituida por una plataforma que soporta: a) el transductor de fuerza que mide la fuerza de fricción, b) un porta-muestras giratorio, constituido por un cilindro robusto de acero inoxidable que gira sobre un eje vertical soportado por dos cojinetes a bolas, además junto a este cilindro está ubicado el dispositivo electrónico que mide su velocidad, c) el motor que proporciona el movimiento al cilindro y d) el balancín que conduce el porta-bolas y también soporta las cargas que establecen la fuerza normal.

2) La parte electrónica encargada de medir la fuerza a partir de la deformación del transductor de fuerza, el cual está formado por cuatro sondas extensiométricas solidamente adheridas a una palanca elástica y que están conectadas en puente de Wheatstone, este conjunto constituye un transductor de fuerzas con una sensibilidad de 0.1 mN. Además, también está la parte electrónica que mide la velocidad del porta-muestras giratorio y transmite la señal a un osciloscopio.

3) La parte informática incluye un computador con un programa que corre sobre sistema operativo DOS para registrar y presentar los datos de las medidas a tiempo real y también controlar los parámetros de prueba del sistema experimental.

La figura 2.1 muestra una imagen de las partes del sistema de bola sobre disco utilizado. A continuación se hará una descripción más detallada de cada uno de los componentes del equipo.

2.1.1 Mecánica del sistema de bola sobre disco

2.1.1.1. Transductor de fuerza tangencial

Para obtener los datos experimentales de fricción, el sistema utiliza un transductor de fuerza que es accionado por una varilla metálica de longitud regulable

que le transmite la fuerza tangencial ejercida sobre la bola en el punto de fricción, directamente desde el porta-bolas (fig. 2.1). El transductor de fuerza está constituido por una palanca metálica elástica en posición vertical, fijada a la base del sistema por su extremo inferior y que en su parte mediana lleva adheridas las 4 sondas extensiométricas en conexión puente que miden su deformación elástica, figura 2.2, cuando se ejerce una fuerza sobre el extremo libre de la palanca, el tramo mediano hueco se deforma elásticamente mientras que las dos secciones macizas que conforman los extremos no son deformadas, la deformación total de la palanca es muy pequeña, inferior a 200 micras para una fuerza de fricción de 1 N (fig. 2.2a). Cuando se retira la fuerza que causa la deformación, la palanca elástica vuelve a recuperar su forma inicial (fig. 2.2b). Un dispositivo similar es el utilizado en las balanzas comerciales.

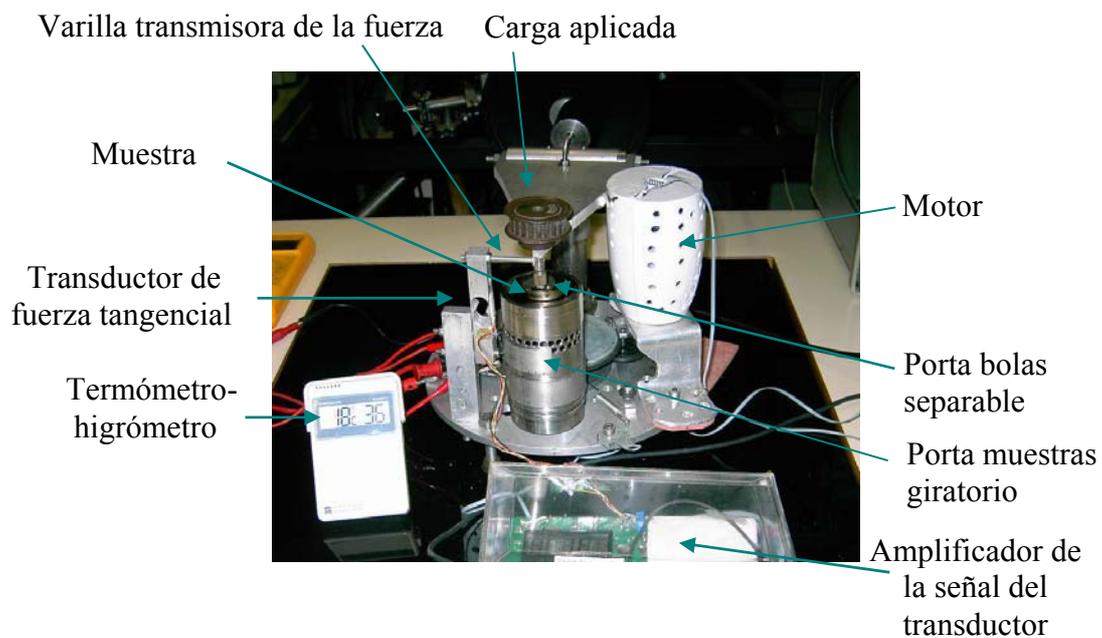


Figura 2.1- Sistema experimental de bola sobre disco “ball-on-disk” utilizado para las pruebas de fricción y desgaste en deslizamiento sin lubricación.

2.1.1.2. Posición relativa del transductor, la bola y la huella

Un aspecto importante a considerar de la parte mecánica es la posición relativa del transductor, la bola y la huella trazada por la bola sobre la muestra. Para realizar las medidas del presente trabajo se ajustó el eje de la bola desplazado 2 mm respecto al eje de giro del cilindro que soporta la muestra, figura 2.3a. Por tanto una vez inicia la

rotación, el punto de deslizamiento de la bola sobre la muestra describe un círculo de 4 mm de diámetro y en este punto de contacto la bola experimenta la fuerza de fricción, que es siempre tangente a este círculo, si no hay fricción no se experimenta fuerza. La varilla transmisora de la fuerza de fricción debe tener pues la dirección tangente al círculo trazado (fig. 2.3a) y la dirección de deformación del transductor de fuerza debe ser perfectamente perpendicular a la dirección de la varilla transmisora de fuerza, en caso contrario la fuerza medida no correspondería a la fuerza tangencial ejercida, sino a una componente de ésta (fig. 2.3b). El sistema permite ajustar fácilmente esta condición alineando primeramente el eje de giro del balancín porta-bolas perpendicularmente a la varilla transmisora y al transductor y después situando el eje de giro de la muestra exactamente debajo del eje de giro del balancín porta-bolas.

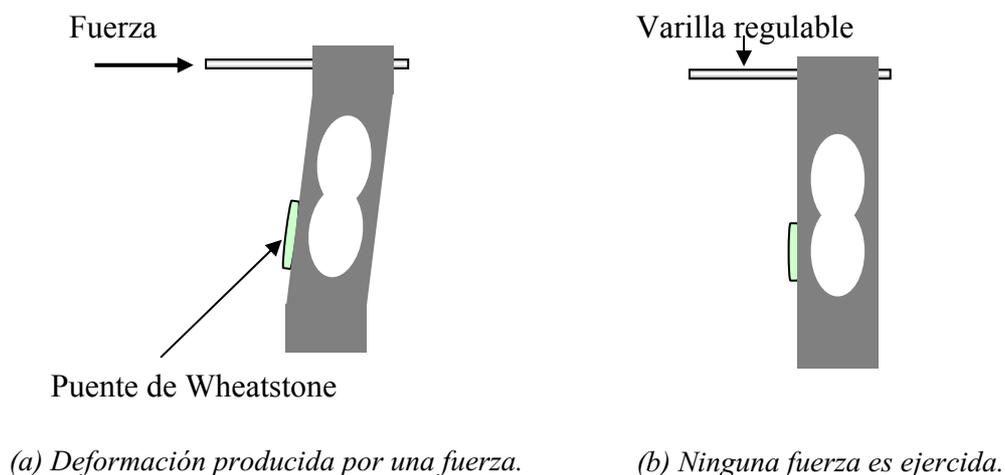


Figura 2.2- Esquema del funcionamiento del transductor de fuerza tangencial.

2.1.1.3. Sistema de transmisión de movimiento

Al iniciar este estudio, el equipo trabajaba con un motor que podía operar con una sola velocidad. La velocidad lineal de deslizamiento entre la bola y la muestra fue medida experimentalmente y se encontró que era de 0.0018 m/s. Gracias a la baja velocidad utilizada y a que el equipo toma cinco medidas de fuerza de fricción en un segundo, las pruebas realizadas en estas condiciones presentaban registros tan detallados como se puede observar en la figura 2.4a. Esta prueba fue realizada sobre una muestra de CrC contra bola de acero y aplicando una carga de 2 N. Si se amplía la

escala de ciclos de una parte del registro es posible observar la evolución del coeficiente de fricción μ a lo largo de cada vuelta recorrida sobre la muestra, fig. 2.4b. Esta gráfica se presenta aquí sólo para ilustrar el tipo de registros obtenidos en las mencionadas condiciones de operación del equipo, en la parte de resultados se realizarán los comentarios pertinentes a este tipo de medidas detalladas.

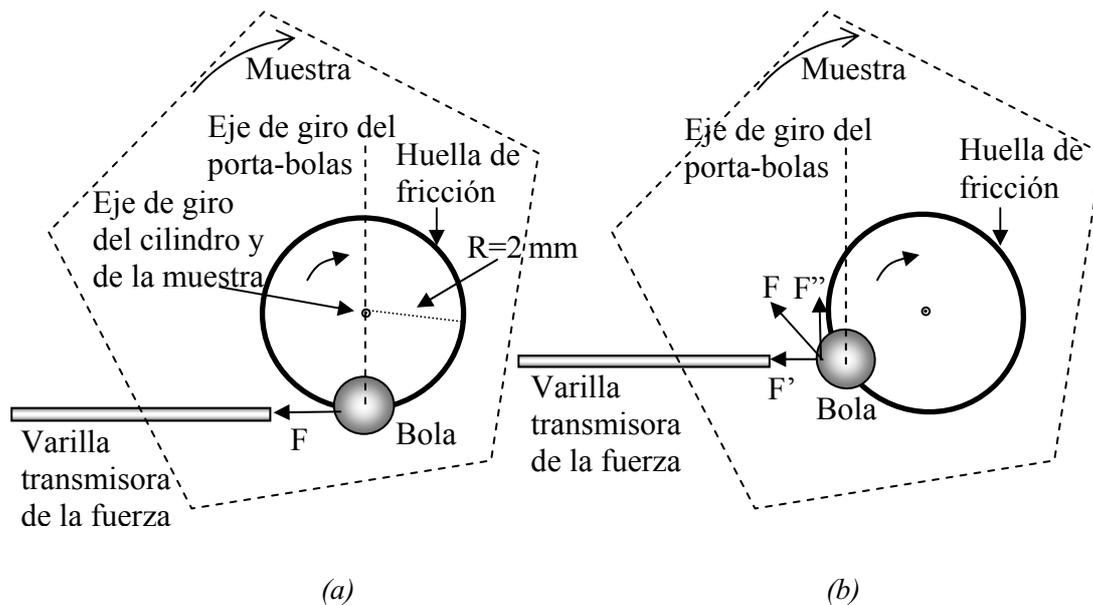


Figura 2.3- Disposición del transductor respecto a la huella descrita por la bola, (a) **BIEN**: en una posición tangente a la huella (b) **MAL**: en una posición no tangente a la huella.

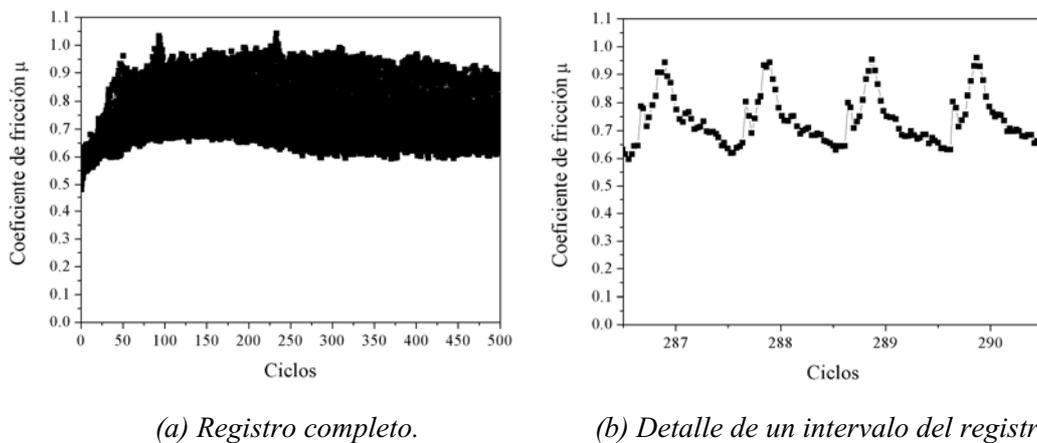


Figura 2.4- Registro del coeficiente de fricción, obtenido en el sistema de bola sobre disco con una velocidad de 0.0018 m/s.

Posteriormente, se cambió el motor del equipo por otro de corriente continua a tensión variable, con una polea de transmisión que comunica directamente el motor y el cilindro giratorio porta-muestras, figura 2.5. En estas condiciones, el equipo puede trabajar en un rango de velocidades desde 0 hasta 0.12 m/s, esta velocidad se varía graduando la alimentación del motor en el rango de 0 a 50 V. Para realizar pruebas con velocidades inferiores a 0.02 m/s se introduce una reducción adicional entre el motor y la polea de transmisión. La velocidad de giro del porta-muestras se determina a partir de la traza en el osciloscopio de la tensión inducida por un imán, solidario al porta-muestras giratorio, sobre una pequeña bobina fija en la base.

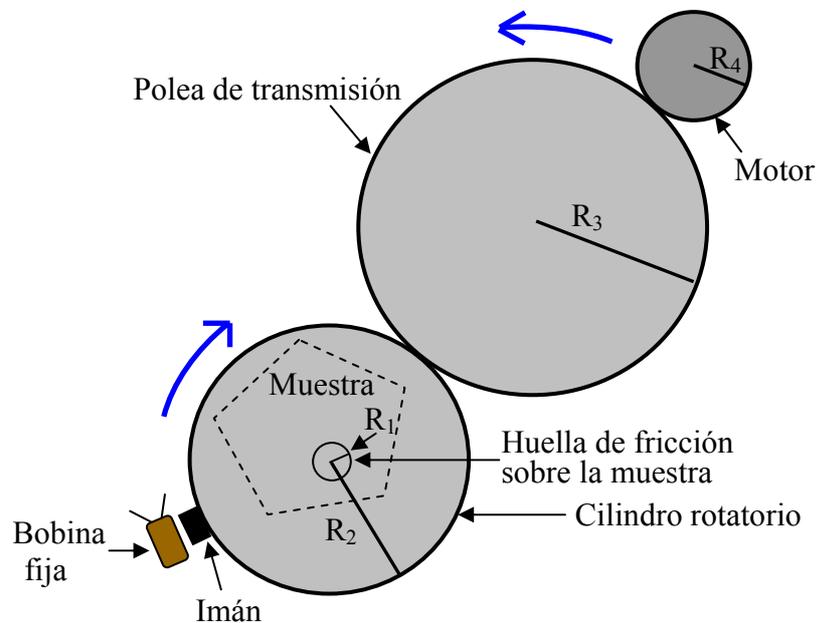


Figura 2.5- Esquema de la configuración mecánica del sistema de transmisión de movimiento del equipo.

La relación entre la velocidad lineal en el contacto de la bola con la muestra y la frecuencia medida en el osciloscopio está dada por la expresión:

$$v_1 = \omega_1 R_1 = 2\pi f_{osc} R_1 \quad (2.1)$$

- donde:
- v_1 : es la velocidad lineal en el contacto con la muestra.
 - ω_1 : es la velocidad angular en el contacto con la muestra.
 - R_1 : es el radio de la huella descrita sobre la muestra.

f_{osc} : es la frecuencia medida por el osciloscopio.

Nuestro sistema de bola sobre disco, permite ajustar el radio de la huella de fricción entre 0.1 mm y 6 mm, pero todos los ensayos de esta tesis se realizaron con surcos de 2 mm de radio, se escogió este valor porque las huellas de fricción de 4 mm de diámetro son suficientemente grandes para poder analizar posibles irregularidades a lo largo de un surco y por otra parte son suficientemente pequeñas para permitir acomodar varias huellas sobre una muestra pequeña sin que se toquen entre si. Para realizar diferentes ensayos de fricción sobre una misma muestra, es necesario desplazarla sobre el cilindro porta-muestras, lo cual conlleva a no tener la muestra concéntrica con el porta-muestras. Se observó que al realizar pruebas con la muestra en una posición muy excéntrica, el cilindro giratorio vibraba excesivamente, fue necesario adaptar un contrapeso sobre las paredes externas del cilindro a fin de equilibrar dinámicamente el conjunto. Las muestras se fijan al cilindro adheridas mediante una resina que proporciona una unión fuerte y rígida, evitando pequeños desplazamientos que podrían influir sobre los resultados de las medidas realizadas. Esta resina se aplica calentándola o bien diluyéndola con tricloroetileno (C_2HCl_3), para separar la muestra del soporte también se hace de estas maneras.

2.1.1.4. Balancín mecánico que sostiene el porta-bolas y la carga

El sistema mecánico para aplicar la fuerza normal sobre la bola y fijar la posición de la bola cuando esta desliza sobre la muestra está formado por un balancín de aluminio que puede girar según dos ejes alrededor de su punto de apoyo, figura 2.6. Los ejes de giro vertical y horizontal están equipados ambos con dos cojinetes a bolas que proporcionan giros sin fricción y sin balanceos. Un extremo del balancín soporta el porta-bolas de fácil separación manual y también un soporte para las cargas, que está situado inmediatamente sobre el porta-bolas para evitar cualquier error en la fuerza aplicada sobre la bola. El otro extremo del balancín tiene un contrapeso regulable que permite ajustar el equilibrio horizontal del conjunto antes de instalar la carga. Las cargas están constituidas por cilindros de acero inoxidable de diversos tamaños y de pesos calibrados que se substituyen convenientemente.

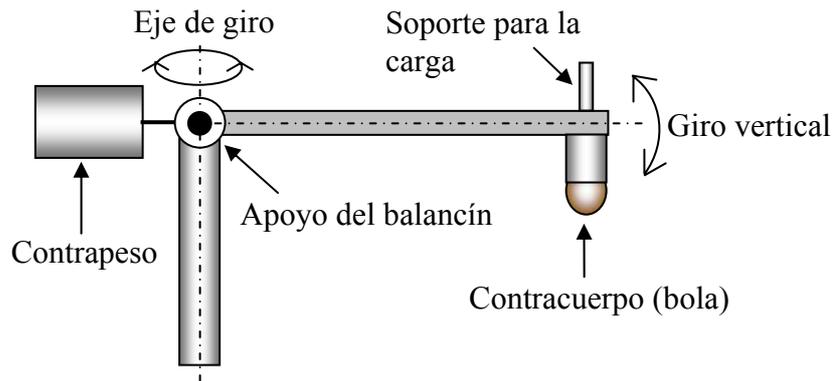


Figura 2.6- Posición de equilibrio horizontal del balancín mecánico que sostiene el porta-bolas y la carga aplicada.

2.1.2. Electrónica del sistema de bola sobre disco

2.1.2.1. Sistema de medida de la fuerza tangencial

La palanca metálica elástica del transductor de fuerza sufre una deformación proporcional a la fuerza aplicada a su extremo libre (esta es la fuerza tangencial transmitida por la varilla). Esta deformación es detectada por las cuatro sondas extensiométricas adheridas a la palanca. Estas cuatro resistencias están conectadas en puente de Wheatstone (fig. 2.7). En un principio las resistencias son aproximadamente iguales y el puente está aproximadamente equilibrado, pero cuando ocurre la deformación, las resistencias R_2 y R_3 se alargan lo que hace que aumente la resistividad de ellas, mientras que las resistencias R_1 y R_4 se contraen disminuyendo su resistividad, estos cambios generan una diferencia de potencial entre los nodos C y D del puente, por tanto una corriente I que es transmitida al circuito externo de medida.

En este circuito electrónico externo no se mide el voltaje sino la corriente, mediante un doble amplificador operacional montado en amplificador de corriente (o sea que anula la diferencia de potencial a la entrada del amplificador) debido a que la medida de la señal de corriente resulta más sensible en un circuito de baja resistencia como es el puente de resistencias. De esta forma, la palanca elástica se deforma proporcionalmente a la fuerza transmitida por la varilla transmisora (fig. 2.2) y el puente convierte la deformación en señal eléctrica de corriente, la cual es transmitida al amplificador de corriente contenido en un circuito exterior que la transforma en tensión y esta va a un voltímetro digital de 5 dígitos que la digitaliza y transmite en forma

numérica al computador. El circuito electrónico utilizado es análogo al de las balanzas comerciales. El voltímetro se comunica con el computador mediante bus serie estándar RS232.

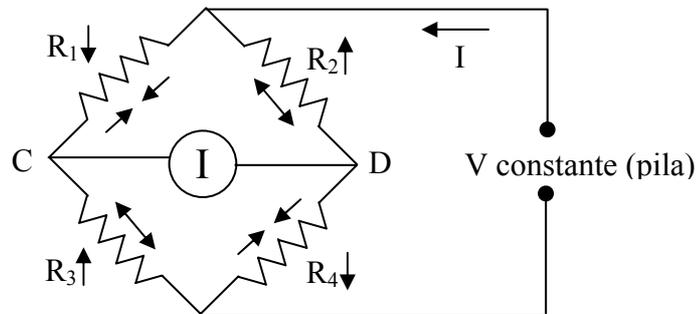


Figura 2.7- Circuito de resistencias extensiométricas en puente de Wheatstone.

2.1.2.2. Circuito que controla el motor

El sistema cuenta con un circuito interruptor con el que se puede poner en marcha el motor y otras funciones. En el circuito están contenidos dos relees que tienen funciones diferentes: uno detiene el motor cuando el programa se lo indica, por ejemplo cuando se acaba un ensayo o bien para hacer una medida del cero del transductor de fuerza, esta medida consiste en registrar la señal transmitida por el transductor, cuando ninguna fuerza es ejercida sobre él a fin de inspeccionar si su funcionamiento es correcto. Cuando se va a realizar una medida del cero del sistema, el otro rele inverte por dos décimas de segundo el sentido de rotación del motor cambiando la polaridad de la alimentación, a fin de que el balancín que está en contacto con la barra del transductor de fuerza sea desplazado del contacto y se pueda hacer un registro con el transductor libre de carga.

2.1.2.3. Dispositivo de medida de velocidad

La medida de velocidad de giro del porta-muestras se hace mediante el pulso de tensión inducida sobre una bobina inmóvil por un imán adherido a la pared lateral del cilindro porta-muestras giratorio (fig. 2.5). La señal producida es enviada al osciloscopio que registra un pulso de tensión por cada vuelta del porta-muestras y que transmite al computador el momento preciso en que se produce la señal.

2.1.3. Informática del sistema de bola sobre disco

El equipo trabaja con un programa escrito en el lenguaje de programación Quick Basic y corre bajo el sistema operativo DOS. En un principio cuando se empezó a operar, el equipo contaba con un programa muy simple que recibía los datos de fuerza registrados en un osciloscopio y contabilizaba el tiempo, el único parámetro que se podía entrar era el nombre del archivo de salida. Antes de iniciar los ensayos se inspeccionaba que el osciloscopio presentara una lectura alrededor de cero correspondiente a la señal transmitida por el transductor, cuando ninguna fuerza es ejercida. Posteriormente mejoramos la precisión del sistema digitalizando la tensión suministrada por el circuito electrónico del transductor mediante un voltímetro digital conectado al computador y utilizando el osciloscopio, también conectado al ordenador, para la medida de la velocidad y para sincronización.

La gráfica que se muestra en la figura 2.8 se obtuvo aplicando diferentes cargas calibradas sobre el transductor y registrando los valores mostrados por el voltímetro. En esta figura es clara la linealidad existente entre la señal del voltímetro y la fuerza ejercida sobre el transductor de fricción, además la recta pasa por el origen mostrando buena correspondencia entre el cero del sistema y la lectura del voltímetro.

A partir de esta gráfica se adquirió el factor de conversión para convertir los datos suministrados por el voltímetro (mV) a fuerza tangencial (N), el cual fue introducido en la expresión:

$$Fuerza\ tan\ gencial = datos\ mV \times 0.0043 \frac{N}{mV} \quad (2.2)$$

Con los valores de fuerza tangencial se calcula coeficiente de fricción:

$$\mu = \frac{Fuerza\ tan\ gencial}{Carga\ aplicada} \quad (2.3)$$

El programa hace el cálculo del coeficiente de fricción de acuerdo a las expresiones 2.2 y 2.3.

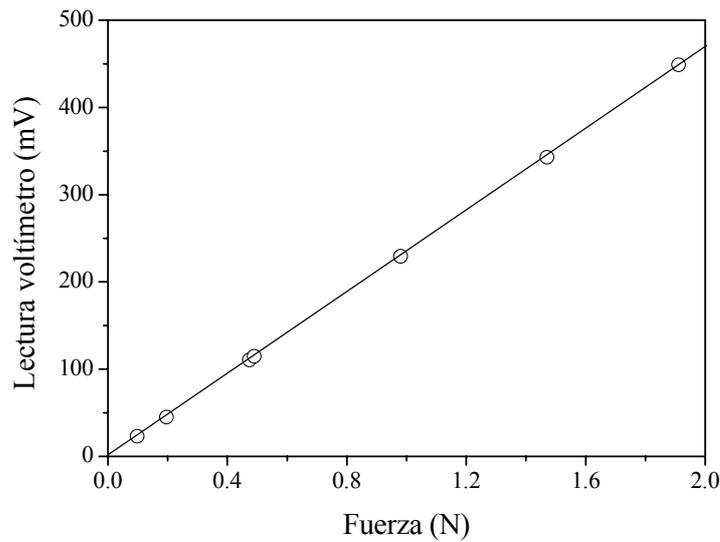


Figura 2.8- Relación entre lecturas de tensión y las fuerzas ejercidas sobre el transductor de fricción mediante la aplicación de distintas cargas calibradas.

Después de haber practicado algunas pruebas en el sistema, se detectó que el valor del cero inicial presentaba deriva a lo largo de las pruebas, lo cual fue atribuido al circuito electrónico de amplificación, concretamente al sistema de alimentación basado en pilas que iban cambiando su tensión en la medida en que se utilizaban, por tanto se procedió a suministrar la alimentación a través de una fuente de alimentación estabilizada. Después de este cambio se siguió inspeccionando cuidadosamente el comportamiento del valor cero del sistema.

Después de resolver la deriva del valor cero del equipo aparentemente causada por la alimentación con pilas, se siguió observando minuciosamente las variaciones y se observó que en ensayos cortos de 1 a 3 horas, dicho valor permanecía prácticamente invariable, mientras que en algunos ensayos de mayor duración, el cero al final del ensayo era apreciablemente diferente al que se tenía al inicio. Se encontró que cuando había cambios de temperatura apreciables, era justo cuando ocurrían estos cambios del valor cero del sistema, cuando la temperatura en el laboratorio aumentaba, este valor disminuía.

Una vez encontrado este comportamiento, se empezó a tomar nota de las variaciones del valor cero del sistema y de la temperatura en el laboratorio, a fin de conocer su evolución en el tiempo. Después de varias pruebas se encontró que la

variación del cero del sistema presentaba una tendencia exponencial con los cambios de temperatura como lo muestra la figura 2.9.

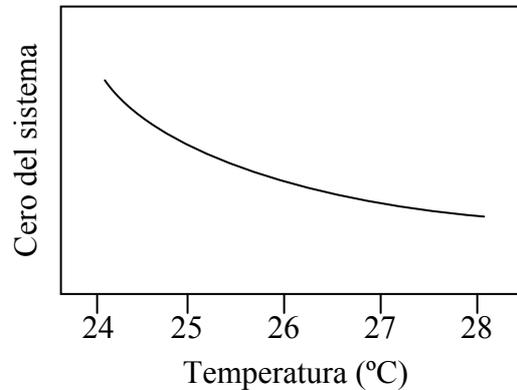


Figura 2.9- Deriva del cero del transductor de fuerza en función de la temperatura del laboratorio.

Para evitar los efectos de esta variación se tomaron dos precauciones: una es mantener el laboratorio a una temperatura constante y la otra precaución fue hacer medidas del cero periódicamente a lo largo de los ensayos, controladas desde el computador. La figura 2.10 muestra un ejemplo de los registros obtenidos en el sistema experimental, midiendo el valor cero del sistema durante la prueba. Además, se modificó el programa de forma que mostrara en la pantalla, la gráfica en tiempo real de la fuerza tangencial como una función del tiempo de medida, para poder vigilar las medidas y variaciones del cero del sistema en caso que las hubiese.

Debido a que el sistema toma cinco medidas en un segundo, a lo largo de un ensayo se obtienen demasiados puntos como se puede apreciar en la figura 2.10, por tanto, en el programa se introdujo una variable que permitiera decidir si se quiere hacer promedio de los datos obtenidos cada periodo predeterminado y efectuarlo cada vez que se alcance un número determinado de datos. A la hora de concluir el estudio presentado en esta tesis el programa FRICCIO3.BAS desde el cual se disponen los ensayos del sistema de bola sobre disco, tiene los siguientes parámetros de entrada y de salida.

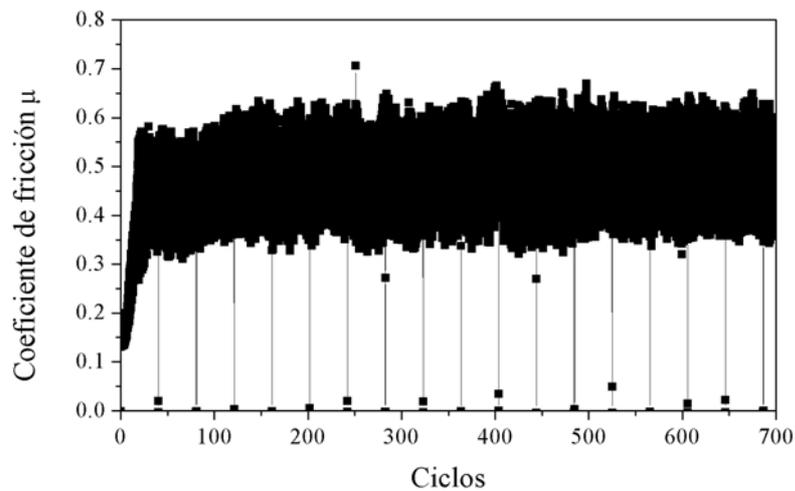


Figura 2.10- Registro obtenido en el sistema de bola sobre disco, realizando medidas del cero del sistema cada 10 minutos.

Parámetros de entrada:

Nombre de la muestra [máx. 6 caracteres]:

Número del ensayo [01-99]:

Tiempo máximo de medida: es la duración total del ensayo en minutos.

Velocidad de medida [s,m,f]: se refiere a la velocidad de toma de datos para el voltímetro: baja, media o alta. Para los ensayos de este trabajo se utilizó la velocidad media en la cual toma 5 datos por segundo.

Peso aplicado: se refiere a la carga aplicada en g.

Intervalo entre ceros: si se quieren hacer medidas del cero del transductor durante el ensayo, aquí se indica cada cuántos minutos detiene momentáneamente el motor para comprobar el cero del transductor de fuerza.

Número máximo de puntos: si se desea promediar datos, se indica cada cuántos puntos se hace un promedio.

Durante el ensayo el programa grafica continuamente en pantalla el coeficiente de fricción vs. el tiempo en una escala ampliada de un minuto, lo que permite detectar continuamente la ocurrencia de accidentes en el ensayo.

Datos de salida:

Una vez finalizado un ensayo la pantalla del computador muestra la gráfica completa de todo el registro. Al final del ensayo se obtiene un archivo de dos columnas con

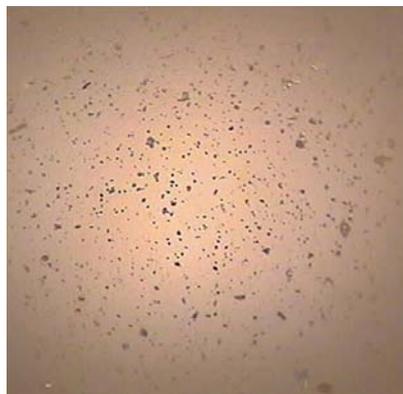
extensión .dat, donde una columna corresponde a los tiempos de las medidas y la otra columna a los coeficientes de fricción.

2.1.4. Descripción de las bolas utilizadas en los ensayos

Para las medidas de fricción y desgaste se emplearon como contrapartes bolas de 6 mm de diámetro de diversos materiales. Se utilizaron bolas pulidas de alúmina y de carburo de tungsteno WC-Co, y de acero endurecido (bolas de rodamiento).

2.1.4.1. Bolas de alúmina

La figura 2.11 muestra el aspecto superficial de una bola de alúmina de las que fueron utilizadas como contraparte en las pruebas de bola sobre disco. Esta imagen fue adquirida después de limpiar la bola en un baño de etanol mediante ultrasonido. Estas bolas son de color blanco brillante y presentan considerable porosidad como puede ser observado en la fotografía.



300 μm

Figura 2.11- Aspecto de las bolas de alúmina pulidas cuando son observadas al microscopio óptico.

Además estas bolas presentan baja reactividad, baja adsorción de agua y están constituidas de alúmina sinterizada del 99.7 % de pureza, con una mínima cantidad de óxido de silicio [GrupoProquim]. Después del sinterizado estas bolas son sometidas a un proceso de pulido. Algunas de las características de este material son [MatWeb]:

Densidad = 3.98 g/cm^3

Dureza = 21 GPa

Módulo de elasticidad (E) = 370 GPa

Coefficiente de Poisson (ν) = 0.22

2.1.4.2. Bolas de WC-Co

La figura 2.12 muestra una imagen de una bola de WC-Co. Estas bolas presentan un aspecto gris metálico y menos porosidad al microscopio que las bolas de alúmina, figuras 2.11 y 2.12. Algunas veces este tipo de bolas tienen en su superficie manchas de óxido que no se desprenden fácilmente, por tanto es muy importante seleccionar al microscopio la superficie que va a estar en el contacto tribológico antes de una prueba.



300 μm

Figura 2.12- Aspecto general de las bolas de WC-Co al microscopio óptico.

Comercialmente a estas bolas se les conoce como bolas de WC, realmente no están constituidas sólo por este material, son un composite (CerMet) de una matriz de cobalto con partículas cristalinas micrométricas de WC, por tanto, la nomenclatura que será utilizada para referirse a este material durante el desarrollo del presente trabajo será WC-Co. Algunas de las características del WC son [MatWeb]:

Densidad = 15.72 g/cm^3

Dureza = 23.5 GPa

Módulo de elasticidad (E) = 683 GPa

2.1.4.3. Bolas de acero endurecido

Las bolas de acero revelan un aspecto superficial menos uniforme que las bolas de alúmina y WC-Co, exhibiendo pequeñas áreas con óxidos adheridos. Mediante limpieza con etanol en un baño de ultrasonido, no se logra la eliminación de estos óxidos, figura 2.13. Estos óxidos se eliminan a través de una limpieza mecánica, lo cual no es posible ponerlo en práctica debido a que esto cambia la geometría de la bola. Por tanto para usar estas bolas en especial, se requiere realizar una minuciosa observación al microscopio antes de montar un ensayo, a fin de posicionar la bola de forma tal que una zona libre de manchas de óxidos quede en contacto con la muestra a evaluar. En cuanto al color y brillo, las bolas de acero presentan un aspecto similar al de este metal.



300 μm

Figura 2.13- Apariencia de las bolas de acero endurecido cuando son observadas al microscopio óptico.

Las bolas de acero endurecido de los rodamientos están fabricadas en acero al carbono con cromo de nombre comercial 100Cr6 (composición: C = 0.98-1.1 %, Mn = 0.25-0.45 %, Si = 0.15-0.35 %, Cr = 1.3-1.6 %, Mo = 0.1 % máx., Ni = 0.25 % máx., Cu = 0.35 % máx., P = 0.025 % máx., S = 0.025 % máx.), las cuales son sometidas a un proceso de temple a fin de endurecerlas superficialmente. A continuación se enumeran algunas de las características de este material:

Densidad = 8.63 g/cm³

Dureza = 7 GPa

Módulo de elasticidad = 203 GPa

2.2. MEDIDAS REALIZADAS PARA VERIFICAR EL FUNCIONAMIENTO DEL SISTEMA DE BOLA SOBRE DISCO

Antes de realizar cualquier ensayo con el equipo sobre las muestras que son objeto de estudio, se desarrollaron muchas pruebas de pares tribológicos típicos con coeficientes de fricción conocidos a fin de contrastar las medidas de fricción que proporciona nuestro sistema experimental.

Todas las pruebas de fricción, tanto las de verificación del sistema como las realizadas sobre las muestras de los proyectos, se efectuaron sin lubricación, ya que estas son las condiciones que más se acercan a las utilidades prácticas de los recubrimientos estudiados. Las figuras 2.14a y b presentan registros sobre caucho de nitrilo laminado contra bolas de alúmina y acero respectivamente obtenidos en el sistema de bola sobre disco, estos resultados están de acuerdo con los valores conocidos para el caucho. La figura 2.15 muestra el coeficiente de fricción μ registrado sobre una lámina de teflón contra bola de alúmina, se corresponde bien con el comportamiento conocido de este material. Los valores de los coeficientes de fricción de los pares cromo-acero y acero-acero obtenidos en nuestro sistema como lo muestra la figura 2.16, se corresponden bastante bien con los valores reportados en la literatura 0.68-0.88 y 0.74, respectivamente [Holmberg p.395, Roymech].

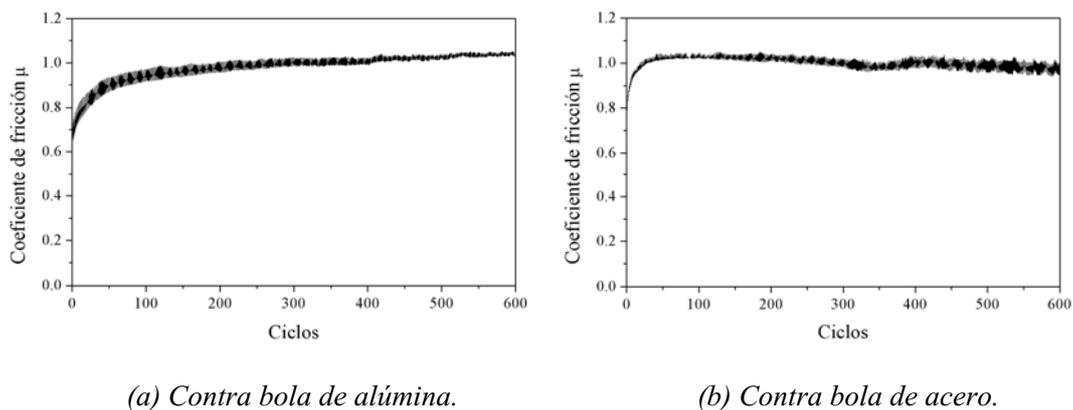


Figura 2.14- Registro de una muestra de caucho aplicando una carga de 2 N y una velocidad de 0.0021 m/s.

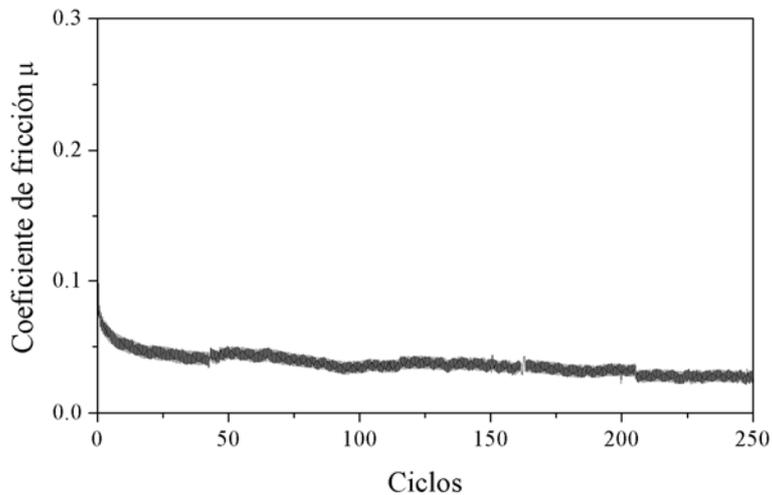
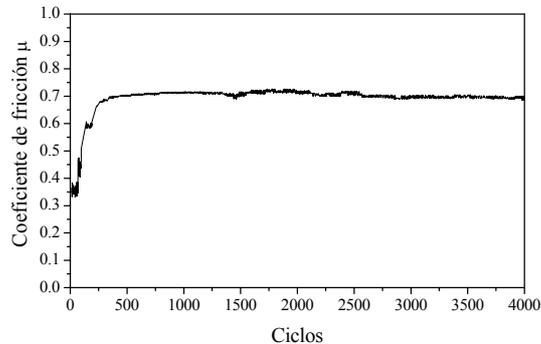
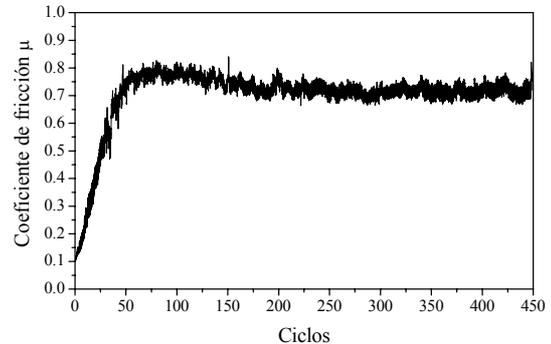


Figura 2.15- Registro del par compuesto por bola de alúmina contra muestra de teflón con una carga de 0.5 N y velocidad de 0.0021 m/s.

Este registro de la figura 2.15 permite comprobar la habilidad del sistema para medir bien los valores de las fricciones más pequeñas o sea la buena sensibilidad del transductor de fuerza empleado.



(a) Cromo contra bola de acero, aplicando una carga de 2.5 N y una velocidad de 0.02 m/s.



(b) Acero contra bola de acero, aplicando una carga de 1 N y una velocidad de 0.0021 m/s.

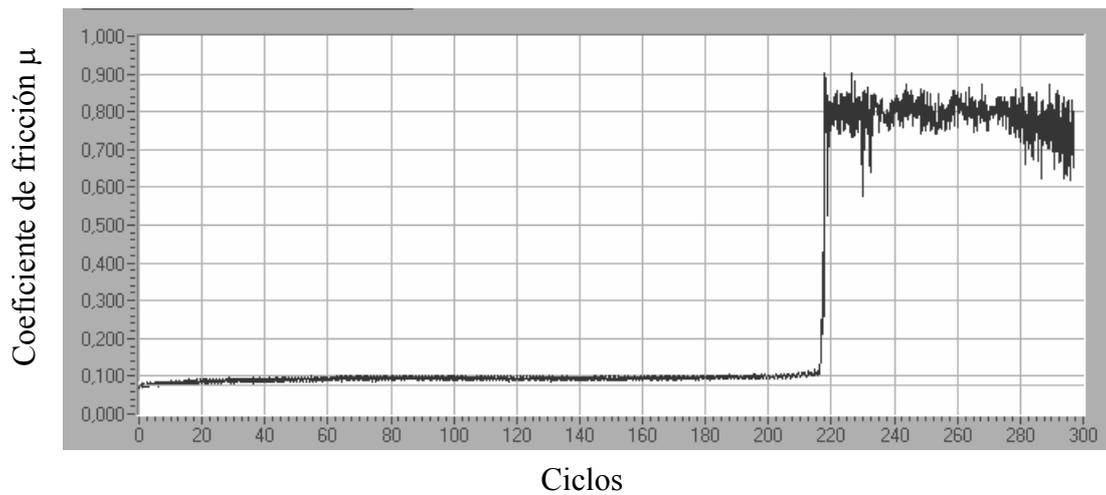
Figura 2.16- Registros de fricción realizados para valorar el funcionamiento del sistema de bola sobre disco.

Después de obtener los resultados esperados sobre los pares tribológicos conocidos, se efectuaron otras medidas para comparar los resultados obtenidos en nuestro sistema con los resultados obtenidos en otro tribómetro de bola sobre disco fabricado por CSEM, Neuchatel, Suiza (perteneciente al Departamento de Ciencia de

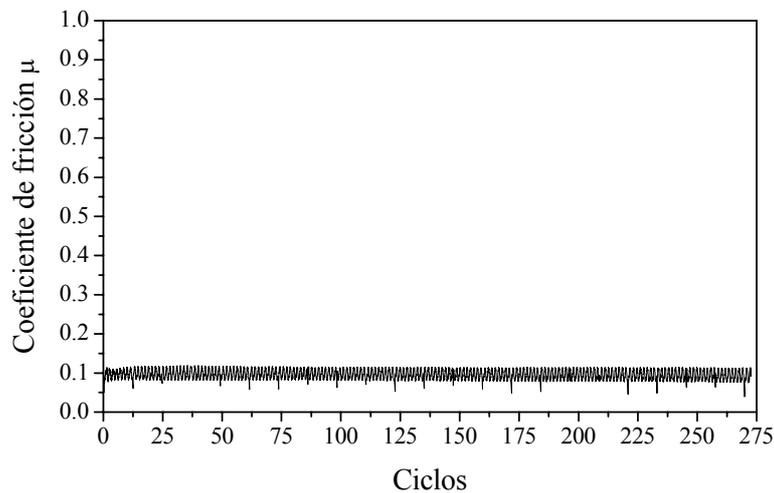
Materiales e Ingeniería Metalúrgica de la Escuela Politécnica Superior de Ingeniería de Vilanova i la Geltrú de la Universidad Politécnica de Catalunya). Estas pruebas se desarrollaron sobre muestras iguales y en condiciones de prueba muy similares en ambos equipos. De estos ensayos se obtuvieron los siguientes resultados.

Los registros mostrados en las figuras 2.17a y b con el par vidrio–alúmina (porta objetos de vidrio sódico flameado contra bola de alúmina pulida) se corresponden muy bien durante los primeros ciclos de la prueba realizada en el equipo CSEM (hasta alrededor de 215 ciclos) y para toda la prueba en nuestro sistema, exhibiendo un coeficiente de fricción de 0.1. El registro obtenido en el equipo CSEM presenta un cambio abrupto en el coeficiente de fricción aumentando hasta 0.8 a partir de 215 ciclos, debido a que el vidrio empezó a fracturar y a partir de aquí empezó a presentar desgaste, mientras que en la prueba realizada en nuestro sistema esta falla no se presentó. Sin embargo se hicieron repetidas pruebas en nuestro sistema y se encontró que unas veces el vidrio fractura y otras veces no, mientras no ocurra la iniciación de una pequeña fractura, el vidrio permanece sin ningún tipo de deformación o desgaste aparente (no se observa huella) en el ensayo, pero tan pronto se inicia una pequeña fractura provocada por un impacto externo o por la amplificación de algún defecto superficial en el vidrio, el coeficiente de fricción aumenta inmediatamente alrededor de 0.8, y ya en estas condiciones se observa surco de desgaste en la muestra.

La figura 2.18a presenta un registro obtenido sobre una muestra de vidrio en nuestro sistema, donde la muestra empezó a fracturar a partir de los 110 ciclos e inmediatamente empieza a aumentar μ , mientras que la figura 2.18b presenta un registro donde la fractura sucedió desde el inicio del ensayo, aumentando rápidamente el coeficiente de fricción a 0.8 que es el valor medido en el vidrio bajo condiciones de desgaste. Un registro similar al de la figura 2.18b (fractura el vidrio al inicio del ensayo) fue obtenido en el equipo CSEM cuando se evaluó una muestra de vidrio contra bola de alúmina, aplicando una carga de 5 N con una velocidad de 0.02 m/s y con un radio de huella de 4 mm. Por tanto, la fractura del vidrio que conlleva al aumento del coeficiente de fricción es imprevisible, en cualquiera de los dos equipos.



(a) Medida realizada en el equipo CSEM.



(b) Registro obtenido en nuestro sistema.

Figura 2.17- Medidas realizadas sobre muestras de vidrio contra bolas de alúmina, aplicando una carga de 5 N, velocidad de 0.005 m/s con una huella de 2 mm de radio.

La figura 2.19 muestra los registros obtenidos con el par silicio-alúmina (obleas de silicio pulidas contra bola de alúmina pulida) en los dos equipos mencionados. Como se puede apreciar los registros son muy similares presentando coeficientes de fricción al inicio de la prueba de 0.1 en el equipo CSEM (fig. 2.19a) y 0.15 en nuestro equipo (fig. 2.19b), después de unos pocos ciclos el coeficiente de fricción aumenta a valores alrededor de 0.6 en el equipo CSEM y 0.7 en nuestro sistema. A pesar de que se

obtuvieron estos registros muy idénticos en condiciones de prueba bastante similares, no siempre sucedió lo mismo, ya que con el silicio pulido también ocurre una situación parecida a la del vidrio (fragilidad), mientras no se inicie la primera grieta, el coeficiente de fricción se sostiene alrededor de 0.1 y 0.2 sin desgaste aparente. Cuando aparece la primera rotura, el coeficiente de fricción aumenta como lo muestran las gráficas y es muy estable en estas condiciones de desgaste. Consecuentemente, se obtuvieron registros con valores de fricción bajos y estables como lo son al inicio de estas pruebas, hasta que se inicia la primera falla y se continua con valores de fricción altos y relativamente muy estables, en registros largos.

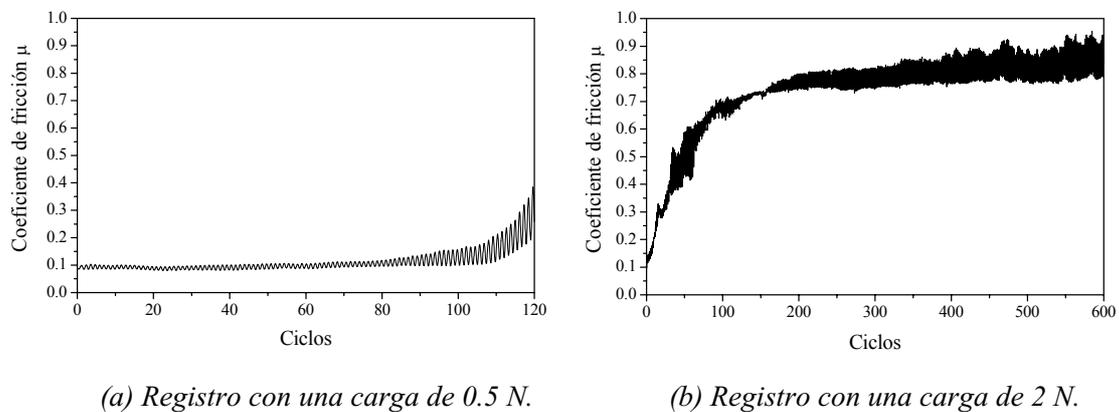
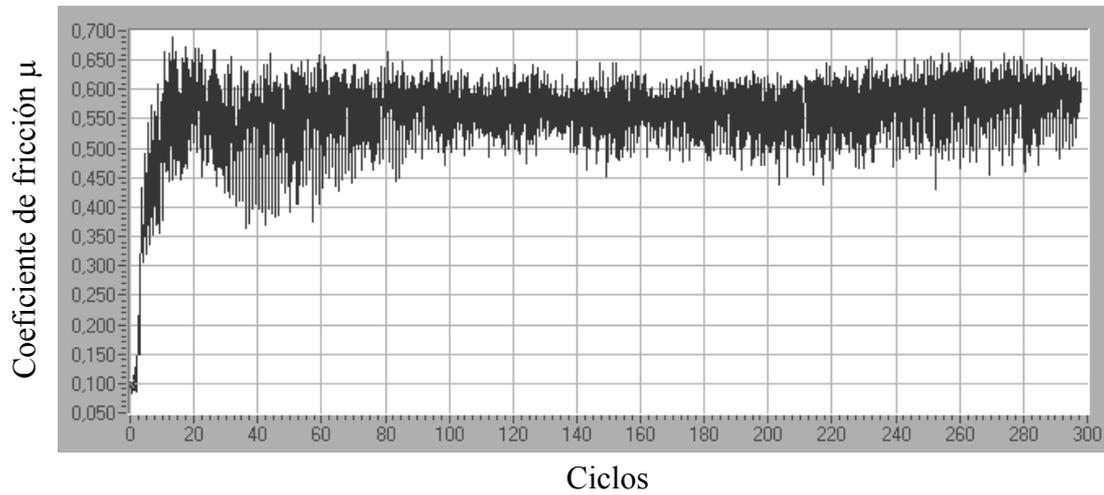


Figura 2.18- Resultados obtenidos sobre muestras de vidrio contra bolas de acero, a una velocidad de 0.0013 m/s.

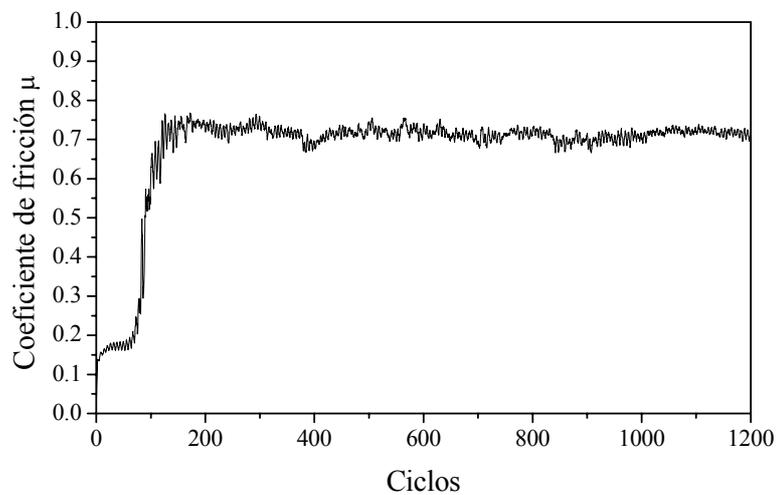
La figura 2.20 presenta los registros obtenidos sobre muestras de TiAlN contra bolas de alúmina en los dos equipos. El registro correspondiente al equipo CSEM presenta un coeficiente de fricción bastante inestable a lo largo de toda la prueba presentando un valor de fricción medio alrededor de 0.55, mientras que el registro correspondiente a nuestro sistema presenta un valor bastante estable después del tiempo de ajuste inicial “initial setting time” mostrando un valor medio alrededor de 0.65. Estos valores son comparables con los valores de coeficientes de fricción reportados en la literatura para el TiAlN alrededor de 0.6 y 0.7 [CSMInstruments, Hannibal].

Después de realizar las pruebas para constatar el buen funcionamiento de nuestro sistema experimental, se procedió a realizar ensayos sobre muestras de interés para el

desarrollo de los proyectos. Todas las pruebas y resultados de fricción y desgaste en deslizamiento a que se haga alusión de aquí en adelante fueron desarrollados en nuestro sistema de bola sobre disco.

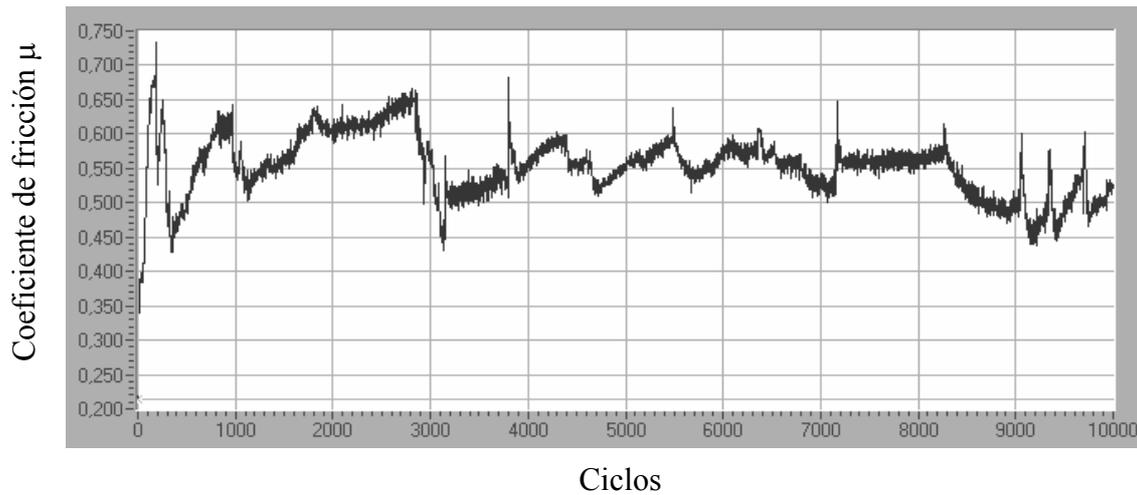


(a) Registro obtenido en el equipo CSEM, aplicando una carga de 5 N.

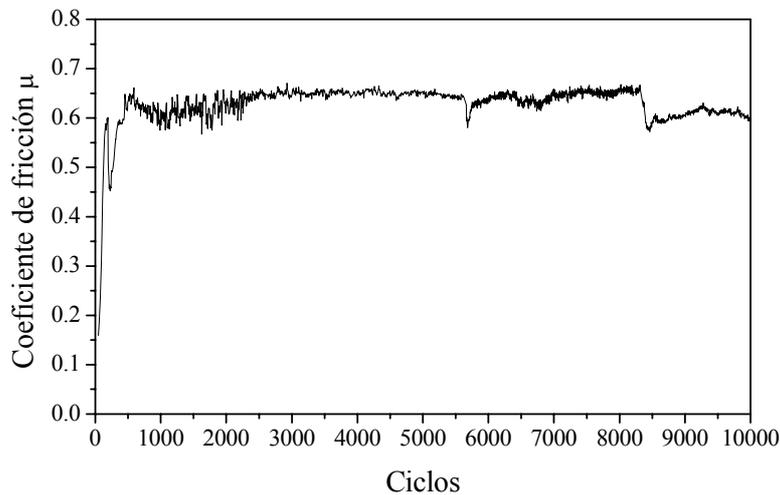


(b) Registro obtenido en nuestro sistema experimental, aplicando una carga de 2 N.

Figura 2.19- Resultados obtenidos sobre obleas de silicio contra bolas de alúmina, con una velocidad de 0.005 m/s y una huella de 2 mm de radio, en ambas medidas.



(a) Registro obtenido en el equipo CSEM con una huella de 5 mm de radio.



(b) Registro obtenido en nuestro sistema experimental con una huella de 2 mm de radio.

Figura 2.20- Resultados de fricción de muestras de TiAlN contra bolas de alúmina, aplicando cargas de 10 N y velocidades de 0.10 m/s en ambos ensayos.

2.3. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL DESARROLLADO PARA EFECTUAR LAS MEDIDAS DE FRICCIÓN Y DESGASTE EN DESLIZAMIENTO SIN LUBRICACIÓN

2.3.1. Procedimiento para realizar las pruebas de fricción

Es conveniente recordar que todas las pruebas fueron desarrolladas sin lubricación, en condiciones ambientales del laboratorio (temperatura y humedad) y

tanto las muestras como las bolas se limpiaron con etanol antes y después de cada ensayo. Esto con el fin de retirar alguna contaminación que pudiera estar presente en las superficies a evaluar y para poder observar y valorar tanto las bolas como las huellas obtenidas, una vez concluidas las pruebas. Las bolas fueron observadas en el microscopio óptico antes de cada ensayo para tomar registro fotográfico de su estado inicial y comprobar la ausencia de defectos (o manchas de óxido en el caso de las bolas de acero) en el área de contacto.

2.3.1.1. Aspectos a tener en cuenta en la elección de los parámetros a utilizar

Antes de realizar una medida de fricción en deslizamiento sin lubricación, es necesario decidir con antelación los parámetros de prueba que se van utilizar, esto normalmente se hace en base a características conocidas de la muestra a evaluar como las presentadas a continuación:

- Espesor del recubrimiento: si es un recubrimiento muy delgado el ensayo será con menos carga, menos tiempo o con menor velocidad que si la muestra presenta un recubrimiento grueso.
- Grado de adhesión: si el recubrimiento presenta una buena adhesión al sustrato soportará una prueba más agresiva (mayor carga) que si la adhesión es regular.
- Rugosidad superficial: cuando se tienen muestras demasiado rugosas tardará más el proceso de acomodación de la bola sobre el recubrimiento propiamente dicho, ya que buena parte del ensayo se invertirá puliendo asperezas del recubrimiento, mientras que en una muestra con baja rugosidad la acomodación de la bola es casi inmediata.
- Dureza del material: tiene importancia para decidir los parámetros de prueba, ya que hacer un surco de fricción o desgaste sobre un recubrimiento duro es más difícil (se requieren parámetros de prueba más agresivos) que si se realiza sobre un metal dúctil, por ejemplo.
- Objetivo de la medida: Si se quiere obtener un registro muy detallado, o es más importante conocer la evolución de la fricción de manera global. Para obtener registros muy detallados de la evolución del coeficiente de fricción se requiere hacer los ensayos con muy baja velocidad, a fin de obtener múltiples medidas de la fuerza de fricción a lo largo de cada vuelta recorrida sobre la huella y poder apreciar los cambios que ocurren en cada zona de la huella. De esta forma es posible identificar el

valor del coeficiente de fricción de cualquier punto específico sobre la huella, su evolución particular a lo largo del ensayo y poder observar al microscopio el aspecto que presenta este punto después de finalizado el ensayo. Para obtener huellas suaves se deben hacer las pruebas a bajas cargas y velocidades, ya que en estas condiciones es más probable lograr un desgaste fino del material y menos abrasión por partículas de desgaste que cuando se ensaya a altas velocidades y cargas. En estas últimas condiciones pueden aparecer con mayor facilidad grietas y la unión entre ellas dar lugar al desprendimiento de partículas de desgaste relativamente grandes, propiciando surcos con perfiles irregulares, y también el mezclado de materiales en caso de recubrimientos compuestos por varias capas, etc. Las huellas suaves son deseadas a la hora de hacer observaciones microscópicas para dilucidar mecanismos de desgaste, para estimar adecuadamente el volumen desgastado, para apreciar los diferentes materiales presentes en el caso de recubrimientos compuestos por más de un material, etc. Si lo que se busca es conocer valores de fricción o de desgaste globales del recubrimiento, en un ensayo corto, se usan parámetros de carga y velocidad relativamente altos, que permitan un valor estable de fricción y una huella de desgaste apreciable en poco tiempo. Una vez se tienen seleccionados los parámetros de prueba a utilizar, se procede a programar el ensayo en el equipo como se indica a continuación.

2.3.1.2. Pasos para programar un ensayo en el sistema de bola sobre disco

La puesta a punto del ensayo inicia con la limpieza de la muestra y la bola que se va a utilizar como contracuerpo, éstas son limpiadas primero frotando etanol con un paño y luego mediante un baño de ultrasonido, por último son secadas con nitrógeno seco. Después de la limpieza, la bola es montada en el porta-bolas dentro de un juego de roscas ajustadas de forma tal que no permiten su rotación el porta-bolas facilita también la observación detallada de la bola en el microscopio ya que de esta manera la bola se mantiene fija en su posición final de trabajo. Es importante observar la bola al microscopio óptico antes de montarla en el sistema de bola sobre disco, debido a que una misma bola se utiliza para varias pruebas pero verificando al microscopio una superficie nueva de contacto con la muestra, para cada ensayo. La bola es montada en el sistema de bola sobre disco simplemente roscando el porta-bolas que la sostiene en un tornillo ya adaptado para este propósito.

La muestra se fija al cilindro porta-muestras mediante un adhesivo que permite una unión fuerte y rígida, a fin de evitar incidencias de esta unión con la medida. Usualmente se ha utilizado una resina que permite su manipulación mediante calentamiento o por disolución con tricloroetileno (C_2HCl_3), también puede utilizarse resina instantánea de cianocrilato, pero ésta resulta difícil de eliminar una vez concluido el ensayo cuando se aplica a muestras frágiles (oblas de silicio). Las muestras a medir se deben montar de forma tal que la zona a evaluar coincida con el eje de giro del cilindro portamuestras (este punto está marcado en la superficie del cilindro), también deben tener la altura adecuada para mantener el balancín del porta-bolas en posición horizontal (una altura alrededor de 7 mm encima del cilindro porta-muestras). Por tanto, cuando las muestras están depositadas sobre oblas de silicio es necesario adherir la oblea a un sustrato de acero que permita llevar la superficie de interés a la altura requerida.

Posteriormente, mediante el osciloscopio se gradúa la velocidad de giro a la que se quiere hacer el ensayo, se verifica el cero del transductor de fuerza y que el brazo que sostiene el contracuerpo esté en equilibrio mecánico. Seguidamente se entra al programa FRICCIO3.BAS, se escriben los parámetros de prueba, se ubica la bola sobre la muestra y se carga con el peso adecuado (debe apoyarse con suavidad para no producir una herida inicial sobre el recubrimiento) y desde el computador se da la instrucción para que inicie el ensayo. Una vez finalizada la prueba, los datos se llevan a otro computador donde son tratados, además las bolas y las huellas obtenidas se observan minuciosamente en el microscopio óptico después de cada medida y se registra su fotografía.

El microscopio óptico es una herramienta simple y de gran valor en la caracterización de materiales, permitiendo observar detalles superficiales que en la mayoría de las situaciones aportan información de interés práctico para conocer e interpretar, por ejemplo, el comportamiento de un material bajo determinadas condiciones. En el caso de las huellas producidas en las pruebas tribológicas (fricción y desgaste) sobre un recubrimiento, interpretar los resultados sin el uso en primera instancia del microscopio óptico resulta casi imposible. Ignorar el microscopio óptico, sería obviar información básica como saber si se formaron o no partículas de desgaste

durante una prueba tribológica, el color, textura y distribución sobre la huella de estas partículas al final del ensayo, conocer si hubo desgaste de los dos cuerpos en contacto, de uno de los dos o si ninguno se ha desgastado.

También resulta muy útil el microscopio óptico en otros múltiples ensayos sobre materiales: en ensayos de adhesión, una simple observación de la huella remanente en el microscopio óptico, suministra información sobre el tipo de falla y la carga crítica del material que constituye un recubrimiento. También, en pruebas de indentación estática esta herramienta es imprescindible para determinar la dureza de un material. Existe pues, una gran cantidad de aplicaciones (que no serán detalladas) de esta técnica que por ser más económica y simple está fácilmente al alcance, que otras técnicas de microscopía más sofisticadas requeridas para aplicaciones más específicas.

A continuación se hará una breve descripción del microscopio óptico utilizado en el desarrollo del presente trabajo.

➤ *Microscopio óptico*

Para la observación de muestras y adquisición de imágenes es indispensable un microscopio metalúrgico de calidad y buena resolución. Se utilizó un microscopio CarlZeiss Jenatech-Inspection, con una cámara acoplada CCD JaiProtec 2060 conectada a un computador que permite adquirir imágenes en color con el programa ImaScan. El microscopio permite observar muestras por reflexión y por transmisión. La observación de las muestras por reflexión se puede realizar bajo iluminación con luz directa, con luz polarizada Nomarsky y en campo oscuro. El microscopio está dotado con un revólver de rotación automática que contiene 5 objetivos de diferente distancia focal que permiten obtener 5, 10, 20, 50, y 100 aumentos. Por otro lado, el microscopio cuenta con un porta-muestras que se puede desplazar en los ejes X-Y y eje Z para permite enfocar la muestra a observar.

Las bolas fueron observadas al microscopio óptico utilizando iluminación polarizada, debido a que con este tipo de luz se obtuvieron las imágenes con más alto detalle. Para la observación de las huellas obtenidas en el sistema de bola sobre disco se utilizó en unas ocasiones luz polarizada y en otras, iluminación directa dependiendo de la calidad de la imagen lograda.

2.3.2. Procedimiento experimental para evaluar el desgaste en deslizamiento sin lubricación

El desgaste en deslizamiento es el proceso de eliminación de material como resultado del movimiento relativo de una superficie (muestra) respecto a otra en contacto (bola). En el proceso continuado de roce, el material puede ser eliminado de ambas superficies, el cual puede quedar atrapado como partículas abrasivas entre las superficies, resultar transferido con adhesión a la otra superficie o ser expulsado alrededor del contacto. Recordemos que la tasa de desgaste K (m^3/Nm) está dada por el volumen de material desgastado (m^3) dividido por la carga aplicada (N) y la distancia total recorrida (m), (no interviene el área del contacto).

Para obtener resultados de desgaste en deslizamiento sin lubricación, no se realizaron ensayos adicionales en el sistema de bola sobre disco, en las mismas pruebas realizadas para evaluar la fricción se estudiaron tanto las huellas obtenidas como las bolas al final de los ensayos y en base a esto se estimó de forma cualitativa y cuantitativa el desgaste en deslizamiento. A fin de dilucidar los diferentes mecanismos de desgaste se realizaron observaciones detalladas al microscopio óptico de las superficies desgastadas y en algunas situaciones se analizó la composición de las partículas de desgaste generadas. Para calcular la tasa de desgaste en deslizamiento sin lubricación, el volumen de material desgastado en los recubrimientos fue medido mediante perfilometría de las huellas. Para determinar el volumen desgastado en las bolas, se realizó estimando el volumen del casquete esférico desgastado observado al microscopio óptico. A continuación se describen con más detalle los procedimientos para obtener los volúmenes desgastados.

2.3.3.1. Medida del volumen de las huellas de desgaste de los recubrimientos

Los volúmenes de las huellas de desgaste fueron medidos mediante perfilometría. Sobre cada huella de diámetro 4 mm, se tomaron 8 perfiles de la sección transversal de la huella distribuidos como lo muestra la figura 2.21. Una vez obtenidas las áreas de los 8 perfiles, se promediaron y este valor medio fue multiplicado por la longitud de la huella de desgaste para obtener el volumen del surco de desgaste entero. A continuación se describe el perfilómetro utilizado a lo largo de este trabajo.

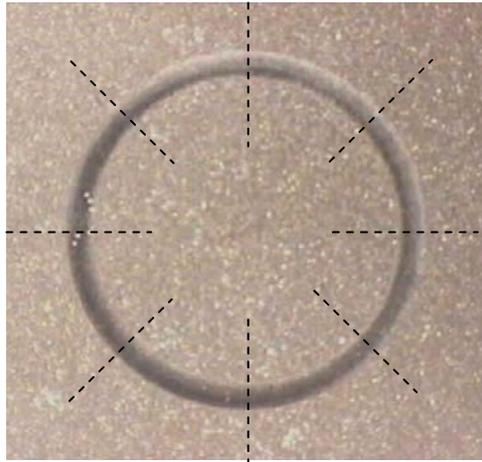


Figura 2.21- Distribución de los perfiles de profundidad tomados para el cálculo del volumen de las huellas de desgaste, obtenidas en deslizamiento sin lubricación.

➤ *Descripción del Perfilómetro*

Se utilizó un perfilómetro Dektak 3030, el cual trae incorporado un “software” que permite realizar medidas de rugosidad superficial y de perfiles de las superficies. Este mismo equipo fue previamente empleado para medir el espesor de los recubrimientos, lo cual se consiguió midiendo la altura del escalón que se forma en la zona en que el recubrimiento termina y deja el sustrato desnudo. También hemos empleado este equipo para medir la curvatura inducida por las tensiones residuales en las muestras. Y aquí lo empleamos para las medidas de profundidad y anchura de las huellas de desgaste, así como la forma de los perfiles y sus áreas.

El perfilómetro está dotado de un palpador que consiste en una aguja acabada en una punta de diamante con un radio de $12.5\ \mu\text{m}$. Las medidas son hechas desplazando la punta sobre la superficie a medir. El sistema está automatizado con un procesador que tiene en cuenta: la longitud de barrido, la velocidad de barrido y la fuerza ejercida por el palpador sobre la muestra, según los valores seleccionados por el usuario. Las variaciones superficiales de la muestra causan desplazamiento vertical del palpador y se genera una señal eléctrica correspondiente a estos desplazamientos, la cual es digitalizada con la resolución y el rango seleccionados por el usuario. Estas señales digitalizadas son almacenadas en un computador para su manipulación. La fuerza de la

punta sobre la muestra se puede programar entre 1 y 40 mg, mientras que la velocidad de desplazamiento se puede programar entre 20 y 200 segundos para el desplazamiento total. La resolución horizontal está determinada por la velocidad y la longitud de barrido, ésta última se puede seleccionar desde 50 μm hasta 50 mm. El equipo cuenta con tres rangos de medida para la altura vertical que van desde un rango de 65 kÅ con una resolución de 1 Å hasta un rango de 1310 kÅ con una resolución de 20 Å [Manual-Dektak].

Una vez obtenidos los perfiles en profundidad de las huellas y el área promedio A_{prom} de ellos, se calculó el volumen desgastado del recubrimiento Vol_{desg} mediante la expresión:

$$Vol_{desg} = A_{prom} \cdot 2 \cdot \pi \cdot r \quad (2.4)$$

donde r es el radio de la huella de desgaste (0.002 m), con estos volúmenes se calcularon las tasas de desgaste para los diferentes recubrimientos usando la expresión 1.12.

2.3.3.2. Medida del volumen desgastado de las bolas

Al finalizar los ensayos, el material remanente era retirado mediante una limpieza con etanol, el volumen desgastado de las bolas fue cuantificado a partir de las imágenes de éstas obtenidas en el microscopio óptico. Por ejemplo, la figura 2.22 muestra el estado final de una bola que sufrió desgaste durante una prueba de bola sobre disco.

El diámetro d del casquete esférico desgastado de la bola es medido con la escala del microscopio, con este dato se calcula la altura h del casquete desgastado durante la prueba figura 2.23, la expresión utilizada para el cálculo es:

$$r = d/2 \Rightarrow r/R = h/r \quad (2.5)$$

de donde:

$$h = r^2/R \quad (2.6)$$

donde R es el radio de la bola utilizada como contracuerpo. Finalmente se reemplazan los datos en la fórmula 2.7 para calcular el volumen del casquete desgastado.

$$Vol_{casq} = \frac{\pi}{3} h^2 (3R - h) \quad (2.7)$$

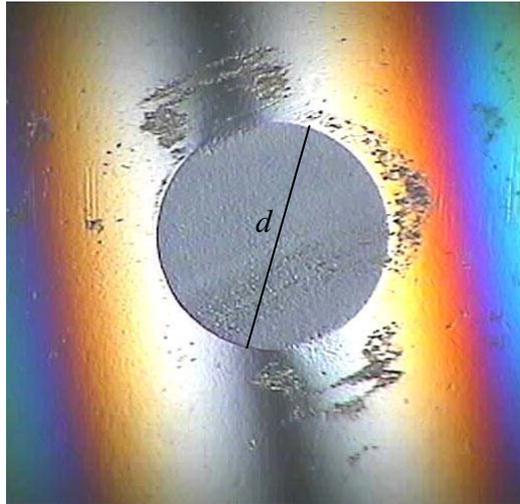


Figura 2.22- Aspecto final de una bola de WC-Co que sufrió desgaste durante una prueba deslizamiento sin lubricación.

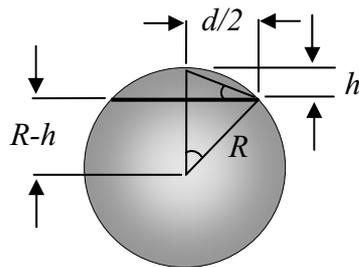


Figura 2.23- Esquema de una esfera y los datos para calcular el volumen del casquete esférico.

Conocido el volumen desgastado por las bolas, la tasa de desgaste de éstas fue calculada igualmente mediante la expresión 1.12.

2.4. RESULTADOS DE LAS PRUEBAS REALIZADAS EN EL SISTEMA DE BOLA SOBRE DISCO

A continuación se enumeran los recubrimientos estudiados en la presente tesis:

Grupo A: recubrimientos de CrC depositados por evaporación por arco catódico, “Cathodic Arc Evaporation” (CAE).

Grupo B: recubrimientos de CrC depositados mediante pulverización catódica magnetrón, “sputtering”.

Grupo C: recubrimientos constituidos por multicapas de Cr/CrC depositados mediante pulverización catódica magnetrón, “sputtering”.

Grupo D: recubrimientos de CrAlN depositados por evaporación por arco catódico, “Cathodic Arc Evaporation” (CAE).

La preparación de estos recubrimientos y en la mitad de los casos, su caracterización composicional y estructural no formó parte del trabajo de investigación reseñado en la presente tesis. Estas series de recubrimientos fueron obtenidos en el marco de otros proyectos de investigación que se desarrollaron en paralelo con este proyecto. En este reparto de tareas, la investigación relativa a la caracterización de las propiedades tribológicas y mecánicas de todos los recubrimientos fue el objetivo central de este proyecto de investigación. Las ocasiones en que la caracterización estructural de los recubrimientos, por razones coyunturales, corrió a cargo de este estudio están explícitamente señaladas a lo largo de esta memoria. Seguidamente se hará una breve descripción de las condiciones de depósito de los diferentes recubrimientos y características generales de ellos.

2.4.1. Descripción de las condiciones de depósito de los diferentes recubrimientos

2.4.1.1. Grupo A: recubrimientos de CrC depositados por evaporación por arco catódico (CAE)

El objetivo del estudio de esta serie de recubrimientos fue obtener una fase cristalina Cr₃C₂ con buenas propiedades mecánicas y un recubrimiento de CrC con bajo coeficiente de fricción. La notación CrC se utiliza en esta tesis para hacer referencia a un carburo de cromo en general, sin distinguir su composición estequiométrica, ni

estructural. Tanto el diseño del depósito de estos recubrimientos como todas las caracterizaciones realizadas corrieron a cargo de mi proyecto de investigación.

Los recubrimientos de carburo de cromo fueron depositados en instalaciones de la empresa Tratamientos Térmicos Carreras, S.A. Para el depósito de los recubrimientos se utilizaron sustratos de acero al cromo de composición: 1.55 % C, 11.8 % Cr, 0.8 % V, 0.8 % Mo, 0.4 % Mn y 0.3 % Si. Los sustratos de acero endurecido fueron pulidos con polvo de diamante de 1 μm y después limpiados con etanol en baño de ultrasonidos y secados con nitrógeno seco antes de cargarlos en la cámara de depósito. Los recubrimientos fueron obtenidos en un sistema industrial de evaporación por arco multicátodo, equipado con varios blancos de cromo. Antes del depósito, dentro del mismo sistema de arco, los sustratos fueron limpiados y calentados mediante bombardeo iónico con iones cromo, aplicando a los sustratos una polarización de -1200 V que resulta en una temperatura de los sustratos de 450 °C medida in-situ con un pirómetro óptico IR. Seguidamente, se depositaron los recubrimientos usando una corriente de 60 A en cada cátodo de cromo y aplicando diversas polarizaciones a los sustratos de: -100, -150 y -200 V. La presión base (antes del depósito) fue inferior a 2×10^{-3} Pa, mientras que el flujo de acetileno (C_2H_2 , gas reactivo) entrado en el sistema durante la evaporación del cromo fue variada desde 30 a 500 cm^3/min . En algunas muestras (nº 6 y 7 de este Grupo) se depositó una capa de CrN de 1.5 μm de espesor (introduciendo gas nitrógeno en vez de acetileno) previamente al depósito de la capa de CrC para mejorar la adhesión del recubrimiento. En el Anexo A se pueden encontrar más detalles de estos recubrimientos, así como la morfología, composición y el estudio de estructura cristalina. El Anexo E muestra la relación de muestras con las propiedades mecánicas y tribológicas medidas. La tabla 2.1 muestra los parámetros de depósito de estos recubrimientos.

En el diseño del depósito de los recubrimientos, la presión de depósito fue disminuida desde 6.1 a 0.4 Pa (tabla 2.1), debido a que con las presiones mayores se obtuvieron fases muy amorfas, mientras que con la disminución de la presión se fueron encontrando fases cristalinas hasta lograr la fase cristalina Cr_3C_2 con la menor presión de depósito. Para depositar la muestra 3 se utilizaron tres cátodos para establecer si esto proporcionaba grandes mejoras en la estructura cristalina, como no fue así se siguieron

haciendo los depósitos con dos cátodos. Debido a que en la muestra 5 se obtuvo una estructura altamente cristalina de Cr_3C_2 , no se disminuyó más la presión de depósito y se optó por cambiar la polarización del sustrato para el depósito de las capas de CrC de las muestras 6 y 7, entre dos valores que no diferían mucho de la muestra 5 para encontrar las condiciones óptimas de depósito de la estructura cristalina Cr_3C_2 . La tabla 2.2 presenta algunas características de interés de los recubrimientos obtenidos.

Muestra	Polarización sustrato (V)	Número de cátodos	Presión (Pa)	Flujo gases (cm^3/min)	Tiempo (min)
1: sus/CrC	-150	2	6.1 (C_2H_2)	500 (C_2H_2)	45
2: sus/CrC	-150	2	3.0 (C_2H_2)	250 (C_2H_2)	60
3: sus/CrC	-150	3	2.4 (C_2H_2)	200 (C_2H_2)	45
4: sus/CrC	-150	2	1.4 (C_2H_2)	110 (C_2H_2)	60
5: sus/CrC	-150	2	0.4 (C_2H_2)	30 (C_2H_2)	150
6: sus/CrN/ CrC	-200	2	0.4 (N_2)	300 (N_2)	30
	-200	2	0.4 (C_2H_2)	30 (C_2H_2)	60
7: sus/CrN/ CrC	-200	2	0.4 (N_2)	300 (N_2)	30
	-100	2	0.4 (C_2H_2)	30 (C_2H_2)	60

Tabla 2.1- Parámetros de depósito de los recubrimientos de CrC.

En la tabla 2.2 se puede observar que la tasa de crecimiento de los recubrimientos muestra una fuerte dependencia de la presión parcial del C_2H_2 . Además esta tasa se encontró que varió desde 9.1 a 0.7 $\mu\text{m}/\text{h}$ cuando la presión parcial fue disminuida desde 6.1 a 0.4 Pa. Los recubrimientos presentaron una rugosidad alta que se asocia al proceso de depósito, debido a que en la evaporación por arco catódico es usual la proyección de gotas de metal fundido que pueden chocar en el sustrato aumentando su rugosidad. Es notable que la rugosidad más alta fue obtenida en la muestra 1 con la mayor presión de depósito. También se puede apreciar que la estructura fue fuertemente dependiente de la presión del C_2H_2 cambiando desde una fase amorfa con la mayor presión de depósito, hasta la fase cristalina Cr_3C_2 con la menor presión de depósito, tablas 2.1 y 2.2.

Muestra	Tasa de crecimiento ($\mu\text{m/h}$)	Espesor del recubrimiento (μm)	Rugosidad del recubrimiento R_a (nm)	Estructura
1: sus/CrC	9.1	6.8	270	C + a:CrC
2: sus/CrC	2.0	2.0	56	Cr_7C_3
3: sus/CrC	2.3	1.7	150	$\text{Cr}_7\text{C}_3 + \text{Cr}_3\text{C}_2$
4: sus/CrC	0.9	0.9	34	$\text{Cr}_7\text{C}_3 + \text{Cr}_3\text{C}_2$
5: sus/CrC	0.7	1.8	120	Cr_3C_2
6: sus/CrN/CrC	1.5	3.0	47	Cr_3C_2
7: sus/CrN/CrC	1.3	2.8	100	Cr_3C_2

Tabla 2.2- Características de los recubrimientos de CrC depositados por CAE.

2.4.1.2. Grupo B: recubrimientos de CrC depositados mediante pulverización catódica magnetron

El propósito de este estudio fue obtener recubrimientos de CrC con buenas propiedades tribológicas. En el marco de esta tesis se realizó el estudio de las propiedades tribológicas y mecánicas de estos recubrimientos y el análisis de composición mediante espectroscopia de rayos X por dispersión de energía (EDX), a fin de relacionar las propiedades encontradas con la composición de los recubrimientos. El depósito de los recubrimientos y el estudio de su estructura cristalina fueron realizados en el marco de otro proyecto. Los sustratos utilizados fueron obleas de silicio. Antes del depósito, los sustratos de silicio y el blanco de cromo fueron limpiados por pulverización durante 15 minutos en un plasma de argón puro. Previo al depósito de la capa de CrC, se depositó una capa de Cr para mejorar la adhesión. Los recubrimientos fueron depositados a partir de un blanco de cromo metálico de 99.99 % de pureza, de 3 pulgadas de diámetro. La distancia entre el blanco y el sustrato fue de 5 cm. Para el depósito de las películas de CrC, la composición del gas de pulverización fue variada entre 9 y 17 % de CH_4 en Ar, lo que significó una presión parcial de CH_4 entre 0.04 y 0.122 Pa. Durante el depósito, la polarización del sustrato fue variada entre 0 y -130 V. Un total de 27 muestras fueron producidas con distinta composición del gas y polarización del sustrato, obteniendo espesores de recubrimiento en el rango de 0.5 a 1.7 μm .

Varios recubrimientos se obtuvieron con un contenido alrededor de 40 % atómico de carbono, que corresponde a la relación atómica de carbono / cromo con la estequiometría propia de la fase Cr_3C_2 y algunos de estos recubrimientos mostraron un rico contenido de esta fase cristalina, tal como se observó en los difractogramas de rayos X. Otros recubrimientos presentaron exceso de carbono con contenidos entre 46 y 58 % y los de mayor contenido de carbono (50-58 %) mostraron la fase DLC como se pudo comprobar mediante la espectroscopia Raman realizada a estas muestras. Por otro lado también se obtuvieron recubrimientos con composición sub-estequiométrica respecto a la fase Cr_3C_2 , con contenidos de carbono inferiores al 40 %.

Muestra	Presión parcial CH_4 (Pa)	Temperatura del sustrato (K)	Polarización del sustrato (V)	C en el recubrimiento (%) atómico	Espesor (μm)	Tasa de Crecimiento ($\mu\text{m}/\text{h}$)
CrC01	0.040	590	-45	25	1.30	1.20
CrC02	0.061	590	-20	34	1.30	1.20
CrC03	0.057	590	0	35	0.87	1.00
CrC04	0.058	590	-90	37	0.90	1.30
CrC05	0.061	590	-45	39	1.25	0.95
CrC06	0.061	590	-50	39	0.50	0.40
CrC07	0.072	590	-20	40	0.80	0.80
CrC08	0.070	590	-45	41	1.05	0.80
CrC09	0.077	590	-45	41	1.70	0.92
CrC10	0.080	650	-48	41	0.90	0.75
CrC11	0.075	590	-90	41	0.90	0.76
CrC12	0.086	590	-44	42	0.89	0.76
CrC13	0.072	590	-90	46	0.85	0.70
CrC14	0.069	590	-130	49	0.65	0.55
CrC15	0.062	590	-65	49	0.63	0.75
CrC16	0.067	590	-130	49	0.50	0.40
CrC17	0.070	590	-130	49	0.55	0.45
CrC18	0.100	590	-45	50	0.90	0.80
CrC19	0.100	590	-45	52	0.80	0.65
CrC20	0.100	590	-65	53	0.78	0.70
CrC21	0.080	590	-45	54	1.10	0.57
CrC22	0.097	590	-44	54	0.80	0.67
CrC23	0.121	650	-44	54	0.86	0.85
CrC24	0.121	590	-42	55	0.95	0.85
CrC25	0.108	650	-45	56	0.83	0.75
CrC26	0.122	590	-90	57	0.90	0.87
CrC27	0.119	650	-90	58	0.86	0.80

Tabla 2.3- Parámetros de depósito y características de los recubrimientos CrC depositados por pulverización catódica magnetrón.

En el Anexo B, se encuentran más detalles respecto a la composición de estos recubrimientos y la tabla 2.3 presenta algunas de sus características relevantes. Además, en el Anexo E se presenta la relación de muestras con las propiedades tribológicas y mecánicas.

El porcentaje de carbono de los recubrimientos, mostrado en la tabla 2.3 fue medido mediante EDX y como se puede apreciar, la incorporación de C a los recubrimientos depende principalmente de la presión parcial del metano (CH_4) y también de otros parámetros de depósito como el potencial y la temperatura del sustrato. Estos últimos presentan una influencia menor en el contenido de carbono del recubrimiento depositado. La tasa de crecimiento de los recubrimientos varió entre 0.40 y 1.2 $\mu\text{m/h}$.

2.4.1.3. Grupo C: recubrimientos constituidos por multicapas de Cr/CrC depositados mediante pulverización catódica magnetrón

El estudio de estos recubrimientos tuvo como objetivo conocer el comportamiento tribológico y mecánico de las estructuras multicapa, relacionarlos con el espesor de sus períodos (Λ) de bicapa y comparar estas propiedades con su correspondiente recubrimiento monocapa. Tanto el depósito como la caracterización composicional y estructural de estas muestras es objetivo de otro proyecto y en el marco de esta tesis no se realizaron dichas caracterizaciones. Estos recubrimientos fueron simultáneamente depositados sobre sustratos de acero endurecido M2 y obleas de silicio, mediante pulverización catódica magnetrón r.f. reactiva a partir de un blanco de cromo metálico en una mezcla de gas argón-metano. Las multicapas fueron depositadas cambiando alternativamente la composición del gas de pulverización entre el argón puro y la mezcla gaseosa Ar/CH_4 para depositar la capa de cromo o carburo de cromo respectivamente. Se obtuvieron capas con la estequiometría del Cr_3C_2 (40 % C, 60 % Cr en porcentaje atómico) utilizando una mezcla de gas de 15 % de metano (CH_4) en argón, con una presión de depósito de 0.06 Pa. Una capa sencilla (monocapa) de composición Cr_3C_2 más una capa de adhesión de cromo de 100 nm con espesor total de 1.7 μm fue depositada como recubrimiento de referencia a efectos de comparación. En todos los recubrimientos la capa más interna es Cr, que actúa como capa de adhesión al sustrato y la más externa es CrC. El potencial del sustrato se mantuvo a -50 V durante el

depósito de los dos materiales. Esta serie de multicapas de Cr/CrC fue depositada con períodos de modulación de bicapa Λ comprendidos entre 22 y 300 nm, y con espesor total del recubrimiento entre 1.5 y 1.8 μm . Algunos datos de interés sobre los recubrimientos se pueden encontrar en la tabla 2.4.

Muestra	Espesor total (μm)	Período de bicapa Λ (nm)	Rugosidad R_a sobre Si (nm)	Rugosidad R_a sobre acero(nm)
75xsus/(Cr/CrC)	1.65	22	2.7	10.2
50xsus/(Cr/CrC)	1.6	32	3.5	10.0
30xsus/(Cr/CrC)	1.8	60	2.6	10.2
15xsus/(Cr/CrC)	1.5	100	2.8	9.1
10xsus/(Cr/CrC)	1.5	150	3.1	13.6
5xsus/(Cr/CrC)	1.5	300	2.3	14.0
sus/Cr/CrC ^a	1.7	--	4.8	20.0

^a recubrimiento monocapa de referencia

Tabla 2.4- Características de los recubrimientos multicapa de Cr/CrC depositados mediante pulverización catódica magnetrón.

Los períodos de bicapa Λ fueron determinados por SEM y para los recubrimientos con los períodos más delgados fueron calculados a partir del espesor total del recubrimiento y del número de bicapas. Las rugosidades R_a se determinaron mediante perfilometría y muestran valores mayores para los recubrimientos depositados sobre sustratos de acero que sobre sustratos de silicio. Detalles sobre la composición estructural de estos recubrimientos pueden ser encontrados en la referencia [Romero]. En el Anexo C se encuentra una breve descripción de la composición y estructura de estos recubrimientos y en el Anexo E el resumen de las propiedades tribológicas y mecánicas.

2.4.1.4. Grupo D: recubrimientos de CrAlN depositados por evaporación por arco Catódico (CAE)

El depósito y caracterización de estos recubrimientos se realizó con el objetivo de encontrar la más adecuada polarización del sustrato durante el depósito, para obtener un recubrimiento de CrAlN con las mejores propiedades mecánicas posibles conjugadas con propiedades tribológicas adecuadas. Dentro del proyecto de esta tesis se realizó el

estudio de las propiedades tribológicas y mecánicas como principal objetivo, además de las caracterizaciones de composición y estructurales como una parte complementaria. Los recubrimientos fueron depositados en la Empresa Tratamientos Térmicos Carreras, S.A. en un sistema de evaporación por arco catódico multicátodo utilizado para producción industrial y que tiene soporte para sustratos con movimiento planetario. Los recubrimientos de CrAlN fueron depositados utilizando dos cátodos de aleación cromo-aluminio diametralmente opuestos en una atmósfera de nitrógeno a baja presión y se utilizaron dos cátodos de Cr puro para el depósito de CrN. El vacío en la cámara antes del depósito fue alrededor de 10^{-3} Pa. La presión de nitrógeno durante el depósito fue de 3×10^{-1} Pa y la corriente en cada cátodo fue de 80 A durante 45 min. La temperatura de depósito fue de 400-420 °C, medida in-situ con un termómetro de infrarrojo. Para el depósito de estos recubrimientos se utilizaron sustratos de acero al cromo endurecido, los cuales fueron pulidos y limpiados antes de ser llevados a la cámara de depósito. Ya en la cámara de depósito, los sustratos fueron calentados a 480 °C y limpiados por bombardeo de iones de Ti con una polarización de los sustratos de -1000 V. Se depositaron 7 muestras de CrAlN, siguiendo el mismo proceso para todas ellas, excepto que la polarización de los sustratos V_s fue variada en el rango de -50 a -400V, además con polarizaciones de sustrato de -100 y -150 V en condiciones similares se prepararon 2 muestras de CrN a fin de utilizarlas a efectos de comparación. Previo al depósito de las películas de CrAlN y CrN, se recubrieron los sustratos con una capa de Ti de poco espesor (100 a 250 μm) para obtener recubrimientos con buena adhesión. En el Anexo D se muestra el estudio de la composición y estructura cristalina de estos recubrimientos y en la tabla 2.5 se presentan algunos datos de interés. En el Anexo E también se presenta la relación de muestras con las propiedades tribológicas y mecánicas. Los recubrimientos fueron obtenidos con espesores entre 1.9 y 3.7 μm . En la tabla 2.5 se puede apreciar que la tasa de crecimiento disminuye de 5.0 a 2.5 $\mu\text{m}/\text{h}$ con el aumento del voltaje negativo del sustrato. La rugosidad de todos los recubrimientos fue medida mediante perfilometría y revela valores altos, lo cual se asocia al proceso de depósito.

Muestra	Polarización del sustrato (V)	Espesor (μm)	Tasa de crecimiento ($\mu\text{m/h}$)	Rugosidad R_a (nm)
CrAlN1	-50	3.7	4.9	205
CrAlN2	-100	3.7	5.0	161
CrAlN3	-150	2.9	3.8	178
CrAlN4	-200	2.7	3.6	179
CrAlN5	-250	2.5	3.3	168
CrAlN6	-300	2.0	2.6	156
CrAlN7	-400	1.9	2.5	155
CrN1	-100	4.5	6	248
CrN2	-150	3.8	5.1	101

Tabla 2.5- Parámetros de depósito y características de los recubrimientos de CrAlN y CrN.

2.4.2. Resultados de fricción y desgaste en deslizamiento sin lubricación

Es conveniente recordar que para todas las pruebas realizadas a todos los recubrimientos estudiados en el sistema de bola sobre disco, se utilizó como contracuerpo bolas de 6 mm de diámetro y se obtuvieron huellas de 4 mm de diámetro. Las pruebas se hicieron bajo condiciones atmosféricas del laboratorio, a una temperatura de $25 \pm 2^\circ\text{C}$ y humedad relativa de $45 \pm 5\%$.

2.4.2.1. Grupo A: recubrimientos de CrC depositados por evaporación por arco catódico (CAE)

➤ Resultados de fricción

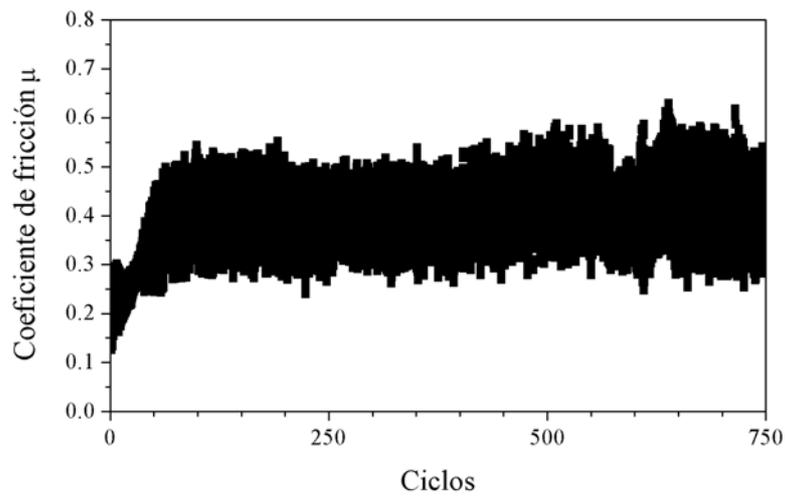
En la búsqueda del objetivo, los recubrimientos de este grupo fueron sometidos a pruebas de fricción en el sistema de bola sobre disco contra bola de alúmina y bola de acero, aplicando cargas de 0.5, 1 y 2 N con una velocidad de 0.0008 m/s (0.07 ciclos/s) durante 700 ciclos. Esta velocidad tan baja fue seleccionada a fin de obtener registros muy detallados y valorar la evolución de la fricción en el recorrido de cada vuelta sobre la huella, como lo muestra la figura 2.24. Si se observa el registro a escala completa, no es posible apreciar detalles (fig. 2.24a). Pero si se observa una región cualquiera del registro a una escala suficientemente ampliada, se puede ver la evolución del coeficiente

de fricción a lo largo de cada vuelta realizada por la bola sobre la huella, como se puede apreciar en las figuras 2.24b, c, d y e. Desde el inicio del ensayo se observa una periodicidad del coeficiente de fricción, donde es fácil identificar uno a uno, los ciclos (indicados por las líneas punteadas en las figs. 2.24b, d y e).

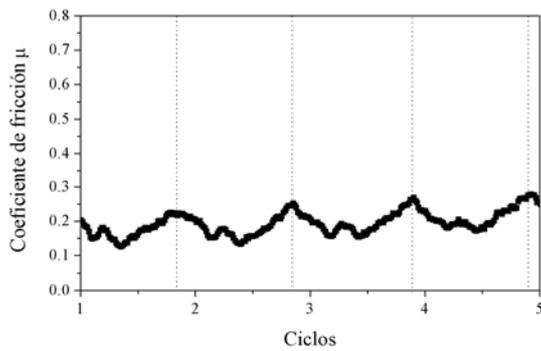
En la figura 2.24b se pueden observar los primeros ciclos del registro que corresponden al tiempo en el que las superficies inician el contacto. En la mayoría de las pruebas realizadas a bajas velocidades, se pudo observar este comportamiento periódico del coeficiente de fricción. Varias causas posibles podrían ser:

- Pequeña inclinación del cilindro que soporta la muestra o del mismo equipo. Con un nivel se verificó que tanto el equipo como el cilindro que soporta la muestra se encuentran en una posición horizontal.
- Falta de paralelismo de la muestra (entre la cara de la superficie a evaluar y la cara posterior que está pegada al cilindro). A fin de conocer si la muestra no presentaba caras paralelas, se repitieron varias medidas sobre cada muestra rotándola para ver, por ejemplo, si la cresta o la parte más baja de los períodos siempre coinciden hacia el mismo lado de la muestra, algo que no ocurrió nunca.
- Adhesivo esparcido irregularmente, formando algún grumo que ocasionara inclinación de la muestra. Esto se descartó en la medida en que se siguió controlando cuidadosamente la distribución del adhesivo sobre las superficies a unir.

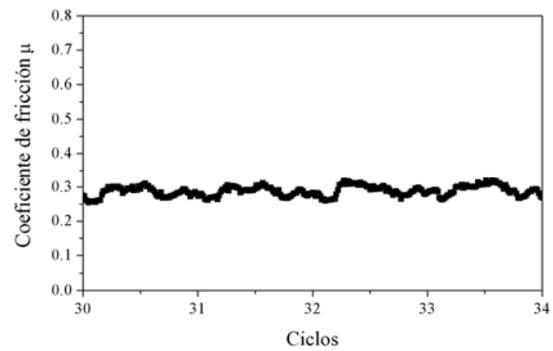
Al concluir el ensayo, se marcó la posición del punto de contacto de la bola con la muestra, a fin de localizar las posiciones correspondientes a los distintos valores de μ en la vuelta final. Se observaron cuidadosamente al microscopio las diferentes zonas de la huella final sobre la muestra, tratando de correlacionar el aspecto observado con los valores de μ en la fase final del ensayo. Para esto se han diferenciado 4 zonas dentro de cada período de fricción con sus correspondientes zonas en la huella: la zona 1 en la figura 2.25 corresponde a la parte que presenta el coeficiente de fricción más alto al final de la prueba y corresponde a la parte de la huella mostrada en la figura 2.26a. La zona 2 en la figura 2.25 corresponde al μ más bajo al final de la prueba y corresponde a la zona de la huella mostrada en la figura 2.26b. Las zonas 3 y 4 en la figura 2.25 corresponden a coeficientes de fricción intermedios que corresponden a las zonas de la huella mostradas en las figuras 2.26c y d respectivamente.



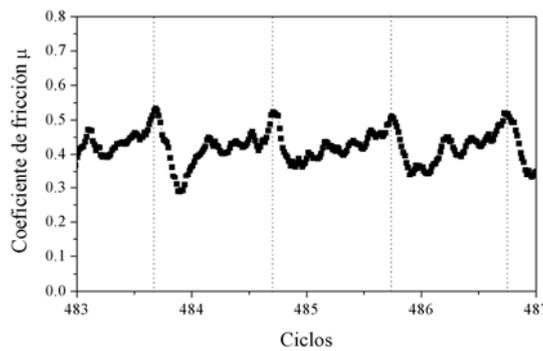
(a)



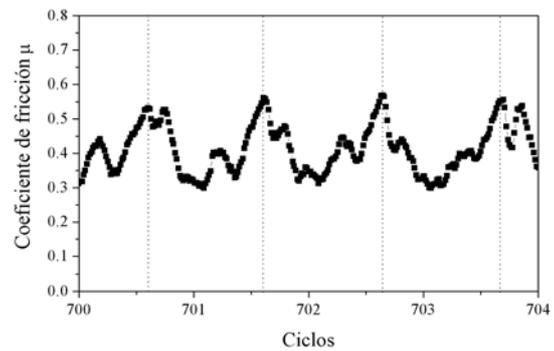
(b)



(c)



(d)



(e)

Figura 2.24- Registro de fricción de la muestra 7 contra bola de alúmina, aplicando una carga de 2 N y una velocidad de 0.0008 m/s. (a) Registro completo, (b) parte del registro en el tiempo de ajuste inicial “initial setting time”, (c) segmento del registro donde μ aumenta, (d) μ en la parte central del registro y (e) μ hacia el final de la prueba.

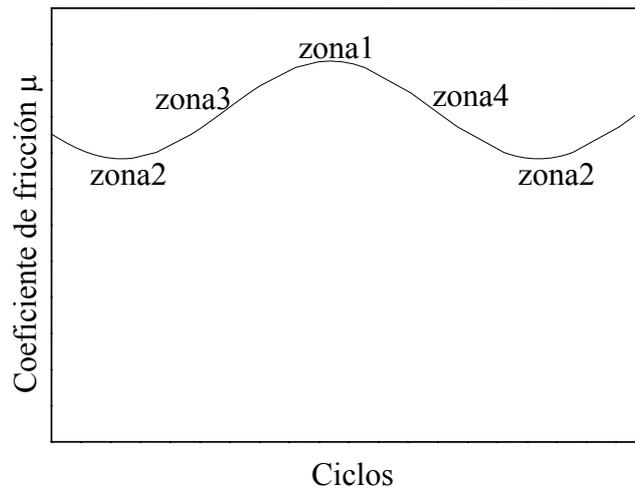
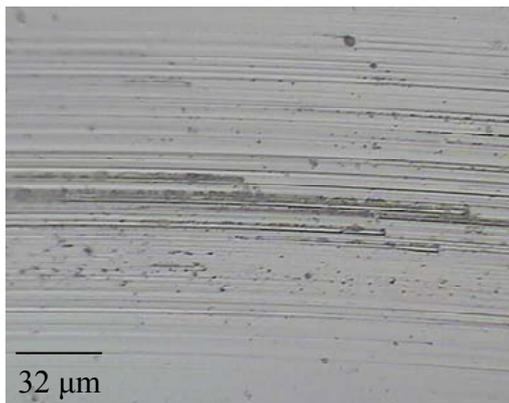
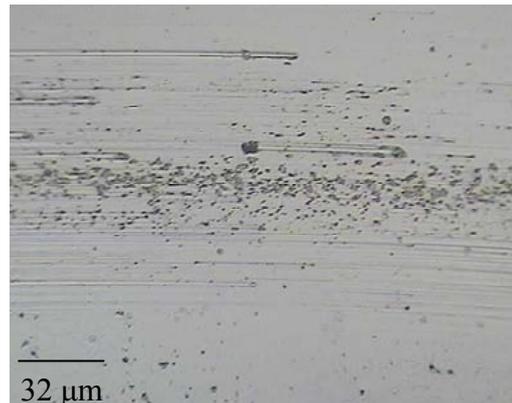


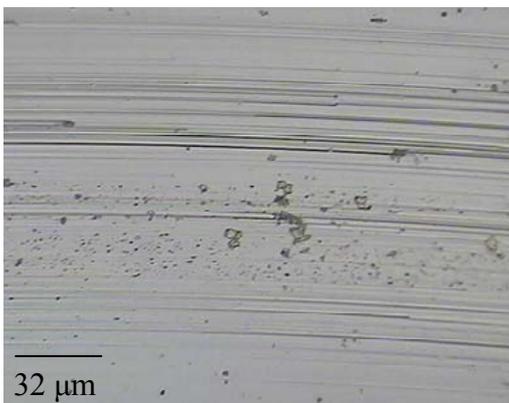
Figura 2.25- Esquema del comportamiento del coeficiente de fricción μ dentro de cada vuelta.



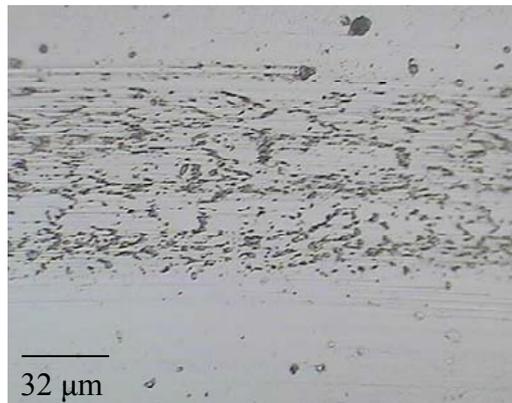
(a) Zona 1



(b) Zona 2



(c) Zona 3



(d) Zona 4

Figura 2.26- Imágenes adquiridas al finalizar la prueba de fricción de la muestra 7 contra bola de alúmina, aplicando una carga de 2 N y una velocidad de 0.0008 m/s, una vez limpiada la huella.

En la figura 2.26a se puede ver que la zona 1 presenta trazas de abrasión causadas por partículas de desgaste, mientras que la zona 2 muestra trazas de abrasión en menos proporción acompañadas de pequeños huecos causados por desprendimiento de material (fig. 2.26b). La zona 3 (fig. 2.26c) también presenta trazas de abrasión parecidas a la zona 1, mientras que la zona 4 (fig. 2.26d) revela una alta densidad de huecos causados por desprendimiento de material. Una comparación entre las 4 fotografías adquiridas al finalizar el ensayo, parece indicar que la zona 2 que es la de más baja fricción precede a la zona 4 que es una de fricción intermedia. Por tanto, juzgando por el aspecto, en la medida en que el ensayo progresa la zona 2 posiblemente pasa a ser la zona 4. Mientras que la zona 3 parece que antecede a la zona 1. Además, estos detalles que revelan las imágenes explican los cambios en la forma del comportamiento periódico observado en las figuras 2.24b, d y e.

Una posible explicación al comportamiento periódico del coeficiente de fricción surge cuando se hacen medidas de anchura y profundidad de las huellas obtenidas. La figura 2.27 muestra algunas medidas de profundidad distribuidas uniformemente a lo largo de tres huellas en función de la longitud de las huellas obtenidas en el sistema de bola sobre disco. Como se puede observar la profundidad no es constante a lo largo de una huella, lo que significa que la fricción posiblemente tampoco es constante. La causa de las diferencias en el coeficiente de fricción dentro de una huella puede tener su origen en accidentes que se encuentran o se generan en las superficies en contacto, los cuales pueden permanecer en la zona donde surgen o con el movimiento relativo de las superficies pueden ser trasladados de una zona a otra, estas diferencias en la fricción posiblemente son las que dan lugar a las diferencias dimensionales en las huellas a lo largo de las pruebas. Usualmente se observaron mayores diferencias en aspecto y profundidad dentro de una misma huella cuanto más desgaste presentaban estas (huella 1, fig. 2.27). Las huellas menos profundas mostraron aspecto y dimensiones más uniformes (huella 3, fig. 2.27)

No siempre se encontraron diferencias entre las zonas de una huella. Se analizaron varias huellas que presentaron un aspecto muy uniforme a lo largo de toda la traza, como también registros de fricción que mostraron largos tramos temporales en los que no era claro el comportamiento periódico del coeficiente de fricción. Por tanto, se

siguieron promediando los datos de cada vuelta para obtener el registro de la evolución del coeficiente de fricción μ promedio a lo largo del ensayo.

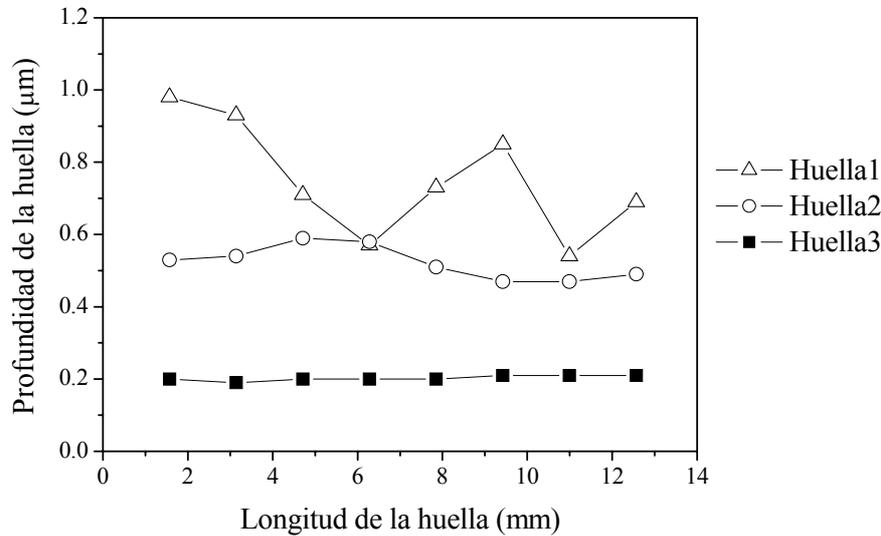
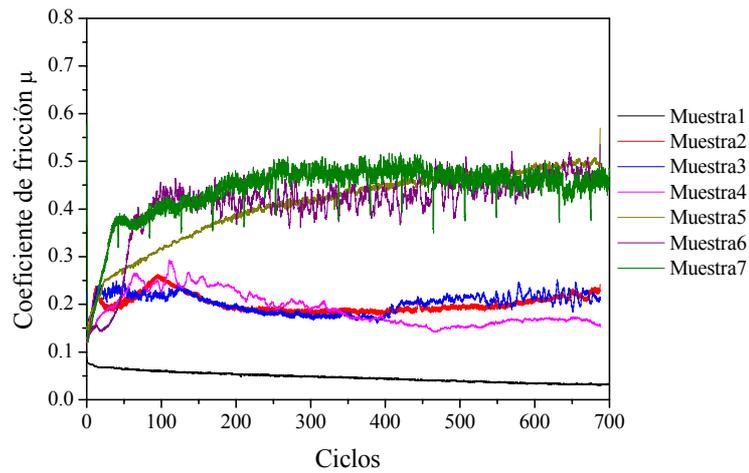


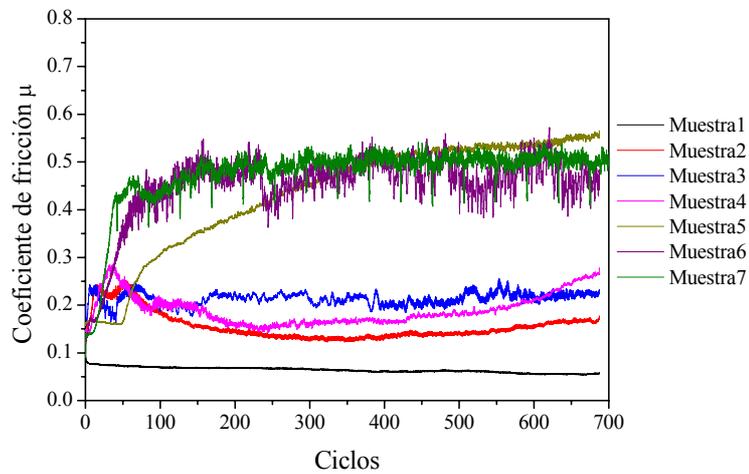
Figura 2.27- Variación de la profundidad medida en 8 puntos simétricos de 3 huellas en función de la longitud de las huellas ($2\pi \cdot 2\text{mm}$).

A continuación se presenta la evolución de los coeficientes de fricción para estas muestras de CrC evaluadas contra bolas de alúmina y acero aplicando cargas de 0.5, 1 y 2 N. La figura 2.28 reúne la evolución de los coeficientes de fricción obtenidos contra bolas de alúmina. En las figuras 2.28a, b y c se puede apreciar que los coeficientes de fricción presentan un régimen bastante estable a partir de los 300 ciclos para todas las muestras. La figura 2.29 muestra los registros de fricción obtenidos cuando estos recubrimientos fueron evaluados contra bolas de acero. En estos registros el coeficiente de fricción de la muestra 1 fue el más estable con las tres cargas utilizadas, figuras 2.29a, b y c.

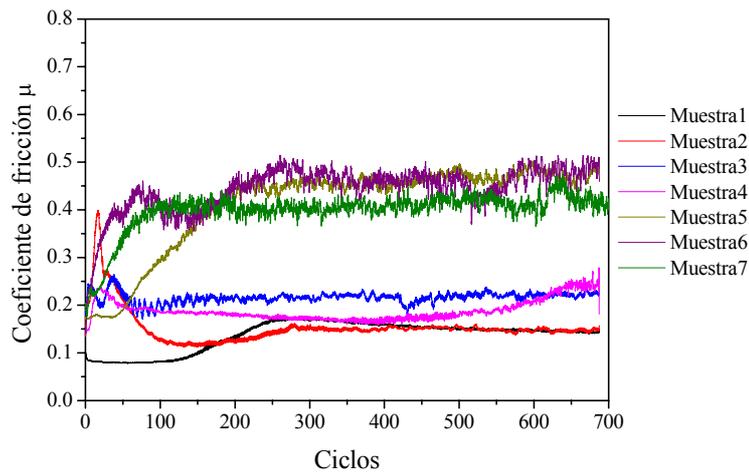
Respecto a la evolución de los coeficientes de fricción contra las bolas de alúmina y acero, es probable que las fluctuaciones mostradas por las muestras 5 y 6, tengan su origen en las partículas de desgaste generadas durante el ensayo. Los recubrimientos de estas muestras están constituidos básicamente por la fase cristalina Cr_3C_2 (Anexo A), por tanto las partículas de desgaste generadas desde el recubrimiento también y pueden actuar como terceros cuerpos de desgaste abrasivo en el contacto tribológico, dando lugar a las fluctuaciones observadas.



(a) Aplicando una carga de 0.5 N.

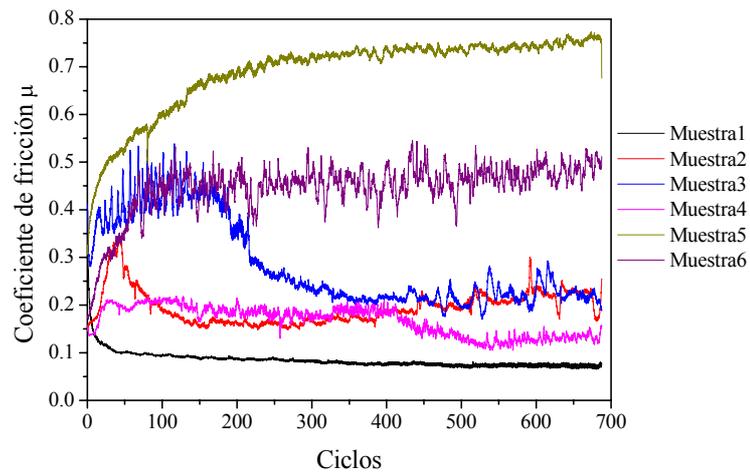


(b) Aplicando una carga de 1 N.

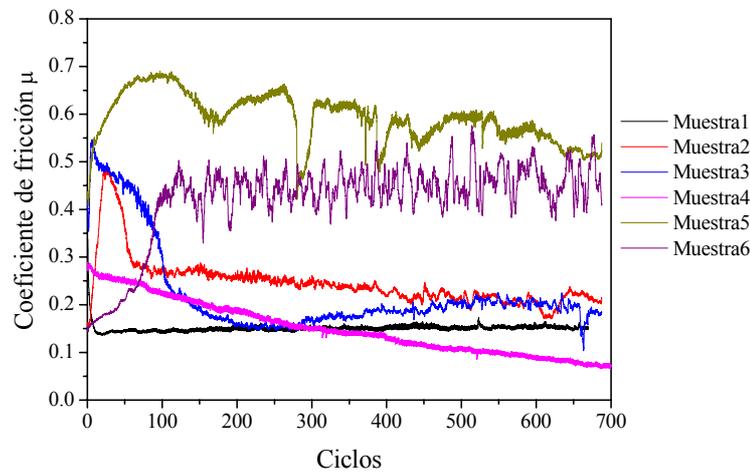


(c) Aplicando una carga de 2 N.

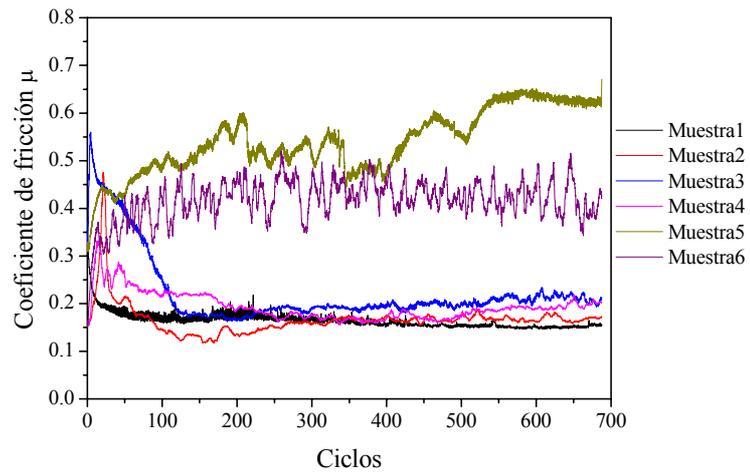
Figura 2.28- Registros de los coeficientes de fricción de los recubrimientos de CrC depositados por CAE, evaluados contra bolas de alúmina, con una velocidad de 0.0008 m/s en todas las pruebas.



(a) Aplicando una carga de 0.5 N.



(b) Aplicando una carga de 1 N.



(c) Aplicando una carga de 2 N.

Figura 2.29- Evolución de los coeficientes de fricción de los recubrimientos de CrC depositados por CAE, evaluados contra bolas de acero, con una velocidad de 0.0008 m/s.

Por otra parte, las partículas de desgaste generadas con la muestra 1 que presentó los valores más estables de coeficiente de fricción con las dos bolas de ensayo, puede ser debido a que como este recubrimiento es bastante amorfo y presenta exceso de carbono (detectado por espectroscopia Raman, Anexo A), las partículas de desgaste generadas desde el recubrimiento no actuarían como terceros cuerpos de desgaste abrasivo, sino como un lubricante sólido.

En la figura 2.30 están representados los valores medios de los coeficientes de fricción en régimen estable obtenidos de los registros mostrados anteriormente, correspondientes a las pruebas de fricción de los recubrimientos evaluados contra bolas de alúmina y acero, aplicando cargas de 0.5, 1 y 2 N. En esta figura no se aprecia ninguna influencia de la carga utilizada sobre el valor del coeficiente de fricción, siendo estos valores muy similares para cada par evaluado con las diferentes cargas. En la figura 2.30a se observa que los coeficientes de fricción más altos corresponden a las muestras depositadas con la menor presión parcial de C_2H_2 (0.4 Pa) (muestras 5, 6 y 7) presentando valores alrededor de 0.5, mientras que la muestra depositada con la mayor presión parcial de C_2H_2 (6.1 Pa, muestra 1) exhibió los valores muy bajos, llegando hasta 0.05 y las muestras 2, 3 y 4 depositadas con presiones parciales intermedias, mostraron coeficientes de fricción alrededor de 0.2.

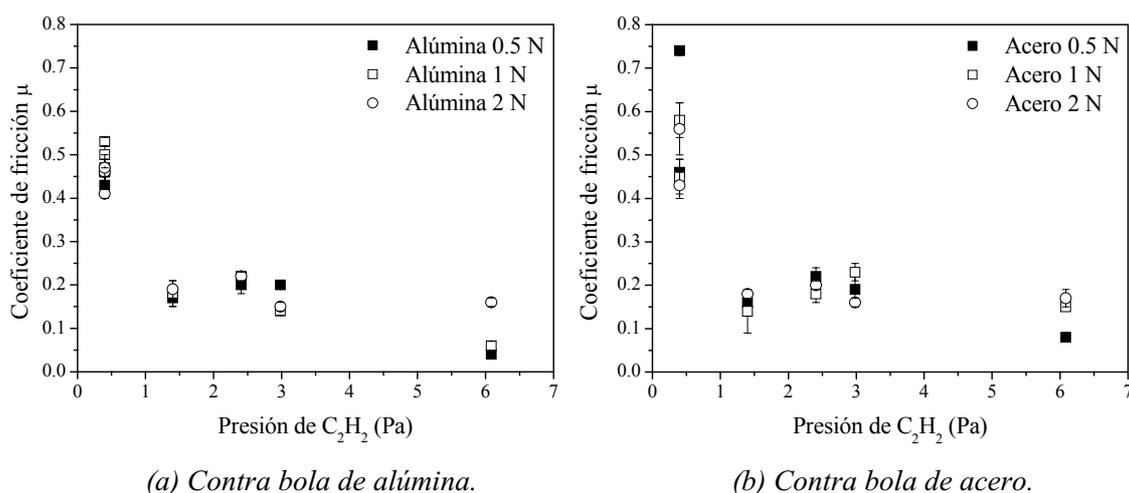


Figura 2.30 - Coeficientes de fricción en régimen estable de los recubrimientos de CrC depositados por CAE, aplicando cargas de 0.5, 1 y 2N y velocidad de 0.0008 m/s.

Los coeficientes de fricción obtenidos contra bolas de acero, figura 2.30b presentan un comportamiento similar al obtenido con el contracuerpo de alúmina. Los coeficientes de fricción presentaron un comportamiento paralelo a la evolución de la estructura cristalina y dureza de los recubrimientos (Anexo A), los valores altos de μ entre 0.5 y 0.7 corresponden a los recubrimientos con la fase Cr_3C_2 y los valores bajos de μ corresponden a la fase amorfa de CrC, éste fue un comportamiento general para todas cargas utilizadas y contra bolas de alúmina o de acero, registrándose un coeficiente tan bajo como 0.05 para la muestra 1 contra bola de alúmina con las cargas de 0.5 y 1 N.

En estos recubrimientos no se pudo efectuar el cálculo del desgaste, debido a que las huellas producidas son de profundidad muy pequeña, comparable a la rugosidad que presenta la superficie de las muestras fuera de la huella, esto hace difícil su evaluación mediante perfilometría. Pero una vez finalizados los registros de fricción tanto las huellas como las bolas fueron observadas minuciosamente al microscopio óptico a fin de conocer el estado final de las superficies en contacto y dilucidar los mecanismos responsables de las pequeñas huellas de desgaste obtenidas.

➤ **Resultados de desgaste**

Al final de los ensayos fue posible observar partículas de desgaste distribuidas alrededor de las huellas y alrededor de la zona de contacto de las bolas con las muestras. La figura 2.31 muestra las imágenes adquiridas al final del ensayo de la muestra 7 contra bola de alúmina, aplicando la carga de 1 N. Las figuras 2.31a y b revelan las partículas de desgaste encontradas alrededor de la huella de la muestra y alrededor de la zona de contacto de la bola. Las partículas en ocasiones presentaron una distribución muy uniforme a ambos lados de la huella, mientras que en otras ocasiones no, acumulándose más hacia un lado que hacia el otro como se puede observar en la figura 2.31a. En la bola las partículas de desgaste generadas usualmente se acumulan sobre la dirección de deslizamiento hacia el lado posterior, como se aprecia en la figura 2.31b donde la flecha discontinua indica la dirección y sentido de deslizamiento. Durante la limpieza de las muestras y las bolas con etanol, estas partículas normalmente son lavadas permitiendo una mejor apreciación de la huella remanente y del estado final

de la bola, figuras 2.31c y d. Para todo este grupo de recubrimientos las bolas de alúmina no presentaron desgaste apreciable.

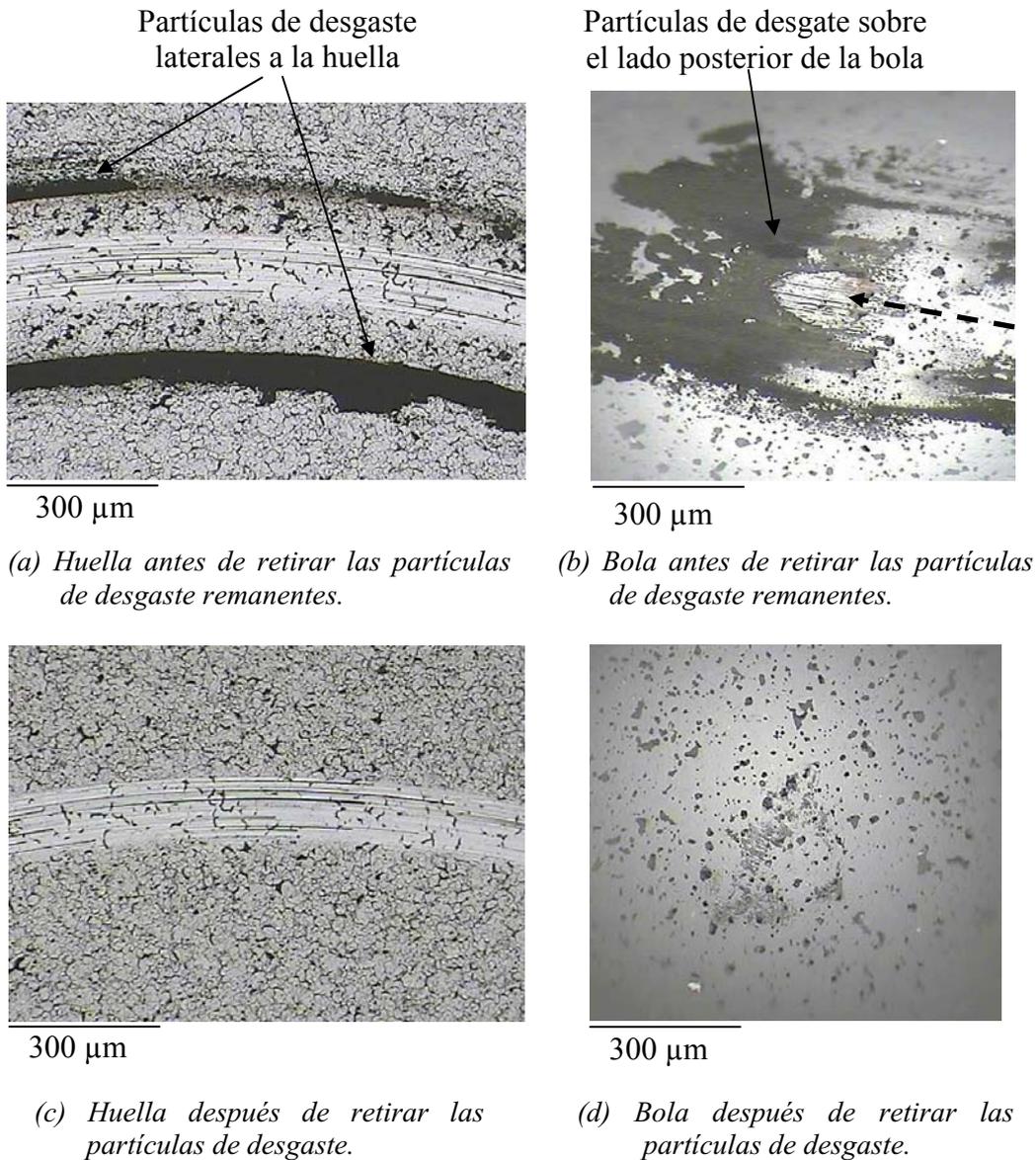


Figura 2.31- Observaciones de la huella y la bola una vez finalizado el ensayo sobre la muestra 7 contra bola de alúmina, aplicando una carga de 1N y velocidad 0.0008 m/s.

En las pruebas contra bolas de alúmina, se observaron trazas de abrasión a lo largo de las huellas como lo muestra la figura 2.31, excepto para la muestra 1. Las partículas de desgaste generadas deben estar principalmente constituidas por material proveniente del recubrimiento, debido a que las bolas presentaron un desgaste despreciable como lo muestra la figura 2.31d, además el color oscuro que presentaron

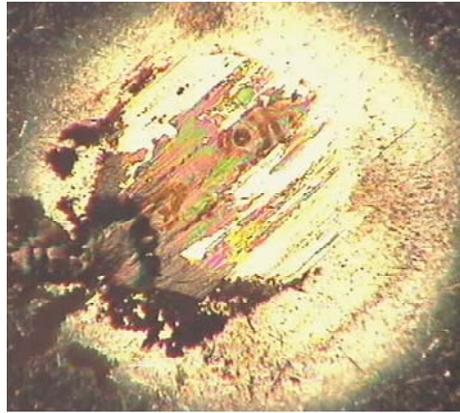
estas partículas induce a pensar que están constituidas de CrC y no de alúmina proveniente de la bola. Las trazas de abrasión posiblemente fueron causadas por cristalitas de la fase dura Cr_3C_2 provenientes del mismo recubrimiento (en las muestras donde está presente esta fase).

La figura 2.32 muestra el estado de la bola y de la huella una vez finalizado el registro de fricción sobre la muestra 3 contra bola de acero, aplicando una carga de 2 N. En la figura 2.32a se observan partículas de desgaste color marrón que sugieren la presencia de productos de reacciones triboquímicas. Después de la limpieza con etanol, permanecieron unas manchas sobre la bola (fig. 2.32b) que posiblemente corresponden a productos de reacción bien adheridos, además se observa gran desgaste de la bola de acero. Las partículas de desgaste encontradas sobre la muestra (fig. 2.32c) son de color negro y posiblemente provienen del recubrimiento. Estas partículas no presentaron ninguna adherencia, fueron retiradas durante la limpieza de la muestra (fig. 2.32d).

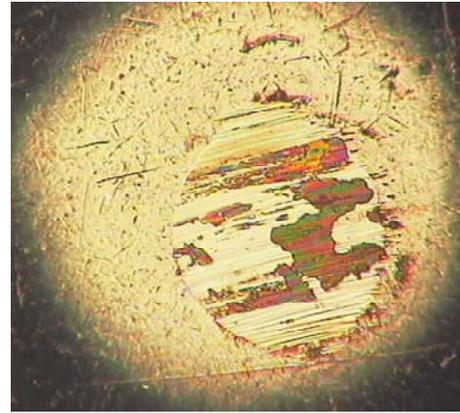
La figura 2.33 presenta las imágenes adquiridas al finalizar el registro de fricción sobre la muestra 6 contra bola de acero, aplicando una carga de 2 N. Estas imágenes son bastante similares a sus equivalentes de la figura 2.32, una diferencia clara que se puede observar es que en el caso de la muestra 6 la bola sufrió menos desgaste comparado con la prueba realizada a la muestra 3. Las imágenes de las figuras 2.32 y 2.33 muestran las dos situaciones típicas que se encontraron en todo este grupo de recubrimientos contra bolas de acero, en la mayoría de las pruebas la bola presentó bastante desgaste y en algunas la bola se desgastó poco, mientras que en las huellas de fricción no se observaron diferencias claras.

Respecto a los mecanismos de desgaste de los recubrimientos evaluados contra bolas de acero, se observaron trazas de abrasión sobre las huellas acompañadas de pequeños puntos de óxidos adheridos a las huellas. Las partículas de desgaste generadas durante los ensayos se recolectaron para analizar su composición. En el análisis mediante espectroscopia de rayos X por dispersión de energía (EDX) se encontró que en las pruebas realizadas contra bolas de alúmina estas partículas están constituidas por cromo, carbono y oxígeno. En las pruebas realizadas contra bolas de acero, además de los elementos ya nombrados se encontró hierro. La espectroscopia micro-Raman mostró hematita ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) en las partículas de desgaste generadas contra bolas de acero. Estos

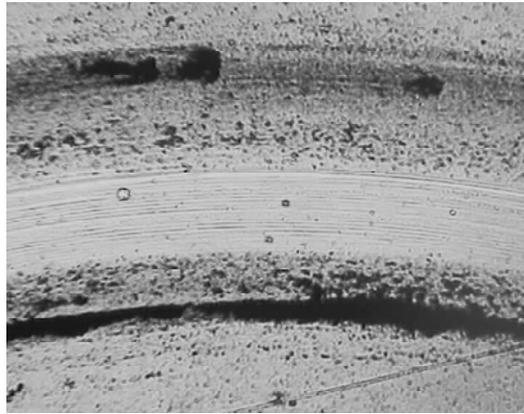
óxidos de hierro resultan de la reacción del material que constituye la bola con el oxígeno del ambiente, resultando acelerada dicha reacción por las condiciones del contacto tribológico (presión, temperatura).



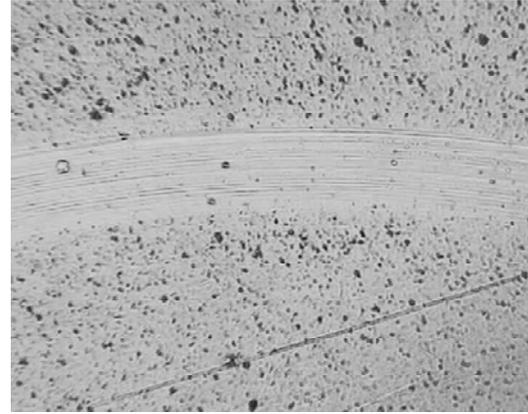
(a) Bola antes de retirar las partículas de desgaste.



(b) Bola una vez retiradas las partículas de desgaste.



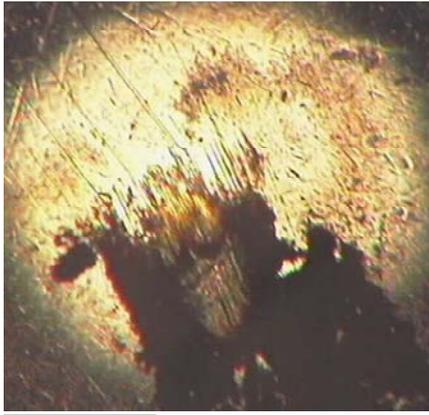
(c) Huella antes de retirar las partículas de desgaste.



(d) Huella después de retirar las partículas de desgaste.

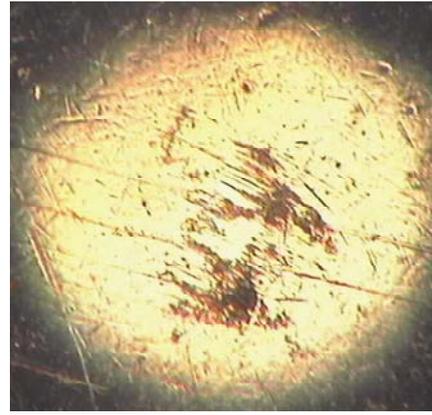
Figura 2.32- Imágenes adquiridas después de finalizado el registro de bola sobre disco de la muestra 3 contra bola de acero, aplicando una carga de 2 N y velocidad de 0.0008 m/s.

A continuación se presentan algunos ejemplos de los perfiles obtenidos sobre las huellas de estas muestras, los cuales justifican la dificultad de cuantificar estos desgastes.



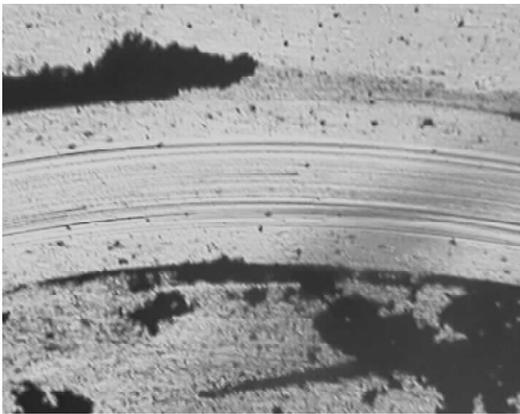
300 µm

(a) Bola antes de retirar las partículas de desgaste.



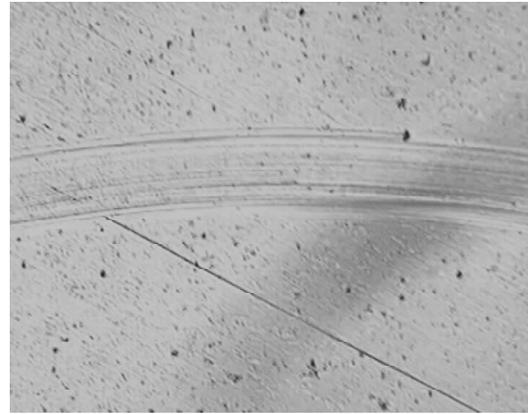
300 µm

(b) Bola una vez retiradas las partículas de desgaste.



300 µm

(c) Huella antes de retirar las partículas de desgaste.



300 µm

(d) Huella después de retirar las partículas de desgaste.

Figura 2.33- Superficies de contacto al finalizar el ensayo sobre la muestra 6 contra bola de acero, aplicando una carga de 2 N y velocidad de 0.0008 m/s.

La figura 2.34 muestra perfiles del área transversal de dos huellas de desgaste de la muestra 1 de este grupo, la cual fue depositada con la mayor presión parcial de C_2H_2 y por tanto es la muestra más rica en contenido de carbono, según los análisis GDOES (Anexo A). Estas huellas fueron obtenidas contra bolas de alúmina con cargas de 0.5 y 2 N. En el perfil de la figura 2.34a no se observa huella de desgaste debido a que esta muestra presentó gran densidad de glóbulos o macropartículas muy ricas en carbono con diámetros hasta de 8 µm, como se puede observar en la fotografía. Durante el ensayo

con la carga de 0.5 N la bola deslizó sobre estos glóbulos, sin desgastar material y por tanto al microscopio óptico no se observa huella alguna. En la figura 2.34b se aprecia el perfil de la huella de desgaste obtenida con la carga de 2 N, esta huella sí se puede apreciar al microscopio óptico, sin embargo es difícil valorar el área desgastada debido a la poca diferencia entre la profundidad de la huella y la rugosidad del recubrimiento.

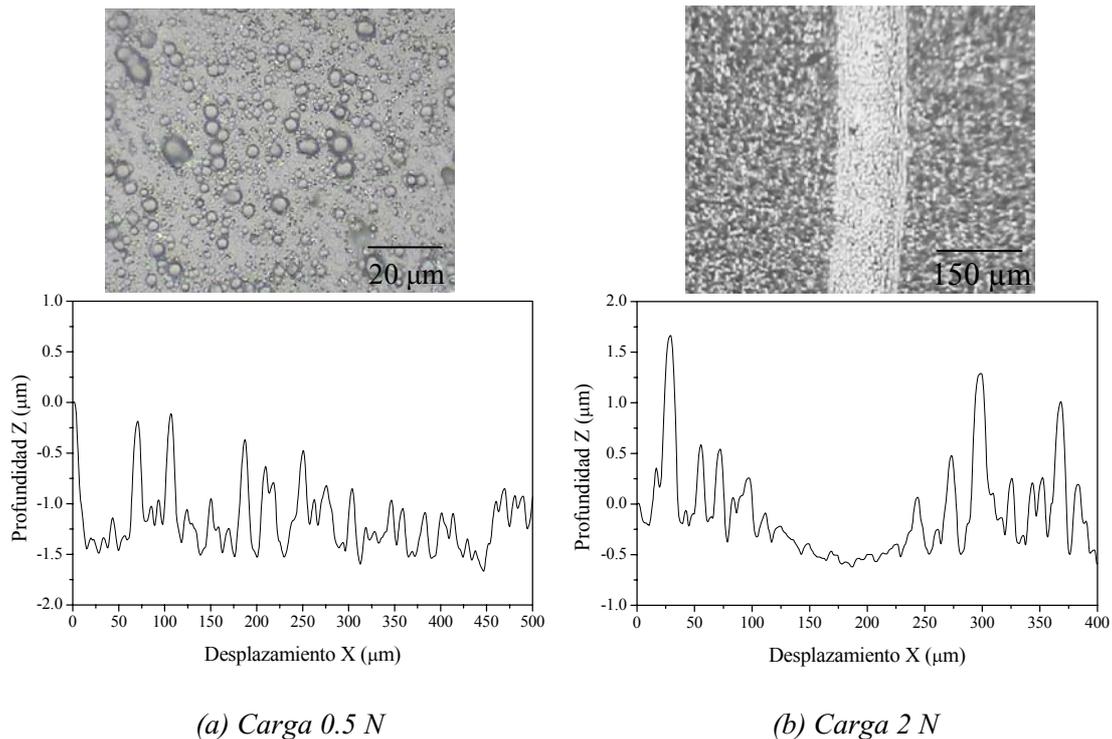


Figura 2.34- Perfiles transversales de las huellas de desgaste en deslizamiento sin lubricación obtenida sobre la muestra 1 cuando fue evaluada contra bolas de alúmina con una velocidad de 0.0008 m/s.

En la figura 2.35 se pueden observar los perfiles de huellas de desgaste obtenidas sobre la muestra 6 cuando fue evaluada contra bolas de alúmina con cargas de 0.5 y 2 N. En ambas condiciones de ensayo ocurrió desgaste del material, con formación de surcos por partículas de desgaste, esta muestra no presentó propiedades lubricantes debido a su bajo contenido de carbono y a que el recubrimiento está constituido principalmente por la fase cristalina Cr_3C_2 . De los recubrimientos del Grupo A, este recubrimiento es uno de los que presentó la huella de desgaste más grande, probablemente por la fragilidad que acompaña a las fases duras. Debido a la alta rugosidad y al poco desgaste exhibido por la mayoría de estos recubrimientos en las

condiciones de prueba empleadas, no se realizaron cálculos de la tasa de desgaste, además en las condiciones de operación del sistema de bola sobre disco en el momento no fue posible utilizar cargas y velocidades más altas a fin de obtener desgastes mayores.

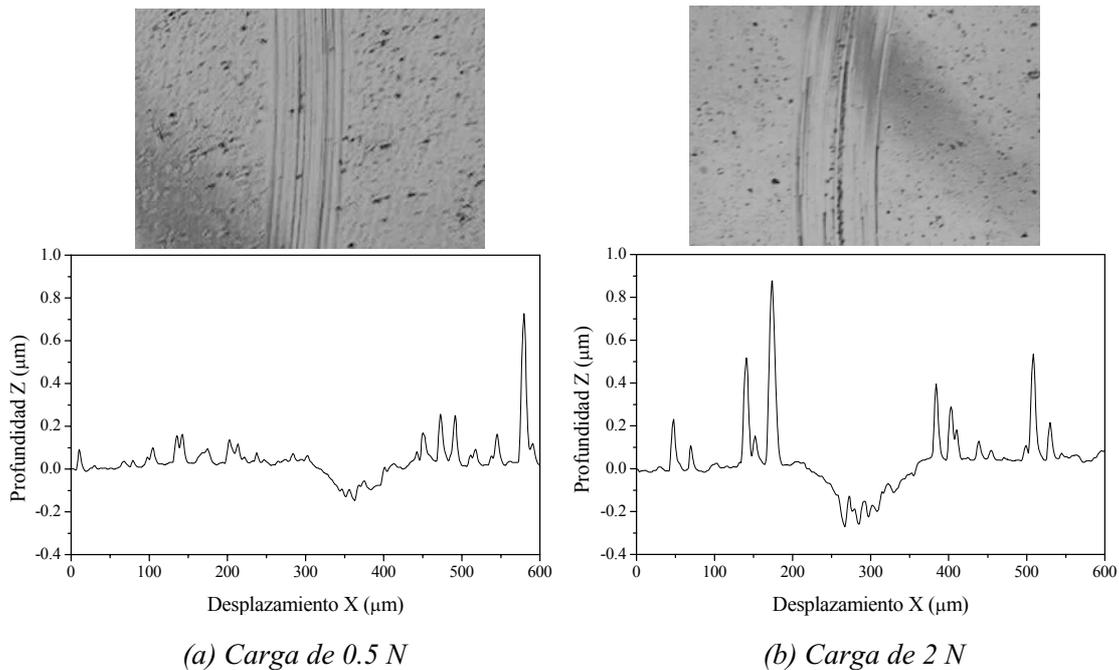


Figura 2.35- Perfiles transversales de la huella de desgaste en deslizamiento sin lubricación obtenida sobre la muestra 6 cuando fue evaluada contra bolas de alúmina aplicando una velocidad de 0.0008 m/s.

Se puede concluir que en un amplio rango de variación de la presión de depósito (1.4 - 6.1 Pa de C_2H_2) se obtuvieron recubrimientos de CrC por CAE con bajos coeficientes de fricción y bajo desgaste, este conjunto de recubrimientos corresponde a las capas con estructura amorfa y composición con exceso de carbono, dentro de este grupo la muestra depositada con la mayor presión de C_2H_2 llega a alcanzar un coeficiente de fricción tan bajo como 0.05. En cambio, los tres recubrimientos obtenidos a la presión de depósito de 0.4 Pa de C_2H_2 presentaron estructura cristalina y la composición del Cr_3C_2 , estos tres recubrimientos presentaron altos coeficientes de fricción (0.6-0.7) y un desgaste apreciable.

2.4.2.2. Grupo B: recubrimientos de CrC depositados mediante pulverización catódica magnetrón

Después de estudiar los recubrimientos de CrC depositados por CAE, se decidió hacer un estudio sobre recubrimientos de CrC depositados por pulverización catódica a fin de conocer las bondades o los detrimentos de la técnica de depósito sobre las propiedades de los recubrimientos obtenidos. De este grupo de muestras se estudiaron 27 recubrimientos que cubren un amplio rango en contenido de carbono entre 25 y 58 % (% atómico, según los análisis de EDX). Los recubrimientos fueron depositados sobre obleas de silicio y para las pruebas de fricción se utilizaron únicamente bolas de alúmina como contracuerpo, se aplicó una carga de 1 N y una velocidad de 0.0084 m/s. La mayoría de las pruebas fueron realizadas hasta 3000 ciclos, salvo algunos casos en los que el recubrimiento se desprendía del sustrato y los ensayos fueron suspendidos a un número menor de ciclos. De las 27 muestras de este grupo no se presentan resultados de fricción de las muestras, CrC10, CrC12, CrC18, CrC20 y CrC22 debido a que éstas presentaron una adhesión pobre y el recubrimiento se desprendió del sustrato tan pronto se iniciaban los ensayos, pero el estudio de sus propiedades mecánicas sí fue posible. Por facilidad de expresión, la composición de los recubrimientos de este Grupo en muchas ocasiones se referenciará como composición sub-estequiométrica (25-37 % C), estequiométrica de la fase Cr_3C_2 y cercana a ella (39-42 % C) o con exceso de carbono (46-58 % C).

➤ **Resultados de fricción**

Debido al número de muestras y con el fin de apreciar mejor la evolución de los coeficientes de fricción obtenidos, se han agrupado según el contenido de carbono los registros de fricción en las cuatro gráficas mostradas en la figura 2.36. La figura 2.36a muestra los registros de fricción de las 4 muestras con composiciones sub-estequiométricas (25-37 %). Estos registros muestran que después del tiempo de ajuste inicial “initial setting time”, los coeficientes de fricción de los recubrimientos con composición entre 25 y 35 % aumentan considerablemente y a partir de los primeros 800 ciclos de prueba todos los coeficientes de fricción entran en un régimen estable presentando fluctuaciones moderadas a continuación.

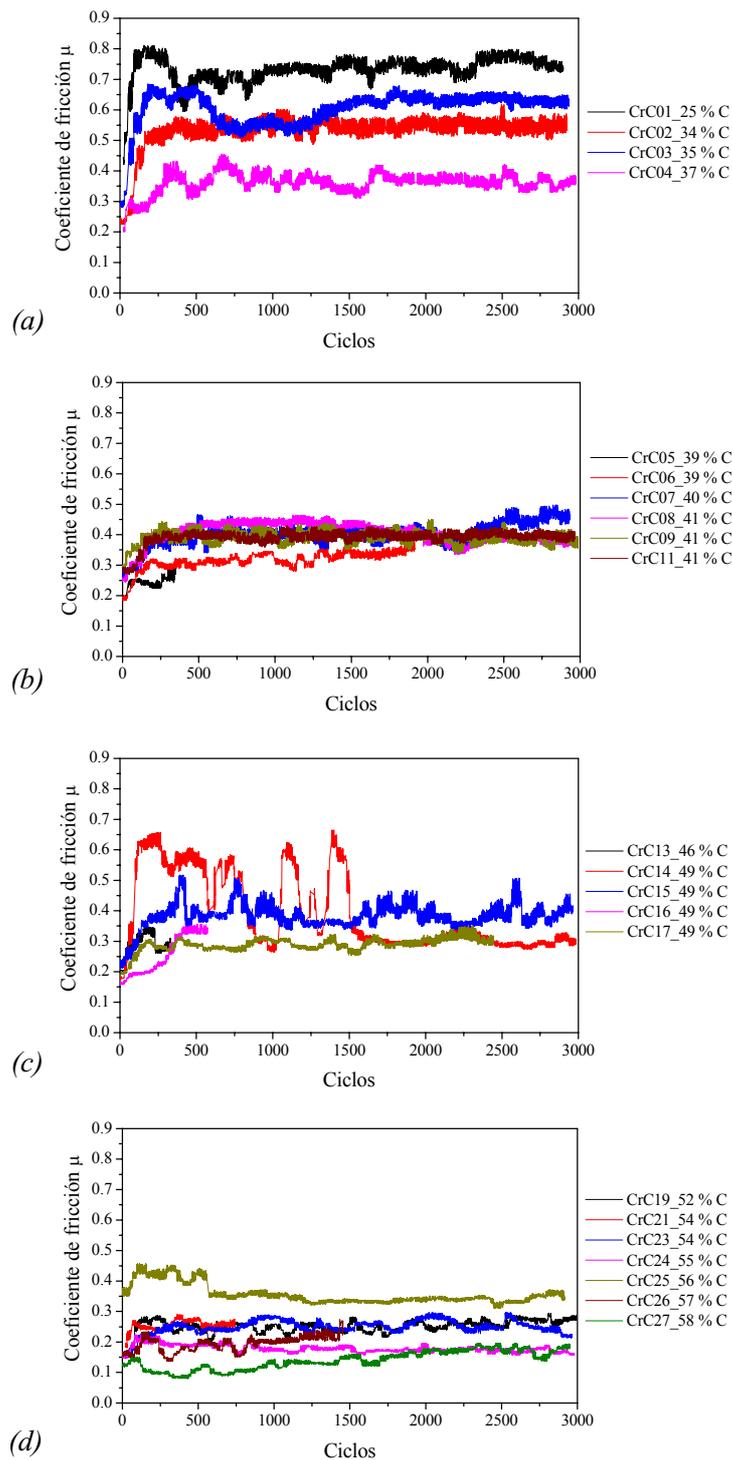


Figura 2.36- Evolución de los coeficientes de fricción de los recubrimientos de CrC depositados por pulverización catódica magnetrón, evaluados contra bola de alúmina, aplicando 1 N de carga y una velocidad de 0.0084 m/s. (a) Recubrimientos con composición sub-estequiométrica, (b) recubrimientos de composición estequiométrica y cercana a ella, (c) recubrimientos con exceso de carbono y (d) recubrimientos con el más alto exceso de carbono.

La figura 2.36b muestra los registros de fricción de los recubrimientos con composición estequiométrica y cercana a ella. Después del tiempo de ajuste inicial los coeficientes de fricción se vuelven estables con valores muy similares entre ellos, presentando un valor levemente más bajo el recubrimiento CrC06 con 39 % de carbono, el cual además presenta más fluctuaciones que los demás recubrimientos.

La figura 2.36c presenta registros obtenidos con recubrimientos con exceso de carbono. Se puede observar que el registro del recubrimiento CrC14 con 49 % de carbono presenta fluctuaciones muy grandes, las cuales posiblemente son debidas a la aparición de partículas de desgaste que generan el aumento abrupto de la fricción entre las superficies en contacto y cuando fueron expulsadas del contacto, la fricción volvió a disminuir. Las razones que llevan a pensar esto es que durante esta prueba se escuchó en repetidas ocasiones un sonido no típico (de superficies rozando muy fuerte) esto acompañado de un aumento abrupto del coeficiente de fricción, en determinado momento cesaba el sonido y la fricción volvía a disminuir, y esto sucedió varias veces durante la prueba.

La evolución de los coeficientes de fricción de los recubrimientos que presentaron el más alto exceso de carbono es mostrada en la figura 2.36d. Estos recubrimientos mostraron coeficientes de fricción muy estables a partir de los 800 ciclos de prueba presentando fluctuaciones muy pequeñas. Los registros de las muestras CrC26 y CrC21 fueron suspendidos a los 1500 y 750 ciclos, respectivamente a fin de prevenir su falla de adhesión.

El valor del coeficiente de fricción atribuible a cada recubrimiento, (promedio de la parte estable de los registros), fue estimado a partir de los registros mostrados en la figura 2.36. Estos valores promedio se han graficado en función del contenido de carbono del recubrimiento en la figura 2.37. Los coeficientes de fricción muestran un amplio rango de variación, que va desde 0.7 para el recubrimiento con el más bajo contenido de carbono (25 %) hasta valores de 0.2 para los recubrimientos con exceso de carbono. Los recubrimientos de composición estequiométrica y cercana a ella revelaron coeficientes de fricción alrededor de 0.4 (líneas punteadas en la fig. 2.37). Los bajos coeficientes de fricción de los recubrimientos con el más alto exceso de carbono se atribuyen a la aparición de fases carbonáceas en las partículas de desgaste generadas

durante el proceso de desgaste, que contribuyen a una lubricación sólida en el contacto tribológico. Este comportamiento de la disminución del coeficiente de fricción con el aumento del contenido de carbono, ha sido reportado previamente para recubrimientos CrC obtenidos por depósito por arco catódico, por pulverización catódica y para recubrimientos Cr-C/a-C:H depositados por esta última técnica [Su_1, Su_2, Gassner].

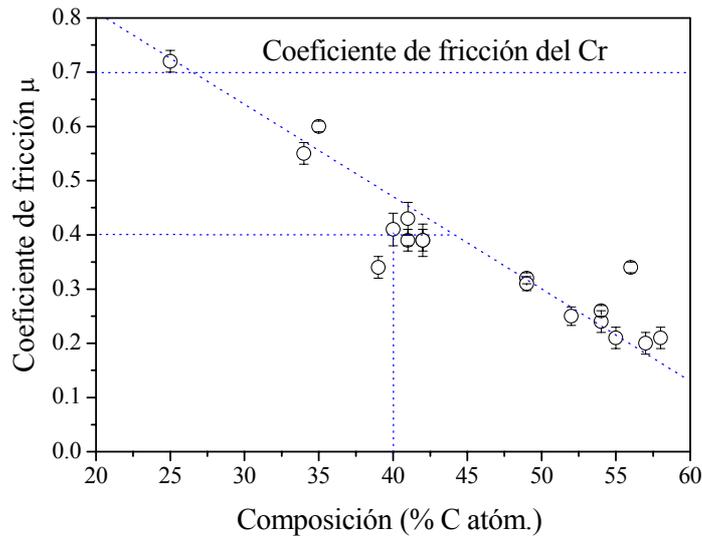


Figura 2.37- Coeficientes de fricción (promedio en el régimen estable) de los recubrimientos de CrC depositados por pulverización catódica, contra bola de alúmina, aplicando carga de 1 N y velocidad de 0.0084 m/s. Las líneas punteadas indican la tendencia de los datos, la composición estequiométrica y su valor de fricción, además del coeficiente de fricción para el cromo puro.

➤ Resultados de desgaste

La figura 2.38 presenta las imágenes obtenidas al final del registro de la muestra CrC03 con una composición sub-estequiométrica de 35 % de carbono atómico. En las figuras 2.38a y c se puede apreciar gran cantidad de partículas de desgaste de color oscuro sobre la bola y muy poco alrededor de la huella. Después de la limpieza de las superficies de la bola y la muestra se pudo observar desgaste en ambas superficies, figuras 2.38b y d. En la mayoría de las pruebas no se observó desgaste de la bola, imágenes como la mostrada en la figura 2.38b sólo se observaron en cinco pruebas de recubrimientos con composiciones que varían a lo largo de todo el rango de composiciones estudiado.

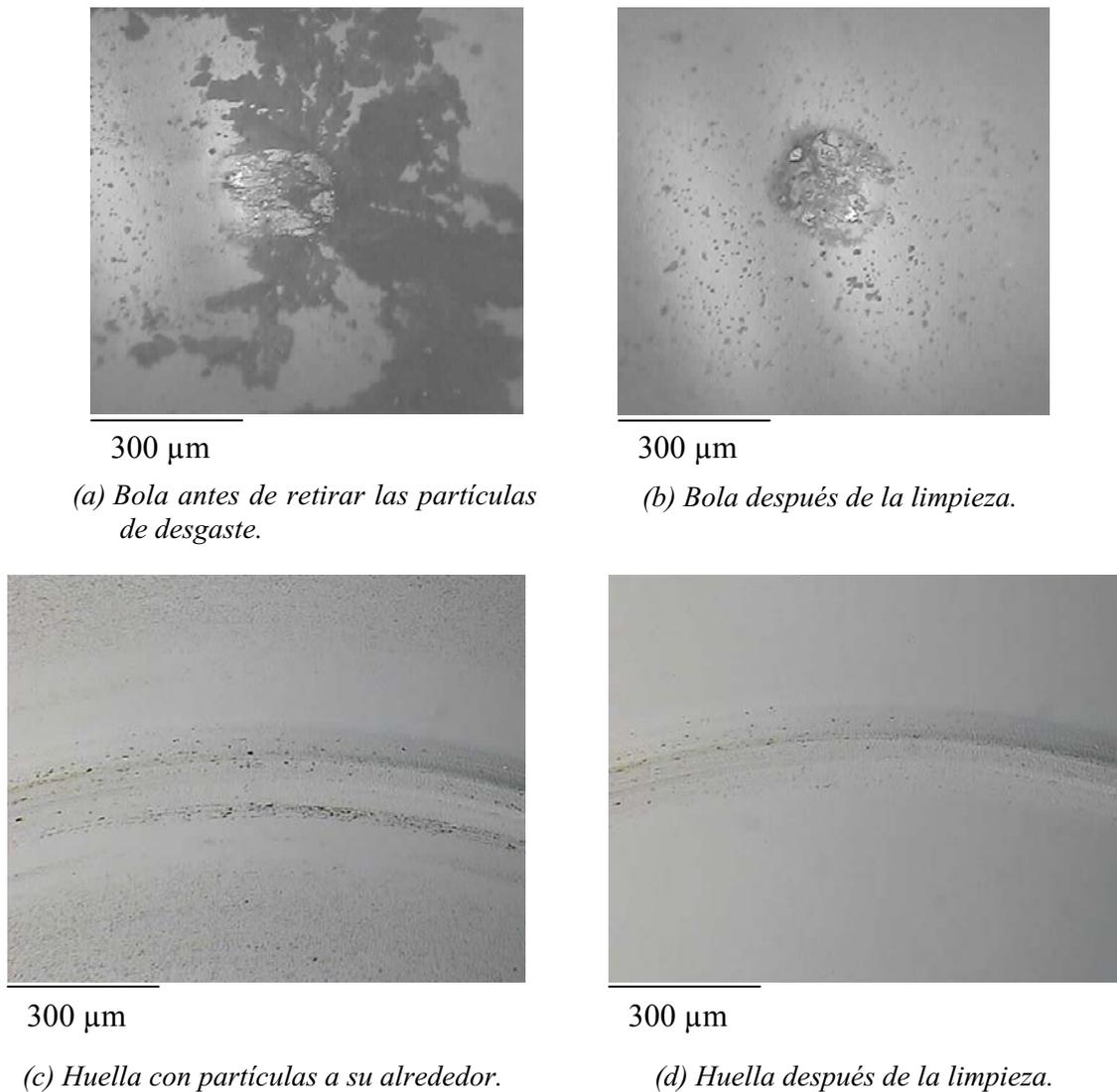


Figura 2.38- Imágenes obtenidas al final del registro de fricción de la muestra CrC03 con composición sub-estequiométrica de 35 % de carbono contra bola de alúmina, aplicando una carga de 1 N y velocidad de 0.0084 m/s.

Al final del registro de la muestra CrC07 con composición estequiométrica de 40 % C se obtuvieron las imágenes mostradas en la figura 2.39. Se observaron partículas de desgaste oscuras alrededor de la huella de fricción y sobre la bola como lo muestran las figuras 2.39a y c. Después de retirar de las superficies del contacto las partículas generadas, fue posible apreciar que la bola no sufrió desgaste considerable mientras que en la muestra se obtuvo gran uniformidad a lo largo de toda la huella, figuras 2.39b y d.

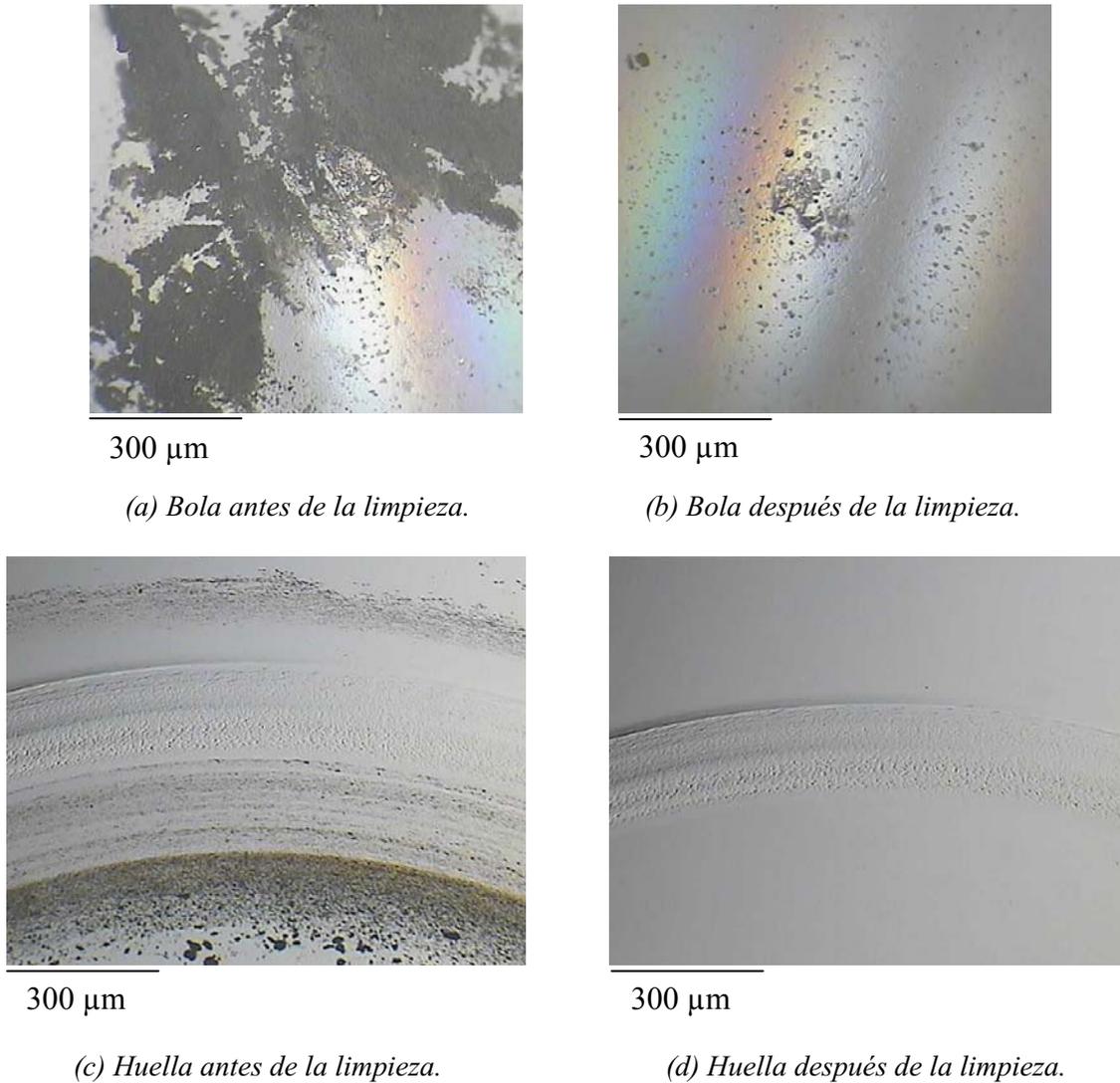


Figura 2.39- Estado de la bola de alúmina y la huella, una vez finalizado el ensayo sobre la muestra CrC07 con composición estequiométrica 40 % C, aplicando una carga de 1 N y velocidad 0.0084 m/s.

La figura 2.40 reúne imágenes obtenidas, una vez finalizado el registro de fricción de la muestra CrC24 con un contenido de 55 % de carbono que corresponde a una composición con exceso de carbono. Se observaron partículas de desgaste de color oscuro sobre la bola y alrededor de la huella como se puede apreciar en las figuras 2.40a y c. Después de la limpieza, se pudo observar que la bola no sufrió desgaste durante el ensayo y la huella obtenida fue muy suave y pequeña como lo muestran las figuras 2.40b y d.

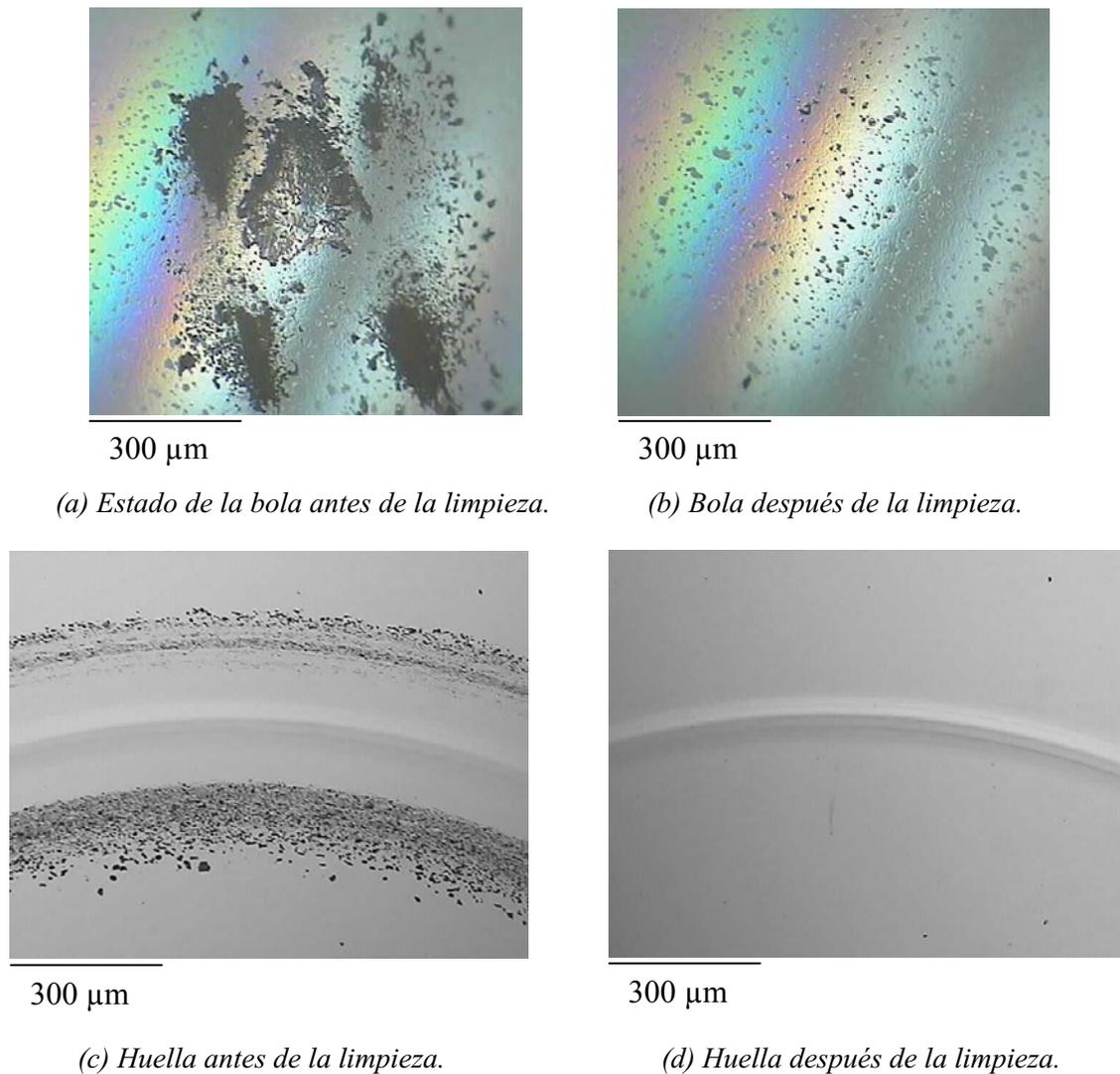


Figura 2.40- Imágenes obtenidas al final de la prueba de fricción contra bola de alúmina de la muestra CrC24 con exceso de carbono 55 %, aplicando una carga de 1 N y velocidad 0.0084 m/s.

La figura 2.41 presenta dos ejemplos típicos de huellas sobre recubrimientos que presentaron diferentes mecanismos de desgaste, los cuales consistieron esencialmente en un desconchado de asperezas para los recubrimientos que exhibieron las mayores tasas de desgaste con composición entre 25 y 52 % de carbono (fig. 2.41a) y un desgaste muy suave que sugiere la adhesión como mecanismo predominante para los recubrimientos que mostraron las más bajas tasas de desgaste, los cuales corresponden a las composiciones con el más alto exceso de carbono entre 53 y 58 % (fig. 2.41b).

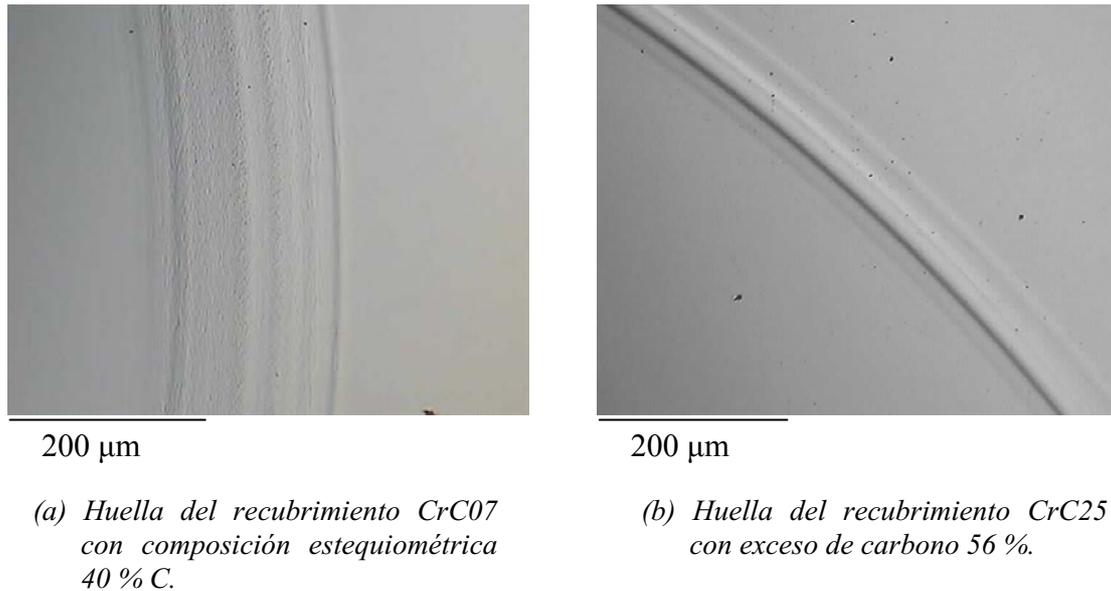


Figura 2.41- Aspecto de las huellas de desgaste sobre recubrimientos que presentaron diferentes mecanismos.

Los perfiles de las huellas de desgaste obtenidas sobre los recubrimientos de composición estequiométrica o cercana a ésta, presentaron formas irregulares como se puede observar en la figura 2.42a. Por otro lado, los perfiles de las huellas de recubrimientos que presentaron composición con exceso de carbono, fueron muy suaves tal como se puede apreciar en el ejemplo de la figura 2.42b.

La figura 2.43 muestra las tasas de desgaste en deslizamiento sin lubricación medidas una vez finalizadas las pruebas de fricción de los recubrimientos. Todos los recubrimientos con una composición entre 25 y 49 % de contenido en carbono atómico exhibieron huellas de desgaste de volumen similar que representan tasas de desgaste levemente por encima de 10^{-14} m³/Nm (fig. 2.43). Estos valores de tasas de desgaste fueron encontrados en otros recubrimientos duros comunes Cr₃C₂-NiCr [Li, Staia]. El volumen de la huella de desgaste disminuyó para los recubrimientos con el más alto exceso de carbono, especialmente para estos con fase DLC detectada mediante espectroscopia Raman (Anexo B), presentando tasas de desgaste tan bajas como 3×10^{-15} m³/Nm. Los recubrimientos con mayor dureza son los que presentaron las tasas de desgaste en deslizamiento más altas, otros autores también encontraron un comportamiento similar en recubrimientos de CrC [Su_1, Su_2].

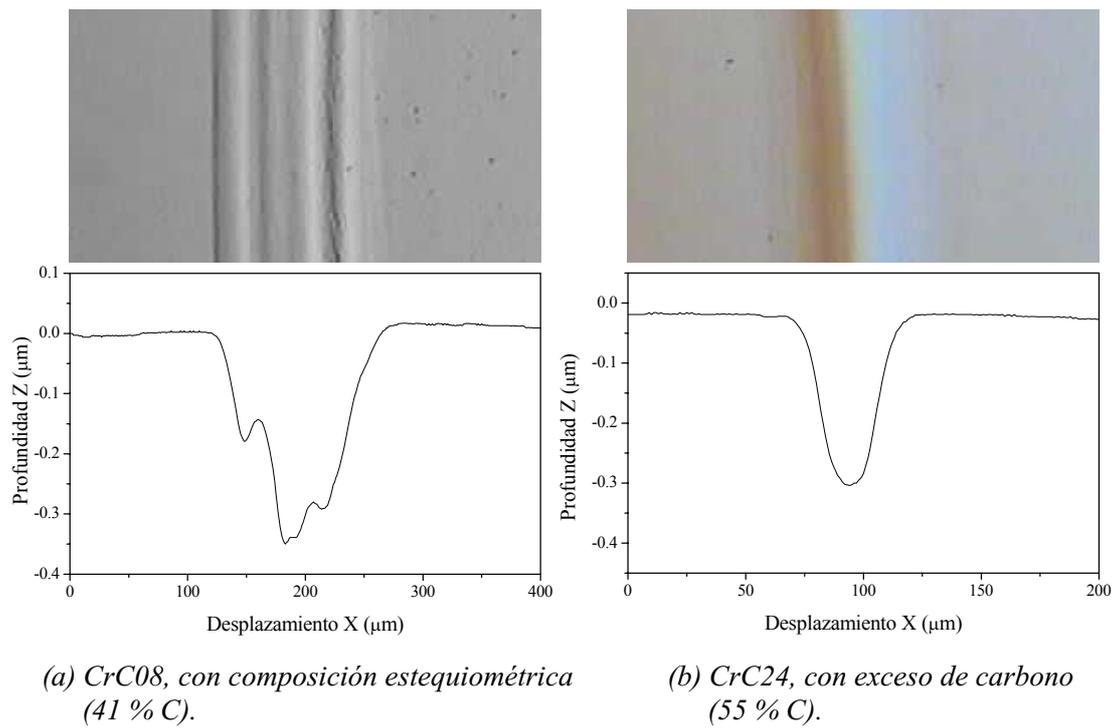


Figura 2.42- Perfiles de huellas de desgaste en deslizamiento sin lubricación contra bolas de alúmina, aplicando carga de 1 N y velocidad 0.0084 m/s.

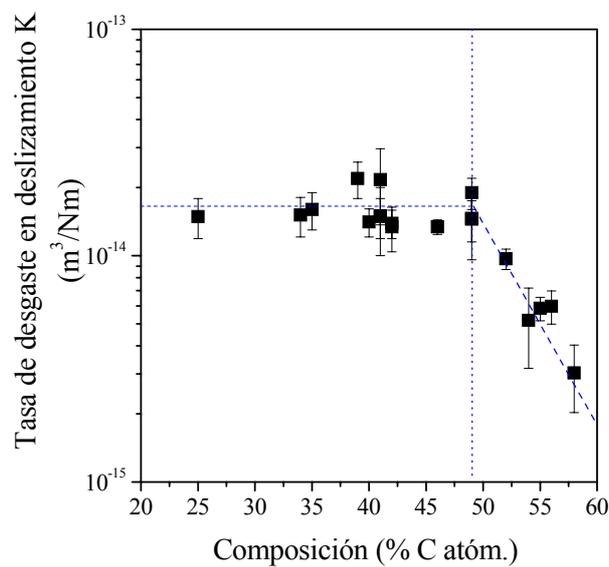


Figura 2.43- Tasas de desgaste de deslizamiento sin lubricación medidas sobre las huellas obtenidas en el sistema de bola sobre disco de los recubrimientos de CrC depositados por pulverización catódica magnetrón.

Las tasas de desgaste en deslizamiento sin lubricación de los recubrimientos pueden ser explicadas por las diferencias en las partículas de desgaste que son generadas en el par tribológico y su comportamiento mecánico. Las muestras que presentaron el desgaste en deslizamiento más alto no tienen exceso de carbono (no detectado en espectroscopia Raman) y tienen una composición cercana a la estequiométrica de Cr_3C_2 . Por tanto, las partículas de desgaste que provienen de este material están constituidas principalmente por partículas de Cr_3C_2 , y trabajan como terceros cuerpos de desgaste entre las superficies del par tribológico, aumentando así las tasas de desgaste. Además estos recubrimientos han sido desgastados más fácilmente debido a su estructura más frágil. Sin embargo, las partículas de desgaste ricas en carbono generadas en los recubrimientos con exceso de carbono disminuyeron los coeficientes de fricción y las tasas de desgaste, manteniendo la integridad de los recubrimientos.

Como conclusión de este apartado se puede comparar las muestras de este Grupo, preparadas mediante pulverización catódica, con las muestras del Grupo A obtenidas mediante CAE. Entre las 27 muestras obtenidas por pulverización catódica se encuentra un Grupo de muestras con la composición estequiométrica del Cr_3C_2 que son equivalentes a las muestras depositadas con la presión de 0.4 Pa en el Grupo A, estas muestras presentan un coeficiente de fricción parecido de 0.4 y una tasa de desgaste de $1.5 \times 10^{-14} \text{ m}^3/\text{Nm}$. Este Grupo numeroso de muestras incluye también capas con contenidos de carbono sub-estequiométricos que presentan todas ellas coeficientes de fricción más elevados, hasta de 0.7 y tasas de desgaste iguales y también muestras con exceso de carbono que presentan coeficientes de fricción reducido y tasas de desgaste reducidas, pero sin alcanzar los muy bajos coeficientes de fricción y las tasas muy bajas que alcanzaron las muestras del Grupo A.

En cuanto a mecanismos de desgaste, en ninguna de las muestras del Grupo B se observó el desgaste abrasivo en deslizamiento. Todas las muestras de este Grupo mostraron desgaste adhesivo. Las muestras de composición estequiométrica presentaron huellas con desconchados y las de composición con alto exceso de carbono presentaron huellas muy lisas.

Los resultados de las pruebas en deslizamiento sin lubricación indican que los recubrimientos con el más alto exceso de carbono (54-58 %) (CrC21, CrC23-CrC27) satisfacen las expectativas de los recubrimientos con propiedades tribológicas de baja fricción y bajo desgaste.

2.4.2.3. Grupo C: recubrimientos constituidos por multicapas de Cr/CrC depositados mediante pulverización catódica magnetrón

Como continuación del estudio de los recubrimientos de CrC depositados por pulverización catódica, se realizó el estudio de estos recubrimientos multicapa depositados en condiciones similares con las que se obtuvo un recubrimiento monocapa de composición estequiométrica del Cr_3C_2 , para conocer si la estructura multicapa mejora o no las propiedades tribológicas del correspondiente recubrimiento monocapa. Los registros de fricción se realizaron sobre los recubrimientos de este grupo depositados tanto sobre sustratos de acero como de silicio, se utilizaron como contracuerpos bolas de alúmina y acero aplicando una carga de 1 N con una velocidad lineal de 0.0021 m/s. Se utilizó una velocidad baja para poder detectar alguna ocurrencia de pequeñas fallas del recubrimiento en puntos localizados sobre la huella. Los ensayos fueron conducidos hasta 5500 ciclos, excepto con el recubrimiento multicapa de 300 nm de período donde los ensayos fueron suspendidos a un número inferior de ciclos debido a que el recubrimiento se desprendía del sustrato.

➤ **Resultados de fricción**

Además de realizar las pruebas de bola sobre disco en las multicapas y sobre el recubrimiento CrC de referencia, se midió también el coeficiente de fricción de un recubrimiento de cromo metálico depositado en condiciones similares a las del recubrimiento de referencia. El recubrimiento de Cr se evaluó contra bola de acero en condiciones similares de carga y velocidad, este ensayo reveló un coeficiente de fricción μ de 0.70 +/- 0.03 como se muestra en la figura 2.44. También se hizo una prueba de fricción de esta muestra de cromo contra bola de alúmina y se obtuvo un registro muy similar al de la figura 2.44.

La figura 2.45 reúne los registros de fricción obtenidos en el sistema de bola sobre disco, correspondientes a los recubrimientos depositados sobre sustratos de silicio

(fig. 2.45a) y sobre sustratos de acero (fig. 2.45b), que fueron evaluados contra bola de alúmina. La evolución del coeficiente de fricción es bastante similar en ambas figuras, en los primeros ciclos de prueba, el coeficiente de fricción es similar entre los recubrimientos multicapa y el recubrimiento monocapa de referencia. En la medida en que progresa el ensayo, los valores de los coeficientes de fricción de los recubrimientos multicapa aumentan súbitamente y después entran en un régimen estable, mientras que los coeficientes de fricción de los recubrimientos de referencia continúan sin variar prácticamente, figuras 2.45a y b.

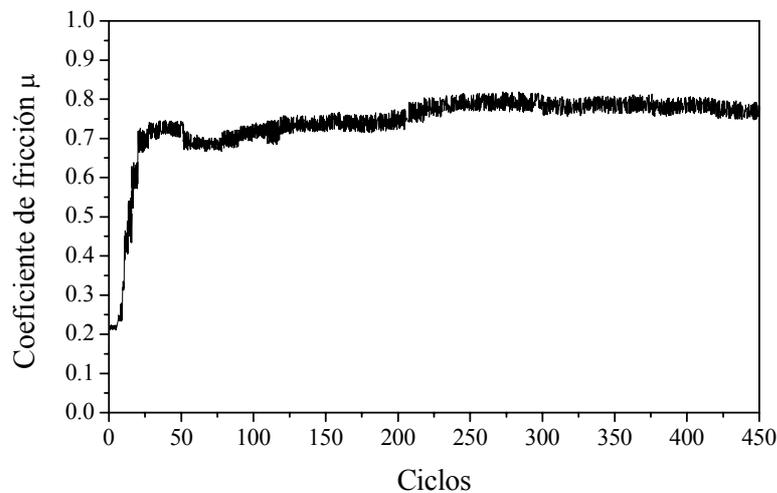
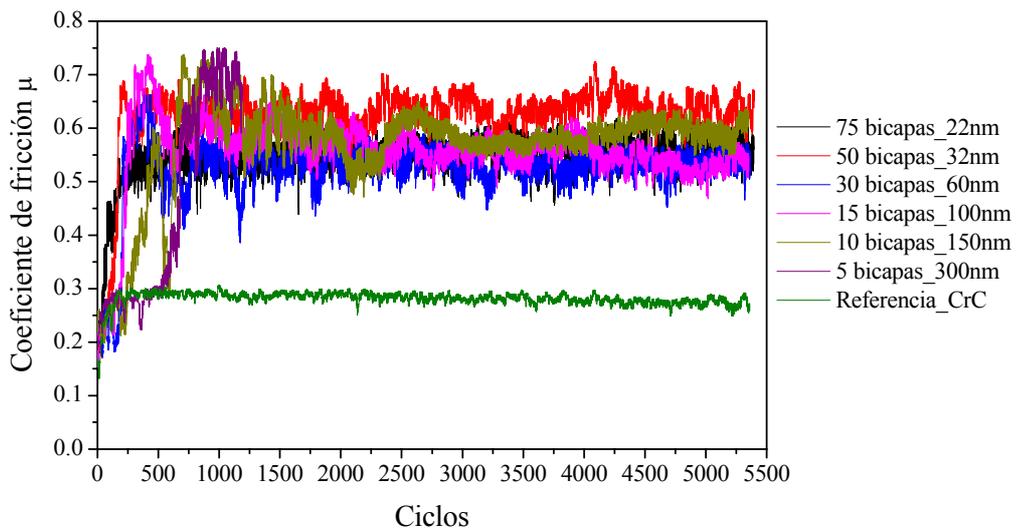
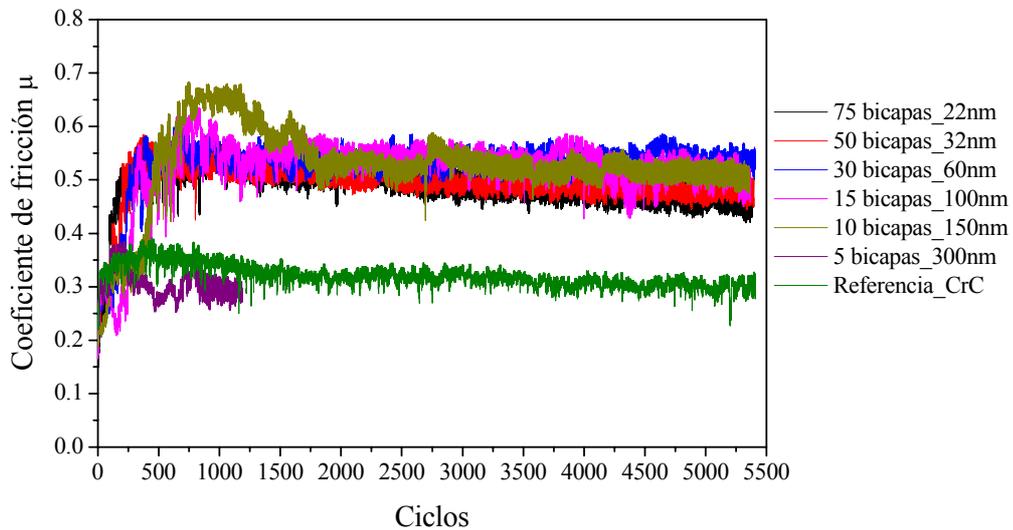


Figura 2.44- Registro de una muestra de cromo contra bola de acero aplicando una carga de 1 N y velocidad de 0.0021 m/s.

Los coeficientes de fricción de los recubrimientos multicapa exhiben valores bastante similares entre sí en régimen estable, mostrando valores alrededor de 0.60 para los recubrimientos depositados sobre sustratos de silicio y 0.50 para los recubrimientos depositados sobre sustratos de acero, mientras que el recubrimiento de referencia conserva a lo largo de las pruebas valores de 0.28 y 0.31 sobre sustratos de silicio y acero respectivamente. El recubrimiento multicapa con mayor espesor de bicapa ($\Lambda = 300$ nm) depositado sobre acero, no mostró aumento abrupto del coeficiente de fricción, conservando un valor similar al del recubrimiento de referencia hasta los 1200 ciclos de ensayo que fue realizada su medida. Esto es debido a que la profundidad de la huella obtenida hasta ese momento (140 nm) fue inferior al espesor de la capa más externa de CrC (150 nm) y por tanto no hubo contribución de la capa más externa de cromo al coeficiente de fricción.



(a) Recubrimientos depositados sobre sustratos de silicio.

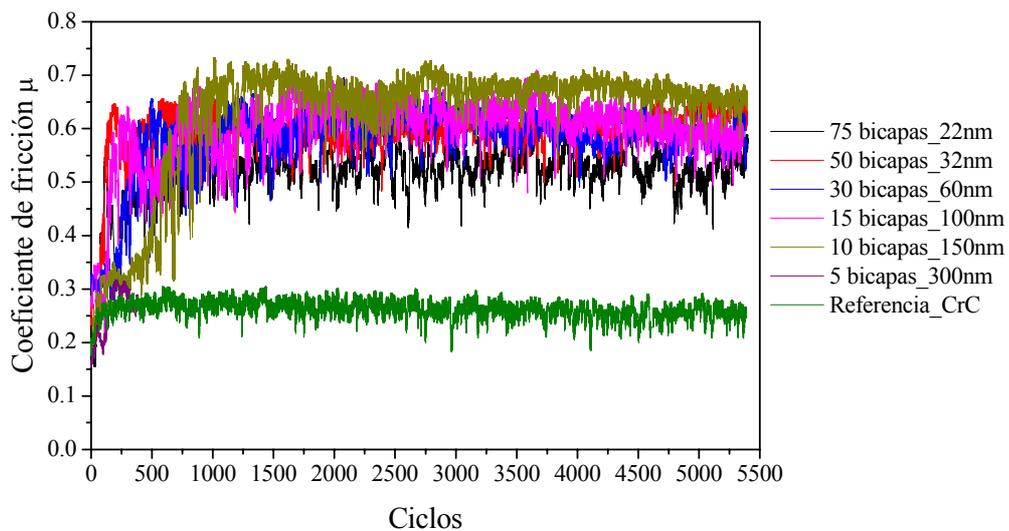


(b) Recubrimientos depositados sobre sustratos de acero.

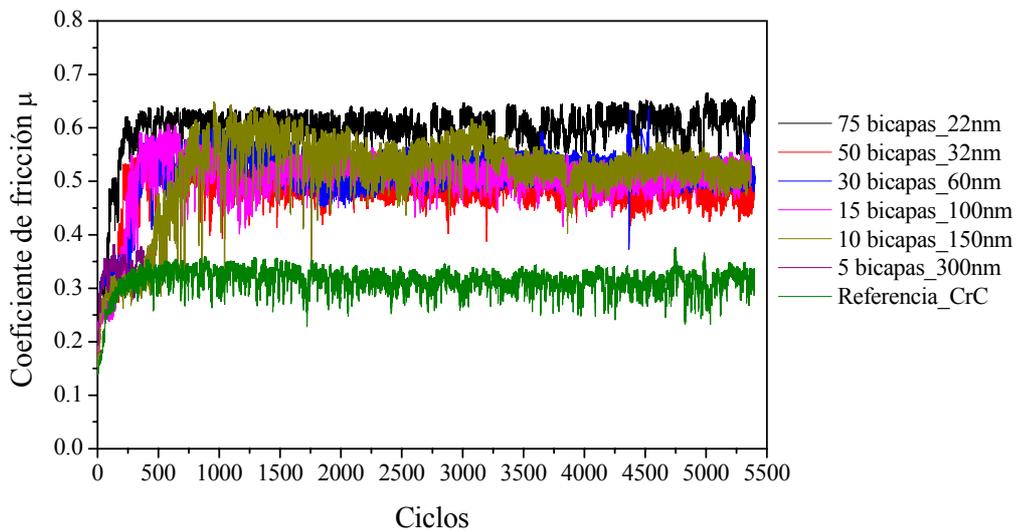
Figura 2.45- Registros de fricción de los recubrimientos multicapa contra bola de alúmina, aplicando una carga de 1 N y una velocidad de 0.0021 m/s.

La evolución de los coeficientes de fricción de los recubrimientos evaluados contra bolas de acero no presenta cambios significativos respecto a las pruebas realizadas contra bolas de alúmina, figura 2.46. En las figuras 2.46a y b se puede apreciar de forma similar, que el recubrimiento de referencia mantiene un bajo coeficiente de fricción a lo largo de toda la prueba alrededor de 0.30 y los recubrimientos multicapa presentan un aumento abrupto del coeficiente de fricción

después de los primeros ciclos de prueba, alcanzando valores estables cerca de 0.60 sobre sustratos de silicio y 0.50 sobre sustratos de acero. Excepto el recubrimiento con espesor de bicapa de 300 nm que permanece hasta los 400 ciclos con valores de μ similares al del recubrimiento de referencia, debido a que no se alcanzó a desnudar la capa más externa de cromo, esto fue corroborado en la huella que presentó una profundidad de 140 nm.



(a) Recubrimientos depositados sobre sustratos de silicio.



(b) Recubrimientos depositados sobre sustratos de acero.

Figura 2.46- Evolución de los coeficientes de fricción de los recubrimientos multicapa contra bola de acero, aplicando una carga de 1 N y una velocidad de 0.0021 m/s.

Las pruebas con el recubrimiento de $\Lambda = 300$ nm contra bola de alúmina fueron suspendidas alrededor de 1200 ciclos, pero en el caso de las pruebas contra bola de acero fue necesario suspenderlas transcurridos 400 ciclos de prueba (figs. 2.45 y 2.46), debido a que utilizando este contracuerpo la falla por adhesión ocurría aún más tempranamente. Los coeficientes de fricción más estables se observan en los recubrimientos depositados sobre sustratos de acero evaluados con los dos contracuerpos utilizados. Mientras que los coeficientes de fricción de los recubrimientos depositados sobre los sustratos de silicio evaluados con bola de alúmina, muestran variaciones con suaves aumentos y disminuciones a lo largo de las pruebas. Estas pequeñas variaciones se asocian a los cambios de fricción cuando la bola entra en contacto con cada uno de los materiales de las estructuras multicapa, debido a que en las pruebas realizadas con los recubrimientos depositados sobre sustratos de silicio contra bola de alúmina se obtuvieron las huellas que mejor revelaron las estructuras capa a capa de los recubrimientos.

Otro aspecto a considerar es que en algunas situaciones, inmediatamente después del aumento abrupto de los coeficientes de fricción de los recubrimientos multicapa, éstos llegan a valores hasta de 0.70 que coincide con la fricción del cromo como se puede observar en algunos registros de la figura 2.45, los cuales se sostienen por un corto período y después disminuyen a valores del orden de 0.60 o 0.50 como progresa el ensayo. El registro del recubrimiento multicapa con período de 300 nm (150 nm CrC y 150 nm Cr) depositado sobre silicio y evaluado contra alúmina (fig. 2.45a) muestra un coeficiente de fricción de 0.7 cuando fue suspendido el ensayo, igual al del Cr. La profundidad de la huella obtenida en el registro mencionado es de 200 nm, lo cual indica que efectivamente la bola estaba rozando con la capa más externa de cromo de la cual ya había desgastado 50 nm en profundidad.

Cuando se examina con escala ampliada los registros obtenidos en el sistema de bola sobre disco se puede observar, en general, que la parte inicial del ensayo presenta coeficientes de fricción similares para todos los recubrimientos multicapa con un valor alrededor de 0.30, valor que coincide con el coeficiente de fricción del CrC de referencia. Parece como si esta parte inicial del ensayo correspondiera al tiempo necesario para desgastar la capa más externa de CrC en los recubrimientos multicapa.

La figura 2.47 muestra la parte inicial del registro de los recubrimientos depositados sobre sustratos de acero y evaluados contra bola de alúmina. En la figura es claro que cuanto más gruesa es la capa externa de CrC (que corresponde a la mitad del espesor de la bicapa) más tarda en aumentar el coeficiente de fricción del recubrimiento y antes de que suceda este aumento los coeficientes de fricción tanto de los recubrimientos multicapa como del recubrimiento de referencia son muy similares. Esto indica que durante los primeros ciclos se está midiendo el coeficiente de fricción del CrC en todos los recubrimientos. La próxima capa de cromo y las bicapas más internas son desgastadas con una fuerza de fricción más alta. Este hecho fue verificado deteniendo el ensayo en el sistema de bola sobre disco, justo en el momento en que aumenta la fricción y midiendo la profundidad de la huella obtenida hasta esa parte del ensayo. El coeficiente de fricción que muestran los recubrimientos multicapa en el régimen estable (entre 0.50 y 0.70) se acerca bastante a la fricción del cromo puro medido en condiciones similares. Esto sugiere que las partículas de desgaste generadas que provienen desde el cromo juegan un papel muy importante en la alta fricción de estos recubrimientos.

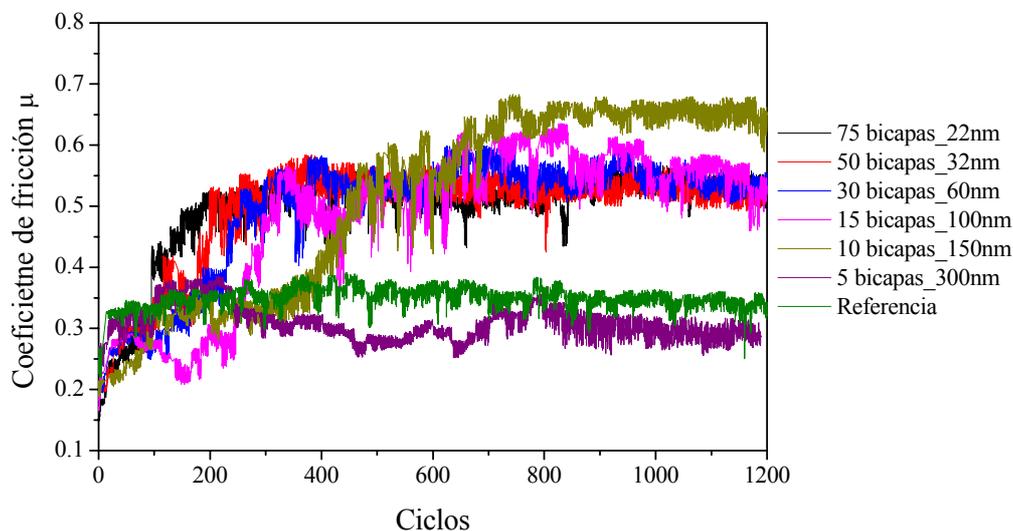


Figura 2.47- Ampliación de los primeros ciclos del registro de fricción de los recubrimientos multicapa depositados sobre sustratos de acero contra bolas de alúmina.

En los registros de fricción obtenidos en el sistema de bola sobre disco, se ha verificado el tiempo que tarda en aumentar el coeficiente de fricción de los recubrimientos multicapa en las diferentes pruebas realizadas y se ha graficado en función del espesor del período de las multicapas, como lo muestra la figura 2.48. Esta figura permite corroborar que el tiempo que tarda en aumentar el coeficiente de fricción de todos los pares tribológicos estudiados depende de una forma lineal del espesor del período de las multicapas.

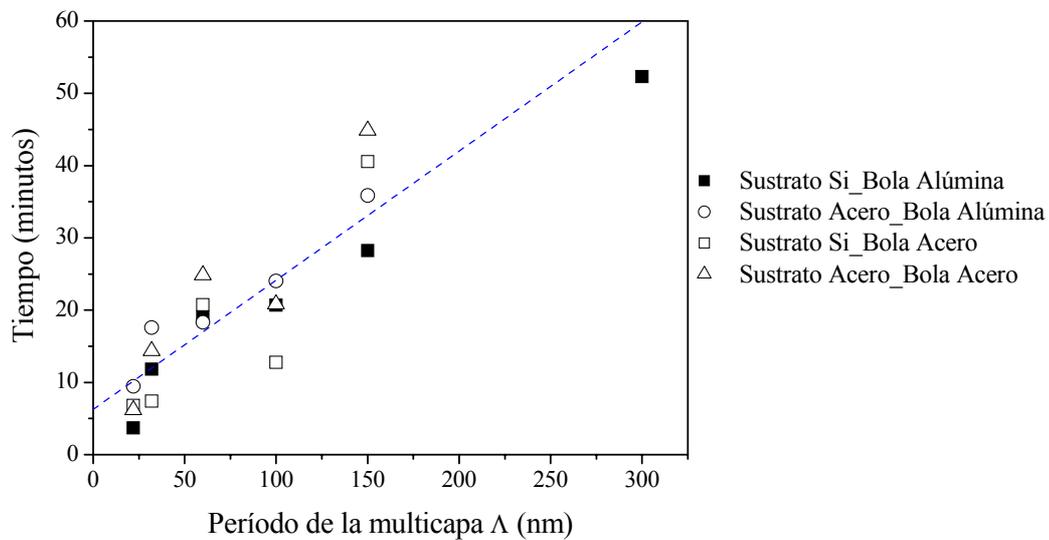
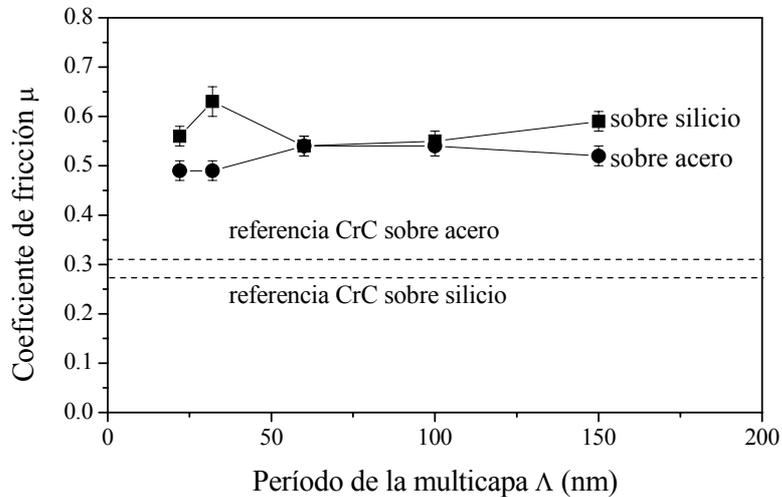


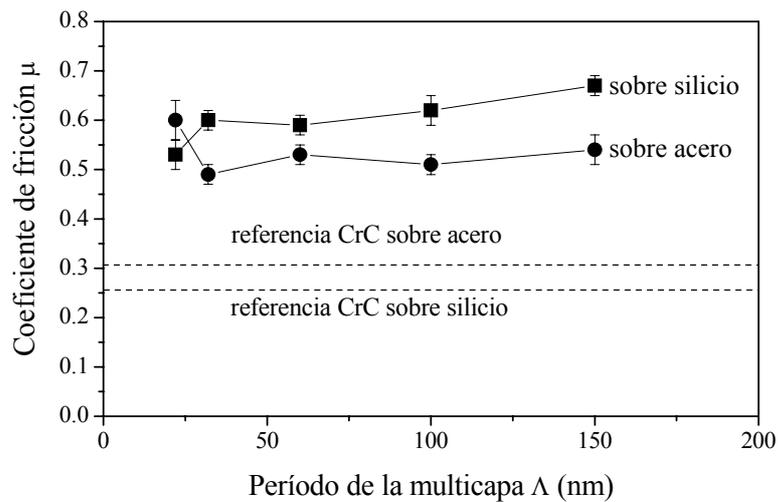
Figura 2.48- Tiempo de inicio del aumento abrupto de los coeficientes de fricción de los recubrimientos multicapa en función del espesor del período.

Una vez las bolas inician el desgaste de la primera capa de cromo y el coeficiente de fricción aumenta rápidamente, éste continúa muy estable a lo largo de toda la prueba. La figura 2.49 muestra los valores medios de los coeficientes de fricción en el régimen estable para los diferentes recubrimientos, en función del período de la multicapa. Los coeficientes de fricción mostrados en la figura 2.49a corresponden a los recubrimientos depositados sobre sustratos de silicio y acero y medidos contra bolas de alúmina. Estos valores son muy similares para todos los recubrimientos multicapa variando entre 0.50 y 0.65. En la figura 2.49a también se puede apreciar que los recubrimientos multicapa depositados sobre sustratos de silicio presentan coeficientes de fricción un poco más altos que sobre sustratos de acero. Los coeficientes de fricción del recubrimiento de referencia en estado estable son inferiores a los de los

recubrimientos multicapa y muestran un valor ligeramente más alto sobre sustrato de acero que sobre sustrato de silicio.



(a) Contra bola de alúmina.



(b) Contra bola de acero.

Figura 2.49- Valores de los coeficientes de fricción en estado estable en función del período Λ , de las multicapas depositadas sobre sustratos de silicio (■) y acero (●).

La figura 2.49b muestra los coeficientes de fricción evaluados contra bolas de acero, estos presentan valores muy similares a los obtenidos contra bolas de alúmina. De igual forma los recubrimientos multicapa muestran valores levemente más altos sobre sustratos de silicio que de acero, mientras que el recubrimiento de referencia sigue mostrando un valor ligeramente superior sobre sustrato de acero que sobre sustrato de

silicio. Para el recubrimiento de referencia la fricción ligeramente mayor sobre sustrato de acero que de silicio puede ser debido a que los recubrimientos depositados sobre acero presentan mayor rugosidad que los recubrimientos depositados sobre silicio. En el caso de las multicapas puede jugar un papel más importante la diferencia de durezas entre los sustratos, debido a que durante las pruebas es probable que los sustratos de acero ($H = 9 \text{ GPa}$) se deformen más durante el paso de la bola que los sustratos de silicio ($H = 12 \text{ GPa}$).

También se puede observar que los coeficientes de fricción muestran una leve tendencia a aumentar cuando aumenta el espesor del período de la multicapa. Los coeficientes de fricción del recubrimiento que presenta el período más grueso (300 nm) no se presentan en la figura 2.49, debido a que con esta muestra no fue posible desarrollar un registro de fricción lo suficientemente largo hasta obtener un valor en estado estable.

Se podría esperar que los registros de fricción de estas estructuras multicapa revelen un comportamiento periódico en la medida en que la bola va entrando en contacto con las diferentes capas, o sea un μ alrededor de 0.7 cuando está en contacto con una película de cromo y coeficientes de fricción alrededor de 0.3 cuando está en contacto con una película de CrC. Sin embargo al hacer una exhaustiva revisión de cada registro, no es evidente que estos recubrimientos multicapa presenten un comportamiento periódico a lo largo de las pruebas. Esto puede ser debido a que las partículas de desgaste generadas que provienen de los dos materiales que constituyen las multicapas, se mezclan a partir del momento en que empieza el desgaste de la capa de cromo metálico y desde aquel momento son las responsables del desgaste consecutivo tanto de las capas de Cr como de las capas de CrC. Además, otra contribución a la fuerza de fricción es el contacto de la bola con los laterales de la huella que contienen los dos materiales del recubrimiento multicapa. Estos hechos enmascaran el coeficiente de fricción individual de cada capa, revelando un μ que resulta de las interacciones entre las diferentes fases presentes. A pesar de esto, un registro en particular, obtenido en nuestro sistema de bola sobre disco, mostró una evolución periódica del coeficiente de fricción, resultando a la vez una huella muy suave sobre la que es posible apreciar la estructura multicapa muy bien definida. Este registro es mostrado en la figura 2.50, el

cual fue obtenido con el recubrimiento que tiene un espesor de bicapa de 100 nm depositado sobre silicio y evaluado contra bola de alúmina.

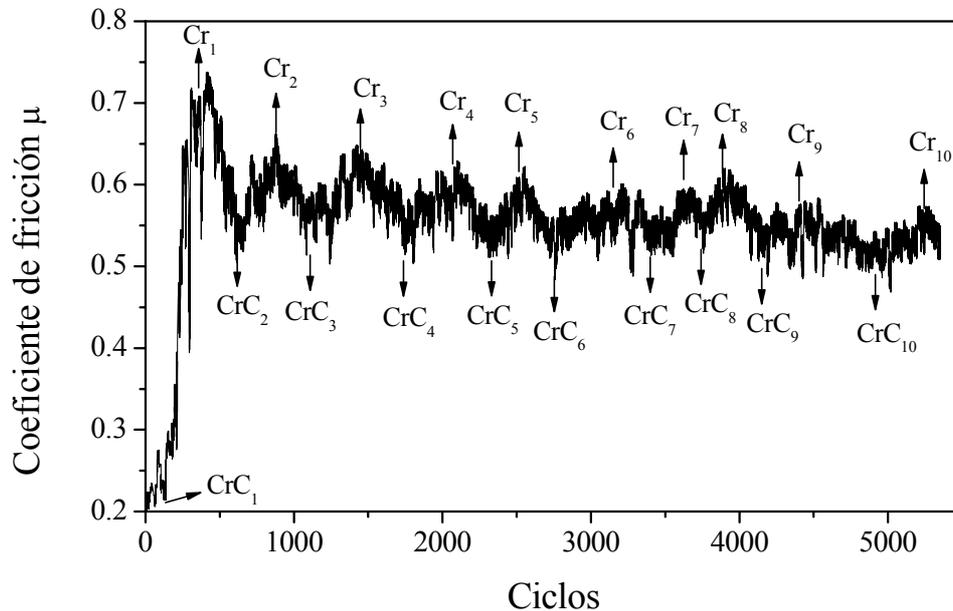


Figura 2.50- Registro de fricción del recubrimiento con período $\Lambda = 100$ nm depositado sobre silicio y evaluado contra bola de alúmina, aplicando una carga de 1 N y velocidad 0.0021 m/s.

Al inicio del ensayo se desgasta la capa más externa de CrC señalada en la figura 2.50 como CrC₁, después de esta capa la bola llega a la capa más externa de cromo (Cr₁ fig. 2.50) con lo cual aumenta abruptamente el coeficiente de fricción y durante el desgaste de esta capa se mantiene alrededor de 0.70 que coincide con el coeficiente de fricción del cromo puro. Luego se inicia el desgaste de la segunda capa de CrC (CrC₂, fig. 2.50) por lo que baja el coeficiente de fricción a 0.55, valor que no corresponde al coeficiente de fricción del CrC debido a la presencia de partículas de desgaste provenientes de la capa de cromo. El coeficiente de fricción vuelve a aumentar cuando se inicia el contacto con la otra capa de cromo (Cr₂, fig. 2.50) alrededor de 0.63 sin llegar al coeficiente de fricción del cromo debido a las contribuciones del CrC presente en el contacto. Así sucesivamente el coeficiente de fricción continúa disminuyendo y aumentando a lo largo de todo el ensayo hasta llegar a desgastar 10 bicapas del recubrimiento como se puede observar en el registro y en la huella obtenida al final de este ensayo mostrada en la figura 2.51.

En la imagen de la figura 2.51 se observan claramente las bicapas desgastadas a lado y lado de la capa Cr_{10} la cual se aprecia en el centro de la imagen con anchura mayor. Ésta es la capa más interna de la huella y fue la última con la que la bola inició el contacto antes de suspenderse el ensayo. De esta manera, en el orden en que se encuentran las capas desde el exterior hacia el centro de la huella, enumeradas como $CrC_1, Cr_1, CrC_2, Cr_2, \dots, CrC_{10}, Cr_{10}$ fueron desnudadas por el contracuerpo en el ensayo de bola sobre disco, debido a que presentan este orden en el recubrimiento desde la capa más exterior hacia la más interior. Otro aspecto a considerar de la imagen es que básicamente sólo se pueden apreciar las capas de cromo, las cuales presentan una anchura con buena resolución al microscopio óptico. Mientras que las capas de CrC se observan como una línea oscura entre dos capas de Cr, lo cual sugiere que el perfil en profundidad de las capas desgastadas tiene una forma aproximada a alguno de los esquemas presentados en la figura 2.52.

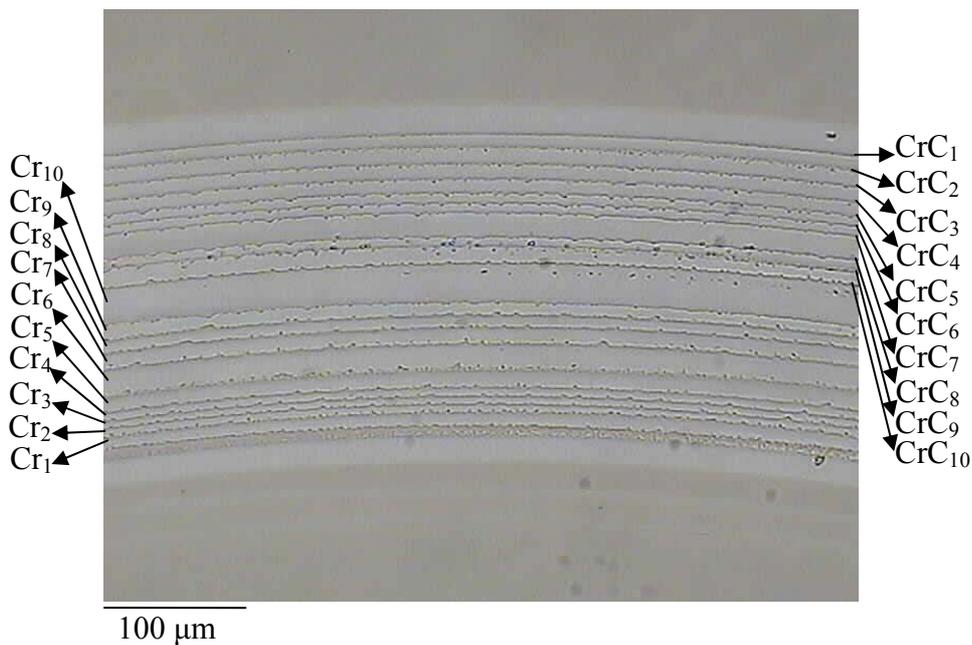


Figura 2.51- Imagen adquirida en el microscopio óptico de la huella obtenida en la prueba de fricción contra bola de alúmina del recubrimiento multicapa con período $\Lambda = 100 \text{ nm}$, depositado sobre silicio.

De acuerdo a la imagen (fig. 2.51) el CrC desgastado debe tener un perfil muy vertical ya que observando la huella frontalmente casi no se pueden apreciar estas capas

y de aquí que en los esquemas propuestos en la figura 2.52 el perfil de estas capas de CrC es asumido vertical, mientras que las películas de cromo muestran una banda al observar la huella al microscopio. No fue posible comprobar el perfil de las bandas de cromo en el espesor de estas películas, por tanto en los esquemas se plantean tres situaciones que se pueden aproximar a los perfiles obtenidos. Una es que las superficies de Cr que se ven desnudas correspondan a la zona más exterior de las capas, o sea, que esta zona presente mayor resistencia al desgaste (fig. 2.52a), otra situación es que las superficies expuestas correspondan a la zona más interior de las capas de Cr presentando esta zona mayor resistencia al desgaste (fig. 2.52b) y la otra posibilidad es que ocurra un desgaste uniforme en todo el espesor de las capas de Cr, exhibiendo una resistencia al desgaste igual en todo el espesor de estas películas (fig. 2.52c). Hay autores que han explicado perfiles como el de la figura 2.52b de recubrimientos multicapa de un metal con un cerámico Cr/CrN, con un modelo basado en que la interfase de metal sobre cerámico se comporta como una zona especial que es muy resistente al desgaste abrasivo debido a la ductilidad del metal y la dureza del cerámico que soporta la interfase por debajo [Berger].

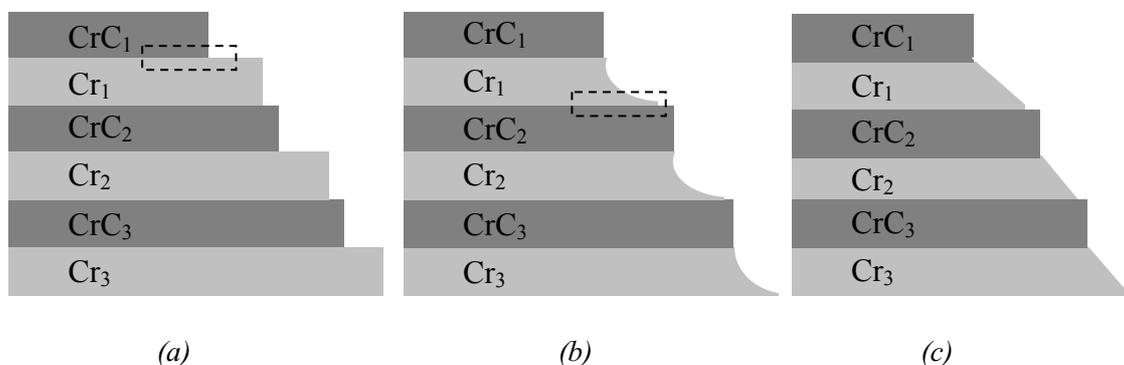


Figura 2.52- Esquemas posibles de los perfiles en profundidad de las huellas obtenidas en el sistema de bola sobre disco. (a) Interfase con Cr por debajo y CrC por encima con buena resistencia al desgaste, (b) interfase con Cr por encima y CrC por debajo exhibe buena resistencia al desgaste y (c) desgaste uniforme en todo el recubrimiento de Cr.

Adicionalmente, en el registro de fricción de la figura 2.50 se verificó el tiempo que tarda en desnudar completamente cada capa de Cr y CrC del recubrimiento multicapa el sistema de bola sobre disco. La figura 2.53 muestra el tiempo registrado en

los puntos que indican las diferentes capas en desgaste en el registro de la figura 2.50 en función de las diferentes capas de cromo y carburo de cromo desnudadas en el orden en que se encuentran en el recubrimiento multicapa, donde los números de la abscisa en la figura 2.53 corresponden a los subíndices de las diferentes capas de la figura 2.50. Como se puede observar en la figura 2.53 la relación del tiempo requerido para desnudar cada capa es lineal desde el inicio del ensayo hasta desgastar las 10 bicapas del recubrimiento. También esta figura permite dilucidar que la tasa de desgaste a lo largo de todo el ensayo es constante.

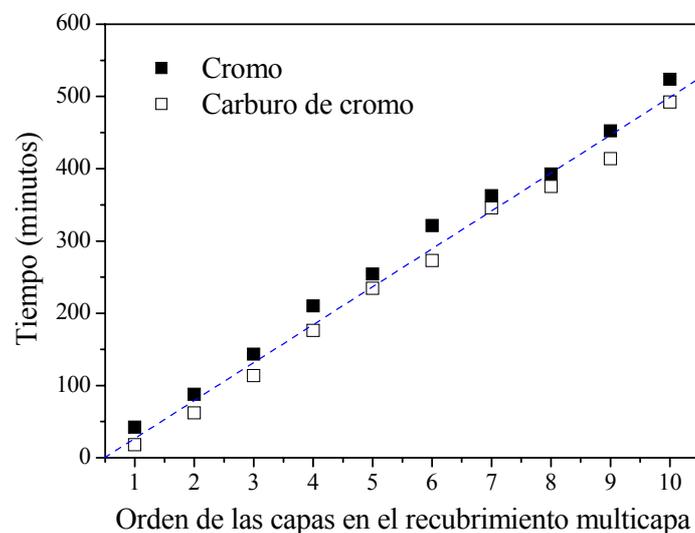


Figura 2.53- Tiempo que tarda el sistema de bola sobre disco en desnudar las diferentes capas de la estructura multicapa, los números del eje de la abscisa corresponden a los subíndices de las diferentes capas de Cr y CrC indicados en la figura 2.48.

➤ Resultados de desgaste

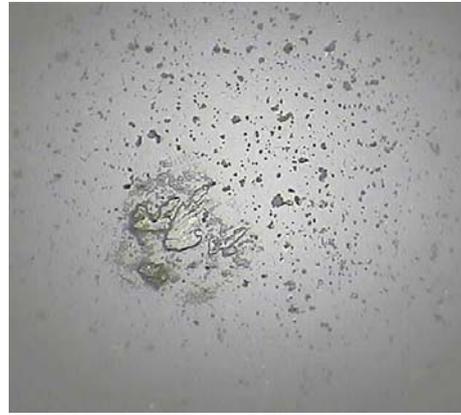
En las huellas de desgaste obtenidas sobre los recubrimientos multicapa con $\Lambda = 100$ nm y $\Lambda = 60$ nm depositados sobre silicio fue posible apreciar la estructura multicapa claramente, mientras que en el resto de las huellas no fue muy clara la estructura multicapa. Al final de la prueba sobre el recubrimiento con $\Lambda = 100$ nm se pudo observar partículas de material de color oscuro sobre la bola figura 2.54a y alrededor de la huella figura 2.54c, después de realizar la limpieza con etanol tanto la

bola como la huella quedaron exentas de material adherido figuras 2.54b y d. La bola presentó muy poco desgaste igual como ocurrió en el resto de los ensayos.



300 μm

(a) Bola antes de la limpieza.



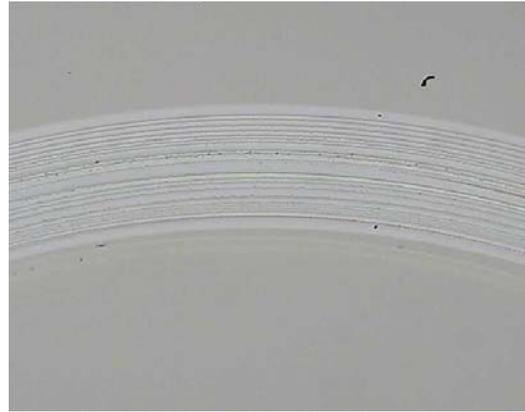
300 μm

(b) Bola después de la limpieza.



300 μm

(c) Huella antes de la limpieza.

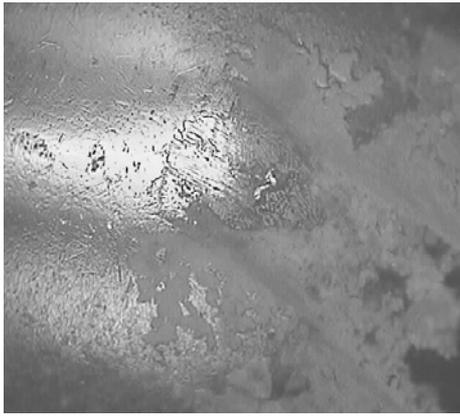


300 μm

(d) Huella después de la limpieza.

Figura 2.54- Aspecto de la bola de alúmina y la huella al final de la prueba de bola sobre disco del recubrimiento con $\Lambda = 100 \text{ nm}$, depositado sobre silicio.

En la figura 2.55 se puede observar el estado de la bola y de la huella al final del ensayo, del recubrimiento con 60 nm de período depositado sobre silicio y evaluado contra bola de acero. Se observan partículas de desgaste de color oscuro sobre la bola y alrededor de la huella figuras 2.55a y c. Después de remover las partículas con etanol se observó muy poco desgaste en la bola figura 2.55b y claramente la estructura multicapa sobre la huella figura 2.55d.



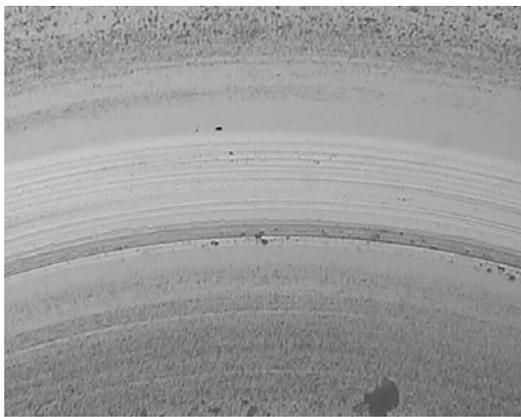
300 μm

(a) Bola con partículas de desgaste.



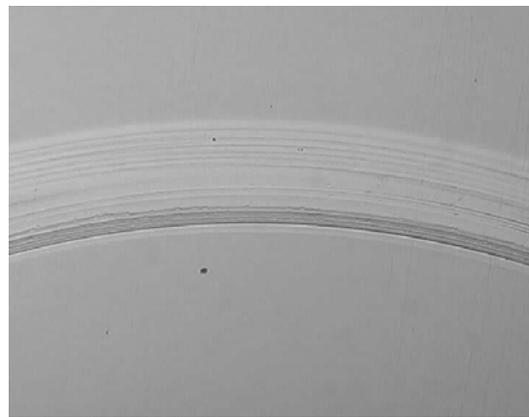
300 μm

(b) Bola libre de partículas.



300 μm

(c) Huella con partículas a su alrededor.

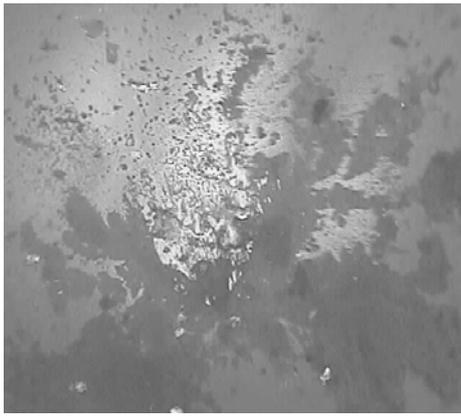


300 μm

(d) Huella libre de partículas.

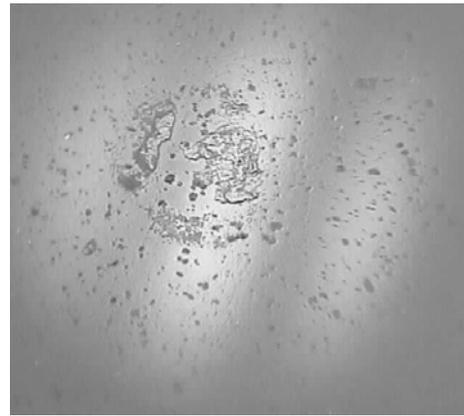
Figura 2.55- Imágenes obtenidas una vez concluida la prueba de fricción contra bola de acero del recubrimiento con $\Lambda = 60 \text{ nm}$ depositado sobre silicio.

Las imágenes obtenidas después del registro de fricción sobre el recubrimiento con el menor período de 22 nm, depositado sobre acero y evaluado contra bola de alúmina se pueden observar en la figura 2.56. En este caso también se encontraron partículas de desgaste oscuras sobre la bola, alrededor y dentro de la huella (figs. 2.56a y c). Después de la limpieza se pudo apreciar que la bola sufrió muy poco desgaste durante el ensayo y la huella no reveló la estructura multicapa, mostrando trazas de desgaste en la dirección de deslizamiento, como lo muestran las figuras 2.56b y d.



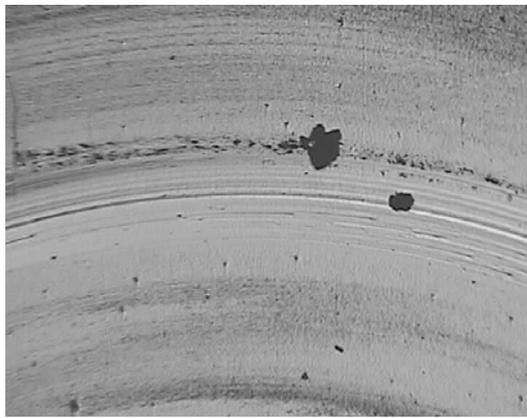
300 μm

(a) Bola antes de retirar las partículas de desgaste.



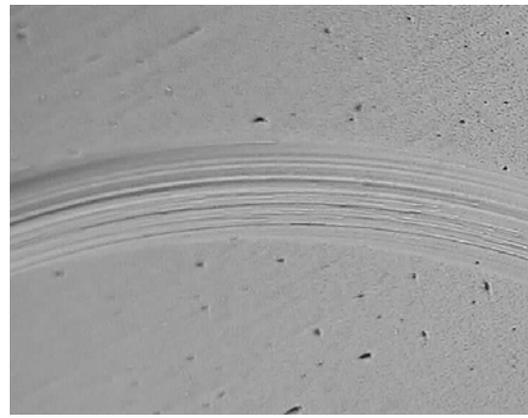
300 μm

(b) Bola después de la limpieza.



300 μm

(c) Huella antes de la limpieza.



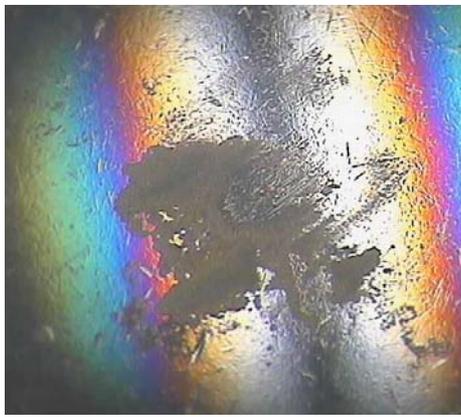
300 μm

(d) Huella después de la limpieza.

Figura 2.56- Estado de la bola de alúmina y la huella al final del registro de fricción del recubrimiento con 22 nm de período, depositado sobre acero.

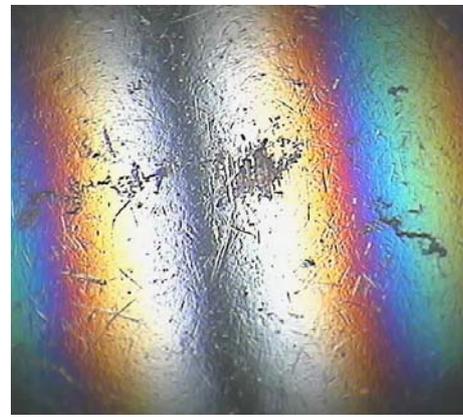
Sobre el recubrimiento con el mayor período 300 nm depositado sobre acero y evaluado contra bola de acero durante 400 ciclos se obtuvieron las imágenes presentadas en la figura 2.57. La cantidad de partículas de desgaste generadas es menor que la generada en los ensayos conducidos hasta 5500 ciclos, como se puede apreciar en las figuras 2.57a y c, además las partículas de desgaste encontradas alrededor de la huella eran de color oscuro mientras que las partículas encontradas sobre la bola presentaban un color marrón característico de óxidos de hierro. Con el proceso de

limpieza tanto la bola como la huella quedaron libres de partículas exhibiendo poco desgaste, figuras 2.57b y d.



300 µm

(a) Bola antes de la limpieza.



300 µm

(b) Bola después de la limpieza.



300 µm

(c) Huella antes de la limpieza.



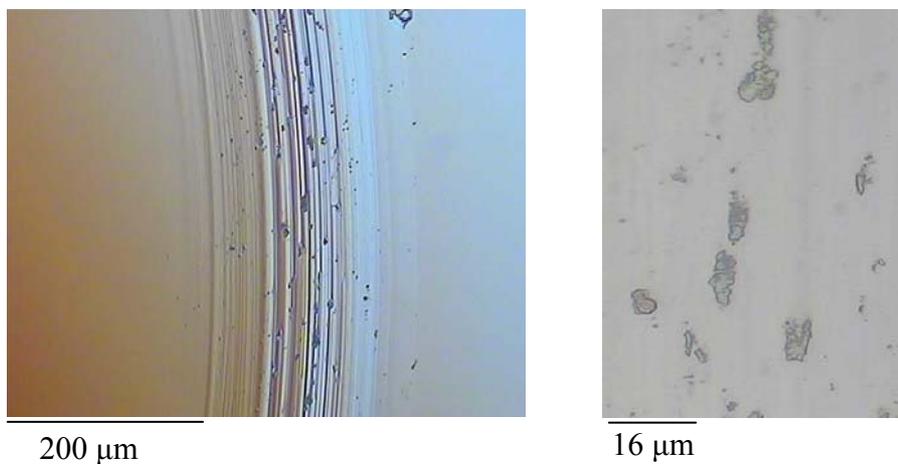
300 µm

(d) Huella después de la limpieza.

Figura 2.57- Observaciones después de 400 ciclos de registro de fricción contra bola de acero del recubrimiento con $\Lambda = 300$ nm depositado sobre acero.

En lo referente a los mecanismos de desgaste, en los recubrimientos multicapa se observó de forma generalizada abrasión a lo largo de las huellas y manchas de óxidos como producto de reacciones triboquímicas. La figura 2.58 muestra un ejemplo de las observaciones realizadas sobre la huella de la multicapa con período de 32 nm depositada sobre silicio y evaluada contra bola de alúmina. En la figura 2.58a se pueden apreciar trazas de abrasión combinadas con manchas de óxidos. Aspectos muy similares

a los revelados por esta imagen fueron exhibidos en todas las huellas de los recubrimientos multicapa depositados sobre los dos sustratos utilizados cuando fueron evaluados contra bolas de alúmina y acero de forma indistinta. Los productos de las reacciones triboquímicas en estos ensayos resultan de la reacción del cromo proveniente de los recubrimientos y del hierro en el caso de las pruebas contra bola de acero con el oxígeno del aire. La figura 2.58b muestra en más detalle las manchas de óxidos adheridos que no fueron desprendidos durante la limpieza con etanol.



(a) Trazas de abrasión con manchas de óxido. (b) Detalle de las manchas de óxido.

Figura 2.58 - Huella del recubrimiento multicapa con $\Lambda = 32 \text{ nm}$ depositado sobre sustrato de silicio y evaluado contra bola de alúmina.

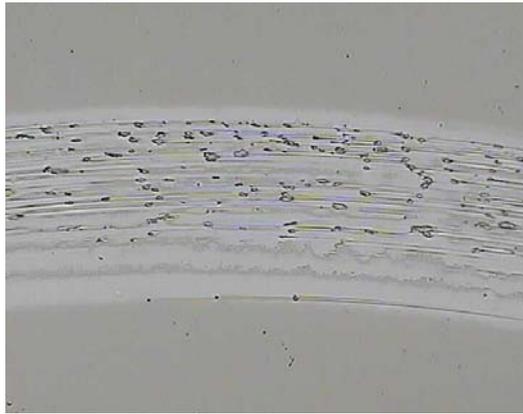
Las partículas de desgaste generadas durante los ensayos de bola sobre disco se recolectaron y se analizó su composición química. El análisis de espectroscopia de rayos X por dispersión de energía (EDX) mostró que estas partículas están compuestas de cromo, carbono y oxígeno en las pruebas realizadas contra bolas de alúmina, además, hierro cuando las pruebas fueron desarrolladas contra bolas de acero. La espectroscopia Raman de estas partículas reveló hematita ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) en las pruebas contra bolas de acero, mientras que en las pruebas contra bolas de alúmina el principal constituyente fue óxido de cromo (Cr_2O_3).

En varias pruebas realizadas no se observó de forma uniforme el mismo aspecto a lo largo de cada huella, presentando apariencias diferentes dentro de cada surco. En la

figura 2.59 se observan imágenes obtenidas sobre la misma huella de desgaste que corresponden a diferentes zonas tal como se indicó en el esquema de fricción de la figura 2.25. Esta huella (fig. 2.59) corresponde al recubrimiento de 100 nm de período depositado sobre acero y evaluado contra bola de acero. Como se puede apreciar en la figura 2.59a la zona donde la huella exhibió mayor fricción en los últimos ciclos del ensayo (zona 1) presenta la mayor densidad de manchas de óxidos y trazas de abrasión. Mientras que la zona que mostró el menor coeficiente de fricción en los últimos ciclos del ensayo (zona 2) figura 2.59b, muestra sólo pequeños puntos de inicio de la formación de óxidos sin mostrar trazas de abrasión. Por otra parte, las zonas que exhibieron coeficientes de fricción intermedios en los últimos ciclos del ensayo dentro de la huella (Zonas 3 y 4) figuras 2.59c y d, muestran a la vez un aspecto intermedio entre las zonas de menor y mayor fricción, presentando manchas de óxidos y trazas de abrasión, que no son tan severas como las mostradas por la zona 1.

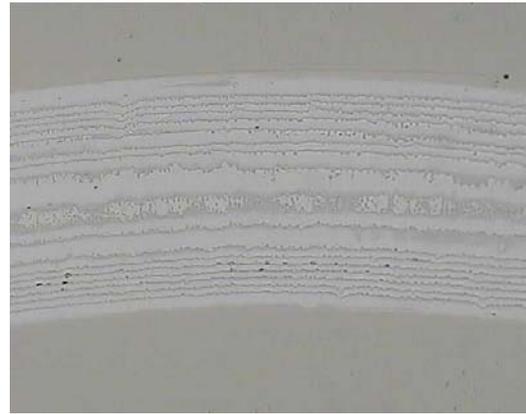
El resto de los recubrimientos multicapa exhibieron pequeñas manchas de óxidos o inicio de ellas, acompañadas de trazas de desgaste de aspecto menos severo que el mostrado en los casos anteriores. El recubrimiento de referencia por su parte exhibió huellas con finas trazas de abrasión e inicio de la formación de manchas de óxidos. En la figura 2.60 se puede apreciar la huella del recubrimiento de referencia depositado sobre acero y evaluado contra bola de alúmina. La huella exhibe trazas de abrasión más finas que las reveladas en los recubrimientos multicapa, además se observan puntos de inicio de formación de óxidos como se puede apreciar en la figura 2.60a y en la figura 2.60b las trazas con mayor aumento.

En la figura 2.61 se pueden observar varios perfiles de la huella obtenida en el recubrimiento multicapa con período de 100 nm y evaluado contra bola de alúmina, como se puede apreciar se obtuvieron diferentes perfiles a lo largo de la huella. De acuerdo a estos perfiles la profundidad de la huella varía entre 0.68 y 0.94 μm . La forma de los perfiles es bastante reproducible a lo largo del surco, mientras que sus dimensiones presentan variación.



200 μm

(a) Aspecto mostrado en la zona 1.



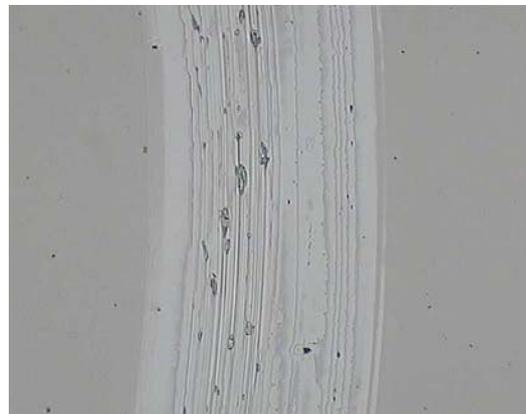
200 μm

(b) Aspecto mostrado en la zona 2.



200 μm

(c) Aspecto mostrado en la zona 3.



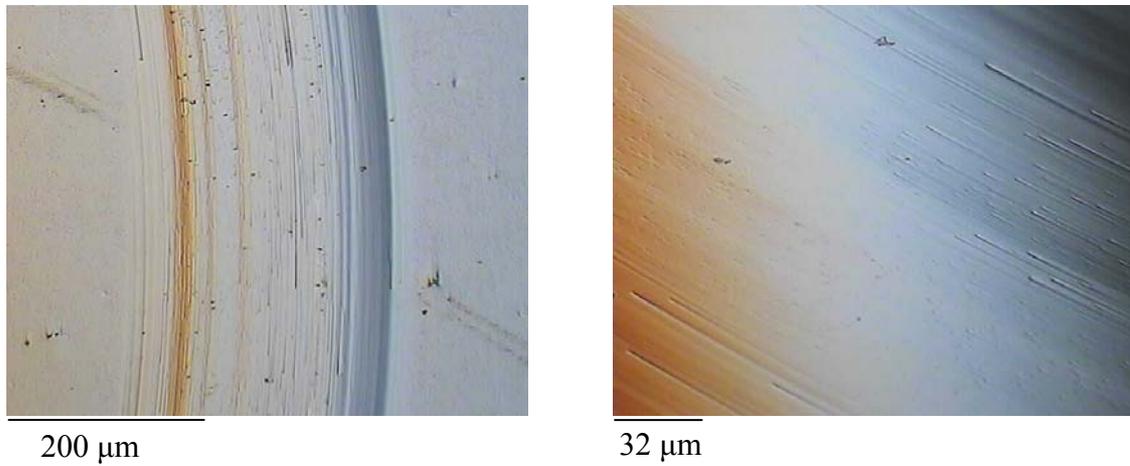
200 μm

(d) Aspecto mostrado en la zona 4.

Figura 2.59- Aspecto en diferentes zonas de la huella obtenida en el recubrimiento multicapa con $\Lambda = 100$ nm depositado sobre acero y evaluado contra bola de acero.

La figura 2.62 muestra perfiles de la huella obtenida en el recubrimiento con $\Lambda = 22$ nm evaluada contra bola de alúmina. Como se puede apreciar en este caso tanto la forma como el tamaño de la sección transversal de la huella varían considerablemente, presentando profundidades de huella desde 0.6 hasta 1.1 μm . Las diferentes medidas de anchura y profundidad que se detectan a lo largo de una misma huella de desgaste, posiblemente, son generadas desde las diferencias en las fuerzas de fricción que resultan en cada zona de la huella como consecuencia de algún accidente en alguna o ambas superficies del par en contacto. En el resto de los recubrimientos de este

grupo, se encontraron perfiles similares en forma a los observados en las figuras 2.61 y 2.62.



(a) Trazas de abrasión y puntos de inicio de formación de óxidos.

(b) Detalle de las trazas de abrasión.

Figura 2.60- Huella obtenida sobre el recubrimiento de referencia depositado sobre acero y evaluado contra bola de alúmina.

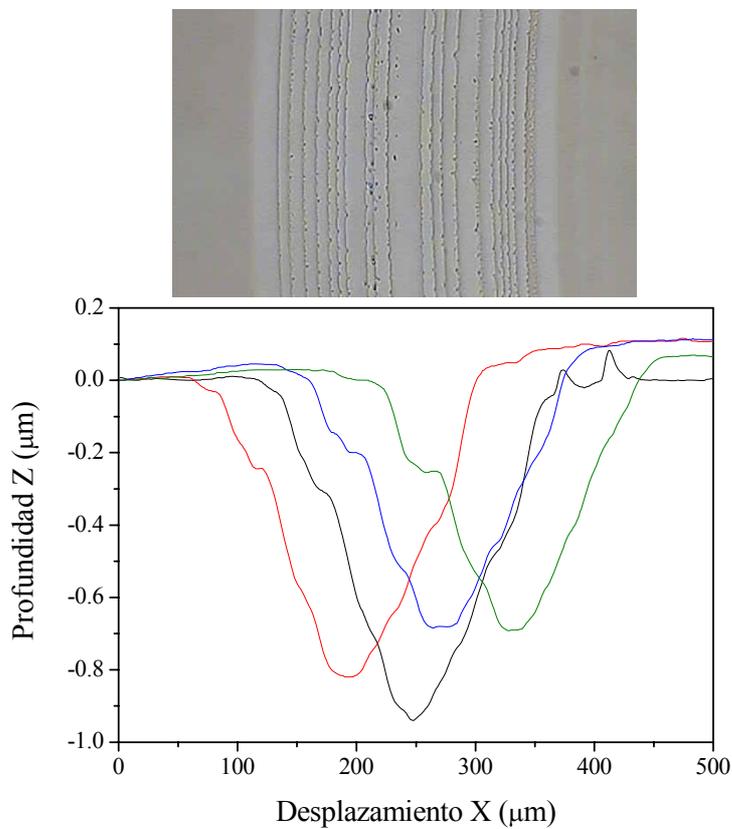


Figura 2.61- Perfiles de la huella de desgaste en deslizamiento del recubrimiento con $\Lambda = 100 \text{ nm}$ depositado sobre silicio y evaluado contra bola de alúmina, aplicando una carga de 1 N y velocidad de 0.0021 m/s .

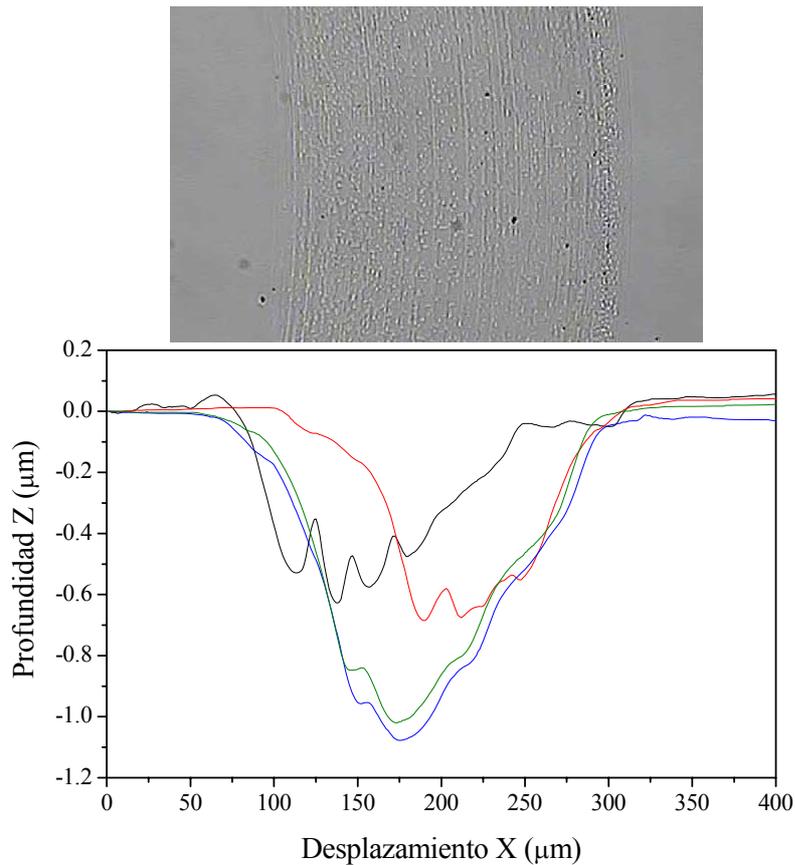
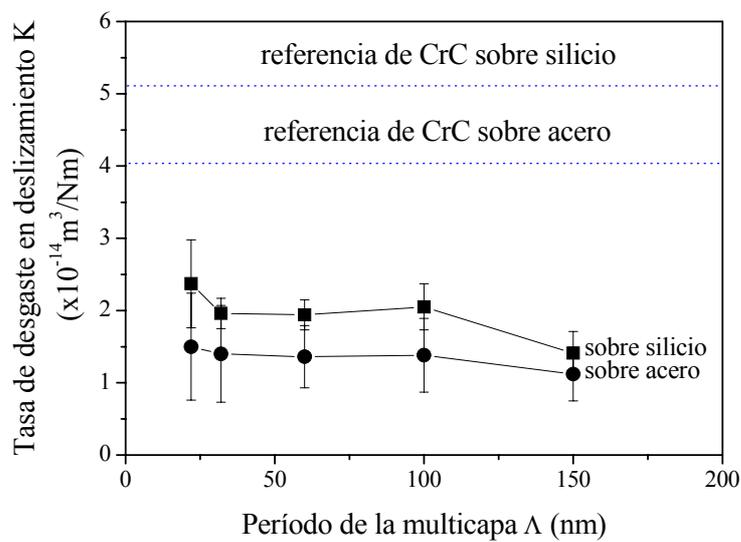


Figura 2.62- Perfiles de la huella de desgaste en deslizamiento sin lubricación obtenida sobre el recubrimiento con $\Lambda = 22$ nm depositado sobre silicio y evaluado contra bola de alúmina, aplicando carga de 1 N y velocidad de 0.0021 m/s.

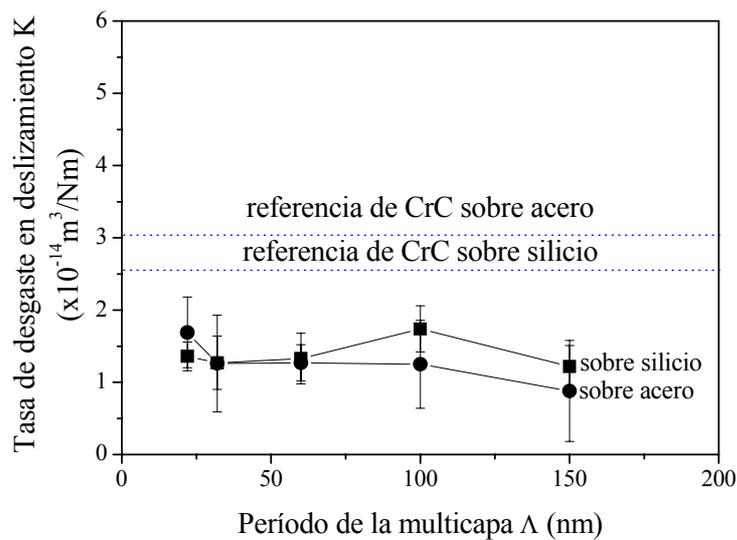
En el recubrimiento con $\Lambda = 300$ nm no se pudieron desarrollar ensayos de igual longitud a los realizados con las demás muestras, por razones ya explicadas en la sección de fricción, por este motivo tampoco se pudieron obtener huellas con volumen desgastado apreciable para su cuantificación, por tanto no fue posible calcular sus tasas de desgaste.

La figura 2.63a muestra valores de tasas de desgaste, para los diferentes recubrimientos depositados sobre sustratos de silicio y acero evaluados contra bolas de alúmina y la figura 2.63b muestra tasas de desgaste análogas medidas contra bolas de acero. En estos resultados se puede ver que los recubrimientos multicapa siempre presentan una mejor resistencia al desgaste que el recubrimiento monocapa de referencia. Esto es particularmente destacable cuando deslizan contra bola de alúmina. Si se comparan las figuras 2.63a y b, se observa que ambos tanto el recubrimiento

monocapa como los multicapa muestran una mejor resistencia al desgaste cuando deslizan contra bolas de acero que contra bolas de alúmina. Las tasas de desgaste en deslizamiento muestran una leve tendencia a aumentar cuando el espesor del período de la multicapa disminuye. Las tasas de desgaste de los recubrimientos multicapa depositados sobre sustratos de silicio son ligeramente superiores a las tasas de desgaste de estos recubrimientos depositados sobre acero, esto presenta una buena correlación con los coeficientes de fricción medidos que también fueron levemente superiores sobre sustratos de silicio que sobre acero.



(a) *Contra bola de alúmina.*



(b) *Contra bola de acero.*

Figura 2.63- Tasas de desgaste en deslizamiento en función del período del recubrimiento multicapa depositado sobre silicio (■) y acero (●).

Todos los recubrimientos multicapa Cr/CrC superaron la resistencia al desgaste en deslizamiento del recubrimiento monocapa, esto indica una contradicción con el hecho que ellos mostraron coeficientes de fricción mayores y valores de dureza menores que la monocapa. Por tanto era de esperarse que los recubrimientos multicapa presentaran menor resistencia al desgaste que la monocapa. Esta contradicción puede ser debida a que los recubrimientos multicapa por contener fases intercaladas de material duro (CrC) y material dúctil (Cr) presentan un comportamiento mejorado debido a la combinación de propiedades. Mientras que la fase dura aporta resistencia a la deformación bien sea por rayado, penetración de partículas, a la deformación inducida por la misma bola, entre otros; la fase dúctil que presenta menos resistencia a la deformación es capaz de soportar pequeñas deformaciones recuperando su forma inicial entrando en ciclos de deformación-recuperación que pueden ser continuados durante varios períodos de la prueba alargando la vida del recubrimiento.

Por otro lado, el perfil de desgaste de las películas de CrC es bastante vertical lo que puede indicar que estas capas se desgastan de una forma abrupta. Esto puede estar relacionado con la fragilidad de este material, como es de esperar en un material cerámico más duro y menos dúctil que los metales. Parece que en nuestros recubrimientos multicapa el cromo es el responsable de la alta fricción, mientras que la resistencia al desgaste en deslizamiento está influenciada por la combinación de propiedades de las dos fases presentes.

En este apartado se puede concluir que las propiedades tribológicas de estos recubrimientos multicapa están determinadas por las propiedades tribológicas de cada una de las capas que forman la multicapa. La fricción en los primeros ciclos de ensayo refleja la fricción de la capa más externa del recubrimiento, pero una vez esta capa está desgastada la fricción aumenta debido a la capa de metal. Un estudio detallado del desgaste en la multicapa ha permitido demostrar el mecanismo de desgaste capa a capa y las variaciones del coeficiente de fricción asociadas a este mecanismo.

En los valores de fricción de los recubrimientos multicapa el cromo juega un papel muy importante. El coeficiente de fricción de los recubrimientos multicapa mostró un ligero incremento con el aumento del espesor de los períodos, mientras que el desgaste mostró una leve tendencia a aumentar cuando el período de las multicapas

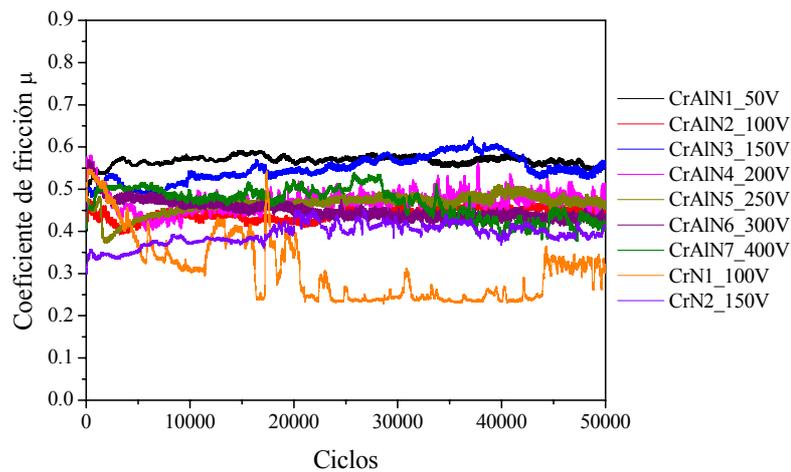
disminuye. Los sustratos presentaron una leve influencia en los resultados de los recubrimientos multicapa presentando coeficientes de fricción y tasas de desgaste un poco más altos los recubrimientos depositados sobre silicio que sobre acero. Los recubrimientos multicapa presentaron mejor resistencia al desgaste en deslizamiento que el recubrimiento de referencia.

2.4.2.4. Grupo D: recubrimientos de CrAlN depositados por evaporación por arco catódico (CAE)

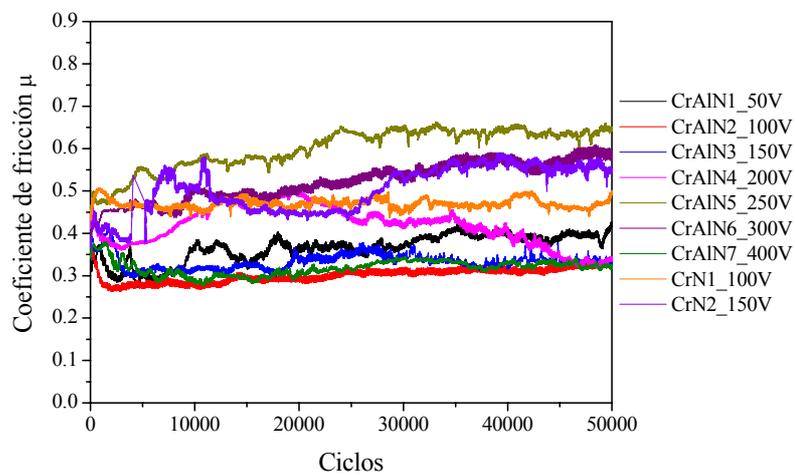
Estos recubrimientos fueron depositados todos sobre sustratos de acero. Para las pruebas de fricción se utilizaron como contracuerpos bolas de WC-Co y de alúmina, las pruebas se realizaron utilizando una carga de 6 N y una velocidad de deslizamiento de 0.02 m/s. Esta velocidad fue seleccionada más alta que la utilizada con los demás recubrimientos debido a la alta rugosidad y a la elevada dureza esperada de estos recubrimientos. Las pruebas fueron conducidas durante 50000 ciclos para todas las muestras.

➤ **Resultados de fricción**

La figura 2.64 presenta los coeficientes de fricción medidos contra las bolas de alúmina y WC-Co. En las pruebas realizadas contra bola de alúmina (fig. 2.64a), los recubrimientos mostraron coeficientes de fricción bastante estables después de los primeros 5000 ciclos de prueba, excepto el recubrimiento CrN1 que mostró grandes fluctuaciones a lo largo de todo el ensayo. Estas fluctuaciones están relacionadas con partículas de desgaste que generan alta fricción, las cuales dieron origen a un sonido (de superficies rozando fuertemente) causando un aumento abrupto de la fricción y cuando fueron expulsadas de nuevo la fricción disminuyó, situación parecida a la de la muestra CrC14 del Grupo B. Los registros contra bola de WC-Co (fig. 2.64b), alcanzan valores de coeficientes de fricción bastante estables a partir de los 5000 ciclos. Este período tan largo que tardaron estos recubrimientos para alcanzar un régimen cuasi-estable de los coeficientes de fricción se puede atribuir a la alta rugosidad y elevada dureza de los recubrimientos, lo cual hace que en los primeros ciclos de prueba, la bola roza sólo con las crestas de las rugosidades y hasta que éstas no son pulidas la bola no se acomoda sobre la superficie propiamente dicha de la muestra.



(a) Contra bola de alúmina.



(b) Contra bola de WC-Co.

Figura 2.64- Evolución de los coeficientes de fricción de los recubrimientos de CrAlN y CrN contra bolas de alúmina aplicando carga de 6 N y de velocidad 0.02 m/s.

Los valores medios de los coeficientes de fricción en estado estable aplicando cargas de 6 N son mostrados en la figura 2.65, en función de la polarización de depósito de los sustratos. Para los recubrimientos de CrAlN contra bola de alúmina se obtuvieron valores similares alrededor de 0.50, mostrando una ligera tendencia a disminuir con el aumento de la polarización del sustrato. Los coeficientes de fricción contra bola de WC-Co presentan valores entre 0.3 y 0.4, excepto los recubrimientos CrAlN5 y CrAlN6 depositados a -250 y -300 V, respectivamente, que muestran un aumento brusco hasta valores alrededor de 0.6.

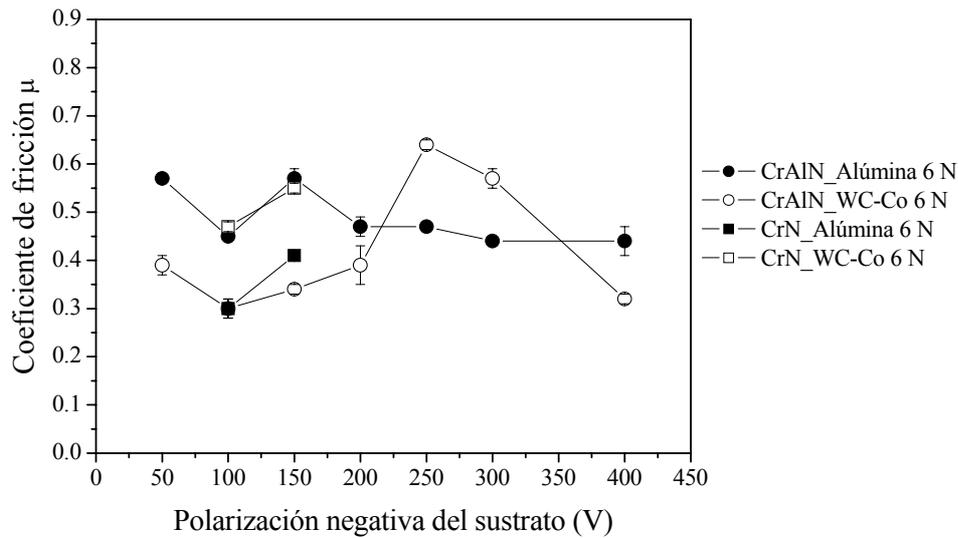


Figura 2.65- Valores medios de los coeficientes de fricción en estado estable de los recubrimientos de CrAlN y CrN contra bolas de alúmina y WC-Co, aplicando una carga de 6 N y velocidad 0.02 m/s.

Los recubrimientos de CrAlN que presentaron coeficientes de fricción menores contra bola de WC-Co que contra bola de alúmina debido posiblemente a que la diferencia de dureza entre la bola de WC-Co y los recubrimientos es mayor que la diferencia de dureza entre los recubrimientos y la bola de alúmina. Debido a la deformación o desgaste de la bola que es la superficie más blanda en el contacto tribológico disminuye la presión de contacto y con ella la fricción. Con los recubrimientos depositados a -250 y -300 V los cuales revelaron la dureza más elevada, el coeficiente de fricción aumenta bruscamente contra bola de WC-Co, debido posiblemente a la presencia de partículas de desgaste provenientes del recubrimiento que pueden anclarse en la bola, actuando como una capa transferida “transfer layer” incrementando notablemente el coeficiente de fricción. Los recubrimientos de CrN mostraron coeficientes de fricción mayores contra bola de WC-Co y menores contra bola de alúmina, debido probablemente a que en estos pares tribológicos tuvo más influencia la naturaleza de las partículas de desgaste generadas que la presión de contacto sobre la fricción. En la literatura se han reportado valores similares de coeficientes de fricción para recubrimientos del tipo CrAlN a los encontrados en el presente trabajo [Uchida, Brizuela, Lugscheider_2, Schramm] y también valores más altos [Scheerer].

➤ **Resultados de desgaste**

Las figuras 2.66 y 2.67 revelan las observaciones realizadas al final de los registros de los recubrimientos CrAlN1 ($V_s = -50$ V) y CrN1 ($V_s = -100$ V), respectivamente, contra bolas de alúmina. Como ocurre usualmente, se encuentra material desprendido sobre las bolas y alrededor de las huellas de fricción, figuras 2.66a y c y figuras 2.67a y c. Después de limpiar las superficies del contacto, se aprecia claramente el desgaste sufrido por la bola y el tamaño real de la huella, figuras 2.66b y d y figuras 2.67b y d. A pesar de que en las imágenes el material remanente presenta un aparente color oscuro, su color real era gris metálico cuando fue observado a simple vista, de igual forma ocurrió en el resto de las muestras de este grupo. Las fotos fueron adquiridas con iluminación normal y se obtuvo este aspecto tal vez por efecto de las partículas acumuladas.

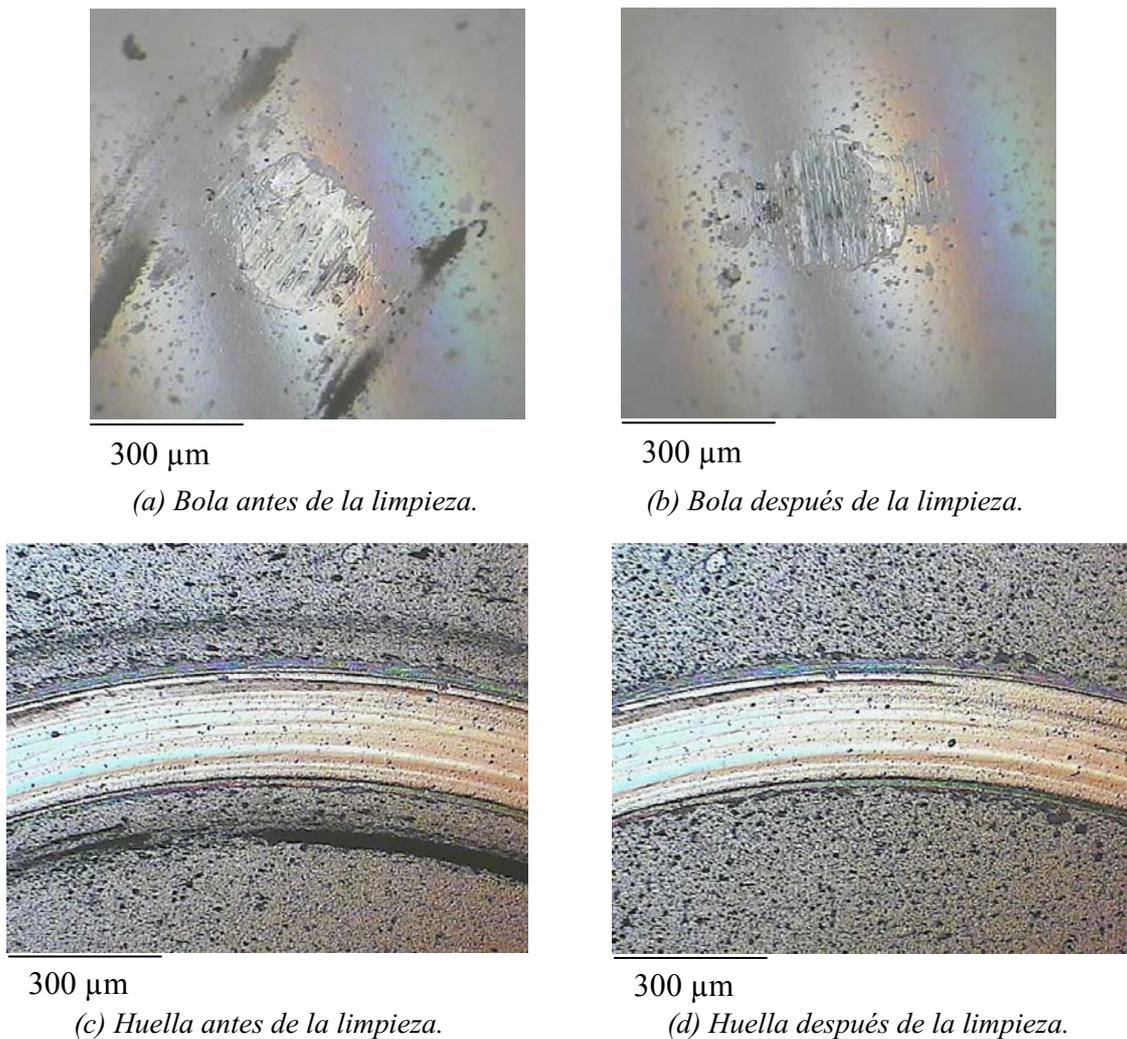


Figura 2.66- Estado final de la bola de alúmina y el recubrimiento CrAlN1 depositado con $V_s = -50$ V, después de la prueba de fricción aplicando una carga de 6 N.

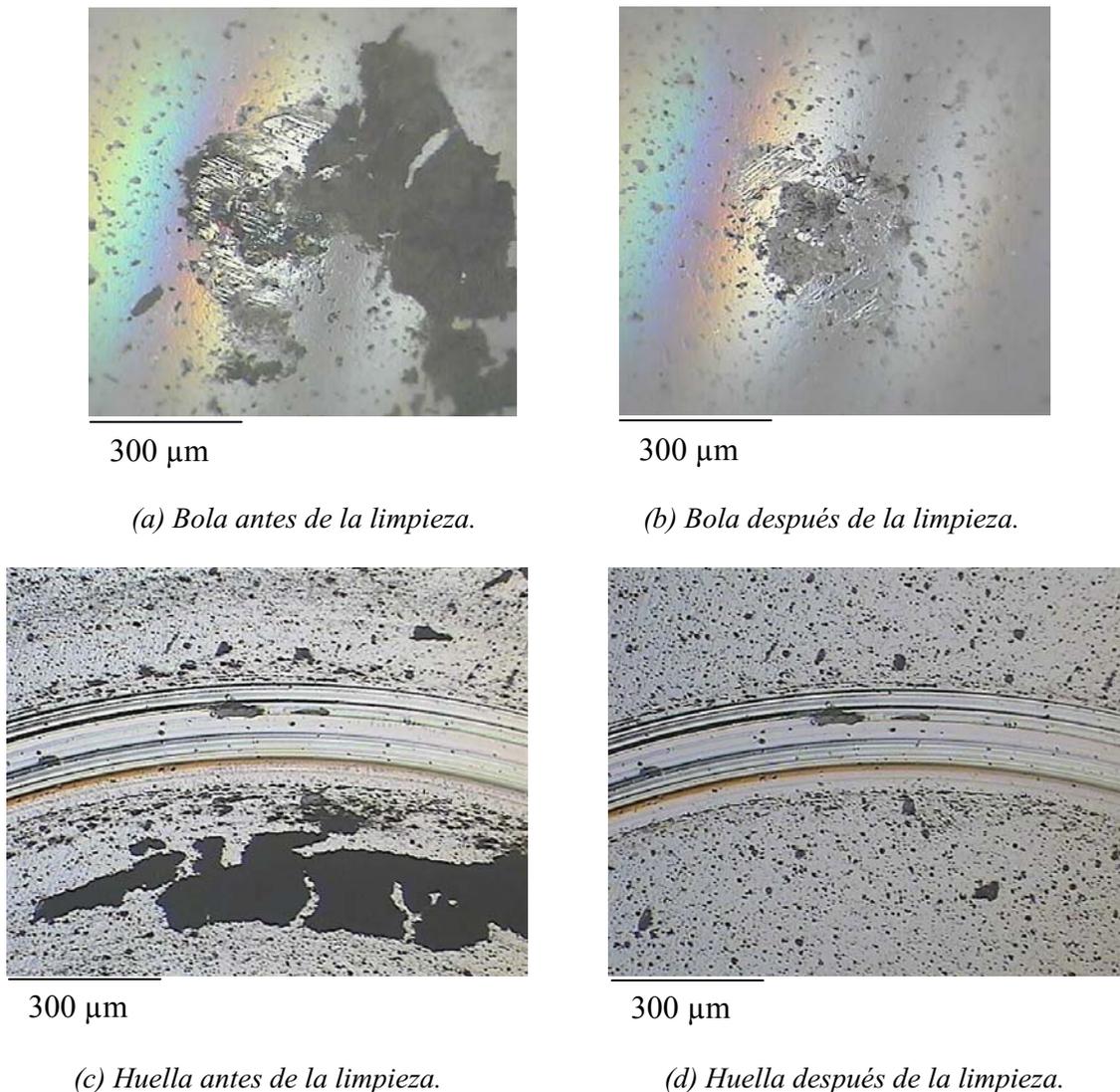


Figura 2.67- Estado final de las superficies en contacto durante el registro del recubrimiento CrN1 depositado con $V_s = -100\text{ V}$ contra bola de alúmina, aplicando una carga de 6 N y velocidad 0.02 m/s.

Las figuras 2.68 y 2.69 muestran el estado final de las superficies en contacto en las pruebas de los recubrimientos CrAlN5 ($V_s = -250\text{ V}$) y CrN2 ($V_s = -150\text{ V}$), respectivamente, evaluados contra bola de WC-Co. Como es usual se observaron partículas de desgaste alrededor de las superficies del contacto, figuras 2.68a y c y figuras 2.69a y c. Todo el material remanente que presentaba poca adhesión se desprendió, después de realizar el proceso de limpieza con etanol de estas superficies y sólo un poco de material generado permaneció adherido a un lado de la superficie desgastada de las bolas, figuras 2.68b y 2.69b. Las huellas quedaron libres de partículas de desgaste figuras 2.68d y 2.69d. En general, se observó mayor desgaste de las bolas

de WC-Co que de alúmina (figs. 2.66b, 2.67b, 2.68b y 2.69b) para los diferentes recubrimientos. En las huellas de los recubrimientos de CrAlN se observa mayor cantidad de productos de reacciones triboquímicas que en los recubrimientos de CrN (figs. 2.66d, 2.67d, 2.68d y 2.69d).

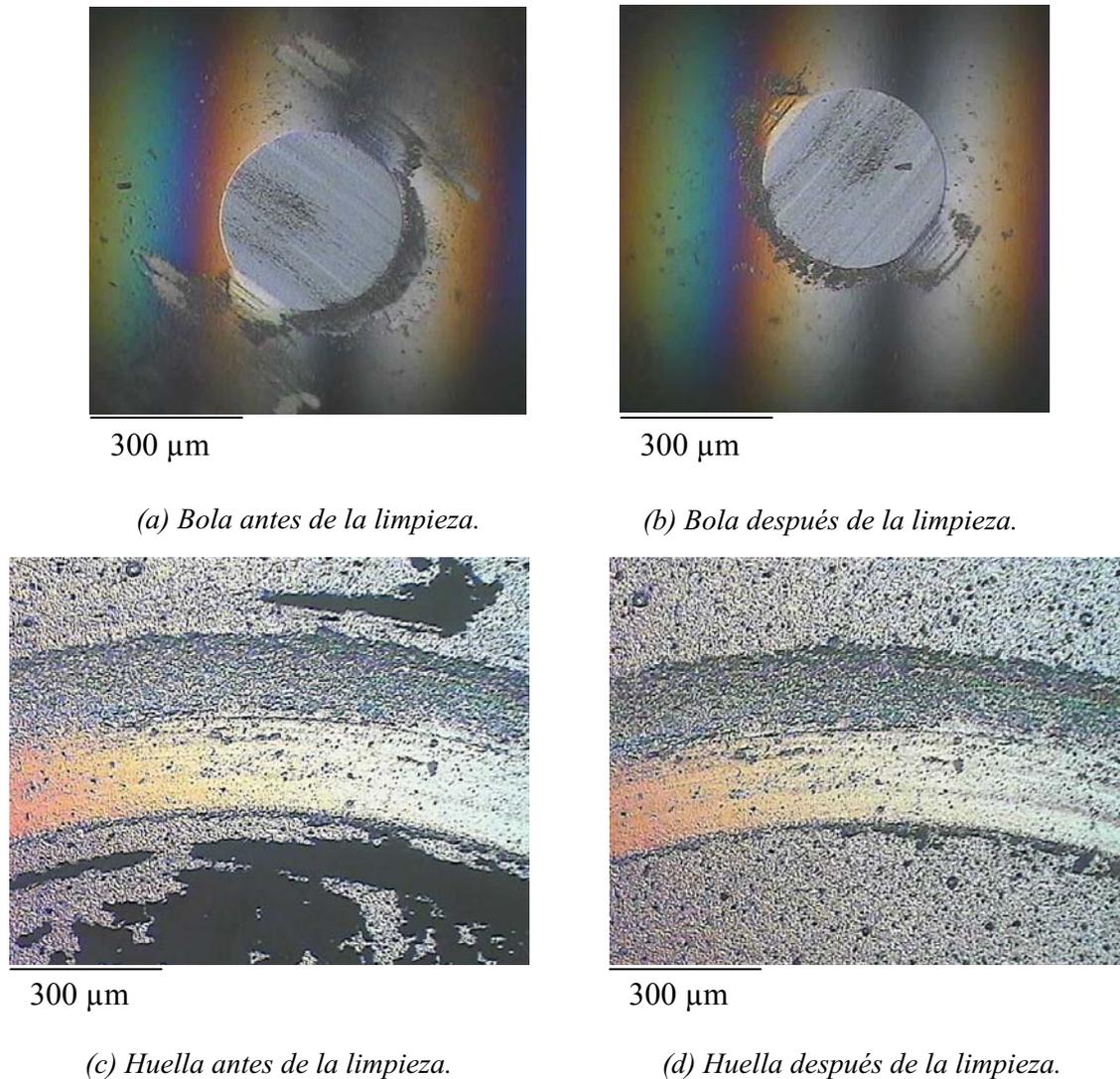


Figura 2.68- Imágenes obtenidas al final del registro del recubrimiento CrAlN5 depositado con $V_s = -250 V$, contra bola de WC-Co aplicando una carga de 6 N y velocidad 0.02 m/s.

Respecto a los mecanismos de desgaste, en la figura 2.70 se presentan las imágenes típicas de las huellas de desgaste obtenidas con todos los recubrimientos de este Grupo con las bolas de alúmina y de WC-Co. El aspecto suave que presentan las huellas sugiere la adhesión como mecanismo de desgaste, además de reacciones triboquímicas que se manifiestan a través de pequeños puntos (de inicio de formación

de óxidos indicados con las flechas) o manchas de color que quedaron adheridas a las huellas después de la limpieza y se encuentran distribuidas a lo largo de las huellas de desgaste. En las huellas obtenidas contra bolas de alúmina se observó menos densidad a lo largo de las trazas de productos de reacciones triboquímicas (figs. 2.70a y c) comparado con la cantidad que se aprecia en las huellas realizadas contra bolas de WC-Co (figs. 2.70b y d). En las huellas de CrN contra bola de alúmina, también se observaron trazas de desgaste abrasivo. Los productos de reacciones triboquímicas de estos recubrimientos pueden resultar de la interacción del material del recubrimiento con el oxígeno del aire formando óxidos. Además, en las pruebas realizadas contra bolas de WC-Co es probable que ocurran reacciones entre la bola o partículas de desgaste con el oxígeno del aire, que bajo las condiciones de prueba son aceleradas.

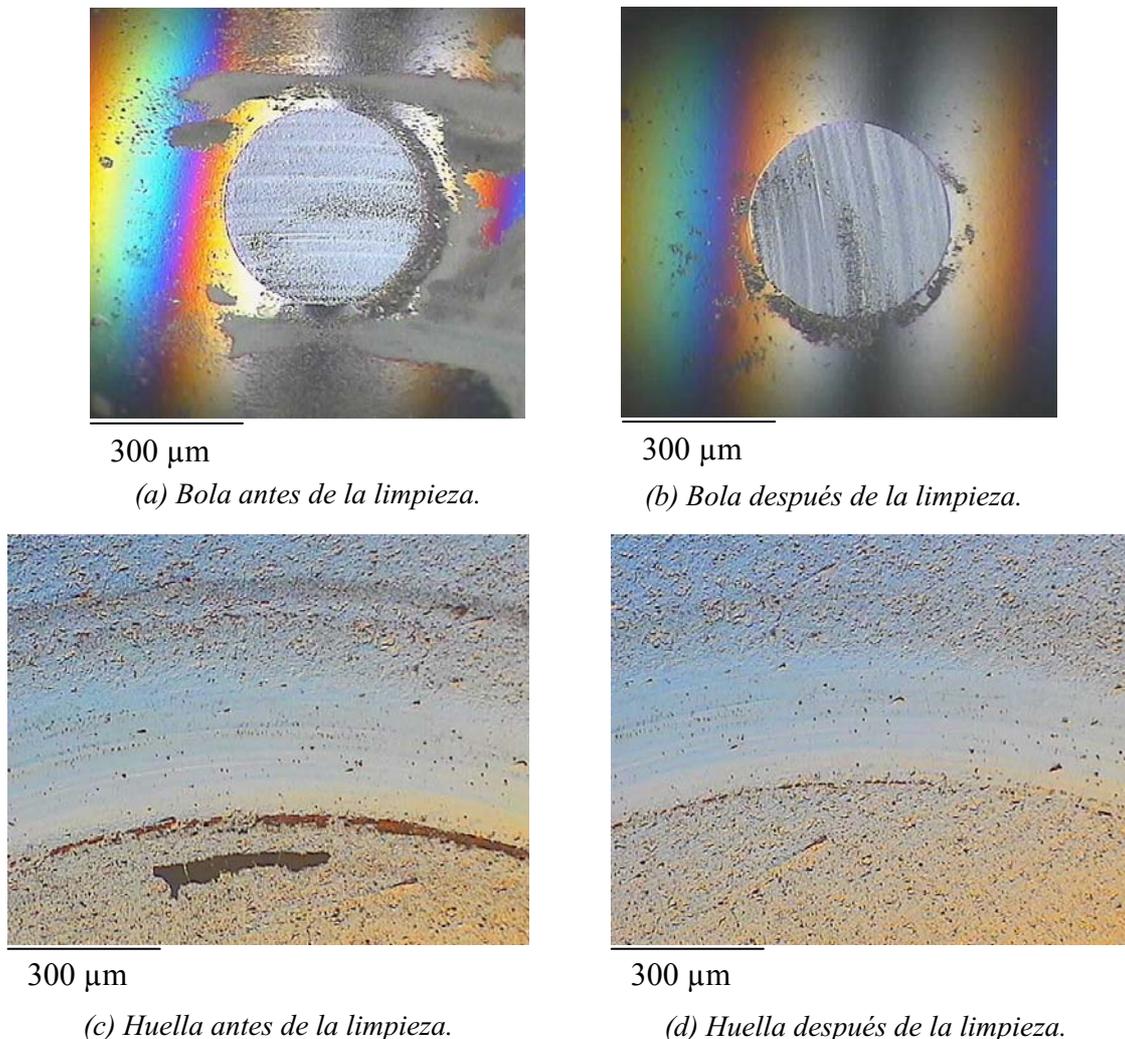
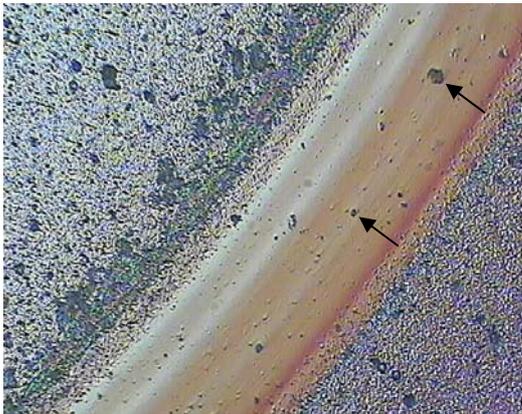


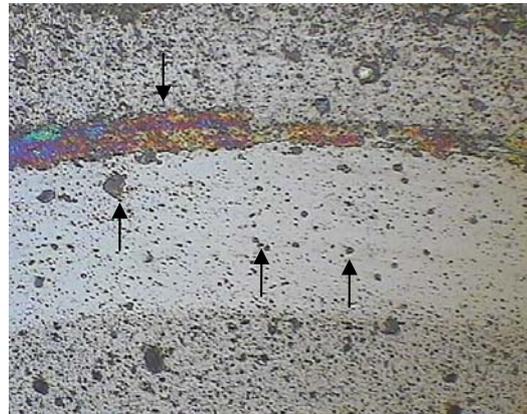
Figura 2.69- Imágenes obtenidas al final del registro del recubrimiento CrN2 depositado con $V_s = -150 V$, contra bola de WC-Co aplicando una carga de 6 N y velocidad 0.02 m/s.

La figura 2.71 muestra dos ejemplos de perfiles de desgaste obtenidos sobre recubrimientos de CrAlN. La figura 2.71a muestra un perfil típico de las huellas obtenidas contra bola de alúmina, estos perfiles mostraron una relación profundidad/anchura mayor que los perfiles obtenidos contra bolas de WC-Co como se puede ver en la figura 2.71b. Sin embargo, los volúmenes de material de los recubrimientos desgastados contra las dos bolas utilizadas fueron bastante similares debido a que las áreas de los perfiles fueron muy parecidas, a pesar de tener formas muy diferentes.



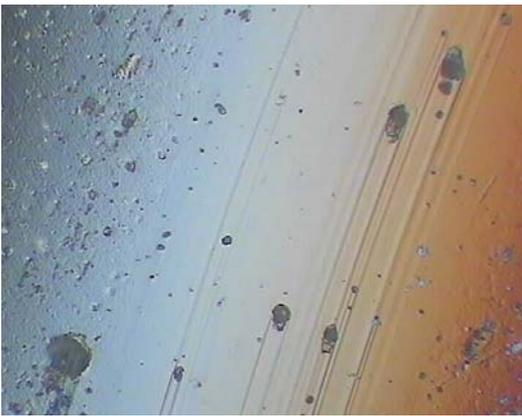
200 µm

(a) Huella del recubrimiento CrAlN5 contra bola de alúmina.



200 µm

(b) Huella del recubrimiento CrAlN7 contra bola de WC-Co.



200 µm

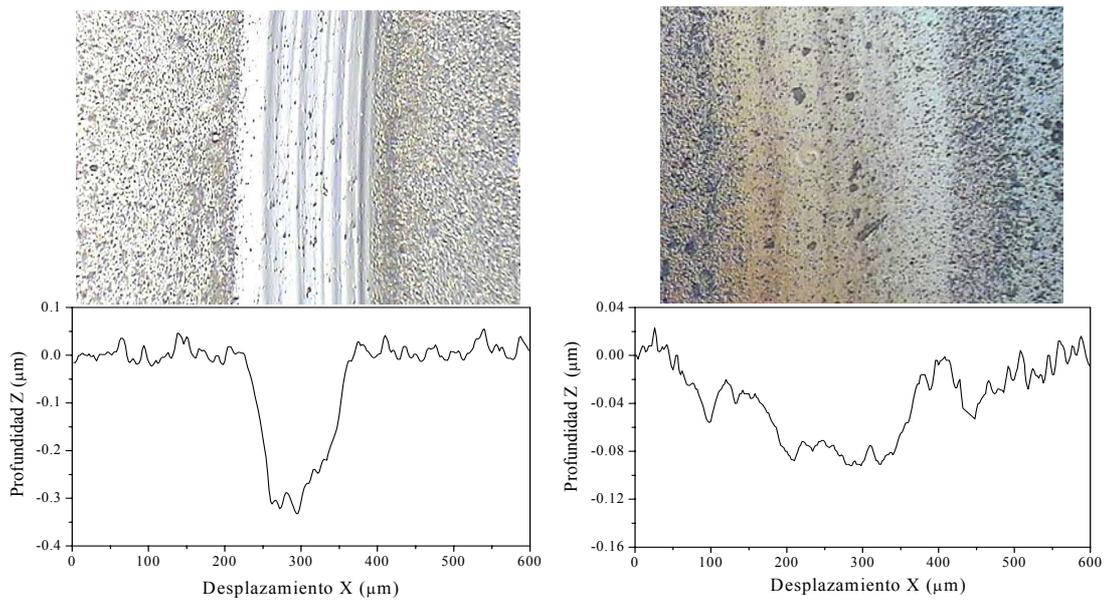
(c) Huella del recubrimiento CrN2 contra bola de alúmina.



200 µm

(d) Huella del recubrimiento CrN1 contra bola de WC-Co.

Figura 2.70- Huellas de desgaste en deslizamiento sin lubricación obtenidas en recubrimientos de CrAlN y CrN aplicando cargas de 6 N.



(a) Recubrimiento CrAlN6 con $V_s = -300 V$ contra bola de alúmina. (b) Recubrimiento CrAlN5 con $V_s = -250 V$ contra bola de WC-Co.

Figura 2.71- Perfiles de huellas de desgaste de recubrimientos de CrAlN obtenidas con una velocidad de 0.02 m/s y aplicando una carga de 6 N.

La figura 2.72 muestra la dependencia de las tasas de desgaste de los recubrimientos de CrAlN y CrN con la polarización del sustrato. Estos valores son muy bajos en la escala de $10^{-16} \text{ m}^3/\text{Nm}$ y muestran una leve tendencia a disminuir con el aumento de la polarización del sustrato. El recubrimiento CrAlN1 depositado con la más baja polarización del sustrato (-50 V) muestra las mayores tasas de desgaste contra las dos bolas, además este recubrimiento presentó la dureza más baja. En general, los recubrimientos de CrAlN mostraron una ligera correlación entre sus tasas de desgaste y los valores de dureza, revelando tasas de desgaste levemente inferiores cuando la dureza de los recubrimientos aumenta como es incrementada la polarización del sustrato (figs. 2.72 y 3.19).

El hecho que en los pares tribológicos evaluados con todos los recubrimientos de este Grupo, los contracuerpos representen las superficies menos duras respecto a la dureza de los recubrimientos, explica que las tasas de desgaste de los recubrimientos no presenten una correlación muy directa con los coeficientes de fricción, mostrando un comportamiento bastante paralelo a la dureza de los recubrimientos.

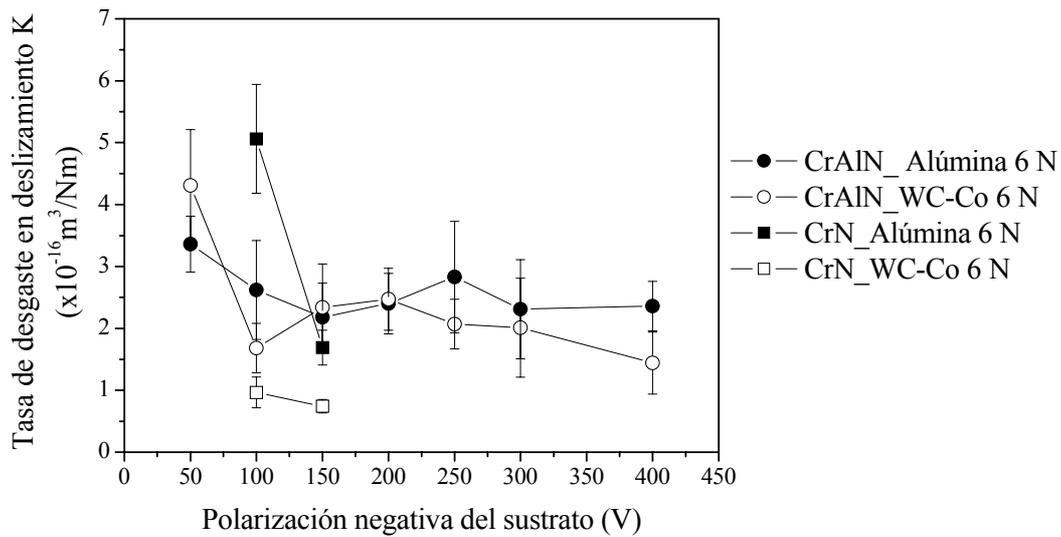


Figura 2.72- Tasas de desgaste de deslizamiento sin lubricación de los recubrimientos de CrAlN y CrN aplicando una carga de 6 N, contra bolas de

A pesar de que los recubrimientos mostraron coeficientes de fricción altos, éstos están acompañados de muy buena resistencia al desgaste. No se encontró una diferencia apreciable entre el comportamiento tribológico de los recubrimientos de CrAlN y los de CrN. Sin embargo, los recubrimientos de CrAlN mostraron mejores propiedades mecánicas que los de CrN. De forma similar otros autores han encontrado propiedades tribológicas bastante similares entre recubrimientos de CrAlN y CrN con apreciables diferencias en sus propiedades mecánicas [Schramm, Vetter].

Debido a que las pruebas de bola sobre disco realizadas con estos recubrimientos de CrAlN y CrN contra los dos contracuerpos de alúmina y WC-Co aplicando la carga de 6 N, produjeron un desgaste suficiente sobre los contracuerpos, de forma tal que fue posible su cuantificación, en la figura 2.73 se presentan las tasas de desgaste de las bolas utilizadas en estas pruebas. Las bolas de WC-Co presentaron tasas de desgaste mucho mayores que las bolas de alúmina con todos los recubrimientos evaluados. En las pruebas realizadas contra bolas de WC-Co, las bolas mostraron tasas de desgaste 20 veces mayores que los recubrimientos, figuras 2.72 y 2.73. Mientras que en las pruebas realizadas contra bolas de alúmina, los contracuerpos presentaron tasas de desgaste 5 veces mayores que los recubrimientos (figs. 2.72 y 2.73). Estos resultados muestran las

excelentes propiedades de resistencia al desgaste en deslizamiento de estos recubrimientos.

Las tasas de desgaste de los contracuerpos (superficies menos duras en estas pruebas) tienden a seguir un comportamiento análogo al de los coeficientes de fricción medidos para los diferentes pares tribológicos. En las pruebas de los recubrimientos de CrAlN contra bola de alúmina los coeficientes de fricción disminuyen cuando se incrementa la polarización de depósito y una tendencia similar muestran las tasas de desgaste de estas bolas (figs. 2.65 y 2.73). En las pruebas de los recubrimientos de CrAlN contra bolas de WC-Co los coeficientes de fricción muestran una tendencia a aumentar cuando la polarización del sustrato es incrementada y las tasas de desgaste de estas bolas, de esta misma forma tienden a aumentar.

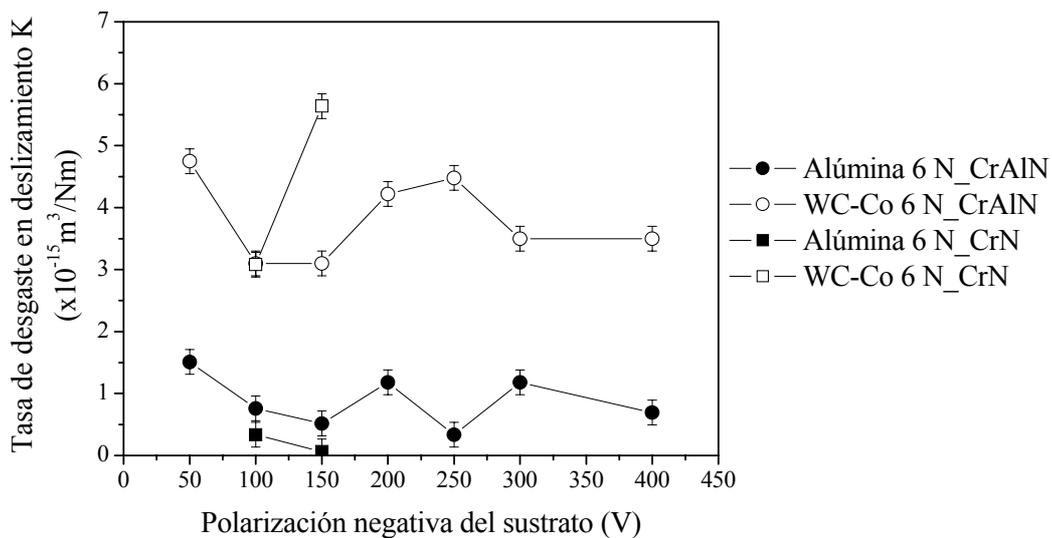


Figura 2.73- Tasas de desgaste de las bolas de alúmina y WC-Co en las pruebas de bola sobre disco de los recubrimientos de CrAlN y CrN aplicando una carga de 6 N.

Como conclusión de las propiedades tribológicas de los recubrimientos de CrAlN se puede decir que los coeficientes de fricción medidos son altos para ser considerados como buenos recubrimientos tribológicos pero en cambio, la tasa de desgaste que presentan es la más baja de todos los recubrimientos estudiados, esta propiedad coincide con el hecho de presentar la dureza más elevada de todos los recubrimientos estudiados, como se verá en el próximo capítulo. El proceso de desgaste

empieza por el pulimento de la elevada rugosidad superficial que presentan estos recubrimientos y continúa con un leve desgaste de la capa. Los contracuerpos de WC-Co y alúmina sufrieron tasas de desgaste 20 y 5 veces mayores que los recubrimientos de CrAIN.

2.5. PRUEBAS DE DESGASTE ABRASIVO

Es conveniente recordar que el desgaste abrasivo ocurre cuando una superficie dura o partículas libres duras deslizan sobre una superficie más blanda y producen daño en esta superficie por deformación plástica y fractura. A fin de evaluar el desgaste abrasivo, se realizaron los ensayos en un equipo de “disco abrasivo” (“dimple grinder”) estos equipos también son utilizados para adelgazar muestras en microscopia electrónica de transmisión, a continuación se describen sus principales características. Otro equipo utilizado también para estos ensayos es el de la bola giratoria, comercialmente llamado “Calotest”.

2.5.1. Equipo experimental de “disco abrasivo”

La figura 2.74 muestra un esquema del equipo “disco abrasivo” Gatan Modelo 656 que se ha utilizado para las pruebas de desgaste abrasivo. Un porta-muestras giratorio sostiene la muestra y le transmite un movimiento de rotación lento. Sobre la muestra se apoya un disco giratorio, que produce el desgaste abrasivo de la muestra en una ubicación precisa. En nuestro caso se empleó un disco de cobre de 15 mm de diámetro que presenta un acabado liso, con perfil esférico, en el borde de contacto con la muestra. La velocidad de giro del disco de cobre es graduable de manera continua y es, en general, considerablemente más elevada que la velocidad de giro de la muestra. El equipo original tiene el eje de giro de la muestra justo en el contacto de ésta con el disco abrasivo, de esta forma la huella de desgaste abrasivo obtenida tiene forma de casquete esférico del mismo diámetro que el disco abrasivo. A fin de obtener huellas de abrasión de forma similar a las huellas de desgaste obtenidas en nuestro sistema de bola sobre disco, (surco toroidal) hemos desplazado punto de apoyo del disco abrasivo a una distancia de 0.4 mm del eje de giro de la muestra, de manera que la huella de abrasión tiene la forma de un surco toroidal de 0.8 mm de diámetro, como lo ilustra la fig. 2.74.

El sistema de “disco abrasivo” permite graduar la carga normal aplicada en el contacto del disco de cobre con la muestra desde 0 hasta 0.4 N y dispone de un rango de velocidades de giro para el disco de cobre de 0 a 192 rpm. La velocidad de giro de la muestra es fija a 7 rpm. La adición del líquido que contiene partículas abrasivas se hace de forma manual, añadiendo una gota en el contacto cada vez que se observa que el líquido escasea. La duración de las pruebas se puede controlar midiendo el tiempo y deteniendo el ensayo manualmente o el sistema cuenta con la posibilidad de graduar la profundidad de huella deseada y en el momento en que esto ocurra, el ensayo se detiene automáticamente.

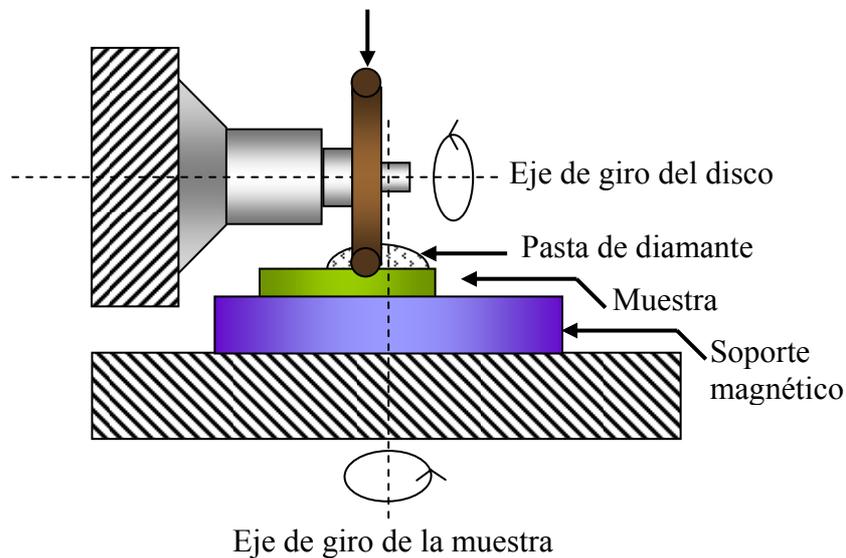


Figura 2.74- Equipo de “disco abrasivo” usado para las pruebas de desgaste abrasivo.

➤ *Calotest*

El Calotest, de la marca suiza CSEM, es otro aparato utilizado para hacer pruebas de desgaste abrasivo, en lugar de disco de cobre utiliza una bola de acero que rota sobre la muestra. En este caso la muestra no gira sobre si misma y la huella de desgaste obtenida tiene necesariamente la forma de casquete esférico del mismo diámetro que la bola, la carga aplicada se puede cambiar cambiando el tamaño de la bola (o también utilizando bola de metal duro, más denso). La velocidad de rotación de la bola también es graduable de manera continua. La adición del líquido que contiene partículas abrasivas se hace de forma manual, gota a gota.

2.5.2. Procedimiento experimental desarrollado para realizar las medidas de desgaste abrasivo

Las pruebas de desgaste abrasivo fueron conducidas para los recubrimientos de los grupos B y C. Para desarrollar estos ensayos es necesario definir los parámetros de prueba, los cuales se llegan a conocer haciendo pruebas preliminares a diferentes cargas, velocidades, tiempos y variando el tamaño del abrasivo empleado hasta obtener una huella adecuada. Cada tipo de recubrimiento es una situación nueva y por tanto es necesario buscar los parámetros adecuados para cada caso. Una vez encontrados los parámetros de prueba se procede a desarrollar las pruebas de desgaste abrasivo como se describe a continuación.

Una precaución importante es asegurarse que el disco de cobre a utilizar, sea nuevo o sólo haya sido usado con el abrasivo que se va a emplear. Si el disco ha sido usado con un abrasivo de tamaño de partícula mayor, es posible que haya quedado contaminado con partículas abrasivas incrustadas y por tanto se pueden producir rayas abrasivas debidas a esta contaminación, mezcladas con trazas del abrasivo empleado en la prueba. Esto puede afectar la reproducibilidad de los ensayos, aparte de desmejorar el aspecto de las huellas. Para efectuar un ensayo, se sujeta la muestra a evaluar en el porta-muestras giratorio del equipo, que tiene cabezal magnético, ubicando la zona sobre la que se quiere hacer la huella justo en el eje de giro del porta-muestras. Posteriormente se selecciona la carga y la velocidad de giro del disco de cobre. Finalmente se adiciona una gota del líquido que contiene las partículas abrasivas en suspensión y se lleva el disco de cobre a contactar la muestra. En los ensayos realizados de este trabajo, la finalización de las pruebas fue determinada por medida del tiempo.

Al finalizar las pruebas, la pasta abrasiva remanente fue eliminada mediante limpieza con etanol y las huellas obtenidas fueron observadas al microscopio óptico a fin de apreciar su aspecto y valorar que el recubrimiento no hubiera presentado alguna falla de rotura o de adhesión durante las pruebas. Además se realizaron observaciones y medidas al microscopio interferométrico para determinar los volúmenes desgastados.

El microscopio interferométrico es muy útil para efectuar la observación y medida cuantitativa de perfiles de muestras relativamente grandes que quedan fuera de las dimensiones de imagen observables en el microscopio de fuerza atómica (AFM),

tanto en extensión superficial como en profundidad. El microscopio interferométrico puede medir, en cuanto a extensión superficial, las mismas imágenes que son posibles de medir mediante microscopía óptica. Por otra parte, el microscopio interferométrico aumenta enormemente la profundidad de campo respecto la que ofrece el microscopio óptico. A continuación se presenta una breve descripción del microscopio interferométrico.

➤ *Microscopio interferométrico Zygo*

El microscopio interferométrico que utilizamos fue el modelo 3000 de la marca Zygo, opera con luz blanca y monocromática, con un interferómetro de prisma que proporciona una medida cuantitativa de los perfiles de alturas, rugosidad y otros parámetros topográficos superficiales. La resolución vertical es de 1 nm y la resolución lateral es de 500 nm, empleando el aumento máximo (objetivo de 40× y zoom de 2×). El equipo cuenta con dos objetivos: uno de 5×, que permite un campo de trabajo de $2.82 \times 0.53 \text{ mm}^2$ y el objetivo de 40×, que permite un campo de trabajo de $0.36 \times 0.06 \text{ mm}^2$. El zoom del sensor de imagen se puede seleccionar entre 0.5, 0.75, 1.0, 1.5 y 2.0. Si la superficie de la muestra es absorbente o transparente para la longitud de onda de la luz empleada, se recomienda recubrir la muestra con una fina película de metal reflectante.

La microscopía óptica interferométrica se basa en las interferencias obtenidas a partir de las diferencias de camino óptico entre la luz incidente y la luz reflejada en la superficie de la muestra a diferentes distancias entre el objetivo y la superficie. Las distancias se pueden variar mediante un dispositivo piezoeléctrico o con un dispositivo mecánico. Escoger uno u otro dependerá de la precisión y el rango de medida requeridos, siendo el primero más preciso, se utiliza el mecánico para posicionar el interferómetro y el piezoeléctrico para adquirir las imágenes de interferencia.

Una vez adquiridas las imágenes de interferencia el computador calcula la altura/profundidad en cada punto de la imagen respecto a un plano que se ha definido manualmente sobre las zonas mas lisas de la imagen. La presentación es ofrecida en imágenes bi y tridimensionales que exhiben una variación de colores, con un color determinado para cada altura respecto del plano de referencia. Para las imágenes

presentadas en esta tesis, el plano de referencia fue tomado justo en la superficie del recubrimiento que quedó intacta alrededor de la huella de desgaste abrasivo y a partir de este plano la variación de colores mostrada en el interior de las huellas indica diferentes profundidades.

➤ **Medida del volumen de las huellas de desgaste abrasivo**

Los volúmenes desgastados durante las pruebas abrasivas fueron medidos no sólo por microscopía interferométrica, sino también mediante perfilometría a fin de corroborar los resultados. En el microscopio interferométrico, estos volúmenes los mide el equipo a partir del plano de referencia indicado por el usuario y el sistema suministra el volumen de la huella detectado por debajo de este plano. La medida de estos volúmenes en el perfilómetro, se realizó tomando los perfiles de 8 secciones transversales de cada huella de desgaste, distribuidos uniformemente a lo largo de toda la huella como lo ilustra la figura 2.75. Una vez obtenidas las 8 áreas, de las secciones transversales de las huellas de desgaste abrasivo, se promediaron y este valor se multiplicó por la longitud de la huella para obtener el volumen desgastado. A partir de los volúmenes de las huellas, las tasas de desgaste abrasivo fueron calculadas, con la misma ecuación utilizada para calcular las tasas de desgaste en deslizamiento sin lubricación, expresión 1.12.

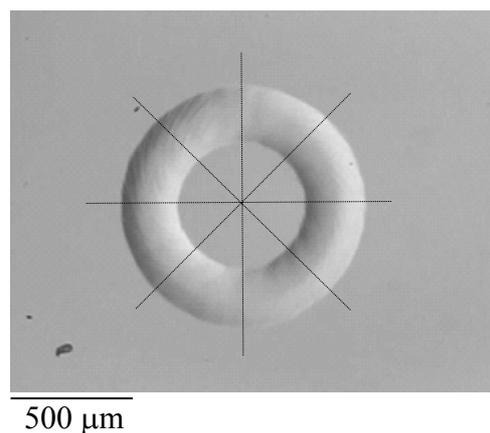


Figura 2.75- Distribución de las áreas transversales adquiridas en las huellas de desgaste abrasivo mediante perfilometría para estimar el volumen desgastado.

2.5.3. Resultados de las pruebas de desgaste abrasivo

2.5.3.1. Grupo B: recubrimientos de CrC depositados mediante pulverización catódica magnetrón

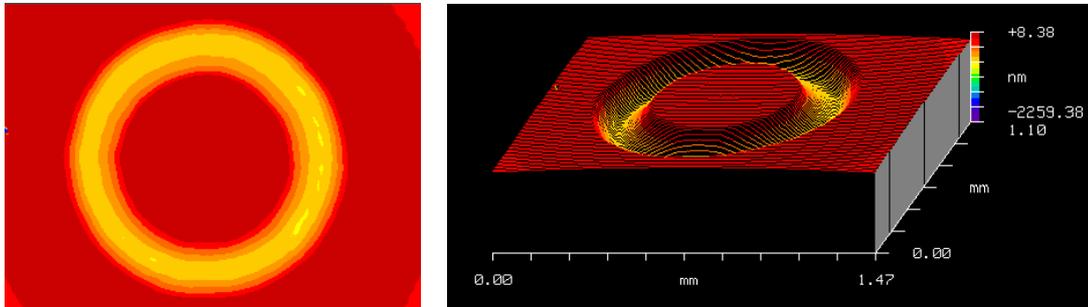
Las pruebas de desgaste abrasivo de estos recubrimientos fueron conducidas aplicando una carga normal de 0.4 N, velocidad del disco de cobre de 84 rpm en el contacto con la muestra y pasta de diamante de 0.1 μm , dando por finalizada cada prueba a los 2 min. Para todos los recubrimientos evaluados, las huellas de desgaste abrasivo se obtuvieron con diámetros alrededor de 700 nm y las profundidades no alcanzaron en ningún caso el espesor de los recubrimientos.

La figura 2.76 muestra la huella de desgaste abrasivo obtenida en la muestra CrC07 que presentó una composición estequiométrica con un contenido de carbono del 40 %. La figura 2.76a presenta la vista frontal de la huella adquirida en el microscopio interferométrico Zygo, la cavidad en volumen de material desgastado se puede apreciar en la figura 2.76b y la figura 2.76c muestra la fotografía de la huella obtenida en el microscopio óptico. El aspecto de la huella revela el buen estado del recubrimiento al final de la prueba, el cual presentó buena adhesión y es claro, que en el momento de suspender el ensayo no se había llegado al sustrato ni a la capa de adhesión de cromo.

La figura 2.77 muestra la huella de desgaste abrasivo de la muestra CrC023 con alto exceso de carbono en su composición, conteniendo un 54 %. Las imágenes bidimensional y tridimensional adquiridas en el microscopio interferométrico se pueden observar en las figuras 2.77a y b y en la figura 2.77c se puede apreciar la imagen adquirida en el microscopio óptico. En los recubrimientos con alto exceso de carbono, el tamaño de las huellas disminuyó considerablemente como lo revelan estas imágenes respecto a la figura 2.76.

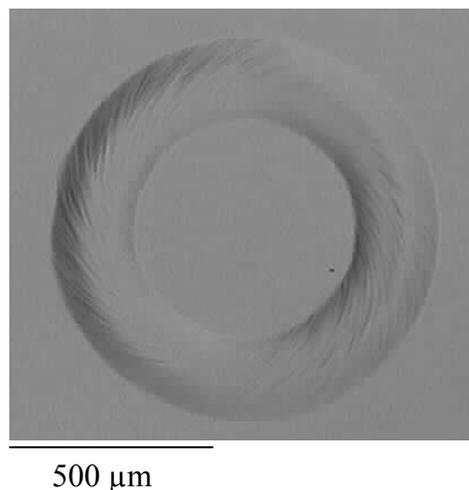
En la figura 2.78 se puede observar la imagen y un perfil de la huella de desgaste obtenida en la muestra CrC02 con composición sub-estequiométrica, presentando un 34 % de contenido de carbono. La huella muestra un aspecto suave y una anchura alrededor de 190 μm con una profundidad de 0.28 μm . Un ejemplo de las huellas obtenidas en los recubrimientos con composición estequiométrica de la fase Cr_3C_2 es mostrado en la figura 2.79, que corresponde a la muestra CrC07 con 40 % de carbono.

Esta huella presenta una anchura alrededor de $230\ \mu\text{m}$ y una profundidad de $0.6\ \mu\text{m}$, lo cual indica que se desgastó un mayor volumen de material que el mostrado en la figura 2.78.



(a) Imagen bidimensional obtenida en el microscopio Zygo.

(b) Imagen tridimensional obtenida en el microscopio Zygo.

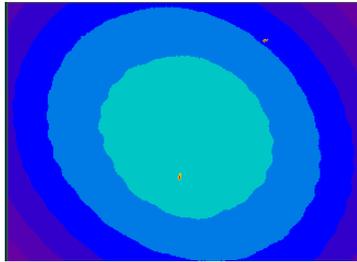


(c) Imagen obtenida en el microscopio óptico.

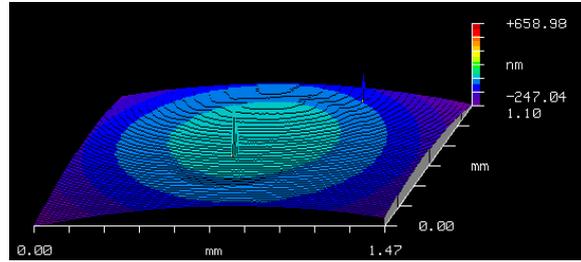
Figura 2.76- Huella de desgaste abrasivo de la muestra CrC07 con composición estequiométrica de 40 % de carbono.

La figura 2.80 presenta las tasas de desgaste abrasivo en función del contenido de carbono. Los resultados de desgaste abrasivo permiten ver un comportamiento paralelo a la dureza de los recubrimientos. Estos resultados mostraron una gran variación comparada con las tasa de desgaste en deslizamiento sin lubricación. Los recubrimientos con composición entre 39 y 49 % de C (líneas punteadas) muestran las mayores tasas de desgaste abrasivo, además presentan un aumento comparadas con las

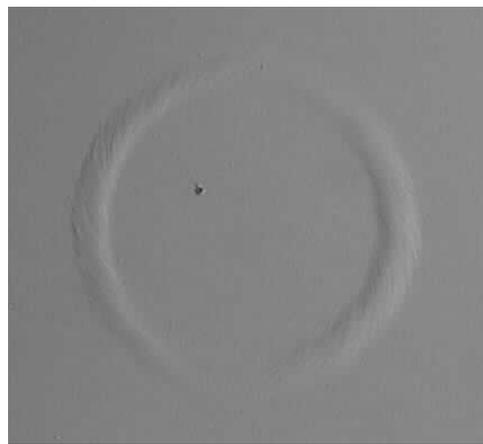
tasas de desgaste en deslizamiento. Los recubrimientos con contenido de carbono entre 50 y 58 %, presentan tasas de desgaste abrasivo con una pronunciada reducción.



(a) Imagen frontal de la huella de acuerdo a las líneas de interferencia.



(b) Representación en volumen de la huella de acuerdo a las líneas de interferencia.



500 µm

(c) Imagen adquirida en el microscopio óptico.

Figura 2.77- Huella de desgaste abrasivo de la muestra CrC23 con exceso de carbono, presentando un contenido del 54 %. La profundidad de la huella es 0.1 µm.

Los recubrimientos con las durezas más altas mostraron las mayores tasas de desgaste abrasivo, mientras que los recubrimientos con las durezas más bajas mostraron las más bajas tasas de desgaste abrasivo. Estos resultados aparentemente contradictorios no están de acuerdo con la relación común entre dureza y resistencia abrasiva, la cual establece que cuanto más duro es un recubrimiento, mayor resistencia abrasiva presenta. Este comportamiento diferente de nuestros recubrimientos puede ser atribuido a la elasticidad de los recubrimientos con el más alto exceso de carbono, observada en las

curvas de descarga de nanoindentación. Estos recubrimientos admiten pequeñas deformaciones elásticas cuando las partículas abrasivas (diamante en las pruebas de desgaste abrasivo) son presionadas contra ellos y recuperan su forma cuando cesa la presión de estas partículas sobre ellos. Por tanto, las pequeñas deformaciones elásticas que toleran estos recubrimientos pueden disminuir notablemente el desgaste abrasivo.

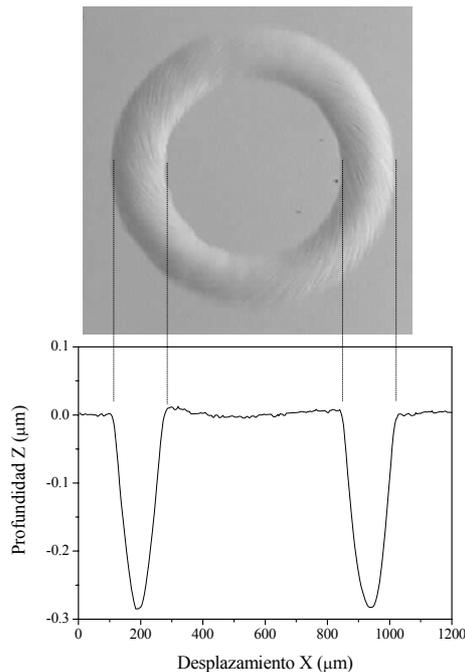


Figura 2.78- Huella de desgaste abrasivo obtenida en la muestra CrC02 de composición sub-estequiométrica de la fase Cr_3C_2 con un contenido de 34 % C.

Se puede concluir que el comportamiento en desgaste abrasivo de estos recubrimientos obtenidos por pulverización catódica es análogo a su comportamiento en desgaste en deslizamiento, también aquí los recubrimientos con el más alto exceso de carbono mostraron las mejores propiedades tribológicas.

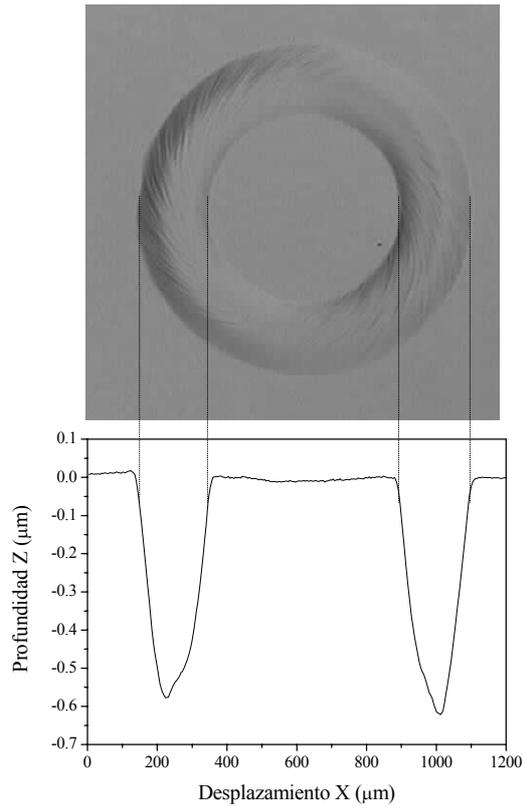


Figura 2.79- Huella de desgaste abrasivo de la muestra CrC07 de composición estequiométrica de la fase Cr_3C_2 con 40 % de carbono atómico.

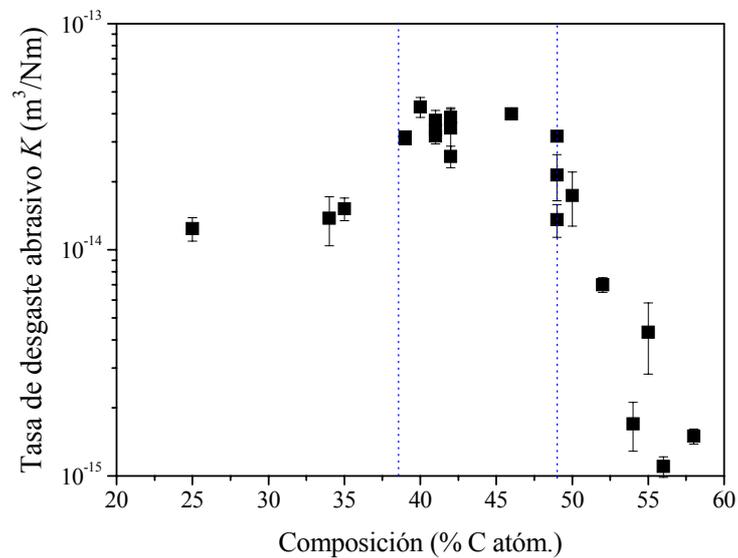


Figura 2.80- Tasas de desgaste abrasivo de los recubrimientos de CrC depositados mediante pulverización catódica magnetron en función del contenido de carbono atómico. Las líneas punteadas indican el rango de recubrimientos que presentaron las mayores tasas de desgaste.

2.5.3.2. Grupo C: recubrimientos constituidos por multicapas de Cr/CrC depositados mediante pulverización catódica magnetrón

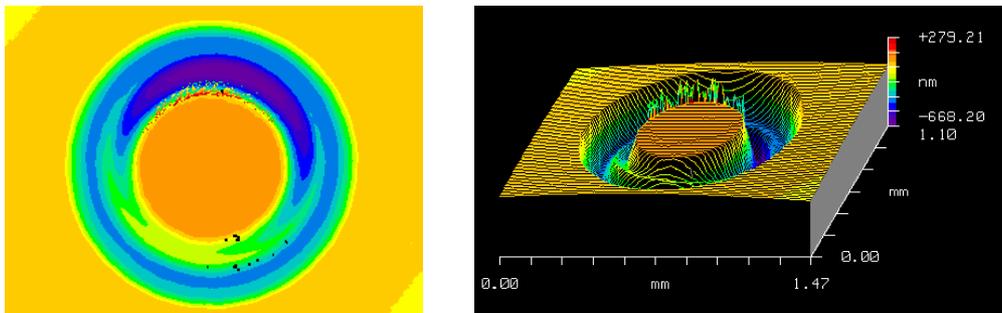
En las pruebas de desgaste abrasivo sobre los recubrimientos multicapa Cr/CrC se aplicó una carga normal de 0.2 N, velocidad del disco de cobre de 55 rpm en el contacto con la muestra, como abrasivo se utilizó pasta de diamante de 0.1 μm en diluyente lubricante y cada prueba tuvo una duración de 1 h. Los ensayos de estos recubrimientos se realizaron con menor velocidad y carga que los recubrimientos del Grupo B con el fin de obtener huellas suaves y en caso de ser posible para observar la estructura multicapa. El tiempo de duración de las pruebas abrasivas de estos recubrimientos multicapa fue muy superior al de los recubrimientos del Grupo B debido a que se aplicó una carga y una velocidad muy inferior y a que estos recubrimientos presentaron una resistencia al desgaste abrasivo cinco veces mayor que los del Grupo B. Las pruebas de desgaste abrasivo se realizaron en los recubrimientos depositados sobre sustratos de silicio, se obtuvieron huellas con profundidades alrededor de la mitad del espesor total de los recubrimientos y 700 nm de diámetro.

La figura 2.81 muestra la huella de desgaste abrasivo obtenida en el recubrimiento multicapa con 32 nm de período, depositado sobre silicio. La imagen bidimensional de la figura 2.81a y la imagen tridimensional de la figura 2.81b fueron obtenidas en el microscopio interferométrico. En la figura 2.81c se puede observar una imagen adquirida en el microscopio óptico, en la cual es claro que no se llegó a desnudar el sustrato. En esta huella no es posible diferenciar las capas que constituyen la estructura multicapa.

Otro ejemplo de las huellas de desgaste abrasivo es mostrado en la figura 2.82 que corresponde al recubrimiento con 60 nm de período. Las figuras 2.82a y b revelan las imágenes obtenidas en el microscopio interferométrico, en las cuales se puede apreciar una vista frontal de la huella y la forma tridimensional del material desgastado, respectivamente. La figura 2.82c muestra la imagen de la huella obtenida en el microscopio óptico, en la que es posible diferenciar las películas de la estructura multicapa, presentadas en mayor detalle en la figura 2.82d. Este recubrimiento fue el que mejor reveló la estructura multicapa en las pruebas de desgaste abrasivo, además las bandas de las capas de cromo y carbono muestran una anchura muy similar lo que

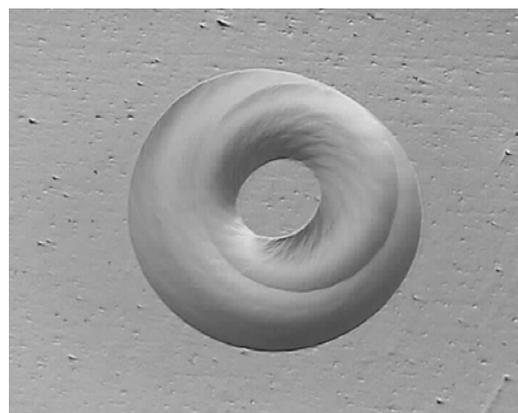
sugiere un perfil de desgaste diferente al observado en las pruebas de deslizamiento sin lubricación.

La figura 2.83 relaciona la imagen y el perfil de la huella de desgaste abrasivo obtenida en el recubrimiento multicapa de 32 nm de período. Esta huella tiene una anchura alrededor de 270 μm y una profundidad entre 0.52 y 0.54 μm como se puede apreciar. La imagen y el perfil presentados en esta figura, revelan que la forma de la huella de desgaste no corresponde a una sección esférica a lo largo de la huella, presentando dos donuts concéntricos o excéntricos, debido al desplazamiento del punto de giro de la muestra, este mismo fenómeno fue observado en varias huellas de desgaste abrasivo.



(a) Imagen bidimensional obtenida en el microscopio interferométrico.

(b) Imagen tridimensional obtenida en el microscopio interferométrico.

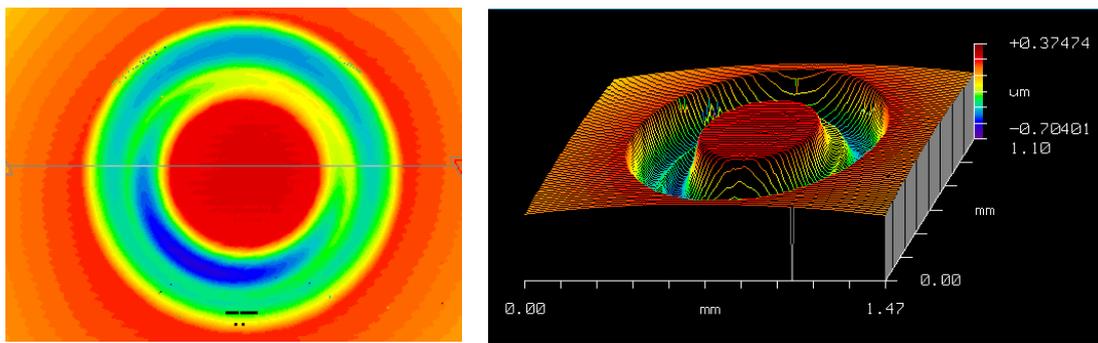


500 μm

(c) Imagen obtenida en el microscopio óptico.

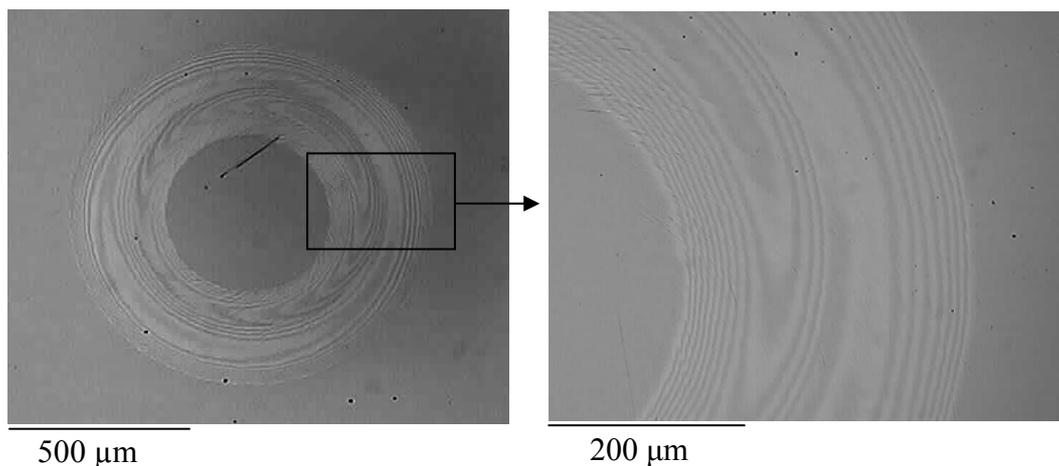
Figura 2.81- Huella de desgaste abrasivo obtenida sobre el recubrimiento de $\Lambda = 32 \text{ nm}$ depositado sobre silicio.

La figura 2.84 muestra el perfil y la imagen de microscopía óptica de la huella de desgaste abrasivo sobre el recubrimiento multicapa con 150 nm de período. Esta huella tiene una anchura alrededor de 290 μm y una profundidad de 0.54 μm mostrando un tamaño bastante similar al del recubrimiento con 32 nm de período. En la imagen óptica se alcanzan a distinguir las multicapas, pero en el perfil a esta escala no se diferencian. Los recubrimientos con espesores de período de 60, 100 y 150 nm revelaron la estructura multicapa en las pruebas de desgaste abrasivo, en el resto de los recubrimientos las huellas son suaves pero no muestran las diferentes capas. Esto posiblemente se debe a que en los recubrimientos con espesor de período de 22 y 32 nm, la observación de las diferentes capas está limitada por la resolución del microscopio óptico.



(a) Imagen bidimensional adquirida en el microscopio interferométrico.

(b) Imagen tridimensional adquirida en el microscopio interferométrico.



(c) Imagen adquirida en el microscopio óptico.

(d) Detalle ampliado donde se aprecian las multicapas.

Figura 2.82- Huella de desgaste abrasivo del recubrimiento con $\Lambda = 60 \text{ nm}$ depositado sobre silicio.

La figura 2.85 muestra las tasas de desgaste de los recubrimientos multicapa y del recubrimiento de referencia. En los ensayos de desgaste abrasivo realizados en la multicapa con $\Lambda = 300$ nm, el recubrimiento se desprendió del sustrato y por tanto no fue posible medir su tasa de desgaste. Todos los recubrimientos multicapa muestran valores de tasas de desgaste abrasivo similares, alrededor de 0.7×10^{-14} m³/Nm, con una leve disminución cuando el período de la multicapa disminuye, excepto para la multicapa con $\Lambda = 22$ nm que muestra una tasa dos veces mayor. Este comportamiento particular podría ser debido a la tensión tensil de esta muestra (figura 3.26, capítulo de propiedades mecánicas). La monocapa de referencia presenta una tasa de desgaste abrasivo cuatro veces más alta que las multicapas. Estos valores de tasas de desgaste abrasivo encontrados son menores que otros reportados para recubrimientos multicapa de Cr/CrN [Berger, Martínez_1].

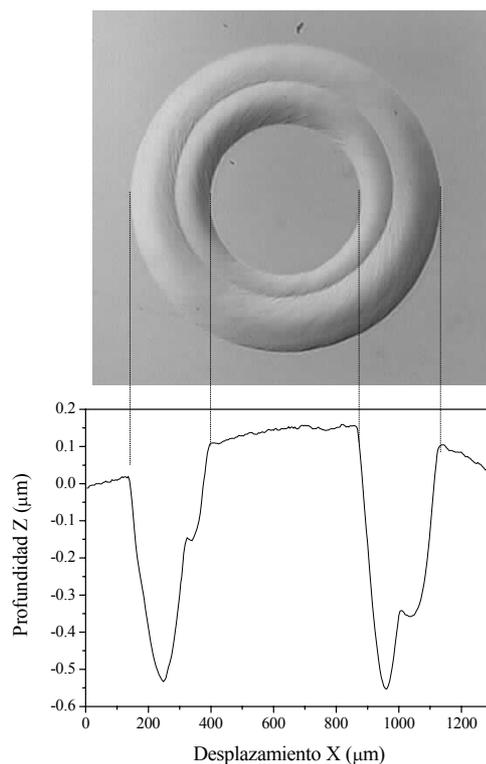


Figura 2.83- Huella de desgaste abrasivo sobre el recubrimiento multicapa con $\Lambda = 32$ nm depositado sobre sustrato de silicio.

La resistencia al desgaste abrasivo usualmente se ha relacionado con la dureza de los materiales, sin embargo la monocapa reveló una tasa de desgaste mucho mayor a pesar de ser más dura que los recubrimientos multicapa. Esto puede ser debido a que las estructuras multicapa mejoran considerablemente la resistencia al desgaste abrasivo por la presencia múltiple de interfaces de las capas cerámicas y metálicas, las cuales inhiben el crecimiento de grietas. Otros estudios han encontrado que las grietas en los recubrimientos multicapa tienden a ramificarse y desviarse en las interfaces presentando mayor resistencia al agrietamiento que los correspondientes recubrimientos monocapa [Wiklund_2]. Un comportamiento similar ha sido encontrado en otras multicapas de Cr/CrN [Berger].

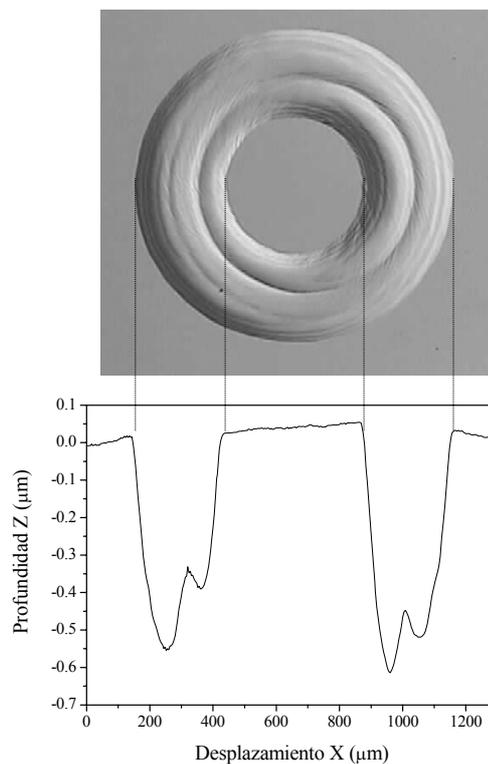


Figura 2.84- Huella de desgaste abrasivo sobre el recubrimiento multicapa con $\Lambda = 150$ nm depositado sobre silicio.

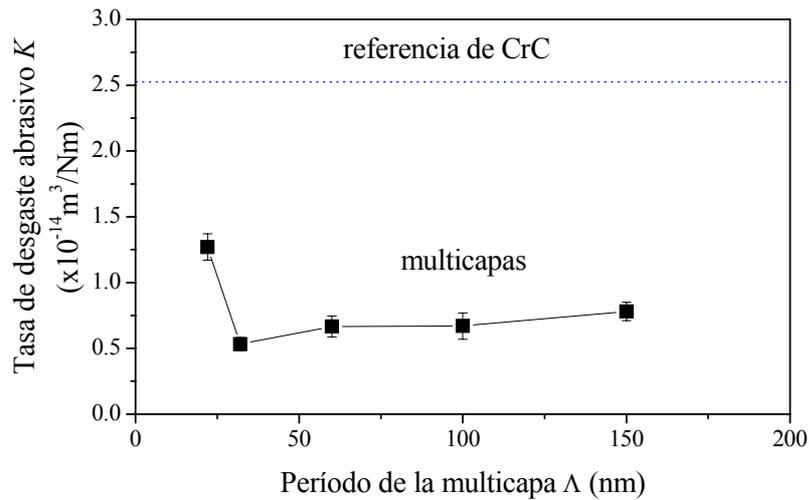


Figura 2.85- Tasa de desgaste abrasivo en función del período de la multicapa para los diferentes recubrimientos depositados sobre sustratos de silicio.

También se concluye, que el comportamiento al desgaste abrasivo de estos recubrimientos multicapa es análogo al comportamiento en desgaste en deslizamiento, presentando las multicapas un desgaste notablemente inferior al desgaste que presenta el recubrimiento de referencia de CrC.

Conclusión del capítulo 2:

El trabajo de puesta a punto y perfeccionamiento de los instrumentos de caracterización tribológica, tanto para estudiar la fricción, el desgaste en deslizamiento sin lubricación, como el desgaste abrasivo, nos han permitido encontrar muchos detalles en el comportamiento de los recubrimientos duros en capa fina, hasta ahora poco explorados. Estos instrumentos y los métodos operativos desarrollados permiten obtener valores detallados de las propiedades tribológicas e interpretaciones cualitativas de los mecanismos de desgaste que presenta cada recubrimiento en unas condiciones particulares.